



(19) INSTITUTO NACIONAL
DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL
PORTUGAL

(11) *Número de Publicação:* **PT 101766 B**

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 6)
C11B003/00 A

(12) *FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO*

(22) <i>Data de depósito:</i> 1995.09.05	(73) <i>Titular(es):</i> UNILEVER N.V. BURGMEESTER S'JACOPLEIN 1 NL-3000 DK ROTTERDAM NL
(30) <i>Prioridade:</i> 1988.06.21 GB 8814732	
(43) <i>Data de publicação do pedido:</i> 1996.04.30	(72) <i>Inventor(es):</i> JACOBUS CORNELIS SEGERS NL ROBERT LEO KAREL MARIA VAN DE SANDE NL
(45) <i>Data e BPI da concessão:</i> 01/97 1997.01.21	(74) <i>Mandatário(s):</i> JOÃO DE ARANTES E OLIVEIRA RUA DO PATROCÍNIO 94 1350 LISBOA PT

(54) *Epígrafe:* PROCESSO PARA A REFINAÇÃO DE ÓLEOS GLICERÍDICOS

(57) *Resumo:*

PROCESSO; REFINAÇÃO; ÓLEO GLICERÍDICO; GOMA;
DESAGREGADA

[Fig.]



Modalidade e n.º (11) 101766		T.D.	Data do pedido: (22)	Classificação Internacional (51)
Requerente (71): UNILEVER N.V., holandesa, com sede em Burgemeester s'Jacobsplein 1, NL-3000 DK Rotterdam, Países Baixos				
Inventores (72): Robert Leo Karel Maria van de Sande e Jacobus Cornelis Segers, residentes na Holanda				
Reivindicação de prioridade(s) (30)			Figura (para interpretação do resumo)	
Data do pedido	País de Origem	N.º de pedido		
21-06-1988	GB	8814732.7		
Epígrafe: (54) "PROCESSO PARA A REFINAÇÃO DE ÓLEOS GLICERÍDICOS"				
Resumo: (máx. 150 palavras) (57) <p>A invenção refere-se a um processo para a refinação de um óleo glicerídico que compreende os seguintes passos:</p> <ul style="list-style-type: none">i) utilização de um óleo glicerídico cuja goma foi desagregada;ii) manutenção do óleo cuja goma foi desagregada, durante um determinado intervalo de tempo a uma temperatura compreendida entre a temperatura ambiente e 40°C de modo a provocar a aglomeração das partículas não dissolvidas; eiii) remoção do material formado de partículas muito pequenas com a condição de no passo ii) não estar presente nenhum ácido nem nenhum composto alcalino.				

NÃO PREENCHER AS ZONAS SOMBREADAS

DESCRIÇÃO

"PROCESSO PARA A REFINAÇÃO DE ÓLEOS GLICERÍDICOS"

A presente invenção refere-se a um processo para a refinação de óleos glicerídicos e em particular a um processo de refinação que inclui um passo de desagregação da goma. Este processo é também objecto do pedido de patente n°89.201635.3 (EP-A-0348 004).

Os óleos glicerídicos, particularmente de origem vegetal, tais como o óleo de soja, o óleo de colza, o óleo de girassol, o óleo de cártamo, o óleo de sementes de algodão e semelhantes, constituem valiosa matéria prima para as indústrias alimentares. Estes óleos na forma bruta são normalmente obtidos a partir de sementes e de grãos, fazendo-se a extracção por compressão e/ou por solvente.

Esses óleos glicerídicos brutos são essencialmente constituídos por componentes triglicéridos. Contudo, contêm também geralmente uma quantidade significativa de componentes que não são triglicéridos, incluindo fosfatidos (gomas), substâncias cerosas, glicéridos parciais, ácidos gordos livres, materiais corantes e pequenas quantidades de metais. Consoante a utilização final do óleo, muitas destas impurezas possuem um efeito indesejável sobre a estabilidade (armazenamento), sabor e cor dos produtos finais. Consequentemente é necessário refiná-lo, isto é, remover as gomias e outras impurezas dos óleos glicerídicos brutos, tanto quanto for possível.

Em geral, o primeiro passo de refinação de óleos glicerídicos é o chamado passo de desagregação da goma, isto

é, a remoção dos fosfatidos. Neste contexto, o termo "desagregação da goma" refere-se a qualquer tratamento de óleo que origine eventualmente após o seu condicionamento, por exemplo, a remoção das gomas e dos componentes associados. Nos processos convencionais de desagregação da goma adiciona-se água ao óleo glicerídico bruto para hidratar os fosfatidos, os quais são posteriormente removidos, por exemplo, por separação centrífuga. Uma vez que o óleo cuja goma foi desagregada contém ainda frequentemente níveis elevadamente inaceitáveis de fosfatidos "não hidratáveis", esse passo de adição de água para desagregação da goma é normalmente seguido por tratamentos químicos com ácido e com compostos alcalinos para remoção dos fosfatidos residuais e para neutralização dos ácidos gordos livres ("refinação alcalina").

Seguidamente o material saponificado que se formou é separado do óleo neutralizado, por centrifugação. Depois refina-se melhor o óleo resultante utilizando tratamentos de branqueamento e de desodorização.

Após o passo anteriormente descrito de adição de água para desagregação da goma, os níveis de fósforo residual estão compreendidos entre 100-250 ppm. Com o processo aperfeiçoado de desagregação de goma descrito na patente norte-americana US-A-4049686 em que se trata o óleo bruto ou ao qual se adicionou água para desagregação da goma com um ácido concentrado tal como o ácido cítrico em particular, os níveis de fósforo podem ser reduzidos para o intervalo compreendido entre 20-50 ppm. Este processo de desagregação de goma é referido adiante como um processo de super-desagregação de goma.

Em geral, quanto menor for a quantidade de fosfatidos residuais após o passo de desagregação da goma, tanto melhores ou mais fáceis são os passos de refinação subsequentes. Em particular, um nível fraco de fosfatidos após a desagregação da goma proporciona um processamento mais

fácil no passo de refinação alcalina ou pode mesmo abrir a possibilidade de suprimir totalmente o passo de refinação alcalina, sendo nesse caso o óleo refinado apenas por processos de branqueamento e de refinação com vapor. Uma sequência do processo de refinação que não implique o tratamento alcalino e posterior remoção do material saponificado é frequentemente designada como "refinação física" e é altamente desejável em termos de evitar a poluição, simplicidade de processamento e de rendimento obtido.

Descobriu-se agora que, embora o óleo cuja goma foi desagregada por processos convencionais possa parecer visualmente "límpido", encontra-se ainda presente uma pequena proporção de partículas residuais não dissolvidas, tais como os fosfatidos hidratados que não podem ser removidos por uma centrifugação directa, podendo essas partículas ser removidas por qualquer técnica de separação adequada depois de se submeter o óleo cuja goma foi desagregada a condições que proporcionem a aglomeração e/ou a formação adicional de partículas que contenham goma não dissolvida, tais como deixá-lo em repouso durante um tempo adequado a uma temperatura apropriada e adicionando agentes que provocam a aglomeração. No caso dos fosfatidos residuais atingem-se níveis de fósforo residual inferiores a 15 ppm ou mesmo inferiores a 10 ou 5 ppm. Descobriu-se que um processo bastante conveniente para a separação desta proporção de fosfatidos não dissolvidos, adequado para aplicação à escala, consiste na filtração sobre um microfiltro de porosidade e dimensões dos poros adequadas.

Consequentemente, no seu aspecto mais amplo a presente invenção proporciona um processo para refinação de óleos glicerídicos, o qual consiste no passo de:

- i) utilização de um óleo glicerídico cuja goma foi desagregada;
- ii) manutenção do óleo cuja goma foi desagregada, durante um determinado intervalo de tempo, a uma temperatura

compreendida entre a temperatura ambiente e 40°C de modo a provocar a aglomeração das partículas não dissolvidas; e
iii) remoção do material formado de partículas muito pequenas.

A essência do actual processo de refinação reside no facto de se desagregar primeiro a goma do óleo glicerídico. Isto pode ser efectuado por qualquer processo convencional de desagregação da goma que implique a hidratação dos fosfatidos e que seja adequado para reduzir o nível de fósforo residual para valores compreendidos no intervalo 5-250 ppm em peso de óleo.

Para os objectivos da presente invenção o termo "desagregação da goma" refere-se a qualquer processo para tratamento de óleos glicerídicos que implique a adição de água a esse óleo, quer este não contenha aditivos ou se lhe tenham adicionado ou se venha a adicionar-lhe produtos químicos tais como substâncias ácidas e/ou alcalinas, quer com o único objectivo de desagregar a goma e também com outros objectivos, de modo a que pelo menos uma parte dos componentes não glicéridos tais como os fosfatidos em particular se tornem insolúveis nesse óleo devido à hidratação separando-se posteriormente o referido material insolúvel por centrifugação ou por filtração até ao nível de 5-250 ppm de fósforo residual. Encontram-se descritos, processos de desagregação de goma, por exemplo, nas patentes inglesa GB-A-1,565569; norte-americana US-A-4240972; norte-americana US-A-4276227; europeia EP-A-0195991.

Na sua forma mais simples o passo de desagregação da goma implica a adição de uma quantidade de água relativamente pequena ao óleo glicerídico bruto, particularmente entre 0,2 e 5%, preferencialmente 0,5 e 3% em peso do óleo, seguindo-se a separação da massa que contém os fosfatidos. Este processo designado por adição de água para desagregação da goma é bem conhecido na especialidade, sendo

possível encontrar descrições de processamento adequadas em muitos livros técnicos.

Preferencialmente aplica-se o processo de super-desagregação de goma conforme descrito na patente norte-americana N°4 049 686, o qual consiste em dispersar uma quantidade eficaz de um ácido concentrado ou de um anidrido ácido no óleo bruto ou ao qual opcionalmente se adicionou água para desagregar a goma, dispersando-se posteriormente uma quantidade apropriada de água no óleo tratado com ácido. O sedimento aquoso é separado depois de se ter mantido a mistura de óleo, ácido e água durante pelo menos 5 minutos a uma temperatura inferior a 40°C.

Para se conseguirem níveis de fósforo residual entre 20-50 ppm trata-se o óleo bruto preferencialmente com uma solução concentrada de ácido cítrico a 70-90°C durante 10-20 minutos. Depois adiciona-se a água numa quantidade compreendida entre 0,2 e 5%, preferencialmente entre 0,5 e 3% em peso do óleo. Arrefece-se a mistura antes ou após a adição de água, até uma temperatura inferior a 40°C, de preferência inferior a 25°C. Para permitir a hidratação óptima dos fosfatidos hidratáveis do óleo, matem-se a mistura do ácido e da água a esta temperatura durante um período preferencialmente superior a uma hora, mais preferencialmente 2-4 horas.

Consoante o nível de fosfatidos não hidratáveis, pode ser vantajoso adicionar mais fosfatidos hidratáveis, de acordo com o processo descrito na patente norte-americana US-A-4 162 260. Do mesmo modo, a adição de fosfatidos, conforme descrito na patente norte-americana US-A-4 584 141, pode ser vantajosa. Posteriormente separa-se do óleo e o sedimento que contem os fosfatidos utilizando um separador centrífugo. É preferível aquecer a mistura a uma temperatura entre 50 e 80°C imediatamente antes do passo de separação.

Após o passo de desagregação da goma (incluindo o passo de separação dos sedimentos), o óleo cuja goma foi desagregada é ainda tratado para se remover a proporção restante de fosfatidos não dissolvidos presentes na forma de partículas muito pequenas, possuindo um diâmetro de separação crítico inferior a 0,05-10 μm , dependendo da técnica da separação e das condições de separação utilizadas.

Em particular, descobriu-se que o processo adequado e preferido para efectuar essa remoção consiste em filtrar o óleo cuja goma foi desagregada, através de um filtro cujos poros possuam dimensões adequadas.

Em consequência, de acordo com um aspecto particular da presente invenção, proporciona-se um processo para refinar óleos glicerídicos, o qual consiste no passo de desagregar a goma do referido óleo, caracterizando-se esse passo de desagregação da goma por ser seguido pelo passo de filtração de óleo, cuja goma foi desagregada, sobre um microfiltro que possua poros com dimensões médias adequadas para reduzir o nível de fósforo residual para um valor inferior a 15 ppm, em peso de óleo.

Para se conseguir a redução do fósforo residual para um nível inferior a 15 ppm, de acordo com a presente invenção, a dimensão média dos poros do filtro deve ser inferior a 5 μm . É possível conseguir mais e melhores reduções do fósforo residual para valores inferiores a 10 ou mesmo inferiores a 5 ppm utilizando um filtro cujos poros tenham dimensões inferiores a 0,5 μm e mais preferencialmente é desejável que esses valores estejam no intervalo compreendido entre 0,1 e 0,3 μm .

A aglomeração pode ser iniciada e/ou ser aumentada submetendo-se o óleo cuja goma foi desagregada a condições que propiciem o início da formação do material de partículas muito pequenas (gomas) que não esteja dissolvido no

óleo e/ou que promovam a aglomeração das partículas não dissolvidas, tais como o tempo de repouso, diminuição de temperatura, adição de agentes iniciadores da formação de material de partículas muito pequenas e/ou promotores de aglomeração das partículas não dissolvidas, por exemplo fosfatidos hidratáveis (patente norte-americana US-A-4 162 260), fosfatidos hidrolisados (patente norte-americana US-A-4 584 141).

Devido à adição destes agentes em tempos de aglomeração idênticos, pode escolher-se, se desejado, uma temperatura de aglomeração mais elevada ou para uma temperatura de aglomeração específica pode encurtar-se o tempo de aglomeração.

Opcionalmente o passo de separação pode incluir a adição do adsorvente para redução das partículas não dissolvidas. Os exemplos de adsorventes são as terras de branqueamento, carvão activado que incorpore materiais celulósicos tais como "Arborcel" (marca comercial registada). Os exemplos de adsorventes são as sílicas microporosas e as sílicas de alumina tais como "Trisyl" (marca comercial registada).

Sob condições bastante favoráveis para o processo de aglomeração, em vez do passo de microfiltração ou complementarmente, pode utilizar-se também um segundo passo de separação centrífuga ou qualquer outro processo de separação adequado para remover do óleo o material não dissolvido de partículas muito pequenas.

Preferencialmente utiliza-se a super-desagregação da goma, uma vez que o período de tempo de aglomeração é notavelmente reduzido, podendo utilizar-se temperaturas de aglomeração superiores. Mais preferencialmente efectua-se o passo de aglomeração à mesma temperatura utilizada no tratamento de super-desagregação da goma.

As partículas não dissolvidas ou aglomeradas podem ser removidas por microfiltração, filtração, centrifugação, sedimentação, e decantação. Após a remoção das partículas pode-se continuar a refinar um óleo que possua, por exemplo, um nível de fósforo residual inferior a 15 ppm, preferencialmente inferior a 10 ppm ou mesmo inferior a 5 ou 2 ppm, utilizando qualquer processo de refinação adequado para se atingir a especificação desejada para o óleo refinado. Estes processos de refinação adicional englobam a refinação alcalina, o branqueamento e a desodorização. Em particular, o processo de refinação de acordo com a presente invenção é preferencialmente a refinação física, consistindo esse processo de refinação nos passos de desagregação da goma, redução do nível de fósforo residual para um valor inferior a 15 ppm, branqueamento e desodorização, não incluindo qualquer passo de refinação alcalino. Também é possível omitir eventualmente o passo de branqueamento.

Os níveis de fósforo residual muito baixos, para valores de 10 ppm ou mesmo 5 ppm conseguidos pelo processo da presente invenção, possuem um efeito vantajoso relativamente ao consumo do agente de branqueamento no passo de branqueamento, contribuindo assim significativamente para a economia do processo de refinação e reduzindo as dificuldades ambientais associadas com o consumo excessivo de agentes de branqueamento.

Ilustra-se agora melhor a presente invenção com os exemplos que se apresentam a seguir.

Exemplo 1

Desagregou-se a goma do óleo bruto de germe de milho de acordo com o procedimento seguinte:

- (1) misturou-se o óleo bruto com mono-hidrato de ácido cítrico a 0,07% (solução a 50%) à temperatura de 85°C;
- (2) decorridos 20 minutos misturou-se 1,6% de água;

- (3) arrefeceu-se a mistura para 25°C e deixou-se hidratar durante 3 horas; e
- (4) separou-se o sedimento do óleo a 65°C num separador centrífugo.

Depois fez-se a microfiltração do óleo resultante cuja goma havia sido desagregada, utilizando cinco filtros "Milipore" (marca comercial registada) que possuem poros cujas dimensões variavam entre 1,20 e 0,22 µm. Os resultados obtidos foram os seguintes:

	Fósforo residual em ppm
após desagregação da goma, sem filtração	21,6
filtrado sobre filtro de poros com 1,20 µm	15,2
filtrado sobre filtro de poros com 0,80 µm	16,6
filtrado sobre filtro de poros com 0,65 µm	14,3
filtrado sobre filtro de poros com 0,45 µm	8,9
filtrado sobre filtro de poros com 0,22 µm	6,7

Exemplo 2

Desagregou-se a goma do óleo bruto de sementes de colza de acordo com o procedimento seguinte:

- (1) misturou-se o óleo bruto com 2% de lecitina hidrolisada e com mono-hidrato de ácido cítrico a 0,12% (solução a 50%) à temperatura de 65°C;
- (2) decorridos 20 minutos misturou-se 1,7% de água;
- (3) Arrefeceu-se a mistura para 40°C e deixou-se hidratar durante 3 horas; e
- (4) separou-se o sedimento do óleo a 65°C num separador centrífugo.

Depois fez-se a microfiltração do óleo resultante cuja goma havia sido desagregada, utilizando cinco filtros "Milipore" (marca comercial registada) possuindo poros cujas dimensões variavam entre 1,20 e 0,22 µm. Os resultados médios de cinco ensaios foram os seguintes:

	Fósforo residual em ppm
após desagregação da goma, sem filtração	20
filtrado sobre filtro de poros com 1,20 μm	10
filtrado sobre filtro de poros com 0,80 μm	7
filtrado sobre filtro de poros com 0,65 μm	8
filtrado sobre filtro de poros com 0,45 μm	5
filtrado sobre filtro de poros com 0,22 μm	4

Por razões de comparação foram efectuados os mesmos ensaios de filtração com óleo de semente de colza do qual não se desagregou a goma e com um óleo de sementes de colza cuja goma foi desagregada por um processo idêntico e que tenha sido seco depois (isto é, contendo fosfatidos residuais apenas na forma não hidratada).

Os resultados obtidos foram os seguintes:

	Fósforo residual em ppm	
	goma não desagregada	goma desagregada e seco
não filtrado	410	18
filtrado sobre filtros de poros com 1,20 μm	430	18
filtrado sobre filtros de poros com 0,65 μm	410	17
filtrado sobre filtros de poros com 0,22 μm	420	17

Estas comparações demonstram claramente que o passo de microfiltração é aplicado adequadamente apenas a óleos cuja goma foi desagregada e que contenham partículas residuais, por exemplo, fosfatidos. Nova adição de água originou nova formação de partículas não dissolvidas removíveis por microfiltração conforme verificado nos primeiros cinco ensaios de microfiltração.

Exemplo 3

Desagregou-se a goma de óleo bruto de sementes de colza de acordo com o procedimento de super-desagregação de goma utilizado no exemplo 2. O óleo de sementes de colza submetido a super-desagregação de goma obtido continha 12 ppm de fósforo.

Amostras de óleo de semente de colza cuja goma foi desagregada foram submetidas a diferentes tratamentos de aglomeração, indicando-se no quadro I os correspondentes tempos de processamento e temperaturas de processamento. Após os tratamentos de aglomeração as amostras foram submetidas a microfiltração utilizando microfiltros que possuíam poros com dimensões de 3,0, 1,2 e 0,45 μm , respectivamente. No quadro I apresenta-se também os níveis de fósforo residual dos óleos microfiltrados e submetidos a super-desagregação da goma.

QUADRO I

Tempo de processamento (min)	Temperatura de processamento (°C)	Nível de fósforo residual (ppm) após microfiltração através de filtros de poros com as dimensões indicadas		
		3,0 µm	1,2 µm	0,45 µm
15	25	2	2	<2
35	25	2	2	<2
95	25	<2	<2	<2
15	65	6	5	2
35	65	5	5	3
95	65	5	5	3
15	90	5	7	3
35	90	5	7	4
95	90	10	11	4

O quadro I mostra que as partículas não dissolvidas se aglomeraram proporcionando um aglomerado de dimensões superiores a 3 µm ao fim de um tempo de processamento de aproximadamente 1,5 horas para temperaturas de processamento relativamente baixas. Partículas com dimensões próximas de 3,0 µm fazem com que a remoção dos aglomerados por centrifugação seja exequível.

Exemplo 4

Utilizou-se óleo de feijão (nível de fósforo igual a 140 ppm) ao qual convencionalmente se adicionou água para desagregar a goma e submeteu-se a (micro)filtração decorridas duas semanas após armazenamento à temperatura ambiente.

Os níveis de fósforo residual obtidos por filtração após adição de água para desagregação de goma e após

arrefecimento e decorridas duas semanas de tempo de processamento à temperatura ambiente encontram-se referidos no quadro II.

O quadro II mostra que decorrido um tempo de processamento relativamente longo à temperatura ambiente, as partículas hidratadas não centrifugáveis formam aglomerados estáveis que possuem dimensões superiores a 1,2 μm . É possível remover o óleo destes aglomerados utilizando microfiltração.

QUADRO II

Dimensões dos poros do filtro (μm)	Filtração	
	directamente	decorridas duas semanas
8,0	122	119
3,0	136	126
1,2	122	25
0,45	128	24

Exemplo 5

Submeteu-se óleo bruto de feijão a super-desagregação da goma de acordo com o procedimento do exemplo 2. O óleo de feijão cuja goma foi super-desagregada apresentou um nível de fósforo de 12 ppm.

Submeteu-se a diversos tratamentos de aglomeração amostras deste óleo de feijão cuja goma foi super-desagregada e depois centrifugou-se durante 10 minutos a 1000 rpm (correspondendo a um diâmetro centrifugacional crítico de 17 μm) e 4 000 rpm (correspondendo a um diâmetro centrifugacional crítico de 4,3 μm).

Os resultados encontram-se resumidos no quadro III.

QUADRO III

Tempo de aglomeração (min.) a 25°C	Fósforo residual (ppm) após centrifugação a	
	1000 rpm	4000 rpm
0	5,9	3,4
30	4,5	5,4
75	3,1	2,3
120	---	2,2

O quadro III mostra que o nível de fósforo residual pode ser diminuído utilizando uma combinação de tempos de aglomeração prolongados e de elevadas velocidades de centrifugação.

Exemplo 6

Submeteu-se o óleo bruto de girassol a super-desagregação da goma e extraiu-se-lhe a cera de acordo com o procedimento seguinte:

- 1) misturou-se o óleo bruto de girassol com 1% de lecitina hidrolisada e com mono-hidrato de ácido cítrico a 0,08% (solução a 50%) à temperatura de 65°C;
- 2) decorridos 10 minutos arrefeceu-se para cerca de 18°C e misturou-se 1,75% de água;
- 3) deixou-se hidratar e cristalizar durante 3 horas; e
- 4) separou-se o sedimento do óleo a 28°C utilizando um separador centrífugo.

Posteriormente o óleo cuja goma havia sido super-desagregada e cuja cera havia sido removida foi microfiltrado após 30 minutos de tempo de aglomeração à temperatura de 25°C

utilizando um microfiltro que possuía poros com dimensões de 0,2 µm (filtro "Microza" obtido em "Asahi"). O nível de fósforo residual foi diminuído para cerca de 2 ppm (o nível de fósforo de partida era de 60 ppm).

O permeato obtido foi submetido directamente a um passo de desodorização (2 horas a 240°C) suprimindo-se qualquer tratamento de branqueamento.

As propriedades organolépticas e as propriedades de armazenamento do óleo de girassol refinado foram comparadas com as propriedades de óleos de girassol submetido a refinação alcalina convencional e com as de óleo de girassol refinado fisicamente, obtidos a partir do mesmo lote.

Os resultados encontram-se resumidos no quadro IV.

QUADRO IV

Propriedade	Refinação alcalina	Refinação física	Presente invenção
agl (%)	0,01	0,01	0,02
Nível de fósforo (P) (ppm)	< 1	< 1	< 1
Nível de fósforo (Fe) (ppm)	0,03	0,02	0,08
Índice de sabor às 0 semanas	6,6	6,4	6,6
Índice de sabor às 3 semanas	6,3	5,8	6,3
Índice de sabor às 6 semanas	6,2	5,8	5,6
Índice de sabor às 9 semanas	6,2	6,0	5,7

Exemplo 7

Submeteu-se o óleo bruto de sementes de colza a super-desagregação da goma utilizando o procedimento de super-desagregação de goma idêntico ao procedimento descrito no exemplo 2. Após a adição opcional de material alcalino (não

de acordo com a invenção) e decorrido um intervalo de tempo de processamento de 3-4 horas à temperatura ambiente (inferior a 30°C) efectuou-se o passo de separação utilizando um clarificador piloto contínuo à escala (Westfalia SAOOH 205) para valores convencionais de contra-pressão e para débitos variáveis. Os resultados experimentais obtidos encontram-se resumidos no quadro V.

QUADRO V

Ep	Condições de clarificação para o óleo de sementes de colza cuja goma foi super-desagregada (c-z-sdg) ¹ débito (l/h)	Quantidade de material alcalino adicionada (%de agl	Fósforo residual (P) (ppm)	agl (%)	Fe (ppm)	Ca/Mg/Na
I	cz-sdg inicial	0	7,0			
	5	0	4,0			
	13	0	4,4			
	25	0	4,9			
	30	0	4,2			
II	cz-sdg ² inicial	15	7,7	0,88	0,1	1,3/0,6/140
	7	15	1,0	0,81	<0,1	0,3/0,1/4,3
	17	15	1,9	0,83	<0,1	0,2/0,1/7,9
	63	15	0,7	0,83	<0,1	0,3/0,3/9,3
III	cz-sdg ² inicial	25	10,3	--	--	--/--/--
	23	25	0,7	0,78	0,4	1,3/0,4/16
	40	25	2,0	0,78	0,4	1,0/2,2/13
	105	25	1,4	0,80	0,3	0,9/0,2/6,5
	125	25	1,2	0,75	1,0	0,9/0,2/33

Nota 1, condições de super-desagregação da goma: temperatura do óleo de entrada igual a 80-85°C; teor em fósforo

(P) do óleo de entrada igual a 1000-1100 ppm contendo 2,2% de lecitina hidrolisada; proporção de monohidrato de ácido cítrico igual a 0,12%; proporção de água igual a 2,2%; tempo de hidratação igual a 3 horas; temperatura de separação igual a 65°C.

Nota 2, o aumento do nível de fósforo residual inicial nas últimas experiências II e III resultou de uma contaminação do clarificador.

O quadro V mostra claramente que as partículas residuais, não dissolvidas e inicialmente não centrifugáveis, tais como os fosfatidos, podem ser eficazmente removidas por separação centrífuga, com débitos relativamente elevados utilizando o passo de separação de acordo com a presente invenção.

Lisboa, 5 de Setembro de 1995

[Illegible signature]

A large, stylized handwritten signature in black ink, consisting of several horizontal strokes and a long, sweeping tail that curves downwards and to the right.



REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a refinação de um óleo glicerídico, caracterizado pelos seguintes passos:
 - i) utilização de um óleo glicerídico cuja goma foi desagregada;
 - ii) manutenção do óleo cuja goma foi desagregada, durante um determinado intervalo de tempo a uma temperatura compreendida entre a temperatura ambiente e 40°C de modo a provocar a aglomeração das partículas não dissolvidas; e
 - iii) remoção do material formado de partículas muito pequenas com a condição de no passo ii) não estar presente nenhum ácido nem nenhum composto alcalino.
2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de o óleo glicerídico que se pretende refinar ser submetido ao passo de super-desagregação da goma.
3. Processo de acordo com as reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo facto de se manter o óleo a uma temperatura inferior a 40°C durante um intervalo de tempo compreendido entre 0,5 horas e duas semanas.
4. Processo de acordo com as reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo facto de se adicionar ao óleo um agente de promoção da formação de partículas não dissolvidas e/ou de promoção da aglomeração das partículas não dissolvidas.
5. Processo de acordo com a reivindicação 4, caracterizado pelo facto de o agente de promoção ser constituído por um fosfatido hidratável, um fosfatido hidrolisável e suas misturas.

6. Processo de acordo com as reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo facto de o passo de separação incluir a adição de um adsorvente e/ou absorvente para as partículas não dissolvidas a remover.
7. Processo de acordo com as reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo facto de se removerem as partículas por filtração, microfiltração, centrifugação, sedimentação e/ou decantação.
8. Processo de acordo com as reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo facto de se aquecer o óleo a uma temperatura compreendida entre 50 e 80°C imediatamente antes do passo de separação.
9. Processo para a refinação de um óleo glicerídico caracterizado pelos seguintes passos:
 - i) utilizar um óleo glicerídico cuja goma foi desagregada; e
 - ii) submeter a microfiltração o óleo cuja goma foi desagregada.

Lisboa, 5 de Setembro de 1995

A handwritten signature in black ink, consisting of several horizontal strokes followed by a large, sweeping loop that extends downwards and to the right.