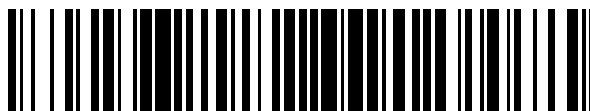


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 444 891**

51 Int. Cl.:

B01J 20/28 (2006.01)

B01J 20/12 (2006.01)

C11C 1/08 (2006.01)

C11B 3/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.11.2007 E 07819665 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.11.2013 EP 2099561**

54 Título: **Método para la producción de un adsorbente amorfo y su uso para la decoloración de grasas y/o aceites**

30 Prioridad:

07.11.2006 EP 06023142

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

27.02.2014

73 Titular/es:

**SÜD-CHEMIE IP GMBH & CO. KG (100.0%)
Lenbachplatz 6
80333 München, DE**

72 Inventor/es:

**ORTIZ NIEMBRO, JOSÉ ANTONIO;
SOLIS SANTAMARIA, GERMÁN;
THOMASSINY VILLAUURUTIA, ERIK y
RUF, FRIEDRICH**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 444 891 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

Método para la producción de un adsorbente amorfo y su uso para la decoloración de grasas y/o aceites

- 5 La invención se refiere a un método para la producción de un adsorbente, en particular una tierra decolorante, a un adsorbente obtenido mediante dicho método, y a un método para la decoloración de grasas y/o aceites.

10 En la producción industrial de aceites y grasas comestibles y no comestibles se utilizan las denominadas tierras decolorantes para retirar los pigmentos coloreados así como los pigmentos incoloros de los aceites y grasas en bruto. Mediante este proceso de purificación adsorptivo se puede mejorar sustancialmente el sabor, el color y también la estabilidad de los aceites y grasas. Para la purificación se pueden utilizar diferentes tipos de tierras decolorantes. Un primer grupo está formado por las denominadas tierras decolorantes de alto rendimiento (HPBE). Las HPBE se producen por lixiviación de arcillas de bentonita con ácidos minerales fuertes a una temperatura próxima a la temperatura de ebullición del ácido. Para obtener tierras decolorantes de alto rendimiento normalmente se utiliza del 60 al 90 % en peso aproximadamente del ácido concentrado basado en el material de arcilla de partida seco. Durante la lixiviación los iones de aluminio, junto con otros iones metálicos, se retiran de la estructura de la arcilla y se disuelven en el ácido. Después de la lixiviación, las sales formadas durante la activación y el ácido se deben separar de la arcilla producto mediante filtración y el ácido residual se debe retirar de la arcilla mediante el lavado suficiente con agua. Si se dejan niveles elevados de ácido residual en la arcilla, la calidad del aceite decolorado se ve perjudicada. Niveles elevados de ácido residual generan ácidos grasos libres no deseables a partir de los triglicéridos de ácidos grasos en el aceite. Durante la lixiviación de la arcilla con ácido se produce un líquido de desecho que contiene sales de los iones lixiviados procedentes de la arcilla así como ácido residual. Dicho líquido de desecho se debe neutralizar para su deposición o se puede utilizar en un proceso posterior, por ejemplo, el tratamiento de aguas residuales.

25 El documento WO 2004/105936 desvela un método para el reprocesamiento de una suspensión ácida que se obtiene en la producción de HPBE. La suspensión se mezcla con una solución de silicato alcalino de forma que el pH de la mezcla se ajusta por encima de 4. El precipitado formado se separa de la fase líquida, y opcionalmente se lava, se seca y se muele. El precipitado comprende el 79,5 % en peso aproximadamente de SiO₂ y el 6,1 % en peso aproximadamente de Al₂O₃. Tiene un volumen de poro de 0,685 ml/g aproximadamente y una superficie específica de 370 m²/g aproximadamente.

35 Otro grupo de tierras decolorantes son las arcillas de origen natural que básicamente sólo requieren el secado para su activación. Dichas arcillas decolorantes activas naturalmente (NABE) se utilizan desde hace varios cientos de años. Se pueden producir a un coste relativamente bajo pero presentan la desventaja de que tienen una actividad decolorante comparativamente baja. Por tanto, en comparación con las HPBE, se deben utilizar mayores cantidades de tierras decolorantes y, por tanto, se deben tolerar mayores pérdidas del aceite que permanece en la tierra decolorante utilizada. Las arcillas de origen natural que tienen actividad decolorante son ricas en los minerales atapulgita o sepiolita, que también se clasifican como arcillas de paligorskita.

40 Un tercer grupo de tierras decolorantes son las denominadas tierras decolorantes de superficie modificada (SMBE) que se obtienen mediante la deposición de una pequeña cantidad de ácido sobre una tierra decolorante activa naturalmente. La activación de la arcilla se puede llevar a cabo mediante pulverización de una solución de un ácido sobre la arcilla seguido de secado, o por molienda de la arcilla junto con un ácido sólido, por ejemplo, ácido cítrico. Mediante la deposición del ácido sobre la arcilla se consigue una "activación *in situ*". Después de la activación no es necesario el lavado de la arcilla con agua y, por tanto, las SMBE se pueden producir a un coste razonable. La actividad decolorante de las SMBE es superior a la de las NABE pero normalmente no alcanza la actividad de las HPBE. Las SMBE se producen a partir de arcillas que contienen atapulgita u hormita. Estas arcillas tienen una superficie específica bastante elevada de 100 a 180 m²/g aproximadamente y un volumen de poro total del 0,2 a 0,35 ml/g aproximadamente. No obstante, durante la activación con el ácido, las sales formadas sobre la superficie de la arcilla así como el ácido residual permanecen sobre el producto de arcilla y se pueden depositar en los poros de la arcilla de forma que el volumen de poro y la superficie específica se reduce en comparación con la arcilla de partida.

55 El documento de Estados Unidos 5.008.226 desvela un proceso para la preparación de tierras decolorantes activadas por ácido a partir de ciertas mezclas de origen natural de bentonita cálcica y arcilla de atapulgita. El proceso supone el tratamiento de dicha arcilla con bajos niveles de un ácido activante que se mezcla con la arcilla seca y molida, o la pulverización en seco de suspensiones que contienen la mezcla de arcilla-ácido. La arcilla tiene un volumen de poro de 0,25 a 0,50 ml/g aproximadamente y una superficie específica de 100 a 150 m²/g. El mineral utilizado como arcilla de partida comprende del 71 al 75 % en peso de SiO₂ y del 11 al 16 % en peso de Al₂O₃. El mineral de atapulgita/bentonita se trata a una temperatura de 25 a 100 °C aproximadamente con el 1 al 10 % en peso de ácido. El producto activado por ácidos se puede utilizar inmediatamente después del secado sin necesidad de una etapa de lavado intermedia.

65 El documento de Estados Unidos 5.869.415 desvela un proceso para la activación de silicatos estratificados que tienen una capacidad de intercambio iónico (IEC) de al menos 25 meq/100 g al tratarlos con un ácido. El silicato

estratificado se activa con el 1 al 10 % en peso aproximadamente (basado en el silicato estratificado seco) de un ácido a una temperatura no superior a 80 °C. El silicato estratificado activado se calcina a temperaturas de 200 a 400 °C aproximadamente y se tritura, si se desea. Los silicatos estratificados tienen una superficie específica de 130 a 170 m²/g aproximadamente, un volumen de poro de 0,27 a 0,35 ml/g aproximadamente y una capacidad de intercambio iónico de 38 a 68 meq/100 g.

El documento WO 99/02256 desvela un método para la preparación de un arcilla decolorante en la que una arcilla que tiene un nivel de humedad no superior al 45 % en peso aproximadamente se trata con una solución ácida acuosa para proporcionar una arcilla acidificada que tiene un contenido de ácido en el intervalo del 1 al 5 % en peso aproximadamente, basado en el peso seco de la arcilla. La arcilla se muele hasta un tamaño de partícula medio en el intervalo de 25 a 45 µm aproximadamente y a continuación se seca hasta un nivel de humedad no superior al 13 % en peso aproximadamente. Como material de partida se utiliza una arcilla de paligorskita-esmectita.

Hasta la fecha se han utilizado silicatos estratificados, en particular esmectitas y paligorskitas, como material de partida para la preparación de tierras decolorantes activadas por ácido. Estas arcillas tienen una superficie específica de 100 a 180 m²/g aproximadamente, un volumen de poro de 0,25 a 0,50 ml/g y una capacidad de intercambio iónico de 40 a 70 meq/100 g aproximadamente. Recientemente se han descrito materiales de arcilla adecuados para la decoloración de aceites y grasas que tienen una estructura amorfa y por tanto no se pueden designar como arcillas de esmectita o de paligorskita. Dichos materiales tienen una superficie específica elevada y un volumen de poro elevado y son ricos en SiO₂. Estos materiales de tipo arcilloso se pueden encontrar en la naturaleza. Tiene una estructura completamente diferente cuando se comparan con las arcillas utilizadas hasta la fecha como tierras decolorantes o para la preparación de tierras decolorantes activadas por ácido.

En el documento DE 103 56 894 A1 se describe una arcilla de gran superficie que se puede utilizar para la producción de tierras decolorantes.

El documento WO 2006/131136 desvela un adsorbente que contiene un material de arcilla que tiene una superficie específica superior a 200 m²/g, una capacidad de intercambio iónico superior a 40 meq/100 g, y un volumen de poro determinado mediante porosimetría de nitrógeno superior a 0,5 ml/g, en el que al menos el 40 % del volumen de poro está proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro de al menos 14 nm y como máximo el 25 % del volumen de poros está proporcionado por poros que tienen un diámetro inferior a 7,5 nm. El material de arcilla es amorfo según sus datos XRD y comprende una gran cantidad de SiO₂ de manera que parece que el material de arcilla comprende una red formada de SiO₂ amorfo en la que están dispuestas pequeñas plaquetas de arcilla. La tierra decolorante es adecuada en particular para la decoloración de aceites que contienen bajas cantidades de fosfolípidos, por ejemplo, aceite de palma.

Esta nueva clase de tierras decolorantes proporciona la ventaja de tener una alta actividad decolorante que se puede potenciar adicionalmente mediante el tratamiento superficial con ácido, por ejemplo, al pulverizar una solución acuosa de un ácido sobre el material de arcilla. Debido a su elevada actividad decolorante sólo es necesario añadir al aceite a purificar pequeñas cantidades de tierra decolorante para obtener el grado de purificación deseado. Aparte de la alta eficacia decolorante, una tierra decolorante adecuada para su aplicación a gran escala también debe proporcionar una alta eficacia de filtración y una alta eficacia de retención de aceites. Una alta eficacia de filtración es importante para permitir la filtración del aceite después de la decoloración en un período de tiempo razonable. Una alta eficacia de retención del aceite es importante para minimizar las pérdidas del aceite que permanece en la tierra decolorante utilizada. Para obtener una tierra decolorante óptima se deben satisfacer estos tres requisitos previos. La eficacia de la actividad decolorante, la eficacia de filtración y la eficacia de retención del aceite se pueden combinar en una eficacia total para permitir la evaluación de una tierra decolorante. Una tierra decolorante adecuada para la decoloración de aceites a gran escala debe proporcionar, por tanto, una alta eficacia total.

Por tanto es un objetivo de la invención proporcionar un método para la obtención de una tierra decolorante que tenga una alta eficacia total.

Este objeto se consigue mediante un método de acuerdo con la reivindicación 1. Las realizaciones preferidas se definen en las reivindicaciones anexas.

De forma sorprendente, se ha comprobado que al seleccionar cuidadosamente el material de partida, se puede producir una tierra decolorante que tenga una alta actividad decolorante, una alta eficacia de filtración y una alta eficacia de retención del aceite y por tanto una alta eficacia total. La tierra decolorante de acuerdo con la invención se puede utilizar en bajas cantidades para conseguir la purificación deseada de un aceite en bruto en un corto período de tiempo y bajas pérdidas.

Para permitir una estimación de la eficacia total se deben ponderar la eficacia de la actividad decolorante, la eficacia de filtración y la eficacia de retención del aceite. La eficacia de la actividad decolorante es la más importante para la utilización de una tierra decolorante que permita una decoloración rápida con pequeñas cantidades de tierra decolorante. La eficacia de la actividad decolorante se puede obtener al medir la intensidad del color rojo después de la decoloración y desodorización de un aceite. El método detallado para la obtención de la eficacia de la actividad

decolorante se describe en la parte experimental de la descripción. La eficacia de la actividad decolorante supone el 60 % de la eficacia total.

5 La eficacia de la velocidad de filtración se determina midiendo el tiempo necesario para una cantidad dada de un aceite determinado para atravesar un relleno de filtro definido. Una velocidad de filtración de 45 segundos se define como una eficacia de la velocidad de filtración del 100 %. La eficacia de la velocidad de filtración supone el 20 % de la eficacia total.

10 La eficacia de retención del aceite se determina midiendo la cantidad de aceite retenido en la tierra decolorante después de su utilización. Una retención del aceite del 35 % en peso se considera una eficacia del 100 %. La eficacia de retención del aceite supone el 20 % de la eficacia total. Los métodos para determinar la eficacia de la velocidad de filtración y la eficacia de retención de aceite se presentan en la parte experimental de la solicitud.

15 El adsorbente obtenido con el método de acuerdo con la invención tiene una gran cantidad de microporos con un diámetro inferior a 250 Å, que los inventores creen que es eficaz en la adsorción de impurezas coloreadas, por ejemplo, clorofila. El adsorbente además tiene una baja cantidad de poros que tienen un diámetro de > 800 Å y menos del 15 % del volumen de poro total está formado por poros que tienen un diámetro de > 800 Å. Dichos poros más grandes adsorben el aceite y, puesto que el adsorbente tiene una baja proporción de poros grandes, presenta una baja retención del aceite. Los inventores además asumen que un efecto adicional provocado por la baja
20 proporción de poros más grandes es la mejor eficacia de filtración. Se cree que los poros grandes son "bloqueados" por el aceite en bruto que atraviesa un filtro formado por el adsorbente y por tanto produce un descenso en la velocidad de filtración. Debido a la baja proporción de poros más grandes, el adsorbente obtenido mediante el método de acuerdo con la invención tiene por tanto una mejor velocidad de filtración. En resumen, al seleccionar cuidadosamente la relación de los volúmenes de poros formados de poros que tienen un diámetro definido, se
25 puede obtener un adsorbente que tenga una alta eficacia total.

De acuerdo con un primer aspecto de invención, por tanto, se proporciona un método para la producción de un adsorbente, en particular una tierra decolorante, en el que un material de arcilla que tiene:

- 30 - una superficie específica de 180 a 300 m²/g;
 - un volumen de poro total del 0,5 a 0,7 ml/g;
 - en el que al menos el 60 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro de al menos 140 Å, al menos el 40 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro inferior a 250 Å, al menos el 15 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que
 35 tienen un diámetro de 140 a 250 Å y menos del 20 % del volumen de poro total está formado por poros que tienen un diámetro de > 800 Å; y
 - dicho material de arcilla que tiene una estructura amorfa de acuerdo con los datos de XRD;

40 se activa mediante un procedimiento de activación, en el que la arcilla se activa al poner en contacto el material de arcilla con un ácido.

45 El material de arcilla utilizado como material de partida en el método de acuerdo con la invención puede ser un material sintético. No obstante, preferentemente se utiliza un material de arcilla obtenido de una fuente natural. A diferencia de los minerales utilizados hasta la fecha para la preparación de tierras decolorantes, que son silicatos estratificados, se utiliza un material amorfo que no muestra reflejos pronunciados en un patrón de difracción de rayos X. El material de arcilla debe tener una superficie específica elevada y un volumen de poro total grande. Los inventores creen que la distribución del volumen de poro dentro de los poros de diferente tamaño es esencial para una alta actividad decolorante. En particular, si se activa con un ácido, se cree que una pequeña cantidad de ácido queda retenida en algunos de los poros de un tamaño determinado y, por tanto, mejora la actividad decolorante sin
50 provocar la escisión de los glicéridos de ácidos grasos.

55 El material de arcilla comprende una gran cantidad de SiO₂ superior al 60 % en peso, en particular preferentemente superior al 65 % en peso y lo más preferentemente superior a 70 % en peso. El material de arcilla contiene menos del 75 % en peso de SiO₂. Por tanto se cree que el material de arcilla comprende una matriz reticular formada de SiO₂ amorfo en la que se insertan pequeñas partículas de arcilla que, por tanto, pueden proporcionar una alta actividad decolorante.

60 Como se ha descrito anteriormente, los inventores creen que el material de arcilla comprende una red de SiO₂ de tipo matriz, en la que se introducen pequeñas plaquetas de arcilla. Por tanto, el material de arcilla tiene un bajo contenido de aluminio que forma un componente de las partículas de arcilla. El material de arcilla contiene aluminio, calculado en forma de Al₂O₃, en una cantidad inferior al 12 % en peso, en particular preferentemente inferior al 11 % en peso y lo más preferentemente inferior al 10 % en peso. El material de arcilla contiene aluminio, calculado en forma de Al₂O₃, en una cantidad superior al 2 % en peso, más preferentemente superior al 4 % en peso, en particular preferentemente superior al 6 % en peso y lo más preferentemente superior al 8 % en peso.

65

ES 2 444 891 T3

Además, el material de arcilla preferentemente contiene calcio, calculado en forma de CaO, en una cantidad inferior al 5 % en peso, más preferentemente inferior al 4 % en peso, en particular preferentemente inferior al 3 % en peso.

5 De acuerdo con una realización adicional, el material de arcilla contiene magnesio, calculado en forma de MgO, preferentemente en una cantidad inferior al 5 % en peso, más preferentemente inferior al 4 % en peso, en particular preferentemente inferior al 3 % en peso.

10 De acuerdo con una realización adicional, el material de arcilla contiene hierro, calculado en forma de Fe₂O₃, preferentemente en una cantidad inferior al 5 % en peso, más preferentemente inferior al 4 % en peso, en particular preferentemente inferior al 3 % en peso.

El material de arcilla tiene una superficie específica elevada de 180 a 300 m²/g, preferentemente de 185 a 250 m²/g, en particular preferentemente de 190 a 230 m²/g como se determina mediante el método de BET.

15 El material de arcilla además está caracterizado por un volumen de poro total grande de 0,5 a 0,7 ml/l, preferentemente de 0,55 a 0,65 ml/l. Se cree que el volumen de poro grande total permite un rápido acceso del aceite a las pequeñas partículas de arcilla y, por tanto, una decoloración eficiente del aceite en bruto.

20 Para obtener una alta actividad decolorante, en particular en estado activado, es importante que al menos el 60 %, preferentemente del 65 al 70 % del volumen de poro total esté proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro de al menos 140 Å, al menos el 40 %, preferentemente al menos el 50 %, en particular preferentemente del 55 al 60 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro inferior a 250 Å y al menos el 15 %, preferentemente al menos el 20 %, en particular preferentemente del 21 al 25 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro de 140 a 250 Å. Menos del 20 % del volumen de poro total, preferentemente menos del 15 %, en particular preferentemente el 10-14 % del volumen de poro total está formado por poros que tienen un diámetro de > 800 Å.

30 De acuerdo con una realización preferida, al menos el 20 %, preferentemente al menos el 25 %, en particular preferentemente al menos el 30 %, y lo más preferentemente del 33 al 40 % del volumen de poro total del material de arcilla está proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro inferior a 140 Å.

35 De acuerdo con una realización adicional preferentemente al menos el 10 %, en particular preferentemente al menos el 13 %, lo más preferentemente del 15 al 20 % del volumen de poro total del material de arcilla está proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro de 75 a 140 Å.

En una realización adicional preferentemente menos del 40 %, en particular preferentemente menos del 35 %, lo más preferentemente del 25 al 33 % del volumen de poro total del material de arcilla está formado por poros que tienen un diámetro de poro de 250 a 800 Å.

40 En otra realización adicional preferentemente al menos el 12 %, en particular preferentemente al menos el 14 %, lo más preferentemente del 15 al 20 % del volumen de poro total del material de arcilla está proporcionado por poros que tienen un volumen de poro inferior a 75 Å.

45 De acuerdo con una realización preferida adicional menos del 80 %, preferentemente menos del 75 %, en particular preferentemente del 60 al 70 % del volumen de poro total del material de arcilla está formado por poros que tienen un diámetro de poro superior a 140 Å.

50 En una realización preferida adicional menos del 60 %, preferentemente menos del 50 %, en particular preferentemente el 40-45 % del volumen de poro total está formado por poros que tienen un diámetro de poro de al menos 250 Å.

Los intervalos preferidos del volumen de poro total en relación con el diámetro de poro se resumen en la tabla siguiente:

55 Porcentajes preferidos del volumen de poro total formados por poros de un diámetro de poro determinado

diámetro de poro	preferido	particularmente preferido	el más preferido
0-75 Å	> 12 %	> 14 %	15 - 20 %
75-140 Å	> 10 %	> 13 %	15 - 20 %
140-250 Å	> 15 %	> 20 %	21 - 25 %
250-800 Å	< 40 %	< 35 %	25 - 33 %
> 800 Å	< 20 %	< 15 %	10 - 14 %

El material de arcilla utilizado en el método de acuerdo con la invención preferentemente apenas se dilata cuando se deposita en agua. Por tanto se puede separar fácilmente del aceite después del procedimiento de decoloración. El volumen de sedimento en agua preferentemente es inferior a 10 ml/2 g, en particular preferentemente inferior a 8 ml/2 g. El volumen de sedimento en agua preferentemente es de al menos 2 ml/2 g, más preferentemente de al menos 3 ml/2 g, en particular preferentemente de al menos 4 ml/2 g.

El material de arcilla, en particular cuando se extrae de una fuente natural, preferentemente tiene una capacidad de intercambio catiónico superior a 40 meq/100 g, en particular preferentemente superior a 45 meq/100 g y lo más preferentemente seleccionada dentro del intervalo de 44 a 70 meq/100 g. La tierra decolorante de alta actividad obtenida al extraer un mineral de arcilla mediante ebullición con un ácido fuerte se caracteriza por una capacidad de intercambio catiónico muy baja normalmente inferior a 40 meq/100 g y en la mayoría de los casos inferior a 30 meq/100 g. El material de arcilla utilizado en el método de acuerdo con la invención por tanto se puede distinguir claramente de dicha tierra decolorante de alto rendimiento.

El material de arcilla utilizado en el método de acuerdo con la invención tiene una estructura amorfa, según los datos de XRD. En un difractograma de XRD del material de arcilla utilizado en el método de la invención, los reflejos apenas se distinguen del ruido. La relación señal/ruido para los reflejos con respecto al material de arcilla, en particular para la fase de esmectita de acuerdo con una realización de la invención, está próxima a 1 y de acuerdo con una realización adicional puede estar dentro de un intervalo de 1 a 1,2. No obstante, en el difractograma se pueden apreciar reflejos pronunciados que tienen su origen en impurezas del material de arcilla, por ejemplo, cuarzo. Dichos reflejos no se consideran para la determinación de la relación señal/ruido.

Preferentemente, en el método de la invención se utiliza un material de arcilla, que no muestra o apenas muestra un reflejo de 001 que indica la distancia entre capas dentro de la estructura cristalina de partículas de bentonita. Con apenas visible se quiere decir que la relación de señal a ruido del reflejo 001 de las partículas de esmectita preferentemente es inferior a 1,2, en particular preferentemente está dentro del intervalo de 1,0 a 1,1.

La activación, en el sentido del método de acuerdo con la invención, se puede determinar, por ejemplo, mediante la determinación del índice de color de Lovibond según el método AOCS Cc 13b-45 y/o la determinación de la clorofila A según el método AOCS Cc 13d-55.

La activación se lleva a cabo tratando el material de arcilla en bruto con ácido. Mediante el tratamiento con ácido, el material de arcilla tratado presenta una reacción ácida y se incrementa la actividad decolorante. Mientras que una suspensión al 10 % en peso del material de arcilla activo tiene de forma natural un pH ligeramente básico de preferentemente 8,0 a 8,5, después de la activación ácida del material de arcilla, una suspensión del 10 % en peso presenta un valor de pH de < 6,0, preferentemente de 2,5-5,0, en particular preferentemente de 3,0 a 4,5.

De acuerdo con una primera realización, la activación del material de arcilla se lleva a cabo mediante activación superficial, es decir, por deposición de un ácido sobre el material de arcilla. La activación se puede conseguir, por ejemplo, al pulverizar una solución acuosa de un ácido sobre el material de arcilla en bruto o al moler el material de arcilla junto con un ácido sólido. El material de arcilla preferentemente se seca antes de su activación hasta un contenido de humedad inferior al 20 % en peso de H₂O, en particular preferentemente del 10-15 % en peso. Los ácidos adecuados son el ácido fosforoso, ácido sulfúrico y ácido clorhídrico. Un ácido sólido preferido es el ácido cítrico. No obstante, el ácido cítrico se puede utilizar para la activación también en forma de solución acuosa. En esta realización del método no es necesario retirar el ácido residual depositado sobre el material de arcilla y las sales producidas durante la activación mediante, por ejemplo, lavado con agua. Preferentemente, después de la deposición del ácido sobre el material de arcilla no se realiza ninguna etapa de lavado, sino que el material de arcilla tratado con ácido sólo se seca y a continuación se muele hasta un tamaño de partícula adecuado.

En esta realización del método de acuerdo con la invención, en una primera etapa se proporciona un material de arcilla en bruto opcionalmente seco que tiene las características descritas anteriormente. Sobre el material de arcilla se deposita un ácido. La cantidad de ácido depositada sobre el material de arcilla preferentemente se selecciona dentro de un intervalo del 1 al 10 % en peso, en particular preferentemente del 2 al 6 % en peso, calculado en forma de ácido anhidro y basado en el peso en seco (libre de agua) del material de arcilla. De forma sorprendente, el volumen de poro y la superficie específica del material de arcilla son aproximadamente idénticos a los valores correspondientes del material de arcilla en bruto de manera que parece que apenas se produce nada de formación de sales durante la activación superficial. Preferentemente, durante la activación superficial la superficie específica específica no se altera más de un 20 %, preferentemente no más de un 10 %.

De acuerdo con esta realización, la activación superficial del material de arcilla se puede realizar de tal forma que el material de arcilla se activa en una fase acuosa. El material de arcilla, preferentemente en forma de polvo fino, se puede dispersar en agua. A continuación se puede añadir el ácido a la suspensión del material de arcilla en forma de ácido concentrado. No obstante, el material de arcilla también se puede dispersar en una solución acuosa del ácido. De acuerdo con una realización preferida, el ácido acuoso se puede pulverizar sobre el material de arcilla, que se suministra en forma de pequeños gránulos o de polvo fino. La cantidad de agua utilizada para la preparación del ácido diluido se selecciona para que sea lo más baja posible. El agua residual sobre el material de arcilla se puede

retirar después de la activación por ácido. La humedad del material de arcilla preferentemente se ajusta para que sea inferior al 20 % en peso, en particular preferentemente inferior a 10 % en peso. El material de arcilla activado a continuación se puede moler a un tamaño adecuado.

5 De acuerdo con una realización preferida adicional, el material de arcilla en bruto que tiene las características definidas anteriormente se lixivia con ácido, preferentemente a temperatura elevada, en particular a una temperatura correspondiente de 5 a 20 °C aproximadamente inferior al punto de ebullición de la mezcla. La lixiviación preferentemente se lleva a cabo con una baja cantidad de aceite en comparación con la cantidad de ácido utilizada para la preparación de HPBE. Preferentemente la cantidad de ácido, calculada como ácido anhidro y referida al material de arcilla seco (libre de agua) se selecciona dentro de un intervalo del 15 al 40 % en peso, en particular preferentemente del 20 al 30 % en peso. A pesar de la baja cantidad de ácido utilizada para la lixiviación de la arcilla se consigue un incremento significativo en la actividad decolorante que es comparable con las HPBE disponibles actualmente en el mercado.

15 La lixiviación de la arcilla se lleva a cabo de la forma habitual. Una suspensión del material de arcilla en el ácido se calienta hasta temperatura deseada. El tiempo para la extracción del material de arcilla con ácido caliente se selecciona de acuerdo con la cantidad de material de arcilla tratado. Normalmente un período de lixiviación de 2 a 12 horas es suficiente para conseguir el incremento deseado en la actividad decolorante. La suspensión del material de arcilla lixiviado a continuación se filtra y el material adsorbente sólido se lava con agua para retirar las sales que se hayan formado durante el tratamiento con el ácido, y el ácido residual.

De forma sorprendente, la superficie específica y el volumen de poro no se alteran demasiado durante la lixiviación con ácido. El material de arcilla tratado con el ácido en ebullición tiene un volumen de poro y una superficie específica que preferentemente no aumenta más de un 20 % en comparación con el material de arcilla sin tratar. Una ventaja adicional es que el rendimiento de la lixiviación con ácido es bastante elevado. Preferentemente, el rendimiento está en el intervalo del 80 al 95 %, basado en el material de arcilla seco.

Para la lixiviación con ácido, preferentemente se utilizan ácidos inorgánicos fuertes. Los ácidos particularmente preferidos son el ácido sulfúrico y el ácido fosfórico.

Además, la cantidad de aluminio, calculada en forma de Al_2O_3 , contenida en el material de arcilla lixiviado con ácido preferentemente es inferior al 12 % en peso, en particular preferentemente inferior al 11 % en peso y lo más preferentemente inferior al 10 % en peso. La cantidad de aluminio, calculada en forma de Al_2O_3 , contenida en el material de arcilla lixiviado con ácido es superior al 2 % en peso, más preferentemente superior al 4 % en peso, en particular preferentemente superior al 6 % en peso y lo más preferentemente superior al 8 % en peso.

Antes de utilizar el material de arcilla activado, por ejemplo, para la decoloración de aceites y grasas, las partículas se ajustan hasta un tamaño de partícula adecuado. La molienda se puede realizar antes o después de la activación. Si se produce una tierra decolorante activada superficialmente, la molienda se lleva a cabo preferentemente después de la activación con ácido. En la producción de una tierra decolorante de alto rendimiento el tamaño de partícula se ajusta preferentemente antes de la activación de forma que se puede llevar a cabo una lixiviación eficiente del material de arcilla. La molienda se lleva a cabo preferentemente de tal forma que después de la activación se ajusta una distribución típica de tamaños de partícula. El residuo seco de la tierra decolorante sobre un tamiz con un tamaño de malla de 63 μm preferentemente está dentro de un intervalo del 20 al 40 % en peso, y el residuo seco sobre un tamiz con un tamaño de malla de 25 μm preferentemente está dentro de un intervalo del 50-65 % en peso.

Además, la invención se refiere a un método para refinar grasas y/o aceites, en la que:

- 50 - se proporciona un aceite en bruto derivado de un material animal o vegetal;
- el aceite en bruto se trata con un material decolorante que comprende un material de arcilla que tiene:
 - 55 - una superficie específica de 180 a 300 m^2/g ;
 - un volumen de poro total del 0,5 a 0,7 ml/g ;
 - en el que al menos el 60 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro de al menos 140 Å, al menos el 40 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro inferior a 250 Å, al menos el 15 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que tienen un diámetro de 140 a 250 Å y menos del 20 % del volumen de poro total está formado por poros que tienen un diámetro de > 800 Å; y
 - 60 - un contenido de SiO_2 entre más del 60 % en peso y menos del 75 % en peso;
 - un contenido de aluminio, calculado en forma de Al_2O_3 , entre menos del 12 % en peso y más del 2 % en peso; y
 - dicho material de arcilla que tiene una estructura amorfa de acuerdo con los datos de XRD;
- 65 - el aceite lixiviado se separa del material decolorante utilizado.

Mediante el método de la invención se puede obtener un descenso significativo en el índice de color de Lovibond así como un descenso significativo en la concentración de fósforo y de hierro en el aceite decolorado. El método de acuerdo con la invención permite por tanto un refinado simple y eficiente de aceites y grasas.

5 En el refinado de aceites normalmente se lleva a cabo en primer lugar una etapa de desgomado para retirar, por ejemplo, los fosfolípidos. El aceite en bruto se trata con agua en agitación preferentemente durante 10 a 20 minutos a una temperatura preferentemente de 70 a 80 °C a presión ambiente. La fase acuosa se separa, por ejemplo, mediante centrifugación y a continuación en una segunda etapa de desgomado se añade un ácido, en particular ácido fosforoso o ácido cítrico, y la mezcla se agita preferentemente durante 10 a 30 minutos más a una temperatura
10 preferentemente de 70 a 100 °C a presión ambiente. Hacia el final del desgomado, se puede añadir agua en una cantidad preferentemente del 1 al 2 % en peso del aceite en bruto para incrementar la eficacia del desgomado. La temperatura y el tiempo de agitación se pueden ajustar al aceite o grasa particulares a tratar.

En el proceso de decoloración en primer lugar se puede realizar una decoloración húmeda seguida de decoloración al vacío. Al aceite desgomado se le añade agua en una cantidad preferentemente del 0,1 al 0,5 % en peso y tierra decolorante en una cantidad preferentemente del 0,3 al 2,0 % en peso. La mezcla se agita preferentemente de 80 a 100 °C a presión ambiente preferentemente durante 15 a 30 minutos. A continuación, la presión se reduce preferentemente a 100 mbar aproximadamente y la temperatura se incrementa preferentemente de 90 a 100 °C y la mezcla se agita preferentemente durante 30 a 45 minutos para desgasificar y destilar parte del agua. A continuación el aceite lixiviado se puede separar de la tierra decolorante utilizada mediante, por ejemplo, el paso a través de un filtro. La filtración preferentemente se lleva a cabo a una temperatura de 60 a 90 °C aproximadamente.

Después de la decoloración el aceite se puede desodorizar. Para la desodorización, vapor de agua sobrecalentado que tiene una temperatura preferentemente de 240 a 260 °C se pasa a través del aceite para retirar los ácidos grasos libres y los compuestos que huelen y saben mal. La desodorización preferentemente se lleva a cabo a presión reducida inferior a 5 mbar, preferentemente de 1 a 3 mbar.

Después de la purificación, el aceite preferentemente tiene una concentración de fósforo inferior a 3 ppm y una concentración de hierro inferior a 0,1 ppm.

El método para la purificación de aceites y grasas en bruto preferentemente se lleva a cabo con el material de arcilla activado por ácido, en el que la activación del material de arcilla preferentemente se ha realizado con ácido fosfórico, ácido sulfúrico o ácido cítrico.

La cantidad de ácido depositada sobre el material de arcilla preferentemente se selecciona dentro de un intervalo del 2 al 5 % en peso, calculada como ácido anhidro y basada en el peso del material de arcilla seco.

En una realización particularmente preferida, el aceite en bruto se selecciona del grupo del aceite de canola, aceite de soja, aceite de colza, aceite de palma, aceite de girasol. De acuerdo con una realización particularmente preferida, el aceite en bruto se lixivia con el material de arcilla descrito anteriormente, en el que preferentemente la superficie del material de arcilla se ha activado con ácido cítrico.

En particular preferentemente, el aceite en bruto contiene fósforo en una cantidad inferior a 100 ppm.

De acuerdo con una realización preferida adicional, el material de arcilla descrito anteriormente, en particular en su forma activada por ácido, se puede utilizar para purificar biodiesel después de la transesterificación. El biodiesel se puede producir a partir de grasas y aceites de origen animal o vegetal. En un proceso de transesterificación, los triglicéridos se escinden por alcoholólisis con un alcohol de bajo peso molecular, en particular metanol, para obtener glicerol y los alquilesteres del ácido graso. La transesterificación está catalizada por un compuesto alcalino, por ejemplo, metanolato sódico. Los detalles para la fabricación de biodiesel se pueden encontrar en M. Mittelbach, C. Remschmidt, "Biodiesel The comprehensive Handbook", Graz, 2004; ISBN 3-200-00249-2.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos se presentan con el fin de explicar e ilustrar la invención con mayor detalle. Los ejemplos no se deben interpretar como una limitación de la invención.

Las características físicas utilizadas para caracterizar los adsorbentes de acuerdo con la invención se determinaron de la forma siguiente:

60 Superficie específica:

La superficie específica se midió por el método de BET (método de un sólo punto que utiliza nitrógeno, de acuerdo con la norma DIN 66131) con un porosímetro de nitrógeno automático de Micrometrics, tipo ASAP 2010. El volumen de poro se determinó utilizando el método de BJH (E.P. Barrett, L.G. Joyner, P.P. Hienda, J. Am. Chem. Soc. 73 (1951) 373). Los volúmenes de poro de intervalos de diámetros de poro definidos se midieron mediante la suma

incremental de los volúmenes de poro, que se determinaron a partir de la isoterma de adsorción según el método BJH. El volumen de poro total se refiere a los poros que tienen un diámetro de 2 a 350 nm.

Análisis del aceite

5 El índice de color de los aceites (índice de color de Lovibond) se midió de acuerdo con el método AOCS Cc 13b-45. La clorofila A se determinó de acuerdo con el método AOCS Cc 13d-55.

Contenido en humedad

10 La cantidad de agua contenida en los adsorbentes se determinó a 105 °C de acuerdo con la norma DIN/ISO-787/2

Análisis de silicato

15 El material de arcilla se desintegró totalmente. Después de la disolución de los sólidos, los compuestos se analizaron y se cuantificaron mediante métodos específicos, por ejemplo, ICP.

a) Desintegración de la muestra

20 Una muestra de 10 g de material de arcilla se trituro para obtener un polvo fino que se secó en un horno a 105 °C hasta un peso constante. Aproximadamente 1,4 g de la muestra seca se depositaron en un bol de platino y el peso se determinó con una precisión de 0,001 g. A continuación la muestra se mezcló con un exceso de 4 a 6 veces (en peso) de una mezcla de carbonato sódico y carbonato de potasio (1:1). La mezcla se puso en un bol de platino en un horno Simon-Muller y se fundió durante 2 a 3 horas a una temperatura de 800-850 °C. El bol de platino se sacó del horno y se enfrió a temperatura ambiente. El fundido solidificado se disolvió en agua destilada y se transfirió a un vaso de precipitados. A continuación se añadió con cuidado ácido clorhídrico concentrado. Después de que el desprendimiento de gases hubo cesado, se evaporó el agua de forma que se obtuvo un residuo seco. El residuo se disolvió en 20 ml de ácido clorhídrico concentrado seguido por la evaporación del líquido. El proceso de disolución en ácido clorhídrico concentrado y la evaporación del líquido se repitieron una vez más. A continuación el residuo se humedeció con 5 a 10 ml de ácido clorhídrico acuoso (12 %). Se añadieron 100 ml de agua destilada aproximadamente y la mezcla se calentó. Para retirar el SiO₂ insoluble, la muestra se filtró y el residuo restante sobre el papel de filtro se lavó profusamente con ácido clorhídrico caliente (12 %) y agua destilada hasta que dejó de detectarse cloro en el filtrado.

35 b) Análisis del silicato

El SiO₂ se incineró junto con el papel de filtro y el residuo se pesó.

c) Determinación del aluminio, hierro, calcio y magnesio

40 El filtrado se transfirió a un matraz calibrado y se añadió agua destilada hasta la marca de calibración. La cantidad de aluminio, hierro, calcio y magnesio en disolución se determinó mediante FAAS.

d) Determinación de potasio, sodio y litio

45 Se pesó una muestra de 500 mg en un bol de platino con una precisión de 0,1 mg. La muestra se humedeció con 1 a 2 ml de agua destilada aproximadamente y a continuación se añadieron cuatro gotas de ácido sulfúrico concentrado. Se añadieron de 10 a 20 ml de ácido clorhídrico concentrado aproximadamente y la fase líquida se evaporó hasta sequedad en un baño de arena. Este proceso se repitió tres veces. Por último se añadió H₂SO₄ al residuo seco y la mezcla se evaporó hasta sequedad en una placa de horno. El bol de platino se calcinó y, después de enfriar a temperatura ambiente se añadieron 40 ml de agua destilada y 5 ml de ácido clorhídrico (18 %) al residuo y la mezcla se calentó hasta ebullición. La solución se transfirió a un matraz calibrado de 250 ml y se añadió agua hasta la marca de calibración. La cantidad de sodio, potasio y litio en disolución se determinó mediante EAS.

55 Pérdida por ignición

En un bol de platino calcinado y pesado se depositaron 0,1 g aproximadamente de una muestra con una precisión de 0,1 mg. El bol de platino se calcinó durante 2 horas a 1000 °C en un horno. A continuación, el bol de platino se transfirió a un desecador y se pesó.

60 Capacidad de intercambio iónico

65 El material de arcilla a someter a ensayo se secó a 150 °C durante dos horas. A continuación el material seco se dejó reaccionar a reflujo con un gran exceso de una solución acuosa de NH₄Cl durante 1 hora. Después de dejar en reposo a temperatura ambiente durante 16 horas, el material se filtró. La pasta del filtro se lavó, se secó, y se molió, y se determinó el contenido de NH₄ en el material de arcilla mediante el método de Kjeldahl. La cantidad y el tipo de

iones metálicos intercambiados se determinaron mediante espectroscopia ICP.

Difracción de rayos X

- 5 El espectro de XRD se midió con un difractor de polvo X'-Pert-MPD(PW 3040) (Phillips), equipado con un ánodo de Cu.

Determinación del volumen de sedimento

- 10 Un cilindro de vidrio graduado de 100 ml se llenó con 100 ml de agua destilada o con una solución acuosa de carbonato sódico al 1 % y polifosfato trisódico al 2 %. 2 g del compuesto a analizar se pusieron con una espátula sobre la superficie del agua en porciones de 0,1 a 0,2 g aproximadamente. Después de sumergir una porción, se añadió la siguiente porción de compuesto. Después de añadir 2 g del compuesto a analizar, el cilindro se mantuvo a temperatura ambiente durante una hora. A continuación se leyó el volumen de sedimento (ml/2 g) en la graduación.

15

Determinación del pH

- Una suspensión al 10 % en peso del material de arcilla en agua destilada se calentó hasta el punto de ebullición y a continuación se enfrió a temperatura ambiente en atmósfera de nitrógeno. Se determinó el valor de pH con un electrodo de vidrio calibrado.

20

Deterioro del índice de capacidad de decoloración (DOBI)

- 25 El DOBI es la relación numérica de la absorbancia espectrofotométrica a 446 nm con respecto a la de 269 nm. Las mediciones se realizaron disolviendo aceite de palma en hexano y a continuación determinando la absorbancia en un espectrofotómetro.

Ejemplo 1

- 30 Caracterización del material de arcilla

- Un material de arcilla adecuado para el método de acuerdo con la invención (Tonsil[®] Supreme 526 FF, Sud-Chemie de México S.A. de C.V.) se analizó con respecto a sus características físicas. Los datos se presentan en la Tabla 1. Para su comparación también se incluye un material de arcilla conocido (Tonsil[®] 419 FF, Süd-Chemie AG, Moosburg, Alemania) como se desvela en el documento WO 2006/131136.

35

Tabla 1: Análisis de materiales de arcilla

material de arcilla	Tonsil [®] Supreme 526 FF	Tonsil [®] 419 FF
superficie específica (BET) (m ² /g)	209	213
volumen de poro (ml/g)	0,593	0,85
capacidad de intercambio catiónico (meq/100 g)	50	54
volumen de sedimento en el agua (ml/2 g)	<8	<10
análisis de silicato (% en peso)		
SiO ₂	72,5	70,9
Fe ₂ O ₃	3,0	2,7
Al ₂ O ₃	9,6	9,6
CaO	2,1	1,4
MgO	2,7	4,3
Na ₂ O	1,1	0,36
K ₂ O	1,1	1,3
TiO ₂	0,38	0,20
pérdida por ignición (2 h, 1000 ° C)	6,9	7,7
Total	99,38	98,46

- 40 Además, los dos materiales de arcilla caracterizados en la Tabla 1 se han analizado con respecto a su volumen de poro y el porcentaje del volumen de poro formado por poros de un diámetro definido. Los resultados se resumen en las Tablas 2a-2c.

Tabla 2a: Cantidad relativa del volumen de poro total formado por poros de un diámetro definido (%)

diámetro (Å)	0-75	0-140	0-250	0-800	> 800
Tonsil [®] Supreme 526 FF	17,1	33,9	57,0	87,9	12,0
Tonsil [®] 419 FF	13,3	19,3	34,1	78,0	22,0

Tabla 2b: Cantidad relativa del volumen de poro total formado por poros de un diámetro definido (%)

diámetro (Å)	0-75	75-140	140-250	250-800	> 800
Tonsil [®] Supreme 526 FF	17,1	16,8	23,1	30,9	12,1
Tonsil [®] 419 FF	10,3	9,0	14,8	43,9	22,0

5 Tabla 2c: Cantidad relativa del volumen de poro total formado por poros de un diámetro definido (%)

diámetro (Å)	0-75	75-800	> 75	> 140	> 250
Tonsil [®] Supreme 526 FF	17,1	70,8	82,9	66,1	43,0
Tonsil [®] 419 FF	10,3	67,7	89,7	80,7	65,9

Preparación de materiales de arcilla activados

10 a) Tierra decolorante activada superficialmente (Tonsil[®] Supreme 1204 FF)

15 Se mezclaron 100 g de Tonsil[®] Supreme 526 FF, secos hasta el 10 % de H₂O, con 125 g de agua y a continuación se activaron añadiendo H₂SO₄ al 4 % en peso (3,75 g de H₂SO₄, 96 %) y amasando la mezcla en un vaso de precipitados. La mezcla se secó a 110 °C hasta un contenido en humedad del 14,6 % y a continuación se molió hasta un polvo fino (residuo seco en un tamiz con un tamaño de malla de 63 µm: 23,9 %; tamaño medio de partícula: 35,3 µm).

b) Tierra decolorante de alto rendimiento (Tonsil[®] Supreme 1206 FF)

20 El material de arcilla caracterizado en la Tabla 1 se extrajo con el 20 % de ácido sulfúrico acuoso.

100 g de Tonsil Supreme 526 FF en una suspensión acuosa al 20 % de contenido de sólidos se activó y se extrajo añadiendo ácido sulfúrico concentrado al 20 % (20,8 g de H₂SO₄, 96 %) y se cocinó a su punto de ebullición durante 8 horas a presión atmosférica con agitación suave para evitar la sedimentación.

25 El material de arcilla activado se lavó con agua hasta una acidez residual del 0,5 % y a continuación se secó a 110 °C hasta un contenido en humedad del 15,1 % en peso. Se obtuvo un polvo fino de un residuo seco sobre un tamiz con un tamaño de malla de 63 µm del 23,4 % y un tamaño de partícula medio de 29,6 µm.

30 Los datos físicos de los materiales de arcilla se resumen en la Tabla 3.

Tabla 3: Datos físicos de los materiales de arcilla

Muestra	Tonsil [®] Supreme 526 FF	Tonsil [®] Supreme 1204 FF	Tonsil [®] Supreme 1206 FF
Superficie específica m ² /g			
BET de punto simple	209	197	222
BET de multipunto	213	200	224
Superficie específica por adsorción acumulada BJH	227	218	242
Datos de volumen de poro (ml/g)			
Volumen de poro total	0,593	0,603	0,615
Volumen de poro por adsorción acumulada BJH	0,573	0,602	0,610
Datos de tamaño de poro (Å)			
Diámetro medio de los poros por adsorción (4V/A por BET)	110	120	109
Diámetro medio de poro por adsorción BJH (4V/C)	101	110	101
Contenido de humedad, % en peso	13,9	14,6	15,1
Acidez (H ₂ SO ₄), %	-	0,443	0,561
Tamaño de partícula; > 63 µm	30,8	23,9	23,4

Tamaño medio de partícula (µm)	40,6	35,3	29,6
Densidad aparente, g/l	482	477	436
SiO ₂	72,5	72,8	73,2
Fe ₂ O ₃	3,0	2,8	2,7
Al ₂ O ₃	9,6	9,4	9,1
CaO	2,1	1,9	2,0
MgO	2,7	2,6	2,9
Na ₂ O	1,1	1,3	1,1
K ₂ O	1,1	1,3	1,0
TiO ₂	0,38	-	-
Pérdida por ignición (2 h, 1000 ° C)	6,9	7,1	7,2

Tabla 4: Distribución del volumen de poro de los minerales de arcilla

Distribución de tamaño de poro por adsorción BJH	Tonsil® Supreme 526 FF		Tonsil® Supreme 1204 FF		Tonsil® Supreme 1206 FF	
	volumen de poros ml/g	%	volumen de poros ml/g	%	volumen de poros ml/g	%
10-20 Å	0,0127	2,2	0,0140	2,3	0,0199	3,3
20-30 Å	0,0226	3,8	0,0201	3,3	0,0213	3,5
30-40 Å	0,0201	3,4	0,0195	3,2	0,0195	3,2
40-50 Å	0,0142	2,4	0,0151	2,5	0,0142	2,3
50-60 Å	0,0194	3,3	0,0187	3,1	0,0187	3,1
60-70 Å	0,0201	3,4	0,0187	3,1	0,0195	3,2
70-80 Å	0,0109	1,8	0,0103	1,7	0,0102	1,7
80-90 Å	0,0125	2,1	0,0266	4,4	0,0248	4,1
90-100 Å	0,0184	3,1	0,0000	0,0	0,0000	0,0
100-200 Å	0,1770	30,0	0,1620	26,9	0,1730	28,3
200-300 Å	0,0513	8,7	0,0525	8,7	0,0607	9,9
300-400 Å	0,0638	10,8	0,0571	9,5	0,0679	11,1
400-500 Å	0,0000	0,0	0,0000	0,0	0,0000	0,0
500-600 Å	0,0743	12,6	0,0000	0,0	0,0000	0,0
600-700 Å	0,0000	0,0	0,0778	12,9	0,0861	14,1
1000-2000 Å	0,0721	12,2	0,0000	0,0	0,0750	12,3
2000-3000 Å	0,0000	0,0	0,0000	0,0	0,0000	0,0
3000-4000 Å	0,0000	0,0	0,1100	18,3	0,0000	0,0

5 Como ejemplos de referencia para los ensayos se utilizaron las siguientes tierras decolorantes disponibles en Süd-Chemie de México, S.A. de C.V., Puebla, MX:

Tabla 5: Características de tierras decolorantes disponibles en el mercado

Producto	Tonsil® 522 FF	Tonsil® Actisil® 220 FF	Tonsil® Supreme 126 FF	Tonsil® Supreme 1202 FF
Tipo	NABE	SMBE	HPBE	HPBE
Método de activación	-	seco	mojado	mojado
Cantidad de ácido	-	4 %	20 %	20 %
Tiempo de activación	-	-	8	12
Superficie m ² /g	200	143	263	377
Volumen de poros ml/g	0,377	0,268	0,470	0,526
Contenido de humedad, %	11,0	10,8	14,0	16,4

ES 2 444 891 T3

Acidez (H ₂ SO ₄), %	-	0,521	0,390	0,386
Partículas > 63 µm (%)	28,0	24,6	22,5	23,3
Tamaño medio de partícula (µm)	53,2	44,6	25,0	30,4
Densidad aparente, g/l	566	564	520	548

Ejemplo 2: Decoloración de aceites

- 5 El aceite desgomado y desacidificado se decoloró durante 30 minutos a una temperatura de 105 °C y a una presión de 20 mbar. La cantidad de tierra decolorante añadida se facilita en la Tabla 4. Después de la decoloración, la tierra decolorante se filtró y se midió el índice de color del aceite en una cubeta de 5 ¼" de acuerdo con el método de Lovibond. Parte del aceite decolorado se trató adicionalmente con vapor de agua sobrecalentado (250 °C, 120 minutos, 3 mbar) para su desodorización. El aceite desodorizado se analizó de acuerdo con el método de Lovibond.
- 10 La purificación del aceite se sometió a ensayo con aceite de soja y aceite de canola. Los resultados se resumen en las Tablas 4 y 5.

Tabla 6: Decoloración y desodorización del aceite de soja

		Blanqueamiento			Desodorización		
		Lovibond PFX990			Lovibond PFX990		
		Célula de color: 5 ¼"		Clorofila ppm	Célula de color: 5 ¼"		Clorofila ppm
Arcilla Tonsil®	Cantidad en % en peso	R	Y	"A"	R	Y	"A"
-	-	9,3	70	1,46	-	-	-
1204	0,2	8,8	70	0,35	-	-	-
1206	0,2	7,4	70	0,26	-	-	-
1202	0,2	7,9	70	0,33	-	-	-
126	0,2	8,2	70	0,35	-	-	-
220	0,2	9,1	70	0,57	-	-	-
1204	0,4	6,3	70	0,15	-	-	-
1206	0,4	4,3	70	0,12	-	-	-
1202	0,4	4,8	70	0,14	-	-	-
126	0,4	5,2	70	0,15	-	-	-
220	0,4	7,0	70	0,27	-	-	-
1204	0,6	4,3	70	0,09	1,1	10,0	0,00
1206	0,6	3,1	70	0,07	1,2	10,0	0,00
1202	0,6	3,6	70	0,08	1,1	10,0	0,00
126	0,6	4,0	70	0,09	1,2	11,0	0,00
220	0,6	5,2	70	0,17	1,5	11,0	0,05

Tabla 7: Decoloración y desodorización del aceite de canola

		Blanqueamiento			Desodorización		
		Lovibond PFX990			Lovibond PFX990		
		Célula de color: 5 ¼"		Clorofila ppm	Célula de color: 5 ¼"		Clorofila ppm
Arcilla Tonsil®	Cantidad en % en peso	R	Y	"A"	R	Y	"A"
-	-	5,2	70	16,60	-	-	-
1204	1,2	4,6	70	0,28	-	-	-
1206	1,2	4,8	70	0,22	-	-	-
1202	1,2	4,2	70	0,25	-	-	-
126	1,2	4,7	70	0,39	-	-	-
220	1,2	6,0	70	0,97	-	-	-

1204	1,4	4,4	70	0,18	-	-	-
1206	1,4	4,6	70	0,11	-	-	-
1202	1,4	4,0	70	0,14	-	-	-
126	1,4	4,5	70	0,25	-	-	-
220	1,4	5,2	70	0,76	-	-	-
1204	1,6	4,1	70	0,12	1,6	15,0	0,07
1206	1,6	4,3	70	0,06	1,8	15,0	0,03
1202	1,6	3,8	70	0,08	1,3	12,1	0,04
126	1,6	4,2	70	0,16	1,5	15,0	0,10
220	1,6	4,6	70	0,56	2,1	21,9	0,39

Ejemplo 3: Determinación de la eficacia total de la tierra decolorante

Actividad decolorante

5 Para el desgomado del aceite de palma en crudo (DOBI = 2,79 o 1,7) se añadió el 0,05 % en peso de una solución acuosa de ácido cítrico (20 %) y la mezcla se calentó a 80 °C con agitación durante 30 minutos a presión normal. Después de la separación de la fase acuosa se añadieron al aceite de palma desgomado las respectivas tierras decolorantes en una cantidad como la facilitada en las Tablas 9 y 10 y la mezcla se agitó durante 30 minutos a 110 °C a presión reducida (80 mbar). El aceite se filtró a través de un filtro de papel. A continuación el aceite de palma filtrado se desodorizó introduciendo vapor de agua sobrecalentado (temperatura de entrada: 260 °C) durante 120 minutos a presión reducida (3 mbar).

15 El color rojo del aceite de palma desodorizado se midió en una celda de 5 ¼" por medio de un colorímetro "Lovibond Tintometer Colourscan PFX 960" obtenido en "the Tintometer Limited, UK" y de acuerdo con el método AOCS Cc 13j-97. El aceite se trató con un adyuvante de filtración (tierra de diatomea) y se filtró a través de un papel de filtro plegado y se determinó su color rojo en la escala de Lovibond a 45-50 °C.

20 El color rojo de la tierra decolorante con el mejor comportamiento se considera una eficacia del 100 %. La eficacia de las muestras realizadas con respecto al color rojo se calculó según la siguiente ecuación.

$$\text{Eficacia de decoloración (\%)} = \left(\frac{\text{eficacia de decoloración del color rojo para la tierra decolorante más eficaz}}{\text{índice de color rojo de la muestra}} \right) \times 100$$

25 El contenido en metales pesados de las muestras desodorizadas se determina por medio de un espectrofotómetro de plasma ICP, modelo Optima 3100 XL de Perkin Elmer, USA. En un instrumento de ICP y siguiendo las instrucciones del fabricante, el aceite se inyecta en un plasma de argón a alta temperatura, en el que se vaporizan los átomos, se excitan y posteriormente emiten luz que se puede medir.

30 El Índice de estabilidad del aceite del aceite desodorizado final se determina de acuerdo con el método AOCS Cd 12b-92 por medio de un "Instrumento de estabilidad oxidativo" de Omnion Inc. licenciado por Archer Daniels Midland Co. (ADM). Los aceites y las grasas tienen una resistencia a la oxidación que depende del grado de saturación, el contenido en antioxidantes naturales o añadidos, el contenido en pro-oxidantes o el uso previo. La oxidación es lenta hasta que se supera esta resistencia, momento en el que la oxidación se acelera y se vuelve muy rápida. El tiempo necesario antes de esta rápida aceleración de la oxidación es la medida de la resistencia a la oxidación y normalmente se denomina "período de inducción". En este método para determinar el período de inducción, se hace pasar una corriente de aire purificado a través de la muestra de aceite en un recipiente de reacción sellado y calentado. Este tratamiento produce la oxidación de las moléculas de aceite en la muestra, con peróxidos que se forman al inicio como los productos de oxidación principales. Después de algún tiempo, los ácidos grasos son completamente destruidos; los productos de oxidación secundarios formados incluyen ácidos orgánicos de bajo peso molecular además de otros compuestos orgánicos volátiles. Estos son transportados en la corriente de aire hacia un segundo recipiente que contiene agua destilada. La conductividad del recipiente se registra de forma continua. Los ácidos orgánicos se pueden detectar mediante el incremento de la conductividad. El tiempo que pasa hasta que aparecen estos productos de reacción secundaria se conoce como el tiempo de inducción, período de inducción o Índice de estabilidad del aceite (OSI).

Eficacia de la velocidad de filtración

50 La velocidad de filtración se determinó mediante el siguiente procedimiento:

Se añadieron 100 g de aceite de soja decolorado una vez con 10 g de una muestra de arcilla decolorante y se agitó suavemente a 250 revoluciones por minuto en un bloque térmico con agitadores magnéticos a 120 °C durante 20

5 minutos. A continuación la suspensión de aceite-arcilla se pasó inmediatamente a través de un filtro de succión GV 100 utilizando un papel de filtro redondo convencional DN de 100 mm, de tipo 595 ambos de Schleicher & Schuell y un matraz de filtro de 2000 ml con forma de Erlenmeyer a un vacío inferior a 50 mbar. El tiempo de filtración se midió utilizando un cronómetro y está referido como el tiempo desde que cae la primera gota de aceite al fondo del matraz de filtro hasta que la pasta del filtro ha pasado completamente y tiene un "aspecto seco".

Una tierra decolorante que tiene una velocidad de filtración de 45 segundos en el ensayo convencional se considera eficaz al 100 %.

10 La eficacia de la velocidad de filtración de las muestras analizadas se calculó de acuerdo con la ecuación siguiente:

$$\text{Eficacia de la velocidad de filtración (\%)} = ((\text{velocidad de filtración de la muestra})/45) \times 100$$

15 Eficacia de retención del aceite

Después del método de la velocidad de filtración, se determina la retención del aceite succionando durante más de 5 minutos a la misma presión de vacío. Posteriormente, se corta el vacío y la pasta del filtro junto con el papel de filtro se sacan del filtro de succión. La pasta del filtro que contiene el aceite se separa cuantitativamente del papel de filtro humedecido con aceite y se determina su peso. A continuación se calcula la retención del aceite (%) restando la cantidad de arcilla decolorante a la pasta del filtro que contiene aceite dividido por el mismo peso del filtro que contiene aceite y por último multiplicando por 100.

Una retención del 35 % tal y como se obtiene en el ensayo convencional se considera una eficacia del 100 %. La eficacia de retención de aceite de las muestras analizadas se calculó de acuerdo con la siguiente ecuación:

25

$$\text{Eficacia de retención del aceite (\%)} = ((\text{retención del aceite de la muestra (\%)})/35 \%) \times 100$$

Eficacia total

30 La eficacia total se calculó de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\text{Eficacia total (\%)} = (\text{actividad decolorante (\%)}) \times 0,6 + (\text{eficacia de la velocidad de filtración (\%)}) \times 0,2 + (\text{eficacia de retención del aceite (\%)}) \times 0,2.$$

35 Se analizaron diversas tierras decolorantes disponibles en el mercado así como tierras decolorantes de acuerdo con la invención, con respecto a sus propiedades físicas y su retención del aceite y su velocidad de filtración. Los resultados se resumen en la Tabla 8.

Tabla 8: Análisis físico de las tierras decolorantes

Producto	Contenido de humedad (%)	Acidez libre (H ₂ SO ₄) (%)	Residuo en malla 230	Velocidad de filtración (s)	Retención de aceite (%)	Superficie específica m ² /g	Volumen de poro (ml/g)	Densidad aparente (g/l)	Tamaño medio de partícula (µm)
B-80 CG *	14,6	-	8,0	32	46,7	157	0,408	435	36,54
B-80 *	14,7	-	2,8	60	43,5	146	0,488	444	28,15
Performance 4000 *	11,9	0,442	6,5	53	45,3	137	0,430	427	33,67
Tonsil [®] 419 FF	9,1	-	31,4	65	51,2	184	0,800	334	38,97
Tonsil [®] 522 FF	11,0	-	28,0	44	31,6	200	0,377	566	53,15
Tonsil [®] Supreme 526 FF	14,0	-	33,0	34	43,8	231	0,700	464	46,90

40 *: Producto de Oil-Dri Corp. EE.UU.

Además, se utilizaron las tierras decolorantes caracterizadas en la Tabla 8 para decolorar dos muestras de aceite de palma que tienen un DOBI de 2,79 y 1,7, respectivamente, de acuerdo con el procedimiento descrito anteriormente. Los resultados se resumen en las Tablas 9 y 10.

45

Tabla 9: Decoloración y desodorización de un aceite de palma (DOBI = 2,79)

	Blanqueamiento				Desodorización						
	Dosis (%)	Lovibond PFX 990		Lovibond Manual		Estabilidad (h)	Metales pesados por ICP				
		Célula de color 1"		Célula de color 5 ¼"			Cu ppm	P ppm	Ca ppm	Fe ppm	Mg ppm
	R	A	"A"	R	Y	OSI 120 ° C	Cu ppm	P ppm	Ca ppm	Fe ppm	Mg ppm
Aceite en bruto	-	30,0	70,0	0,10	-	-	0,52	9,42	7,57	2,01	2,34
P-4000	0,4	28,0	70,0	0,00	28,4	15,0	<0,05	<0,4	0,14	<0,06	0,22
B-80 CG	0,4	28,0	70,0	0,00	29,0	13,3	<0,05	<0,4	0,77	0,10	0,31
B-80	0,4	28,0	70,0	0,00	27,0	14,0	<0,05	<0,4	0,16	<0,06	0,23
Tonsil 522FF	0,4	29,0	70,0	0,00	27,0	14,0	<0,05	<0,4	0,65	0,09	0,28
Tonsil® Supreme 526 FF	0,4	27,0	70,0	0,00	24,0	16,0	<0,05	<0,4	0,14	<0,06	0,20
Tonsil 419 FF	0,4	29,0	70,0	0,00	24,0	16,2	<0,05	<0,4	<0,06	<0,06	0,16
P-4000	0,8	27,0	70,0	0,00	23,0	-	<0,05	<0,4	<0,06	<0,06	<0,1
B-80 GC	0,8	28,0	70,0	0,00	23,0	-	<0,05	<0,4	<0,06	<0,06	<0,1
Tonsil 522 FF	0,8	28,0	70,0	0,00	23,0	-	<0,05	<0,4	<0,06	<0,06	<0,01
Tonsil® Supreme 526 FF	0,8	27,0	70,0	0,00	22,0	-	<0,05	<0,4	<0,06	<0,06	<0,1
Tonsil 419 FF	0,8	29,0	70,0	0,00	22,0	-	<0,05	<0,4	<0,06	<0,06	<0,1

Tabla 10: Decoloración y desodorización de un aceite de palma (DOBI = 1,7)

	Blanqueamiento				Desodorización							
	Dosis (%)	Lovibond PFX 990			Lovibond Manual		Estabilidad (h)	Metales pesados por ICP				
		Célula de color 1"		Clorofila ppm	Célula de color 5 ¼"		OSI 120 ° C	Cu ppm	P ppm	Ca ppm	Fe ppm	Mg ppm
		R	A	"A"	R	Y						
Aceite en bruto	-	24,0	70,0	0,11	-	-	-	0,22	19,1	27,0	11,2	5,9
P-4000	0,8	19,5	70,0	0,00	6,4	70,0	11,2	<0,05	1,95	3,37	1,18	0,97
B-80-CG	0,8	16,1	70,0	0,00	6,4	70,0	10,4	<0,05	4,26	6,01	1,63	1,19
B-80	0,8	16,1	70,0	0,00	6,0	70,0	10,8	<0,05	1,55	2,88	0,83	0,86
Tonsil 522 FF	0,8	20,0	70,0	0,00	6,7	70,0	10,7	<0,05	2,75	3,53	1,33	1,02
Tonsil [®] Supreme 526 FF	0,8	18,4	70,0	0,00	4,8	70,0	12,9	<0,05	0,50	1,83	0,69	0,63
Tonsil 419 FF	0,8	18,0	70,0	0,00	4,4	70,0	13,2	<0,05	<0,4	1,56	0,41	0,44

Las eficacias calculadas a partir de los valores proporcionados en las Tablas 8 a 10 se resumen en la Tabla 11.

Tabla 11: Eficacia de la tierra decolorante en la purificación de aceite de palma en bruto (%)

producto	DOBI	Dosis (%)	Eficacia de decoloración	Eficacia de decoloración relativa	Eficacia de filtración	Eficacia de filtración relativa	Eficacia de retención de aceite	Eficacia de retención Relativa de aceite	Eficacia total
P-4000	2,79	0,4	83	50	85	17	77	16	82
B-80-CG	2,79	0,4	75	45	141	28	75	15	88
B-80	2,79	0,4	84	51	75	15	80	16	82
Tonsil 522 FF	2,79	0,4	78	47	102	21	111	22	90
Tonsil [®] Supreme 526 FF	2,79	0,4	96	58	132	27	80	16	100
Tonsil 419 FF	2,79	0,4	100	60	69	14	68	14	88
P-4000	1,7	0,8	68	41	85	17	77	16	73
B-80-CG	1,7	0,8	61	36	141	28	75	15	80
B-80	1,7	0,8	71	42	75	15	80	16	73
Tonsil 522 FF	1,7	0,8	65	39	102	21	111	22	81
Tonsil [®] Supreme 526 FF	1,7	0,8	90	54	132	27	80	16	96
Tonsil 419 FF	1,7	0,8	100	60	69	14	68	14	88

En una evaluación global de las eficacias de Tonsil[®] Supreme 526 FF, la tierra decolorante de acuerdo con la invención tiene una eficacia decolorante inferior pero una eficacia de filtración y una eficacia de retención del aceite superiores cuando se compara con Tonsil 419 FF. En la eficacia total, Tonsil[®] Supreme 526 FF tiene por tanto un mejor comportamiento que Tonsil 419 FF.

5

Ejemplo 4: Purificación de biodiesel

Preparación de biodiesel a partir de aceite de soja/palma:

10 La transesterificación es, de lejos, el método más habitual para producir biodiesel a partir de aceite de soja o de palma refinado, decolorado y desodorizado (RBD). Durante la reacción de transesterificación, el aceite vegetal se hace reaccionar en presencia de un catalizador (normalmente una base) con un alcohol (normalmente metanol) para obtener los ésteres de metilo de la mezcla de ácidos grasos correspondientes encontrados en el aceite y el glicerol correspondientes.

15

La purificación de biodiesel se llevó a cabo utilizando un adsorbente conocido (Magnesol[®], The Dallas Group of America, Inc. USA) y un adsorbente de acuerdo con la invención (Biosil[™], Süd-Chemie de México, S.A. de C.V., Puebla, MX). Las propiedades de Biosil[™] se resumen en la Tabla 12.

20

Tabla 12: Propiedades físicas de Biosil[™]

superficie específica (BET) (m ² /g)	218
volumen de poro (ml/g)	0,530
Distribución del volumen de poros (%)	
0-75 Å	16,7
75-140 Å	17,4
140-250 Å	24,0
250-800 Å	32,1
> 800 Å	9,8
capacidad de intercambio catiónico (meq/100 g)	45
volumen de sedimento en agua (ml/2 g)	<8
análisis de silicato (% en peso)	12,1
SiO ₂	73,5
Fe ₂ O ₃	3,1
Al ₂ O ₃	9,0
CaO	1,9
MgO	2,4
Na ₂ O	1,0
K ₂ O	1,1
TiO ₂	0,30
pérdida por ignición (2 h, 1000 ° C)	7,25
Total	99,55

Ensayos de purificación:

25 Se añadió metanol al 20 % y NaOH al 0,25 % (basado en el peso del aceite) al aceite de soja o aceite de palma refinado, decolorado y desodorizado (RBD). La mezcla se agitó durante 60 minutos a 400 revoluciones por minuto y 50 °C en un baño de agua y a continuación se dejó sedimentar durante 8 horas antes de la separación del glicerol por decantación. El biodiesel resultante (sin lavado posterior con agua) se neutralizó con ácido sulfúrico concentrado (96 %) y tratado con el 1 % (basado en el peso del biodiesel) de adsorbente de arcilla (Biosil[™], Süd-Chemie de México, S.A. de C.V., Puebla, MX) o con Magnesol[®] (silicato de magnesio sintético de the Dallas Group of America, Inc., USA) en condiciones ambientales durante 20 minutos a 250 revoluciones por minuto y por último se filtró a través de un papel de filtro adecuado para separar el adsorbente del biodiesel purificado. El biodiesel obtenido se analizó para su humedad de Karl-Fischer (%) de acuerdo con el método AOCS Ca 2e-84(97), el valor ácido en mg de KOH/g de acuerdo con el método AOCS Cd 3a-63, el índice de estabilidad oxidativo (OSI) de acuerdo con el método AOCS Cd 12b-92 y el contenido en metales pesados (ICP).

35

Los resultados de las purificaciones realizadas con Biosil[™] y con Magnesol[®] se resumen en la Tabla 13 (biodiesel de aceite de soja) y 14 (biodiesel de aceite de palma).

Tabla 13: Purificación del biodiesel obtenido a partir de aceite de soja

	Dosis (%)	Métodos AOCS						Metales pesados por ICP					
		Lovibond PFX950		Ca 2e-84 (97)	Cd 3a-63 Valor ácido en mg de KOH/g	Cd Estabilidad hrs		Cu ppm	P ppm	Ca ppm	Fe ppm	Mg ppm	
		Escala Lovibond	Color: 5 1/4"			OSI 110 ° C	OMA 97,8 ° C						
		R	A	Humedad de Karl-Fischer (%)									
Aceite de soja RBD	-	0,5	3,6	0,14	0,05	20,5	49,18	<0,05	<0,06	<0,06	<0,1		
Biodiesel de soja antes de la neutralización y la purificación	-	1,9	14,0	0,13	0,15	-	-	<0,05	<0,06	<0,06	0,35		
Tratamiento con Biosil sin neutralización (pH = 11,2)	1,0	2,1	15,0	0,11	0,20	3,55	8,12	<0,05	<0,06	<0,06	10,16		
Biodiesel a pH = 11,0 + H ₂ SO ₄ (hasta pH = 6,55) + Magnesol®	1,0	1,6	13,0	0,13	0,51	4,55	10,54	<0,05	<0,06	<0,06	0,48		
Biodiesel a pH = 11,0 + H ₂ SO ₄ (hasta pH = 6,55) + Biosil	1,0	1,6	13,0	0,13	0,48	4,90	11,39	<0,05	<0,06	<0,06	0,27		

Tabla 14: Purificación del biodiesel obtenido a partir de aceite de palma

	Dosis (%)	Métodos AOCS						Metales pesados por ICP					
		Lovibond PFX950		Ca 2e-84 (97)	Cd 3a-63 Valor ácido en mg de KOH/g	Cd Estabilidad hrs		Cu ppm	P ppm	Ca ppm	Fe ppm	Mg ppm	
		Escala Lovibond	Color: 5 1/4"			OSI 110 ° C	OMA 97,8 ° C						
		R	A	Humedad de Karl-Fischer (%)									
Aceite de palma RBD	-	2,8	51	0,03	0,06	22,0	52,82	<0,05	<0,06	<0,06	<0,1		
Biodiesel de palma antes de la neutralización y la purificación	-	2,9	50,0	0,13	0,10	-	-	<0,05	<0,06	<0,06	0,28		
Tratamiento con Biosil sin neutralización (pH = 11,2)	1,0	2,0	31,0	0,10	0,20	7,80	18,42	<0,05	<0,06	<0,06	6,38		
Biodiesel a pH = 11,0 + H ₂ SO ₄ (hasta pH = 6,55) + Magnesol®	1,0	1,9	28,0	0,09	0,50	11,95	28,47	<0,05	<0,06	<0,06	0,67		
Biodiesel a pH = 11,0 + H ₂ SO ₄ (hasta pH = 6,55) + Biosil	1,0	1,9	28,0	0,10	0,51	14,00	33,44	<0,05	<0,06	<0,06	0,36		

REIVINDICACIONES

1. Método para la producción de un adsorbente, en particular una tierra decolorante, en el que un material de arcilla que tiene:
- 5
- una superficie específica de 180 a 300 m²/g;
 - un volumen de poro total del 0,5 a 0,7 ml/g;
 - en el que al menos el 60 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro de al menos 140 Å, al menos el 40 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro inferior a 250 Å, al menos el 15 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que tienen un diámetro de 140 a 250 Å y menos del 20 % del volumen de poro total está formado por poros que tienen un diámetro de > 800 Å; y
 - un contenido de SiO₂ entre más del 60 % en peso y menos del 75 % en peso;
 - un contenido de aluminio, calculado en forma de Al₂O₃, entre menos del 12 % en peso y más del 2 % en peso; y
 - teniendo dicho material de arcilla una estructura amorfa de acuerdo con los datos de XRD;
- 10
- 15 se activa mediante un procedimiento de activación, en el que se activa la arcilla poniendo en contacto el material de arcilla con un ácido.
2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el material de arcilla contiene aluminio, calculado en forma de Al₂O₃, en una cantidad inferior al 10 % en peso.
- 20
3. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 y 2, en el que el ácido se deposita sobre la arcilla en una cantidad del 2 al 5 % en peso, calculada en forma de ácido anhídrido y basada en el peso seco del material de arcilla.
- 25
4. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 y 2, en el que el material de arcilla se lixivia con el ácido.
5. Método de acuerdo con la reivindicación 4, en el que la cantidad de ácido se selecciona dentro de un intervalo del 15 al 40 % en peso, calculada en forma de ácido anhídrido y basada en el peso seco del material de arcilla.
- 30
6. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 4 o 5, en el que el material de arcilla se separa del ácido después de la extracción, lavado, secado y opcionalmente molido.
7. Método para la decoloración de grasas y/o aceites, en el que
- 35
- se proporciona un aceite en bruto derivado de un material animal o vegetal;
 - el aceite en bruto se trata con un material decolorante que comprende un material de arcilla que tiene:
- una superficie específica de 180 a 300 m²/g;
 - un volumen de poro total del 0,5 a 0,7 ml/g;
 - en el que al menos el 60 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro de al menos 140 Å, al menos el 40 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que tienen un diámetro de poro inferior a 250 Å, al menos el 15 % del volumen de poro total está proporcionado por poros que tienen un diámetro de 140 a 250 Å y menos del 20 % del volumen de poro total está formado por poros que tienen un diámetro de > 800 Å;
 - un contenido de SiO₂ entre más del 60 % en peso y menos del 75 % en peso;
 - un contenido de aluminio, calculado en forma de Al₂O₃, entre menos del 12 % en peso y más del 2 % en peso; y
 - teniendo dicho material de arcilla una estructura amorfa de acuerdo con los datos de XRD; y
 - el aceite lixiviado se separa del material decolorante utilizado.
- 40
- 45
- 50
8. Método de acuerdo con la reivindicación 7, en el que el material de arcilla es un material de arcilla activada por ácido.
9. Método de acuerdo con la reivindicación 8, en el que la cantidad de ácido depositado sobre el material de arcilla se selecciona dentro de un intervalo del 2 al 5 % en peso, calculada en forma de ácido anhídrido y basada en el peso seco del material de arcilla.
- 55
10. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 7 a 9, en el que el aceite en bruto se selecciona entre el grupo de aceite de canola, aceite de soja, aceite de colza, aceite de palma y aceite de girasol.
- 60
11. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 7 a 10, en el que el aceite contiene fósforo en una cantidad inferior a 100 ppm.
- 65
12. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 7 a 11, en el que el aceite en bruto se transesterifica con metanol antes del tratamiento con el material de arcilla.