



**UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA**

FACOLTÀ DI INGEGNERIA

DIPARTIMENTO DI PROCESSI CHIMICI DELL'INGEGNERIA

**TESI DI LAUREA IN INGEGNERIA CHIMICA**

CLASSE 10 INGEGNERIA INDUSTRIALE

(Laurea Triennale DM 509/99)

**STUDIO DI PROCESSO PER L'ARRICCHIMENTO  
IN FOSFATIDILCOLINA DI LECITINA DI SOIA**

*Relatore: Ing. Alessandra Lorenzetti*

*Correlatore: Dott. Catya Alba*

***Laureando: NICOLA MATTEAZZI***

ANNO ACCADEMICO 2010 – 2011



# Riassunto

Questa è la relazione del tirocinio che il laureando ha svolto nei mesi di marzo, aprile e maggio 2010 presso l'azienda Fortom Chimica di Quinto Vicentino, come completamento del corso di studi in Ingegneria Chimica.

Al candidato è stato consentito di seguire un progetto che l'azienda stava mettendo a punto riguardante ricerca e sviluppo di sintesi di integratori alimentari provenienti dalla lecitina di soia.

L'arricchimento della lecitina nel principio attivo della *fosfatidilcolina* è costituito prevalentemente da una estrazione con solvente.

Il progetto ha comportato dapprima l'esecuzione di decine di prove in laboratorio, usando lecitina di soia, alcol isopropilico, acetone, esano, acqua con lo scopo di riprodurre successivamente il processo con prove in impianto che trattassero quantità maggiori di reagenti e prodotto.

Il candidato ha avuto modo di effettuare prove in laboratorio, di seguire la programmazione delle prove in impianto, di assistere gli operatori direttamente in impianto e di stilare resoconti sia delle prove in laboratorio che delle prove in impianto.

Oltre all'interessante esperienza per quanto riguarda la sintesi di integratori alimentari, lo studente ha potuto apprendere le dinamiche e le strutture di una azienda operante nel settore chimico.

Di rilevante importanza è stato anche e soprattutto l'esperienza umana al di fuori dell'ambito accademico.



# Indice

<b>INTRODUZIONE</b>	<b>1</b>
<b>CAPITOLO 1 – La Lecitina</b>	<b>3</b>
1.1 Studio sulla lecitina	3
1.1.1 Composizione della lecitina	3
1.1.2 Produzione della Lecitina	4
1.1.3 Benefici sull'organismo	5
1.1.4 La lecitina: un integratore alimentare	5
1.2 Studio dei brevetti	7
<b>CAPITOLO 2 – Le prove di Laboratorio</b>	<b>9</b>
2.1 I reagenti	9
2.2 L'estrazione tramite Alcol Isopropilico	10
2.2.1 L'eventuale riutilizzo del fango di lecitina	12
2.3 L'utilizzo dell'esano	12
2.4 La separazione dall'olio	12
2.4.1 La disoleazione tramite acetone	12
2.4.2 Utilizzo di lecitina disoleata (disoleazione in impianto)	13
2.4.3 Disoleazione tramite trattamento termico	13
2.5 La concentrazione del surnatante	13
2.6 Strumentazione di laboratorio	15
2.7 Conclusioni	15
Prova di laboratorio 21	16
Prova di laboratorio 25	17
Prova di laboratorio 35	19
Prova di laboratorio 41	21
<b>CAPITOLO 3 – Analisi dell'Impianto</b>	<b>23</b>
3.1 Il filtropressa	23
3.2 Il reattore RC	24
3.2.1 Il sistema di regolazione termica	24
3.2.2 Il sistema di regolazione dell'atmosfera e del vuoto nel reattore	25
3.2.3 Il sistema di trasporto di fluidi e gas	25
3.2.4 Il sistema di essiccazione	25
Schema dell'Impianto	27
<b>CAPITOLO 4 – Le prove in Impianto</b>	<b>29</b>
4.1 Prova numero 1	29
4.2 Prova numero 2	30
4.3 Prova numero 3	31
4.4 Prova numero 4	32
4.5 Prova numero 5	33
4.6 Conclusioni	34
Prova in Impianto numero 5	35
<b>CONCLUSIONI</b>	<b>39</b>
<b>RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI</b>	<b>41</b>
<b>RINGRAZIAMENTI</b>	<b>43</b>



# Introduzione

Il tirocinio Universitario del candidato si è svolto presso la Fortom Chimica, a Quinto Vicentino-VICENZA.

Fortom Chimica Srl si occupa principalmente di recupero di solventi industriali esausti. Dal 1984 esegue operazioni chimico-fisiche su rifiuti pericolosi quali solventi residui di lavorazioni<sup>[1]</sup>.

Mediante filtrazione, centrifugazione, distillazione, disidratazione rigenera vari tipi di solventi come chetoni, esteri, alcoli, distillati di petrolio e miscele di essi con una produzione annua di circa 9.000 Ton/anno. I soggetti con cui lavora l'azienda sono produttori di fibre artificiali, lacche, smalti, pitture, vernici e resine, colori, lubrificanti e additivi, resine e pigmenti, compound automobilistico, laboratori e industrie di trasformazione di materiali plastici, prodotti farmaceutici, spalmatura di poliuretani e pelli artificiali, spruzzatura e rifinitura di legno, ferro, carta e pelle, trattamento superficiale di metalli con sgrassaggio e pulitura, riparazione e verniciatura, prodotti chimici in generale, nonché centri di distribuzione solventi e vernici, raccolta e stoccaggio rifiuti.

Entro quest'anno la società avvierà a Chiampo (VI), dopo aver ottenuto esito positivo del progetto e della V.I.A., un impianto per il trattamento ed il recupero di metalli (LiCoO<sub>2</sub>, etc.) ricavati da batterie litio ione e Ni MH a fine vita.

Accanto a questo filone di attività principale, dal 1999 si è impegnata in ricerche, sviluppo e produzione di prodotti di nicchia ricavati da oli e lecitine. In quest'ultima branca di lavoro si è inserito il lavoro qui presentato.

In particolare, nel 2003 ha studiato, industrializzato e realizzato un processo per il frazionamento di fosfolipidi da lecitine vegetali, al fine di produrre e purificare intermedi che sono utilizzati nel settore cosmetico/nutraceutico.

Attualmente per vari prodotti estratti, come il glicerofosfatidil inositolo e la glicerofosfatidil colina, l'azienda lavora a campagne per pochi mesi all'anno. Per tale motivo l'azienda sta comunque investendo nella messa a punto di nuovi processi, che hanno lo scopo sia di arricchire la gamma di prodotti sia di sfruttare al meglio la struttura esistente.

E' all'interno di quest'ultimo filone di sviluppo e di attività che si inserisce il tirocinio oggetto di questa relazione.

In particolare il lavoro si è articolato in due momenti:

-la fase di sperimentazione in laboratorio;

- il successivo passaggio con prove semi-industriali di produzione, al fine di stabilire un processo per arricchire la lecitina di soia in *fosfatidilcolina* (PC). In fase di industrializzazione, il processo, oltre a determinare estrazioni qualitativamente e

quantitativamente valide, doveva adattarsi, per quanto possibile, alle macchine e all'impianto esistente.

Nella presente relazione, quindi, sono illustrate le prove sperimentali di laboratorio più significative e le relative controprove in impianto. Alcune di queste non hanno avuto l'esito previsto a causa dei limiti dell'impianto stesso. Pertanto nel corso della sperimentazione si sono rese necessarie delle piccole modifiche all'impianto presente, al fine di adattarlo al processo.



# Capitolo 1

## La Lecitina

### 1.1 Studio sulla lecitina

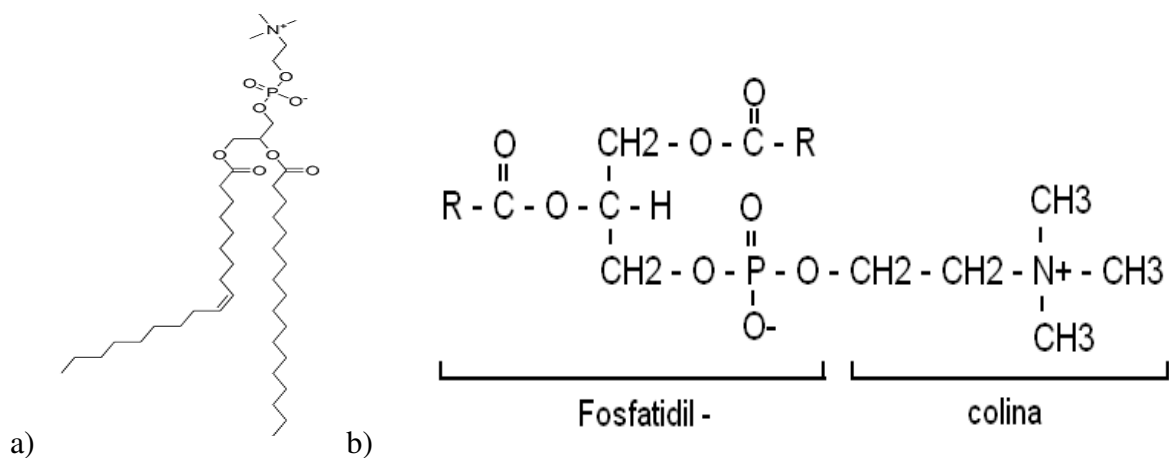
La lecitina fu scoperta nel 1846 dal chimico francese Maurice Gobley che la estrasse per primo dal tuorlo d'uovo e la chiamò col nome greco del tuorlo d'uovo (lekithos). In seguito la isolò anche dal cervello, dal sangue e da altri materiali organici, ma ci vollero anni prima che gli studiosi potessero comprenderne completamente la sua struttura.<sup>[2]</sup>

La lecitina è presente in molti alimenti in quanto composta dai fosfolipidi che sono contenuti nella membrana cellulare di tutti gli esseri viventi.

#### 1.1.1 Composizione della lecitina

Da un punto di vista chimico la lecitina è una miscela di fosfolipidi: essi derivano dalla struttura dei trigliceridi (che compongono tutti i grassi e gli oli che conosciamo), con la differenza che un acido grasso è sostituito da un gruppo fosforico (i fosfolipidi a questo punto prendono il nome di fosfatidi) al quale a sua volta è legata una molecola più complessa come la colina, l'etanolanmina, l'inositolo oppure un semplice atomo di idrogeno. Queste molecole danno così al fosfatide il nome di fosfatidilcolina (PC), fosfatidiletanolamina (PE), fosfatidilinositolo (PI) e infine acido fosfatidico (PA).

La molecola d'interesse delle ricerche è la *Fosfatidilcolina (PC)*, contenuta nella lecitina di soia in quantità media pari al 14-16 % ponderale. Lo scopo è stato quello di avere un prodotto che la contenesse con una concentrazione del 35% in peso.

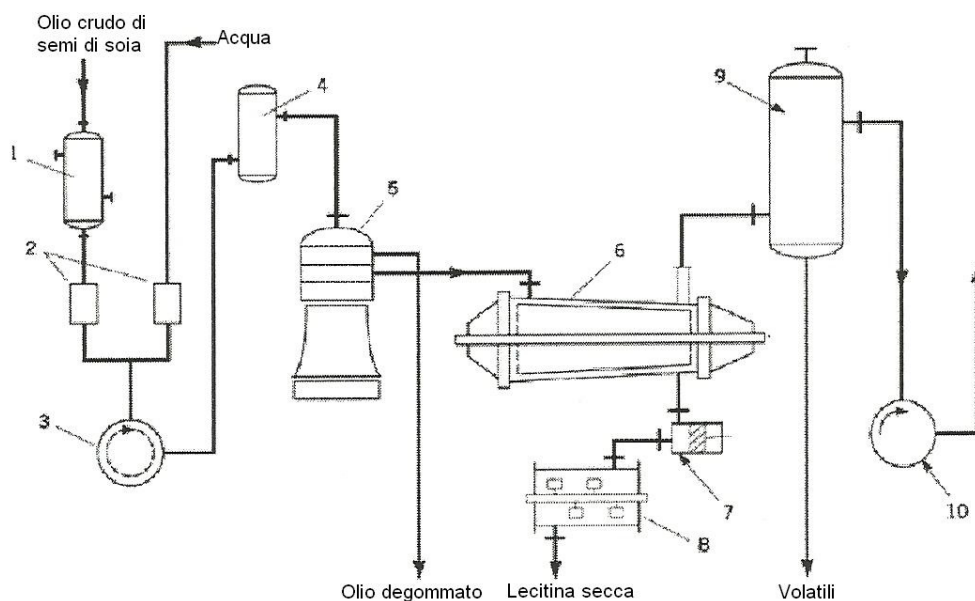


**Figura 1.1.** Schema della Fosfatidilcolina. La figura 1.1 a evidenzia la geometria della molecola mentre la figura 1.1 b evidenzia la suddivisione fra le due parti costituenti.

### 1.1.2 Produzione della Lecitina

Industrialmente la lecitina viene estratta dagli oli vegetali, dal tuorlo d'uovo, dal grasso di pesce; la più semplice da reperire è quella di soia. E' vantaggioso ricavarla dalla soia per la sua relativamente costante disponibilità (infatti la produzione del seme e dell'olio è molto diffusa) benché il contenuto di lecitina nel seme sia di solito intorno allo 0,5-0,6% e benché la sua composizione possa variare a seconda della provenienza del seme e della sua maturazione.

La lecitina non si estrae direttamente dal seme ma dall'olio. Schematicamente il processo produttivo si può sintetizzare in questi passaggi: il seme viene grossolanamente pulito e trasformato in fiocchi (passandolo tra due rulli metallici) in modo da aumentarne la superficie e facilitare la successiva estrazione che viene generalmente eseguita con esano. L'esano è un solvente che estrae l'olio dal seme e insieme all'olio viene estratta anche la lecitina. Con l'estrazione tramite esano si ottengono così due prodotti: l'olio grezzo e la farina. La farina viene essiccata per eliminare i residui del solvente e viene utilizzata soprattutto come alimento zootecnico, essendo un prodotto di elevato contenuto proteico (circa 50%).



**Figura 1.2.** Schema di un'unità di produzione della lecitina. L'olio crudo di lecitina di soia è riscaldato nel preriscaldatore (1) fino a 80°C, mescolato con il 2% di acqua nelle unità di controllo delle proporzioni (2) e mescolata intensamente in 3. La miscela va in un serbatoio di stoccaggio (4) ed è poi centrifugata in 5 dopo un tempo di permanenza di 2-5 minuti. L'olio degommato va senza ulteriore asciugatura nei barili di immagazzinamento. I "fanghi" di lecitina sono essiccati nell'evaporatore a film sottile (6) a 100°C e 6 KPa per 1-2 minuti e sono scaricati dopo essere stati raffreddati a 50-60°C in 8. 9 e 10 sono rispettivamente il condensatore e la pompa a vuoto.

L'olio deve essere raffinato per essere reso commestibile e il primo passaggio di raffinazione, chiamato degommaggio, prevede proprio la separazione della lecitina. Sfruttando le caratteristiche emulsionanti della lecitina, si fa una aggiunta di acqua all'olio sotto agitazione: la lecitina si lega all'acqua e può facilmente essere separata mediante

centrifugazione. A questo punto la lecitina viene essiccata per eliminare l'acqua che ha legato e viene standardizzata. Poiché l'origine e la maturazione del seme possono far variare la composizione dei fosfolipidi e quindi le caratteristiche della lecitina, si tende a minimizzare dette differenze mischiando lecitine grezze diverse e ottimizzandone così la funzionalità.

### *1.1.3 Benefici sull'organismo*

La lecitina è l'emulsionante biologico che mantiene i grassi (incluso il colesterolo) in sospensione, prevenendo così la formazione di depositi solidi che soffocano le arterie e diminuiscono il flusso del sangue. In questo modo si può evitare una delle principali cause delle malattie al cuore.

Un supplemento di lecitina di soia contribuisce alla prevenzione dell'accumulo di trigliceridi nel fegato e fornisce colina e inositolo, due delle sostanze di cui il fegato abbisogna per produrre la propria lecitina. La lecitina di soia è utilizzata con risultati positivi anche nelle malattie del fegato dovute ad eccessiva ingestione di alcool (vino, liquori), perché fra l'altro protegge e rigenera le membrane delle cellule epatiche.

I fosfolipidi della lecitina contribuiscono in modo decisivo a mantenere in forma solubile il colesterolo nella bile, riducendo il rischio della formazione di calcoli nella cistifellea (colecisti).

I nervi e il cervello contengono una forte quantità di lecitina. E' stato calcolato che il peso del cervello secco contiene il 25% di lecitina, circa il doppio della quantità presente negli organi interni. La lecitina entra in larga parte nella struttura delle cellule e poiché queste vengono costantemente "rinnovate" è essenziale assicurarne un regolare rifornimento.

La lecitina di sola è consigliabile anche nell'alimentazione dei diabetici perché influenza favorevolmente il loro metabolismo lipidico (grassi e colesterolo) e glucidico.

Se introdotta in una dieta dimagrante favorisce la perdita di peso perché emulsionando e mobilizzando i grassi ne aiuta la combustione e il consumo (si ha cioè una migliore metabolizzazione dei grassi che vengono meglio bruciati per fornire energia all'organismo).

La lecitina è usata come ingrediente per molte preparazioni cosmetiche, è impiegata soprattutto come emulsionante naturale per creme e latti. Infatti per uso esterno i suoi acidi grassi nutrono la pelle svolgendo un'azione benefica nel trattamento della pelle secca, di eczemi, e di alcune forme acneiche.<sup>[3]</sup>

### *1.1.4 La lecitina: un integratore alimentare*

La lecitina, malgrado la sua origine naturale e le sue funzionalità dietetiche e salutistiche, è considerata un additivo alimentare e identificata con il numero E322.

La lecitina è un additivo alimentare di cui è generalmente autorizzato l'impiego nei prodotti alimentari non citati all'art.15, comma 3 (DM 27 febbraio 1996, n.209 pubblicato sul suppl.

della G.U. n. 96 del 24 aprile 1996).

A livello europeo la Direttiva 95/2/CE del 20.2.95 pubblicata sulla G.U. L61 del 18.3.95 recita alla voce lecitina: additivo di cui è generalmente autorizzato l'impiego nei prodotti alimentari non citati all'art.2 par.3. Dosaggio Q.S. cioè Quantum Satis (quanto basta)–(All.I dir 95//CE). La legge delega quindi al produttore la decisione e la responsabilità del dosaggio massimo, sapendo però che tutti gli additivi facenti parte di questa categoria sono assolutamente sicuri, alle normali dosi di impiego.

In base al DM 27.1.92 n. 109 la lecitina può essere dichiarata in uno qualunque dei seguenti modi: Emulsionante (o Antiossidante, a seconda della funzione svolta nell'alimento): E322 lecitina di soia oppure E322 lecitine (se non si vuole precisare che si tratta di soia) oppure semplicemente E322 oppure eventualmente lecitina di soia o lecitine. E' sempre obbligatorio precisare la categoria di appartenenza cioè emulsionante o antiossidante in base alla funzione principale svolta nell'alimento<sup>[2]</sup>.

## 1.2 Studio dei Brevetti

Nell'avviamento del progetto riguardante il trattamento della Lecitina e il suo arricchimento in PC, prima di programmare e iniziare le prove di laboratorio e in impianto, sono stati ricercati e studiati vari Brevetti che riguardano il trattamento della Lecitina, la sintesi e l'estrazione di fosfolipidi, alcuni dei quali aventi una pertinenza particolare con la PC.

Questo è stato fatto per avere una documentazione riguardante le conoscenze tecnologiche e metodologiche a disposizione con lo scopo di avere il maggior numero di informazioni per poter creare un processo che si adattasse alle strutture e agli impianti disponibili all'azienda.

Di seguito si riportano i più significativi, al fine di definire l'attuale stato dell'arte:

Jesus Ruben Abril ha inventato un metodo per la separazione di fosfolipidi da una sostanza contenente fosfolipidi. Questo Brevetto spiega infatti un modo per estrarre e separare lipidi polari, inclusi i fosfolipidi, da sostanze composte da olio, lipidi polari, proteine, carboidrati (come il tuorlo dell'uovo e altre sostanze alimentari). Vi si illustra soprattutto l'estrazione di fosfolipidi con alcoli alifatici e tramite il controllo della temperatura. I fosfolipidi nella frazione acquosa saranno efficientemente separati e precipiteranno velocemente e potranno essere soggetti alla separazione dalle impurità<sup>[4]</sup>.

Hans-ulrich Hoppe ha creato un metodo per la produzione di fosfolipidi: spiega come produrre fosfolipidi con l'aiuto esclusivo dell'enzima Fosfolipase D, senza solventi organici. Inoltre l'Azienda ha instaurato proficui rapporti con il Dott. Hoppe, tanto che nel mese di Marzo è stato ospite dell'Azienda stessa per collaborare agli studi sulla PC<sup>[5]</sup>.

Bernd-rainer Gunther ha brevettato un processo per la separazione di oli e/o fosfatidiletanolamina da prodotti contenenti PC solubile in alcol. Questo viene fatto tramite una cromatografia su gel di acido silicico (gel di silice)<sup>[6]</sup>.

Hans Betzing ha sviluppato un processo per ottenere PC oleosa e altamente purificata contenente un alto tasso di acidi grassi essenziali. La lecitina cruda è inizialmente trattata con un alcol avente dagli 1 ai 3 atomi di carbonio. Le due fasi ottenute vengono separate e il surnatante ricco di alcol è trattato con un ossido di alluminio adsorbente. L'eluizione dell'adsorbente con un alcol fornisce una PC oleosa, libera da fosfatidilinositolo<sup>[7]</sup>.

Tremblay e Kearns hanno realizzato un metodo per purificare e separare fosfolipidi, soprattutto PC, da miscele contenenti membri della sottoclasse dei fosfatidi. Sono riportati metodi di estrazione con un appropriato solvente e utilizzando solventi con acetonitrile, acetonitrile-idrocarburi e acetonitrile-fluorocarburi, che hanno diverse proprietà di solubilità

con i vari fosfolipidi<sup>[8]</sup>.

Hruschka, Kirchner, Rassenhovel, Witt, Gusek e Efstathiou hanno realizzato un metodo di frazionamento di olio e lipidi polari dalle materie grezze con un sistema di centrifugazione con centrifuga come quello Martek.

Vi è quindi una produzione di sostanze ricche di lipidi polari e soprattutto fosfolipidi.

Queste sostanze ricche di lipidi polari sono separate e ottenute da materie grezze disoleate grazie a estrazione con acqua e alcol e usa la separazione per densità col fine di dividere la miscela risultante. Il processo include anche una fase per disoleare la sostanza grezza di partenza prima di estrarre e recuperare i fosfolipidi polari<sup>[9]</sup>.

Kim Brint Pedersen spiega l'interesterificazione dei fosfolipidi. Questa avviene con lo scambio fra un gruppo acido in posizione sn-2 di un fosfolipide, che è ottenuto facendolo reagire con un acido grasso libero in presenza di una Fosfolipase A extracellulare<sup>[10]</sup>.

Sempre Gunther è il creatore di un processo per la separazione di olio e/o fosfatidiletanolamina da prodotti contenenti PC solubile in alcol, con cromatografia su gel di silice in un alcol avente da 1 a 4 atomi di carbonio usato come solvente e/o eluente<sup>[11]</sup>.

# Capitolo 2

## Le prove di Laboratorio

Gran parte del tirocinio è consistito nello svolgimento delle prove in laboratorio per definire il miglior processo di estrazione. Infatti, sebbene ci sia una discreta quantità di studi e informazioni in letteratura e nei brevetti, deve essere studiato il passaggio dell'adattamento di tali tecniche alle strutture a disposizione dell'Azienda e alle specifiche sostanze trattate.

Nel corso dei mesi di febbraio, marzo, aprile e maggio si sono svolte più di quaranta prove di laboratorio aventi lo scopo di definire quale fosse la sostanza migliore da cui partire, quali fossero i solventi e le sostanze migliori per estrarre e quali fossero i migliori rapporti fra i reagenti usati, nonché l'esatto processo con cui estrarre.

### 2.1 I reagenti

Le materie prime contenenti la PC sono più d'una, come l'uovo o le lecitine di girasole o di colza, e fra tutte si è scelto di adoperare la lecitina di soia non OGM. L'uovo infatti è difficile da trattare per l'estrazione della PC. La lecitina di girasole ha costi maggiori rispetto a quella di Soia ed è considerata ancora un prodotto di nicchia. Si è scelto inoltre una lecitina non OGM (il cui costo è maggiore di quella geneticamente modificata) per poter andare incontro alle esigenze di un mercato che si dimostra sempre più sensibile ai prodotti che garantiscano una provenienza quanto più naturale e priva di modifiche genetiche. Le prove di laboratorio sono state condotte con una quantità di lecitina di partenza di circa 100 g.

Come già detto, la lecitina di soia contiene la fosfatidilcolina in una percentuale dall'11 al 14%, a seconda della provenienza della lecitina stessa. Portarla al 35% vuol dire quindi eliminare in gran quantità le altre sostanze, ovvero separare gli oli, i lipidi e le proteine dai fosfolipidi di nostro interesse.

Questo si ottiene con una estrazione con solvente.

Il solvente con cui attuare l'estrazione dev'essere un alcol, ossia un mezzo parzialmente polare in grado di sciogliere ed estrarre la PC, separando la frazione trigliceride apolare.

I brevetti studiati usano per la maggior parte l'etanolo, in quanto essendo la molecola più piccola risulta essere più polare degli alcoli omologhi superiori. La legislazione fiscale italiana rende complicato e burocratico l'uso di questo tipo di alcol, anche per delle semplici prove sperimentali. Per ovviare a questo ed accorciare i tempi, l'Azienda ha scelto di utilizzare l'alcol isopropilico (IPA) di cui ha già disponibilità.

L'acetone e l'esano usati sono stati ordinati dall'azienda in bottiglioni di vetro da case che li producono ad alti livelli di purezza.

Come acqua è sempre stata utilizzata acqua osmotica ottenuta dall'impianto a osmosi inversa presente in azienda.

## 2.2 L'estrazione tramite Alcol Isopropilico

Nella prima fase si sono cercate le condizioni migliori per disperdere la lecitina nel mezzo alcolico estraente, senza creare emulsioni particolarmente stabili.

Abbiamo infatti che l'IPA è un solvente polare mentre la lecitina è un insieme di molecole apolari (i trigliceridi) e di molecole a doppia polarità (i fosfolipidi).

La dispersione di materiale apolare in un mezzo polare crea un sistema micellare. Le micelle che si devono formare non devono essere troppo grandi, perché altrimenti il materiale da estrarre resta intrappolato all'interno della micella stessa; al contempo non devono essere troppo piccole, perché comunque non devono creare emulsioni stabili.

La lecitina a temperatura ambiente è molto viscosa e oppone una forte resistenza a disperdersi in IPA. Prima di immergerla in alcol, quindi, la lecitina è stata scaldata a 35°C nelle prime prove, per poi passare a una temperatura di 50-55°C. Si è ritenuto utile inoltre preriscaldare anche l'IPA. Una volta che le due sostanze sono state portate in temperatura, si è calato a filo la lecitina nel becher o nel pallone dove era contenuto l'IPA. Il procedimento è sempre stato fatto mantenendo il contenitore in agitazione, condizione necessaria per ottenere una dispersione efficace, dato che l'agitazione permette alla lecitina di frammentarsi microscopicamente, e solo così vi può essere sospensione.

Una volta finito di calare la lecitina nell'alcol si è lasciato il liquido in agitazione per circa mezz'ora, per dare il tempo alla lecitina di disperdersi efficacemente e soprattutto per far sì che la maggior quantità possibile di PC passasse in IPA. Particolare a cui si è prestata molta attenzione, e che ha costituito criterio di distinzione fra varie prove effettuate, è stato il rapporto in peso fra la lecitina e l'alcol. Infatti durante le varie prove sono stati sperimentati vari rapporti, quali 1/3, 1/4, 2/3, 1/1... Dalle prove risulta che l'estrazione in PC è tanto maggiore quanto maggiore è il rapporto solvente/lecitina. In impianto, però, la maggior quantità di solvente utilizzato corrisponde un aumento dei costi di materie prime e di processo.

Dai risultati delle varie prove, si è visto che il miglior compromesso è ottenuto usando un rapporto lecitina:solvente di 1:2.

Una volta che fosse stata raggiunta una buona dispersione fra IPA e lecitina si è passato ad aggiungere acqua demineralizzata. L'aggiunta di acqua ha lo scopo di variare la polarità del mezzo estraente, al fine di far riprecipitare quei composti che non c'entrano con la PC. La quantità di acqua aggiunta agisce sull'equilibrio tra il carattere idrofilo e lipofilo dei composti



utilizzati per la preparazione dell'emulsione<sup>[12]</sup>. Aggiungendo l'acqua si rompe l'emulsione e si ha la precipitazione di un fango. Questo permette di separare la PC, che resta in soluzione nell'IPA, da una grossa parte delle sostanze presenti nella lecitina, quali trigliceridi e fosfolipidi meno polari.

Anche in questo caso varie prove sono state condotte per tentare di quantificare la modalità e i tempi di introduzione dell'acqua nella dispersione. Si è visto che conviene procedere con delle aggiunte lente e costanti, in modo che l'inversione di polarità del mezzo, che fa precipitare il fango, fosse controllata; infatti, se il fango precipita troppo velocemente intrappola anche una frazione di PC, a scapito della resa. Una precipitazione troppo rapida del fango, con formazione di un'unica massa viscosa, inoltre, crea problemi al sistema di agitazione.

In laboratorio l'introduzione nella dispersione dell'acqua è stata fatta in maniera lenta e costante: per far sì che anche l'acqua si disperdesse bene si è spesso usato una siringa e l'acqua è stata versata goccia a goccia. La lenta immissione dell'acqua (avente temperatura ambiente) ha anche permesso di continuare a considerare il processo a temperatura costante.

Anche in questo caso si è vista la necessità di standardizzare l'aggiunta. Infatti, i risultati sono stati diversi. A volte l'acqua ha causato un rapido precipitare del fango che si è impaccato velocemente formando un unico ammasso fangoso e molto viscoso, con conseguenze sul sistema di agitazione e con minor concentrazione di PC estratta.

Altre volte il fango che si andava formando man mano che l'acqua entrava nella dispersione ha assunto la forma di molte piccole sferette aventi un diametro dal millimetro al centimetro. Anche in questo caso, seppure non vi fossero problemi con l'agitatore, il fango diventava difficile da trattare, soprattutto in ottica di successive estrazioni.

Il risultato desiderato e ottenuto nelle prove finali era un fango abbastanza malleabile, composto di piccole particelle. Questo significava che le micelle della emulsione erano piccole, quindi c'era stato un buono scambio di PC.

Per separare il fango dal surnatante spesso si è semplicemente ricorso a travasare a mano solo il surnatante, sfruttando il fatto che il fango ha una densità maggiore del surnatante. Altre volte invece si è filtrato il tutto usando una beuta da vuoto con pompa da vuoto annessa, un filtro cartaceo e un imbuto di Buchner.

Molto spesso, nelle varie prove, una volta ottenuto il fango dalla prima estrazione, veniva tolto il surnatante a base di IPA contenente il principio attivo, e sul fango veniva attuata una seconda estrazione consistente semplicemente nella ripetizione delle procedure della prima estrazione usando il fango ottenuto al posto della lecitina grezza. Alcune prove hanno avuto anche una terza estrazione che però ha dato risultati che non giustificano l'onere del procedimento.

### *2.2.1 L'eventuale riutilizzo del fango di lecitina*

Il fango ottenuto dalle varie estrazioni aveva un titolo in PC dal 3 al 6%. Questo, seppure non sia più utile per il processo di arricchimento in PC, non è una sostanza priva di applicazioni. Infatti essendo ricco di fosfolipidi e proteine può trovare un impiego come alimento zootecnico (data l'alta validità alimentare di tali sostanze) o nell'industria conciaria. Infatti nell'industria della concia di pelli e cuoio una sostanza con queste capacità emulsionanti consente di ingrassare in maniera efficace e permette alle piccole particelle di grasso in sospensione nei bagni conciari di penetrare a fondo nelle pelli.

## **2.3 L'utilizzo dell'esano**

Talvolta, soprattutto durante la seconda estrazione, si è aggiunto un po' di normal-esano. L'aggiunta di esano aveva lo scopo di rendere più piccole le micelle che si formano dalla dispersione della lecitina in alcol, al fine di favorire l'estrazione della PC.

L'esano è un ottimo disperdente per la lecitina (è infatti usato per la sua produzione) e quindi la maggior superficie specifica che questa sostanza conferisce alle micelle consente un miglior passaggio del principio attivo dal fango al surnatante.

## **2.4 La separazione dall'olio**

La lecitina cruda contiene una rilevante quantità di olio, che si aggira attorno al 50-70 %.

Nelle varie decine di prove effettuate in laboratorio i modi utilizzati per separare l'olio dal principio attivo e quindi arricchire la sostanza in Fosfatidilcolina sono stati principalmente tre.

### *2.4.1 Disoleazione tramite acetone*

Per concentrare la PC conviene preventivamente eliminare i trigliceridi apolari, tramite disoleazione con acetone. In questo modo il grezzo sul quale si effettua l'estrazione della PC è già un preconcentrato.

Anche in questo caso è stato necessario condurre una serie di prove per individuare il miglior rapporto lecitina grezza-acetone. Si è visto che il rapporto accettabile è di 1:3 lecitina-acetone. Il procedimento di laboratorio era semplice: in un becher o in un pallone veniva versato l'acetone con proporzioni variabili rispetto alla lecitina. La lecitina cruda veniva poi versata lentamente e a filo nell'acetone applicando un procedimento analogo a quello descritto per il processo fatto partendo con l'IPA. Dopo due ore di agitazione, l'acetone veniva filtrato e sul solido malleabile che rimaneva, si procedeva con l'aggiunta di alcol

isopropilico e l'acqua come descritto sopra. Si formava anche in questo caso un fango che sedimentava e lasciava un surnatante contenente la PC.

Come già descritto, il surnatante veniva separato tramite travaso manuale o filtrazione.

#### ***2.4.2 Utilizzo di lecitina disoleata (disoleazione in impianto)***

In molte delle prove effettuate si è scelto di adoperare una lecitina già disoleata per non dover usare l'acetone in laboratorio. Questa si presentava non più liquida e viscosa ma solida e granulosa, molto friabile. La lecitina disoleata era suddivisa in due tipologie (secca o umida) a seconda che sulla lecitina disoleata fosse stato applicato un trattamento di essiccazione o meno. La lecitina disoleata era stata ottenuta dall'azienda con la prova in impianto n. 2 (vedi p 30).

#### ***2.4.3 Disoleazione tramite trattamento termico***

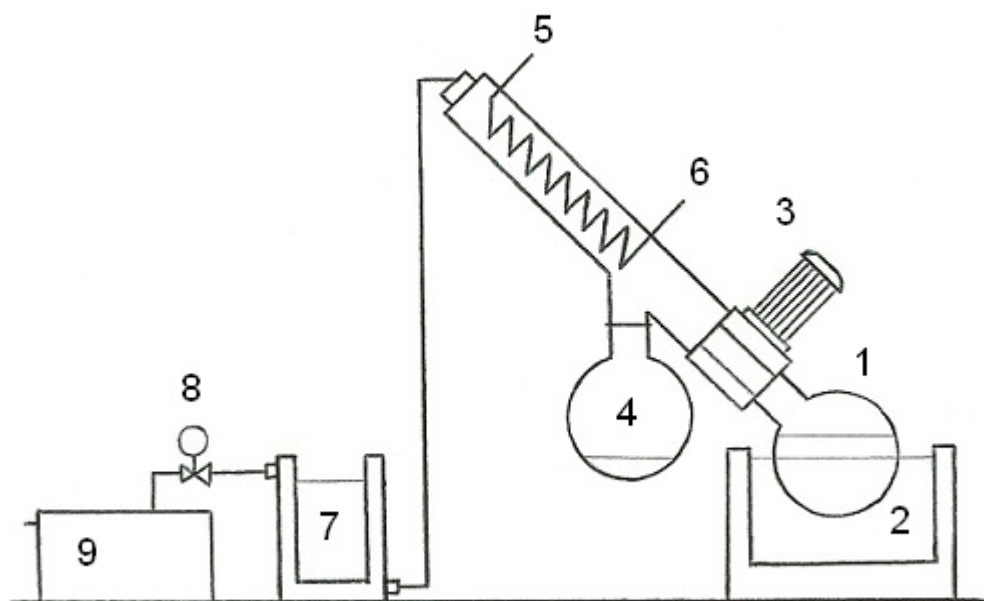
Nelle ultime prove realizzate in laboratorio (e che quindi hanno preceduto analoghe prove in impianto) la disoleazione avveniva dopo l'estrazione con IPA. Indice della presenza dell'olio era la scarsa limpidezza del liquido surnatante. In questo caso si è scelto di rompere l'emulsione con un trattamento termico. Il surnatante veniva messo in freezer e portato ad una temperatura di -5°C. Il liquido poi veniva tolto dal freezer e fatto ritornare a temperatura ambiente: una volta tornato sui 23-24 °C il surnatante lasciava decantare l'olio sul fondo del recipiente. Avvenuta la separazione di fase si travasava attentamente il surnatante chiarificato. Questa separazione dell'olio dal resto del surnatante è dovuta al fatto che l'emulsione è rotta dal repentino calo di temperatura. L'abbassamento della temperatura cambia l'equilibrio fra carattere lipofilo e idrofilo della fosfatidilcolina e degli altri emulsionanti, cosicché quando il liquido tornava a temperatura ambiente, l'olio precipitava sul fondo della beuta o del becher. A questo punto, avvenuta la separazione di fase, a mano veniva travasato il surnatante a base alcolica nel pallone, pronto per essere messo a evaporare.

### **2.5 La concentrazione del surnatante**

Una volta separato il surnatante dalla prima e dalla seconda estrazione bisognava ottenerne un prodotto ricco in PC. A seconda del procedimento usato per la disoleazione, il surnatante era composto da IPA, acqua, acetone, esano e da ciò che è stato estratto dalla lecitina.

La concentrazione del surnatante aveva lo scopo di togliere dai principi attivi tutti i solventi, e questo avveniva tramite ebollizione di questi ultimi.

Il surnatante veniva versato in un pallone di vetro e svaporato tramite evaporatore rotante (*fig. 2.1*).



**Figura 2.1.** Schema della strumentazione per la concentrazione del surnatante per ottenere il prodotto finito. Nella figura vi sono il pallone contenente il surnatante da svaporare (1) immerso nel bagno termostatico ad acqua calda (2), l'apparecchio principale dotato di motore elettrico (3) che dà la rotazione al pallone col surnatante; vi sono il pallone di raccolta dei solventi (4) che condensano grazie all'acqua fredda che entra da 5 e esce da 6; il vuoto è creato da una pompa (9) dotata di valvola barometrica (8) regolatrice e preceduta da un condensatore contenente acqua e ghiaccio (7).

Per raggiungere la temperatura di ebollizione era necessario porre questo pallone immerso in un bagno termostatico ad acqua regolato sui 50°C. Accertatisi che l'interno dello strumento fosse chiuso, si poteva cominciare il processo di ebollizione azionando la pompa a vuoto. Solo così, infatti, abbassando la pressione ad un vuoto assoluto di circa 200 mmHg, si abbassava la temperatura di ebollizione dei solventi fino a corrispondere a quella del bagno termostatico.

Dopo pochi minuti dall'inizio del processo comparivano delle bollicine nel surnatante, che col passare del tempo aumentavano in numero e volume dando luogo ad una ebollizione piuttosto rapida dopo circa otto o dieci minuti. Talvolta la velocità di ebollizione aveva dei picchi tali da presentare il rischio che si verificassero delle violente risalite di schiuma lungo il collo del pallone. Per evitare che ciò avvenisse si agiva sulla valvola della pompa a vuoto diminuendo saltuariamente il grado di vuoto.

Il primo solvente ad evaporare era l'acetone (quando presente), ed era quello che dava più problemi di schiume improvvise. In seguito bolliva l'alcol isopropilico e per ultima l'acqua. L'acqua in verità dava spesso problemi per una completa evaporazione, soprattutto perché si condensava in gocce sul collo del pallone in vetro del surnatante, non evaporando quindi del

tutto e non venendo raccolta nel pallone per i solventi. Il tempo necessario per svaporare tutto il solvente andava dai venti minuti all'ora e mezza.

A questo punto, dopo aver ripesato il concentrato per calcolare la resa del processo venivano prelevati dei piccoli campioni di prodotto e inseriti in un forno a 60°C per qualche ora: una misura del peso prima e dopo queste ore poteva far verificare che la concentrazione tramite ebollizione avesse tolto tutto il solvente oppure no.

Fatto ciò, il prodotto era pronto per essere messo in piccole provette diluito con normal-esano, cloroformio e metanolo; con questa soluzione si procedeva all'analisi chimica tramite HPLC che forniva il titolo di PC nel prodotto, che assieme alla resa era il dato che indicava il successo della prova effettuata.

## **2.6 Strumentazione di laboratorio**

Ogni passaggio delle prove di laboratorio è stato caratterizzato da un'attenta trascrizione delle fasi del processo, che veniva quantificato tramite la misura del peso (per conoscerne la massa) delle varie quantità introdotte ed ottenute nel procedimento.

La bilancia più usata per tutte le misure aveva la sensibilità del centesimo di grammo e fondo scala 420g. Se nella prova c'erano pesi maggiori si è usato una bilancia con sensibilità di 5 g e fondo scala a 5 Kg. Per misurare le piccole quantità prelevate per le analisi strumentali è stata usata una bilancia con sensibilità di 0.0001 g e fondo scala 120 g.

Per preriscaldare le sostanze utilizzate si è usato un bagno termostatico o una piccola piastra elettrica in cui immergere o su cui posare palloni o becher.

Per determinare la concentrazione di PC nei vari campioni si è utilizzato un HPLC, con rivelatore LSD.

Nelle prove è stata usata la classica vetreria da laboratorio consistente in palloni, becher, beute, imbuti, palette, agitatori, pipette, matracci...

## **2.7 Conclusioni**

Le prove di laboratorio sono state molto utili per prendere dimestichezza e confidenza con le sostanze trattate, specialmente la lecitina di soia grezza.

Sono state inoltre molto importanti le prove di laboratorio per selezionare alcuni rapporti fra le quantità dei reagenti utilizzati e per capire i tempi richiesti per le varie fasi dei processi.

In laboratorio si ha avuto modo di incontrare e risolvere imprevisti e problemi che in impianto avrebbero comportato intoppi molto più onerosi.

Dopo aver tracciato dei buoni schemi di lavoro in laboratorio, si è passati ad applicarli in impianto con prove mirate a raggiungere una procedura di lavoro definitiva.



Raccolta, trasporto, stoccaggio, smaltimento di rifiuti industriali. Recupero di solventi e di oli vegetali usati.

Quinto Vicentino, 2 aprile 2010

## **PROVE DI LABORATORIO DI ARRICCHIMENTO DI PC DELLA LECITINA DI SOIA**

### **Prova 21**

Scopo: estrazione di PC con IPA e acqua.

#### *Reagenti*

Alcol isopropilico (IPA)  
Lecitina disoleata secca  
Acqua demineralizzata.

#### *Procedura*

##### Estrazione1

In un becher da 415 g vengono messi 745 g di IPA. Vengono aggiunti lentamente 314,86 g di Lecitina disoleata secca e la soluzione viene messa in agitazione a una temperatura di 28°C. L'agitazione inizia alle 9.00 con 150 giri/min, viene portata a 180 giri/min alle 9.10, a 270 giri/min alle 9.15 e a 190 giri/min alle 9.30. Alle 9.40 vengono aggiunti 19 g di acqua e si lascia in agitazione. In più aggiunte successive si arriva ad una quantità di acqua di 63,58 g di acqua. La Soluzione1 è in totale di 1123 g. Si ottengono 655g di Surnatante1, che dopo evaporazione dà 31,79 g di prodotto1.

##### Estrazione2

Dalla Soluzione1 si ottiene un fango1 di 435 g. Vengono aggiunti IPA per 220 g, e acqua per 18,7 g. La Soluzione2 è di 673,7 g e dà un surnatante2 di 248,17 g. Il Prodotto2, ottenuto dalla evaporazione del surnatante2, è di 13,31 g, mentre il fango2 è di 385 g.

##### Estrazione3

Ai 385 g di fango2 si aggiunge 225 g di IPA e 18,5 g di acqua. Si ottiene un surnatante3 di 231,75 g che dopo evaporazione mi dà un prodotto3 di 10,04 g. Il fango3 ottenuto è di 365 g e ha un secco del 68,2 %

La quantità di prodotto totale ottenuta è di 55,14 g.

---

Sede legale e produttiva:

Via Stradone, 1/A - 36050 Lanzè di Quinto Vicentino (VI-Italy) - Tel. 0444-355110 - Fax 0444-357120

[www.fortomchimica.it](http://www.fortomchimica.it) - E-mail: [info@fortomchimica.it](mailto:info@fortomchimica.it)

R.E.A. 175580 - Registro Imprese di Vicenza, Codice Fiscale e Partita IVA 01658370240

Capitale Sociale i.v. € 31.200,00

Quinto Vicentino, 9 aprile 2010

## PROVE DI LABORATORIO DI ARRICCHIMENTO DI PC DELLA LECITINA DI SOIA

### Prova 25

Scopo: estrazione di PC con IPA e acqua.

#### *Reagenti*

Lecitina Disoleata Secca  
Alcol Isopropilico (IPA)  
Acqua Demineralizzata

#### *Procedura*

Il processo è mantenuto ad una temperatura di circa 50 °C

#### I Estrazione

(LDS:IPA=1:3; H<sub>2</sub>O:IPA=5:100)

Versati 100,15 g di Lecitina Disoleata Secca in 300,59 g di Alcol Isopropilico (IPA). Agitazione per 30 minuti.

Versati goccia a goccia 16 g di acqua demineralizzata in 5 minuti. Agitazione per 30 minuti. prelevati e filtrati per analisi 3,24 g. Sedimentazione del resto della soluzione per 16,5 ore. Agitazione di 30 minuti e doppia filtrazione. Si ottiene 128,27 g di fango' e 227 g di surnatante'. Evaporazione del surnatante' con ottenimento di 11,22 g di prodotto'=4,94% surnatante'=2,69% della soluzione=11,2% della Lecitina Disoleata Secca.

IN	OUT
LDS: 100,15 g	Campione di soluzione: 3,24 g
IPA: 300,59 g	Fango': 128,27 g
H <sub>2</sub> O: 16 g	Prodotto': 11,22 g

#### II Estrazione

(Fango':IPA=1:3; H<sub>2</sub>O:IPA=21:100)

Aggiunti 382,21 g di IPA ai 128,27 g di fango'. Agitazione per 30 minuti. Aggiunti goccia a goccia 39 g di acqua in 30 minuti. Agitazione per 40 minuti. Aggiunti goccia a goccia 19,5 g di acqua in 12 minuti.

---

Sede legale e produttiva:

Via Stradone, 1/A - 36050 Lanzè di Quinto Vicentino (VI-Italy) - Tel. 0444-355110 - Fax 0444-357120

[www.fortomchimica.it](http://www.fortomchimica.it) - E-mail: [info@fortomchimica.it](mailto:info@fortomchimica.it)

R.E.A. 175580 - Registro Imprese di Vicenza, Codice Fiscale e Partita IVA 01658370240

Capitale Sociale i.v. € 31.200,00

Agitazione per 6 minuti. Aggiunti goccia a goccia 18,91 g di acqua in 10 minuti. Agitazione per 10 minuti e riposo per 15 minuti. Aggiunti goccia a goccia 3 g di acqua arrivando ad un 21% dell'IPA. Agitazione per 10 minuti e riposo per 2 ore e 45 minuti. Dopo filtrazione si ottiene 90,35 g di fango" e 474 g di surnatante". Evaporazione del surnatante" e ottenimento di 19,76 g di prodotto"=4,17% del surnatante"=3,34% della soluzione"=15,4% del fango'=19,7 della Lecitina Disoleata Secca.

<b>IN</b>	<b>OUT</b>
Fango': 128, 27 g	Fango": 90,35 g
IPA: 382,21 g	Prodotto": 19,76 g
H <sub>2</sub> O: 80,41 g	

#### Trattamento del fango"

Scopo: trovare possibili riutilizzi del fango, come ad esempio nel mercato della concia.

Aggiunti 150 g di acqua ai 90,35 g di fango". Agitazione.

Si forma un'emulsione. Se ne conclude che l'acqua può essere usata per pulire il serbatoio.

---

Sede legale e produttiva:

Via Stradone, 1/A - 36050 Lanzè di Quinto Vicentino (VI-Italy) - Tel. 0444-355110 - Fax 0444-357120

[www.fortomchimica.it](http://www.fortomchimica.it) – E-mail: [info@fortomchimica.it](mailto:info@fortomchimica.it)

R.E.A. 175580 - Registro Imprese di Vicenza, Codice Fiscale e Partita IVA 01658370240

Capitale Sociale i.v. € 31.200,00





Raccolta, trasporto, stoccaggio, smaltimento di rifiuti industriali. Recupero di solventi e di oli vegetali usati.

Quinto Vicentino, 28 aprile 2010

## **PROVE DI LABORATORIO DI ARRICCHIMENTO DI PC DELLA LECITINA DI SOIA**

### **Prova 35**

Scopo: estrazione di PC con IPA e acqua.

#### *Reagenti*

Lecitina Cruda  
Alcol Isopropilico (IPA)  
Acqua demineralizzata  
Esano

#### *Procedura*

##### I Estrazione:

Vengono uniti IPA (200g) e Lecitina(100g) cruda con un rapporto rispettivamente di 2:1 w/w.

La lecitina riscaldata a 60°C viene versata a filo nell'IPA a 50 °C.

Temperatura: (50±5)°C. Agitazione 3 (150 giri/min).

La lecitina si disperde in modo omogeneo.

Si aggiunge un 20% w/w di acqua (24,09 g + 18,80 g) rispetto all'IPA. Temperatura= 60°C. Tempo: 3 ore.

Dopo 3 ore, spenta l'agitazione, precipita un fango che rimane pompabile a 50°C.

Dopo circa 30 minuti di decantazione, si separa il primo surnattante.

##### II Estrazione:

Al fango residuo dalla prima estrazione:

Aggiunti 200 g di IPA e 6,33 g di esano (3% rispetto all'IPA).Mantenuto il tutto in agitazione per circa 30'.

Aggiunta acqua per un 20% w/w rispetto all'IPA. Ne risulta un fango filamentoso, poco agitabile.

---

Sede legale e produttiva:

Via Stradone, 1/A - 36050 Lanzè di Quinto Vicentino (VI-Italy) - Tel. 0444-355110 - Fax 0444-357120

[www.fortomchimica.it](http://www.fortomchimica.it) – E-mail: [info@fortomchimica.it](mailto:info@fortomchimica.it)

R.E.A. 175580 - Registro Imprese di Vicenza, Codice Fiscale e Partita IVA 01658370240

Capitale Sociale i.v. € 31.200,00

Vengono uniti il surnatante 1 e 2. Dopo 14 ore di decantazione si separa l'olio sul fondo (è il 9%). Senza olio ho un maggiore titolo di PC nel surnatante. Dopo evaporazione si ha un rendimento del 23% rispetto alla Lecitina cruda.

L'aspetto è di un solido viscoso, in titolo di PC è del 32,98 % in area.

---

Sede legale e produttiva:

Via Stradone, 1/A - 36050 Lanzè di Quinto Vicentino (VI-Italy) - Tel. 0444-355110 - Fax 0444-357120

[www.fortomchimica.it](http://www.fortomchimica.it) – E-mail: [info@fortomchimica.it](mailto:info@fortomchimica.it)

R.E.A. 175580 - Registro Imprese di Vicenza, Codice Fiscale e Partita IVA 01658370240

Capitale Sociale i.v. € 31.200,00

Quinto Vicentino, 7 maggio 2010

**PROVE DI LABORATORIO DI ARRICCHIMENTO IN PC  
DELLA LECITINA DI SOIA****Prova 41**

SCOPO: verificare titolo e quantità di PC estratta, sfruttando l'esano che "apre" le micelle o comunque le rende più piccole, ai fini dell'estrazione della PC con solvente polare (ipa+acqua).

*Reagenti*

Lecitina Cruda  
Alcol Isopropilico (IPA)  
Acqua demineralizzata  
Esano

*Procedura*

Nota: Salvo dove specificato diversamente, il processo è svolto a temperatura di 50-60 °C e con velocità di agitazione di 150 rpm.

**I Estrazione:**

Lecitina:IPA=1:2 in peso; Acqua al 20% dell'IPA.

In 200,62 g di IPA preriscaldato sono versati 101,7 g di Lecitina Grezza preriscaldata.

Agitazione per 30 minuti.

Versati goccia a goccia 40, 82 g di acqua in 16 minuti.

La Soluzione<sub>1</sub> è di 341,76 g.

**Agitazione per 2 ore e 25 minuti.**

**Riposo per sedimentazione per 1 ora e 30 minuti.**

Viene prelevato il Surnatante<sub>1</sub> che è di 240,79 g, e si ottiene un fango<sub>1</sub> di 100,97 g.

Il Surnatante<sub>1</sub> viene messo in freezer fino a portarla ad una temperatura di -5 °C. Viene poi riportato a temperatura ambiente (circa 24 °C). Sedimenta sul fondo un olio<sub>1</sub> che ha un lordo di 216,31 g.

Vengono messi in provetta 5 g del surnatante<sub>1</sub> disoleato e i restanti 203 g vengono messi a svaporare, ottenendo un prodotto<sub>1</sub> di 12,17 g, che viene poi messo in un becher da 32,97 g (il travaso comporta una perdita notevole di prodotto).

HPLC= 0.0935 g/10 cc, dil 1:20= 0.4675 mg/ml

%PC=18.8%

---

Sede legale e produttiva:

Via Stradone, 1/A - 36050 Lanzè di Quinto Vicentino (VI-Italy) - Tel. 0444-355110 - Fax 0444-357120

[www.fortomchimica.it](http://www.fortomchimica.it) - E-mail: [info@fortomchimica.it](mailto:info@fortomchimica.it)

R.E.A. 175580 - Registro Imprese di Vicenza, Codice Fiscale e Partita IVA 01658370240

Capitale Sociale i.v. € 31.200,00

## II Estrazione:

Lecitina:IPA=1:2 in peso; Acqua al 20% dell'IPA, Esano al 2,4% dell'IPA.

Ai 100,97 g di Fango1 vengono aggiunti 200,36 g di IPA (l'alcool viene versato senza preriscaldamento quindi ha comportato un abbassamento di temperatura del fango1; questo potrebbe aver comportato dei cambiamenti al processo) e 4,86 g di Esano.

Agitazione per 30 minuti.

Versati goccia a goccia 40,38 g di acqua in 18 minuti.

La Soluzione2 è di 346,57 g.

Agitazione per 3 ore.

Riposo per sedimentazione per circa 14 ore.

Viene prelevato il Surnatante2 e si ottiene un fango2 di 53,22 g che viene messo in un becher di 32,75 g.

Il Surnatante2 viene messo in freezer fino a portarla ad una temperatura di -5 °C. Viene poi riportato a temperatura ambiente (circa 24 °C). Sedimenta sul fondo un olio2 che è di 11,85 g e viene unito all'olio1.

Vengono messi in provetta circa 3 g del surnatante2 disoleato e i restanti 265,79 g vengono messi a svaporare, ottenendo un prodotto2 di 14,92 g, che viene lasciato nel pallone da 452,92 g in cui si è ottenuto.

HPLC= 0.1659 g/10cc, dil 1:20= 0.8295 mg/ml

%PC=18.0%

Bilancio PC: 2.3 g PC da estrazione 1 e 2.7 g dalla seconda estrazione.

NOTA: per rese maggiori servono tempi maggiori di estrazione: minimo 4 ore di agitazione e riposo per 12 ore. Il tempo per l'estrazione 1 è stato troppo breve!. Il prodotto ottenuto è buono, sia come composizione, sia come aspetto.

## Prova 41 [grammi]

Estrazione 1				Estrazione 2			
IN		OUT		IN		OUT	
Lecitina	101,7	Fango	00,97	Fango	00,97	Fango	3,22
Esano	0	Olio	(da trovare, anvento il lordo)	Esano	4,86	Olio	11,85
IPA	200,62	Surnatante	203	IPA	200,36	Surnatante	265,79
Acqua	40,82	<b>Prodotto</b>	<b>12,17</b>	Acqua	40,38	<b>Prodotto</b>	<b>14,92</b>
<i>Totale</i>	341,76			<i>Totale</i>	346,57		<b>27,09</b>

Sede legale e produttiva:

Via Stradone, 1/A - 36050 Lanzè di Quinto Vicentino (VI-Italy) - Tel. 0444-355110 - Fax 0444-357120

[www.fortomchimica.it](http://www.fortomchimica.it) – E-mail: [info@fortomchimica.it](mailto:info@fortomchimica.it)

R.E.A. 175580 - Registro Imprese di Vicenza, Codice Fiscale e Partita IVA 01658370240

Capitale Sociale i.v. € 31.200,00

# Capitolo 3

## Analisi dell'Impianto

In questo capitolo si illustreranno le strutture e gli strumenti a disposizione dell'impianto ed utilizzati nelle prove. L'azienda aveva già, prima di iniziare il progetto di ricerca e sviluppo sulla PC, una struttura impiantistica utilizzata per estrarre un altro principio attivo (glicerolfosfatidilcolina sale) dalla lecitina di girasole. Anzi, è proprio per il fatto che c'era già la disponibilità di questo impianto che si è deciso di intraprendere questo nuovo studio per la messa a punto di una nuova produzione.

L'impianto per i fosfolipidi si sviluppa verticalmente, su di una struttura di quattro piani in acciaio, costituita da putrelle metalliche. La superficie occupata da questa struttura è di circa 120 metri quadrati.

L'impianto è dotato di un proprio stoccaggio, costituito da serbatoi verticali fuori terra, entro apposito bacino di contenimento, fornito di valvole di sicurezza contro eventuali sbandimenti.

Come utilities a disposizione ci sono il vapore, il fluido termico, l'acqua demineralizzata, l'energia elettrica, che sono tutte in comune con gli altri impianti della fabbrica. Tutto l'impianto sfia in apposito sistema di trappole fredde.

Le macchine principali dell'impianto sono due reattori rispettivamente da 7 e 9 m<sup>3</sup>, un filtropressa da 1 m<sup>3</sup>, un reattore vetrificato da 2 m<sup>3</sup> (RC), un essiccatore a piatti, un sistema di filtri a membrana e uno a carbone, varie pompe peristaltiche dosatrici, tre pompe ad ingranaggi, un sistema di condensazione dei vapori.

I termometri, i misuratori di portata e di livello sono sia a lettura in campo, sia a lettura digitale. I parametri di lavorazione sono gestiti tramite apposito quadro elettronico.

Non tutte le macchine sono state utilizzate per le prove in impianto. In particolare, si sono utilizzati in questa fase il reattore vetrificato RC e il filtropressa da 1 metro cubo.

### 3.1 Il filtropressa

Il filtropressa è costituito da una camera cilindrica di diametro interno di 70 cm e altezza pari a 90 cm, incamicciata. Durante le prove si è utilizzato come fluido riscaldante acqua calda.

Sulla testa della camera sono presenti due spie visive in vetro borosilicato che permettono di vedere il contenuto del filtropressa.

Sulla base del filtro è posizionata la rete filtrante. Sul piatto al di sotto nel setto filtrante è raccolto il liquido, che può essere scaricato tramite una valvola a sfera posta sotto al reattore.

Il filtropressa ha vari bocchelli e valvole per l'introduzione di reagenti e per l'inertizzazione con azoto.

All'interno il filtropressa ha un sistema di agitazione costituito da un albero a due pale. Sulla sommità del filtropressa vi è il motore per l'agitazione. Esiste anche un apposito sistema a motore idraulico che fa alzare ed abbassare la pala all'interno.

Un alto motore permette di alzare la struttura laterale e superiore del filtropressa rispetto alla sua base. Questo può essere fatto dopo aver sganciato i morsetti che tengono unite le due parti, con lo scopo di pulire bene il filtro e di semplificare lo scarico.

Il filtropressa poggia su una struttura metallica che lo tiene alzato a circa un metro da terra.

## **3.2 Il reattore RC**

Il reattore principale utilizzato per le prove in impianto e che verrà utilizzato a produzione avviata è il reattore RC, visibile nel centro del disegno alla pagina 27. Il reattore ha capacità di  $2 \text{ m}^3$  ed è vetrificato. Questo è un reattore incamiciato e coibentato. La camicia ha un doppio circuito ad acqua glicolata calda o fredda. Sulla sommità del reattore RC vi sono dei bocchelli con valvole a sfera ed opportuni raccordi per tubi. Tramite questi è possibile l'ingresso dei reagenti, il collegamento alla linea azoto ed alle pompe a vuoto. Vicino a questi vi è un passo d'uomo con spia visiva in vetro. Sul fondo del reattore è stata montata a valle della valvola a sfera una spia visiva in vetro cilindrica ed una seconda valvola a sfera, per avere la possibilità di verificare i cambiamenti di fase, del prodotto in fase di scarico.

### ***3.2.1 Il sistema di regolazione termica***

Il reattore RC è riscaldato/raffreddato tramite glicole etilenico. Esso, infatti, è incamiciato. In camicia si può decidere di far scorrere il fluido freddo o quello caldo a seconda della necessità. Tramite valvole di regolazione a controllo elettronico si ha il controllo della temperatura nel reattore.

Il raffreddamento del reattore si ottiene mediante glicole freddo proveniente dalla linea a circuito chiuso dell'impianto. Una delle utilities di fabbrica, infatti, è proprio il circuito del

freddo costituito da due gruppi frigo che lavorano in serie, da uno stoccaggio da 6 metri cubi di fluido refrigerante e da un sistema di pompe e tubazioni per la sua movimentazione.

Il riscaldamento del reattore si ottiene tramite un apposito circuito costituito da un barilotto di glicole, il quale viene riscaldato tramite candela elettrica. Una pompa peristaltica mette in movimento il fluido nel circuito chiuso di riscaldamento.

### *3.2.2 Il sistema di regolazione dell'atmosfera e del vuoto nel reattore*

Tutti i parametri di esercizio e di regolazione sono impostati tramite computer da un'apposita sala di controllo impianto. Oltre al controllo digitale remoto è possibile anche un controllo in campo, tramite quadri di lettura e valvole a comando manuale.

Il reattore può essere messo in atmosfera di azoto (inertizzato) utilizzando l'azoto di linea di fabbrica, che viene introdotto tramite un opportuno bocchello munito di valvola di regolazione. Al reattore inoltre è possibile applicare il vuoto collegando all'apposito circuito dell'impianto, che può arrivare a 100 mmbar di vuoto assoluto.

### *3.2.3 Il sistema di trasporto di fluidi e gas*

Le macchine e i collegamenti per il trasporto dei fluidi sono in acciaio e/o teflon coibentati, adatto all'uso nell'industria alimentare.

Per la movimentazione l'impianto è dotato di una pompa peristaltica per il dosaggio dei solventi, una pompa ad ingranaggi per caricare la lecitina e una pompa a girante per spostare il solvente.

### *3.2.4 Il sistema di essiccazione*

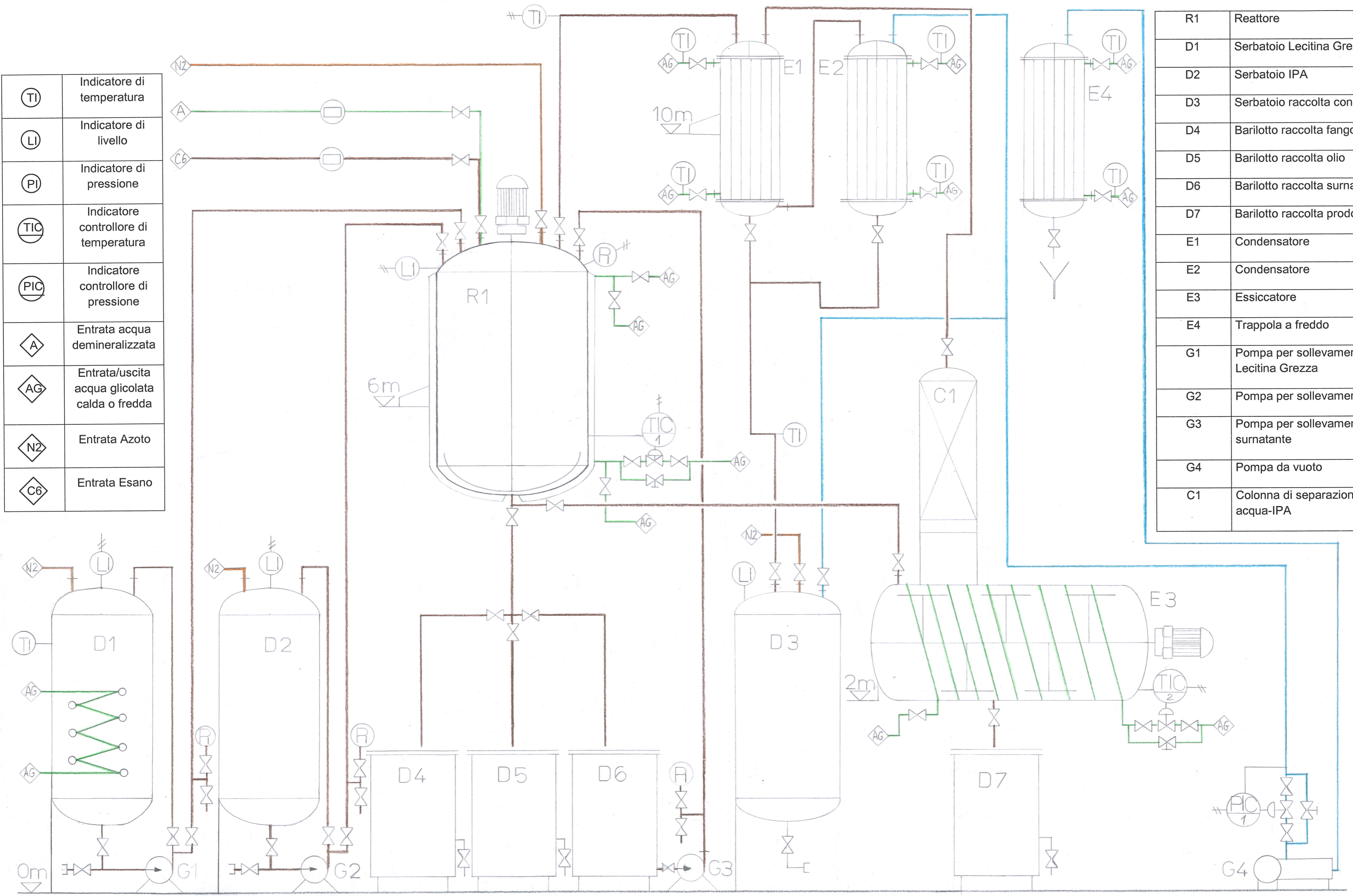
L'essiccazione è necessaria per ottenere un prodotto finale privo di solventi. L'essiccatore usato è stato un essiccatore a piatti. Questo è costituito da una camera metallica cilindrica con l'asse orizzontale, di lunghezza di un metro e di un metro di diametro. La camera è incamiciata e in camicia scorre glicole riscaldato. All'interno dell'essiccatore vi sono dei piatti di metallo con bordi rialzati, su cui è stato posto il prodotto e che vengono infilati e sfilati manualmente sui supporti interni. La porta dell'essiccatore è una delle due basi del cilindro.

Per attuare l'essiccazione la camera interna viene collegata al sistema di vuoto. I vapori passano attraverso due condensatori ad acqua glicolata, muniti di un barilotto di raccolta del condensato.

— Acqua     
 — Azoto     
 — Aria/Vuoto     
 — Liquido di processo

	Indicatore di temperatura
	Indicatore di livello
	Indicatore di pressione
	Indicatore controllore di temperatura
	Indicatore controllore di pressione
	Entrata acqua demineralizzata
	Entrata/uscita acqua glicolata calda o fredda
	Entrata Azoto
	Entrata Esano

R1	Reattore
D1	Serbatoio Lecitina Grezza
D2	Serbatoio IPA
D3	Serbatoio raccolta condense
D4	Barilotto raccolta fango
D5	Barilotto raccolta olio
D6	Barilotto raccolta surnatante
D7	Barilotto raccolta prodotto
E1	Condensatore
E2	Condensatore
E3	Essiccatore
E4	Trappola a freddo
G1	Pompa per sollevamento Lecitina Grezza
G2	Pompa per sollevamento IPA
G3	Pompa per sollevamento surnatante
G4	Pompa da vuoto
C1	Colonna di separazione acqua-IPA





# Capitolo 4

## Le prove in Impianto

Alternativamente alle prove di laboratorio il laureando ha avuto modo di partecipare attivamente allo svolgersi di cinque prove in impianto realizzate durante la sua permanenza in azienda, assistendo concretamente l'operatore che le ha eseguite.

Le prove in impianto hanno avuto lo scopo di verificare che i processi ritenuti buoni in laboratorio fossero effettivamente realizzabili in impianto con le medesime rese e con gli stessi risultati qualitativi e quantitativi.

Una volta trovato il giusto processo in laboratorio e dopo averlo adattato con una valida prova in impianto si sarebbe potuto passare alla produzione.

Le prove sono state precedute dalla stesura tramite computer della procedura da utilizzare in impianto, ad uso dell'operatore che doveva condurre la prova stessa. Inoltre, si sono predisposte le tabelle per registrare in produzione i dati sul processo e le osservazioni.

Ogni sostanza ottenuta nei vari passaggi dei processi svolti in impianto è stata oggetto di campionamento e ne è stato analizzato il contenuto in PC dal laboratorio dell'azienda. La tecnica in uso per le analisi è l'HPLC, con LSD come rivelatore.

In appendice si può trovare la scheda stilata in azienda per l'esecuzione della prova 5.

### 4.1 Prova numero 1

La prima prova realizzata ha avuto lo scopo di verificare in impianto se la modalità di dosaggio della lecitina era adeguata agli obiettivi prefissati di resa.

Come reagenti sono stati usati lecitina di soia in fusti da 200 Kg e IPA.

Le condizioni operative tenute sono state un'agitazione di 200 Hz, una temperatura di 50 °C e un rapporto lecitina-IPA di 1 a 2. Il tempo impiegato è stato circa 14 ore.

Il primo passaggio è stato la dispersione della lecitina nell'alcol isopropilico. La lecitina era stata preriscaldata a circa 50°C tramite una camicia termica applicata direttamente al fusto

metallico. Il preriscaldamento ha comportato una più veloce dispersione e anche un sensibile calo della viscosità della lecitina, cosa comoda per lavorarla.

Nel reattore prescelto (chiamato reattore RC) sono stati versati 320 Kg di IPA che, tramite il sistema di riscaldamento ad acqua glicolata del reattore stesso, è stato portato anch'esso a 50°C. A questo punto sono stati versati lentamente 200 Kg di lecitina. L'importanza della lentezza con cui è stata versata la lecitina in RC è dovuta al fatto che se fosse stata immessa velocemente ci sarebbero stati seri rischi che la lecitina non fosse entrata in dispersione, precipitando direttamente sul fondo del reattore, mentre così si è potuto agitare fino a completa dispersione.

Mantenendo una temperatura di almeno 35°C e un'agitazione costante (per evitare che restassero residui nel fondo) il contenuto del reattore è stato scaricato in una cisterna da 1000 litri. Dopo 12 ore di decantazione sul fondo del serbatoio è precipitata la parte proteica della lecitina.

Le considerazioni dal punto di vista operativo che si possono fare sulla prova sono che la temperatura di pre-riscaldamento della lecitina grezza è sufficiente per mantenerla fluida pompabile ad una temperatura esterna di 15-20 °C; il sistema di introduzione della lecitina è idoneo per una sua dispersione. La lavorazione ha dato un esito di un surnatante con PC pari al 20%, mentre nel fango vi è un titolo di 8,5 % di PC.

In conclusione l'uso dell'alcol comporta l'estrazione al 60-65% della PC contenuta nella lecitina grezza, ma estrae anche un'abbondante frazione di gliceridi, che danno un titolo di PC nel prodotto finito inferiore al 30-35%.

## **4.2 Prova numero 2**

Questa prova è stata eseguita per ottenere lecitina disoleata, dalla quale partire per estrarre la PC, con il solito obiettivo di una resa tra 70-80% e di un prodotto finito con titolo del 30-35%.

Come reagenti sono stati usati lecitina di soia in fusti da 200 Kg e acetone.

Le apparecchiature utilizzate sono state il filtropressa piccolo, l'essiccatore a piatti e il reattore RC.

Nel filtropressa dell'Azienda è stato versato dapprima l'acetone (60 Kg), e successivamente è stata versata la lecitina (30 Kg), pre-riscaldata a 50°C al fine di renderla fluida pompabile.

Così facendo l'acetone ha solubilizzato il grasso e lo ha estratto dalla lecitina. Avvenuto questo si è tolto l'acetone non puro per sostituirlo con altrettanto acetone puro, attuando così una seconda estrazione, seguita da una terza. Così facendo si è raggiunto una buona disoleazione della lecitina, rimasta in quantità di 40 Kg nel filtropressa, dal quale è stata prelevata.

Sono stati successivamente essiccati 15 Kg di prodotto nell'essiccatore a piatti, ottenendo 6,4 Kg, pari al 43% del prodotto umido da acetone.

In questo modo è stata ottenuta della lecitina disoleata secca e della lecitina disoleata umida che è stato il punto di partenza per varie prove di laboratorio e della quarta prova in impianto.

### **4.3 Prova numero 3**

La prova 3 ha verificato la bontà della dispersione con ugello spruzzatore.

Si è introdotto in RC 200 Kg di IPA (pari a 250 litri) che è stato messo in riscaldamento alla temperatura di 50°C collegando il tubo del vapore con il condensatore di testa già attivati. La pressione è stata mantenuta a 40 mbar di Azoto.

Si è poi introdotto la lecitina cruda (preriscaldata) lentamente in circa un'ora usando un ugello spruzzatore in modo da disperderla finemente (spraizzazione) e si è agitato fino a completa ed omogenea dispersione.

Si è calato in reattore il 10% di acqua rispetto all'IPA (quindi circa 20 Kg di acqua demi), lentamente in circa un'ora. Cosa alla quale si è prestata molta attenzione è stata la precipitazione del fango, verificando che non bloccasse la rotazione dell'agitatore.

Dopo aver agitato per circa 12 ore a 50°C, per scaricare il contenuto dal fondo si è versato tutto entro due fusti in ferro puliti (rivestiti di plastica) e si è lasciato decantare per poche ore. A questo punto si è aspirato dai fusti tutta la fase liquida superiore fino a che non rimase solo il fango di fondo. Il surnatante liquido è stato ripompato in RC filtrandolo prima su filtro a 20 micron. Sul fondo dei contenitori è restato un fango denso tipo pece solida di colore marrone.

In RC si è posto sotto vuoto a circa 60 mbar di pressione assoluta (temperatura pari a 55°C) dove è evaporato tutto il solvente contenuto fino a che sono rimasti circa 25 litri di un olio marrone denso che è stato scaricato dal fondo a una temperatura di circa 55°C. Si è pulito bene le valvole affinché il prodotto finito (raccolto in fustino blu opportunamente pulito e asciugato) non venisse a contatto con solvente o con acqua nei tubi.

In questa prova è stato raggiunto l'obiettivo della dispersione, ma non la resa qualitativa e quantitativa.

#### **4.4 Prova numero 4**

Lo scopo è stato ripetere la prova 3, modificando il rapporto alcol/lecitina e i tempi di reazione, al fine di verificare se fosse possibile aumentare quantitativamente la resa.

Nella quarta prova in impianto che è stata eseguita si è utilizzato la lecitina disoleata ottenuta dalla prova in impianto numero 2.

Per questa prova sono stati presi 5 Kg di lecitina disoleata umida e 5 Kg di disoleata secca e sono stati aggiunti a 30 Kg di IPA e mescolati manualmente per circa 20 minuti in un barile di plastica. Il contenuto è stato caricato con una pompa a membrana nel filtropressa dove è stata esercitata agitazione per tutto il tempo di permanenza del liquido. Il filtropressa è dotato di un'intercapedine tutt'intorno nella quale è stata fatta passare l'acqua di ritorno dalle condense con lo scopo di mantenere il tutto attorno ai 55°C, con atmosfera di azoto. Sono stati aggiunti altri 10 Kg di IPA nel filtropressa per arrivare a 40 Kg, volendo avere un rapporto in peso di lecitina su IPA di 1:4.

Dopo aver lasciato in agitazione per un'ora sono stati caricati manualmente, nel tempo di un'ora, 4 Kg di acqua (volendo una percentuale in peso del 10% di acqua rispetto all'IPA) e si è lasciato in agitazione. Dopo mezz'ora, il prodotto ancora in agitazione si presentava separato: il fango di lecitina ruotava attorno alla pala di agitazione formando un impasto mentre il liquido si presentava molto trasparente. Un'ora e mezza dopo la lecitina era a blocchi e il liquido risultava essere molto limpido. Mantenendo sempre la temperatura sui 55-60°C si è agitato per 12 ore. Finita l'agitazione il contenuto del filtropressa è stato filtrato ottenendo un liquido arricchito in PC mentre sul filtro è rimasto un fango umido di IPA e acqua.

Svuotato e pulito il filtropressa dal fango, il surnatante è stato reintrodotta per procedere con la concentrazione per evaporazione dei solventi. Mantenendo una temperatura di quasi 60°C è stato creato un vuoto di 50-80 mbar.

Prima di arrivare a totale evaporazione dei solventi (per non avere un prodotto troppo viscoso) si è estratto il prodotto che si presentava comunque denso e mieloso. Questo prodotto è stato poi disposto sui piatti di un essiccatore mantenendo una T di 50°C e una pressione assoluta di 50 mbar ottenendo un prodotto finito che era una pasta di colore marrone con odore di lecitina

di soia quasi dolciastro. Risultava appiccicosa e non fondibile a 60-70 °C. Si è riscontrato solubile in acqua.

La parte fangosa estratta è stata posta successivamente nell'essiccatore a piatti con medesime T e P.

## 4.5 Prova numero 5

La prova 5 è stata una prova molto significativa e frutto delle ultime e migliori prove effettuate in laboratorio.

Si è iniziato con la dispersione: dopo aver preriscaldato la lecitina grezza a 60°C sono stati travasati in RC 140 Kg (175 litri) di IPA che è stato portato a 55°C con l'impianto ad acqua glicolata a "candela". Sono stati aggiunti lentamente 70 kg di lecitina di soia con pressione circa 5-6 Bar, impiegando un tempo di circa 1,5 ore.

Si è proceduto poi alla prima estrazione. Sono stati introdotti 28 Kg di acqua demineralizzata, molto lentamente in più fasi. Anche qui si è verificato spesso che il fango non si chiudesse dando problemi di agitazione e che la temperatura si sia mantenuta attorno ai 60°C. Dalla fine del dosaggio dell'acqua si è aspettato circa 4 ore agitando, e poi 14 ore di decantazione in termostatazione. Dopo la decantazione è stato estratto il surnatante dall'alto con dei tubi di metallo, ed è stato messo in un barile pulito. Sul fondo del reattore RC sono rimasti fanghi liquidi densi a circa 50°C.

Per attuare la seconda estrazione sono stati caricati lentamente (per non abbassare la temperatura in maniera brusca) 140 Kg di IPA e 8,5 litri ( 6 Kg) di esano. Dopo aver aggiunto acqua per 28 Kg (20% dell'IPA), molto lentamente e senza variare la temperatura del sistema, si è lasciato in agitazione per quattro ore.

Dopo decantazione di due ore, si è estratto dal fondo di RC il fango (rimasto pompabile a 40°C). Si è fatto un campionamento separato e i due surnatanti sono stati uniti, e ricaricati nel reattore. Il surnatante si presentava torbido per la presenza dell'olio nella lecitina grezza. Si è allora attuato un raffreddamento a 2-3 °C e successivo leggero riscaldamento. L'olio è precipitato sul fondo ed è stato estratto, rivelandosi denso e molto scuro, pari a circa 40 Kg.

Con il surnatante chiarificato in RC, si è applicato un vuoto spinto (40-50 mbar) e una temperatura a circa 50°C. Si è proceduto alla ebollizione del surnatante fino a quando la pala di agitazione del reattore non è stata lasciata esposta dal ritirarsi del surnatante. Il tutto è stato travasato nel pressofiltro piccolo e si è proseguito con la concentrazione alle medesime condizioni.

La quantità di prodotto “mieloso” concentrato è stato di circa 50 litri, ed è stato travasato nei vassoi dell’essiccatore a piatti, con lo scopo di ridurre la presenza di IPA ed altri solventi al di sotto dello 0,1%.

## **4.6 Conclusioni**

Di seguito e in precedenza sono riportate le conclusioni a cui si è arrivati in Azienda appena dopo aver attuato la prova numero 5, cioè l’ultima prova alla quale lo studente ha partecipato attivamente. Sono quindi conclusioni che non tengono in considerazione le prove e gli esperimenti successivi al periodo in cui il candidato ha seguito il progetto personalmente, in quanto gli sviluppi successivi esulano dal tirocinio in sé, sebbene nei mesi seguenti alla collaborazione fra lo studente e l’azienda vi sia stato qualche altro progresso.

Innanzitutto le prove in impianto hanno confermato il fatto che una buona dispersione della lecitina nel solvente è fondamentale per favorire l’estrazione.

Tale dispersione è favorita da un pre-riscaldamento della lecitina al fine di renderla fluida, dall’aggiungere la lecitina il più lentamente possibile e alla massima velocità possibile di agitazione e ricorrendo se possibile ad una immissione tramite spray della lecitina nel mezzo estraente.

L’impianto iniziale ha avuto bisogno di essere modificato con il sistema di introduzione della lecitina grezza tramite spray.

Rimangono da fare alcune importanti migliorie come potenziare l’attuale impianto con un sistema di essiccazione per la lecitina disoleata, preferibilmente con possibilità di lavorare in continuo, e l’installazione di un sistema definitivo di dispersione spray.

Quinto Vic.no 5 maggio 2010

Prova in impianto:

<p>PROVA IMPIANTO N°5- PI5 ESTRAZIONE DI FOSFOLIPIDI DA LECITINA GREZZA DI SOYA.</p>
--

Reagenti:

lecitina di SOYA in fusti da 200 Kg/cd.

IPA Teva (acqua 0.5%)

n-esano- Sigma Aldrich.

Apparecchiature/attrezzature.

Reattore RC, munito di:

- flangia con spia visiva nel fondo;
- sistema regolabile di agitazione;
- iniettore a spruzzo per lecitina.

Pompa ad aria collegata ad RC.

Reagenti utilizzati:

- Esano circa 20 Kg.
- Acqua demi circa 120 kg.
- Lecitina cruda scaldata a 50 °C circa 70 kg.
- Ipa anidro circa 400 Kg.

N° 3 fusti da 200 Kg per i surnatanti;

N° 1 fusto per l'olio che decanta dal surnatant- volume 50 litri

N° 1 fusto per il fango finale – volume 50 litri

N° 2 fusti da 200 Kg per acqua/alcol da evaporazione.

N° 1 fustino/scatola da 25Kg per il prodotto finito;

Tutti i contenitori devono essere puliti, lavati perché devono contenere prodotti utilizzati per uso alimentare.

Non utilizzare guanti sporchi o solventi sporchi o stracci per pulizia sporchi.

Usare carta se possibile. Non lasciare all'aria i fustini aperti.

## **Descrizione processo.**

Importante: pesare i Kg dei reagenti e delle frazioni, oppure misurare i volumi delle varie frazioni, attenendosi ai bilanci di massa di seguito specificati.

Lunedì 10.05.10

### 1) DISPERSIONE

**Pre-riscaldare la L.G. a 60°C. La lecitina deve presentarsi fluida ed omogenea.**

Travasare in RC 140 Kg (175 litri) di IPA Teva.

Portare l'alcol a (55±5)°C con uso della candela.

Aggiungere lentamente 70 kg di lecitina di Soya con pressione circa 5 /6 Bar.

Tempo circa 1,5 ore .

Tenere calda la lecitina. **Non deve entrare acqua.**

### PRIMA ESTRAZIONE

**RAPPORTO L.G.: ALCOL ANIDRO= 1:2 (peso/peso) = 1:2,5 (peso/volume)**

**Velocità di agitazione minima: 150 giri/minuto. Massima agitazione.**

**Aggiunta della lecitina fluidificata: molto lenta, assicurandosi che si disperda entro il reattore.**

**Annotare i tempi.**

Dopo almeno 30' si dovrebbe formare una dispersione omogenea.

1 ) Introdurre **28 Kg di acqua demi; introdurla molto lentamente in più steps.**

-Verificare che il fango non si chiuda dando problemi di agitazione e che la temperatura si mantenga attorno ai (60±5)°C

**Tempo di agitazione dalla fine del dosaggio dell'acqua : 4 ore minimo poi si spegne l'agitazione. 14 ore, minimo, di decantazione in termostatazione (notte).**

Martedì mattina 11.05.10.

### 2) DECANTAZIONE ED ESTRAZIONE del SURNATTANTE DALL'ALTO

Dopo decantazione, scaricare, prelevando dall'alto, l'estratto che galleggia che è chiamato : surnattante no. 1. Pesare.

Utilizzare un contenitore/cisterna pulito.

(ATTENZIONE: usare maschera anti-solvente e occhiali. Il solvente è caldo!)



Sul fondo di RC rimangono fanghi liquido densi a circa 50°C.

## SECONDA ESTRAZIONE.

### **1) Caricare, lentamente, mantenendo la temperatura di (50±5)°C:**

-140 Kg (175 lt) di IPA della Teva;

- **8,5 lt di esano ( 6 Kg ).**

Tenere sempre agitato al massimo dei giri.

Aspettare che tutto sia ben disperso (controllare con prelievo del campione dal fondo e ritraverso in RC) e lasciare in agitazione per minimo 30 minuti.

2 ) Aggiungere acqua: 28 Kg (20% dell'IPA), molto lentamente e senza variare la temperatura del sistema.

Lasciare in agitazione per minimo 4 ore.

Lasciare decantare per minimo 2 ore. La temperatura può essere lasciata scendere fino a minimo 40°C (non meno per evitare problemi di estrazione dei fanghi).

## DECANTAZIONE ED ESTRAZIONE del FANGO DAL FONDO DI R.C.

Dopo decantazione, estrarre dal fondo di RC il fango (dovrebbe rimanere pompabile a 40°C). Se il fango non dovesse estrarsi per gravità, occorre aspirare il surnatante dall'alto, riunendolo con quello della prima estrazione (comunque campioni prima in lab. per Hplc).

Mercoledì 12.05.10

### **- Caricare in RC il surnatante 1 e 2 (circa 350-400 lt).**

a) Se il surnatante è torbido per la presenza di oli emulsionati, raffreddare a 3-4°C per 1-2 ore e riportare il tutto a 25°C;

b) Se il surnatante è limpido, fare attenzione a non travasare in RC la frazione marrone più scura, a base essenzialmente di oli.

Controllare in laboratorio. Attendere esito.

**Dopo il raffreddamento a +2/3 °C e successivo leggero riscaldamento, tutto il liquido, entro RC dovrebbe apparire limpido e non torbido.**

**Sul fondo si estrae un olio denso molto scuro pari a circa 40 Kg.**

**Trattasi di oli con frazioni della miscela idroalcolica.**

**Raccogliere e pesare tale frazione separata.**

## EVAPORAZIONE E CONCENTRAZIONE DEL PRODOTTO.

Con il surnatante chiarificato in RC, applicare un vuoto spinto (40-50 mbar) e riscaldare a (50±5)°C.

Procedere fino a quando la pala tocca.

Travasare quindi il tutto in PV1 ( pressofiltro piccolo ) e proseguire con la concentrazione alle medesime condizioni di cui sopra.

Giovedì 13.05.10

La quantità di liquido concentrato dovrebbe essere di circa 40-50 litri.

Il prodotto “mieloso” a 50°C, ottenuto, è travasato nei vassoi dell’essiccatore a piatti. L’essiccatore a piatti ha il compito di ridurre la presenza di IPA ed altri solventi < di 0,1%.

\*\*\*\*\*

Per ogni fase: registrare i parametri di processo: temperatura, frequenza di agitazione e tempi;

Prelevare i campioni il più possibile rappresentativi (0.5-1 lt); nei casi di spurgo per la presa campione rimettere il prelevato nel reattore.

Venerdì mattina – controllo del prodotto finito

Misura della % di acqua e altri solventi ancora presenti.

# Conclusioni

Questo tirocinio si è occupato di un progetto di ricerca e sviluppo di arricchimento della lecitina di Soia in *Fosfatidilcolina*, un fosfolipide da utilizzare come integratore alimentare. Il progetto si è occupato di fornire un prodotto da destinarsi a lavorazioni alimentari successive partendo da Lecitina di soia grezza.

La partecipazione da parte del candidato è terminata quando lo svolgersi delle sperimentazioni per questo processo non erano ancora giunte al loro termine da parte dell'azienda, che ha proseguito nei mesi successivi con altre prove.

Il lavoro dedicato a questo progetto può suddividersi fra le prove svolte in laboratorio e quelle in impianto.

Nel momento in cui si è iniziato a scrivere questa relazione i risultati raggiunti nelle prove di laboratorio constatavano che l'alcol isopropilico è un buon sostituto all'alcol etilico; il preriscaldamento a 50-55°C dei reagenti è necessario prima di mescolarli per ottenere una buona dispersione; la lecitina cruda va versata nell'IPA molto lentamente per evitare la formazione di grumi; una buona agitazione è necessaria in ogni fase del processo, escluse ovviamente le fasi di riposo e sedimentazione; il rapporto migliore lecitina-IPA è di uno a due; l'acqua osmotica riesce a modificare l'equilibrio dell'emulsione di lecitina e IPA, e che l'inserimento dell'acqua deve essere lento e controllato; sulla stessa quantità di lecitina ha senso procedere fino alla seconda estrazione, dato che la terza avrebbe costi maggiori dei guadagni; il fango di lecitina ottenuto dopo l'estrazione della fosfatidilcolina può essere riutilizzato per altri scopi, come il campo dell'alimentazione zootecnica o della concia delle pelli; l'esano aiuta ad ottenere una migliore estrazione, ed è sensato usarlo nella seconda; la disoleazione può avvenire sia tramite acetone che tramite il trattamento termico di raffreddamento e riscaldamento che fa precipitare i grassi; per la concentrazione del surnatante bisogna prestare attenzione all'alta volatilità dell'acetone e alla bassa volatilità dell'acqua.

Le prove effettuate in impianto con lo scopo di applicare ed adattare i risultati ottenuti in laboratorio hanno evidenziato che anche in impianto è importante preriscaldare i reagenti e inserirli lentamente nel reattore; la lecitina inoltre ha bisogno di un sistema che la inserisca tramite spray; la disoleazione tramite acetone funziona, come quella ottenuta tramite trattamento termico che tra l'altro può essere fatta direttamente nel reattore dell'estrazione, ma rende difficile la separazione dell'olio dal surnatante arricchito.



# Riferimenti bibliografici

[1] <http://www.fortomchimica.it/>

[2] <http://www.lecitina.it/>

[3] <http://www.pratorosso.it/>

[4] United States Patent 7566570, 07/28/2009

“Method for the separation of phospholipids from phospholipid-containing materials”

Abril, Jesus Ruben (Westminster, CO, US);

[5] United States Patent 7067292, 06/27/2006

“Method for the production of phospholipids”

Hoppe, Hans-ulrich (Freising, DE),

Bökenkamp, Dirk (Freising, DE),

Huang, Sinian (Freising, DE);

[6] United States Patent 4452743, 06/05/1984

“Process for the separation of oils and/or phosphatidylethanolamine from alcohol soluble phosphatidylcholine products containing the same”

Gunther, Bernd-rainer (Bergheim-Fliesteden, DE);

[7] United States Patent 4235793, 11/25/1980

“Process to obtain oily, highly purified phosphatidylcholines”

Betzing, Hans (Horrem, DE);

[8] United States Patent 4714571, 12/22/1987

“Process for purification of phospholipids”

Tremblay, Paul A. (Mercerville, NJ),

Kearns, John J. (Princeton, NJ);

[9] United States Patent 7550616, 06/23/2009

“Method for the fractionation of oil and polar lipid-containing native raw materials”

Hruschka, Steffen M. (Oelde, DE),

Kirchner, Stefan (Gütersloh, DE),

Rassenhovel, Jürgen (Oelde, DE),

Witt, Willi (Tecklenburg, DE),  
Gusek, Todd W. (Crystal, MN, US),  
Efstathiou, John D. (Plymouth, MN, US);

**[10]** United States Patent 6284501, 4/11/ 2001

“Interesterification of phospholipids”

Pedersen, Kim Brint (Koebenhavn, DK);

**[11]** United States Patent 4425276, 01/10/1984

“Process for the separation of oil and/or phosphatidylethanolamine from alcohol soluble phosphatidylcholine products containing the same”

Gunther, Bernd-rainer (Bergheim-Fliesteden, DE)

**[12]** Chimica e Tecnologia del Cuoio,

Giovanni Manzo, Media service edizioni 1999.

# Ringraziamenti

Questa Tesi è il frutto di un mio intenso e interessante lavoro, che non sarei riuscito a compiere senza il supporto di tante persone. Voglio allora ricordarle qui, nero su bianco, per quanto non mi serva scriverle per ricordarmele.

Voglio innanzitutto ringraziare la Dottoressa Catya Alba, che mi ha pazientemente seguito nello svolgersi del tirocinio e nella stesura di questa Relazione.

Un ringraziamento sentito va all'Ing. Angelo Forestan che mi ha dato questa importante opportunità e che mi ha dato un prezioso esempio di Ingegnere Chimico.

Ringrazio sinceramente Anna per l'importante supporto umano che mi ha dato, e ringrazio Fulvio per l'esperienza lavorativa in cui mi ha guidato.

Ringrazio tutte le persone che con dedizione lavorano alla Fortom Chimica, che sono state cordiali e amichevoli con me e che mi hanno dato l'opportunità di sperimentare un ambiente lavorativo serio, competente ed onesto. Questo vale più delle nozioni di un singolo Studio.

Ringrazio l'Ing. Alessandra Lorenzetti che mi ha aiutato molto nel rendere questo volume e la mia preparazione degni del titolo a cui ambisco.

Ringrazio tutti i professori che in questi anni di Università mi hanno insegnato qualcosa di utile. Ringrazio i professori che al Liceo mi hanno insegnato la stima per le Scienze. Ringrazio i professori delle Medie e le maestre delle Elementari che mi hanno reso uno studente capace di affrontare questi Studi.

Ringrazio Jack, Gasp, Pol, Sazz e tutti i compagni di Corso per aver dato delle note positive alle giornate di lezione e studio.

Ringrazio sentitamente tutti i miei amici che mi hanno accompagnato in questo percorso, e che spero continuino a farlo a lungo.

Grazie, Maria, per esserci, sempre.

Ringrazio con affetto Anna e Sergio, per avermi dato la possibilità di arrivare fin qui e il sostegno e lo sprono per riuscire a farlo.

*Nicola Matteazzi*