

***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 18:

“Progettazione e realizzazione del sistema di estrazione e recupero dei polifenoli dal residuo dei depolpati”

- 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

Ingegnerizzazione dell’Impianto Pilota

Premessa

La matrice vegetale fornita da Citrofood nell'Aprile 2020 (Matrice B738 - Pura di decanter) ha dato ottimi risultati all'estrazione; tanto da essere qualificata come materia prima di riferimento per le attività successive; ma presenta caratteristiche reologiche che hanno reso necessarie scelte impiantistiche dedicate.

Si ricorda che la matrice è a base di bucce di agrume (albedo e flavedo); omogeneizzate con un mulino a martelli; in acqua calda con enzimi e separate con un decanter industriale.

Si tratta del residuo "solido"; che tuttavia si presenta come una sorta di mousse; estremamente cremosa e difficile da pompare.

Poiché il processo implica una estrazione solido-liquido; l'attività di ingegnerizzazione prevista sarebbe stata quella di progettare un separatore continuo; a coclea; simile a quello illustrato nella foto e già utilizzato con successo su pastazzo d'agrumi in prove pilota condotte nel 2016 dalla nostra società.

L'impianto a lato, realizzato per la ditta Orange Fiber di Catania ed installato presso uno stabilimento di trasformazione agrumi di Caltagirone (CT) era costituito da una tramoggia di carico collegata ad una coclea posta in un condotto a tronco di cono realizzato appositamente per fungere contemporaneamente da pressa e da sistema di trasferimento.

Una serie di ugelli posti lungo l'asse della coclea consentivano operazioni di lavaggio e di estrazione con acqua (o soluzioni non infiammabili). Il principio è ben noto nella chimica industriale: estrazione in controcorrente basata sullo schema a lato.

La matrice da estrarre è caricata dal basso verso l'alto e spinta da una o due coclee mentre dall'alto verso il basso scorre la soluzione estraente.

Nel caso di matrici pastose (ad esempio il pastazzo d'agrumi o le polpe di barbabietola, assai simili come consistenza) le coclee sono forate come nella foto sottostante: una coclea di diffusione di zuccherificio.

All'inizio del presente progetto si era ipotizzato un approccio come sopra descritto, ma la consistenza della matrice in esame ha reso necessario un approccio completamente diverso.

Valutazioni Industriali sulla Matrice

E' noto in letteratura che la matrice utilizzata è composta dalle macrocategorie di prodotti organici costituiti da

- Polisaccaridi a catena lunga (cellulosa, emicellulosa e pectina) e polifenoli non idrosolubili quali la lignina
- Oligosaccaridi, alcuni dei quali legati a composti fenolici
- Diversi composti organici idrosolubili, in particolare flavoni e flavonoidi

Le prove di laboratorio hanno dimostrato che la prima categoria di composti precipita in soluzione idroalcolica al 50% e gran parte della seconda precipita in maniera significativa se concentrata a 30 °Bx o più. Per separare la terza categoria di composti occorre portare tutta la matrice a secco. La soluzione impiantistica più logica sembra pertanto lo spray drying, una nota tecnica industriale che consiste nel nebulizzare la soluzione che si desidera essiccare all'interno di una camera a flusso d'aria surriscaldata. Nell'immagine sottostante uno schema classico del sistema.

Trovandosi improvvisamente in un ambiente a temperatura molto elevata, le microgocce di soluzione evaporano istantaneamente isolando i soluti in forma di polvere finissima, che può cadere sul fondo

della camera di essiccamento oppure essere trascinata dal flusso dell'aria e separata successivamente con uno o più cicloni. Il prodotto secco viene quindi raccolto alla fine della linea.

Sulla base delle considerazioni precedenti e sui dati di laboratorio è quindi apparso chiaro come non sia necessaria la separazione degli oligomeri idrosolubili: si tratta di composti utili alla destinazione d'uso, sia per il valore nutrizionale sia perché utili alla formulazione finale di un qualunque prodotto liquido (sono i supporti più naturali possibile alla componente polifenolica). Essendo poi, per l'appunto, idrosolubili, non pongono alcun limite all'utilizzo delle altre componenti utilizzabili nella formulazione di un prodotto finito. Per quanto sopra ed ai fini del processo industriale, la composizione della matrice "purea di decanter" è quella illustrata nel diagramma:

- 6% ca. di fibre insolubili
- 20% ca. a formare una soluzione di polifenoli d'agrumi a 45 °Bx
- 74% d'acqua da eliminare

Pertanto il razionale per una eventuale produzione industriale - e di conseguenza di realizzazione

dell'impianto pilota - sarebbe schematizzabile come segue:

Visto che un concentrato a 45 °Bx è stabile, non è apparso necessario appesantire il progetto con una fase di isolamento nota e facilmente realizzabile in conto lavorazione quale lo spray-drying.

Anidificazione della matrice

Per anidificare la matrice basta miscelare vigorosamente la purea di decanter con etanolo in miscela 1:1. La purea schiumosa si destruttura e collassa, liberando la frazione fibrosa.

I dissolutori triblender, come quello illustrato a fianco, sono apparati molto utilizzati nell'industria alimentare per la dissoluzione di solidi nei liquidi (p.es. ricostituzione di latte in polvere, addizioni di proteine, produzione di sciroppi, preparazioni di salamoie). Un dissolutore triblender si basa sul principio di Venturi: in un serbatoio di grande volume (solitamente a tramoggia conica per favorire l'aspirazione) viene posto il prodotto da disciogliere, aspirato da una pompa centrifuga montata verticalmente. Il fluido entra a grande velocità nel corpo di miscelazione creando un vuoto nel centro della girante che provoca l'aspirazione dei solidi (principio di Venturi). La caduta dei solidi è regolabile attraverso una valvola

situata nella parte inferiore della tramoggia, mentre l'aspirazione ha un tubo a doppia parete interna che mantiene separati l'entrata dei solidi e del liquido evitando così la formazione di grumi prima di entrare nel corpo pompa. Si tratta di un apparato semplice e versatile per la dissoluzione rapida e omogenea di solidi, senza contatto con l'aria. Per l'applicazione in esame, oltre alle solite specifiche di tipo sanitario (facile montaggio e smontaggio attraverso attacchi Tri-Clamp, possibilità di lavaggio e disinfezione senza smontaggio, tenute meccaniche sanitarie, interno lucido $Ra \leq 0,8 \mu m$), servono alcune caratteristiche tipiche degli impianti Atex: parti in contatto con il prodotto in AISI 316L, guarnizioni in PTFE, tenuta meccanica non ferrosa.

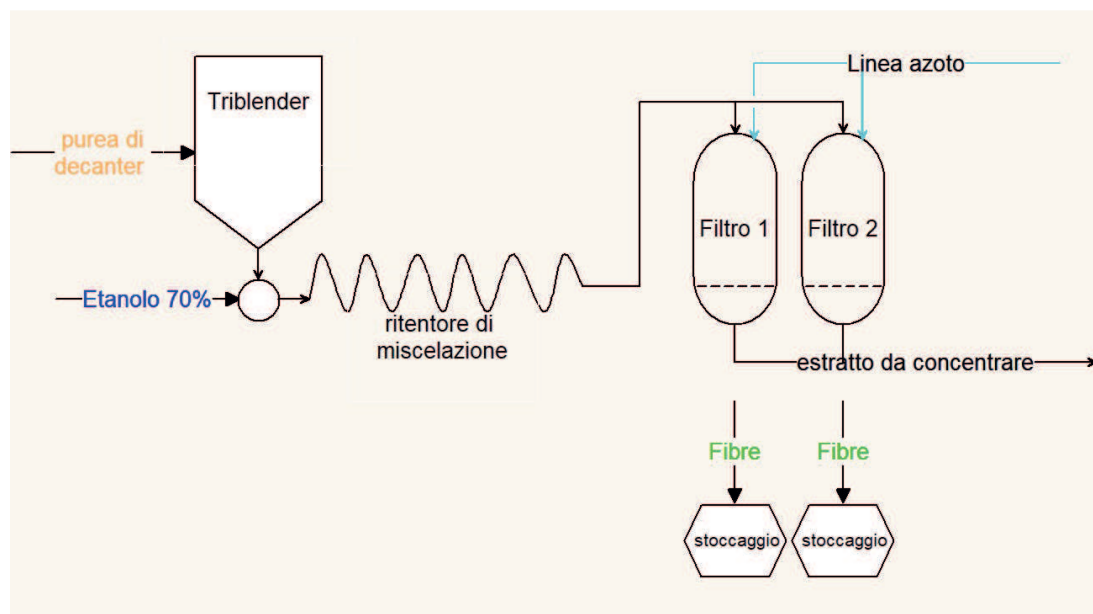
Qui di seguito alcuni dati esemplificativi, immaginando una produzione industriale, utilizzati per simulare un dimensionamento sensato di un eventuale impianto:

- Fluido estraente: Etanolo al 70% in acqua
- Portata estrazione: 100 l/min

Perché il triblender funzioni correttamente, serve una portata molto elevata (100 l/min è una portata media più che accettabile), mentre la soluzione di etanolo al 70% è stata ipotizzata pensando ad un recupero efficiente ed alla minimizzazione dei costi industriali (si veda il paragrafo sulla concentrazione per maggiori dettagli).

In questo scenario la portata di aspirazione della purea di decanter sarebbe da regolarsi a 40 L/min (calcolo semplice per avere una miscela etanolo:acqua 1:1), ovvero ca. $25 m^3$ in 10 ore di ciclo lavorativo. I decanter utilizzati nell'industria agrumaria scaricano automaticamente la purea, che può essere trasportata da una pompa mono con tramoggia e coclea in prelievo; pertanto basterebbe porre la tramoggia del triblender in prossimità del decanter e dimensionarla adeguatamente (p.es. una tramoggia da $15 m^3$ sarebbe più che adeguata per scaricare $1 m^3$ di purea all'ora su un ciclo giornaliero). Nell'esempio in questione si avrebbe una portata oraria di ca. $8,5 m^3/h$ con un carico di solidi di ca. 150 Kg/h da separare.

Per un eventuale impianto industriale basterebbe pertanto un semplice serbatoio PED, simile a quello rappresentato in figura, di non più di 500 l a scarico totale, dotato di setto filtrante a 200 mesh, per trattenere tutta la frazione fibrosa, che ha una elevata filtrabilità. Il ciclo standard di lavoro sarebbe pertanto costituito da due filtri a fasi alternate di carico/scarico con la sequenza: carico del solido (a $8,5 m^3/h$, quindi con serbatoio PED in grado di reggere la pressione) con trattenimento del solido, drenaggio in pressione d'azoto, scarico (p.es. in fusti standard) e ripristino delle condizioni di lavoro.



Quanto sopra è schematizzato di seguito:

1. La purea viene scaricata dai decanter ed inviata alla tramoggia del triblender (posto in area Atex)
2. Una soluzione estraente di etanolo al 70% in alimentazione al triblender scarica e miscela la purea
3. Un (eventuale) ritentore di miscelazione completa il mixing e favorisce la precipitazione delle fibre
4. La soluzione contenente le fibre viene inviata ad uno dei due filtri. Le fibre sono trattenute e l'estratto procede nella linea
5. A saturazione del filtro, il sistema passa al secondo filtro e mette in pressione d'azoto il primo: le fibre vengono drenate

Nell'esempio sopra riportato, l'impianto produrrebbe ca. 1.500 Kg di fibre al giorno, per tutta la durata della campagna agrumaria.

Concentrazione

La fase di lavorazione successiva non presenta alcun problema di tipo impiantistico: si tratta di concentrare a 45 °Bx una soluzione idroalcolica al 50% di etanolo, recuperando l'etanolo con la resa massima possibile. Restando nell'esempio portato finora, si immagina un serbatoio di ca. 25 m³ di stoccaggio dell'estratto, alimentato mediamente a 8,5 m³/h per le 10 ore di lavoro della fase precedente e scaricato alla portata di 6 m³/h in un ciclo di 14 ore . Per la concentrazione si è ipotizzata una batteria di evaporazione in controcorrente come illustrata nello schema seguente:

Si tratta di uno schema classico, che nell'esempio in esame avrebbe un dimensionamento come segue:

1. L'estratto viene alimentato nel primo effetto della batteria, alla portata di 100 l/min (pertanto tubazioni da 1,0 - 1,5")
2. Una prima fase concentrata (ed ancora ricca di etanolo) viene trasferita al secondo effetto alla portata di 60-70 l/min
3. Una seconda fase, più concentrata e praticamente senza etanolo viene trasferita al terzo effetto, alla portata di 30-40 l/min
4. Il concentrato è scaricato a batch, alla portata media di ca. 650 Kg/h (8,5 ton/gg nell'esempio).
5. Un prelievo di vapore ridotto a 2,5 bar a non più di 30 Kg/min (tubo standard DN 100 per bassa pressione) alimenta il terzo effetto, dal quale si recuperano le condense pulite, recuperabili per tornare in caldaia
6. L'evaporato di terzo effetto alimenta il secondo effetto a ca. 25 Kg/min di vapore sporco di etanolo non recuperabile, producendo circa 22 ton/gg di condense al 7-8% di etanolo
7. Il secondo effetto, a ca. 90 °C, produce un vapore ricchissimo di etanolo, alla portata di ca. 25 - 30 Kg/min, che alimenta il primo effetto, producendo ca. 25 ton di condense di etanolo al 50-60%

8. Il primo effetto, che opera a ca. 80 °C, scarica ca. 28 ton/gg di etanolo quasi puro

Le soluzioni idroalcoliche scaricate dal primo effetto (sia dal corpo che dalle condense) si possono convogliare in un serbatoio da ca. 25 m³, per raccogliere la soluzione idroalcolica al 70% che serve per l'estrazione.

Nell'esempio, la scelta di operare con una soluzione idroalcolica al 70% è giustificata dall'esigenza di massimizzare la resa di recupero che, nel caso descritto, sarebbe superiore al 96%.

Pertanto, il fabbisogno giornaliero di 60 ton sarebbe soddisfatto dalle 53 ton/gg recuperate al primo effetto (concentrazione media di etanolo superiore al 75%), più 5-6 ton/gg di condense sporche di etanolo (che ridurrebbero i reflui aumentando la resa) e ca. 1.200 Kg di etanolo puro, che sarebbero il vero fabbisogno giornaliero.

La batteria dell'esempio sarebbe costituita da tre effetti di diametro 120-150 cm ed alti non più di 6 metri, con tre serbatoi di accumulo da 3-4 m³, alimentata a vapore ridotto a 2,5 bar.

Un serbatoio di alimentazione da 25 m³, per la soluzione da concentrare ed un secondo, gemello, per raccogliere la soluzione idroalcolica al 70% completerebbero l'impianto, che produrrebbe ca. 8-9 cubopallet di concentrato al giorno, su due turni diurni, unitamente ad una decina di fusti di fibre, per 1.500 Kg ca. al giorno.

L'impianto di estrazione, costituito essenzialmente da una tramoggia del triblender da 15 m³ - che potrebbe essere anche posta all'esterno dell'area antideflagrante - e due filtri da 500 l completerebbe l'intera linea che avrebbe bisogno di un'area Atex estremamente contenuta.

Conclusione

Tutto quanto sopra non è da considerarsi un dimensionamento impiantistico industriale, quanto piuttosto un razionale sensato per le “basis of design” necessarie per definire l'impianto pilota più utile ai fini dei risultati attesi.

- Non c'è una vera criticità per la miscelazione della purea di decanter con la soluzione estraente, realizzabile facilmente con impiantistica standard nell'industria alimentare.
- Tantomeno non è critica la produzione di concentrato: una volta rimosse le fibre è solo questione di impiantistica che appare adeguata e compatibile con gli impianti esistenti (fatto salvo l'allestimento di una piccola area Atex).
- La scelta di utilizzare etanolo alimentare rende opportuno operare in regime di esenzione accisa: una questione soltanto strategica, non ingegneristica.

L'unica criticità riguarda pertanto la separazione delle fibre e la qualità del concentrato. La seconda di questa sarà oggetto delle prove già previste per la fase 3 del progetto.

Per quanto riguarda la separazione delle fibre è stato noleggiato dalla ditta Naiad Biotech srl di Lodi il reattore chimico pilota da 16 l illustrato sotto. Si tratta

di un sistema automatico, con generatore di vapore incorporato a 3 bar, disegnato per applicazioni biotecnologiche e farmaceutiche, che è stato riadattato allo scopo. In particolare è stato realizzato un cestello in acciaio inox, con rete da 200 mesh, appositamente per le necessità di separazione sopra descritte. Il reattore è stato caricato con 7 l di etanolo e 3 l di acqua e poi sono stati aggiunti, uno alla volta, 3 contenitori di purea di decanter forniti dalla Citrofood.

All'inizio la soluzione si presentava torbida, ma si è immediatamente illimpidita e lo scarico del reattore non ha presentato alcuna difficoltà. La fibra, presente sul fondo del cestello si presentava compatta e pulita.

Il reattore è stato poi testato per essere utilizzato come concentratore: portato a 80 °C con vapore in camicia, per simulare il primo effetto di una ipotetica batteria di evaporazione, ha iniziato a concentrarsi con facilità.

I piccoli volumi in gioco non hanno consentito di procedere oltre con la simulazione, tuttavia il collaudo è stato eseguito anche a 90 °C e 110 °C fino ad ottenere un fondo di 1,5 l ancora troppo diluito.

Completato con successo collaudo, si è pertanto avviata fase successiva che prevede, prima battuta, la produzione di quantitativo sufficiente di concentrato utile alle prove in campo.