



OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: 2 593 232

51 Int. Cl.:

C11B 13/00 (2006.01) A23D 9/02 (2006.01) C11B 3/06 (2006.01) C11B 3/10 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: 05.10.2011 PCT/JP2011/073465

(87) Fecha y número de publicación internacional: 19.04.2012 WO12050144

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 05.10.2011 E 11832578 (6)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: 07.09.2016 EP 2628782

(54) Título: Agente desoxidante para aceites comestibles y método para la regeneración del aceite comestible usado usando el mismo

(30) Prioridad:

06.09.2011 JP 2011193608 19.10.2010 JP 2010234189 13.10.2010 JP 2010230266

Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: **07.12.2016**

73) Titular/es:

KYOWA CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. (100.0%) 305 Yashimanishimachi Takamatsu-shi, Kagawa 761-0113, JP

(72) Inventor/es:

TACHIFUJI, TOMOKO

74 Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

DESCRIPCIÓN

Agente desoxidante para aceites comestibles y método para la regeneración del aceite comestible usado usando el mismo

Campo técnico

La presente invención se refiere a un agente de desoxidación para aceites comestibles y un método de regeneración de un aceite comestible usado.

Antecedentes de la invención

Ya que un aceite comestible usado para cocinar alimentos fritos en casa y en la industria de los restaurantes y en la industria alimentaria se deteriora cada vez que se usa, este se desecha o se cambia regularmente. En contraste a esto, un impulso para regenerar un aceite comestible usado así como para reciclarlo es dispersarlo con el fin de reducir la carga ambiental y los costes de cocción.

Los efectos requeridos para los agentes para regenerar un aceite comestible usado se dividen aproximadamente en dos. Uno de ellos es un efecto de desoxidación para convertir un ácido graso libre producido por el deterioro en un 20 compuesto difícilmente soluble en aceites y grasas y la retirada del mismo, y el otro es un efecto decolorante para adsorber el material colorante a partir de un aceite comestible que se ha vuelto de color parduzco y retirándolo para regresar el color del aceite comestible deteriorado a casi la de un aceite nuevo. Para la regeneración de un aceite comestible, como agentes de desoxidación, se conocen óxido de calcio, hidróxido de calcio, silicato de calcio, óxido de magnesio, hidróxido de magnesio y silicato de magnesio (algunos de estos se mencionan por ejemplo en el 25 Documento de Patente 7). Como agentes decolorantes, se conocen el óxido de silicio, tierra ácida, tierra activada, silicato de aluminio, hidróxido de aluminio y carbono activado (Documento de Patente 1, Documento de Patente 2, Documento de Patente 3, Documento de Patente 4 y Documento de Patente 5).

Una reacción entre el agente de desoxidación anterior y el ácido graso libre contenido en el aceite comestible es una 30 reacción entre un ácido y una base sólida. En este caso, como el área superficial específica se vuelve más grande, el área de contacto con el ácido se incrementa de manera natural, con lo que se espera que la velocidad de desoxidación y la capacidad desoxidante se vuelva ventajosa. En el Documento de Patente 2 y el Documento de Patente 3, un material poroso inorgánico que tiene un área superficial específica grande, tal como el óxido de silicio se sumerge en una solución acuosa de magnesio o una solución acuosa de calcio, se seca y después se hornea para incrementar el 35 área superficial específica del agente de desoxidación. Sin embargo, ya que el agente de desoxidación sintetizado mediante este método tiene un bajo contenido de la base sólida, su capacidad de desoxidación teórica por unidad de peso se vuelve pequeña.

Aunque la desoxidación de un aceite comestible se lleva a cabo usando hidróxido de magnesio en el Documento de 40 Patente 5, se establece meramente que la pureza de hidróxido de magnesio es el 97 % en peso o más, y este hidróxido de magnesio está disponible en el mercado como hidróxido de magnesio de alta pureza en sí mismo.

Una idea de que las partículas de hidróxido de magnesio que tienen un área superficial específica BET grande pueden obtenerse añadiendo un anión divalente que pudiera frenar el crecimiento de cristales de partículas de hidróxido de magnesio en la etapa de producción de partículas de hidróxido de magnesio, se le ocurrió a una inventora de la presente invención. Ella encontró que las partículas de hidróxido de magnesio que contenían grupo carbonato, que tenían un área superficial específica BET más grande que las partículas de hidróxido de magnesio convencional, se obtenían cuando una solución salina de magnesio se hizo reaccionar con una sustancia alcalina en presencia de un ión CO₃ basándose en esta idea, y propuso las partículas de hidróxido de magnesio que contenían grupo carbonato, previamente. El hidróxido de magnesio que contiene grupo carbonato tiene un área superficial específica BET de 80 m²/g o más, posiblemente 200 m²/g o más (Documento de Patente 6).

```
(Documento de Patente 1) JP-A 2-307526
Documento de Patente 2) JP-A 2006-241245
(Documento de Patente 3) JP-A 2006-334221
Documento de Patente 4) JP-A 2007-143525
(Documento de Patente 5) JP-A 2010-163569
(Documento de Patente 6) WO2008/123566
(Documento de Patente 7) JP-A-2001-335793
```

Divulgación de la invención

Es un objeto de la presente invención para proporcionar un agente de desoxidación para aceites comestibles que tienen un efecto de desoxidación excelente y un método de regeneración de un aceite comestible usado mediante el uso del mismo.

2

10

15

5

45

50

55

60

Cuando la inventora realizó estudios intensivos para resolver el problema anterior, ella encontró que el hidróxido de magnesio que contenía grupo carbonato que tenía un área superficial específica BET grande o un producto horneado del mismo, tenía un efecto de desoxidación extremadamente grande en comparación con el hidróxido de magnesio u óxido de magnesio convencional. La presente invención se logró basándose en este hallazgo. La invención incluye las siguientes invenciones.

1. Un agente de desoxidación para aceites comestibles que tiene un diámetro de partícula promedio de 50 a 1000 µm y que comprende partículas granuladas,

donde la partícula granulada se obtiene mediante la granulación de las partículas de hidróxido de magnesio que contienen grupo carbonato o partículas horneadas del mismo,

donde las partículas de hidróxido de magnesio que contienen grupo carbonato se representan por la siguiente fórmula (1) y tiene un área superficial específica BET de 80 a 400 m²/g:

$$Mg(OH)_{2-x}(CO_3)0,5x \cdot mH_2O \qquad (1)$$

15

25

30

35

10

5

donde x satisface $0.02 \le x \le 0.7 \text{ y}$

m satisface 0 < m < 1.

- 2. El agente de desoxidación para aceites comestibles en el párrafo 1 anterior, donde la temperatura de horneado de las partículas horneadas es de 350 a 900 °C.
- 3. El agente de desoxidación para aceites aceites comestibles en el párrafo 1 anterior, donde la temperatura de horneado de las partículas horneadas es de 400 a 800 °C.
 - 4. El agente de desoxidación para aceites comestibles en el párrafo 1 anterior 1, donde el área superficial específica BET de las partículas horneadas es de 30 a 500 m²/g.
 - 5. El agente de desoxidación para aceites comestibles en el párrafo 1 anterior, donde el área superficial específica BET de las partículas horneadas es de 100 a 400 m²/g.
 - 6. El agente de desoxidación para aceites comestibles en el párrafo 1 anterior, donde la partícula granulada además comprende al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en óxido de calcio, hidróxido de calcio, silicato de calcio, óxido de magnesio, hidróxido de magnesio y silicato de magnesio.
 - 7. El agente de desoxidación para aceites comestibles en el párrafo 1 anterior, donde la partícula granulada además comprende un agente decolorante.
 - 8. El agente de desoxidación para aceites comestibles en el párrafo 7 anterior, donde el agente decolorante es al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en dióxido de silicio, tierra ácida, tierra activada, silicato de aluminio, hidróxido de aluminio y carbono activado.
 - 9. Un método de regeneración de un aceite comestible usado, que comprende poner en contacto el aceite comestible usado con el agente de desoxidación de los párrafos 1 a 8 anteriores a 200 °C o inferior.
 - 10. El uso del agente de desoxidación para aceites comestibles del párrafo 1 anterior para regenerar un aceite comestible.

Breve descripción de los dibujos

40

La Fig. 1 muestra una fotografía SEM del producto granulado del agente de desoxidación (Ejemplo 3) de la presente invención;

Mejor modo para llevar a cabo la invención

45

<agente de desoxidación para aceites comestibles>

(hidróxido de magnesio que contiene grupo carbonato)

El agente de desoxidación para aceites comestibles de la presente invención comprende partículas de hidróxido de magnesio que contienen grupo carbonato, representadas por la siguiente fórmula (1) o partículas horneadas del mismo. El componente principal del agente de desoxidación para aceites comestibles son las partículas de hidróxido de magnesio que contienen grupo carbonato, representadas por la fórmula (1) o partículas horneadas del mismo. El agente de desoxidación para aceites comestibles puede consistir en partículas de hidróxido de magnesio que contienen grupo carbonato o partículas horneadas del mismo pero puede comprender otros aditivos.

El hidróxido de magnesio que contiene grupo carbonato se representa por la siguiente fórmula (1).

Mag
$$(OH)_{2-x}(CO_3)_{0.5x}$$
·mH2O (1)

60

En la fórmula anterior, x satisface $0.02 \le x \le 0.7$, preferentemente $0.04 \le x \le 0.6$, más preferentemente $0.06 \le x \le 0.3$.

En la fórmula, m satisface $0 \le m \le 1$, preferentemente $0 \le m \le 0.6$, más preferentemente $0 \le m \le 0.4$.

65 El límite inferior del área superficial específica BET de cada una de las partículas de hidróxido de magnesio que contienen grupo carbonato es 80 m²/g, preferentemente 100 m²/g, más preferentemente 120 m²/g. El límite superior

ES 2 593 232 T3

del área superficial específica BET es 400 m²/g, preferentemente 350 m²/g, más preferentemente 300 m²/g.

El hidróxido de magnesio que contiene el grupo carbonato puede producirse haciendo reaccionar una sal de magnesio soluble en agua con un hidróxido de metal alcalino o agua amoniacal en presencia de un carbonato. Los ejemplos de la sal de magnesio soluble en agua, incluyen sulfato de magnesio, cloruro de magnesio, nitrato de magnesio y acetato de magnesio. Los ejemplos del hidróxido de metal alcalino incluyen, hidróxido sódico e hidróxido potásico. El agua amoniacal puede usarse en lugar del hidróxido de metal alcalino. Los ejemplos del carbonato incluyen, carbonato sódico, bicarbonato sódico, carbonato potásico, bicarbonato potásico y carbonato de amonio.

- La temperatura de reacción es preferentemente de 5 a 60 °C. El tiempo de reacción es preferentemente de 3 a 180 minutos. La limpieza es preferentemente limpieza pasando agua en una cantidad de 5 a 50 veces el peso de un sólido o limpieza por emulsificación. La temperatura de secado es preferentemente de 90 a 350 °C.
- El hidróxido de magnesio que contiene grupo carbonato que tiene un área superficial específica grande, puede obtenerse haciendo reaccionar una sal de magnesio soluble en agua con un hidróxido de metal alcalino o agua amoniacal en presencia de un carbonato para frenar el crecimiento del cristal del hidróxido de magnesio.

(partículas horneadas)

- La inventora también encontró que las partículas horneadas que tenían un área superficial específica BET de 30 a 500 m²/g obtenida mediante el horneado de las partículas de hidróxido de magnesio que contenían grupo carbonato representadas por la fórmula (1) de 350 a 900 °C tenían un efecto de desoxidación más grande que las partículas de óxido de magnesio convencionales. La temperatura de horneado es preferentemente de 400 a 800 °C, más preferentemente de 450 a 700 °C. El horneado puede realizarse en la atmósfera o al vacío.
 - El área superficial específica BET de cada una de las partículas horneadas es preferentemente de 30 a 500 m²/g, más preferentemente de 100 a 400 m²/g.
- Cuando la temperatura de horneado es de 350 a 400 °C, cada una de las partículas horneadas se vuelve una mezcla de un hidróxido de magnesio que contiene grupo carbonato y una partícula de óxido de magnesio. Cuando la temperatura de horneado es 450 °C o superior, la partícula horneada se vuelve una partícula de óxido de magnesio, completamente.

(producto granulado)

35

40

Las partículas de hidróxido de magnesio que contienen grupo carbonato y las partículas horneadas del mismo tienen tal propiedad de granulación excelente debido a sus áreas superficiales específicas BET, de modo que puede un producto granulado que tiene una alta resistencia a la granulación mediante secado por pulverización o similar sin adición de un aglutinante.

El diámetro de partícula promedio del producto granulado es de 50 a 1000 μ m, preferentemente de 100 a 900 μ m, más preferentemente de 150 a 800 μ m.

Como medio de granulación, una granulación por extrusión en el que una torta deshidratada o el producto obtenido mediante el amasado del polvo seco después de añadir agua, se presiona contra una malla que tiene un cierto tamaño para permitir el paso a través de está forzadamente y la granulación en seco en la que los polvos secos se moldean por compresión y el producto moldeado se muele y se clasifica, pudiendo emplearse además de la granulación por pulverización. Sin embargo, ya que se aplica una presión grande para la granulación en la granulación por extrusión y en la granulación en seco, se reduce el número de espacios en la partícula granulada y se reduce ligeramente el área superficial específica BET. A este respecto, un producto granulado por pulverización conserva espacios en las partículas granuladas y puede desoxidar de manera efectiva un aceite comestible.

Estos productos granulados no se colapsan incluso cuando se hornean y no se convierten en polvo en un aceite comestible. Aunque el rendimiento de filtración del agente de desoxidación tiene un gran efecto en la eficiencia de trabajo cuando el agente de desoxidación y el aceite y el aceite regenerado se separan el uno del otro por filtración después de la desoxidación de un aceite comestible, un producto granulado del agente de desoxidación de la presente invención tiene una velocidad de filtración alta y una excelente eficiencia de trabajo.

Por lo tanto, la presente invención incluye un agente de desoxidación para aceites comestibles que tiene un diámetro de partícula promedio de 50 a 1000 µm y que comprende partículas granuladas de hidróxido de magnesio que contienen grupo carbonato o partículas horneadas de las partículas de hidróxido de magnesio que contienen grupo carbonato granuladas, donde las partículas de hidróxido de magnesio que contiene grupo carbonato son como se definen en el presente documento.

65

(agente de desoxidación, otro agente de desoxidación)

El agente de desoxidación para aceites comestibles de la presente invención puede comprender un agente decolorante además de las partículas de hidróxido de magnesio que contienen grupo carbonato o de las partículas horneadas del mismo. Cuando el agente de desoxidación comprende ambos, puede producirse un excelente efecto desoxidante y un excelente efecto decolorante al mismo tiempo. El agente decolorante es al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en dióxido de silicio, tierra ácida, tierra activada, silicato de aluminio, hidróxido de aluminio y carbono activado. El contenido del agente decolorante no está particularmente limitado, pero es preferentemente de 10 a 2000 partes por peso, más preferentemente de 50 a 1000 partes por peso, en base a 100 partes por peso de las partículas de hidróxido de magnesio que contienen grupo carbonato o partículas horneadas del mismo.

El agente de desoxidación para aceites comestibles de la presente invención puede comprender otro agente de desoxidación además de las partículas de hidróxido de magnesio que contienen grupo carbonato o de las partículas horneadas del mismo. El agente de desoxidación es al menos uno seleccionado entre el grupo que consiste en óxido de calcio, hidróxido de calcio, silicato de calcio, óxido de magnesio, hidróxido de magnesio y silicato de magnesio.

<método de regeneración de un aceite comestible>

20 Un aceite usado comestible calentado a 200 °C o inferior, puede regenerarse poniendo en contacto con el agente de desoxidación de la presente invención como agentes de desoxidación conocidos. La cantidad del agente de desoxidación de la presente invención, es preferentemente de 0,05 a 20 partes por peso, más preferentemente de 0,1 a 10 partes por peso, mucho más preferentemente de 0,2 a 5 partes por peso, en base a 100 partes por peso del aceite comestible.

El método de poner en contacto el aceite comestible con el agente de desoxidación no está particularmente limitado, pero se emplean los siguientes métodos.

Después de añadirse directamente el agente de desoxidación a un aceite comestible usado y agitarse, el agente de desoxidación y el aceite regenerado se separan el uno del otro por sedimentación. Después de añadirse directamente el agente de desoxidación de la presente invención a un aceite comestible usado y agitarse, el agente de desoxidación y el aceite regenerado se separan el uno del otro por filtración. Después de añadirse directamente el agente de desoxidación de la presente invención a un aceite comestible usado y agitarse, el agente de desoxidación y el aceite regenerado se separan el uno del otro por centrifugación. Un papel filtro o una bolsa de tela de filtro rellena con el agente de desoxidación de la presente invención se inyecta en un aceite comestible usado y se retira después de un cierto tiempo. Se fabrica un filtro cargando papel filtro o la tela de filtro con el agente de desoxidación de la presente invención y se hace pasar un aceite comestible usado a través del filtro.

La presente invención incluye el uso del agente de desoxidación para aceites comestibles para la regeneración de un aceite comestible.

Ejemplos

10

15

25

40

45

50

55

60

Los siguientes ejemplos se proporcionan con el propósito de ilustrar adicionalmente la presente invención, pero no se tienen que tomar de ninguna manera como limitantes.

Ejemplo 1 (Ejemplo de Referencia)

Aproximadamente se filtraron 23,4 litros de una suspensión obtenida llevando a cabo una reacción de inyección continúa entre 12 litros de una solución acuosa 1,5 mol/l de cloruro de magnesio y 11,4 litros de una solución mixta alcalina 3,0 N (NaOH:Na $_2$ CO $_3$ = 18:1) durante un tiempo de 10 minutos en agitación a temperatura ambiente, y el filtrado se limpió pasando 21 litros de agua, se deshidrato y se secó a 105 °C con un secador tipo anaquel durante 18 horas. El producto secado se molió y se dejó pasar a través de una red metálica que tenía una abertura de 150 μ m para obtener un agente de desoxidación que consistía en partículas de hidróxido de magnesio que contenían el grupo carbonato, que tienen un área superficial específica BET de 251 m 2 /g y se representa por la siguiente fórmula

 $Mg(OH)_{1.80}(CO_3)_{0.10} \cdot 0,10 H_2O$

Ejemplo 2 (Ejemplos de referencia)

Se obtuvo un agente de desoxidación que tenía un área superficial específica BET de 298 m²/g mediante el horneado de las partículas de hidróxido de magnesio que contenían el grupo carbonato del Ejemplo 1 a 400 °C durante 2 horas. Su imagen de difracción de rayos X mostró que este era una mezcla de hidróxido de magnesio y óxido de magnesio.

Ejemplo 3

Aproximadamente se filtraron 23,4 litros de una suspensión obtenida llevando a cabo una reacción de inyección continúa entre 12 litros de una solución acuosa 1,5 mol/l de cloruro de magnesio y 11,4 litros de una solución mixta alcalina 3,0 N (NaOH: Na₂CO₃ = 18:1) durante un tiempo de residencia de 10 minutos en agitación a temperatura ambiente, y el filtrado se lavó pasando 21 litros de agua y emulsificada con agua para preparar 10 litros de un producto emulsificado. El producto obtenido se secó por aerosol para obtener un agente de desoxidación esférico que consiste en partículas de hidróxido de magnesio que contenían el grupo carbonato que tenían un diámetro de partícula promedio de 166 μm y un área superficial específica BET de 262 m²/g y se representa por la siguiente fórmula.

Mg(OH)1,80(CO₃)_{0,10}·0,18H₂O

Ejemplo 4

10

Se obtuvo un agente de desoxidación esférico que tenía un área superficial específica BET de 296 m²/g mediante el horneado de las partículas esféricas del grupo carbonato del Ejemplo 3 a 400 °C durante 2 horas. Su imagen de difracción de rayos X mostró que este era una mezcla de hidróxido de magnesio y óxido de magnesio.

Ejemplo 5

20

Se obtuvo un área superficial específica BET de 268 m²/g mediante el horneado de las partículas esféricas de hidróxido de magnesio que contenían el grupo carbonato del Ejemplo 3 a 500 °C durante 2 horas. Su imagen de difracción de rayos X mostró que este era óxido de magnesio.

25 Ejemplo 6

30

35

40

45

50

55

60

Un agente de desoxidación esférico que tenía un área superficial específico BET de 102 m²/g mediante el horneado de las partículas esféricas de hidróxido de magnesio que contenían el grupo carbonato del Ejemplo 3 a 700 °C durante 2 horas. Su imagen de difracción de rayos X mostró que este era óxido de magnesio.

Ejemplo Comparativo 1

Se usaron partículas de hidróxido de magnesio (Nombre comercial: KISUMA SD) de Kyowa Chemical Industry Co., Ltd. como agente de desoxidación. Tenían un área superficial específica BET de 32 m²/g.

Ejemplo Comparativo 2

Se usaron partículas de hidróxido de magnesio (Nombre comercial: KyowasuimaguF) de Kyowa Chemical Industry Co., Ltd. como agente de desoxidación. Tenían un área superficial específica BET de 58 m²/g.

Ejemplo Comparativo 3

Se usaron gránulos de óxido de magnesio (Nombre comercial: Maika) de Kyowa Chemical Industry Co., Ltd. como agente de desoxidación. Tenían un área superficial específica BET de 25 m²/g.

Ejemplo Comparativo 4

Se usaron partículas de Hidrotalcita (Nombre comercial: KYOWAAD 500SH) de Kyowa Chemical Industry Co., Ltd. como agente de desoxidación. Tenían un área superficial específica BET de 102 m²/g.

Se analizaron los agentes de desoxidación de los Ejemplos 1 a 6 y los Ejemplos Comparativos 1 a 4 por los siguientes métodos.

- (1) Magnesio (Mg); método de valoración de quelato
- (2) Ácido carbónico (CO₂); JIS R9101 método de valoración de una solución de hidróxido sódico-ácido clorhídrico
- (3) Pérdida en el secado (H2O); JSPI (Ingredientes Farmacéuticos Estándar Japoneses), pérdida en el secado
- (4) Área superficial específica BET; aparato de adsorción de nitrógeno líquido (NOVA2000 de Yuasa Ionics Co., Ltd.)
- (5) Análisis estructural de rayos X; aparato de difracción de rayos X automático (RINT2200V de Rigaku Corporation)

<Pruebas de desoxidación>

Las pruebas de desoxidación se realizaron en los Ejemplos 1 a 6 y los Ejemplos Comparativos 1 a 4 mediante los siguientes métodos.

Prueba 1 de desoxidación de aceite de canola comestible usado

10

Se añadió una cantidad predeterminada de una muestra de agente de desoxidación a 50 g de un aceite de canola comestible usado (valor ácido $\simeq 1,5$) calentado hasta 180 °C y se dejó a temperatura ambiente durante 10 minutos sin agitarlo. Después de esto, el valor ácido del aceite regenerado obtenido por filtración se midió con un dispositivo de ensayo VA Simple Pack (para la medición del deterioro de un aceite o grasa, fabricado por Sibata Scientific Technology Ltd.). El dispositivo de ensayo VA Simple Pack es un kit de prueba capaz de medir fácilmente el valor ácido de un aceite o grasa y determinar el valor ácido por la comparación de color con un diagrama de color estándar accesorio. Los colores del diagrama de color estándar se muestran a continuación y los resultados de la prueba se muestran en la Tabla 1.

Dispositivo de ensayo AV1: valor ácido de 0,5 o menos azul

valor ácido de 1,0 verde valor ácido de 1,5 o más amarillo

Dispositivo de ensayo AV2: valor ácido de 1,5 o menos azul

valor ácido de 2,0 verde

valor ácido de 2,5 o más amarillo Dispositivo de ensayo AV3: valor ácido de 2,5 o menos azul

valor ácido de 3,0 verde valor ácido de 3,5 o más amarillo

Tabla 1

		Tubla 1		
	Cantidad de agente de	Dispositivo de ensayo de color AV2/	Dispositivo de ensayo de color	Juicio total del valor
	desoxidación	juicio	AV1/ juicio	ácido
Sin adición	0,0 g	Azul/1,5 <u>></u>	Amarillo/1,5<	1,5
Ejemplo 1 (Ejemplo de	2,0 g	Azul/1,5 <u>></u>	Azul/1,5 <u>></u>	0,5 <u>></u>
	1,0 g	Azul/1,5 <u>></u>	Azul/1,5 <u>></u>	0,5 <u>></u>
	0,5 g	Azul/1,5 <u>></u>	Azul-verde/0,5-1,0	0,5-1,0
referencia	0,2 g	Azul/1,5 <u>></u>	Verde/1,0	1:0
	0,1 g	Azul/1,5 <u>></u>	Amarillo-verde/ 1,0-1,5	1,0-1,5
	2,0 g	Azul/1,5 <u>></u>	Azul/1,5 <u>></u>	0,5 <u>></u>
	1,0 g	Azul/1,5>	Azul/1,5>	0,5>
	0,5 g	Azul/1,5>	Azul/1,5>	0,5>
Ejemplo 2 (Ejemplo de	0,2 g	Azul/1,5>	Azul/1,5>	0,5>
referencia)	0,1 g	Azul/1,5>	Azul/1,5>	0,5>
· 	0,05 g	Azul/1,5 <u>></u>	Verde/1,0	1,0
	0,02 g	Azul/1,5 <u>></u>	Amarillo-verde/ 1,0-1,5	1,0-1,5
	2,0 g	Azul/1,5>	Azul/1,5>	0,5>
	1,0 g	Azul/1,5 <u>></u>	Azul-verde	0,5-1,0
Ejemplo 3			0,5-1,0	
	0,5 g	Azul/1,5 <u>></u>	Verde/1,0	1,0
	0,2 g	Azul/1,5 <u>></u>	Amarillo-verde 1,0-1,5	1,0-1,5
	2,0 g	Azul/1,5 <u>></u>	Azul/1,5 <u>></u>	0,5≥
	1,0 g	Azul/1,5 <u>></u>	Azul/1,5 <u>></u>	0,5 <u>></u>
Ejemplo 4	0,5 g	Azul/1,5 <u>></u>	Azul-verde/ 0,5-1,0	0,5-1,0
,	0,2 g	Azul/1,5>	Verde/1,0	1,0
	0,1 g	Azul/1,5 <u>></u>	Amarillo-verde/ 1,0-1,5	1,0-1,5
	2,0 g	Azul/1,5>	Verde/1,0	1,0
Ej. C. 1	1,0 g	Azul/1,5 <u>></u>	Amarillo-verde/ 1,0-1,5	1,0-1,5
Ej. C. 2	2,0 g	Azul/1,5>	Azul/1,5>	0,5>
	1,0 g	Azul/1,5>	Verde/1,0	1,0
	0,5 g	Azul/1,5 <u>></u>	Amarillo-verde/ 1,0-1,5	1,0-1,5
	2,0 g	Azul/1,5>	Verde/1,0	1,0
Ej. C. 3	1,0 g	Azul/1,5 <u>></u>	Amarillo-verde/ 1,0-1,5	1,0-1,5

	Cantidad de agente de desoxidación	Dispositivo de ensayo de color AV2/ juicio	Dispositivo de ensayo de color AV1/ juicio	Juicio total del valor ácido
Ej. C.: Ejemplo comparat	tivo			

Como se muestra en la Tabla 1, en la prueba de desoxidación del aceite de canola comestible usado en el que la agitación no se llevó a cabo, en los Ejemplos Comparativos 1 a 3, se requirió de 1,0 a 2,0 g del agente de desoxidación para reducir el valor ácido de 50 g del aceite que tenía un valor ácido de 1,5 a 1. En los Ejemplos 1 a 4, el valor ácido podría reducirse a 1 mediante el uso de 0,05 a 0,5 g del agente desoxidación. En comparación de los Ejemplos Comparativos 1 a 3, los Ejemplos 1 a 4 exhibían un efecto de desoxidación excelente con una pequeña cantidad cuando no existió dispersión por agitación.

Prueba 2 de desoxidación, desoxidación de un aceite modelo (aceite de canola comestible cuyo valor ácido se ha controlado)

Se añadió ácido oleico a un aceite de canola comestible sin usar para preparar un aceite modelo que tenía un valor ácido de 2,5. Se añadieron 0,5 g de la muestra del agente de desoxidación a 50 g del aceite modelo, calentado hasta 150 °C, se agitó durante 1 minuto y se dejó a temperatura ambiente durante 1 hora. Después de esto, el valor ácido del aceite regenerado obtenido por filtración se midió con el dispositivo de ensayo VA Simple Pack. Los resultados de la prueba se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2

I abia Z				
	Dispositivo de ensayo	Dispositivo de ensayo	Dispositivo de ensayo	Juicio total del valor
	de color AV3/ juicio	de color AV2/ juicio	de color AV1/ juicio	ácido
Sin adición	Azul/2,5 <u>></u>	Amarillo 2,5<	Amarillo 1,5<	2,5
Ejemplo 1*	Azul/2,5 <u>></u>	Azul/1,5 <u>></u>	Azul/0,5 <u>≥</u>	
Ejemplo 2*	Azul/2,5 <u>></u>	Azul/1:5 <u>></u>	Azul/0,5 <u>≥</u>	
Ejemplo 4	Azul/2,5 <u>></u>	Azul/1,5 <u>></u>	Azul/0,5 <u>≥</u>	
Ejemplo 5	Azul/2,5 <u>></u>	Azul/1,5 <u>></u>	Azul/0,5 <u>≥</u>	
Ejemplo 6	Azul/2,5 <u>></u>	Azul/1,5 <u>></u>	Azul/0,5 <u>≥</u>	
Ejemplo Comparativo 2	Azul/2,5 <u>></u>	Azul/1,5 <u>></u>	Amarillo/1,5<	1,5
Ejemplo Comparativo 3	Azul/2,5 <u>></u>	Amarillo-verde/ 2,0-2,5	Amarillo/1,5<	2,0-2,5
Ejemplo Comparativo 4	Azul/2,5 <u>></u>	Verde/2,0	Amarillo/1,5<	2,0
*Ejemplo de referenc	cia			

Como se muestra en la Tabla 2, en la prueba de desoxidación del aceite modelo preparado mediante la adición de una cantidad fija del agente de desoxidación y que se agita durante 1 minuto, el valor ácido del aceite que tiene un valor ácido de 2,5 se redujo a 0,5 o menos en los Ejemplos 1, 2 y 4 a 6, mientras que el valor ácido del aceite se redujo a 1,5 o más en los Ejemplos Comparativos 2 a 4. El agente de desoxidación de la presente invención (en los Ejemplos 4 a 6) exhibe un mayor efecto de desoxidación mediante agitación.

Prueba 3 de desoxidación del aceite de manteca usado

20

25

30

35

Justo después de que se añadiese una cantidad predeterminada de la muestra del agente de desoxidación a 50 g de un aceite de manteca usado, calentado hasta 150 °C (valor ácido $\simeq 7.0$) y se agitó a 150 °C durante 15 minutos, la mezcla resultante se filtró. El valor ácido del aceite regenerado obtenido por filtración se midió con el dispositivo de ensayo VA Simple Pack. El aceite regenerado que tenía un valor ácido de 3,5 o más cuando se midió con el probador AV3, se diluyó de nuevo con un aceite de manteca usado para medir el valor ácido del aceite diluido. Los resultados de la prueba se muestran en la Tabla 3.

Tahla 3

		i abia 5		
	Sin adición	Ejemplo 5	Ejemplo Comparativo 3	Ejemplo Comparativo 4
Factor de dilución	X1	X1	X1	X1
Dispositivo de ensayo de color AV3/ juicio	Amarillo/3,5<	Azul/2,5 <u>></u>	Amarillo/3,5<	Amarillo/3,5<
Dispositivo de ensayo de color AV2/ juicio	Amarillo/2,5<	Azul/1,5 <u>></u>	Amarillo/2,5 <u><</u>	Amarillo/2,5 <u><</u>
Dispositivo de ensayo de color AV1/ juicio	Amarillo/1,5<	Azul/0,5 <u>></u>	Amarillo/1,5 <u><</u>	Amarillo/1,5<
Valor ácido después de la dilución	3,5≤	0,5 <u>></u>	3,5≤	3,5 <u><</u>
Factor de dilución	X2		X2	X2

	Sin adición	Ejemplo 5	Ejemplo Comparativo 3	Ejemplo Comparativo 4
Dispositivo de ensayo de color AV3/ Juicio	Amarillo/3,5≤		Azul/2,5 <u>></u>	Azul/2,5 <u>></u>
Dispositivo de ensayo de color AV2/ Juicio	Amarillo/2,5<		Amarillo/2,5<	Azul/1,5 <u>></u>
Dispositivo de ensayo de color AV1/ Juicio	Amarillo/1,5<		Amarillo/1,5<	Amarillo/1,5<
Valor ácido diluido X2	3,5 <u><</u>		2,5	1,5
Factor de dilución	X3			
Dispositivo de ensayo de color AV3/ Juicio	Azul/2,5 <u>></u>			
Dispositivo de ensayo de color AV2/ Juicio	Amarillo-verde/ 2,0-2,5			
Dispositivo de ensayo de color AV1/ Juicio	Amarillo/1,5<			
Valor ácido diluido X3	2,0-2,5			
Valor ácido en términos del aceite original	7,0	0,5 <u>></u>	5,0	3,0

Como se muestra en la Tabla 3, el agente de desoxidación de la presente invención exhibe un efecto de desoxidación excelente incluso para un aceite que tiene un valor ácido muy grande.

5 Efecto de la invención

10

15

Ya que el agente de desoxidación para aceites comestibles de la presente invención tiene una capacidad de desoxidación extremadamente excelente, puede obtenerse el mismo efecto desoxidante como el de un agente de desoxidación convencional con una pequeña cantidad del mismo.

Ya que las partículas de hidróxido de magnesio que contienen grupo carbonato (o partículas horneadas de los mismos) para su uso en la presente invención tienen unas excelentes propiedades de granulación, un producto granulado del mismo puede producirse fácilmente sin adición de aglutinante. Ya que este producto granulado no se colapsa mediante horneado y no se convierte en polvo en un aceite comestible, este tiene una alta velocidad de filtración después de la desoxidación de un aceite comestible y una eficiencia de trabajo excelente.

De acuerdo con el método de regeneración de un aceite comestible de la presente invención, el valor ácido de un aceite comestible usado puede reducirse eficientemente para regenerar un aceite comestible.

20 El agente de desoxidación de la presente invención puede esperarse que tenga un efecto desoxidante grande para un aceite lubricante y para un aceite en bruto.

Aplicabilidad industrial

25 El agente de desoxidación para aceites comestibles de la presente invención puede usarse para regenerar un aceite comestible.

ES 2 593 232 T3

REIVINDICACIONES

- 1. Un agente de desoxidación para aceites consumibles que tienen un diámetro de partícula promedio de 50 a 1.000 µm y que comprenden partículas granuladas,
- donde la partícula granulada se obtienen mediante la granulación de partículas de partículas de hidróxido de magnesio que contienen un grupo carbonato o partículas horneadas de las mismas,
- donde las partículas de hidróxido de magnesio que contienen el grupo carbonato se representan mediante la siguiente fórmula (1) y tienen un área superficial específica BET de 80 a 400 m²/g:

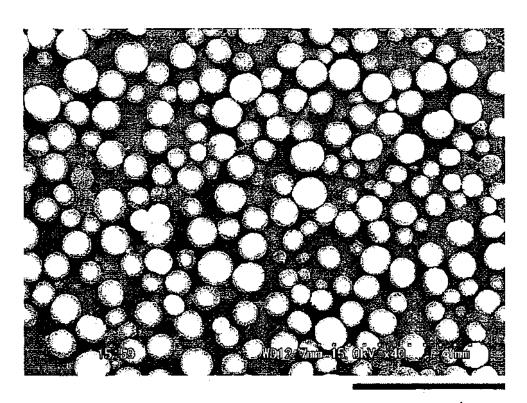
10
$$Mg(OH)_{2-x}(CO_3)_{0,5x} \cdot mH_2O$$
 (1)

donde x satisface $0.02 \le x \le 0.7$ y m satisface $0 \le m \le 1$.

- 2. El agente de desoxidación para aceites comestibles de acuerdo con la reivindicación 1, donde la temperatura de horneado de las partículas horneadas es de 350 a 900 °C.
 - 3. El agente de desoxidación para aceites comestibles de acuerdo con la reivindicación 1, donde la temperatura de horneado de las partículas horneadas es de 400 a 800 °C.
 - 4. El agente de desoxidación para aceites comestibles de acuerdo con la reivindicación 1, donde el área superficial específica BET de las partículas horneadas se de 30 a 500 m²g.
- 5. El agente de desoxidación para aceites comestibles de acuerdo con la reivindicación 1, donde el área superficial específica BET de las partículas horneadas es de 100 a 400 m²/g.
 - 6. El agente de desoxidación para aceites comestibles de acuerdo con la reivindicación 1, donde la partícula granulada además comprende al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en óxido de calcio, hidróxido de calcio, silicato de calcio, óxido de magnesio, hidróxido de magnesio y silicato de magnesio.
 - 7. El agente de desoxidación para aceites comestibles de acuerdo con la reivindicación 1, donde la partícula granulada además comprende un agente decolorante.
- 8. El agente de desoxidación para aceites comestibles de acuerdo con la reivindicación 7, donde el agente decolorante es al menos un compuesto seleccionado entre el grupo que consiste en dióxido de silicio, tierra ácida, tierra activada, silicato de aluminio, hidróxido de aluminio y carbono activado.
 - 9. Un método de regenerar un aceite comestible usado, que comprende poner en contacto el aceite comestible usado con el agente de desoxidación para aceites comestibles de las reivindicaciones 1 a 8 a 200 °C o inferior.
 - 10. Uso del agente de desoxidación para aceites comestibles de la reivindicación 1 para regenerar un aceite comestible.

30

Fig. 1



1mm