

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 371 881**

51 Int. Cl.:
B01J 20/12 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **05751661 .9**
96 Fecha de presentación: **08.06.2005**
97 Número de publicación de la solicitud: **1893329**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **05.03.2008**

54 Título: **PROCEDIMIENTO DE ACTIVACIÓN DE ARCILLAS DE GRAN SUPERFICIE PARA LA PREPARACIÓN DE TIERRAS DE COLORANTES.**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
11.01.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
11.01.2012

73 Titular/es:
**SÜD-CHEMIE AG
LENBACHPLATZ 6
80333 MÜNCHEN, DE**

72 Inventor/es:
SCHURZ, Klaus

74 Agente: **Sugrañes Moline, Pedro**

ES 2 371 881 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de activación de arcillas de gran superficie para la preparación de tierras decolorantes

5 La invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un adsorbente, así como a un procedimiento para el refinado de grasas y/o aceites.

10 En la preparación industrial de aceites y grasas se usan tierras decolorantes para la eliminación de turbiedades y coloraciones o también para la eliminación de aceleradores de la oxidación. Mediante la purificación adsorptiva pueden mejorarse considerablemente el sabor, el color y la estabilidad al almacenamiento de los aceites y las grasas. Para la purificación se usan distintas clases de tierras decolorantes. Un primer grupo forma la clase de las tierras decolorantes de alta actividad, en su mayoría a base de montmorillonita (HPBE = high performance bleaching earth). Este grupo comprende en particular montmorillonitas activadas con ácido, en que la activación ácida se realiza en un procedimiento costoso mediante la desaluminación de las arcillas brutas con ácidos concentrados a altas temperaturas. En este procedimiento se obtiene un producto de tierra decolorante con una gran superficie específica y un gran volumen de poros. El empleo de pequeñas cantidades de estas tierras decolorantes de alta actividad produce ya una notable purificación del aceite bruto. Unas cantidades de empleo pequeñas en el proceso de decoloración son deseables porque, por un lado, la arcilla decolorante empleada fija una cantidad residual de aceite, lo que disminuye el rendimiento y, por otro lado, la arcilla decolorante usada debe desecharse según las normativas vigentes.

20 Lo desventajoso de estas tierras decolorantes de alta actividad es el hecho de que por la desaluminación con ácido durante su preparación se producen grandes cantidades de aguas residuales ácidas ricas en sales, que solamente pueden tratarse o desecharse mediante costosos procesos. Los elevados costes para el desecho de los residuos, así como el costoso procedimiento de producción justifican los comparativamente altos precios de tales tierras decolorantes de alta actividad.

30 Otro grupo lo forma la clase de las arcillas de actividad natural. Estas tierras decolorantes de origen natural se usan ya desde hace siglos para la purificación de grasas y aceites. Estos sistemas de actividad natural (denominados también tierras de Fuller) pueden prepararse de manera muy económica. Sin embargo, solo tienen un escaso poder decolorante, de modo que, por lo general, no son adecuados para la purificación de aceites y grasas que hayan de decolorarse intensamente. Además, en comparación con las tierras decolorantes de alta actividad, deben emplearse cantidades considerablemente mayores del adsorbente para conseguir el resultado de decoloración deseado. De esta manera, sin embargo, debe contarse con mayores pérdidas de aceite o grasa, ya que las tierras decolorantes no pueden separarse en forma pura y ciertas cantidades de aceite o grasa quedan en la tierra decolorante.

40 La tercera clase de tierras decolorantes, los denominados sistemas de superficie activada (SMBE = surface modified bleaching earth; tierras decolorantes de superficie activada), representan un compromiso entre bajos costes de preparación y una actividad aceptable. En este caso, una arcilla bruta de actividad natural se trata con una pequeña cantidad de ácido y de esta manera se consigue una "activación *in situ*". Para este procedimiento han dado buenos resultados particularmente arcillas brutas que contienen atapulgita y hormita. Estas presentan una superficie específica muy alta, para una arcilla bruta natural, de aproximadamente 100 a 180 m²/g y un volumen de poros de aproximadamente 0,2 a 0,35 ml/g. Sin embargo, dado que las sales formadas en la activación ácida o la proporción del ácido que no ha reaccionado no se lavan, permanecen en el producto y se almacenan también, al menos en parte, en los poros. De este modo, por lo general estas tierras decolorantes activadas con ácido no alcanzan la misma eficiencia que se consigue con las tierras decolorantes de alta actividad (HPBE), que se preparan por desaluminación con ácido. No obstante, el sencillo procedimiento de preparación permite una producción comparativamente económica, ya que no se generan aguas residuales ácidas.

50 Del documento US-A-5.008.226 se conoce un procedimiento para la preparación de tierra decolorante activada con ácido con el uso de una arcilla atapulgítica ácida de origen natural según la activación ácida descrita anteriormente. Esta arcilla presenta un volumen de poros en el intervalo de 0,25 a 0,50 ml/g y una superficie específica en el intervalo de 100 a 150 m²/g. Se usa con preferencia especial una mezcla de origen natural de atapulgita y bentonita. Los componentes principales de este mineral constan del 71 al 75% en peso de SiO₂ y del 11 al 16% en peso de Al₂O₃. El mineral de atapulgita y bentonita se trata a una temperatura de aproximadamente 25 a 100°C, con el ácido correspondiente a una cantidad de ácido del 1 al 10% en peso. El producto intermedio activado con ácido no se lava, sino que se usa directamente como tierra decolorante después de secarlo y molerlo.

60 En el documento US-A-3.029.783 se describe un procedimiento para el tratamiento de una arcilla atapulgítica con ácido. La atapulgita contiene aproximadamente el 15% en peso de Al₂O₃. La arcilla activada con ácido es adecuada para su uso como absorbente para gatos.

65 El documento US-A-5.869.415 describe un procedimiento para la activación de silicatos estratificados con una capacidad de intercambio iónico de al menos 25 meq/100 g mediante activación con el 1 al 10% en peso de ácido y calcinación posterior a temperaturas de 200°C a 400°C. Los silicatos estratificados presentan superficies específicas en el intervalo de 132 a 167 m²/g, así como un volumen de poros en el intervalo de 0,27 a 0,35 ml/g y una capacidad

de intercambio iónico de 38 a 68 meq/100 g.

En el documento WO 99/02256 se describe un procedimiento para la preparación de una tierra decolorante con un contenido de ácido elevado. En este caso la activación tiene lugar en un proceso respetuoso con el medio ambiente, ya que no es acuoso. Preferentemente se añade del 2,5 al 5% en peso de ácido en disolución acuosa a una arcilla bruta secada previamente y molida. Como ejemplos de ácidos adecuados se describen ácido clorhídrico y ácido fosfórico, así como ácido cítrico, que se aplican sobre una arcilla bruta de la clase paligorskita-esmectita. En el documento WO 2004/105936 A1 se describe un procedimiento para la preparación de una tierra decolorante semisintética.

Por lo tanto, en la preparación de tierras decolorantes activadas con ácido descrita anteriormente se usan normalmente silicatos estratificados, en particular esmectita y paligorskita o mezclas de estos silicatos. Las arcillas brutas usadas como productos de partida tienen superficies específicas en el intervalo de 100 a 180 m²/g, un volumen de poros en el intervalo de 0,25 a 0,50 ml/g y una capacidad de intercambio iónico en el intervalo de 38 a 68 meq/100 g. Estos silicatos estratificados tienen un contenido de Al₂O₃ mayor del 11% en peso. Como ya se ha expuesto anteriormente, las tierras decolorantes de superficie activada (SMBE) presentan la ventaja de una preparación económica. Sin embargo, no alcanzan el efecto decolorante que alcanzan las tierras decolorantes de alta actividad (HPBE). Por lo tanto, en comparación con las tierras decolorantes de alta actividad, se necesitan mayores cantidades de una tierra decolorante de superficie activada para conseguir un resultado de decoloración deseado. A su vez, esto hace que en la decoloración por adsorción de aceites y grasas en la tierra decolorante haya que contar con mayores pérdidas de aceite y, por otro lado, deban tratarse o desecharse mayores cantidades de tierra decolorante usada.

Por consiguiente, el objetivo de la invención es poner a disposición un procedimiento para la preparación de un adsorbente que evite las desventajas del estado de la técnica y conduzca a un producto con alta capacidad de adsorción, en particular con respecto al efecto decolorante de aceites y grasas.

Este objetivo se consigue con un procedimiento con las características de la reivindicación 1. Las variantes ventajosas del procedimiento son objeto de las reivindicaciones subordinadas.

Sorprendentemente, se ha demostrado que, al usar las arcillas brutas definidas en la reivindicación 1, mediante una activación comparativamente sencilla pueden obtenerse adsorbentes o tierras decolorantes cuya actividad es comparable y en parte superior a la de las tierras decolorantes de alta actividad que se obtienen mediante desaluminación intensiva con ácidos fuertes.

En ello, es esencial para la invención que la arcilla bruta empleada presente una superficie específica (superficie BET) superior a 200 m²/g, una capacidad de intercambio iónico superior a 40 meq/100 g, así como un volumen de poros superior a 0,5 ml/g, en que al menos el 40% del volumen de poros está formado por poros con un diámetro de al menos 14 nm y como máximo el 25% del volumen de poros está formado por poros con un diámetro inferior a 7,5 nm.

Los procedimientos analíticos adecuados para la determinación de la superficie específica, el volumen de poros y la capacidad de intercambio iónico se indican a continuación en los ejemplos.

Preferentemente, como máximo el 20%, en particular como máximo el 15% del volumen de poros de la arcilla bruta está formado por poros que presentan un diámetro de poro inferior a 7,5 nm. Preferentemente, la proporción del volumen de poros respecto al volumen de poros total que está formada por poros con un diámetro en el intervalo de 7,5 a 14 nm es como máximo del 25%, preferentemente como máximo del 15%, en particular preferentemente como máximo del 10%. Preferentemente, la proporción del volumen de poros respecto al volumen de poros total que está formada por poros con un diámetro en el intervalo de 14 a 25 nm es como máximo del 25%, preferentemente como máximo del 20%, en particular como máximo del 15%. Preferentemente, la proporción del volumen de poros respecto al volumen de poros total que está formada por poros con un diámetro en el intervalo de 25 a 80 nm es al menos del 25%, preferentemente al menos del 30%, en particular preferentemente al menos del 40%. Preferentemente, la proporción del volumen de poros respecto al volumen de poros total que está formada por poros con un diámetro de al menos 25 nm es al menos del 30%, preferentemente al menos del 40%, en particular preferentemente al menos del 50% y con preferencia muy especial de al menos el 60%. Preferentemente, la proporción del volumen de poros respecto al volumen de poros total que está formada por poros con un diámetro superior a 80 nm es como máximo del 30%, preferentemente como máximo del 25%, en particular preferentemente como máximo del 25%. La arcilla bruta usada en el procedimiento según la invención tiene una elevada proporción de poros de tamaño mediano o grande. Esto la diferencia, por ejemplo, de las tierras decolorantes de alta actividad preparadas por lixiviación ácida. Estas tierras de alta actividad presentan una mayor proporción de poros pequeños.

Con preferencia especial se usan arcillas brutas cuya capacidad de intercambio iónico es superior a 50 meq/100 g, preferentemente en el intervalo de 55 a 75 meq/100 g. Preferentemente, la arcilla bruta presenta una superficie específica (BET) en el intervalo de 200 a 280 m²/g, en particular preferentemente en el intervalo de 200 a 260 m²/g. Preferentemente, el volumen de poros (total) (volumen de poros específico) de la arcilla bruta usada está en el

intervalo de 0,7 a 1,0 ml/, en particular en el intervalo de 0,80 a 1,0 ml/.

5 Preferentemente, la arcilla bruta usada en el procedimiento según la invención presenta una proporción de los metales pesados As, Pb, Cd, Hg lixiviable mediante ácido tartárico inferior a 25 ppm, preferentemente inferior a 15 ppm, en particular preferentemente inferior a 10 ppm. La proporción de arsénico lixiviable mediante ácido tartárico es preferentemente inferior a 1,5 ppm, preferentemente inferior a 1 ppm. La proporción de plomo lixiviable mediante ácido tartárico es preferentemente inferior a 5 ppm, preferentemente inferior a 4 ppm. La proporción de cadmio lixiviable mediante ácido tartárico es preferentemente inferior a 0,5 ppm, preferentemente inferior a 0,3 ppm y la proporción de mercurio lixiviable mediante ácido tartárico es preferentemente inferior a 0,2 ppm, preferentemente inferior a 0,1 ppm.

Un procedimiento para la determinación de la proporción de metales pesados lixiviables mediante ácido tartárico se incluye en los ejemplos.

15 Preferentemente, el volumen de sedimento de la arcilla bruta en agua es inferior a 10 ml/2g, es decir, la arcilla bruta prácticamente no se hincha en presencia de agua. De este modo el producto de tierra decolorante puede distribuirse muy uniformemente en el aceite bruto y también puede separarse muy bien por filtración después del proceso de decoloración.

20 Para obtener un adsorbente o una tierra decolorante con las propiedades deseadas, la arcilla bruta se somete a una activación, en particular a una activación ácida.

25 Por una activación se entiende un tratamiento de la arcilla bruta, como es habitual en la preparación de la SMBE. Tales procedimientos son conocidos de por sí para el experto. Pueden consistir en un tratamiento térmico o, en particular, en un tratamiento con ácido. En la activación, preferentemente la estructura mineral de la arcilla bruta se mantiene esencialmente inalterada. Según la experiencia, la superficie específica y el volumen de poros de la arcilla bruta pueden disminuir en aproximadamente hasta el 20%, dependiendo del tipo de activación ácida.

30 En el procedimiento según la invención, primeramente se prepara una arcilla bruta seca. En el marco de la presente invención, por arcilla bruta se entiende un material de arcilla con actividad natural o sin actividad natural, en el que también deben comprenderse materiales de arcilla tratados mediante etapas de procesamiento mecánico o químico convencionales, pero, a diferencia de las tierras decolorantes, sin activar en una etapa (separada) de activación. A este respecto, por activación de la arcilla bruta se entiende un tratamiento que conduce a una mejora del efecto decolorante, en particular en la decoloración de aceites y grasas, como se determina mediante los valores de color en aceites (valores de color de Lovibond), según el procedimiento Cc 13b-45 de la AOCS y/o la determinación de la clorofila A según el procedimiento Cc 13d-55 de la AOCS.

35 Consiguientemente, por arcillas decolorantes en el sentido de la presente invención se entiende un material de arcilla activado (en una etapa de activación), en particular activado mediante un tratamiento térmico y/o ácido. El término arcilla decolorante es corriente para el experto y comprende materiales de arcilla activados que por su actividad de adsorción o decolorante pueden usarse para la purificación en particular de aceites y grasas comestibles.

40 En particular, por arcillas brutas se entienden en este caso materiales de arcilla de origen natural con o sin actividad natural que aún no han sido sometidos a ninguna modificación química, por ejemplo, no han sido tratados con ácidos fuertes o desaluminados. Dado el caso, las arcillas brutas pueden secarse y molerse antes de su activación.

45 Se usan arcillas brutas cuyo contenido de aluminio respecto a la arcilla bruta anhidra y calculado como Al_2O_3 es inferior al 11% en peso.

50 Con preferencia especial se usan arcillas brutas que presentan solamente una baja cristalinidad, por lo que de por sí no se incluyen en la clase de los silicatos estratificados. La baja cristalinidad puede comprobarse, por ejemplo, mediante difracción de rayos X. A este respecto, las arcillas brutas preferidas especialmente son esencialmente amorfas a los rayos X y por lo tanto no pertenecen a la clase de las atapulgitas o esmectitas.

55 En comparación con las tierras decolorantes de alta actividad convencionales, la arcilla bruta empleada en el procedimiento según la invención presenta una diferente distribución de poros. En las tierras decolorantes de alta actividad el volumen de poros está formado esencialmente por poros de pequeño diámetro. Fundamentalmente, los poros presentan un diámetro en el intervalo de 2 a 14 nm. Por el contrario, en la arcilla bruta usada en el procedimiento según la invención, la parte fundamental del volumen de poros está formada por poros que presentan un diámetro considerablemente mayor.

60 Es característico para las arcillas brutas usadas según la invención que al menos el 40% del volumen total de poros (determinado según el procedimiento BJH, véase a continuación) está formado por poros que presentan un diámetro superior a 14 nm. Preferentemente más del 50% y en particular preferentemente más del 60% del volumen total de poros está formado por poros que presentan un diámetro superior a 14 nm. Como ya se ha mencionado, el volumen

total de poros de estas arcillas brutas es superior a 0,5 ml/g. La distribución de radios de poros o el volumen de poros total se determinan mediante porosimetría de nitrógeno (DIN 66131) y evaluación de la isoterma de adsorción según el procedimiento BJH (véase a continuación).

5 Se ha encontrado que las arcillas brutas con las propiedades descritas anteriormente pueden transformarse en productos de tierras decolorantes que sorprendentemente presentan buenas propiedades decolorantes, incluso mediante una activación con pequeñas cantidades de ácido, como por ejemplo en la "activación *in situ*" mencionada anteriormente. El efecto decolorante de estos productos de tierras decolorantes alcanza los resultados de las tierras decolorantes de alta actividad o incluso los supera. Por "activación *in situ*" se entiende un tratamiento de activación de la arcilla bruta como es habitual en las tierras decolorantes activadas con ácido (SMBE) descritas anteriormente.

10 En general, la activación de las arcillas brutas según la invención puede realizarse mediante un tratamiento con ácido. Para ello, las arcillas brutas se ponen en contacto con un ácido orgánico o inorgánico. En principio, aquí puede usarse cualquier procedimiento para la activación ácida de arcillas conocido por el experto, incluidos los procedimientos descritos en los documentos WO 99/02256, US-5.008.226 y US-5.869.415.

15 Según una forma de realización preferida según la invención no es necesario lavar el exceso de ácido ni las sales generadas en la activación. Más bien, después de la adición del ácido no se lleva a cabo ninguna etapa de lavado, como es habitual en el caso de la activación ácida, sino que la arcilla bruta tratada se seca y después se muele hasta el tamaño de grano deseado. En la molienda se ajusta por lo general una finura típica para las tierras decolorantes. A este respecto, el residuo del tamizado seco sobre un tamiz con una luz de malla de 63 µm está en el intervalo del 20 al 40% en peso. El residuo del tamizado seco sobre un tamiz con una luz de malla de 25 µm está en el intervalo del 50 al 65% en peso.

20 En una forma de realización del procedimiento según la invención, la activación de la arcilla bruta se realiza en fase acuosa. Para ello, el ácido se pone en contacto con la arcilla bruta como disolución acuosa. En ello puede procederse de modo que primeramente la arcilla bruta, preferentemente preparada en forma de polvo, se suspende en agua. A continuación, se añade el ácido en forma concentrada. Sin embargo, la arcilla bruta también puede suspenderse directamente en una disolución acuosa del ácido o la disolución acuosa del ácido puede añadirse sobre la arcilla bruta. Según una forma de realización ventajosa, la disolución acuosa de ácido puede pulverizarse, por ejemplo, sobre una arcilla bruta preferentemente fraccionada o en polvo, en lo que, preferentemente, la cantidad de agua elegida es la mínima posible y, por ejemplo, se emplea un ácido concentrado o una disolución de ácido. Ventajosamente, la cantidad de ácido puede elegirse entre el 1 y el 10% en peso, con preferencia especial entre el 2 y el 6% en peso de un ácido fuerte, en particular un ácido mineral como ácido sulfúrico, respecto a la arcilla bruta anhidra (absolutamente seca). En caso necesario, el exceso de agua puede evaporarse y la arcilla bruta activada puede molerse entonces a la finura deseada. Como ya se ha indicado anteriormente, en esta forma de realización del procedimiento según la invención tampoco se necesita una etapa de lavado. Después de la adición de la disolución acuosa del ácido solamente se seca, siempre que se necesite, hasta alcanzar el grado de humedad deseado. Por lo general, el contenido de agua del producto de tierra decolorante obtenido se ajusta a una proporción inferior al 20% en peso, preferentemente inferior al 10% en peso.

25 Para la activación descrita anteriormente con una disolución acuosa de un ácido o un ácido concentrado, el ácido en sí puede elegirse a discreción. Pueden usarse tanto ácidos minerales como ácidos orgánicos o mezclas de los ácidos anteriores. Pueden usarse los ácidos minerales habituales, como ácido clorhídrico, ácido fosfórico o ácido sulfúrico, en que se prefiere el ácido sulfúrico. Pueden usarse ácidos concentrados o diluidos o disoluciones de ácidos. Como ácidos orgánicos pueden usarse disoluciones, por ejemplo, de ácido cítrico o ácido oxálico. Se prefiere el ácido cítrico.

30 Preferentemente, el tamaño del grano o el tamaño de grano medio del adsorbente según la invención deben elegirse de modo que, en el caso de un uso posterior de la arcilla bruta activada o de la tierra decolorante, sea posible una separación total y sencilla de la arcilla del producto refinado. Preferentemente, el tamaño de grano medio de la arcilla bruta pulverizada se elige en un intervalo de 10 a 63 µm. Típicamente, la finura se elige de manera que un tamiz con una luz de malla de 63 µm retenga aproximadamente del 20 al 40% en peso de la mezcla (residuo de tamizado) y un tamiz con una luz de malla de 25 µm retenga aproximadamente del 50 al 65% en peso de la mezcla. Esto puede señalarse como la finura típica de las tierras decolorantes.

35 Como ya se ha explicado, con el procedimiento según la invención pueden ponerse a disposición de manera sencilla y económica adsorbentes y productos de tierras decolorantes cuya actividad adsorbente o decolorante es sorprendentemente alta y, en cierto sentido, superior a la actividad de las tierras decolorantes de alta actividad convencionales.

40 Con el procedimiento descrito anteriormente se obtiene un adsorbente, en particular una tierra decolorante, que puede prepararse de manera económica, ya que, por ejemplo, no se generan residuos que deban desecharse costosamente. Por su alta actividad decolorante, los adsorbentes según la invención permiten reducir considerablemente las cantidades necesarias para el refinado de aceites y grasas, por ejemplo. Como consecuencia, pueden reducirse también considerablemente las pérdidas de los productos de partida, como aceites

y grasas, que permanecen en el adsorbente cuando este se separa.

El adsorbente obtenido con el procedimiento según la invención puede usarse como tierra decolorante. Con preferencia especial, el adsorbente descrito anteriormente puede usarse a este respecto para el refinado de aceites y grasas, en particular para el refinado de aceites vegetales. Además, el adsorbente según la invención puede usarse como desecante o para la adsorción de gases.

La arcilla bruta usada para la preparación del adsorbente según la invención presenta ya de por sí propiedades ventajosas, como la posibilidad de lograr fácilmente una alta actividad con ácido. La superficie específica (superficie BET) y el volumen de poros específico se determinan mediante porosimetría de nitrógeno, según la norma DIN 66131. La superficie específica está preferentemente en el intervalo de 200 a 270 m²/g, en particular preferentemente en el intervalo de 200 a 260 m²/g. El volumen de poros específico es preferentemente de 0,5 a 1,0 ml/g, en particular preferentemente de 0,7 a 1,0 ml/g. La capacidad de intercambio iónico se determina con el procedimiento descrito a continuación en los ejemplos. Preferentemente es superior a 50 meq/100 g y en particular preferentemente en el intervalo de 55 a 75 meq/100 g. Una suspensión del 10% en peso de la arcilla bruta en agua presenta ventajosamente un pH en el intervalo de 5,5 a 8,5, preferentemente de 5,9 a 8,2. El pH se mide con un electrodo de pH.

Como ya se ha indicado, la arcilla bruta presenta una distribución característica de los radios de los poros. Al menos el 40% del volumen de poros lo forman poros con un diámetro superior a 14 nm. Preferentemente, al menos el 50% del volumen de poros, en particular preferentemente al menos el 60% del volumen de poros está formado por poros con un diámetro de al menos 14 nm. El tamaño de los poros o la distribución del tamaño de los poros pueden determinarse mediante porosimetría de nitrógeno según la norma DIN 66131 y evaluación por medio del procedimiento BJH. El volumen total de poros se refiere a poros con un diámetro de 2 a 130 nm. El producto de arcilla se compone de arcilla bruta preferentemente al menos en el 98%, en particular preferentemente en el 100%. Los valores preferidos especialmente de la arcilla bruta o del producto de arcilla en cuanto a porosimetría, volumen de sedimento y contenido de metales lixiviables mediante ácido tartárico se han indicado ya anteriormente.

Además, la invención se refiere a un procedimiento para el refinado de grasas y/o aceites según la reivindicación 9.

Con el producto de tierra decolorante usado en el procedimiento según la invención puede conseguirse una clara disminución del valor de color de Lovibond y simultáneamente una clara reducción del contenido de fósforo y hierro. Por lo tanto, el procedimiento según la invención permite un refinado rápido y sencillo de aceites y grasas.

Normalmente, en el refinado de aceites, los aceites brutos se someten primeramente a un desgomado, para eliminar las gomas del aceite. Para ello se trata el aceite con agua a temperaturas en el intervalo de 70 a 80°C, agitando durante 10 a 20 minutos a presión normal. Después de la separación de las gomas, por ejemplo mediante una centrífuga, tiene lugar un desgomado ácido, en que el aceite previamente desgomado se trata con ácido, en particular ácido fosfórico o ácido cítrico, a temperaturas en el intervalo de 70 a 100°C a presión normal. La separación de las gomas tiene lugar junto con la fase acuosa, por ejemplo por centrifugación. Al final del periodo de tratamiento del desgomado ácido todavía puede añadirse agua, generalmente en cantidades del 1-2% en peso respecto al aceite bruto, para mejorar la eficiencia del desgomado.

En la decoloración puede procederse de manera que primeramente se realiza una decoloración húmeda, en la que el aceite desgomado se mezcla con la tierra decolorante y agua y la mezcla se agita después a la presión atmosférica y a una temperatura entre 80 y 100°C. Después de la decoloración húmeda se reduce la presión, la decoloración se continúa a una presión de aproximadamente 100 hPa y, dado el caso, la temperatura se eleva hasta el valor deseado, por ejemplo una temperatura en el intervalo de 90 a 120°C.

En el procedimiento según la invención, en determinadas condiciones puede omitirse el desgomado así como la decoloración húmeda y comenzar con la decoloración al vacío inmediatamente después de la adición del producto decolorante.

Este refinado racionalizado es adecuado en particular para aceites que presentan un contenido de fósforo, en particular un contenido de fosfolípidos, inferior a 100 ppm, preferentemente inferior a 50 ppm. El contenido de fósforo puede determinarse, por ejemplo, mediante análisis elemental.

El procedimiento de la invención es adecuado en particular para el refinado de aceite de palma.

La invención se explica en más detalle mediante ejemplos, así como con referencia a una figura incluida. Se muestra:

Fig 1: un diagrama de proceso esquemático para el refinado físico de aceites, en particular de aceite de palma.

Un aceite comestible bruto, por ejemplo aceite de palma, se refina por lo general, según el principio del refinado físico, según un procedimiento como se reproduce esquemáticamente en la Fig. 1. En el caso del aceite de palma, el

aceite bruto, que se obtiene por ejemplo mediante el prensado de las semillas correspondientes en un molino de aceite, se somete primeramente a un secado y desgasificado, por ejemplo para eliminar el oxígeno disuelto en el aceite. El aceite bruto se pasa a una etapa de desgomado en la que se separan las gomas, en particular fosfolípidos. El desgomado puede comprender un desgomado previo así como un desgomado ácido. En el desgomado previo se añade agua al aceite bruto y la mezcla se agita a aproximadamente 70 a 80°C a presión normal. A continuación se separa la fase acuosa de lecitina. Después del desgomado previo, el aceite bruto tiene un contenido de fósforo en el intervalo de aproximadamente 100 - 200 ppm. En el desgomado ácido, el aceite desgomado previamente se mezcla con un ácido y se agita a aproximadamente 70 a 100°C a presión normal. Los ácidos adecuados son, por ejemplo, ácido fosfórico y ácido cítrico. Algunas condiciones a modo de ejemplo son una cantidad de ácido del 0,06% en peso de una disolución de ácido fosfórico al 50%, una temperatura de tratamiento de aproximadamente 95°C y una duración del tratamiento de aproximadamente 15 minutos. Al final del desgomado ácido todavía puede añadirse agua, en que la cantidad de agua se elige de aproximadamente el 0,2% en peso, para facilitar la separación de las gomas. A continuación se separa la fase acuosa, por ejemplo mediante una centrifugación. Después del desgomado ácido, el aceite presenta un contenido de fósforo en el intervalo de aproximadamente 10 a 20 ppm. El desgomado es necesario para, en combinación con la decoloración posterior, reducir la proporción de fosfolípidos (gomas) y metales contenidos en el aceite. Si se omite el desgomado, los contenidos de fósforo y hierro en el aceite refinado son demasiado altos, incluso para valores de color de Lovibond rojo y amarillo suficientemente bajos. Dado el caso, después del desgomado, el aceite puede secarse y desgasificarse. Para aceites brutos pobres en fósforo, como por ejemplo el aceite de palma, puede omitirse el desgomado ácido, dado el caso, y realizar directamente la decoloración.

Después del desgomado tiene lugar una decoloración del aceite, en que primeramente se realiza una decoloración húmeda y a continuación una decoloración al vacío. En la decoloración húmeda se mezcla el aceite con agua y la arcilla decolorante, eligiéndose cantidades en el intervalo de aproximadamente el 0,1 al 0,5% en peso de agua y del 0,3 al 2,0% en peso de arcilla decolorante. El aceite se calienta a presión normal a aproximadamente 80 a 100°C y se agita aproximadamente durante 20 minutos. A continuación se aplica vacío (por ejemplo 100 hPa) y el aceite se agita durante 30 minutos más a aproximadamente 90 a 120°C. Después, el aceite se filtra, por ejemplo a través de un embudo de Büchner cubierto con un papel de filtro. La filtración se lleva a cabo a aproximadamente 80°C.

Después de la decoloración, el aceite además se desodoriza. Para ello se hace pasar por el aceite vapor de agua sobrecalentado con una temperatura de salida de aproximadamente 240 a 260°C para eliminar los ácidos grasos libres, así como sustancias productoras de sabores y olores desagradables. La desodorización se realiza en vacío a una presión inferior a 5 hPa, preferentemente de 1 a 3 hPa.

Después del refinado, el aceite presenta un contenido de fósforo inferior a 3 ppm y un contenido de hierro inferior a 0,1 ppm.

En el procedimiento según la invención el refinado del aceite se realiza de la manera descrita anteriormente, pero se usa un producto de arcilla especial como adsorbente o decolorante, en particular para la decoloración. En los aceites que presentan un contenido de fósforo inferior a aproximadamente 80 ppm, preferentemente inferior a 50 ppm, puede omitirse la etapa de desgomado y, dado el caso, después del secado y la desgasificación del aceite bruto, llevar a cabo directamente una decoloración del aceite.

Ejemplos:

La invención se explicará en detalle mediante ejemplos.

Se emplearon los siguientes procedimientos analíticos:

Superficie y volumen de poros:

La superficie específica se determinó en un porosímetro de nitrógeno totalmente automático de la empresa Micromeritics, del tipo ASAP 2010, según la norma DIN 66131. El volumen de poros se determinó aplicando el procedimiento BJH (E- P. Barret, L. G Joyner, P. P. Haienda, J. Am. Chem. Soc. 73 (1951) 373). Los volúmenes de poros de determinados intervalos de tamaños de poros se determinan mediante la suma de los volúmenes de poros incrementales que se obtienen de la evaluación de la isoterma de adsorción según el procedimiento BJH. El volumen total de poros según el procedimiento BJH se refiere a poros con un diámetro de 2 a 130 nm.

Analítica del aceite:

Los valores de color en aceites (valores de color de Lovibond) se determinaron según el procedimiento Cc 13b-45 de la AOCS. La determinación de la clorofila A se realizó según el procedimiento Cc 13d-55 de la AOCS.

5

Contenido de agua:

El contenido de agua de los productos a 105°C se determinó mediante el procedimiento DIN/ISO-787/2.

10 Análisis de silicatos:

Este análisis se basa en la disgregación total de la arcilla bruta o del producto correspondiente. Después de disolver los sólidos se analizan y cuantifican los componentes individuales con los procedimientos de análisis específicos convencionales, como por ejemplo el procedimiento ICP.

15

Capacidad de intercambio iónico:

Para determinar la capacidad de intercambio iónico (CII), la arcilla bruta investigada se secó a 105°C durante un periodo de dos horas. Después, el material seco se puso a reaccionar a reflujo durante una hora con un exceso de una disolución acuosa de NH₄Cl 2N. Después de un tiempo de reposo de 16 horas a temperatura ambiente se realizó una filtración y después la torta de filtrado se lavó y se molió y el contenido de NH₄ en la arcilla bruta se determinó mediante la determinación del nitrógeno (analizador CHN de la empresa Leco) según las instrucciones del fabricante. La cantidad y el tipo de iones metálicos intercambiados se determinaron en el filtrado mediante espectroscopía ICP.

20

25 Difractometría de rayos X:

Las imágenes de rayos X se obtuvieron en un difractómetro de polvo de alta resolución de la empresa Phillips (X'-Pert-MPD (PW 3040)), equipado con un ánodo de Cu.

30

Determinación del volumen de sedimento:

Una probeta graduada de 100 ml se llena con 100 ml de agua destilada o una disolución acuosa de carbonato de sodio al 1% y polifosfato de trisodio al 2%. Una cantidad de 2 g de la sustancia que se mide se añade lentamente con una espátula en porciones de 0,1 a 0,2 g sobre la superficie del agua. Cada porción se añade después de haberse hundido la anterior. Una vez que se han añadido los 2 g de la sustancia y se han hundido hasta el fondo de la probeta se deja que esta repose durante una hora a temperatura ambiente. A continuación se lee en la graduación de la probeta la altura del volumen de sedimento en ml/2g.

35

40 Determinación del aumento de volumen del volumen de sedimento (capacidad de hinchamiento):

La mezcla de muestra usada como se ha descrito anteriormente para la determinación del volumen de sedimento se sella con Parafilm® y se deja reposar sin sacudidas durante tres días a temperatura ambiente. Después se lee el volumen de sedimento en la graduación de la probeta. El aumento del volumen de sedimento resulta de la diferencia del volumen de sedimento al inicio de la medida y después de un tiempo de reposo de tres días.

45

Determinación del residuo de tamizado seco:

Aproximadamente 50 g del mineral que se investiga, seco al aire, se pesan sobre un tamiz con una luz de malla de 45 µm. El tamiz se conecta a un aspirador que aspira a través del tamiz todas las partes que son más finas que el tamiz mediante una ranura de aspiración que da vueltas por debajo del fondo del tamiz. El tamiz se cubre con una tapa de plástico y se enciende el aspirador. Después de cinco minutos se apaga el aspirador y se determina la cantidad de las partes más gruesas retenidas por el tamiz mediante pesada diferencial.

50

55 Pérdida por calcinación:

En un crisol de porcelana con tapa previamente calcinado y tarado se pesa aproximadamente 1 g de la muestra seca con una exactitud de 0,1 mg y se calcina durante dos horas a 1.000°C en un horno de mufla. Después, el crisol se enfría en un desecador y se pesa.

60

Ejemplo 1

Caracterización de la arcilla bruta

65 Una arcilla bruta adecuada para el procedimiento según la invención (Süd-Chemie AG, Moosburg, Alemania, No. de referencia del almacén de arcillas brutas: 05041) se investigó en cuanto a sus propiedades físicas y químicas. Los

resultados obtenidos a este respecto se resumen en las tablas I a III.

Tabla I

Análisis físico y químico de la arcilla bruta		
Superficie específica (BET) (m ² /g)		213
Volumen de poros (ml/g)		0,85
Capacidad de intercambio catiónico (meq/100 g)		54
Volumen de sedimento en agua (ml/2 g)		<10
Análisis de silicatos:		
SiO ₂	(% en peso)	70,9
Fe ₂ O ₃	(% en peso)	2,7
Al ₂ O ₃	(% en peso)	9,6
CaO	(% en peso)	1,4
MgO	(% en peso)	4,3
Na ₂ O	(% en peso)	0,36
K ₂ O	(% en peso)	1,3
TiO ₂	(% en peso)	0,20
Pérdida por calcinación (2 h a 1.000°C)		7,7
Superficie específica (BET) (m ² /g)		213
Volumen de poros (ml/g)		0,85
Capacidad de intercambio catiónico (meq/100g)		54
Volumen de sedimento en agua (ml/2g)		<10
Suma	(% en peso)	98,46

5 Lixiviación de metales en ácido tartárico

Una cantidad de 2,5 g del material de arcilla caracterizado en la tabla I (seco al aire) se pesa en un matraz aforado de 250 ml y este se rellena hasta la marca de calibración con una disolución de ácido tartárico al 1%. El matraz se deja reposar durante 24 horas a temperatura ambiente y después se filtra su contenido a través de un filtro plegado.

10 En el filtrado se determinan los valores indicados en la tabla II por medio de EAA. Como comparación se incluyen también los valores límite según la ley alemana del vino.

Tabla II

Lixiviación de metales en ácido tartárico		
	en ácido tartárico	
As (ppm)	<1	
Pb (ppm)	3	
Cd (ppm)	0,1	
Hg (ppm)	<0,1	
Ca (%)	0,92	
Fe (%)	0,07	
Mg (%)	0,22	
Na (%)	0,04	

15 Los datos muestran una lixiviación de metales del material de arcilla muy baja. En particular, el material de arcilla contiene solo pequeñas cantidades de metales pesados lixiviables.

Además, el material de arcilla caracterizado en la tabla I se investigó en cuanto a la proporción del volumen de poros formado por poros con determinados radios. Los datos correspondientes se resumen en las tablas IIIa a IIIc.

Tabla IIIa

Proporción relativa de poros respecto al volumen de poros					
Intervalo	0-75 Å	0-140 Å	0-250 Å	0-800 Å	>800 Å
Proporción (%)	10,3	19,3	34,1	78,0	22,0

Tabla IIIb

Proporción relativa de poros respecto al volumen de poros					
Intervalo	0-75 Å	75-140 Å	140-250 Å	250-800 Å	>800 Å
Proporción (%)	10,3	9,0	14,8	43,9	22,0

5

Tabla IIIc

Proporción relativa de poros respecto al volumen de poros						
Intervalo	0-75 Å	75-800 Å	>75 Å	>140 Å	>250 Å	>800 Å
Proporción (%)	10,3	67,7	89,7	80,7	65,9	22,0

Ejemplo 210 Activación de la arcilla bruta con ácido sulfúrico

La arcilla bruta caracterizada en el ejemplo 1 se mezcló con agua y a continuación se activó con el 3% en peso de H₂SO₄. Para ello se mezclaron íntimamente 100 g de polvo desecado hasta un contenido de H₂O del 9,3% con 208 g de agua y 2,83 g de H₂SO₄ (al 96%) en un recipiente de vidrio. La mezcla resultante se secó a 110°C hasta un contenido de agua del 9,4% y a continuación se molió a una finura típica de tierras decolorantes (residuo de tamizado seco sobre un tamiz de 63 µm: del 20 al 40% en peso; residuo de tamizado seco sobre un tamiz de 25 µm: del 50 al 65% en peso).

15

Ejemplo de comparación 1

20

Activación con ácido sulfúrico de atapulgita/bentonita ácida para la preparación de una tierra decolorante según el documento US-A-5.008.226

Una mezcla ácida de origen natural de atapulgita y bentonita de la región de Georgia (EE. UU.) se secó inicialmente hasta un contenido de H₂O del 15 al 20% en peso, se molió mediante un molino de martillos rotativo y a continuación se secó hasta un contenido de agua del 8% en peso. Una cantidad de 100 g del polvo resultante se mezcló íntimamente con 309 g de agua y 2,88 g de H₂SO₄ (al 96%) en un recipiente de vidrio. La mezcla obtenida se secó a 110°C hasta un contenido de agua del 9% en peso y a continuación se molió a una finura típica de tierras decolorantes. (Residuo de tamizado seco sobre un tamiz de 63 µm: del 20 al 40% en peso; residuo de tamizado seco sobre un tamiz de 25 µm: del 50 al 65% en peso).

25

30

Ejemplo de comparación 2Tierras decolorantes de referencia según el estado de la técnica

35

Como referencia para las tierras decolorantes de alta actividad (HPBE) preparadas por desaluminación con ácido se eligieron las tierras decolorantes disponibles comercialmente Tonsil Optimum 210 FF y Tonsil Supreme 110 FF (empresa Süd-Chemie AG). Ambos productos se preparan por desaluminación de arcillas montmorilloníticas con ácido clorhídrico.

40

Como ejemplo de tierras decolorantes de superficie activada (SMBE) convencionales se usó el producto comercial Supreme Pro Active de la empresa Oil-Dri.

Ejemplo 3

45

Decoloración de aceites de colza y soja

Un aceite de colza o de soja desgomado y desacidificado se decoloró, respectivamente, con el 0,30 o el 0,73% en peso de tierra decolorante a 110°C durante 30 minutos a una presión de 30 hPa. A continuación, la tierra decolorante se filtró y se determinaron los valores de color del aceite mediante el método de Lovibond en una cubeta de 5¼ pulgadas ("). Una parte de este aceite se desodorizó adicionalmente mediante un tratamiento con vapor de agua (30 minutos, 240°C, < 1 hPa). El aceite obtenido aquí también se analizó por medio del método de Lovibond. Las tablas IV y V reproducen los resultados de la decoloración.

50

Tabla IV

Decoloración de aceite de colza				
Muestra	Decoloración		Desodorización	
	VC rojo (5¼ ")	Clorofila A (ppm)	VC rojo (5¼ ")	Clorofila A (ppm)
Tonsil Supreme 110F	1,7	0,03	0,7	0,02
Tonsil Optimum 210 FF	2,6	0,09	1,0	0,9
Tonsil Standard 3141 FF	3,6	0,18	1,2	0,17
OD Supreme Pro-Active	3,2	0,14	1,3	0,15
Ejemplo de comparación 1	3,4	0,13	1,3	0,16
Ejemplo 2	2,2	0,02	0,55	0,01

Tabla V

Decoloración de aceite de soja				
Muestra	Decoloración		Desodorización	
	VC rojo (5¼ ")	Clorofila A (ppm)	VC rojo (5¼ ")	Clorofila A (ppm)
Tonsil Supreme 110F	2,7	0,07	0,9	0,06
Tonsil Optimum 210 FF	3,6	0,11	1,0	0,10
Tonsil Standard 3141 FF	6,3	0,19	1,1	0,15
OD Supreme Pro-Active	4,5	0,15	1,2	0,16
Ejemplo de comparación 1	4,6	0,22	1,3	0,20
Ejemplo 2	4,5	0,08	0,7	0,08

- 5 Tal como muestran claramente las tablas IV y V, con la tierra decolorante según la invención del ejemplo 2 se consigue una decoloración del aceite extraordinariamente buena (valor de color rojo y clorofila A). Los valores después de la desodorización son en este caso de especial importancia, ya que, en la práctica, casi todos los aceites se desodorizan después de la decoloración. El rendimiento de purificación de las tierras decolorantes según la invención es del mismo orden o mejor que el de las tierras decolorantes de alta actividad y claramente superior a los resultados de las tierras decolorantes de superficie activada según el estado de la técnica.

Ejemplo 4

Decoloración de aceite de palma

- 15 Para la realización de los ensayos de refinado se usaron dos aceites de palma diferentes, cuyas propiedades se resumen en la tabla VI.

Tabla VI

Propiedades de los aceites de palma brutos			
		Aceite de palma A	Aceite de palma B
Valor de color de Lovibond rojo	¼ "	19,1	15,7
Valor de color de Lovibond amarillo	¼ "	> 70	> 70
Fósforo	ppm	11	13
Hierro	ppm	3,6	4,7

- 20 Los aceites de palma brutos se refinaron de las formas siguientes:

a) Refinado del aceite de palma A, con desgomado:

- 25 Para el refinado del aceite de palma A, el aceite de palma bruto seco y desgasificado se mezcló primeramente con el 0,06% en peso de H₃PO₄ (al 50%) y la mezcla se agitó durante 15 minutos a 95°C a presión atmosférica. A continuación se añadió el 0,2% de H₂O y se continuó la agitación durante 10 minutos a presión atmosférica. Después del desgomado, el aceite se mezcló con el 2% en peso de cada una de las tierras decolorantes indicadas en la tabla V. La mezcla se agitó primeramente a presión atmosférica durante 20 minutos a 95°C y después la presión se redujo a 100 hPa y la mezcla se agitó durante 30 minutos más a 95°C. Después de la decoloración, el aceite se filtró a 80°C mediante un embudo de Büchner cubierto por un papel de filtro.

30 La desodorización del aceite decolorado se realizó haciendo pasar a través del aceite a una presión inferior a 1 hPa, primeramente, vapor de agua sobrecalentado (temperatura de salida: 270°C) durante 30 minutos y, después, vapor

de agua sobrecalentado (temperatura de salida: 240°C) durante 60 minutos más. El aceite refinado se caracterizó a continuación. Los valores se indican asimismo en la tabla VII.

b) Refinado del aceite de palma A, sin desgomado:

Para el refinado, el aceite de palma seco y desgasificado se mezcló directamente con el 2,0% en peso de cada una de las tierras decolorantes indicadas en la tabla VII y la mezcla se agitó a una presión de 100 hPa y una temperatura de 95°C durante 30 minutos. Después, la mezcla se filtró y desodorizó según se indica en a). Los valores obtenidos para el aceite refinado se indican asimismo en la tabla VII.

c) Refinado del aceite de palma B, con desgomado:

El aceite de palma B se desgomó primeramente según se indica en a) y a continuación se mezcló para la decoloración con el 1,35% en peso de cada una de las tierras decolorantes indicadas en la tabla VII. La mezcla se agitó primeramente a 95°C durante 20 minutos a presión atmosférica. Después se elevó la temperatura a 115°C y la mezcla se agitó a una presión de 100 hPa durante 25 minutos más. La mezcla se filtró a 80°C a través de un embudo de Büchner cubierto con un papel de filtro. La desodorización del aceite decolorado se realizó haciendo pasar primeramente a través del aceite vapor de agua con una temperatura de salida de 270°C durante 30 minutos y tratando después el aceite a una presión inferior a 1 hPa con vapor de agua sobrecalentado con una temperatura de salida de 240°C durante 60 minutos más. El aceite refinado se caracterizó a continuación. Los valores se indican asimismo en la tabla VII.

d) Refinado del aceite de palma B, sin desgomado:

El aceite de palma B seco y desgasificado se mezcló directamente con el 1,35% en peso de la tierra decolorante y la mezcla se agitó a 115°C durante 25 minutos a 100 hPa. Después de finalizar el tratamiento el aceite se filtró a 80°C a través de un embudo de Büchner cubierto con un papel de filtro. Para la desodorización, primeramente se hizo pasar a través del aceite vapor de agua sobrecalentado con una temperatura de salida de 270°C durante 30 minutos. Después se continuó la desodorización haciendo pasar vapor de agua sobrecalentado con una temperatura de salida de 240°C a una presión inferior a 1 hPa durante 60 minutos más. Los datos de los aceites de palma refinados se indican en la tabla VII.

Tabla VII

Refinado de aceite de palma									
Aceite de palma	Tierra decolorante		D/H	Valores de color de Lovibond (PFX 995)				P ppm	Fe ppm
	Tipo	Dosis (%)		Decoloración (½")		Refinado total (5¼")			
				rojo	amarillo	rojo	amarillo		
A	Supreme 190 FF	2,00	sí	9,6	70+	2,2	28	<0,8	<0,1
		"	--	9,5	70+	1,9	23	0,9	0,2
	Optimum 215 FF	2,00	sí	8,9	70+	2,3	35	<0,8	<0,1
		"	--	8,3	70+	2,0	26	1,0	0,2
	Ejemplo 2	2,00	sí	16,5	70+	2,7	46	<0,8	<0,1
		"	--	12,9	70+	2,3	35	<0,8	<0,1
Standard 310 FF	2,00	sí	13,5	70+	2,8	46	0,9	<0,1	
	"	--	10,5	70+	2,6	31	2,8	0,8	
B	Optimum 215 FF	1,35	sí	7,6	70+	2,4	32	<0,8	<0,1
		"	--	8,3	70+	2,3	29	3,2	0,7
	Ejemplo 2	1,35	sí	16,1	70+	2,6	39	<0,8	<0,1
		"	--	13,4	70+	2,4	34	<0,8	<0,1
		1,00	--	15,7	70+	2,6	39	<0,8	<0,1

D/H: desgomado/decoloración húmeda
Tonsil Supreme 190FF, Optimum 215 FF y Standard 310 FF son productos de Süd-Chemie AG, Múnich

Sorprendentemente, si se omite el desgomado, para todas las tierras decolorantes se obtienen valores de color de Lovibond después de la desodorización más bajos incluso que con desgomado. Sin embargo, con excepción de los ejemplos en los que se empleó la tierra decolorante del ejemplo 2, se encontraron valores demasiado altos para el contenido de fósforo y hierro del aceite. En los aceites decolorados con la tierra decolorante del ejemplo 2 se encuentran valores de hierro y fósforo que quedan por debajo del límite de detección respectivo de 0,8 ó 0,1 ppm, tanto con o sin desgomado/decoloración húmeda. En el caso del aceite de palma "B" pudo demostrarse que es posible lograr un buen resultado de refinado incluso para una dosis baja del 1,0% en peso.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la preparación de un adsorbente, en particular un producto de tierra decolorante, en el que una arcilla bruta
- con una superficie específica de 200 a 280 m²/g,
 - una capacidad de intercambio iónico superior a 40 meq/100g, y
 - un volumen de poros de 0,7 a 1,0 ml/g, en que al menos el 40% del volumen de poros está formado por poros que presentan un diámetro de poro de al menos 14 nm y como máximo el 25% del volumen de poros está formado por poros que presentan un diámetro inferior a 7,5 nm;
 - y que presenta un contenido de Al₂O₃ inferior al 11% en peso respecto a la arcilla bruta anhidra, así como un contenido de SiO₂ superior al 65% en peso respecto a la arcilla bruta anhidra, se somete a una activación.
- 10
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en que la arcilla bruta presenta una proporción de los metales pesados As, Pb, Cd y Hg lixiviable mediante ácido tartárico inferior a 25 ppm.
- 20 3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, en que la proporción de Arsénico lixiviable mediante ácido tartárico es inferior a 1,5 ppm y/o la proporción de plomo lixiviable mediante ácido tartárico es inferior a 5 ppm y/o la proporción de cadmio lixiviable mediante ácido tartárico es inferior a 0,5 ppm y/o la proporción de mercurio lixiviable mediante ácido tartárico es inferior a 0,2 ppm.
- 25 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, en que el volumen de sedimento de la arcilla bruta en agua es inferior a 10 ml/2g.
- 30 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, en que la arcilla bruta se pone en contacto con un ácido para la activación de su superficie.
- 35 6. Procedimiento según la reivindicación 5, en que el ácido se pone en contacto con la arcilla bruta como disolución acuosa.
7. Procedimiento según la reivindicación 5 ó 6, en que el ácido es un ácido mineral.
8. Procedimiento según la reivindicación 7, en que el ácido mineral es ácido sulfúrico o ácido fosfórico.
- 40 9. Procedimiento para el refinado de grasas y/o aceites, en que
- se pone a disposición un aceite bruto obtenido de un material vegetal o animal;
 - el aceite bruto se somete a una decoloración en la que se trata con un producto decolorante que contiene una arcilla bruta que presenta
- una superficie específica de 200 a 280 m²/g;
 - una capacidad de intercambio iónico superior a 40 meq/100g y
 - un volumen de poros de 0,7 a 1,0 ml/g, en que al menos el 40% del volumen de poros está formado por poros que presentan un diámetro de poro de al menos 14 nm y como máximo el 25% del volumen de poros está formado por poros que presentan un diámetro inferior a 7,5 nm;
 - en que la arcilla bruta presenta un contenido de Al₂O₃ inferior al 11% en peso respecto a la arcilla bruta anhidra, así como un contenido de SiO₂ superior al 65% en peso respecto a la arcilla bruta anhidra y
- 45
- el aceite decolorado se separa del producto de tierra decolorante.
- 50
- 55 10. Procedimiento según la reivindicación 9, en que el aceite bruto presenta un contenido de fósforo, calculado como P, inferior a 100 ppm.
- 60 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 9 ó 10, en que el aceite bruto se somete a un desgomado.
12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 9 a 11, en que el producto de tierra decolorante se obtiene por activación de la arcilla bruta con ácido, para lo cual la arcilla bruta se pone en contacto con un ácido para la activación de su superficie.

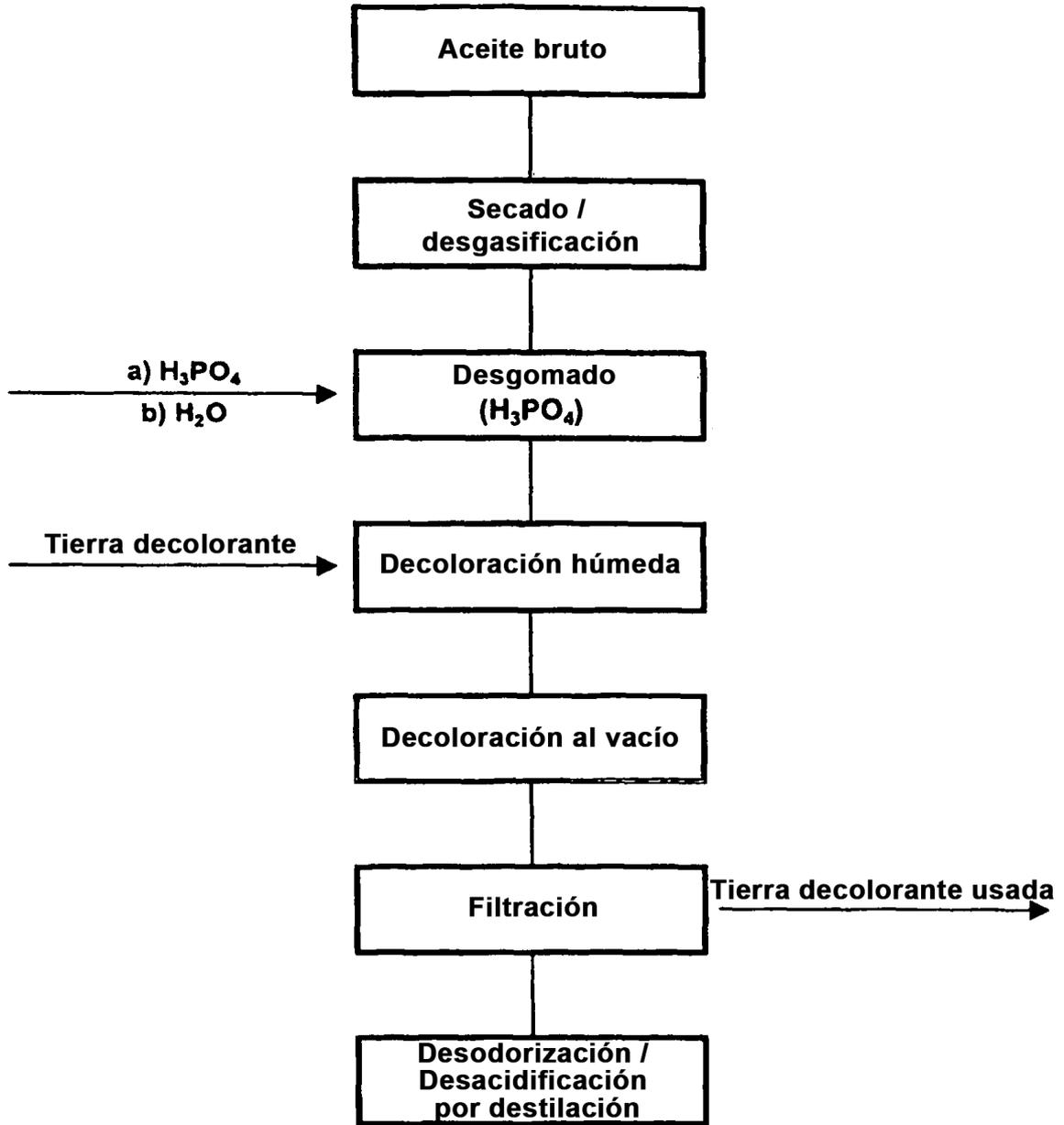


Fig. 1