

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 685 421**

51 Int. Cl.:

C11B 3/10 (2006.01)

C01B 33/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **31.01.2007 PCT/JP2007/052061**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.01.2008 WO08001509**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.01.2007 E 07708113 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.07.2018 EP 2034006**

54 Título: **Agente decolorante para aceite y grasa o aceite mineral**

30 Prioridad:

28.06.2006 JP 2006177841

26.01.2007 JP 2007015807

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

09.10.2018

73 Titular/es:

MIZUSAWA INDUSTRIAL CHEMICALS LTD.

(100.0%)

**13-6, Nihonbashi-Muromachi 1-chome, Chuo-ku
Tokyo 103-0022, JP**

72 Inventor/es:

**HATANO, MASASHI;
HAZUMA, TETSUJI;
SAKAO, KAZUNORI y
UENO, TOORU**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 685 421 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

Agente decolorante para aceite y grasa o aceite mineral

5 Campo técnico

La presente invención se refiere a un agente decolorante para grasas y aceites o aceites minerales y, más específicamente, a un agente decolorante que comprende una arcilla activada.

10 Antecedentes de la técnica

Se sabe desde hace tiempo que un mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica presenta propiedades decolorantes. En Gran Bretaña, los minerales de arcilla de este tipo también se han denominado tierra de batán o tierra blanqueadora.

15 También se ha conocido el uso de la arcilla activada como agente decolorante para grasas y aceites o aceites minerales, habiéndose activado la arcilla activada mediante el aumento de las superficies específicas de la misma mediante el tratamiento del mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica con un ácido. Por ejemplo, un documento de patente 1 propone el uso de una arcilla activada como agente decolorante para grasas y aceites o aceites minerales, obteniéndose la arcilla activada mediante el tratamiento del mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica con un ácido y teniendo un tamaño de cristalita ajustado para que se encuentre en un intervalo predeterminado.

20 Un documento de patente 2, desvela un cuerpo poroso inorgánico obtenido mediante el tratamiento de un mineral arcilloso de montmorillonita que pertenece a un mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica con un ácido y que tiene una distribución de poros definida, teniendo una proporción mayoritaria de poros con diámetros de poro en un intervalo de 30 a 50 Å.

25 Adicionalmente, un documento de patente 3 desvela un nuevo método de tratamiento en seco con un ácido para la producción de una arcilla activada o una sílice fina en polvo mediante el tratamiento de una arcilla aluminosa sílicea que contiene componentes básicos solubles en ácido con un ácido.

30 Un documento de patente 4 describe un silicato estratificado de intercambio iónico que tiene curvas de distribución de tamaño de poro calculadas a partir de la isoterma de desorción mediante métodos de adsorción-desorción de nitrógeno, un diámetro de poro D_m que muestra una intensidad pico máxima D_{VM} de 60 a 200 Å y un diámetro de poro $D_{m/2}$ (Å) en el lado del tamaño de poro más pequeño que corresponde a una intensidad pico $\frac{1}{2}$ de la intensidad pico máxima D_{VM} que tiene una relación de $D_{m/2}/D_m$ de al menos 0,65 y menos de 1, a condición de que el valor más grande se emplea cuando hay una pluralidad de valores de $D_{m/2}$. Un compuesto de este tipo se proporciona como un componente catalizador para la polimerización de olefinas.

40 Un documento de patente 5 describe partículas de arcilla de forma regular activadas que forman macroporos en las mismas, que conserve la estructura fina de los minerales arcillosos de esmectita dioctaédrica y que tiene diámetros de partícula controlados para que se encuentren dentro de un intervalo en el que presenten una propiedad de filtración excelente.

45 Documento de patente 1: JP-A-11-157829
Documento de patente 2: JP-A-6-340413
Documento de patente 3: JP-B-45-11208
Documento de patente 4: US 2003/0027950 A1
Documento de patente 5: EP 1 120 379 A1

50 Divulgación de la invención

Después de usarse para el tratamiento de la decoloración, el agente decolorante para grasas y aceites o aceites minerales, que usa una arcilla activada, produce de forma secundaria arcilla residual que implica una eliminación difícil. Por tanto, se desea que el agente decolorante mantenga la propiedad decolorante a pesar de que se use en cantidades lo más pequeñas posibles y que los aceites estén contenidos en pequeñas cantidades en la arcilla residual (es decir, la retención de aceite es baja). Adicionalmente se requiere que el agente decolorante presente una propiedad de filtrado alta y permita que los aceites y la arcilla residual se separen rápidamente unos de la otra mediante filtración.

60 Entre las propiedades anteriores, sin embargo, la propiedad decolorante y la retención de aceite están muy relacionadas entre sí. Por ejemplo, si se potencia la propiedad decolorante, la retención de aceite se vuelve alta, también, y los aceites se adsorben y se mantienen en mayores cantidades por la arcilla residual. Como resultado, es muy difícil satisfacer simultáneamente tanto la propiedad altamente decolorante como la retención de aceite baja excelente. Por ejemplo, el agente decolorante propuesto en el documento de patente 1 anterior implica un problema porque la retención de aceite no se ha reducido en un grado satisfactorio. El cuerpo poroso inorgánico que tiene una

distribución de poros muy definida enseñada en el documento de patente 2 tiene una retención de aceite baja, pero su propiedad decolorante es baja también. La arcilla activada obtenida por el método de tratamiento con ácido en seco desvelado en el documento de patente 3 tiene una propiedad decolorante alta, pero su retención de aceite no se ha reducido en un grado satisfactorio.

5 Por tanto, es un objeto de la presente invención proporcionar un agente decolorante para grasas y aceites o aceites minerales, que tenga una propiedad de filtración excelente, una propiedad decolorante alta y una retención de aceite baja.

10 Los presentes inventores han realizado experimentos exhaustivamente acerca de la propiedad decolorante y la retención de aceite de la arcilla activada, han descubierto un nuevo conocimiento de que se obtiene una arcilla activada con una propiedad decolorante alta, una retención de aceite baja y una propiedad de filtración excelente cuando se trata un mineral de esmectita dioctaédrica con un ácido mientras se ajustan las condiciones para el tratamiento con ácido sulfúrico, tratando selectivamente las superficies de las partículas con el ácido y suprimiendo el tratamiento del interior de las partículas con el ácido y se ha llegado a la presente invención.

15 De acuerdo con la presente invención, se proporciona un agente decolorante para grasas y aceites o aceites minerales, que comprende una arcilla activada que puede obtenerse tratando un mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica con un ácido, en el que la arcilla activada tiene un diámetro de partícula promedio (D_{50}) de 20 a 30 μm calculado como volumen según un método de dispersión por difracción de láser y contiene partículas finas no más grandes de 5 μm en una cantidad no superior al 15 % en volumen, tiene una densidad aparente en un intervalo de 0,60 a 0,70 g/cc, tiene un volumen de poros en diámetros de poro de 17 a 3.000 Å de 0,35 a 0,40 cc/g medidos según el método de adsorción de nitrógeno y tiene una relación de la densidad aparente y el volumen de poros (densidad aparente/volumen de poros) en un intervalo de 1,55 a 1,95.

20 En el agente decolorante de la presente invención, se desea que la arcilla activada tenga un área de superficie específica BET de 200 a 300 m^2/g .

25 De acuerdo con la presente invención, se proporciona adicionalmente un método (en lo sucesivo en el presente documento denominado método en húmedo) de producción de un agente decolorante de la invención, método que comprende:

30 pulverizar y clasificar un mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica para preparar un polvo del mismo que tenga un diámetro de partícula promedio (D_{50}) en un intervalo de 20 a 30 μm calculado como volumen según un método de dispersión por difracción de láser;

35 tratar el polvo con un ácido mediante el uso de una solución acuosa de ácido sulfúrico de una concentración del 35 al 45 % en peso, mediante la adición del polvo a la solución acuosa de ácido sulfúrico y calentando la mezcla de los mismos a una temperatura no inferior a 85 °C en el que el tratamiento con ácido se realiza durante un tiempo de 1 a 3 horas; y

40 lavar el producto tratado con ácido obtenido seguido de secado.

45 De acuerdo con la presente invención, se proporciona adicionalmente un método (en lo sucesivo en el presente documento denominado método en semiseco) de producción de un agente decolorante de la invención, método que comprende:

50 pulverizar y clasificar un mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica para preparar un polvo del mismo que tenga un diámetro de partícula promedio (D_{50}) en un intervalo de 20 a 30 μm calculado como volumen según un método de dispersión por difracción de láser;

55 sumergir el polvo en una solución acuosa de ácido sulfúrico de una concentración del 30 al 45 % en peso, de manera que el polvo esté impregnado con la solución acuosa de ácido sulfúrico;

realizar el filtrado para obtener una torta filtrada que contenga ácido sulfúrico y agua;

calentar la torta filtrada a una temperatura de 80 a 150 °C en un estado de retención de agua en la misma para realizar de este modo un tratamiento con ácido; y

lavar el producto tratado con ácido obtenido seguido de secado.

60 En el método de producción de la presente invención basado en el método en húmedo y el método en semiseco anteriores, se desea ajustar el tamaño de partícula del polvo para que contenga partículas finas de un tamaño no superior a 5 μm en una cantidad no superior al 15 % en volumen antes de ser tratado con el ácido o después de haber sido tratado con el ácido.

65 El agente decolorante de la invención comprende una arcilla activada que puede obtenerse mediante el uso de un polvo de partida (polvo de mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica) que tenga tamaños de grano ajustados, mediante el ajuste de las condiciones para el tratamiento con un ácido que es un ácido sulfúrico y mediante la realización del tratamiento con el ácido según el método en húmedo o el método en semiseco. Por tanto, las superficies de las partículas se tratan selectivamente con el ácido y se evita que el interior de las partículas se traten con el ácido. El tratamiento con el ácido provoca un aumento en el volumen de poros y una disminución de la

densidad aparente. De acuerdo con la presente invención, sin embargo, el tratamiento con el ácido se bloquea por las superficies de las partículas y se evita que el interior de las partículas se trate con el ácido. Por tanto, la densidad aparente se encuentra en un intervalo relativamente grande de 0,60 a 0,70 g/cc, el volumen de poros en diámetros de poro de 17 a 3.000 Å está en un intervalo de 0,35 a 0,40 cc/g medido según el método de adsorción de nitrógeno, mientras que la relación de la densidad aparente y el volumen de poros (densidad aparente/volumen de poros) está en un intervalo de 1,55 a 1,95. Por ejemplo, cuando las partículas se tratan homogéneamente con el ácido hasta el interior de las mismas, el volumen de poros aumenta y la densidad aparente disminuye provocando que la relación de densidad aparente/volumen de poros sea particularmente más pequeña que el intervalo anterior. Además, cuando el tratamiento con el ácido no se ha realizado eficazmente, el volumen de poros no aumenta y la densidad aparente no disminuye. Por tanto, la relación de densidad aparente/volumen de poros se vuelve mayor al intervalo anterior.

Como se comprenderá a partir de los resultados experimentales de los Ejemplos que aparecen más adelante, la arcilla activada de la invención que tiene las propiedades mencionadas anteriormente presenta una propiedad decolorante excelente, una retención de aceite baja y una propiedad de filtración excelente. Es decir, en la presente invención, los poros formados mediante el tratamiento con el ácido se distribuyen selectivamente en las porciones superficiales de las partículas y los poros en las porciones superficiales de las partículas adsorben altamente materias colorantes tales como la clorofila. Los poros, por otro lado, se forman en cantidades suprimidas dentro de las partículas evitando la adsorción de aceites, es decir, evitando que aumente la retención de aceite. Como resultado, el agente decolorante de la presente invención mantiene una propiedad decolorante excelente manteniendo al mismo tiempo una retención de aceite baja.

Adicionalmente, la arcilla activada de la invención producida como se ha descrito anteriormente contiene partículas finas no más grandes de 5 µm en una cantidad suprimida para que no sea superior al 15 % en volumen y presenta una propiedad de filtración excelente y una retención de aceite baja.

Breve descripción del dibujo

La Fig. 1 es una vista en sección de una máquina de ensayo de decoloración.

Mejor modo de realizar la invención

(Producción de arcilla activada)

La arcilla activada utilizada en la invención como agente de decoloración es un mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica que se pulveriza y se clasifica para obtener un polvo del mismo que tiene un tamaño de partícula predeterminado. El polvo se trata con un ácido en condiciones predeterminadas para producir la arcilla activada.

Se considera que el mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica utilizado como la arcilla de partida proviene de la roca volcánica o la lava que se desnaturalizó bajo la influencia del agua de mar, comprende una capa tetraédrica de SiO₄/capa octaédrica de AlO₆/capa tetraédrica de SiO₄, tiene una estructura de tres capas como estructura básica (capas unitarias) en la que la capa tetraédrica y la capa octaédrica están sustituidas parcial e isomórficamente con metales de diferentes tipos y en la que cationes tales como Ca, K, Na, etc., así como los iones de hidrógeno y las moléculas de agua coordinadas en la misma están presentes entre las capas laminadas de la estructura de tres capas. Adicionalmente, Al en la capa octaédrica de la estructura básica de tres capas está parcialmente sustituido por Mg y Fe^(II) y Si en las capas tetraédricas está parcialmente sustituido por Al. Por tanto, la red cristalina tiene una carga eléctrica negativa que se neutraliza con cationes metálicos y iones de hidrógeno presentes entre las capas básicas. Los ejemplos de arcilla de esmectita incluyen arcilla ácida, bentonita y tierra de batán que presentan diferentes propiedades dependiendo de los tipos y cantidades de cationes metálicos y las cantidades de iones de hidrógeno presentes entre las capas metálicas. Por ejemplo, la bentonita contiene iones de Na en grandes cantidades entre las capas básicas y su dispersión suspendida en agua presenta un pH alto que, por lo general, está en el lado del álcali alto, presenta una gran propiedad de hinchamiento para el agua y, adicionalmente, se gelifica y solidifica. La arcilla ácida, por otro lado, contiene iones de hidrógeno en grandes cantidades entre las capas básicas y, por tanto, su dispersión suspendida en agua presenta un pH bajo que, por lo general, está en el lado ácido y presenta una propiedad de hinchamiento para el agua. En comparación con la bentonita, sin embargo, la propiedad de hinchamiento es baja y la gelificación no tiene lugar.

No existe ninguna limitación particular en la arcilla de esmectita dioctaédrica utilizada en la presente invención y puede usarse uno cualquiera de los tipos mencionados anteriormente. La arcilla de partida, en general, tiene la siguiente composición calculada como óxidos, aunque la composición difiere dependiendo de los componentes de la arcilla, el área de producción y el lugar de depósito (cara de trabajo), incluso en la misma área de producción.

SiO ₂ :	del 50 al 70 % en peso
Al ₂ O ₃ :	del 14 al 25 % en peso
Fe ₂ O ₃ :	del 2 al 20 % en peso

MgO:	del 3 al 7 % en peso
CaO:	del 0,1 al 3 % en peso
Na ₂ O:	del 0,1 al 3 % en peso
K ₂ O:	del 0,1 al 3 % en peso
Otros óxidos (TiO ₂ , etc.):	1 % en peso o menos
Ig-pérdida (1050 °C):	del 5 al 10 % en peso

En la presente invención, el mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica se somete, según sea necesario, a la operación de refinado tal como la separación en piedras y arena, el revestimiento del mineral por flotación, el revestimiento del mineral por fuerza magnética, elutriación hidráulica o elutriación de aire y, a continuación, se trata con un ácido. Sin embargo, antes del tratamiento con el ácido, es necesario pulverizar el mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica en un polvo del mismo mediante el ajuste del tamaño de partícula para que posea un diámetro de partícula promedio (D₅₀) de 20 a 30 µm calculado como volumen. Se desea adicionalmente que el polvo se ajuste para su tamaño de partícula de modo que la cantidad de partículas gruesas que tienen diámetros de partícula de no menos de 104 µm no sea superior al 5 % en volumen. Es decir, tras someter el polvo fino al tratamiento con el ácido, las porciones superficiales de las partículas se tratan selectivamente con el ácido y se activan. Sin embargo, las partículas no se tratan con el ácido hasta el interior de las mismas y es posible obtener partículas que tengan propiedades que se describirán más adelante. Por ejemplo, cuando las partículas gruesas que tienen un diámetro de partícula promedio que es mayor que el intervalo anterior se tratan con el ácido, las partículas se forman en grandes cantidades sin tratarse del todo con el ácido después de que el producto tratado con ácido se pulveriza finamente a pesar de que las porciones de superficie se tratan selectivamente con el ácido. Como resultado, no se obtienen las propiedades deseadas, tales como el volumen de poros, etc. y la propiedad decolorante es baja.

En la presente invención, el tamaño de partícula de la arcilla de partida se mide mediante el método de dispersión por difracción de láser mediante la suspensión y la dispersión de la arcilla de partida en un medio de dispersión no acuoso tal como etanol. Adicionalmente, el tamaño de grano se ajusta mediante la pulverización de la arcilla de partida, seguida de pulverización fina usando un molino de bolas o similar y clasificación usando un tamiz.

El polvo de la arcilla de partida puede ajustarse adicionalmente por su tamaño de partícula de manera que el contenido de partículas finas que tienen diámetros de partícula no más grandes de 5 µm no es superior al 15 % en volumen. Es decir, tras ajustar la cantidad de partículas finas para que no sea mayor que una cantidad predeterminada, el producto tratado con ácido obtenido queda libre de componentes finos evitando una caída en la propiedad de filtración y, adicionalmente, ofreciendo la ventaja de reducir la retención de aceite. Las partículas finas también pueden retirarse después del tratamiento con el ácido que se describirá a continuación.

En la presente invención, el polvo de la arcilla de partida, cuyo tamaño de partícula se ajusta, se somete al tratamiento con el ácido. En este caso, el tratamiento con el ácido se realiza mediante ya sea el método en húmedo o el método en semiseco que se describe a continuación.

(1) Método en húmedo.

El método en húmedo usa una solución acuosa de ácido sulfúrico de una concentración del 35 al 45 % en peso y, preferentemente, del 37 al 43 % en peso y arroja el polvo de la arcilla de partida dentro de la solución acuosa de ácido sulfúrico para realizar el tratamiento con el ácido. Hasta ahora, el tratamiento con el ácido se realizó mediante el uso de ácido sulfúrico de una concentración inferior al intervalo anterior. Sin embargo, cuando se usa el ácido sulfúrico de una concentración baja, el tiempo para el tratamiento con el ácido se alarga. Cuando la arcilla de partida en forma de un polvo se trata con el ácido como en la presente invención, por tanto, el ácido sulfúrico se infiltra en el interior de las partículas haciendo difícil activar selectivamente las porciones superficiales solamente de las partículas mediante el tratamiento con el ácido y para obtener partículas que tienen propiedades que se describirán más adelante. Cuando se usa ácido sulfúrico de una concentración alta superior al 45 % en peso, por otro lado, se destruye la estructura estratificada específica de la arcilla de partida o se ejerce carga sobre el aparato, provocando que se acorte la vida útil del aparato.

De acuerdo con el método en húmedo que usa el ácido sulfúrico de una concentración relativamente alta como se ha descrito anteriormente, también es importante realizar el tratamiento a una temperatura no inferior a 85 °C y, en particular, a 85 a 95 °C. Es decir, cuando el tratamiento con el ácido se realiza a temperatura baja, el tiempo se alarga hasta que se forman poros predeterminados y se activan. Como resultado, el ácido sulfúrico se infiltra en el interior de las partículas, haciendo difícil obtener partículas activadas que tengan propiedades tales como la densidad aparente, el volumen de poros, la relación de densidad aparente/volumen de poros que se describirán más adelante. Cuando la temperatura es innecesariamente elevada, por otro lado, la activación tiene lugar de forma brusca, haciendo difícil limitar la activación a las superficies solamente de las partículas. Por tanto, se desea establecer el límite superior de la temperatura a 95 °C como se ha descrito anteriormente.

De acuerdo con la presente invención como se ha descrito anteriormente, el tratamiento con el ácido debe limitarse a las superficies solamente de las partículas, de modo que el ácido no se infiltre en el interior de las partículas y no active el interior de las partículas. Por tanto, el tratamiento con el ácido se realiza durante un período de tiempo muy corto. El tiempo para el tratamiento con el ácido varía dependiendo de la cantidad de polvo de arcilla de partida que se ha de tratar, la concentración de ácido y la temperatura de tratamiento con ácido, y es de 1 a 3 horas. Se desea medir las propiedades de las partículas activadas que se obtienen para cada una de las condiciones y establecer el tiempo de tratamiento por adelantado de manera que se obtengan las partículas que se describirán más adelante.

El tratamiento con el ácido se realiza llenando un recipiente de tratamiento con una solución acuosa de ácido sulfúrico de una concentración predeterminada, arrojando el polvo de arcilla de partida dentro del mismo y agitando la mezcla a una temperatura predeterminada. El tratamiento con el ácido finaliza, por ejemplo, deteniendo el calentamiento y alimentando agua a temperatura ambiente en grandes cantidades dentro del aparato de tratamiento para lavarlo.

(2) Método en semiseco

El método en semiseco de la invención realiza el tratamiento con el ácido mediante el uso de una solución acuosa de ácido sulfúrico de una concentración del 30 al 45 % en peso y, en particular, del 30 al 40 % en peso, es decir, realiza los pretratamientos de impregnación y filtración y, a continuación, trata la torta filtrada con el ácido. Es decir, este método usa el ácido sulfúrico de una cantidad mínima requerida para realizar el tratamiento con el ácido sulfúrico infiltrado en los huecos entre las partículas de la torta filtrada (parcialmente infiltrada en los poros que poseen las partículas) para tratar selectivamente las superficies de partículas con el ácido mientras se suprime el tratamiento del interior de las partículas con el ácido.

Cuando el ácido sulfúrico de una concentración superior al 45 % en peso se usa en el método en semiseco, en particular, el ácido sulfúrico no se infiltra uniformemente en el interior de las partículas y, por tanto, la relación de densidad aparente/volumen de poros de la invención no se obtiene y la propiedad decolorante disminuye. Adicionalmente, cuando la concentración de la solución acuosa de ácido sulfúrico no es superior al 30 % en peso, la cantidad de ácido sulfúrico no es suficiente en los huecos entre las partículas de la torta filtrada después de la inmersión y la filtración que se describirá más adelante. Como resultado, las porciones superficiales de las partículas no se tratan eficazmente con el ácido y la propiedad decolorante también disminuye.

De acuerdo con este método, adicionalmente, cuando el polvo de partida contiene agua en pequeñas cantidades, se desea realizar el tratamiento higroscópico antes de la inmersión para ajustar el contenido de agua del polvo para que sea no inferior al 10 % en peso. Esto expande el hueco entre las capas en la estructura estratificada básica de esmectita y el ácido sulfúrico se infiltra homogéneamente en el interior de las partículas del polvo. Aunque no existe una limitación particular, el tratamiento higroscópico se realiza, por ejemplo, dejando que el polvo permanezca al aire libre a temperatura ambiente durante un período de tiempo adecuado (por lo general, no inferior a 10 horas). El tiempo puede acortarse cuando el polvo se deja reposar en una atmósfera de humedad relativa alta, por supuesto.

El polvo de partida cuya cantidad de agua se ajusta como se ha descrito anteriormente se sumerge en la solución acuosa de ácido sulfúrico de una concentración predeterminada descrita anteriormente y se filtra de manera habitual para obtener una torta filtrada impregnada tanto con ácido sulfúrico como con agua. Se desea que la inmersión se efectúe a una temperatura no superior a 40 °C (por lo general a temperatura ambiente). Cuando la temperatura es más alta que la temperatura anterior, el tratamiento continúa en esta etapa con grandes cantidades de ácido sulfúrico hasta el interior de las partículas haciendo difícil obtener la arcilla activada que tiene propiedades que se describirán más adelante y permite un aumento en la retención de aceite.

La inmersión se realiza hasta que el ácido sulfúrico y el agua se infiltran en cantidades suficientes dentro de los huecos entre las partículas y dentro de los poros de las partículas y, por lo general, se realiza durante no menos de una hora. Al realizar la inmersión, se intercambian iones tales como iones Na contenidos en las partículas de esmectita, pero el tratamiento con el ácido no se efectúa en una medida de manera que se separen por elusión los componentes metálicos que constituyen la estructura de tres capas. Según se requiera, adicionalmente, la filtración puede realizarse a presión reducida o a presión elevada. Es un poco diferente por la concentración de la solución acuosa de ácido sulfúrico y un tipo de arcilla de partida (por ejemplo, el lugar de origen), sin embargo, a través de la inmersión y el filtrado, la cantidad impregnada de la solución acuosa de ácido sulfúrico (ácido sulfúrico + agua) se convierte en aproximadamente de 70 a 95 ml por 100 g de polvo de arcilla de partida (polvo seco).

En la presente invención, la torta filtrada de este modo se trata con el ácido. El tratamiento con el ácido se realiza calentándose a 80 a 150 °C y, deseablemente, a 85 a 150 °C en un estado en el que el agua se mantiene en los huecos entre las partículas. Es decir, debido a la reacción sólido-líquido en el estado de retención del agua, el tratamiento se realiza con el ácido a medida que el ácido sulfúrico se infiltra gradualmente en el interior de las partículas a través de sus superficies. En este caso, cuando se calienta en el estado no de retención de agua, el ácido sulfúrico no migra hacia el interior de las partículas a través de sus superficies. Como resultado, el tratamiento con el ácido no se realiza suficientemente, haciendo difícil la obtención de la arcilla activada que tiene propiedades que se describirán a continuación y disminuyendo, por ejemplo, la propiedad decolorante. Cuando se calienta en el

estado de retención de agua, el tratamiento con el ácido avanza al interior de las partículas. En este caso, sin embargo, la cantidad de ácido sulfúrico está limitada en los huecos entre las partículas (parcialmente en los poros). Por tanto, el tratamiento con el ácido se limita a las porciones superficiales solamente de las partículas y se evita eficazmente que avance al interior de las partículas.

5 Hablando en concreto de la presente invención, el calentamiento en el estado de retención de agua se efectúa calentando la torta filtrada a una temperatura predeterminada en un recipiente cerrado tal como un horno o un autoclave. Sin embargo, cuando se calienta en un sistema abierto, el agua se volatiliza acompañando el calentamiento (se vuelve igual al secado en este caso) y, como resultado, el tratamiento con el ácido no se efectúa
10 en un grado suficiente provocando que se reduzca la propiedad decolorante como se ha descrito anteriormente. El calentamiento puede efectuarse en condiciones de reflujo. En este caso, sin embargo, el agua licuada puede entrar nuevamente en contacto con las partículas sobrecalentadas y no puede migrar eficazmente hacia los huecos entre las partículas estableciendo con el tiempo un estado igual al calentamiento en el estado no de retención de agua y disminuyendo la propiedad decolorante, lo que no es deseable.

15 Cuando la temperatura de calentamiento es mayor que el intervalo anterior, se ejerce una carga sobre el aparato y, además, se necesita una contramedida especial para evitar la volatilización del agua. Cuando la temperatura de calentamiento es menor al intervalo anterior, se requiere un período de tiempo prolongado para la activación que es industrialmente muy desventajosa.

20 En la presente invención, el tratamiento con el ácido se realiza hasta que el ácido sulfúrico presente en los huecos entre las partículas de la torta se consume completamente, por lo general, durante aproximadamente 1 a aproximadamente 20 horas. El tiempo del tratamiento con el ácido por lo general se establece mediante la realización del experimento a escala de laboratorio por adelantado, midiendo el ácido sulfúrico sin reaccionar
25 mediante valoración y encontrando el momento en que el ácido sulfúrico se convierte en cero.

Después del tratamiento con el ácido, según sea necesario, la torta filtrada se lava suspendiéndola y dispersándola en un ácido diluido seguido de lavado con agua, filtración y secado con el fin de obtener la arcilla activada deseada de la presente invención. En este caso, la arcilla activada que se obtiene está en forma de una torta que, sin
30 embargo, puede digerirse fácilmente para obtener un polvo que tiene la distribución de tamaño de partícula descrita anteriormente.

35 Cuando se produce en masa a escala industrial, es un requisito esencial detener (es decir, enfriar) el tratamiento con el ácido en un momento predeterminado en el caso del método en húmedo. En el caso del método en semiseco, el tratamiento con el ácido finaliza automáticamente en un momento en que el ácido sulfúrico presente en los huecos entre las partículas se consume por completo, sin ningún problema desde el punto de vista de detener el tratamiento con el ácido. Por tanto, el método en semiseco es industrialmente muy ventajoso desde el punto de vista de la obtención de la arcilla activada que tiene propiedades estables.

40 En la presente invención, después del tratamiento con el ácido mediante el método en húmedo o el método en semiseco, la arcilla activada que se obtiene se deja en reposo en un estado de suspensión y dispersión en agua y se somete a la elutriación hidráulica para retirar las partículas finas de manera que el contenido de partículas finas de tamaño de partícula no superior a 5 μm no sea superior al 15 % en volumen. Las partículas finas pueden retirarse antes del tratamiento con el ácido. Sin embargo, después del tratamiento con el ácido, las partículas finas pueden
45 retirarse fácilmente mediante la elutriación hidráulica (las partículas finas flotan y pueden retirarse fácilmente mediante la separación por decantación), lo que es muy ventajoso desde el punto de vista de la productividad. Antes del tratamiento con el ácido, la arcilla de partida se hincha y no permite utilizar la elutriación hidráulica. Sin embargo, después del tratamiento con el ácido, la arcilla activada que se obtiene no se hincha con agua, haciendo posible utilizar la elutriación hidráulica.

50 La arcilla activada obtenida como se ha descrito anteriormente se seca, por lo general, a una temperatura de 80 a 500 °C y, en particular, de 100 a 300 °C durante 0,5 a 10 horas y, en particular, de aproximadamente 0,7 a aproximadamente 5 horas, como las arcillas convencionales activadas. A través del calentamiento, la concentración de grupos silanol disminuye en las superficies, la propiedad higroscópica y la propiedad de hinchamiento disminuyen
55 y la propiedad de filtración puede aumentar adicionalmente.

(Arcilla activada)

60 Al igual que el polvo de arcilla de partida, el polvo de la arcilla activada obtenida mediante el tratamiento anterior con el ácido tiene un diámetro de partícula promedio (D_{50}) de 20 a 30 μm calculado como volumen y contiene partículas finas de un tamaño no superior a 5 μm en una cantidad no superior al 15 % en volumen y, más preferentemente, contiene partículas gruesas de diámetro de partícula no inferior a 104 μm en una cantidad no superior al 5 % en volumen. La distribución de tamaño de partícula puede medirse según el método de dispersión por difracción de láser suspendiendo y dispersando el polvo de arcilla activada en agua. Es decir, la arcilla activada que se obtiene no
65 se hincha y puede medirse usando agua como medio de dispersión.

La arcilla activada que tiene la distribución de tamaño de partícula anterior está desprovista de partículas finas y puede filtrarse de forma excelente.

5 Adicionalmente, la arcilla activada de la invención obtenida mediante el tratamiento anterior con el ácido, por lo general, tiene la siguiente composición química calculada como óxidos.

SiO ₂ :	del 60 al 80 % en peso
Al ₂ O ₂ :	del 8 al 13 % en peso
Fe ₂ O ₃ :	del 1 al 10 % en peso
MgO:	del 1 al 3 % en peso
CaO:	del 0,1 al 2 % en peso
Na ₂ O:	del 0,1 al 1 % en peso
K ₂ O:	del 0,1 al 1 % en peso
Otros óxidos (TiO ₂ , etc.):	1 % en peso o menos
Ig-pérdida (1050 °C):	del 4 al 8 % en peso

10 Adicionalmente, la arcilla activada tiene un volumen de poros con un diámetro de poro de 17 a 3.000 Å en un intervalo de 0,35 a 0,40 cc/g, medido según el método de adsorción de nitrógeno, tiene una densidad aparente de 0,60 a 0,70 g/cc y, en particular, de 0,63 a 0,67 g/cc. Adicionalmente, no se forman poros dentro de las partículas, sino que se distribuyen limitándose a las porciones superficiales solamente de las partículas. Por tanto, la arcilla activada tiene una relación de densidad aparente/volumen de poros en un intervalo de 1,55 a 1,95 y, en particular, en un intervalo de 1,60 a 1,90. Es decir, cuando el tratamiento con el ácido se efectúa hasta el interior de las partículas y se forman poros en las partículas, la relación de densidad aparente/volumen de poros se vuelve inferior al intervalo anterior. Cuando el tratamiento con ácido no se realiza eficazmente y los poros no se forman en cantidades suficientes en las porciones superficiales de las partículas, la relación de densidad aparente/volumen de poros se vuelve mayor al intervalo anterior.

20 La arcilla activada de la invención que tiene las propiedades anteriores presenta una propiedad de filtración excelente, así como una excelente propiedad decolorante que presenta una retención de aceite baja, que son propiedades excelentes requeridas para el agente decolorante.

25 Es decir, una materia colorante tal como la clorofila está presente en un estado en el que las moléculas de la misma se asocian en las grasas y aceites, y se mantiene adsorbida en poros relativamente grandes en las porciones superficiales de las partículas formadas por el tratamiento con el ácido. En la presente invención, los poros se forman selectivamente en las porciones superficiales de las partículas y se presenta una excelente propiedad decolorante como se demuestra en los ejemplos que aparecen más adelante.

30 En la arcilla activada de la invención, adicionalmente, los poros se distribuyen limitándose a las porciones superficiales solamente de las partículas, pero están poco presentes dentro de las partículas. Como resultado, la arcilla activada presenta una retención de aceite considerablemente baja, como se demostrará en los ejemplos que aparecen más adelante. Por ejemplo, la arcilla activada (Ejemplo Comparativo 4) descrita en el documento de patente 1 anterior tiene poros formados hasta el interior de las partículas y, por tanto, tiene una densidad aparente pequeña, un volumen de poros grande en los diámetros de poro de 17 a 3000 Å y tiene una gran retención de aceite.

40 Además de tener la distribución de tamaño de partícula y el volumen de poros anteriores, la arcilla activada de la invención tiene adicionalmente un área superficial específica BET relativamente grande, por lo general, en un intervalo de 200 a 300 m²/g. Esta gran superficie específica también contribuye a obtener una propiedad decolorante excelente.

45 Como se comprenderá a partir de la descripción anterior, la arcilla activada anterior tiene una propiedad decolorante excelente y una retención de aceite baja y se usa como agente decolorante para grasas y aceites o aceites minerales y, en particular, como agente decolorante para grasas y aceites.

50 Como grasas y aceites que se someterán al tratamiento de decoloración, puede ejemplificarse al menos una cualquiera de grasas y aceites vegetales, grasas y aceites de animales y aceites minerales. Los aceites y grasas de partida existen ampliamente en el reino natural de animales y plantas y comprenden, principalmente, ésteres de ácidos grasos y glicerina. Los ejemplos incluyen grasas y aceites vegetales como aceite de cártamo, aceite de soja, aceite de colza, aceite de palma, aceite de semilla de palma, aceite de semilla de algodón, aceite de coco, aceite de salvado de arroz, aceite de sésamo, aceite de ricino, aceite de linaza, aceite de oliva, aceite de tung, aceite de tsubaki, aceite de cacahuete, aceite de kapok, aceite de cacao, cera de Japón, aceite de girasol y aceite de maíz, así como aceites de pescado como aceite de sardina, aceite de arenque, aceite de calamar y aceite de saurio, grasas y aceites de animales como aceite de hígado, aceite de ballena, sebo de vaca, sebo de suero de leche, grasa de caballo, grasa de cerdo y sebo de cordero, que pueden usarse solos o en combinación.

Como aceites minerales, por otro lado, pueden ejemplificarse diversos aceites lubricantes tales como aceite de husillos, aceite de frigorífico, aceite de dínamo, aceite de turbina, aceite de máquina, aceite lubricante para motores de combustión interna marinos, aceite lubricante para motores de gasolina, aceite lubricante para motores diésel, aceite para cilindros, aceite para motores marinos, aceite para engranajes, aceite de corte, aceite aislante, aceite para transmisiones automáticas, aceite para compresores, aceite para operaciones hidráulicas y aceite para laminación.

Para realizar el tratamiento de decoloración, el polvo de arcilla activada que tiene la distribución de tamaño de partícula anterior se añade a las grasas y aceites o aceites minerales que se han de decolorar, y la mezcla se agita homogéneamente de manera que los componentes de color o componentes de impureza contenidos en grasas y aceites o en aceites minerales se adsorben por las partículas de arcilla. La arcilla que se separa después del tratamiento de decoloración contiene grasas y aceites o aceites minerales en cantidades cercanas a las cantidades que la arcilla puede absorber. En este caso, la presente invención disminuye la retención de aceite de la arcilla.

Las grasas y aceites o aceites minerales se decoloran en condiciones conocidas. Por ejemplo, el agente decolorante se añade en una cantidad no superior al 5 % en peso por grasas y aceites o aceites minerales, y la composición de los dos se agita a una temperatura de 90 a 130 °C durante 5 a 30 minutos para completar el tratamiento de decoloración.

La mezcla después del tratamiento de decoloración se alimenta a cualquier máquina de filtrado, es decir, una máquina de filtrado de presión reducida o de presión elevada tal como un filtro de prensa, un filtro de correa, un filtro Oliver, un filtro americano o un filtro centrífugo, para separar en grasas y aceites o aceites minerales decolorados y la denominada arcilla residual, que es el agente decolorante utilizado. Mediante el uso del agente decolorante de la invención, la arcilla residual tiene una retención de aceite reducida.

Ejemplos

La invención se describirá ahora por medio de Ejemplos de Trabajo en los que se tomaron mediciones de la manera que se describe a continuación.

(1) Diámetro de partícula promedio (D_{50}) y contenido de partículas.

Medido de acuerdo con el método de dispersión por difracción de láser mediante el uso del Mastersizer 2000 fabricado por Malvern Co. La arcilla de partida usó etanol como disolvente, mientras que los productos de la invención (Ejemplos) y los agentes decolorantes de los Ejemplos Comparativos usaron agua como disolvente para tomar mediciones.

(2) Superficie específica BET.

Medido de acuerdo con el método de adsorción de nitrógeno mediante el uso del Tri Star 3000 fabricado por Micrometrics Co. y analizado de acuerdo con el método BET.

(3) Volumen de poros.

Medido de acuerdo con el método de adsorción de nitrógeno mediante el uso del Tri Star 3000 fabricado por Micrometrics Co. y descubierto en los diámetros de poro de 17 a 3000 Å a partir de los datos de desorción según el método BJH.

(4) Densidad aparente

Medido de conformidad con la norma JIS K 6220-17.7: 2001 y se calculó como el contenido de agua de acuerdo con la siguiente fórmula.

$$\text{Densidad aparente (g/cc)} = G (1 - (M/100))$$

G: Densidad aparente medida (g/cc)

M: Contenido de agua (%) de la muestra secada a 110 °C

(5) Cantidad de absorción de aceite.

Medido mediante el uso de las muestras secadas por adelantado a 110 °C de conformidad con la norma JIS K 5101-13-2: 2004.

(6) Método de ensayo de decoloración.

Las propiedades de los agentes decolorantes se someten a ensayo mediante el uso de la máquina de ensayo de decoloración que se muestra en la Fig. 1. Para más detalles, consúltese la revista "*Chemistry and Industries* 4, 126, 1951". La máquina de ensayo de decoloración permite que hasta ocho tubos de ensayo grandes (volumen de 200 ml) fabricados a partir de un vidrio duro se coloquen en el baño de aceite. Cada tubo de ensayo contiene una varilla de agitador corrugado que tiene un extremo inferior redondeado que está en contacto con el fondo del tubo de ensayo ajustado en todo momento mediante el uso de tubos de goma. Ocho barras de agitador giran debido a los piñones divididos desde el engranaje principal central y se mantienen a una velocidad de rotación igual. Las paletas del agitador para agitar el baño de aceite cuelgan del engranaje principal central y trabajan para mantener la temperatura uniforme en el baño de aceite. Pueden realizarse ensayos de decoloración en cualquier número de hasta un máximo de ocho. Se introdujo aceite de colza desoxidado dentro de los tubos de ensayo cada uno en una cantidad de 50 g y los agentes decolorantes se añadieron cada uno en una cantidad de 0,5 g (1 % con respecto al aceite) y se mezclaron bien usando varillas agitadoras para el ensayo de decoloración. Los tubos de ensayo se ajustaron a la máquina de ensayo de decoloración mantenida a 110 °C, se agitaron durante 20 minutos y, a continuación, se extrajeron de la máquina de ensayo de decoloración. Se filtraron suspensiones mixtas de aceites y agentes decolorantes para obtener aceites decolorados. Los aceites decolorados se midieron por sus factores de transmisión de rayos blancos (valores relativos de cuando el factor de transmisión de agua destilada se considera que es el 100 %) mediante el uso de un colorímetro fotoeléctrico, Modelo 2C, fabricado por Hiram Rika-Kenkyujo Co., y los agentes de decoloración se evaluaron para determinar sus propiedades decolorantes según sus valores numéricos. Cuanto más altos sean los valores de los factores de transmisión, mayores serán las propiedades de decoloración de los agentes decolorantes que se usan.

(7) Medición de tasa de filtración y retención de aceite.

Se pesaron 150 g ± 0,1 g del aceite de soja y se introdujeron en un vaso de precipitados de 300 ml. El vaso de precipitados se colocó en un agitador magnético calentado mantenido a 95 ± 3 °C para agitar el aceite. Después de que el aceite se calentara a 95 ± 3 °C, se le añadieron 15 g ± 0,01 g de la muestra y se agitaron durante 15 minutos mientras se mantenía la temperatura a 95 ± 3 °C. Se colocó un papel de filtro en el embudo Buchner fabricado a partir de acero inoxidable que se había calentado previamente y se activó un interruptor de una bomba de vacío. La mezcla de la muestra y el aceite después de haber sido agitada se vertió en el embudo y se inició inmediatamente un cronómetro. El grado de vacío (presión diferencial) debe mantenerse para que sea de 300 mmHg (39,99 kPa) y la temperatura del aceite debe mantenerse a 95 ± 3 °C durante el filtrado. El cronómetro se detuvo en un momento en el que se veía toda la superficie de la torta filtrada y se consideró que el tiempo de filtrado era tasa de filtración.

Después de que se midiera la velocidad de filtración, se continuó la filtración hasta que un intervalo de tiempo entre los goteos de las gotitas de aceite de la torta filtrada se volvió mayor de 60 segundos. Después de que el intervalo entre los goteos superara los 60 segundos, se midió la cantidad total de la torta filtrada y el papel filtrante, y la retención de aceite se calculó de acuerdo con la siguiente fórmula,

$$A (\%) = [100(W - W_0) - 15(100 - M)] / (W - W_0)$$

A: retención de aceite

W: torta filtrada + papel filtrante (g)

W₀: papel filtrante (g)

M: contenido de agua (%) de la muestra secada a 110 °C

(Ejemplo 1)

El mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica producido en la ciudad de Tainai en la prefectura de Niigata, Japón, se usó como material de partida y se pulverizó en trozos grandes, se mezcló, se amasó y se granuló en partículas de 5 mm de diámetro. Después de secar a 110 °C, las partículas se pulverizaron en un molino de bolas y se clasificaron mediante el uso de un tamiz y elutriación con aire en combinación. El polvo de arcilla de partida obtenido poseía un diámetro de partícula promedio (D₅₀) de 26,5 µm, medido mediante el uso de etanol como disolvente y contenía partículas finas no más grandes de 5 µm en una cantidad del 12,5 % en volumen y gruesas partículas no más pequeñas de 104 µm en una cantidad del 3,2 % en volumen. Se pesaron 800 mililitros de una solución acuosa que contenía un 40 % en peso de ácido sulfúrico y se introdujeron en un vaso de precipitados, se dispersaron 360 g del polvo de arcilla de partida con agitación y se trataron con el ácido sobre un calentador a 90 °C durante 2 horas con agitación. Después de que se tratara con el ácido, se añadió agua al producto tratado con ácido para lavarlo mediante el método de decantación seguido de filtración. La torta filtrada se secó a 110 °C para obtener un polvo de arcilla activada que, después, se midió para determinar sus propiedades físicas para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 2)

Se obtuvo un polvo de arcilla activada de la misma manera que en Ejemplo 1 pero usando una solución acuosa que contenía el 45 % en peso de ácido sulfúrico en lugar de usar la solución acuosa que contenía el 40 % en peso de ácido sulfúrico utilizada en el Ejemplo 1, y se midieron sus propiedades físicas para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 3)

Se obtuvo un polvo de arcilla activada de la misma manera que en el Ejemplo 1 pero usando una solución acuosa que contenía el 35 % en peso de ácido sulfúrico en lugar de usar la solución acuosa que contenía el 40 % en peso de ácido sulfúrico utilizada en el Ejemplo 1 y realizando el tratamiento con el ácido a 90 °C durante 3 horas. El polvo de arcilla activada se midió para determinar sus propiedades físicas para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 4)

El mismo mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica como el del Ejemplo 1 se pulverizó en trozos grandes, se mezcló, se amasó y se granuló en partículas de 5 mm de diámetro. Después de que se secaran a 110 °C, las partículas se pulverizaron en un molino de bolas y las partículas gruesas se retiraron de las mismas mediante el uso de un tamiz. El polvo de arcilla de partida obtenido poseía un diámetro de partícula promedio (D_{50}) de 21,3 μm medido mediante el uso de etanol como disolvente y contenía partículas finas no más grandes de 5 μm en una cantidad del 16,4 % en volumen y partículas gruesas de no menos de 104 μm en una cantidad del 2,0 % en volumen. Se pesaron 800 mililitros de una solución acuosa que contenía el 40 % en peso de ácido sulfúrico y se introdujeron en un vaso de precipitados, se dispersaron 360 g del polvo de arcilla de partida con agitación y se trataron con el ácido sobre un calentador a 90 °C durante 2 horas con agitación. Después de que se tratara con el ácido, se añadió agua al producto tratado con ácido y la mezcla se dejó en reposo y se retiraron las partículas finas de la misma mediante elutriación hidráulica. El producto tratado con ácido del que se habían retirado las partículas finas se lavó mediante el método de decantación seguido de filtración. La torta filtrada se secó a 110 °C para obtener un polvo de arcilla activada que después se midió para determinar sus propiedades físicas para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 5)

El mismo mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica que el del Ejemplo 1 se pulverizó en trozos grandes, se mezcló, se amasó y se granuló en partículas de 5 mm de diámetro. Después de que se secaran a 110 °C, las partículas se pulverizaron en un molino de bolas y se clasificaron usando el tamiz y la elutriación con aire en combinación. El polvo de arcilla de partida obtenido poseía un diámetro de partícula promedio (D_{50}) de 26,9 μm , medido mediante el uso de etanol como disolvente, y contenía partículas finas no más grandes de 5 μm en una cantidad del 10,1 % en volumen, partículas gruesas no más pequeñas de 104 μm en una cantidad del 0,8 % en volumen y agua en una cantidad del 10,5 %. Se introdujeron 1200 gramos de una solución acuosa que contenía el 35 % en peso de ácido sulfúrico en un vaso de precipitados y se suspendieron 360 g del polvo de arcilla de partida y se dispersaron en el mismo. Después de que transcurriera una hora, la suspensión se filtró, la torta filtrada se introdujo en un recipiente de vidrio, se ajustó una cubierta al mismo holgadamente, y el tratamiento con el ácido se realizó en un horno mantenido a 120 °C durante 2 horas. Después de que se tratara con el ácido, se añadió ácido sulfúrico al 1 % al producto tratado con ácido para suspenderlo y dispersarlo y el producto tratado con ácido se lavó mediante el método de decantación. Después de eso, el producto tratado con ácido se lavó con agua y se filtró. La torta filtrada se secó a 110 °C para obtener un polvo de arcilla activada que, después, se midió para determinar sus propiedades físicas para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 6)

Se obtuvo un polvo de arcilla activada de la misma manera que en Ejemplo 5 pero realizando el tratamiento con el ácido en un autoclave mantenido a 120 °C durante 2 horas en lugar de usar el horno mantenido a 120 °C utilizado en el Ejemplo 5. El polvo de arcilla activada se midió para determinar sus propiedades para obtener los resultados que se muestran en Tabla 1.

(Ejemplo 7)

Se obtuvo un polvo de arcilla activada de la misma manera que en el Ejemplo 5, pero realizando el tratamiento con el ácido en el horno mantenido a 150 °C durante 90 minutos en lugar de usar el horno mantenido a 120 °C utilizado en el Ejemplo 5. El polvo de arcilla activada se midió para determinar sus propiedades para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 1.

65

(Ejemplo 8)

5 Se obtuvo un polvo de arcilla activada de la misma manera que en el Ejemplo 5 pero realizando el tratamiento con el ácido en el horno mantenido a las 85 °C durante 20 horas en lugar de usar el horno mantenido a 120 °C utilizado en el Ejemplo 5. El polvo de arcilla activada se midió para determinar sus propiedades para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 9)

10 Se obtuvo un polvo de arcilla activada de la misma manera que en el Ejemplo 5 pero usando una solución acuosa que contenía el 45 % en peso de ácido sulfúrico y realizando el tratamiento con el ácido en el horno mantenido a 85 °C durante 20 horas en lugar de usar la solución acuosa que contenía el 35 % en peso de ácido sulfúrico utilizada en el Ejemplo 5. El polvo de arcilla activada se midió para determinar sus propiedades para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 1.

15

(Ejemplo Comparativo 1)

20 Se obtuvo un polvo de arcilla activada de la misma manera que en el Ejemplo 1 pero usando 800 ml de una solución acuosa que contenía el 25 % en peso de ácido sulfúrico en lugar de usar la solución acuosa que contenía el 40 % en peso de ácido sulfúrico utilizada en el Ejemplo 1. El polvo de arcilla activada se midió para determinar sus propiedades para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 2

(Ejemplo Comparativo 2)

25 El mismo mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica que el del Ejemplo 1 se dispersó en agua y del que se retiraron las partículas gruesas mediante elutriación hidráulica, seguida de filtración y secado a 110 °C. En un vaso de precipitados se introdujeron 920 gramos de una solución acuosa que contenía el 15 % en peso de ácido sulfúrico, se añadieron 360 g del polvo de arcilla seca a la misma y se trataron con ácido sobre un calentador a 70 °C durante 12 horas con agitación. Después de que se tratara con el ácido, se añadió agua al producto tratado con ácido que,

30 después, se lavó mediante el método de decantación seguido de filtración. La torta filtrada se secó a 110 °C, se pulverizó y se clasificó para obtener un polvo de arcilla activada que, después, se midió para determinar sus propiedades físicas para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 2.

(Ejemplo Comparativo 3)

35 Se obtuvo un polvo de arcilla activada de la misma manera que en el Ejemplo Comparativo 2 pero realizando el tratamiento con el ácido a 70 °C durante 9 horas usando una solución acuosa que contenía el 35 % en peso de ácido sulfúrico en lugar de usar la solución acuosa que contenía el 15 % en peso de ácido sulfúrico utilizada en el Ejemplo Comparativo 2. El polvo de arcilla activada se midió para determinar sus propiedades para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 2.

40

(Ejemplo Comparativo 4)

45 El mismo mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica que el del Ejemplo 1 se pulverizó en trozos grandes, se mezcló, se amasó y se granuló en partículas de 5 µm de diámetro. Se cargaron 1500 gramos de las partículas en un recipiente de tratamiento y en el que se hicieron circular 2000 ml de una solución acuosa que contenía el 30 % en peso de ácido sulfúrico para realizar el tratamiento con el ácido. La temperatura de tratamiento en ese momento fue de 90 °C y el tiempo de tratamiento fue de 5 horas. Después de que se tratara con el ácido, se hizo circular agua a través del producto tratado con ácido que, después, se lavó con agua y se secó a 110 °C, se pulverizó y se clasificó

50 para obtener un polvo de arcilla activada que, después, se midió para determinar sus propiedades físicas para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 2.

(Ejemplo Comparativo 5)

55 El mismo mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica que el del Ejemplo 1 se pulverizó en trozos grandes y se usó como arcilla de partida. Se añadieron 138 gramos de ácido sulfúrico al 98 % y se mezclaron con 600 gramos de la arcilla de partida que contenía un 36 % de agua y la mezcla se amasó y se granuló suficientemente en partículas de 5 mm de diámetro. Las partículas se introdujeron en un recipiente de vidrio, se ajustó una cubierta al mismo holgadamente y el tratamiento con el ácido se realizó en un horno mantenido a 120 °C durante 2 horas. Después de

60 que se tratara con el ácido, se añadió ácido sulfúrico al 1 % al producto tratado con ácido para extraer sales solubles (en este caso, las partículas no se suspendieron ni se dispersaron). A continuación, el producto tratado con ácido se lavó con agua, se secó a 110 °C, se pulverizó y se clasificó para obtener un polvo de arcilla activada que, después, se midió para determinar sus propiedades físicas para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 2.

65

(Ejemplo Comparativo 6)

5 Se obtuvo un polvo de arcilla activada de la misma manera que en el Ejemplo 5 pero usando una solución acuosa que contenía el 25 % en peso de ácido sulfúrico en lugar de usar la solución acuosa que contenía el 35 % en peso de ácido sulfúrico utilizada en el Ejemplo 5. El polvo de arcilla activada se midió para determinar sus propiedades físicas para obtener los resultados que se muestran en la Tabla 2.

Tabla 1

	Ejemplo 1	Ejemplo 2	Ejemplo 3	Ejemplo 4	Ejemplo 5
Distribución del tamaño de partícula					
Diámetro de partícula promedio (D_{50} , μm)	26,9	28,3	27,2	23,5	26,8
5 μm o más pequeño (% en volumen)	12,9	11,9	12,6	14,1	9,8
Densidad aparente (g/cc)	0,654	0,664	0,653	0,645	0,647
Volumen de poros (cc/g)	0,380	0,377	0,387	0,376	0,379
Relación de densidad aparente/volumen de poros	1,72	1,76	1,69	1,72	1,71
Área superficial específica BET (m^2/g)	278	258	292	280	290
Velocidad de filtración (min', seg")	3' 35"	3' 05"	3' 09"	3' 55"	2' 45"
Retención de aceite (%)	39,4	38,5	40,1	39,6	38,0
Cantidad absorbente de aceite (ml/100 g)	61	62	63	62	60
Ensayo de decoloración	56,7	55,0	56,5	58,9	56,1

10

Tabla 1 (Continuación)

	Ejemplo 6	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9
Distribución del tamaño de partícula				
Diámetro de partícula promedio (D_{50} , μm)	27,3	26,9	27,8	27,6
5 μm o más pequeño (% en volumen)	10,2	10,5	9,9	10,1
Densidad aparente (g/cc)	0,672	0,676	0,687	0,687
Volumen de poros (cc/g)	0,361	0,387	0,367	0,365
Relación de densidad aparente/volumen de poros	1,86	1,75	1,87	1,88
Área superficial específica BET (m^2/g)	291	273	274	243
Velocidad de filtración (min', seg")	2' 50"	2' 55"	2' 41"	2' 54"
Retención de aceite (%)	38,2	38,5	38,0	38,2
Cantidad absorbente de aceite (ml/100 g)	60	62	60	60
Ensayo de decoloración	56,1	55,6	57,8	58,4

Tabla 2

	Ej. Comp. 1	Ej. Comp. 2	Ej. Comp. 3	Ej. Comp. 4	Ej. Comp. 5	Ej. Comp. 6
Distribución del tamaño de partícula						
Diám. de partícula promedio (D_{50} , μm)	25,8	30,1	32,6	25,4	24	27,0
5 μm o más pequeño (% en volumen)	13,3	11,8	13,9	16,3	16,0	11,5
Densidad aparente (g/cc)	0,558	0,688	0,731	0,567	0,557	0,720
Volumen de poros (cc/g)	0,417	0,271	0,333	0,460	0,416	0,346
Relación de densidad aparente/volumen de poros	1,34	2,54	2,20	1,23	1,34	2,08
Área superficial específica BET (m^2/g)	325	283	285	315	270	242
Velocidad de filtración (min', seg")	4' 02"	3' 49"	4' 49"	7' 25"	7' 30"	3' 15"
Retención de aceite (%)	41,4	37,6	38,3	43,2	42,5	38,2
Cantidad absorbente de aceite (ml/100 g)	67	55	56	72	69	57
Ensayo de decoloración	56,1	27,0	34,7	62,8	61,7	41,3

REIVINDICACIONES

1. Un agente decolorante para grasas y aceites o aceites minerales, que comprende una arcilla activada obtenible mediante el tratamiento de un mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica con un ácido, en el que dicha arcilla activada tiene un diámetro de partícula promedio (D_{50}) de 20 a 30 μm calculado como volumen según un método de dispersión por difracción de láser y contiene finas partículas no más grandes de 5 μm en una cantidad no más grande del 15 % en volumen, tiene una densidad aparente en un intervalo de 0,60 a 0,70 g/cc, tiene un volumen de poros en diámetros de poro de 17 a 3.000 Å de 0,35 a 0,40 cc/g medido según el método de adsorción de nitrógeno, y tiene una relación de dicha densidad aparente y dicho volumen de poros (densidad aparente/volumen de poros) en un intervalo de 1,55 a 1,95.
2. El agente de decoloración de acuerdo con la reivindicación 1, en el que dicha arcilla activada tiene un área superficial específica BET de 200 a 300 m^2/g .
3. Un método de producción de un agente decolorante de acuerdo ya sea con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, que comprende:
- pulverizar y clasificar un mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica para preparar un polvo del mismo que tenga un diámetro de partícula promedio (D_{50}) en un intervalo de 20 a 30 μm calculado como volumen según un método de dispersión por difracción de láser;
- tratar dicho polvo con un ácido mediante el uso de una solución acuosa de ácido sulfúrico de una concentración del 35 al 45 % en peso, mediante la adición y la mezcla de dicho polvo con dicha solución acuosa de ácido sulfúrico, y calentando la mezcla de los mismos a una temperatura no inferior a 85 °C en el que el tratamiento con ácido se realiza durante un tiempo de 1 a 3 horas; y
- lavar el producto tratado con ácido obtenido seguido de secado.
4. El método de producción de un agente decolorante de acuerdo con la reivindicación 3, en el que el tamaño de partícula de dicho polvo se ajusta de manera que contenga partículas finas no más grandes de 5 μm en una cantidad no superior al 15 % en volumen antes de ser tratado con el ácido o después de haber sido tratado con el ácido.
5. Un método de producción de un agente decolorante de acuerdo ya sea con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, que comprende:
- pulverizar y clasificar un mineral arcilloso de esmectita dioctaédrica para preparar un polvo del mismo que tenga un diámetro de partícula promedio (D_{50}) en un intervalo de 20 a 30 μm calculado como volumen según un método de dispersión por difracción de láser;
- sumergir dicho polvo en una solución acuosa de ácido sulfúrico de una concentración del 30 al 45 % en peso, de manera que dicho polvo esté impregnado con la solución acuosa de ácido sulfúrico;
- realizar el filtrado para obtener una torta filtrada que contenga ácido sulfúrico y agua;
- calentar dicha torta filtrada a una temperatura de 80 a 150 °C en un estado de retención de agua en la misma para realizar de este modo un tratamiento con ácido; y
- lavar el producto tratado con ácido obtenido seguido de secado.
6. El método de producción de un agente decolorante de acuerdo con la reivindicación 5, en el que un tamaño de partícula de dicho polvo se ajusta de manera que contenga partículas finas de un tamaño no superior a 5 μm en una cantidad no superior al 15 % en volumen antes de realizar el tratamiento con ácido o después de realizar el tratamiento con ácido.

Fig. 1

