

27 JUL 1992

Modalidade e n.º (11) U1 No. 100.370 N	T D	Data do pedido: (22) 1992/04/10	Classificação Internacional (51)
Requerente (71): THE PROCTER & GAMBLE COMPANY, norte-americana, com sede em One Procter & Gamble Plaza, Cincinnati, Ohio 45202, EUA			
Inventores (72): Robert Joseph Sarama - residente nos EUA			
Reivindicação de prioridade(s) (30)			Figura (para interpretação do resumo)
Data do pedido	País de Origem	N.º de pedido	
1991/04/12	US	07/685.419	
Epígrafe: (54) PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE POLIÉSTERES DE ÁCIDO GORDO E DE POLIOL TENDO UMA MAIOR ESTABILIDADE À OXIDAÇÃO			
Resumo: (máx. 150 palavras) (57) Descreve-se um processo para a produção de poliésteres de ácido gordo e de poliol tendo uma maior estabilidade à oxidação utilizando um passo adicional que compreende a adição de um material alcalino aos poliésteres de ácido gordo e poliol brutos sintetizados antes de realizar o acabamento do produto bruto. O material alcalino é adicionado numa quantidade tal que o produto acabado tem um pH compreendido entre cerca de 6,0 e cerca de 8,5. Os poliésteres de ácido gordo e de poliol de acordo com a invenção podem ser usados, por exemplo, na produção de óleos comestíveis.			

NÃO PREENCHER AS ZONAS SOMBRADAS

69 JUL 1992

"PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE POLIÉSTERES DE ÁCIDO GORDO
E DE POLIOL TENDO UMA MAIOR ESTABILIDADE À OXIDAÇÃO"

CAMPO TÉCNICO

A presente invenção refere-se a um processo para a fabricação de poliésteres de polióis e de ácidos gordos especialmente poliésteres de sacarose, com uma estabilidade relativamente à oxidação melhorada.

ENQUADRAMENTO GERAL DA INVENÇÃO

Descrevem-se processos para preparação de poliésteres derivados de polióis e de ácidos gordos incluindo processos que utilizam reacções de trans-esterificação isentas de dissolvente, nas Patentes de Invenção Norte-Americana Números 3 963 699, concedida a Rizzi e col. em 15 de Junho de 1976; 4 517 360, concedida a Volpenhein em 14 de Maio de 1985; e 4 518 772, concedida a Volpenhein em 21 de Maio de 1985. Incluem-se, entre outras patentes que descrevem processos para a preparação de ésteres inferiores e superiores de polióis, as Patentes de Invenção Norte-Americanas Números 2 893 990, concedida a Hass e col. em 7 de Julho de 1959; 3 251 827, concedida a Schnell e col. em 17 de Maio de 1966, que refere que o tamanho das partículas de açúcar deve manter-se pequeno para evitar a formação de ésteres superiores; 3 558 597, concedida a Brachel e col. em 26 de Janeiro de 1971; 3 644 333, concedida a Osipow e col. em 22 de Fevereiro de 1972; 3 792 041, concedida a Yamagishi e col. em 12 de Fevereiro de 1974; todas elas descrevem a preparação de uma solução de sacarose e sabão de ácido gordo em água, e a adição do éster de ácido gordo e do catalizador antes da subida da temperatura para expulsão da água; 4 032 702, concedida a James em 28 de Junho de 1977, que refere a utili

2 JUL 1992

1 zação de ésteres inferiores de sacarose como agentes emul
sionantes na preparação de ésteres inferiores, e a utili-
zação de sabão como catalisador destas reacções; 4 298 730,
5 concedida a Galleymore e col. em 3 de Novembro de 1981,
que também descreve a utilização de sabão como agente emul
sionante e como catalisador; 4 334 061, concedida a Bos-
sier e col. em 8 de Junho de 1982, que se refere à utili-
zação de uma operação de lavagem com água para a purifi-
cação do poliéster de poliol e, incidentalmente, descreve
10 o uso de aspersão de gás inerte para a remoção de álcool
inferior da mistura reaccional, entre a adição de sacaro-
se e do éster de alquilo inferior de ácido gordo, para a-
celerar a reacção, e a remoção da sacarose que não reagiu
numa fase inicial de uma reacção descontínua, por razões
15 não indicadas; e 4 877 871, concedida a Klemann e col.,
em 31 de Outubro de 1989. Todas as patentes acima refe-
ridas são incorporadas na presente memória descritiva co-
mo referência.

20 Muitas das patentes acima mencionadas referem-se a
processos que utilizam dissolventes para auxiliar na for-
mação de uma mistura reaccional homogénea. No entanto, o
dissolvente tem no final de ser eliminado antes de o po-
liéster poder ser ingerido. Além disso, muitos dos pro-
cessos que envolvem dissolventes destinam-se, principal-
25 mente, à preparação de ésteres que têm apenas um pequeno
grau de esterificação isto é, que contêm um ou dois gru-
pos éster e que são úteis como agentes tensão-activo.

30 O uso de materiais alcalinos no processo para a pre-
paração de poliésteres de polióis e de ácidos gordos é
conhecido na técnica. Por exemplo, a Patente de Invenção
Norte-Americana Número 3 198 784, concedida a Griscon e
col. em 3 de Agosto de 1965, refere a adição de hidroxido
de sódio a uma solução aquosa de sacarose como operação
35 preliminar para a preparação de sacarose benzilada. A Pa-
tente de Invenção Norte-Americana Número 3 849 3412, con-

19.11.1992

cedida a Lamberti em 19 de Novembro de 1974, descreve a utilização de soluções alcalinas na preparação de derivados de carbo-hidratos ligados pela função éster. Os Pedidos de Patente de Invenção Europeia Números 319 091 e 319 092, ambos atribuídos à Unilever e publicados em 7 de Junho de 1989, referem-se a processos para a preparação de óleos derivados de polióis e de ácidos gordos de cor clara que utilizam soluções alcalinas nas operações de purificação.

O Pedido de Patente de Invenção Europeia Número 319 092 descreve a lavagem dos poliésteres de poliol brutos com uma solução alcalina, tendo um pH de pelo menos, 12,5, a temperaturas compreendidas entre 40 e 110°C. O Pedido de Patente de Invenção Europeia Número 319 091 descreve um processo para a redução do nível de iões metálicos alcalinos residuais deixados pela síntese catalisada com base e/ou pelo processo de purificação descrito no Pedido de Patente Europeia Número 319 092. O processo visa reduzir o nível de metais alcalinos no éster de poliol e de ácido gordo para não mais do que 5 ppm, em peso de produto acabado. Muito embora se diga que os óleos de poliésteres de polióis e de ácidos gordos de cor clara, feitos por este processo se conservam melhor, não se refere qualquer melhoria na estabilidade à oxidação dos citados óleos.

A presente invenção refere-se a processos para a preparação de poliésteres derivados de polióis e de ácidos gordos que têm melhor estabilidade relativamente à oxidação. Estes poliésteres derivados de polióis e de ácidos gordos podem ser utilizados, por exemplo, no fabrico de óleos comestíveis que têm melhores paladar e odor, maior duração em armazenagem e uma maior duração para fritura.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

O processo aperfeiçoado da presente invenção compreende a operação da adição de um material alcalino ao po-

29 JUL 1992

1 liéster de ácido gordo e de poliol bruto, depois da sín-
tese, mas antes da refinação e do acabamento do produto
bruto. O material alcalino é adicionado ao poliéster de
5 ácido gordo e de poliol bruto numa quantidade tal que o
nível do pH do poliéster de ácido gordo e de poliol aca-
bado fique compreendido entre cerca de 6 e cerca de 8,5.

DESCRIÇÃO DO DESENHO ANEXO

10 O desenho anexo é um gráfico que compara a estabi-
lidade relativamente à oxidação, de poliésteres de saca-
rose produzidos segundo o processo da presente invenção
com poliésteres de sacarose que não são preparados por
esse processo.

DESCRIÇÃO PORMENORIZADA DA INVENÇÃO

15 A presente invenção refere-se a um processo para a
preparação de poliésteres derivados de ácidos gordos e
de polióis com uma melhor estabilidade relativamente a
oxidação. Este aperfeiçoamento é conseguido mediante uma
20 operação adicional, que compreende a adição de um mate-
rial alcalino ao poliéster derivado de ácido gordo e de
poliol bruto num momento do processo que é posterior à
síntese, mas anterior ao acabamento do produto bruto.
25 O material alcalino é adicionado numa quantidade sufici-
ente para proporcionar um produto acabado com um pH com-
preendido entre cerca de 6 e cerca de 8,5, quando medido
a 43,3 - 48,9°C (110 - 120°F), numa solução a 10% de po-
liéster de ácido gordo e de poliol em água desionizada
30 neutra, álcool isopropílico e suas misturas.

35 Como se mencionou acima, o material alcalino é adi-
cionado depois da síntese, mas antes da operação de aca-
bamento do processo de fabricação. Faz-se, geralmente,
num momento não posterior à eliminação do reagente de és-
ter residual do produto bruto. Por exemplo, quando se
sintetizam poliésteres de sacarose com ésteres de metilo

12.9.1992

1 o material alcalino é adicionado antes da remoção do éster de metilo residual do produto bruto sintetizado.

5 Quando o material alcalino é adicionado noutro momento do processo (por exemplo, durante as operações de lavagem com água, como se descreve no Pedido de Patente Europeia Número 319 092), não se obtém qualquer melhoria significativa na estabilidade à oxidação dos poliésteres derivados de ácidos gordos e de polióis. Muito embora
10 se não pretenda ficar limitado pela teoria, admite-se que a adição do material alcalino no ponto acima referido do processo retarda a formação de pró-oxidantes provenientes de componentes menores da mistura de produto bruto. Este facto é surpreendente visto que se sabe na
15 técnica que as condições alcalinas promovem a oxidação por radicais livres; veja-se Daniel F. Buck, "Antioxidant Applications", The Manufacturing Confectioner Assoc. Production Conference, 1985, que se incorpora na presente memória descritiva como referência. A minimização dos
20 pró-oxidantes durante as operações de refinação e de acabamento do processo de fabricação dá origem a poliésteres derivados de polióis e de ácidos gordos com um paladar e um odor aperfeiçoados e com maior duração em armazenagem.

25 Resumindo, os produtos feitos com utilização dos poliésteres de ácidos gordos e de polióis do presente processo mantêm bom paladar e odor durante períodos de armazenagem e de utilização mais longos.

30 Faz-se, em seguida, uma descrição geral do processo de fabricação desses poliésteres derivados de polióis e de ácidos gordos, particularmente de poliésteres derivados de sacarose e de ácidos gordos.

A. Poliésteres derivados de ácidos gordos e de polióis

35 Tal como é utilizado na presente memória descritiva, o termo "poliol" pretende incluir qualquer composto alifático ou aromático contendo, pelo menos, quatro gru-

9-11-1992

Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

1 pos hidroxilo livres Na realização prática do processo
descrito na presente memória descritiva, a retenção de
um poliol apropriado é, simplesmente, uma questão de es-
colha. Por exemplo, os polióis apropriados podem ser se-
5 leccionados de entre as seguintes classes: polióis alifá-
ticos lineares, de cadeia linear e ramificada, saturados
e não saturados; polióis alifáticos cíclicos saturados
e não saturados, incluindo os polióis alifáticos hetero-
cíclicos; ou polióis aromáticos mononucleares ou polinu-
10 cleares, incluindo polióis aromáticos heterocíclicos. Os
hidratos de carbono e os glicóis não tóxicos são os po-
lióis preferidos. Os monossacáridos apropriados para
utilização no processo da presente invenção incluem, por
exemplo, manose, galactose, arabinose, xilose, ribose,
15 apiose, ramnose, psicose, frutose, sorbose, tagitose, ri-
bulose, xilulose e eritrulose. Os oligossacáridos apro-
priados para utilização na presente invenção incluem, por
exemplo, maltose, cojibiose, nigerose, celobiose, lacto-
se, melibiose, gentiobiose, turanose, rutinose, tre-ha-
20 lose, sacarose e rafinose. Os polissacáridos apropriados
para utilização na presente invenção incluem, por exemplo,
amilose, glicogénio, celulose, quitina, inulina, agarose,
zilanos, mananos e galactanos. Embora os álcoois de açu-
car não sejam hidratos de carbono no sentido estrito, os
25 álcoois de açúcar de ocorrência natural estão tão intima-
mente relacionados com os hidratos de carbono que são, tam-
bém, preferidos para utilização no processo da presente
invenção. Os álcoois de açúcar mais largamente distribuí-
dos pela Natureza e apropriados para utilização na presen-
30 te invenção são o sorbitol, o manitol e o galactitol.
É desejável que os grupos aldeído sejam trocados por gru-
pos álcool ou feitos reagir com grupos álcool para formar
ligações de éter. Por exemplo, o poliol pode ser um al-
quil-glicósido ou poliglicósido, especialmente glucósidos
e poliglucósidos.

35

As classes particularmente preferidas de substân-

(9.4.1992)

1 cias apropriadas para utilização no processo da presente
invenção incluem os monossacáridos, os dissacáridos e os
álcoois de açúcar. Os hidratos de carbono e álcoois de
5 açúcar preferidos incluem xilitol, sorbitol e sacarose.
O mais preferido é a sacarose.

Tal como é utilizada na presente memória descritiva, a expressão "ésteres de ácidos gordos" pretende incluir os ésteres de alquilo em C_1-C_4 (preferivelmente, metilo), 2-metoxi-etilo e benzilo de ácidos gordos que
10 contêm cerca de oito ou mais átomos de carbono, e misturas desses ésteres. Os ésteres reagentes apropriados podem ser preparados por reacção entre diazo-alcanos e ácidos gordos, ou derivados por alcoólise dos ácidos gordos de ocorrência natural em gorduras a óleos. Os ésteres de
15 ácidos gordos apropriados podem derivar de ácidos gordos saturados ou não saturados, sintéticos ou naturais, e incluem os isómeros posicionais e geométricos. Os ácidos gordos saturados preferidos incluem, por exemplo, os ácidos caprílico, cáprico, láurico, mirístico, palmítico, esteárico, beénico, isomirístico, isomargárico e ante-isoo-
20 racádico. Os ácidos gordos não saturados apropriados preferidos incluem, por exemplo, os ácidos miristoleico, palmitoleico, ricinoleico, linoleico, oleico, elaídico, linolénico, eleosteárico, araquídico, araquidónico, erúico, eritrogénico. São especialmente preferidas para utilização no processo da presente invenção misturas de ácidos gordos derivados de óleo de soja, de palma, de cârtamo, de semente de colza, de canola, de amendoim, de girasol, de semente de algodão e/ou de milho. Por exemplo, a
30 semente de colza é uma boa fonte de ácidos gordos em C_{22} . Os ácidos gordos em $C_{16}-C_{18}$ podem obter-se do sebo do óleo de soja ou do óleo de semente de algodão. Os ácidos gordos de cadeia mais curta podem ser fornecidos pelos óleos de coco, de semente de palma ou de babassu. O óleo
35 de milho, o sebo, o azeite, o óleo de palma, o óleo de

62 JUL 1992

1 amendoim, o óleo de semente de cártamo, o óleo de semen-
te de sésamo e o óleo de semente de girassol são exemplos
de outros óleos naturais que podem ser fontes do compo-
nente de ácido gordo.

5 Os sabões de metais alcalinos são normalmente uti-
lizados nos processos para a preparação de poliésteres
de polióis dos tipos referidos na presente memória des-
critiva. Tal como é utilizada na presente memória des-
critiva, a expressão "sabão de ácido gordo de metal al-
calino" pretende incluir os sais de metais alcalinos de
10 ácidos gordos saturados e não saturados que têm desde
cerca de oito até cerca de dezóito átomos de carbono. Por
consequência, os sabões de metais alcalinos de ácidos gor-
dos apropriados incluem, por exemplo, os sais de lítio,
15 de sódio, de potássio, de rubídio e de cézio dos ácidos
gordos acima descritos especialmente dos ácidos gordos
saturados, tais como os ácidos cáprico, láurico, mirísti-
co, palmítico e esteárico, assim como as suas misturas.
Preferem-se os ácidos palmítico e esteárico. As misturas
20 de ácidos gordos derivados dos óleos de soja, de palma,
de amendoim, de canola, de semente de algodão, de semente
de girassol, de semente de cártamo e/ou de milho são os
preferidos para utilização no processo da presente inven-
ção. Assim, os sabões de metais alcalinos de ácidos gor-
25 dos preferidos incluem, por exemplo, o sabão de potássio
feito a partir de ácidos gordos de óleo de soja. Os ma-
teriais no essencial completamente hidrogenados, como, por
exemplo, índice de iodo menores do que cerca de 8, prefe-
rivelmente menores do que cerca de 2, são especialmente
30 preferidos.

Num processo preferido para a preparação de poliés-
teres de sacarose utilizando, especialmente, os ésteres de
metilo dos ácidos gordos de óleo de soja, é muito desejá-
vel ter presente um sal de um metal alcalino, como, por
35 exemplo, potássio ou sódio, de ácidos gordos saturados,
contendo entre cerca de dezasseis e cerca de vinte e dois

9 JUL 1992

1 átomos de carbono. É importante para se conseguir uma boa
reacção, uma mistura íntima de ingredientes, finamente
divididos.

5 Os catalisadores básicos geralmente apropriados pa-
ra utilização na preparação dos poliésteres de poliol re-
feridos na presente memória descritiva são os selecciona-
dos no grupo que consiste em metais alcalinos, tais como
alumínio, sódio, lítio e potássio; ligas de dois ou mais
10 metais alcalinos, tais como ligas de sódio-lítio e de só-
dio-potássio; hidratos de metais alcalinos, tais como hi-
dretos de sódio, de lítio e de potássio; e alcóxidos de
metais alcalinos, como t-butóxido de potássio e metóxido
de sódio. A utilização destes catalisadores é desenvol-
vida na Patente de Invenção Norte-Americana Número
15 4 517 360, concedida a Volpenhein em 14 de Maio de 1985,
e incorporada na presente memória descritiva como refe-
rência.

Os catalisadores mais reactivos, tais como metóxi-
do de potássio ou metóxido de sódio, devem ser protegidos
20 até se realizar a sua adição à mistura reaccional. Pre-
ferivelmente, o catalisador deve ser suspenso ou, mais
preferivelmente, encapsulado num material que ou se encon-
tre presente na mistura reaccional, ou será facilmente se-
parado da mistura reaccional. Os agentes de encapsulagem
25 apropriados incluem os referidos ésteres de alquilo de,
por exemplo, ácidos gordos em C₁₆-C₂₂. A adição destes
catalisadores alcalinos mais reactivos nas últimas fases,
depois de o poliol ter atingido um grau médio de esterifi-
cação maior do que cerca de 60%, preferivelmente, maior
30 do que 85% pode melhorar a cinética da reacção e resul-
tar num maior grau de esterificação do poliol, sem dar
origem ao nível de materiais corantes odoríferos que se
criaria se tais catalisadores se encontrassem presentes
desde o início da reacção.

35 8. Síntese de poliésteres derivados de polióis e de
ácidos gordos

-9 JUL 1992

1 Em geral, a título de exemplo, uma mistura reaccio-
nal heterogénea inicial compreende entre cerca de 10 e
cerca de 30%, preferivelmente, entre cerca de 14 e cerca
5 de 18%, em peso, de polio; entre cerca de 60 e cerca de
90%, preferivelmente, entre cerca de 70 e cerca de 80%,
em peso, de ésteres de ácido gordo; entre cerca de 0,1
e cerca de 20%, preferivelmente, entre cerca de 0,2 e cer-
ca de 10%, em peso, de agente emulsionante como por exem-
plo, sabão de metal alcalino de ácido gordo; e entre cer-
10 ca de 0,1 e cerca de 3%, preferivelmente, entre cerca de
0,1 e cerca de 1% em peso, de componente catalisador bási-
co. Em geral, é desejável e mesmo preferido efectuar a
reação em, pelo menos, duas etapas. Adicionam-se mais
ésteres de ácido gordo e, opcionalmente, mais catalisador
15 básico em qualquer etapa ulterior do processo. Na segunda
etapa ou em etapa posterior, adicionam-se ésteres de áci-
do gordo para aumentar a proporção de grupos acilo gordos,
isto é, grupos de ácido gordo, para polióis para acima dos
níveis teóricos de completa esterificação em, pelo menos
20 cerca de 25% ou, preferivelmente, em pelo menos, 50% re-
lativamente ao nível teórico. O catalisador, na etapa
inicial, pode ser carbonato de potássio, como se descre-
veu anteriormente na presente memória descritiva, ou um
hidróxido de metal alcalino a pequenos níveis. Nas eta-
25 pas posteriores, o catalisador pode ser o mesmo que o ca-
talisador inicial ou pode ser um catalisador diferente,
tal como metóxido de potássio ou metóxido de sódio.

A mistura reaccional é normalmente aquecida a uma
temperatura compreendida entre cerca de 90 e cerca de 163°C
30 (cerca de 194 e cerca de 325°F), preferivelmente, entre cer-
ca de 130 e cerca de 140°C (cerca de 266 e cerca de 284°F),
sob uma pressão compreendida entre cerca de 0,1 e cerca de
760 mm de Hg. É extremamente preferido que a mistura ou
as misturas reaccionais sejam agitadas (por exemplo, reme-
35 xidas) o mais vigorosamente possível. A temperatura, nas
etapas subsequentes, está compreendida entre cerca de 79,4

19.01.1992

1 e cerca de 135°C (cerca de 175 e cerca de 275°F), prefe-
rivelmente, entre cerca de 99 e cerca de 121°C (cerca de
210 e cerca de 250°F), como se referiu anteriormente, na
5 aumentada nas etapas subsequentes mediante a operação pre-
ferida de aspersão de um gás inerte, preferivelmente azo-
to, dióxido de carbono, hidrocarbonetos de baixo peso mo-
lecular, óxidos de azoto, etc. Com o aspersão do gás,
faz-se a remoção do álcool volátil produzido pela reacção
10 e esta é acelerada de modo que a temperatura possa ser
conservada baixa e/ou a pressão possa ser mantida mais al-
ta. As temperaturas baixas nas etapas ulteriores do pro-
cesso são altamente desejáveis para minimizar a formação
de subprodutos indesejáveis, incluindo dicetonas gordas/
15 /beta-cetoésteres, outros compostos de carbonilo, estru-
turas em anel, etc.

C. Refinação e acabamento do produto bruto

20 Depois de a reacção ter atingido o grau pretendido
de realização, o catalisador, o éster gordo reagente re-
sidual e qualquer eventual agente emulsionante (sabão)são
removidos porque não devem ser consumidos juntamente com
os poliésteres derivados de poliol e de ácido gordo fi-
nais. Esta remoção realiza-se durante a etapa de refina-
25 ção e acabamento do processo de fabricação dos poliéster-
es derivados de poliol e de ácido gordo:

1. A refinação dos poliésteres de poliol e de ácido
gordo compreende a remoção do sabão e do catalisa-
30 dor do produto bruto. Descrevem-se operações de re-
finação semelhantes em D. R. Erickson, World Confe-
rence Proceedings, "Edible Fats and Dils Processing"
American Oil Chemists Society, 1990, que se incor-
pora na presente memória descritiva como referência.
A maior parte dos processos de refinação envolve, em
35 primeiro lugar, a adição de água ao poliéster de áci-
do gordo e de poliol bruto e, subsequentemente, a

11-8 JUL 1992

1 uma remoção da mistura por centrifugação. Este pro-
cesso é eficaz na eliminação do sabão e do catali-
sador. O nível de água adicionado ao poliéster de
5 ácido gordo e de poliol é de cerca de metade até
cerca de dez vezes a quantidade de sabão removida
pelo processo. No entanto, mesmo depois da centri-
fugação, a mistura reaccional pode ainda conter um
nível indesejável de sabão residual e/ou de compos-
tos corantes. Portanto, é útil repetir a operação
10 de lavagem com água, seguida de separação, por gra-
vidade ou por força centrífuga da fase aquosa.

Uma operação de refinação subsequente envolve se
cagem em vácuo e branqueamento por adsorção. Esta
operação pode ser utilizada em combinação com ou em
vez da segunda operação de lavagem, acima menciona-
da. Adsorventes como terra de branqueamento, gel de
sílica e carvão activado são normalmente utilizados
nas operações de secagem e/ou de branqueamento por
adsorção de óleos comestíveis. Os agentes adsorven-
tes são, preferivelmente, adicionados a um nível com
preendido entre cerca de 0,1 e cerca de 10%, em pe-
so da mistura reaccional seca. Depois da operação
de branqueamento, os agentes adsorventes são removi
dos da mistura reaccional por filtração. A segunda
25 operação de lavagem com água e/ou secagem e/ou bran-
queamento por adsorção completa a remoção do sabão
e das substâncias corantes.

2. O acabamento dos poliésteres derivados de ácidos
30 gordos e de polióis compreende a remoção de mate-
riais não desejados, tais como ácidos gordos livres,
excesso de reagente de éster de ácido gordo e com-
ponentes de aroma/sabor negativo. A eliminação nor-
mal do ácido gordo é descrita por J.C. Cowan em De-
gumming, Refining, Bleaching and Deodorization The-
ory, 53, Journal of American Oil Chemists Soc.,
35

9.11.1992

1 Junho de 1976, que se incorpora na presente memória
descritiva como referência. As operações de acaba-
5 mento utilizadas na presente invenção incluem a eva-
poração térmica, a destilação com arrastamento de va-
por a elevada temperatura e suas combinações:

a) A evaporação térmica compreende o aquecimento do po-
liéster derivado de poliol bruto para uma temperatu-
ra equivalente ao ponto de formação de bolhas do ma-
10 terial não desejado, à pressão do evaporador. O pro-
duto bruto é alimentado a um evaporador térmico, tal
como um evaporador da película agitada, de película
limpa, de flash, de película ascendente ou de pelí-
cula descendente, em que o produto bruto é aquecido
15 para uma temperatura compreendida entre cerca de 193
e cerca de 287,8°C (cerca de 380 e cerca de 550°F),
a uma pressão absoluta compreendida entre cerca de
0,2 e cerca de 5 mm de Hg, para eliminar a maior par-
te dos materiais não desejados.

20 b) A destilação com arrastamento por vapor a elevada
temperatura compreende o desarejamento do poliéster
de poliol até um nível inferior a cerca de 0,10%, em
volume de oxigénio dissolvido; o aquecimento do óleo
desarejado a uma temperatura compreendida entre cer-
25 ca de 199 e cerca de 249°C (cerca de 390 a cerca de
480°F); e o arrastamento com vapor do óleo, a uma
pressão absoluta menor do que cerca de 15 milímetros
de mercúrio, durante um intervalo de tempo compreen-
dido entre cerca de cinco segundos e cerca de quinze
30 minutos, e usando um meio, tal como vapor de água,
azoto ou um gás inerte, numa quantidade compreendida
entre cerca de 0,2 e cerca de 20%, em peso do poli-
éster. O arrastamento a temperaturas muito elevadas
e por curtos tempos de residência minimiza o teor
35 de materiais indesejados.

29. III. 1992
[Handwritten signature]

1 No processo aqui descrito, a destilação com vapor de água a alta temperatura é preferivelmente utilizada como única operação de acabamento.

5 O poliéster derivado de ácido gordo e de poliol acabado pode ainda ser tratado com um agente adsorvente para eliminação dos compostos corantes, tal como gel de sílica, e subsequentemente desodorizado, se necessário.

10 D. Adição de material alcalino

15 A operação chave do processo da presente invenção consiste na adição de um material alcalino ao poliéster derivado de poliol e de ácido gordo bruto, num momento posterior à síntese, mas anterior ao acabamento do poliéster derivado de poliol e de ácido gordo bruto, tal como acima se descreveu. A adição de materiais alcalinos nesse momento retarda ou evita a formação de pró-oxidantes durante as operações de acabamento.

20 Os materiais alcalinos são adicionados numa quantidade suficiente para ajustar o pH do produto final (ou poliéster) a um valor compreendido entre cerca de 6 e cerca de 8,5, preferivelmente, entre cerca de 6,5 e cerca de 7,5 e, mais preferivelmente ainda, igual a cerca de 7. Os materiais alcalinos utilizados para este efeito incluem, por exemplo, soluções básicas, geles de sílica alcalinos, argilas de branqueamento alcalinas e suas misturas. Quando o material alcalino é gel de sílica alcalino ou argila de branqueamento alcalina, é possível utilizar estes materiais nas operações de secagem e/ou de refinação de branqueamento por adsorção acima referidas. A sua substituição não afecta prejudicialmente a eliminação do sabão e/ou das substâncias corantes residuais presentes no produto bruto.

30 Tais sílica e argilas alcalinas incluem, por exemplo, Try Syl, fabricada por W.R. Grace, P.O. Box 2117, Baltimore, Maryland, Estados Unidos da América; e Pure-flo, fabricada por Dil Dri Corporation of América, 520 North Michigan

35

90311 1992

1 Avenue, Chicago, Illinois, Estados Unidos da América.

5 Na presente invenção, prefere-se que o material alcalino utilizado seja uma solução básica. A solução básica usada na presente invenção compreende um material básico dissolvido num dissolvente orgânico. Esta solução básica é adicionada precisamente antes do início das operações de acabamento, tal como acima se descreveu. Por exemplo, quando se utiliza evaporação térmica, a base é
10 adicionada antes desta operação. Se se utiliza apenas destilação com vapor de água a alta temperatura, a solução básica é adicionada precisamente antes desta operação.

15 Independentemente do momento em que se adiciona a solução básica, prefere-se que a mistura resultante de solução de base e de produto bruto seja mantida a uma temperatura compreendida entre cerca de 21 e cerca de 60°C (cerca de 70 e cerca de 140°F), preferivelmente, entre cerca de 32,2 e cerca de 48,9°C (cerca de 90 e cerca de 120°F), durante cerca de cinco a trinta minutos, antes de se iniciar a operação ou operações de acabamento.
20

Em seguida, faz-se a descrição pormenorizada da solução de base utilizada de acordo com a presente invenção.

25 1. Base

30 As bases utilizadas no processo da presente invenção são escolhidas do grupo que consiste em hidróxidos, carbonatos e óxidos de metais alcalinos e de metais alcalino-terrosos. Os metais alcalinos e alcalino-terrosos úteis no processo da presente invenção são seleccionados do grupo que consiste em lítio, sódio, potássio, magnésio, cálcio, bário e as suas misturas. Os metais alcalinos e os metais alcalino-terrosos preferidos são seleccionados do grupo que consiste em potássio, sódio, cálcio e suas
35 misturas. O mais preferido é o potássio.

-9 JUL 1992

1 Na presente invenção, as bases mais preferidas são
escolhidas do grupo que consiste em hidróxido de potássio,
carbonato de potássio, hidróxido do sódio e suas misturas.

5 A quantidade de base utilizada na solução básica,
de acordo com a presente invenção, pode variar dentro de
largos limites, dependendo da quantidade de poliéster de
poliol e de ácido gordo presente e da velocidade a que se
pretende atingir o pH requerido para o mencionado poliés-
10 ter. Por exemplo, quando a quantidade de poliéster deri-
vado de poliol e de ácido gordo presente, é pequena reco-
menda-se que se utilize uma solução de base com uma baixa
concentração de base, visto que o pH final pode ser facil-
mente ultrapassado, mesmo com uma pequena quantidade de
15 uma solução de base mais forte. Por outro lado, no caso
de se encontrar presente uma grande quantidade de poliés-
ter derivado de poliol e de ácido gordo, é desejável uma
maior concentração de base na solução básica para que o
nível do pH possa ser atingido de maneira relativamente
rápida. Também se podem utilizar soluções de base com
20 concentrações variáveis de materiais alcalinos, para se
controlar melhor a alcalinização do poliéster bruto, deri-
vado de poliol e de ácido gordo.

25 b) Dissolventes Orgânicos

As bases acima referidas são dissolvidas num dissol-
vente orgânico para formar a solução de base utilizada co-
mo material alcalino. Estes dissolventes orgânicos são es-
colhidos de material usado, por rotina, nos processos quí-
micos industriais, como se refere em D.R. Erickson, World
30 Conference Proceedings, "Edible Fats and Oils Processing",
Journal of American Oil Chemists Soc. 1990. Os dissolven-
tes úteis à presente invenção são escolhidos do grupo
de dissolventes orgânicos que consistem em álcoois, éte-
res e suas misturas. Os dissolventes orgânicos da presen-
35 te invenção são normalmente utilizados a níveis compreen-

9. JUL 1992

1 didos entre cerca de 0,01 e cerca de 3%, em peso, em relação ao poliéster derivado de poliol bruto presente.

1) Álcoois

5 Os álcoois úteis como dissolventes orgânicos, de acordo com a presente invenção, são escolhidos do grupo que consiste em álcoois monofuncionais e polifuncionais orgânicos.

10 Os álcoois monofuncionais úteis ao processo da presente invenção são seleccionados do grupo que consiste em álcoois primários, secundários e terciários.

15 Os álcoois monofuncionais úteis à presente invenção são escolhidos do grupo que consiste em álcoois metílico, etílico, propílico, isopropílico, butílico, isobutílico, butílico secundário, pentílico, isopentílico, pentílico terciário, heptílico, octílico, benzílico, fenil-etílico e suas misturas; isto é, álcoois monofuncionais em C₁ a C₁₀.
20 Preferem-se os álcoois monofuncionais primários seleccionados no grupo que consiste em álcoois metílico, etílico e propílico. O preferido é o álcool metílico.

25 Os álcoois polifuncionais úteis à presente invenção não estão necessariamente, limitados pelo número de grupos hidroxilo que possuem. De preferência, os álcoois polifuncionais úteis à presente invenção estão limitados pela sua capacidade de solvatarem, adequadamente, a base escolhida para utilização. Os álcoois polifuncionais utilizados na preparação das soluções de base da presente invenção têm, preferivelmente, até cerca de três grupos hidroxilo.
30 Estes álcoois são escolhidos do grupo que consiste em etilenoglicol, propilenoglicol, glicerol e suas misturas. O preferido é o propilenoglicol.

2) Éteres

35 Os éteres úteis como dissolventes orgânicos, de acordo com a presente invenção, são seleccionados de entre o grupo que consiste em éter etílico, éter propílico

-9 JUL 1992

1 éter isopropílico, éter butílico e suas misturas. Os éte-
res preferidos são os escolhidos do grupo que consiste
em éter etílico, éter isopropílico e suas misturas.

5 OsExemplos seguintes servem para ilustrar a presen-
te invenção. Todas as percentagens, partes e proporções
mencionadas na presente memória descritiva são em peso,
a não ser que se especifique de outra maneira.

10 EXEMPLOS

Exemplo 1

15 Num reactor descontínuo de aço inoxidável misturam-
-se ésteres de metilo de um óleo de soja completamente hi-
drogenado (índice de iodo igual a cerca de 1) (cerca
de 90,9 quilogramas), cerca de 20 quilogramas de pastilhas
de hidróxido de potássio e cerca de 273 quilogramas de me-
tanol. Em seguida, aquece-se esta mistura até cerca de
20 63°C (145°F), com agitação, durante cerca de uma a três
horas à pressão atmosférica (1 mm de Hg). Durante este
período, saponifica-se uma parte dos ésteres de metilo,
com formação de sabão.

25 Adiciona-se, seguidamente à mistura de sabão uma
quantidade igual a cerca de 594,5 quilogramas de ésteres
de metilo de um óleo de semente de algodão parcialmente
hidrogenado, com um índice de iodo igual a cerca de 93.
Preparam-se os ésteres de metilo por destilação sob vácuo
sem fraccionamento. Adiciona-se sacarose granulada (cer-
ca de 136,4 quilogramas) à mistura de sabão/éster para
30 se obter uma proporção molar aproximadamente igual a 5 : 1
de éster para sacarose. Adiciona-se então à mistura car-
boneto de potássio granulado (aproximadamente 0,5% da mis-
tura reaccional) para catalisar a trans-esterificação.
Agita-se a mistura e aquece-se, lentamente, à pressão atmo-
35 sferica, até se atingir a temperatura de, aproximadamente
107°C (225°F). Este aquecimento destina-se a eliminar o

JUL 1992

1 metanol. Aplica-se, seguidamente vácuo e agita-se a mis-
tura durante cerca de quatro horas para formar os monoés-
teres, diésteres e triésteres. Durante esta operação,
5 também se formam pequenas quantidades de tetraésteres e
de pentaésteres. Junta-se uma quantidade adicional de
éster de metilo (cerca de 950 quilogramas) para se atin-
gir e manter a proporção molar de ésteres para sacarose
igual a cerca de 12 : 1. Adiciona-se então mais carbona-
to de potássio à mistura reaccional (cerca de 0,5% da mis-
10 tura reaccional inicial). Quando as condições da reacção
se estabilizam a cerca de 130°C (275°F), utiliza-se uma
corrente de azoto para melhorar a agitação e promover a
destilação do metanol. Esta segunda fase da reacção dura,
aproximadamente, quatro a dezasseis horas.

15 A mistura reaccional é então arrefecida, sob pres-
são de azoto, até uma temperatura compreendida entre cer-
ca de 65 e cerca de 85°C (cerca de 149 e cerca de 185°F).
Agita-se a mistura reaccional bruta com uma quantidade
de água compreendida entre cerca de 0,25 e cerca de 6%.
20 A mistura reaccional bruta hidratada é feita passar atra-
vés de uma centrífuga para separar uma fase pesada de uma
fase leve. A fase pesada, que contém os sabões, o excen-
so de açúcares e carbonato de potássio, é rejeitada.

25 A fase leve, que contém os ésteres de metilo e o
poliéster de sacarose (SPD), é, em seguida, lavada com
água destilada (cerca de 286 quilogramas) que tem um pH
compreendido entre cerca de 5 e cerca de 8 e uma tempera-
tura compreendida entre cerca de 71,1 e cerca de 93°C
30 (cerca de 160 e cerca de 200°F). Depois da remoção da fa-
se aquosa separada, seca-se a fase leve a uma temperatura
compreendida entre cerca de 71,1 e cerca de 93°C (cerca de
160 e cerca de 200°F), sob cerca de 70 milímetros de mer-
cúrio ou menos de vácuo, durante cerca de trinta a sessen-
ta minutos. Adiciona-se cerca de 0,5 a 3% de Filtrol(R)
35 105, uma argila absorvente (fabricada por Engelhardt Corp.,

-9 JUL 1992

1 Catalyst and Chemicals Div., Jackson, Mississippi, Esta-
dos Unidos da América) e agita-se a mistura a uma tempe-
ratura compreendida entre cerca de 75 e cerca de 93,3°C
5 (cerca de 167 e cerca de 200°F). Separa-se a suspensão
por filtração ou por outros meios até que haja menos de
0,1% de finos. Passa-se então o líquido através de um
filtro de 1 micrómetro.

A mistura reaccional refinada e branqueada é subse-
quentemente arrefecida até cerca de 43,9°C (120°F). Em se-
10 guida, adiciona-se uma solução de base, que compreende
cerca de 3,2 quilogramas de propilenoglicol e cerca de
0,033 quilogramas de hidróxido de potássio, para fazer
subir o pH inicial da mistura reaccional de cerca de 4,4
para cerca de 7,2. A mistura reaccional refinada e bran-
15 queada é submetida a evaporação térmica mediante passagem
da mesma através de um evaporador de película raspada de
aço inoxidável ou de outro equipamento apropriado, para
remover a maior parte dos ésteres de metilo. O líquido é
termicamente evaporado a uma temperatura compreendida en-
20 tre cerca de 200 e cerca de 235°C (cerca de 392 e cerca
de 455°F), sob vácuo não superior a cerca de 1 milímetro
de mercúrio.

O SPE é, em seguida, submetido a vaporização com
arrastamento de vapor fazendo-se descer através de uma
25 coluna de aço inoxidável com enchimento ou outro disposi-
tivo apropriado, a uma temperatura compreendida entre cer-
ca de 200 e cerca de 250°C (cerca de 392 e cerca de 482°F)
sob um vácuo igual a cerca de 5 mm de Hg ou menos. As
temperaturas inferiores à temperatura de processamento
30 normal minimizam neste caso, a formação de materiais in-
desejáveis.

Introduz-se vapor de água na parte inferior da co-
luna e passa-se em contracorrente, em relação ao poliés-
35 ter de sacarose. Ajustam-se os caudais de alimentação e
a temperatura até que o teor de éster de metilo de SPE

2 JUL 1992

1 seja inferior a 1.000.ppm. A mistura é em seguida, arre-
fecida até uma temperatura compreendida entre cerca de
54,4 e cerca de 85°C (cerca de 130 a cerca de 185°F) e
5 feita passar através de um filtro com abertura igual e
cerca de 1 micrómetro.

A estabilidade à oxidação do SPE é medida pelo "mé-
todo de oxigénio activo" modificado (AOM), que mede o au-
mento do índice de peróxido (método AOCS Cd 8-53) ao lon-
10 go do período de aspersão de ar através da amostra, a cer-
ca de 97,8°C (208°F). O AOM é um método padrão usado na
indústria de óleos e gorduras para medir a estabilidade
à oxidação de triglicéridos (método AOCS Cd 12-57). Este
método foi modificado por uma questão de facilidade de
15 aplicação para uma estrutura de zero a duas horas, em que
o impacto da oxidação sobre o paladar aroma é especialmen-
te importante. O método usado para medir a estabilidade
descreve-se da seguinte forma.

- 20 1. Carregam-se 300 gramas de uma amostra para um balão
de vidro seco e limpo e começa-se a purgar a amos-
tra com azoto seco.
2. Aquece-se o balão a cerca de 97,8°C (cerca de 208°F),
utilizando uma manta de aquecimento ligada a um termo-re-
25 gulador para controlar a temperatura.
3. Depois de se ter atingido esta temperatura, reco-
colhe-se uma amostra que serve como linha de base para o
tempo de referência zero e analisa-se relativamente às
30 ppm de peróxido. Passa-se de azoto para ar seco, com um
caudal de cerca de 8,57 centímetros cúbicos/minuto/mili-
litro de amostra.
4. Colhem-se amostras a intervalos de vinte a quarente
minutos e analisam-se relativamente às ppm de peróxido.

35 A Tabela seguinte mostra o efeito da adição de base
como se descreve na presente memória descritiva, na esta-

5 JUL 1992

1 bilidade à oxidação de SPE. Todos os SPE, tratados e não
tratados, foram sintetizados a partir de matérias-primas
idênticas e em condições de processo semelhantes, com ex
cepção de operação de adição de base.

5 TABELA 1

Efeito de Adição de Base na Estabilidade à Oxidação de
SPE Valor do Índice de de Peróxido (ppm)

10

<u>Tempo (minuto)</u>	<u>SPE com base adicio- nada</u>	<u>SPE sem base adi- cionada</u>
0	23	34
20	27	117
40	31	331
60	43	479
90	67	861
120	162	1503

15

20

Os SPE não tratados têm, consistentemente, maiores
níveis de peróxido, o que indica uma estabilidade à oxi-
dação reduzida.

25 Exemplo 2

Prepara-se o SPE bruto procedendo da maneira descri-
ta no Exemplo 1, com a diferença de se adicionar mais me-
tanol durante a operação inicial de formação de sabão
(325,5 quilogramas em vez de 273 quilogramas).

Depois da refinação e branqueamento descritos no
Exemplo 1, arrefece-se o SPE bruto para uma temperatura
aproximadamente igual a 48,9°C (120°F), e adiciona-se uma
solução de base constituída por 22,5 quilogramas de meta-
nol e 0,23 quilogramas de hidróxido de potássio, para tra-

10-9 JUL 1992

1 zer o pH inicial da mistura reaccional de cerca de 4,4
para cerca de 7. A maior parte de éster de metilo é eli-
minada por destilação durante o acabamento, desodorizando-
5 -se o SPE líquido restante; ambas estas operações se rea-
lizam como se descreve no Exemplo 1.

A estabilidade à oxidação é medida usando o AOM, tal
como se descreve no Exemplo 1.

10

TABELA 2

Efeito de Adição de Base na Estabilidade à Oxidação de SPE

	<u>Tempo (minutos)</u>	<u>Valor do Índice de Peróxido de SPE</u>
15	0	4
	20	11
	40	37
	60	41
20	90	122
	120	366

25 Muito embora os valores do índice de peróxido se-
jam ligeiramente maiores do que os dos SPE tratados com
base do Exemplo 1, são ainda significativamente menores
do que os das amostras não tratadas do Exemplo 1.

Exemplo 3

30 Prepara-se SPE tal como se descreve no Exemplo 1,
e divide-se em duas fracções aproximadamente iguais. Ca-
da fracção é então refinada, branqueada e destilada como
se descreve no Exemplo 1, com a diferença de se realizar
à escala laboratorial.

35 Lava-se a fracção 1 com uma solução 1 N de hidró-
xido de sódio com um pH igual a cerca de 14, utilizando-
-se uma quantidade igual a cerca de 10% do peso do SPE

9 JUL 1992

bruto. Aquece-se a solução até uma temperatura aproximadamente igual a 82,2°C (180°F) e mantém-se a esta temperatura durante cerca de quinze minutos. Separa-se a fase aquosa e adiciona-se o Filtrol 105 ao SPE bruto líquido, a um nível igual a cerca de 1%, em peso do SPE bruto. Separa-se por filtração o sedimento e destila-se o líquido a cerca de 210°C (410°F) e a cerca de 1 mm de Hg, para eliminar o éster de metilo.

Lava-se a fracção 2 com água desionizada com um valor de pH igual a cerca de 7,2 numa quantidade igual a cerca de 15%, em peso, em relação ao SPE bruto. Aquece-se a solução até uma temperatura igual a cerca de 82°C (180°F) e mantém-se a esta temperatura durante cerca de quinze minutos. Separa-se a fase aquosa e adiciona-se o Filtrol 105 ao SPE bruto líquido, a um nível igual a cerca de 1%, em peso, em relação ao SPE bruto. Separa-se por filtração o sedimento e adiciona-se cerca de 0,06%, em peso, de propilenoglicol e de hidróxido de potássio, contendo cerca de 0,06%, em peso, de hidróxido de potássio. Mantém-se a temperatura da solução a cerca de 48,9°C (120°F). Destila-se a solução à temperatura de cerca de 210°C (410°F) e a cerca de 1 milímetro de mercúrio.

Medem-se as estabilidades à oxidação das fracções de SPE usando o AOM descrito no Exemplo 1.

TABELA 3

Comparação dos efeitos da Adição de Base e da Lavagem com água Alcalinizada sobre a Estabilidade à Oxidação

-2 JUL 1992

1

Valor do Índice de Peróxido

5	<u>Tempo(minutos)</u>	<u>Fracção 1 (Lavagem com água alcalina)</u>	<u>Fracção 2 (Adição de base)</u>
	0	135	14
	20	330	45
	40	623	203
10	90	1117	250
	120	1196	377

Exemplo 4

15

Prepara-se refina-se e branqueia-se SPE bruto tal como se descreve no Exemplo 1. Divide-se a amostra bruta em quatro fracções iguais. A duas dessas fracções adiciona-se uma quantidade suficiente de solução de hidróxido de potássio em propilenoglicol, para se obter um pH compreendido entre 6,5 e 8,3. À terceira fracção adiciona-se uma solução de ácido cítrico em propilenoglicol, de tal modo que o seu valor de pH seja igual a 4,5. A última fracção não se adiciona nada; o seu valor de pH é igual a cerca de 5,6.

20

25

30

Medem-se todos os valores de pH numa solução a 10% de SPE em água desionizada neutra e isopropanol a 43,3 - 48,9°C (110 - 120°F). Submetem-se as quatro fracções de SPE, com diferentes valores de pH, a evaporação térmica, tal como se descreve no Exemplo 1. Mede-se a estabilidade à oxidação de cada fracção utilizando o AOM descrito no Exemplo 1.

35

A Figura anexa à presente memória descritiva ilustra graficamente, a estabilidade à oxidação comparativa das quatro fracções. A Figura mostra que a estabilidade à oxidação das fracções a que se adicionou base é maior, como in-

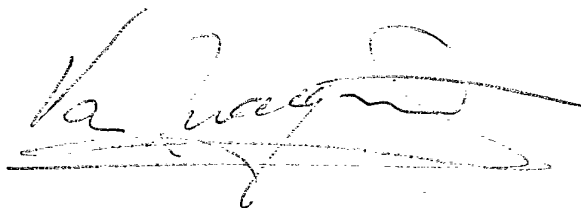
64567
Case 4377

-9 JUL 1992

dica o AON.

Lisboa, -9 JUL 1992

Por THE PROCTER & GAMBLE COMPANY



VASCO MARQUES B. 72
Agente C. 1001
da Propriedade Industrial
Genóio - Area da Conceição, 2, 1.º-1100 LISBOA

Mod. 71 - 20.000 ex. - 90/08

6-2 JUL 1992

- R E I V I N D I C A Ç Õ E S -

1^a. - Processo para a preparação de poliésteres de ácido gordo e de poliol, preferivelmente, poliésteres de ácido gordo de sacarose, tendo uma maior estabilidade à oxidação, o qual compreende o aquecimento de uma mistura de um poliol, um éster de um ácido gordo, um sabão de metal alcalino de um ácido gordo e um estabilizador até uma temperatura compreendida entre 90°C, e 163°C, a uma pressão compreendida entre 0,1 mm de Hg e 760 mm de Hg para formar uma mistura reaccional, e subsequentemente a adição à referida mistura de mais éster de ácido gordo, caracterizado pelo facto de compreender ainda a operação que consiste em adicionar um material alcalino escolhido do grupo que consiste em gel de sílica alcalino, argila alcalina e uma solução de base, preferivelmente, uma solução básica ao poliéster de ácido gordo e de poliol bruto, sintetizado antes de começar o acabamento, preferivelmente precisamente antes de uma evaporação térmica, e, mais preferivelmente, precisamente antes da destilação com arrastamento por vapor a alta temperatura, sendo o material alcalino adicionado numa quantidade tal que o produto final tem um valor de pH compreendido entre 6,0 e 8,5, preferivelmente entre 6,5 e 7,5 e, mais preferivelmente, é igual a 7,0.

2^a. - Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por, depois da adição da solução de base, se manter a mistura resultante a uma temperatura compreendida entre 21°C e 60°C, preferivelmente, entre 32°C e 49°C, durante 5 a 30 minutos.

3^a. - Processo de acordo com as reivindicações 1 e 2, caracterizado por a solução de base compreender:

-2 JUL 1992

- 1 a) uma base escolhida do grupo que consiste em hidró-
xidos de metais alcalinos e de metais alcalino-ter-
5 b) um dissolvente orgânico escolhido do grupo que con-
siste em álcoois, éteres e as suas misturas.

10 4ª. - Processo de acordo com as reivindicações 1, 2
e 3, caracterizado por os metais alcalinos e alcalino-ter-
rosos serem escolhidos do grupo que consiste em lítio, só-
dio, potássio, magnésio, cálcio, bário, preferivelmente,
potássio, sódio, cálcio e, mais preferivelmente, potássio.

15 5ª. Processo de acordo com as reivindicações 1, 2,
3 e 4, caracterizado por o dissolvente orgânico ser esco-
lhido do grupo que consiste em álcoois monofuncionais pre-
ferivelmente, álcoois monofuncionais em C₁ a C₁₀, álcoois
polifuncionais, preferivelmente, álcoois polifuncionais em
C₂ a C₄, e éteres preferivelmente, éteres em C₂ a C₅.

20 6ª. - Processo de acordo com as reivindicações ante-
riores, caracterizado por os álcoois monofuncionais serem
escolhidos de álcool metílico, etílico, propílico, isopro-
pílico, butílico, isobutílico, s-butílico, pentílico, iso-
pentílico, t-pentílico, heptílico, octílico, benzílico, fe-
25 nil-etílico, preferivelmente, álcoois metílico, etílico e
propílico, e, mais preferivelmente ainda, álcool metílico.

30 7ª. - Processo de acordo com as reivindicações ante-
riores, caracterizado por o álcool polifuncional ser es-
colhido do grupo que consiste em etilenoglicol, propile-
noglicol e glicerol, preferivelmente, propilenoglicol.

35 8ª. - Processo de acordo com as reivindicações an-
teriores, caracterizado por o éter ser escolhido do grupo
que consiste em éter etílico, éter propílico, éter isopro-
pílico, éter butílico, preferivelmente, éter etílico e
éter propílico e, mais preferivelmente ainda, éter etílico.

Lisboa, -2 JUL 1992

VASCO MARQUES LIMA

Agente Oficial

Propriedade Industrial

Registo em Condição, 3, L.º-1100

Por THE PROCTER & GAMBLE
COMPANY

20 JUL 1992

EFETTO DE PH NA ESTABILIDADE À OXIDAÇÃO DE SPE (POR MEIO DE AOM) 1/1

