

***Azione 1.1.5 “Sostegno all’avanzamento tecnologico delle imprese attraverso il finanziamento di linee pilota e azioni di valutazioni su larga scala”  
PO FESR Sicilia 2014-2020***

**Progetto di ricerca  
“Nuovi prodotti dalla trasformazione agroindustriale di  
frutti da colture mediterranee e gestione sostenibile dei  
sottoprodotti - MedFruit”**



Università di Catania



**Allegato 17:**

**“Prove di laboratorio per l’utilizzazione di campionature di estratti di polifenoli nella formulazione di mangimi avicoli”**

- Citrofood snc
- In4Tech Bioprocess

## TECHNICAL REPORT

### **Progetto “Nuovi prodotti dalla trasformazione agroindustriale di frutti da colture mediterranee e Gestione sostenibile dei sottoprodotti (Med Fruit)” cod. CUP: G18I18001700007**

Le attività di estrazione dei polifenoli d'agrumi sono state eseguite su una matrice vegetale; sottoprodotto della filiera agrumicola; fornite da Citrofood nell'Aprile 2020 ed indicata con il termine: ***Matrice B738 - Pura di decanter***

La matrice è a base di bucce di agrumi (albedo e flavedo); omogeneizzate con un mulino a palle; in acqua calda con enzimi e separate con un decanter industriale. Si tratta del residuo "solido".

#### **Prove di laboratorio**

Qui di seguito un estratto delle prove di laboratorio più significative, condotte secondo lo schema di processo a lato.

Come solvente di estrazione, per le prime prove, si è scelto metanolo per l'efficacia di estrazione e la facilità di recupero in un eventuale processo industriale.

Solventi alternativi saranno valutati nel corso delle ulteriori fasi del progetto.

Prova B738/04

Data: 13 Aprile 2020

Purea

Concentrato

Il pastazzo di arance è un sottoprodotto dell'industria agrumaria. E' una matrice disomogenea contenente per lo più (oltre il 90%) acqua, bucce (albedo e flavedo), albedo, endocarpo e, in misura molto minore, semi e foglie.

#### Schema Sperimentale

Nel processo detto "cloudy" il pastazzo viene trattato con enzimi e la frazione più pesante viene separata tramite decanter. La purea di decanter è omogenea e può essere separata in due frazioni: solubile e non solubile in soluzione idroalcolica. La prima di queste contiene i polifenoli

#### Dati Sperimentali

100 grammi di campione vengono addizionati con 100 ml di metanolo e miscelati per circa 15 minuti. La soluzione viene quindi filtrata, sotto vuoto, attraverso un filtro Gooch pre-impaccato fino ad eliminare la maggior parte del solvente e separare il solido.

Questo processo viene ripetuto tre volte fino ad ottenere un solido "bagnato" di metanolo che viene essiccato sottovuoto ad una temperatura di 50°C, fino a ridurlo ad una polvere fine.



### Risultati

La massa del composto secco è di 6,2 grammi. Portando una riduzione in massa di circa il 94%.

Il metanolo può essere recuperato attraverso una semplice distillazione. All'interno del pallone di distillazione rimane dell'acqua in cui sono presenti i flavoni estratti dal solvente organico e oligosaccaridi. È importante che l'essiccazione sia rapida: se lasciato all'aria il pastazzo tende ad indurirsi eccessivamente e limitare qualsiasi tipo di modificazione successiva.

Prova B738/09

Data: 20 Aprile 2020

### Schema Sperimentale

Il campione è stato trattato utilizzando una quantità equivalente in volume (es: 100 grammi di campione / 100 grammi di metanolo).

### Dati Sperimentali

Il composto, depositato in un becker, viene addizionato della quantità necessaria di solvente. Sono quindi aggiunte due ancorette magnetiche per rompere meglio il composto e rendere la soluzione omogenea. L'agitazione è condotta a temperatura ambiente, per un'ora. È possibile osservare, già dopo alcuni minuti, una polvere che si forma alla base del becker, mentre la soluzione surnatante comincia a colorarsi. Il composto viene quindi filtrato su imbuto Buchner.

Il filtrato viene quindi lavato nuovamente con la stessa quantità usata per il lavaggio. Sono state fatte prove sia lavando il composto direttamente su filtro, sia riposizionandolo di nuovo in un becker. (Entrambe hanno dato lo stesso risultato).

Dopo il secondo lavaggio, il campione viene trasferito in un pallone, pesato ancora bagnato e seccato sottovuoto per un'intera giornata. Vengono poi eseguite pesate e evaporazione successive fino a che il peso rimane costante.



### Risultati

Le prove confermano che il residuo insolubile in soluzione idroalcolica è ca. il 6% in massa sul totale. Le prove sperimentali confermano che la fibra ADL e parte della fibra ADF possono essere rimosse, lasciando pertanto in soluzione i polifenoli d'interesse e le frazioni di carboidrati idrosolubili.

Prova B738/11

Data: 11 Maggio 2020

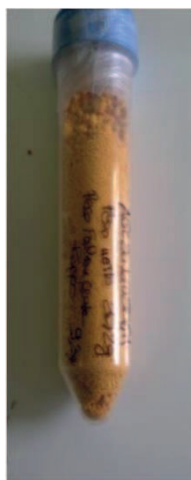
### Schema Sperimentale

Estrazione di polifenoli in forma solida, purificata

### Dati Sperimentali

Il composto, depositato in un becker, viene addizionato della quantità necessaria di metanolo. Sono quindi aggiunte due ancorette magnetiche per rompere meglio il composto e rendere la soluzione omogenea. L'agitazione è condotta a temperatura ambiente, per un'ora. E' possibile osservare, già dopo alcuni minuti, la formazione di una soluzione omogenea di aspetto pastoso che non cambia anche aggiungendo altro solvente.

Una volta separata la frazione solida, questa è stata estratta nuovamente con un secondo volume di metanolo. Le due frazioni unite sono state concentrate sottovuoto a 70 °C per 2 ore tramite rotavapor. Il concentrato è stato poi posto in stufa a 50 °C per 48 ore, ad ottenere una polvere che è stata isolata e raccolta.



### Risultati

Il prodotto concentrato a 50°Bx non presentava precipitati; il prodotto essiccato è pari al 9% del campione iniziale.

### Conclusioni

La caratterizzazione del prodotto ottenuto in polvere è riportata nella tabella seguente:

Parametro	U.M	Valore	LoQ
<i>Descrizione</i>	Polifenoli estratti B730/011		
<i>Umidità</i> <i>Rapporti ISTISAN 1996/34 pag 7 Met B</i>	% su TQ	7,1	0,1
<i>Ceneri</i> <i>Rapporti ISTISAN 1996/34 pag 77</i>	% su TQ	3,4	0,01
<i>Polifenoli</i> <i>Vd. metodo allegato</i>	% su TQ	10,0	0,1
<i>NDF - Fibra al detergente neutro</i> <i>CNR IPRA N°12.2 Q8/87</i>	% su TQ	6,8	0,01
<i>ADF - Fibra al detergente</i> <i>CNR IPRA N°13.2 Q8/87</i>	% su TQ	3,9	00,1
<i>ADL - Lignina al detergente</i> <i>CNR IPRA N°14.2 Q8/8</i>	% su TQ	0,9	0,01

Estraendo con metanolo od altro solvente idoneo, la purea di decanter, è possibile ottenere un concentrato al 50% di sostanza secca, costituito interamente da composti idrosolubili a basso tenore di fibre (meno del 2,5% sul t.q.) ed al 10% di polifenoli rispetto al secco. La restante frazione è probabilmente costituita da carboidrati e proteine idrosolubili.

Un prodotto con queste caratteristiche è comparabile ai migliori prodotti registrati attualmente in commercio, quali ad esempio Citrobex®, della Ascor-Vetoquinol