

INDICE

1. SOMMARIO	2
1.1 Riassunto	2
1.2 Abstract.....	2
2. INTRODUZIONE	4
3. MATERIALI E METODI	8
3.1 Pellet.....	8
3.2 Contenuto idrico	9
3.3 Massa volumica	12
3.4 Durabilità.....	15
3.5 Analisi chimica di Van Soest.....	19
3.6 Resistenza al taglio	20
3.7 Principal Component Analysis (PCA).....	24
4. RISULTATI E DISCUSSIONI	27
4.1 Caratterizzazione dei pellet	27
4.2 Correlazione tra i parametri.....	30
4.3 PCA	42
5. CONCLUSIONI.....	45
6. BIBLIOGRAFIA	46

1. SOMMARIO

1.1 Riassunto

L'obiettivo di questo elaborato di tesi è quello di descrivere la resistenza al taglio dei pellet di legno per uso energetico e di verificare se esiste una correlazione tra la durabilità e la resistenza al taglio. La durabilità è una delle caratteristiche richieste dagli standard ISO UNI EN per la caratterizzazione dei pellet di legno per uso non-industriale. Essa indica la percentuale di materiale residuo dopo la sottoposizione del pellet a uno stress di tipo meccanico. La resistenza al taglio, invece, esprime la forza necessaria per rompere un campione di pellet attraverso una piccola lama posta alla base di un dinamometro. Il risultato di questa prova viene visualizzato attraverso delle curve. Le curve di resistenza al taglio sono state elaborate statisticamente per ottenere dei valori caratteristici di rottura da confrontare con gli altri parametri utilizzati nella classificazione del pellet, quali: contenuto idrico, densità, emicellulosa, cellulosa e lignina. I campioni utilizzati in questo studio sono pellet di varie specie legnose. Per la ricerca delle correlazioni è stata effettuata un'analisi statistica multivariata, la PCA. Per lo svolgimento di questa tesi si sono andati a ricercare altri parametri, oltre ai due sopracitati, ritenuti utili per il raggiungimento dell'obiettivo. Le analisi sono state svolte nel Laboratorio di Analisi Biocombustibili (LabABC). Il risultato della PCA ha mostrato che i parametri di resistenza al taglio sono statisticamente vicini alla durabilità, il che fa supporre che vi sia una correlazione tra queste due caratteristiche. La resistenza al taglio è invece correlata negativamente con il contenuto idrico.

1.2 Abstract

The target of this thesis is to evaluate the shear strength of wood pellets for energy use and to find if there is a correlation between mechanical durability and shear strength. The durability is one of the characteristic request by ISO UNI EN standard for the characterization of wood pellet for non-industrial use. Mechanical durability shows the percentage of residual material after the pellets are subjected to tumbling treatment. The shear strength, instead, expresses the force needed to break a sample of pellet with a little blade placed at the base of a dynamometer. The results are shown through the curves of mechanical failure. The curves are statistically processed to obtain the failure characteristic points to compare with the durability and other parameters used in the standard classification: moisture content, density, hemicellulose, cellulose and lignin content. The samples used are pellets of various wood species. To measure the correlation between parameters, a multivariate analysis, PCA, was carried out. The analyses were carried out in the UNIPD's Laboratory of Biofuels Analysis (ABC Lab). The results of PCA show that the shear strength parameters are statistically near to the durability, which suggests that there is a correlation between

this two pellet properties. The shear strength also showed a negative correlation with moisture content of samples.

2. INTRODUZIONE

Negli ultimi anni si è assistito ad una forte crescita del mercato dei biocombustibili e le cause di questo aumento sono da imputare a vari fattori. Dai primi anni del 2000 fino ad oggi il prezzo dei principali combustibili fossili utilizzati per il riscaldamento domestico, come GPL o gasolio, è quasi raddoppiato a differenza invece dei biocombustibili solidi quali pellet, cippato e legna da ardere che hanno mantenuto un prezzo al MWh costante [1].

Questo studio ha come oggetto quella che è, tra i biocombustibili solidi, la più moderna fonte di energia rinnovabile di origine vegetale: il pellet. Nel 2014 in Europa si sono prodotte 13,5 milioni di tonnellate di pellet che equivalgono al 50% della produzione mondiale. La produzione di pellet è cresciuta del 35% dal 2010 al 2014 e dell'11% dal 2013 al 2014. Nello stesso periodo, in Europa è consumato il 74,4% della produzione mondiale di pellet. Nel 2014, 18,8 milioni di tonnellate di pellet sono state utilizzate in Europa [2]. Secondo un'indagine condotta dall'ISTAT su "I consumi energetici delle famiglie" (www.istat.it/it/archivio/141193), nel 2013, per riscaldare le proprie abitazioni le famiglie italiane hanno utilizzato 17,7 milioni di tonnellate (Mt) di legna da ardere (3,2 t per ogni famiglia coinvolta) e 1,5 Mt di pellet (1,4 t a famiglia).

Il pellet rientra nella categoria di quelle che vengono definite biomasse densificate, ovvero costituite da materiale fine (segatura) compattato. I pellet sono cilindretti di legno pressato, fabbricati a partire da residui di segatura e lavorazione del legno, in genere prodotti da segherie e falegnamerie. La materia prima è anticipatamente selezionata, essiccata e pulita dalle impurità, al fine di ottenerne una qualità costante, con una determinata umidità residua (circa 15%). Dopo la preparazione, il materiale è inserito nelle presse tramite un trasportatore a coclea.

Il processo di produzione del pellet è un processo di estrusione e consiste nel sottoporre la segatura ad una forte pressione facendola passare attraverso un foro di pochi millimetri..

La pressa, grazie ad un sistema di cilindri, comprime il materiale e lo fa passare attraverso i fori di una trafila (Figura 2.1), che lo riduce in cilindri che vengono poi tagliati alla lunghezza desiderata e raffreddati a temperatura ambiente (aria).

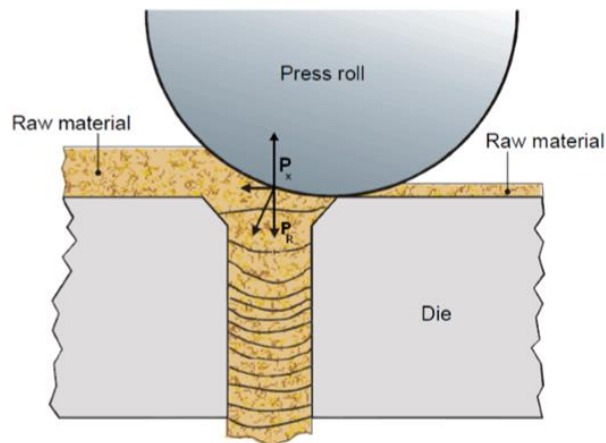


Figura 2.1 Processo produttivo del pellet [3]

All'interno della trafilatura, l'aumento della temperatura (80-130°C) dovuta all'elevata pressione favorisce un temporaneo rammollimento della lignina, polimero termoplastico contenuto nel legno. Il successivo raffreddamento del pellet permette alla lignina di solidificarsi di nuovo, andando a formare il caratteristico strato vetroso che si può notare sulle superfici esterne dei pellet.

Per conferire al materiale una certa resistenza all'abrasione, a volte, si aggiungono alla segatura sostanze naturali (amido e farina) che facilitano anche la pressatura, in ragione di un massimo normato del 2%. Siccome l'utilizzo di additivi può influire sulle caratteristiche del pellet [4] vengono generalmente utilizzati in quantità limitata (0,5%).

Secondo uno studio condotto da Larrison et al. [5], il controllo della temperatura della trafilatura è molto importante nella produzione di pellet. Nello studio viene dimostrato che per i pellet di origine erbacea un intervallo di temperatura compreso tra i 30 e i 45°C permette di standardizzare il processo di produzione e di ottenere pellet caratterizzati da più alti valori di massa volumica apparente e durabilità.

Nello studio condotto da Lam et al. [6] è stato dimostrato che la temperatura della trafilatura, la pressione di estrusione e il tempo di rilassamento sono parametri fondamentali del processo di produzione per ottenere un pellet con buone caratteristiche meccaniche. Nello specifico, l'indagine è stata finalizzata ad analizzare le caratteristiche di resistenza alla rottura e stabilità dimensionale in campioni di pellet di Douglasia (*Pseudotsuga menziesii*). Dallo studio si evince che le caratteristiche meccaniche migliori del pellet si ottengono con 100 °C di temperatura della trafilatura, 126 MPa di pressione e 30 s di tempo di rilassamento.

Tra le varie caratteristiche di qualità del pellet, sono due quelle che possono essere influenzate dal processo di pelletizzazione: la massa volumica apparente e la durabilità [5]. Un valore elevato della massa volumica apparente favorisce l'efficienza nel trasporto e lo stoccaggio, mentre una durabilità elevata migliora la resistenza dei pellet al logorio che si verifica durante la fase di trasporto.

La durabilità è la capacità del pellet di mantenere stabile la struttura a seguito di sollecitazioni di vario tipo (es. urti). Pertanto, questo dato esprime l'attitudine del prodotto a rimanere integro, evitando così perdite di materiale dovute al trasporto o allo stoccaggio dello stesso. Questa proprietà è strettamente legata alla qualità del processo (impianto industriale) e allo stato di conservazione del pellet. La disgregazione del pellet prima dell'uso nell'impianto termico può determinare inconvenienti nelle operazioni di movimentazione del prodotto e creare condizioni sfavorevoli durante la fase di combustione. Una grande quantità di particelle fini può favorire la produzione di "fly ash" e compromettere il buon funzionamento della caldaia.

La lignina è un polimero naturale del legno che influenza le caratteristiche meccaniche dei pellet [7]. Come precedentemente affermato, è la componente responsabile del caratteristico strato vetroso sulla superficie esterna dei pellet.

Il contenuto di lignina può aumentare in percentuale, rispetto alle altre macromolecole, con l'allungarsi del periodo di conservazione del materiale. Il motivo di questo incremento è da attribuire alla maggiore degradabilità di elementi come l'emicellulosa e la cellulosa [8].

Oltre al periodo di conservazione del materiale, è importante tenere in considerazione della presenza di corteccia e della specie vegetale. Inoltre, specie diverse presentano differenti percentuali di lignina ed emicellulosa (Tabella 2.1)

Tabella 2.1 Percentuali delle componenti elementari generali di Conifere e Latifoglie [9].

Elementi	Conifere		Latifoglie
Cellulosa	40-50%	=	40-50%
Emicellulosa	20%	<	15-35%
Lignina	25-35%	>	17-25%

La corteccia risulta avere una maggiore percentuale di lignina e quindi un minore residuo di fini [8]. Di conseguenza, i pellet contenenti una maggiore percentuale di lignina sono quelli che presentano un minore residuo di fini e quindi una maggiore durabilità.

Anche il contenuto idrico influisce sulle proprietà meccaniche del pellet. Lo studio condotto da Lehtikangas [8] su nove tipi di pellet fabbricati a partire da segatura fresca o stagionata, corteccia e residui di taglio (misti abete rosso e pino silvestre), dimostra che c'è una correlazione tra durabilità e contenuto idrico della biomassa, escluso per i pellet prodotti con corteccia.

Un parametro preso in esame da Obernberger et al. è l'abrasione [10]. Questo parametro è un'espressione della durabilità anche se il metodo per misurarlo è diverso.

Per misurare l'abrasione il campione viene prima setacciato con un vaglio con maglia di diametro di 3,15 mm per eliminare le fini (procedura che si applica anche per l'analisi della durabilità). Successivamente il campione viene sottoposto ad un flusso d'aria a pressione di 70 mbar per 10 secondi. Alla fine della prova il campione viene setacciato nuovamente e il residuo distaccatosi durante l'analisi costituisce la parte abrasa.

Osservando i risultati di questo studio [10], la percentuale di fini distaccatasi durante questa prova è circa del 4%, quindi la massa residua è del 96%, cioè un valore che si potrebbe ottenere anche con un'analisi di durabilità. Tra contenuto idrico e abrasione sembrerebbe esserci una tendenza positiva ma l' R^2 è decisamente troppo basso ($R^2 = 0,06$), per affermare che vi sia una correlazione.

La causa di questa dispersione potrebbe essere imputabile al fatto che i pellet analizzati provengono da specie arboree diverse, sono stati sottoposti a metodi di produzione diversi e, in generale, a condizioni diverse.

L'obiettivo di questo studio è quello di descrivere la resistenza al taglio dei pellet di legno e di verificare se esiste una correlazione tra la durabilità e la rispettiva resistenza al taglio. Le curve di resistenza al taglio sono state trattate statisticamente per ricercare alcuni valori caratteristici da confrontare con le altre variabili, quali il contenuto idrico, la densità e la frazione fibrosa (emicellulosa, cellulosa e lignina) dei pellet.

Infine, l'analisi dei dati è stata completata con una *Principal Component Analysis* (PCA) al fine di valutare più accuratamente le correlazioni tra i parametri esaminati.

3. MATERIALI E METODI

In questo capitolo vengono esposte la analisi e le corrispondenti procedure, effettuate per la stesura di questo elaborato di tesi. Esclusa la prova di resistenza al taglio e l'analisi chimica di Van Soest, le altre analisi sono state condotte secondo le metodologie indicate nella Normativa Europea UNI EN in materia di biocombustibili solidi.

3.1 Pellet

In questo studio sono stati analizzati 18 campioni di pellet prodotti a partire da varie specie legnose. A seconda della specie, i campioni sono stati raggruppati in quattro classi: latifoglie, latifoglie tropicali, conifere e miscele di conifere e latifoglie (Tabella 3.1.1).

Tabella 3.1.1 Campioni analizzati.

Specie	Classe
Sarmenti di vite	Latifoglie
Vite	
Nocciolo	
Olivo	
Faggio 1	
Faggio 2	
Faggio 3	
Rovere	
Acacia Karroo 1	
Acacia Karroo 2	Latifoglie tropicali
Faggio (80%) e Abete (20%)	Miscele di conifere e latifoglie
Faggio e Abete 1	
Faggio e Abete 2	
Faggio e Abete 3	
Abete rosso	Conifere
Abete 1	
Abete 2	
Larice	

Tra i 18 campioni considerati, solo 15 sono stati selezionati per questo studio e cioè quelli presentanti un valore di durabilità che rispetti i limiti previsti dalla normativa [11]. I campioni con durabilità < 96,5% sono stati scartati, in quanto non classificabili secondo la suddetta normativa. Sono stati scartati i due campioni di Acacia Karroo e il Larice.

3.2 Contenuto idrico

La Normativa Europea UNI EN 14774-1: 2009 [12] definisce il metodo per la determinazione del contenuto idrico totale dei biocombustibili solidi, attraverso l'essiccazione in stufa, metodo usato quando è necessario misurare con elevata precisione il contenuto idrico di un materiale. Il metodo descritto di seguito è applicabile a tutti i biocombustibili solidi.

Di seguito vengono riportati tutti i passaggi, le apparecchiature necessarie e i calcoli da effettuare per effettuare questa analisi.

Principio

Il campione di biocombustibile viene riscaldato a 105° in atmosfera areata fino a che la massa risulta costante (Figura 3.2.1). La percentuale di peso perso dopo questa operazione costituisce il contenuto idrico del materiale. La normativa prevede che il biocombustibile non venga riscaldato per più di 24 ore per non provocare la perdita di altre sostanze contenute nel materiale che potrebbero alterare la misura.

Apparecchiature

- Stufa in grado di mantenere la temperatura costante ($105 \pm 2^\circ\text{C}$) e con capacità di far circolare l'aria in modo da modificarne l'atmosfera dalle tre alle cinque volte ogni ora;
- Contenitori non corrodibili, resistenti alle alte temperature e che permettano l'inserimento di almeno 1g di materiale per ogni cm^2 di superficie. La superficie del contenitore deve essere tale da minimizzare i fenomeni di assorbimento/adsorbimento (superficie pulita e in piano);
- Bilancia con sufficiente accuratezza da permettere la pesata su campioni sul secco e sul tale quale. Con accuratezza di misurazione di almeno una cifra dopo la virgola.



Figura 3.2.1 Alcuni campioni in stufa per la misura del contenuto idrico.

Preparazione del campione e procedura di analisi

La massa della porzione di campione da sottoporre ad analisi, secondo la normativa deve essere di almeno 300 g. Nel caso di biocombustibili composti da materiale omogeneo, quale segatura o trucioli, le quantità possono essere ridotte a 200 g, o a 100 g, avendo cura di pesare il campione su una bilancia in grado di misurare fino a due cifre decimali dopo la virgola. Nel caso del pellet analizzato, trattandosi di materiale omogeneo e avendo a disposizione una bilancia sufficientemente precisa, si è scelto di usare 100 g di materiale.

La procedura richiesta dalla Norma prevede una serie di operazioni necessarie ad ottenere un valore il più possibile oggettivo e preciso di contenuto idrico.

La prima fase consiste nel pesare una vaschetta vuota (tara) con una bilancia in grado di rilevare almeno un decimale (nel nostro caso due). Successivamente il campione va inserito nella vaschetta avendo cura di distribuirlo in maniera uniforme, in modo da avere almeno un grammo di campione per cm^2 , successivamente si procede con la pesata della vaschetta piena.

Le vaschette vanno quindi riscaldate in stufa finché il peso del materiale essiccato è stabile. La massa risulta costante quando non si registrano variazioni di peso che superano lo 0,2% a temperatura di $105 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ per 60 minuti. Il tempo di essiccazione richiesto dipenderà dalle dimensioni delle particelle, dalla frequenza con cui viene cambiata l'aria all'interno della stufa, dallo spessore dello strato di campione nella vaschetta, ecc. Per prevenire eccessive perdite di composti volatili non si devono lasciare i campioni ad essiccare per più di 24 ore.

Il tempo richiesto per l'essiccazione può essere determinato attraverso pre-test su tipi di combustibili con particelle di dimensioni comparabili.

Nel caso vengano utilizzate vaschette non in alluminio (es. acciaio), è necessario inserirne alcune vuote nella stufa e valutare eventuali modifiche di peso. Se dovessero presentarsi variazioni vanno considerate nel calcolo del contenuto idrico (Equazione 3.2.1).

I biocombustibili solidi sono igroscopici, quindi è necessario avere cura di pesarli entro 10 o 15 secondi dalla fuoriuscita dalla stufa onde evitare assorbimenti di umidità. Durante questa fase è fondamentale utilizzare sempre un materiale isolante per proteggere la bilancia dal contatto diretto con le vaschette calde.

Calcolo

Il contenuto idrico M dei biocombustibili, su tal quale, è espresso come una percentuale sulla massa totale e può essere calcolato attraverso la seguente equazione (Equazione. 3.2.1).

Equazione 3.2.1 Formula per il calcolo del contenuto idrico totale (M)

$$M = \frac{(m_2 - m_3) - (m_4 - m_5)}{(m_2 - m_1)} * 100$$

Dove:

m_1 è la massa in grammi della vaschetta vuota

m_2 è la massa in grammi della vaschetta più il campione fresco

m_3 è la massa in grammi della vaschetta più il campione secco

m_4 è la massa in grammi della vaschetta di riferimento (pesata a temperatura ambiente)

m_5 è la massa in grammi della vaschetta di riferimento (pesata dopo il riscaldamento)

Precisione

A causa della variabilità dei biocombustibili solidi, ad oggi non è possibile affermare con certezza degli standard di ripetibilità e riproducibilità per questo metodo. In questo studio tre misure di contenuto idrico sono state effettuate e la media delle tre misure è stata calcolata.

3.3 Massa volumica

La Normativa Europea UNI EN 15150: 2011 [13] definisce la metodologia per la determinazione della densità delle singole particelle di combustibili compressi come pellet e bricchette. La densità delle particelle non è un valore assoluto è quindi necessario standardizzare le condizioni per la sua determinazione.

Principio

In questa analisi vengono individuate sia la massa che il volume di singoli pellet o di piccoli gruppi (3 pellet). Il volume è misurato attraverso la determinazione della galleggiabilità del pellet all'interno di un liquido. La galleggiabilità è l'apparente riduzione di peso del campione tra la misura in aria e immerso nella soluzione.

L'analisi sfrutta il principio di Archimede. Attraverso la densità del liquido si può risalire al volume del nostro campione.

Preparazione della soluzione

Come prima cosa è stato riempito il becher, ad un livello tale da fare in modo che il piatto inferiore risulti completamente sommerso, con una concentrazione di soluti pari a 1,5 g di reagente (Triton) per litro d'acqua. La soluzione è stata poi miscelata attraverso un agitatore magnetico in modo da disciogliere tutto il Triton in sospensione (Figura 3.3.1). La soluzione è composta da:

1. 360 g di acqua con un basso contenuto di ioni (acqua di rubinetto) in un range di temperatura tra 10°C e 30°C
2. 0,545 g di tensioattivo (Triton x 100)



Figura 3.3.1 Becher usato per la preparazione della soluzione sopra l'agitatore magnetico (all'interno del becher: Ancoretta magnetica e piattino usato per pesare il Triton)

Apparecchiatura

- Una bilancia di precisione fino a 0,001 g. A causa della forte sensibilità della bilancia, il piatto va protetto da eventuali correnti d'aria attraverso uso dei pannelli di vetro schermanti, in modo da permettere un'immediata lettura della misura;
- Un becher di vetro trasparente con capacità 200 ml
- Un ponte posto al di sopra del sensore della bilancia sopra cui verrà posizionato il becher in modo che il peso di esso vada a influenzare la misurazione;
- Due piatti collegati da un filo sottile e sorretti da un'asta. Uno di essi pesa il campione in aria, il secondo va immerso in acqua e misura la spinta di Archimede. Quest'ultimo presenta alcuni fori sulla sua superficie necessari per evitare fenomeni di galleggiamento da parte dei campioni.

Preparazione del campione e procedura di analisi

Per l'analisi sono stati selezionati 30 pellet dal totale del campione, scegliendo quelli con superficie più liscia e con meno fessurazioni. La presenza di un'eccessiva scabrezza o di tagli lungo la superficie del pellet potrebbe provocare errori di misurazione (spiega perché).

Dopo la fase di preparazione del campione si è andato a predisporre la strumentazione necessaria all'analisi (Figura 3.3.3).

Per la misura della densità del pellet vengono eseguite due pesate:

1) per la prima pesata (quella in aria), i pellet sono stati posizionati sul piatto superiore a gruppi di tre e il valore espresso dalla bilancia è stato registrato riportando un'approssimazione di quattro cifre dopo la virgola (la norma ne richiede almeno tre).

2) Successivamente i due piatti sono stati tolti dal supporto e i pellet precedentemente pesati sono stati posizionati nel piatto inferiore (dopo averlo accuratamente asciugato). I due piatti sono stati nuovamente posizionati nel supporto immergendo così i pellet nella soluzione. La lettura del peso va fatta appena il valore espresso si stabilizza momentaneamente. Questo avviene entro i primi 5

secondi dall'inserimento del piatto nel liquido, dopo di che, il campione comincia ad assorbire acqua e la misura risulta non valida (Figura 3.3.2).



(a)



(b)

Figura 3.3.2 Pesata in aria (a) e nella soluzione (b).

I pellet sono stati immediatamente rimossi onde evitare contaminazioni del liquido all'interno del becher e questa procedura è stata ripetuta altre nove volte in modo da avere dieci ripetizioni per campione.

Legenda

1. Piatto per pesata in aria.
2. Pellet.
3. Ponte per sorreggere il becher.
4. Piatto forato per la pesata in acqua.
5. Base della bilancia.
6. Becher.
7. Collegamento tra i piatti.
8. Supporto per i piatti.

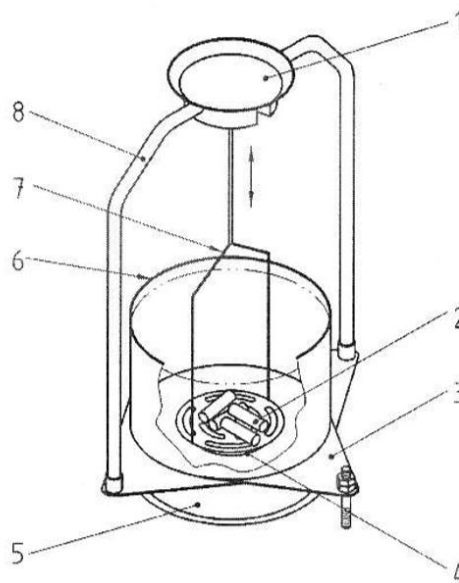


Figura 3.3.3 Dispositivo per la misura della massa volumica [13]

Calcolo della massa volumica

Secondo la norma [13] la densità del liquido (acqua più reagente) è solitamente 0,9958g/cm³..

$$\rho_m = \frac{m_a}{(m_a - m_l)} \times \rho_l$$

dove:

ρ_m è la densità dei tre pellet in g/cm³

m_a è la massa del campione in aria in g

m_l è la massa del campione nel liquido in g

ρ_l è la densità del liquido (0,9958) in g/cm³

Dopo aver ripetuto il questa operazione per ogni pesata, si è calcolata la media approssimando il valore ai primi due decimali dopo la virgola.

Precisione

Per via della natura variabile dei biocombustibili solidi, ad oggi non è possibile affermare con certezza degli standard di ripetibilità e riproducibilità per questo metodo.

3.4 Durabilità

Principio

La misura della durabilità del pellet è descritta nella normativa UNI EN 15210-1:2010 [14]

La prova consiste nel sottoporre i campioni di pellet a degli urti controllati. Questi urti si sviluppano all'interno di un contenitore metallico che ruota ad una velocità controllata. All'interno di questo contenitore vi è un deflettore che favorisce gli urti tra i pellet.

Apparecchiature

- **Strumento di misura della durabilità**

Consiste in un supporto collegato con un motore che permette di sottoporre dei contenitori ad una serie di rotazioni con la possibilità di calibrare il numero di giri e la durata dell'analisi (Fig. 2.4.2).

- **Contenitori**

Per calcolare la durabilità del pellet, il campione viene inserito all'interno di 3 contenitori metallici che vengono installati nello strumento per la prova (Figura 3.4.1). Le seguenti caratteristiche dei contenitori sono definite dalla normativa: sezione quadrata di lato 300 ± 3 mm, con profondità $125 \pm 1,3$ mm, velocità di rotazione di 50 giri x minuto intorno ad un asse passante per il centro della sezione.

Il deflettore deve essere posto lungo la diagonale della sezione, di lunghezza $230 \pm 2,3$ mm e profondo $50 \pm 1,0$ mm. La sezione del deflettore deve essere arrotondata in modo da evitare l'effetto taglio.

Il coperchio può essere posto in qualunque lato del contenitore.

Ogni elemento che possa influenzare la regolarità della superficie deve essere per quanto possibile eliminato o ridotto. I contenitori usati in questa tesi sono stati fatti su misura in accordo con le specifiche sopracitate.



Deflettore

Figura 3.4.1 Contenitore usato per la misura della durabilità.

- **Setaccio**

Per l'analisi è stato usato un vaglio con maglia di diametro di 3,15 mm (come richiesto dalla normativa europea).

Preparazione del campione e procedura di analisi

Come previsto dalla normativa, la misura della durabilità del pellet prevede che la prova venga eseguita su un campione non contenente la frazione delle particelle fini (< 3,15 mm). L'eliminazione della particelle fini avviene attraverso una vagliatura a mano. Questa operazione va effettuata setacciando il campione di pellet da analizzare con un setaccio di almeno 40 cm di diametro e 3,15 mm di diametro dei fori e compiendo dalle 5 alle 10 rotazioni regolari. Questa fase preliminare risulta fondamentale per evitare contaminazioni nella misurazione finale della prova.

Per ogni campione sono state effettuate due o tre ripetizioni (la norma ne richiede almeno due), procedendo come segue:

tre campioni di pellet di 500 ± 10 g ciascuno vengono inseriti in tre contenitori descritti in precedenza. I contenitori vengono inseriti nel supporto che li fa ruotare a 500 rpm (tempo totale della prova 10 minuti) (Figura 3.4.2).

Dopo aver sottoposto i pellet al test, si effettua una vagliatura per eliminare le frazioni fini che si sono sviluppate a causa degli urti durante la rotazione.

Il setaccio da utilizzare, anche per questa fase, deve essere di almeno 40 cm di diametro e con fori di diametro di 3,15 mm.

La vagliatura viene effettuata a mano facendo ruotare il setaccio 5 –10 volte.

Dopo aver effettuato questa operazione si pesa il materiale rimasto sopra il filtro e si procede al calcolo della durabilità.

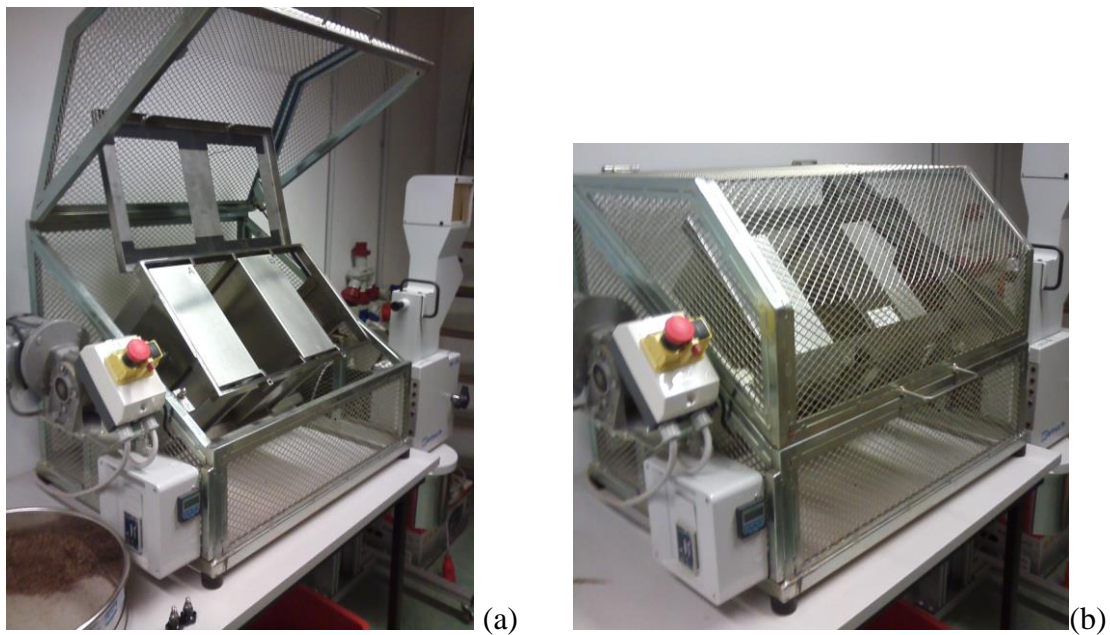


Figura 3.4.2 Macchina per l'analisi della durabilità aperta (a) e chiusa (b).

Calcolo della durabilità

Il valore della durabilità si ottiene dalla seguente formula:

$$Du = \frac{M_b}{M_a} \times 100$$

Dove:

Du è il valore di durabilità espresso in percentuale

M_a è la massa del pellet pre-setacciato prima della prova

M_b è la massa del pellet dopo la prova

Il risultato può essere calcolato mantenendo due decimali dopo la virgola e la media dei risultati può essere espressa usando un solo decimale dopo la virgola.

Ripetibilità e riproducibilità della misura

Ripetibilità: i risultati di due prove uguali, effettuate (entro un breve periodo di tempo ma non simultaneamente) nello stesso laboratorio, dallo stesso operatore usando le stesse apparecchiature, su due campioni rappresentativi e con le stesse procedure, devono produrre risultati che non varino per valori maggiori di quelli indicati nella tabella (Tabella 3.4.1).

Riproducibilità: le medie dei risultati di due prove uguali, effettuate in due differenti laboratori con campioni rappresentativi e con le stesse procedure, devono produrre risultati che non varino per valori maggiori di quelli indicati nella tabella (Tabella 3.4.1).

Tabella 3.4.1 Ripetibilità e riproducibilità [14].

Durabilità	Massima differenza accettabile tra i risultati ottuanti	
	Limite ripetibilità (% assoluta)	Differenza critica di riproducibilità (% assoluta)
Durabilità maggiore o uguale a 97,5%	0,4	0,8
Durabilità inferiore a 97,5%	2	3

3.5 Analisi di Van Soest

Per lo svolgimento di questa tesi i campioni sono stati sottoposti al metodo di Van Soest per la determinazione della frazione fibrosa del legno, ovvero cellulosa, emicellulosa e lignina [15].

Il metodo consiste nel sottoporre i pellet, macinati e fatti passare attraverso un vaglio di 1mm, a una serie di detergenti in grado di eliminare progressivamente le varie componenti.

La prima fase consiste nella determinazione dell’NDF (Neutral Detergent Fibre) ovvero la fibra resistente al detergente neutro. Attraverso questa operazione vengono eliminati i carboidrati non strutturali (amido) e quello che resta sono i carboidrati strutturali ovvero cellulosa, emicellulosa e lignina.

Dopo aver determinato l’NDF si passa alla determinazione dell’ADF (Acid Detergent Fibre) ovvero tutte le fibre resistenti al detergente acido. In questa fase viene eliminata l’emicellulosa e quindi il residuo che si ottiene è costituito da cellulosa e lignina.

Successivamente si elimina anche la cellulosa ottenendo l’ADL (Acid Detergent Lignin) la lignina resistente al detergente acido. L’ADL non è il valore che indica la percentuale di lignina nel nostro campione poiché il residuo è costituito da altre componenti. Quest’ultime vanno trattate con acido

cloridrico in modo da eliminare tutta la lignina e ottenere l'AIA (Acid Insoluble in hydrochloric Acid).

Dopo aver sottoposto il campione a questa serie di analisi, si ottengono le percentuali di emicellulosa, cellulosa e lignina (Equazione 3.5.1).

$$\text{Emicellulosa (\%)} = \text{NDF} - \text{ADF}$$

$$\text{Cellulosa (\%)} = \text{ADF} - \text{ADL}$$

$$\text{Lignina (\%)} = \text{ADL} - \text{AIA}$$

Equazione 3.5.1 Calcolo di emicellulosa, cellulosa e lignina tramite il metodo di Van Soest [14].

3.6 Resistenza al taglio

In questo studio i pellet sono stati sottoposti ad una prova di resistenza al taglio. L'analisi consiste nel sottoporre i pellet ad una pressione sempre maggiore esercitata da un piedistallo verso un dinamometro con alla base un deflettore. Il dinamometro è collegato tramite un software ad un computer che ne registra i valori ad un intervallo temporale controllato (Figura 3.6.1). Non essendo questa una prova normata, non esiste un protocollo da seguire nel caso di analisi sui biocombustibili solidi, perciò si è scelto di utilizzare il protocollo normalmente usato nella caratterizzazione della resistenza al taglio di altri materiali.

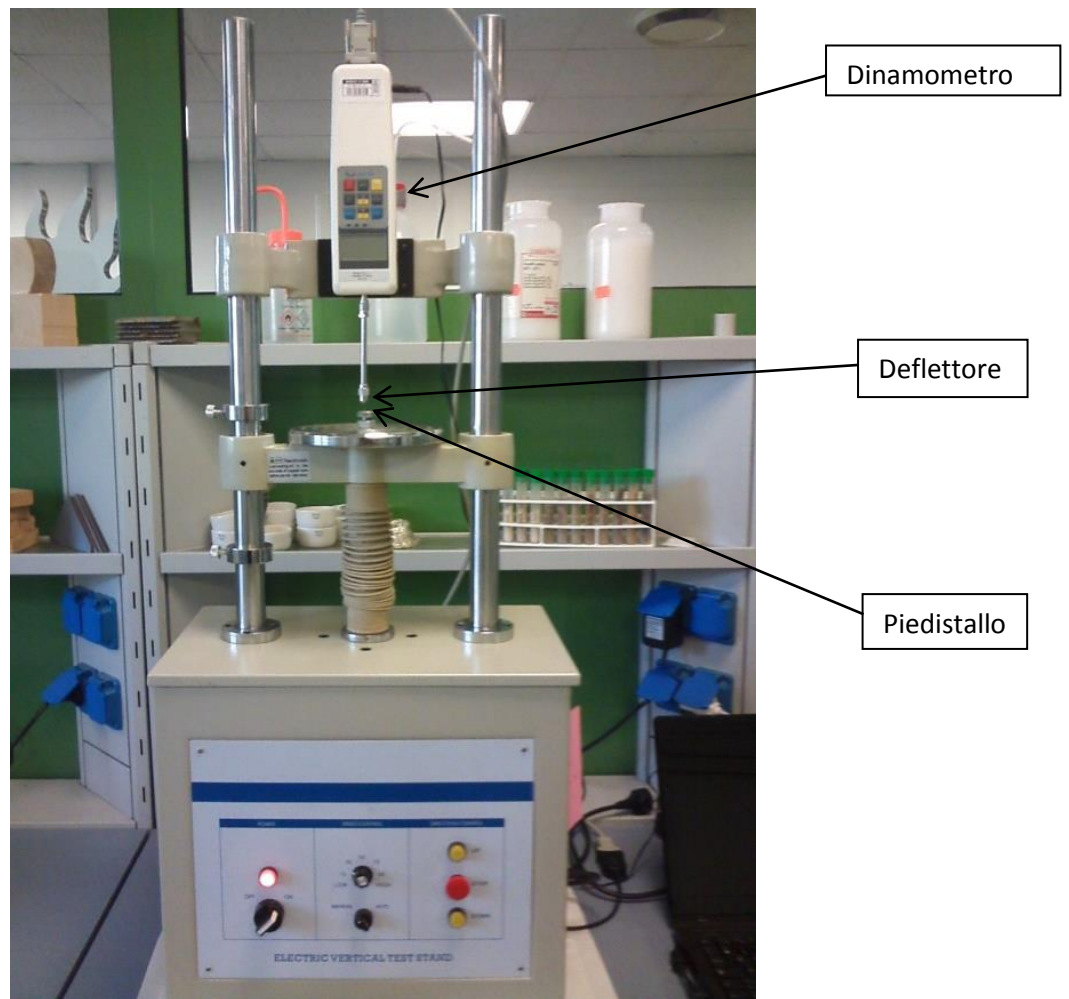


Figura 3.6.1 Strumento impiegato per la misura della resistenza al taglio.

Preparazione del campione e procedura di analisi

Per questa analisi sono stati prelevati 20 pellet per ognuno dei 15 campioni oggetto di studio avendo cura di selezionarli di dimensioni simili e privi di crepe o altre forme di irregolarità. Non essendoci una procedura standardizzata si è adottato lo stesso criterio di scelta previsto per la misura della densità del pellet.

Dopo la fase di preparazione si è proceduto alla misura del diametro e della lunghezza dei pellet e quindi al posizionamento di questi ultimi nel piedistallo. Il software è stato programmato in modo da registrare un valore ogni decimo di secondo.

Facendo muovere verso l'alto il piedistallo sul quale è posizionato il pellet, quest'ultimo viene in contatto con il deflettore collegato al dinamometro provocandone la rottura e registrandone il dato (Figura 3.6.2).

I valori di rottura dei pellet sono stati visualizzati attraverso delle curve di resistenza al taglio.

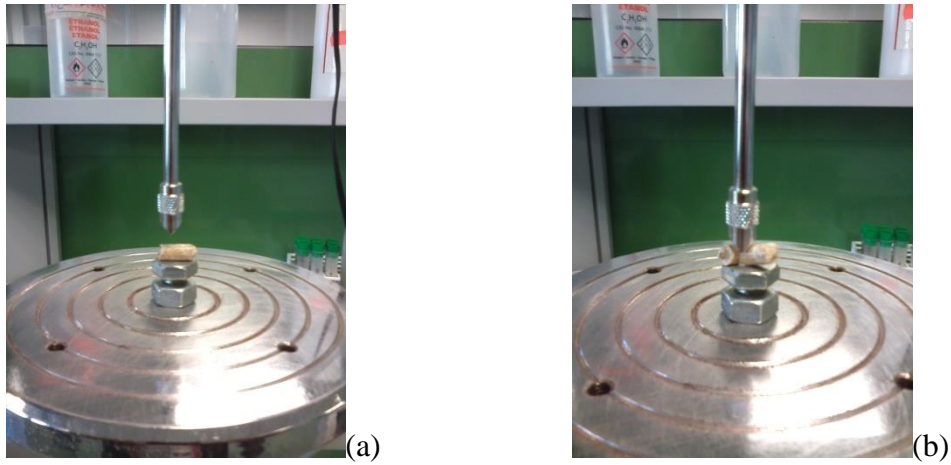


Figura 3.6.2 (a) Pellet prima e (b) dopo il taglio.

Elaborazione delle curve

Le curve di resistenza al taglio si presentano come gaussiane negative. Il tratto da cui sono stati estratti i punti caratteristici si trova nella parte sinistra del grafico, fino al punto di massimo negativo della curva.

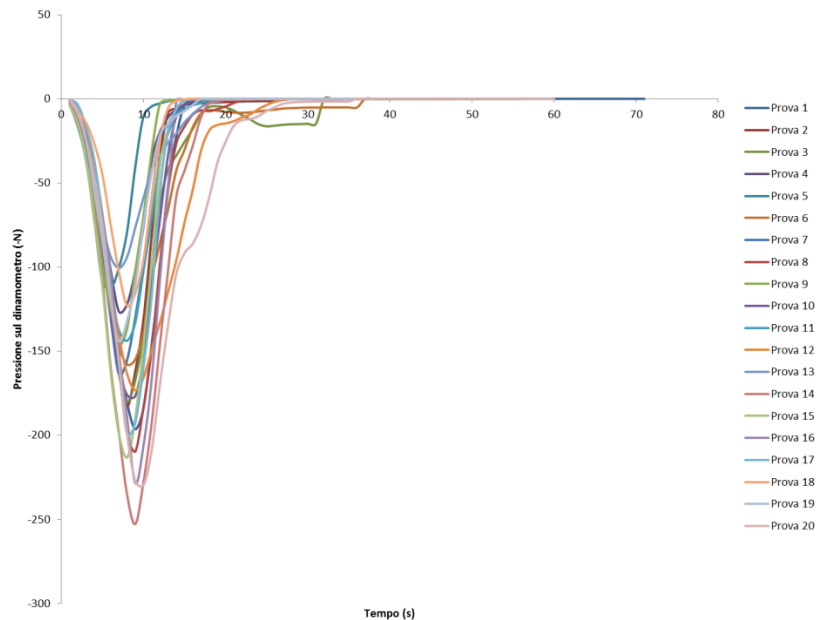


Figura 3.6.3 Curve di resistenza al taglio su campione di Faggio.

I primi due punti estratti sono stati l'Rmin corrispondente al punto di primo contatto del campione con il dinamometro e l'Rmax corrispondente al picco negativo della curva e al punto di totale rottura del materiale (Figura 3.6.4).

Questi due punti sono stati annotati per ogni curva e poi è stata effettuata la media per ogni campione.

Dopo questa fase per ogni campione è stata calcolata, con il programma di elaborazione grafica OriginPro 9.0, la curva media ovvero una curva ottenuta mediando graficamente le altre.

Anche in questo caso è stato registrato l'Rmax che è risultato differente a quello ottenuto dalla media dei picchi delle venti curve. Il motivo di questa diversità è che la curva media non si ottiene solo mediando i valori, ma anche le pendenze delle curve.

L'ultimo parametro preso in considerazione si trova nel primo punto di flesso della curva media. Per registrare questo valore è stata calcolata la derivata prima della curva e vedere a che valore corrispondesse il punto di minimo (Figura 3.6.4), ovvero il punto in cui la curva di rottura cambia di segno.

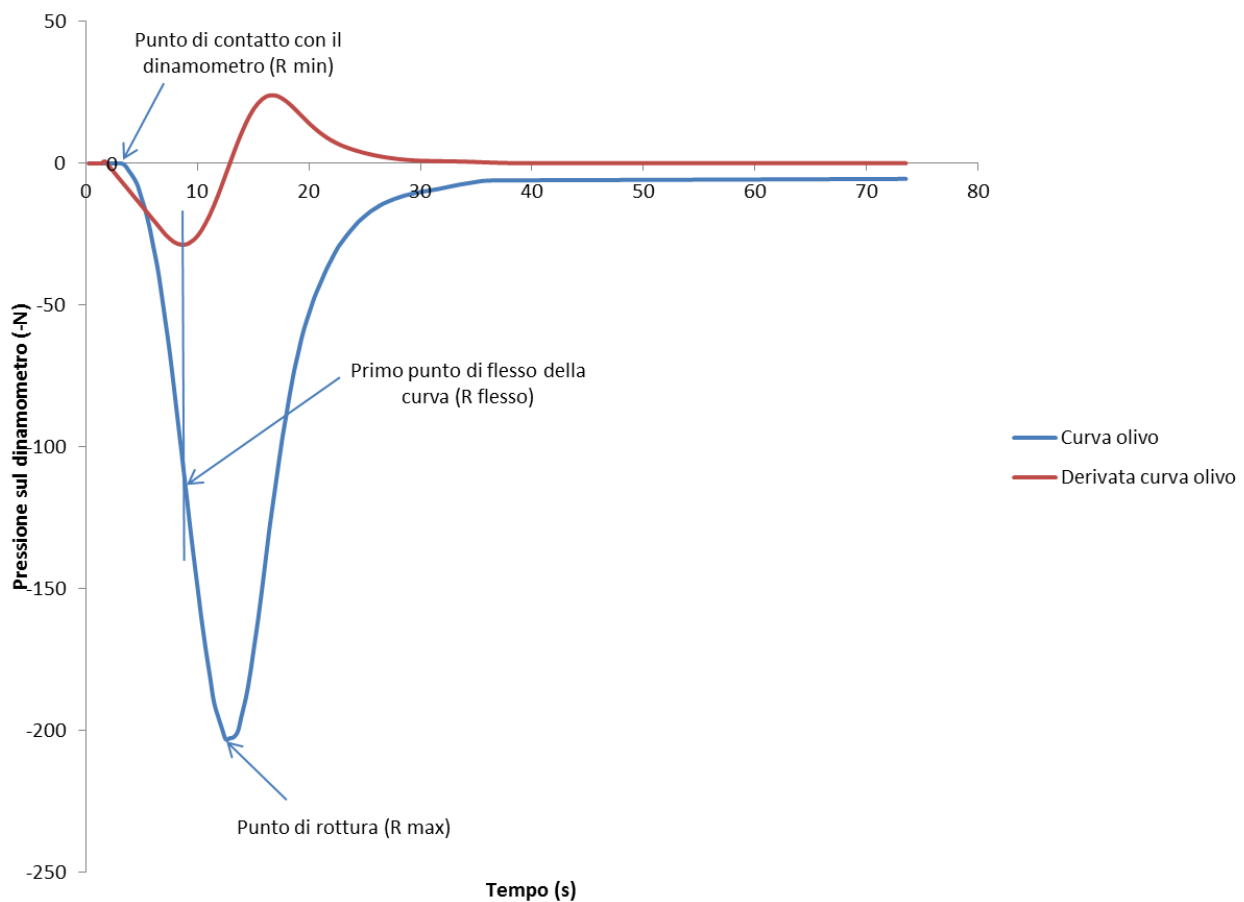


Figura 3.6.4. Esempio di curva e rispettiva derivata prima con in evidenza i punti caratteristici

Successivamente è stato ricavato il valore del modulo di risposta elastica del materiale calcolando la pendenza media delle curve. Per cercare di minimizzare il rumore è stata fissato intervallo soglia entro cui andare a prendere i valori, compreso tra il 10% e il 75% del punto di massimo negativo della curva. In questo modo si è riusciti a focalizzare l'attenzione sulla parte di curva centrale, ovvero la zona dove il materiale passa da un comportamento elastico ad un comportamento plastico. Il modulo di risposta elastica è stato ottenuto mediando la retta di regressione lineare dei valori compresi all'interno della soglia. Il risultato è stato poi portato dall'unità di misura N/s a N/m, tenendo conto della velocità di movimento del piedistallo che è di circa 1mm/s. Questa procedura è simile a quella utilizzata per la misura dell'elasticità e indica il punto di massima deformazione elastica prima che il materiale cominci a presentare un comportamento plastico.

3.7 Principal Component Analysis (PCA)

L'analisi dei componenti principali è stata eseguita sul database utilizzando il software Origin. La PCA è una tecnica di semplificazione di dati utilizzata nell'ambito della statistica multivariata. Si tratta di un metodo non-parametrico per estrarre un'informazione rilevante da un insieme di dati "confuso". Ogni campione è descritto da un numero definito di variabili, nel caso specifico rappresentato dai punti caratteristici riportati nel database. L'analisi ricalcola delle nuove variabili, o componenti principali, che sono combinazioni lineari delle vecchie variabili. Nel calcolo di ogni componente viene massimizzata la varianza, associata all'informazione. Ne risulta quindi che tutta l'informazione originale viene descritta da pochi componenti principali, riducendo così le dimensioni del dataset utilizzato ed eliminando una parte del rumore.

I dati possono poi essere rappresentati graficamente nelle nuove coordinate (Score Plot). Un esempio della rappresentazione grafica della PCA è riportato in Figura 3.7.1.

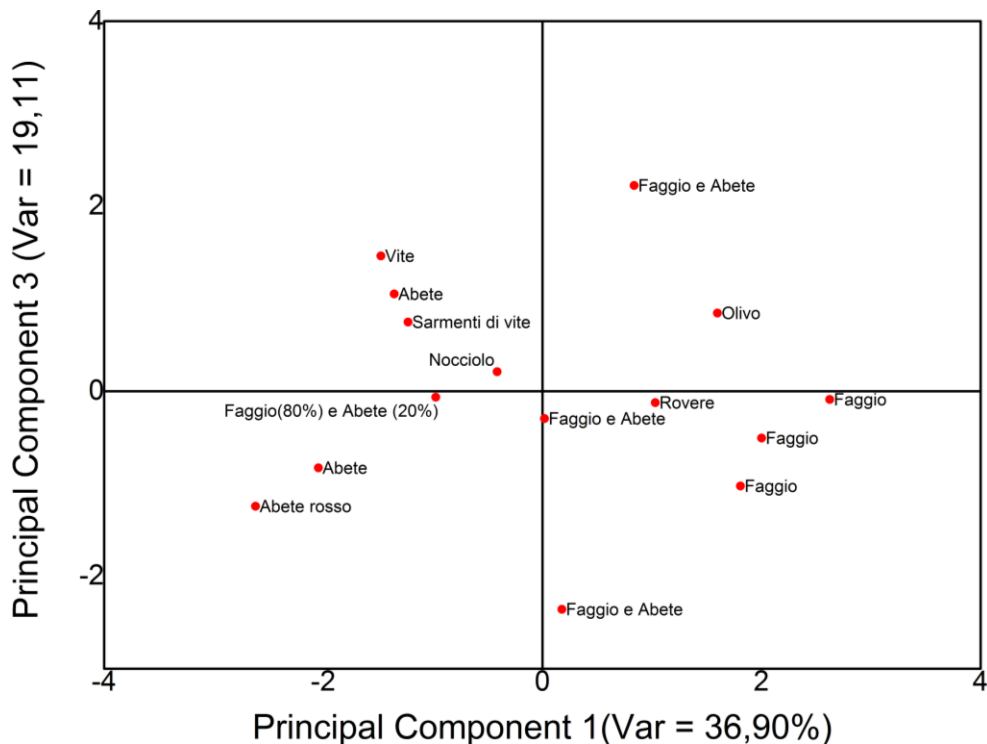


Figura 3.7.1 Esempio di Scores Plot (PCA)

Le componenti principali sono costituite da combinazioni lineari delle precedenti variabili, gli Eigenvector mostrano i coefficienti di correlazione tra nuove variabili e (PC) e le vecchie. Entrambe le due componenti principali sono prevalentemente influenzate positivamente dalla resistenza al taglio nel punto di flesso e dalla durabilità.

La relazione tra le variabili e i componenti principali è descritta graficamente con il Loading Plot nel quale sono le variabili ad essere messe nel nuovo sistema avente come assi di riferimento le componenti principali. Con questo tipo di grafico è possibile osservare se due variabili sono simili (pertanto contengono lo stesso tipo di informazione) oppure se sono distanti.

La scelta del numero di componenti principali viene fatta in funzione dello Scree Plot, ovvero un grafico dove si hanno in ascissa le componenti principali e in ordinata gli Eigenvalues. Gli Eigenvalues, sono indicatori di informazione. Essi sono correlati alla varianza, di conseguenza ad un Eigenvalue maggiore corrisponderà una maggiore quantità di informazione. Gli Eigenvalues sono maggiori nelle prime PC e vanno via via riducendosi nelle PC successive.

Questo grafico consente di identificare il numero minimo di componenti principali in grado di rappresentare la quasi totalità della varianza dell'insieme di dati. Questo punto è detto Elbow e corrisponde alla spalla che si trova circa a metà dello Scree Plot (Fig. 3.7.2).

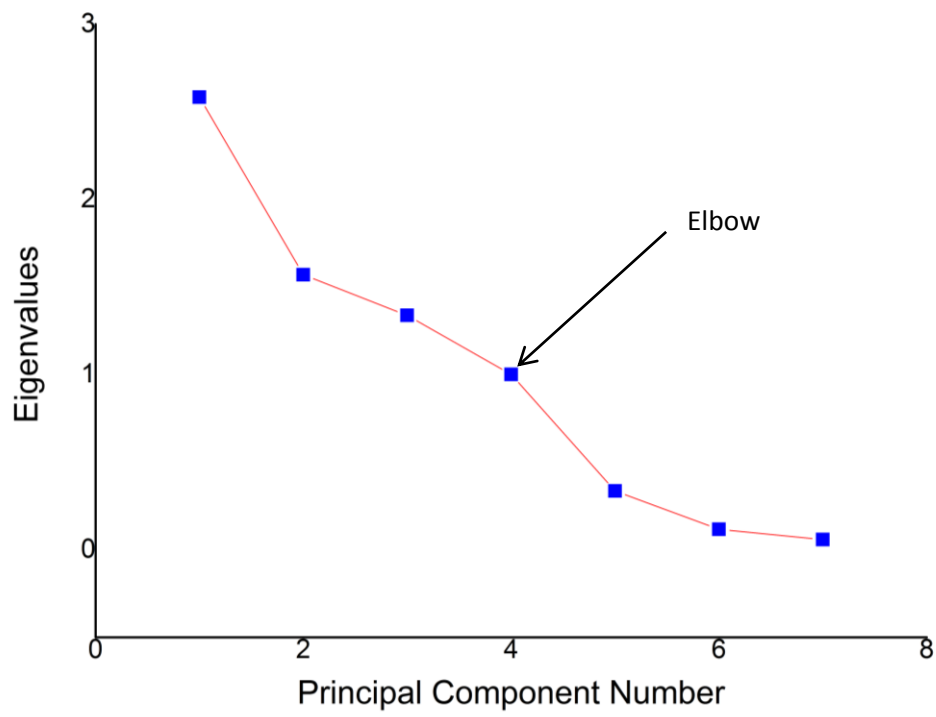


Fig. 3.7.2 Scree Plot con in evidenza l'Elbow

4. RISULTATI E DISCUSSIONI

4.1 Caratterizzazione dei pellet

Nella tabella 4.1.1 sono riportati i valori di resistenza al taglio e la rispettiva deviazione standard di tutti i campioni.

Tabella 4.1.1 Valori caratteristici di resistenza al taglio (R) dei pellet analizzati

Parametri	R(min)	Dev.st (R min)	R(max)	Dev.st (R max)	R (punto di flesso)	R da curva media (max)	Moulo risposta elastica	Dev.st
	N	N	N	N	N	N	N/m	N/m
Pellet								
Sarmenti di vite	2,13	2,15	140,46	36,61	62,10	115,73	0,28	0,09
Vite	2,52	2,48	151,85	57,96	56,73	129,08	0,23	0,05
Nocciolo	1,77	1,42	134,80	48,20	62,78	116,90	0,29	0,08
Olivo	0,80	0,77	221,19	67,73	101,70	203,02	0,31	0,08
Acacia Karoo 1	1,29	1,16	165,04	66,51	76,63	151,95	0,25	0,05
Acacia Karoo 2	2,02	1,48	191,33	64,29	77,76	166,95	0,24	0,05
Faggio e Abete 1	1,54	1,54	261,19	73,12	106,61	227,95	0,36	0,06
Faggio(80%) e Abete (20%)	1,25	1,04	50,40	15,85	25,54	47,32	0,13	0,03
Faggio 1	1,56	1,63	155,42	64,06	67,18	134,63	0,32	0,08
Faggio e Abete 2	1,73	1,22	115,17	33,30	58,13	109,79	0,25	0,06
Faggio 2	1,01	0,87	155,63	45,54	74,77	147,79	0,30	0,08
Faggio 3	1,29	1,25	172,97	41,77	90,20	162,77	0,26	0,05
Abete rosso	2,07	2,03	100,30	35,96	37,68	86,46	0,20	0,07
Abete 1	1,62	1,27	160,72	228,73	48,43	102,90	0,22	0,06
Abete 2	1,45	1,50	126,59	42,68	57,90	114,80	0,21	0,05
Faggio e Abete 3	1,89	1,43	106,07	45,12	50,55	93,14	0,16	0,03
Rovere	2,42	2,46	141,45	44,17	69,27	132,03	0,34	0,07
Larice	1,77	1,74	142,72	49,40	64,45	130,31	0,19	0,10
Dev.st	0,46		46,40		20,40	41,99	0,06	

Nella tabella si può notare come la variabilità sia più elevata all'interno dei campioni piuttosto che tra campioni diversi. Il pellet di vite presenta il valore di resistenza al taglio minima (R min) maggiore (2,52 N), mentre il pellet di olivo ha il valore minore (0,80 N).

Per quanto riguarda la resistenza al taglio nel picco di rottura (R max), la miscela di faggio e abete 1 presenta il valore maggiore (261,19 N), mentre la miscela di faggio e abete 2 è quella che ha il valore minore (50,40 N). Questo campione di pellet risulta avere il valore minore anche per quanto riguarda gli altri parametri ottenuti dalle curve, ovvero resistenza al taglio nel punto di flesso (R

punto di flesso), resistenza massima da curva media (R da curva media max) e modulo di risposta elastica, mentre nella miscela di faggio e abete 1 questi valori sono i più alti tra i campioni di pellet analizzati.

Al fine di studiare se esiste una correlazione tra i vari punti identificati nella curva di risposta elastica o resistenza al taglio riportati nella tabella 4.1.1, la durabilità, il contenuto idrico, la densità, e le percentuali di emicellulose, cellulosa e lignina presenti nei campioni di pellet oggetto di studio sono stati misurati (Tabella 4.1.2)

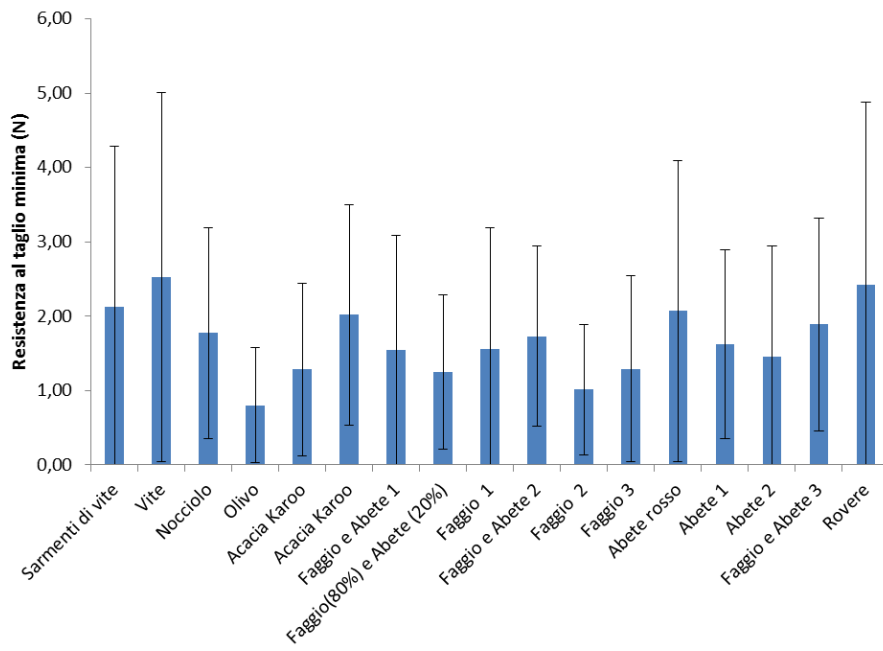
Tabella 4.1.2 Tabella dei valori provenienti dalle analisi della durabilità, del contenuto idrico, della densità e delle componenti elementari.

Parametri	Durabilità	Contenuto idrico	Densità	Emicellulosa	Cellulosa	Lignina
	%	%	g/cm ³	%	%	%
Pellet						
Sarmenti di vite	98,4	8,34	1,3	17,83	37,73	20,9
Vite	98,90	9,66	1,26	18,92	38,82	22,17
Nocciolo	98,15	6,54	1,30	18,54	41,71	21,58
Olivo	98,51	7,56	1,27	21,37	41,33	12,11
Acacia Karroo 1	88,50	8,71	1,34	20,84	53,91	17,20
Acacia Karroo 2	94,00	6,81	1,35	18,57	54,65	19,09
Faggio e Abete 1	99,10	5,76	1,26	16,01	50,33	25,02
Faggio(80%) e Abete (20%)	98,20	9,84	1,19	21,78	51,66	20,60
Faggio 1	98,60	6,46	1,28	24,81	51,19	15,14
Faggio e Abete 2	96,90	6,67	1,34	22,26	51,29	20,08
Faggio 2	97,60	6,51	1,25	24,21	53,06	15,98
Faggio 3	98,61	6,44	1,27	24,76	52,45	14,50
Abete rosso	96,70	8,65	1,31	15,34	40,15	20,78
Abete 1	96,92	8,47	1,27	17,18	48,90	26,36
Abete 2	98,71	8,00	1,28	15,99	49,01	26,66
Faggio e Abete 3	98,55	8,54	1,28	21,15	53,70	19,61
Rovere	98,29	7,22	1,27	22,42	46,20	15,63
Larice	95,72	8,27	1,28	17,65	49,55	24,39

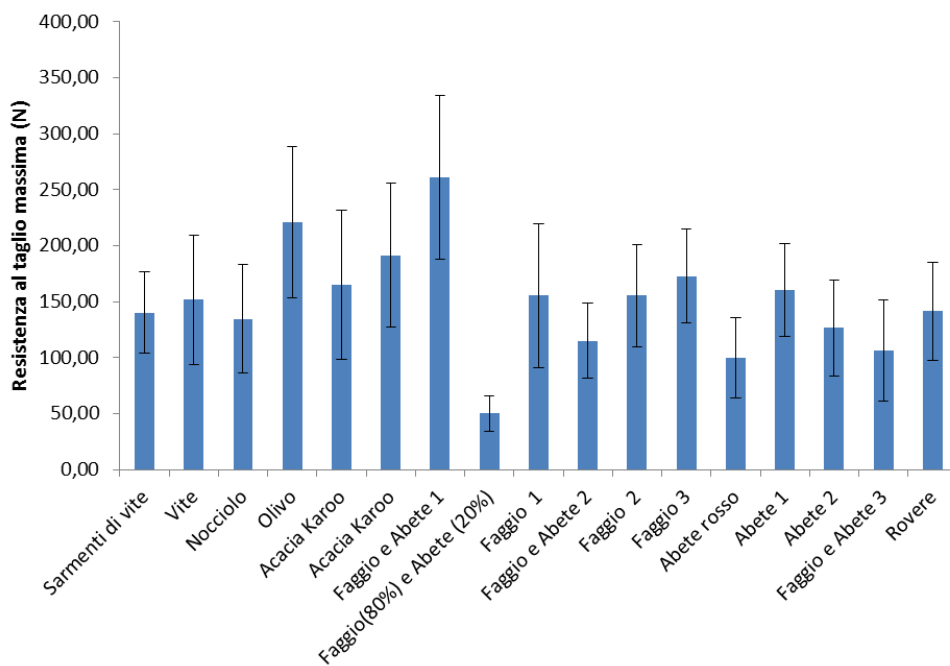
Come per il valore di R max e degli altri punti della curva di resistenza al taglio (ad esclusione di R min), il valore di durabilità più elevato è quello del pellet di miscela di faggio e abete 1.

La grande variabilità di resistenza al taglio intra-campione, è rappresentata dagli istogrammi nelle Figure 4.1.1, 4.1.2 che riportano il valore medio e la deviazione standard dei valori di resistenza al taglio dei campioni di pellet. I tre istogrammi fanno riferimento alla resistenza al taglio minima (a),

massima (b) e al modulo di risposta elastica (c), mentre per quelli riguardanti il valore del punto di flesso non è riportata la deviazione standard poiché essi fanno riferimento alle curve medie dei vari campioni.



(a)



(b)

Figura 4.1.1 Istogrammi relativi alla resistenza al taglio (a) minima, (b) massima.

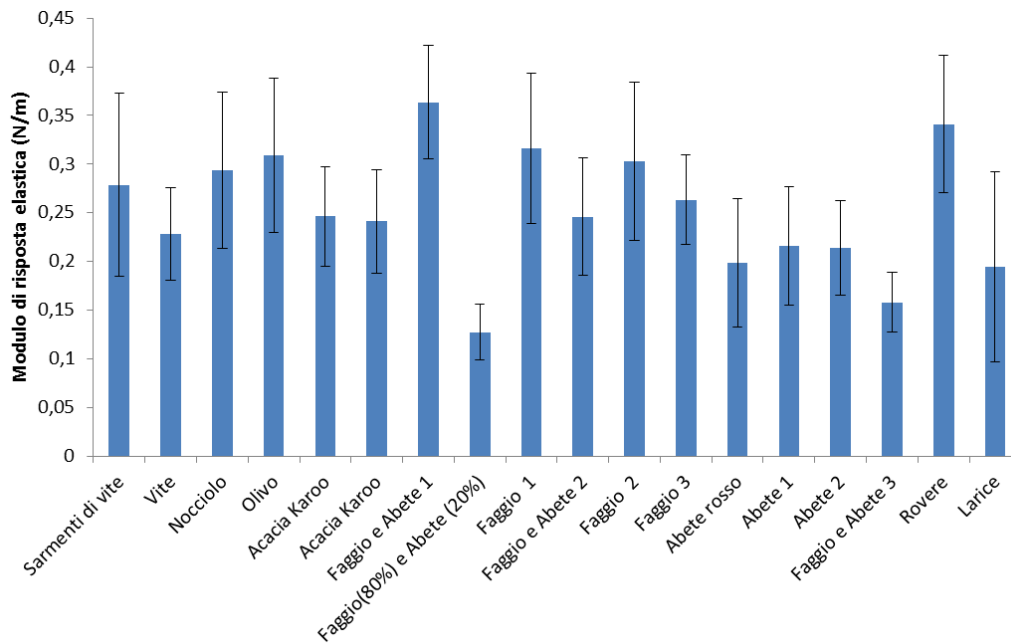
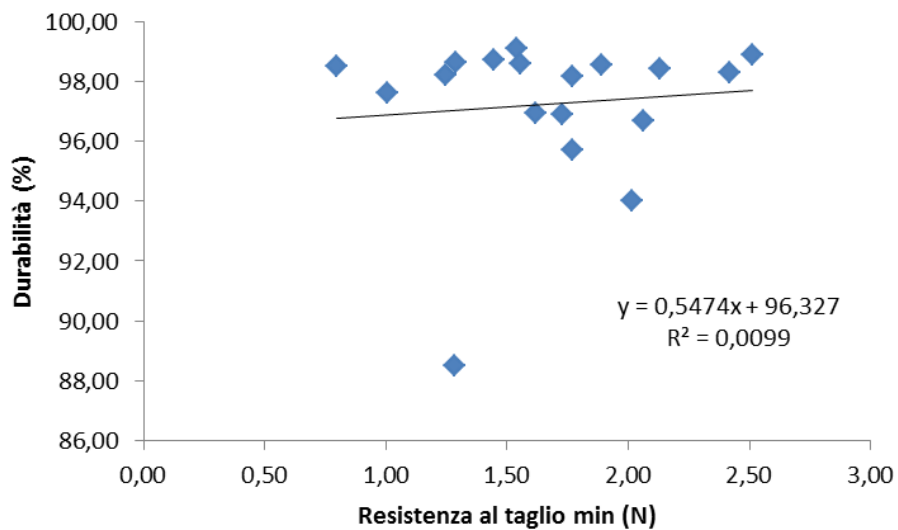


Figura 4.1.2 Istogrammi relativi al modulo di risposta elastica dei campioni.

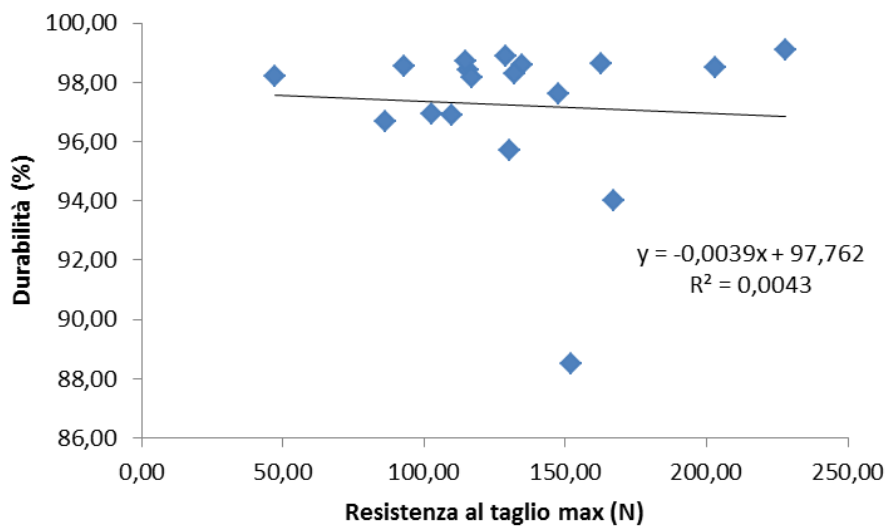
Questa grande variabilità può essere dovuta a diversi fattori, quali, per esempio, i parametri utilizzati durante produzione del pellet e le proprietà fisiche e chimiche della biomassa utilizzata [3].

4.2 Correlazione tra i parametri

Lo scopo di questo studio è quello di indagare se esiste una correlazione tra la durabilità del pellet misurata secondo la normativa UNI EN 15210-1:2010 e la resistenza al taglio. Inizialmente i punti caratteristici delle curve di resistenza al taglio descritti nel paragrafo 4.1 sono stati correlati con i valori di durabilità dei Pellet (Figura 4.2.1 e Figura 4.2.2).



(a)



(b)

Figura 4.2.1 Correlazione tra durabilità e resistenza al taglio minima (a) e massima (b).

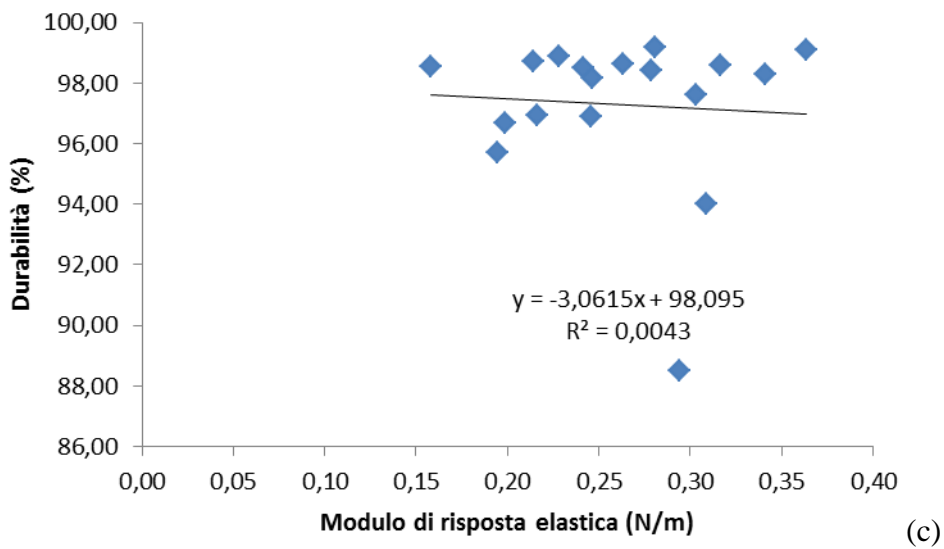
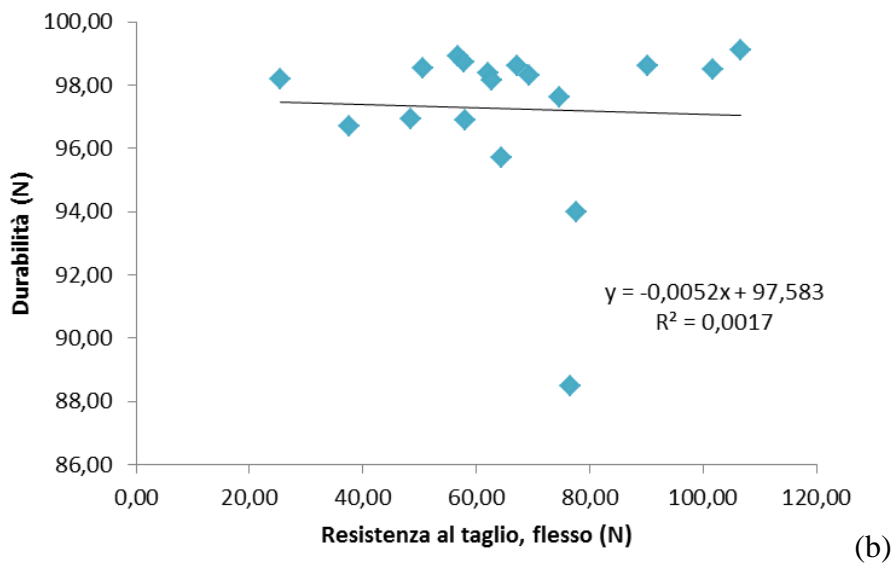
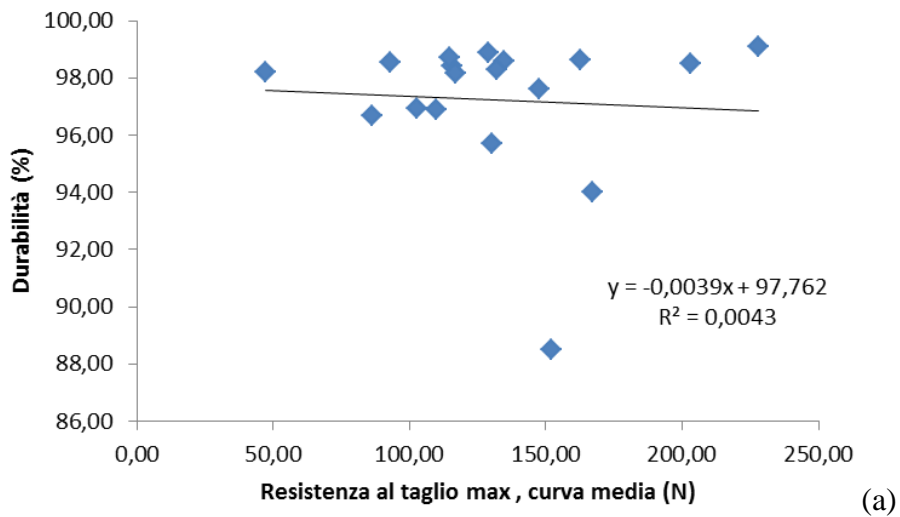


Figura 4.2.2 Correlazione tra durabilità e resistenza al taglio nel punto di flesso (a), nel punto di massimo della curva media (b) e modulo di risposta elastica (c).

Nei grafici si può notare come il valore del coefficiente R^2 sia estremamente basso, il che indica che non c'è nessuna correlazione tra resistenza al taglio e durabilità. La causa principale di questa dispersione della nuvola di punti è imputabile a tre campioni: il pellet di larice e i due pellet di acacia karoo. Questi campioni sono stati trattati da *outlayer* e quindi eliminati dalle successive analisi. Inoltre questi campioni hanno un valore di durabilità inferiore al 96,5%, che li rende non idonei all'utilizzo in apparecchi domestici [10].

Osservando i grafici relativi alla correlazione tra durabilità e resistenza al taglio, dopo aver eliminato i campioni considerati *outlayer*, si può notare, in certi casi, un restringimento della nuvola di punti con una tendenza abbastanza chiara ad una proporzionalità diretta tra durabilità e alcuni parametri delle curve di resistenza al taglio (Figure 4.2.3 e 4.2.4).

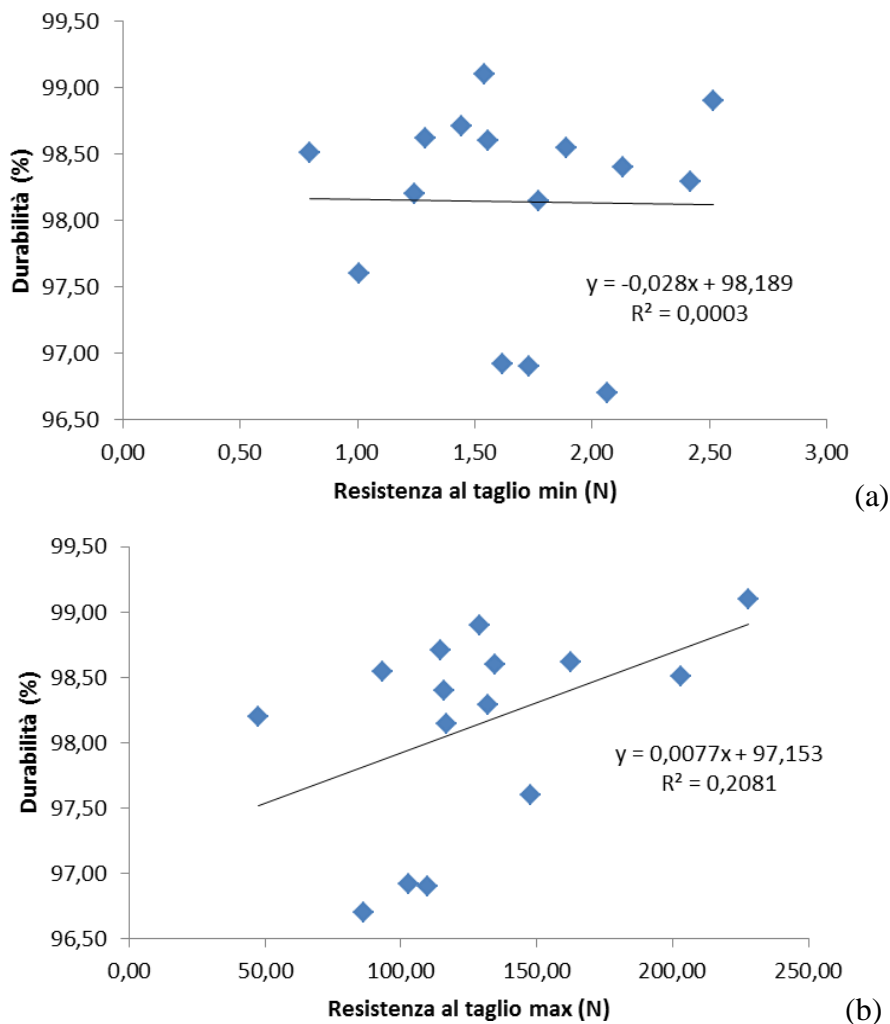


Figura 4.2.3 Correlazione tra durabilità e valori di resistenza al taglio minima (a) e massima (b), dopo aver eliminato gli outlayer.

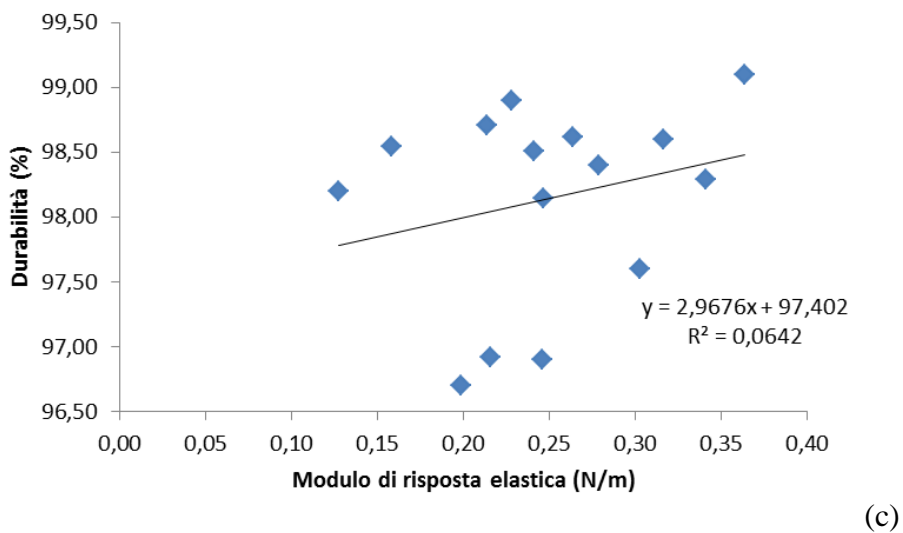
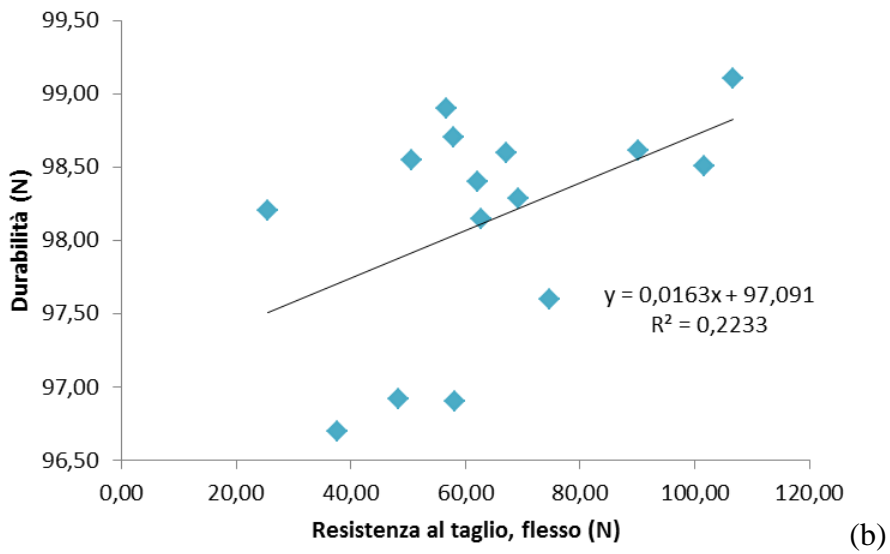
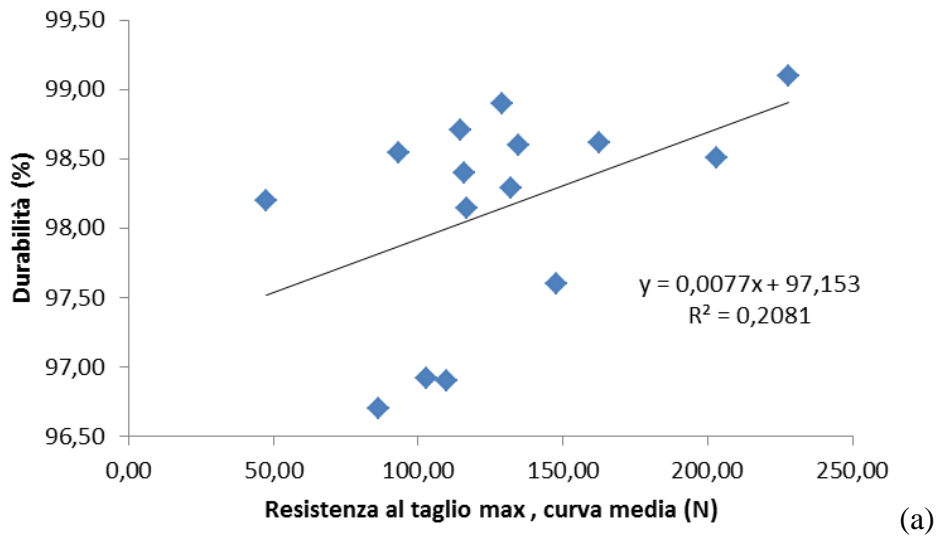
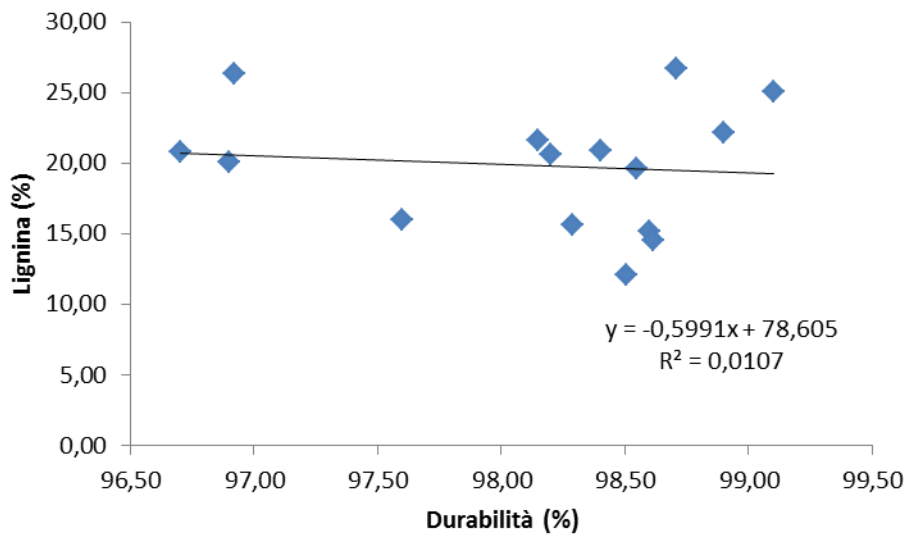
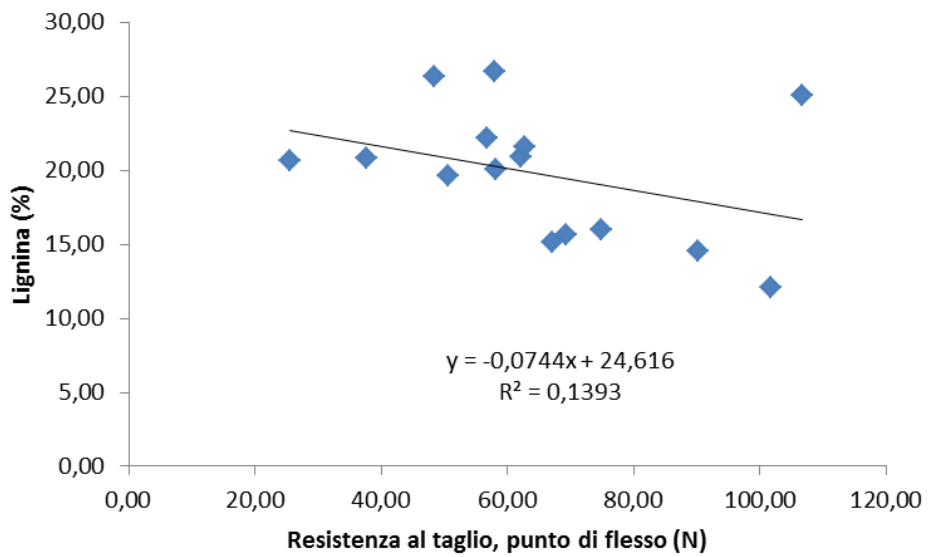


Figura 4.2.4 Correlazione tra durabilità e valore di resistenza al taglio nel primo punto di flesso (a), nel punto di massimo della curva media (b) e modulo di risposta elastica (c), dopo aver eliminato gli outlayer.

Nonostante l'evidente valore più alto, anche eliminando gli outlier, non si raggiungono valori di R^2 tali da giustificare una correlazione tra i parametri provenienti dalle curve e la durabilità. I grafici mostrano come R.flesso è il parametro di resistenza al taglio che meglio si correla con la durabilità ($R^2=0,22$), di conseguenza, si è scelto di usarlo come valore di riferimento per le successive correlazioni con gli altri parametri, insieme al modulo di risposta elastica. Il primo parametro su cui si è effettuato un confronto è la lignina. Questo polimero è responsabile del caratteristico strato vetroso che si forma sulla superficie esterna del pellet durante la fase di produzione e quindi, risulta importante per conferire al pellet le dovute caratteristiche meccaniche. Di seguito vengono ora mostrati i grafici relativi alla lignina messa in relazione con durabilità, resistenza al taglio e modulo di risposta elastica (Figura 4.2.5, Figura 4.2.6)



(a)



(b)

Figura 4.2.5 Durabilità (a) e resistenza al taglio nel punto di flesso (b) in correlazione con la lignina.

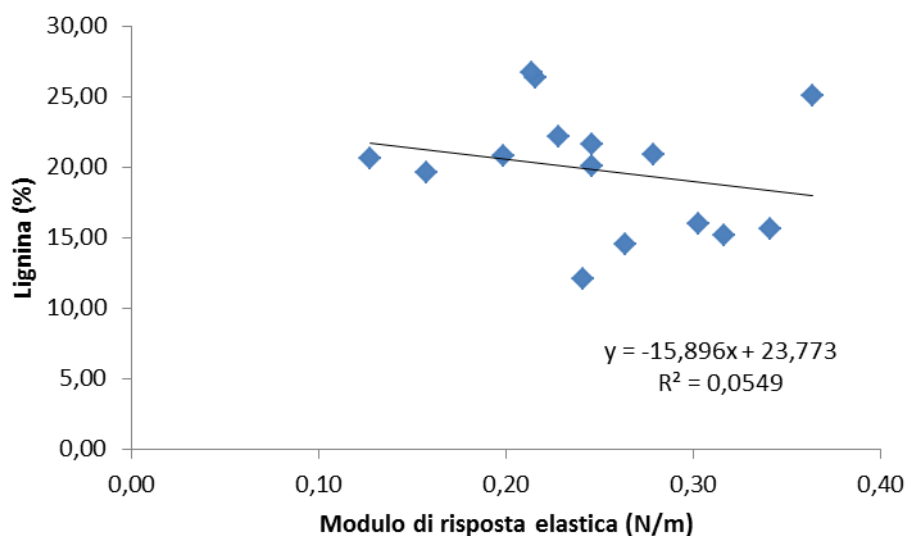


Figura 4.2.6 Durabilità in correlazione con la lignina.

Tra durabilità e lignina si può evidenziare in generale una correlazione tendenzialmente positiva, escluso per alcuni campioni caratterizzati da una bassa durabilità e un alto contenuto di lignina (Abete rosso, abete 1 e Miscela faggio e abete 2), che vanno a ridurre l'interpolazione dei punti e a trasformare la tendenza da positiva a negativa (Fig. 4.2.7).

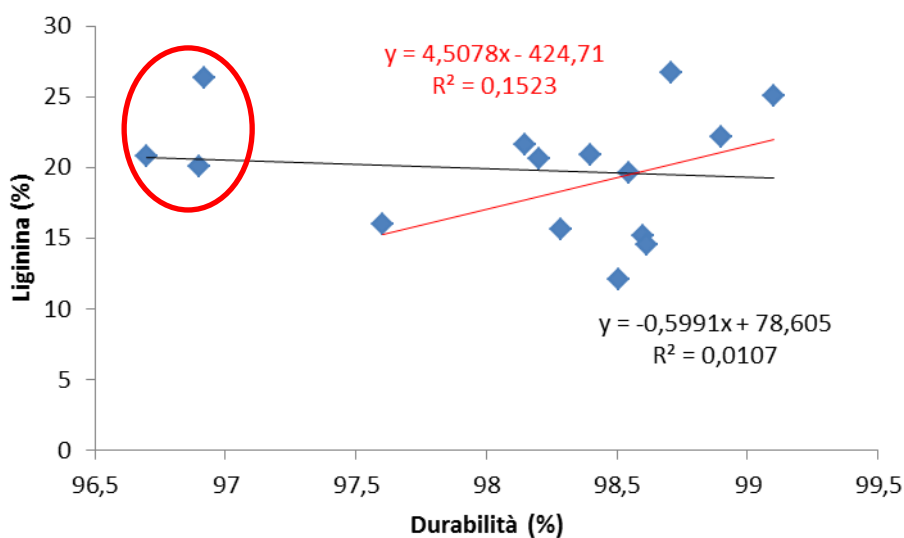


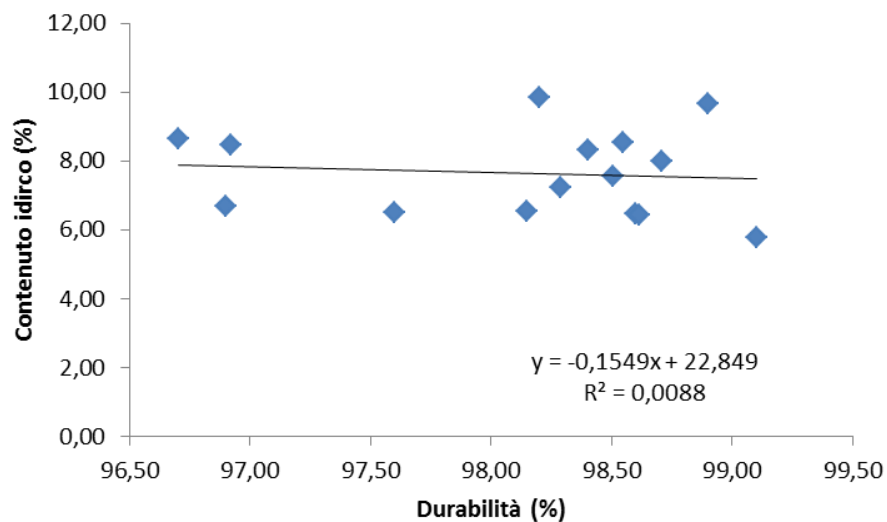
Figura 4.2.7 Correlazione tra durabilità e lignina con in evidenza i campioni di abete rosso, abete 1 e Miscela faggio e abete 2. La linea rossa indica la tendenza non considerando questi campioni.

Questo può essere provocato da una temperatura inadeguata durante la fase di pellettizzazione, tale da far sì che la lignina non vetrifichi a sufficienza [3]. Vi è una leggera correlazione tra lignina e

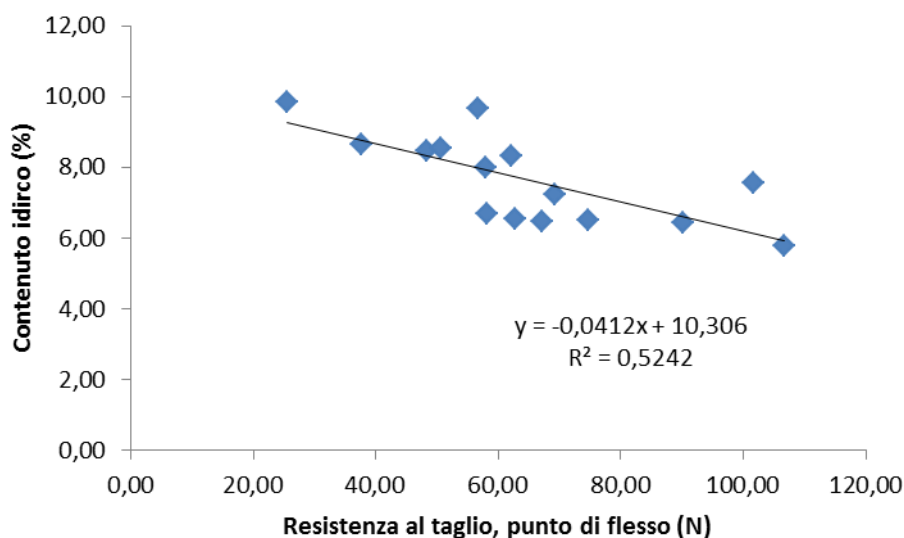
resistenza al taglio ma la nuvola di punti è troppo dispersa, come anche per il confronto con la pendenza della curva (modulo di risposta elastica) dove non vi è interpolazione.

Un altro parametro che va ad influire sulla qualità finale del pellet è l'umidità della biomassa prima della pellettizzazione [8]. I parametri utilizzati durante la pellettizzazioni non sono noti in quanto i pellet analizzati non sono stati fabbricati in laboratorio e non è stato possibile ottenere informazioni relative alla loro produzione. La misura dell'umidità si riferisce al contenuto idrico dei pellet misurato al momento del test di resistenza al taglio.

I grafici seguenti mostrano il contenuto idrico in relazione alla durabilità, alla resistenza al taglio nel punto di flesso e al modulo di risposta elastica (Figura 4.2.8 e 4.2.9).



(a)



(b)

Figura 4.2.8 Durabilità (a) e resistenza al taglio nel punto di flesso (b) in relazione con il contenuto idrico.

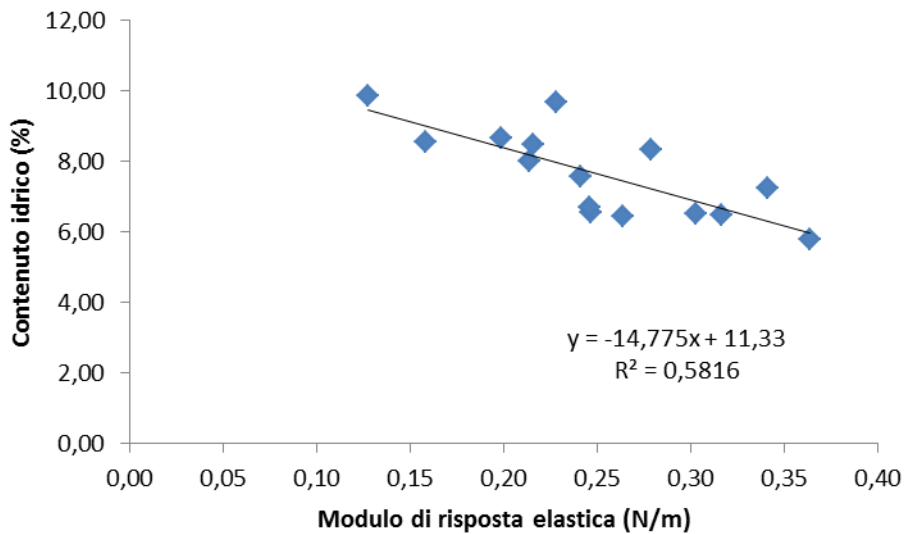
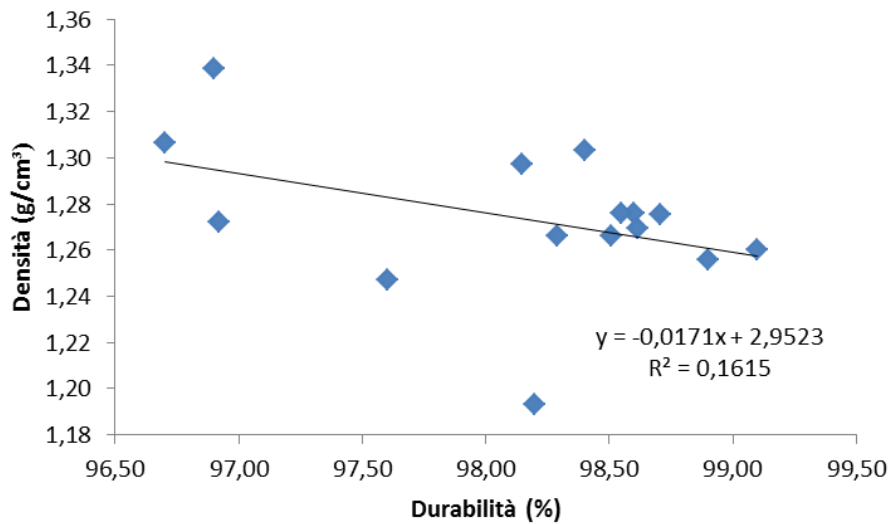


Figura 4.2.9 Modulo di risposta elastica in relazione con il contenuto idrico.

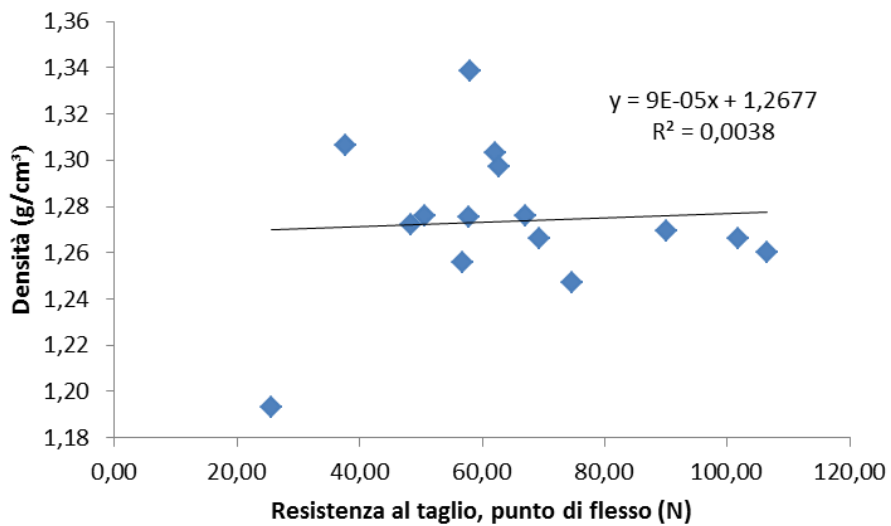
I pellet analizzati in questo studio hanno un valore di contenuto idrico che varia tra il 6 e il 10%. Il valore di durabilità non è collegato a quello del contenuto idrico del pellet ($R^2 = 0,0088$) (Figura 3.2.6 a). Il contenuto idrico del pellet è invece correlato negativamente con la resistenza al taglio nel punto di flesso e ($R^2 = 0,5242$) (Figura 3.2.6 b) e il modulo di risposta elastica ($R^2 = 0,5816$) (Figura 3.2.6 c).

Questo significa che un pellet con un maggiore livello di umidità risulta meno resistente alla rottura. Questo dato è molto interessante poiché il contenuto idrico influenza la resistenza al taglio e il modulo di risposta elastica ma non la durabilità. Questo potrebbe dimostrare come tra i parametri della curva di resistenza al taglio e durabilità potrebbe esserci una correlazione, ma che risulta molto dispersa a causa di altri fattori.

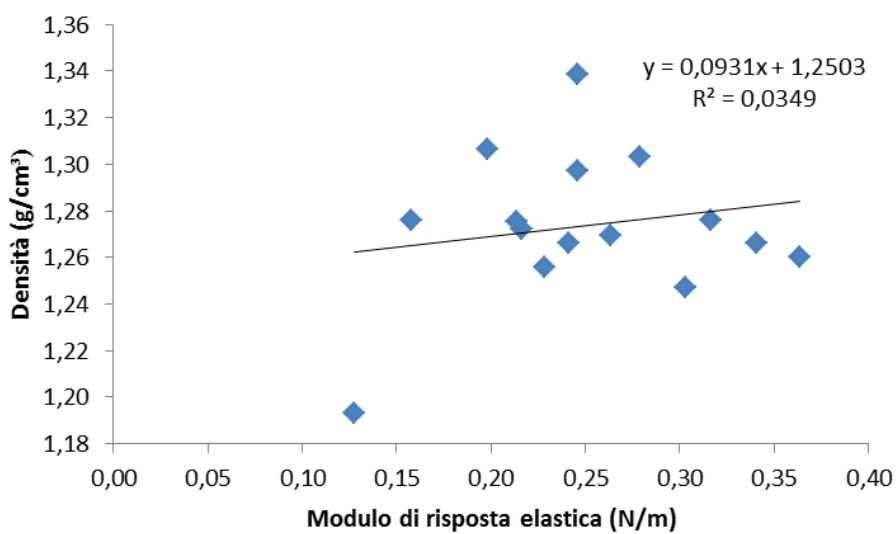
Il terzo parametro considerato è la densità dei pellet. La densità è un indicatore di compattezza [16] e quindi è stato ritenuto interessante analizzare come si comportasse in rapporto ai parametri oggetto di indagine.



(a)



(b)

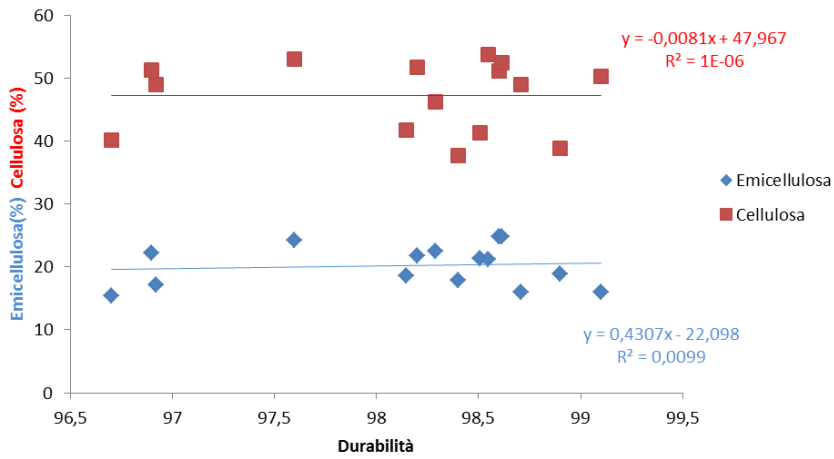


(c)

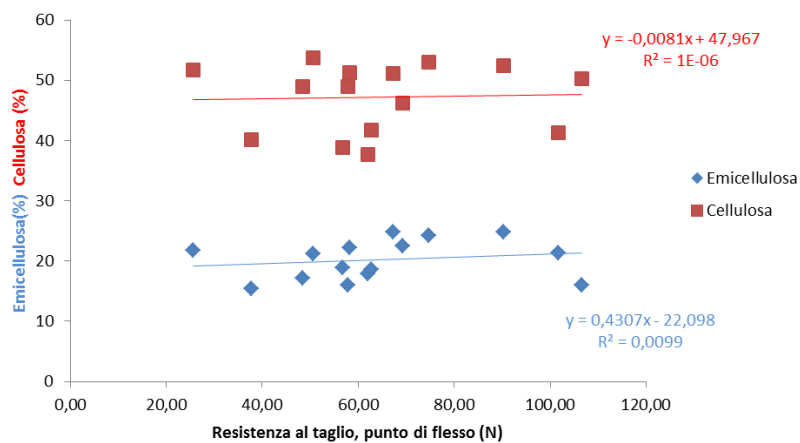
Figura 4.2.10 Durabilità (a), resistenza al taglio nel punto di flesso (b) e modulo di risposta al taglio (c) in relazione con la densità.

Osservando le linee di tendenza riportate in Figura 4.2.10, non si può affermare che esista una correlazione tra i parametri presi in esame.

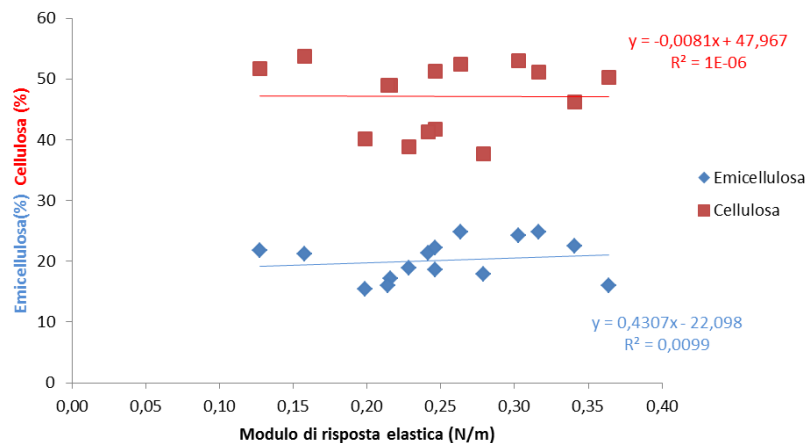
Di seguito, vengono riportati i grafici dei parametri presi in esame confrontati con emicellulosa e cellulosa (Figura 4.2.11)



(a)



(b)



(c)

Figura 4.2.11 Durabilità (a), resistenza al taglio nel punto di flesso (b) e modulo di risposta elastica (c) in relazione con emicellulosa e cellulosa.

Osservando i grafici non si riscontra nessuna tendenza significativa da far supporre che esista una correlazione tra i parametri (durabilità, resistenza al taglio nel punto di flesso e modulo di risposta elastica) presi in esame in questo elaborato e le due restanti variabili, ovvero emicellulosa e cellulosa.

4.3 Principal Component Analysis (PCA)

Al fine di determinare con una maggiore accuratezza la relazione che intercorre tra la durabilità dei pellet e la loro resistenza al taglio, è stata eseguita un'analisi delle componenti principali.

Dall'analisi della matrice di correlazione si evince che la resistenza al taglio nel punto di flesso e il modulo di risposta elastica dei pellet sono i due parametri che più si correlano tra quelli presi in esame, essendo simili per più del 70% (Tabella 4.3.1) poiché entrambi descrivono la resistenza al taglio.

La durabilità è simile alla resistenza al taglio nel punto di flesso per quasi il 50% e per il 25% al modulo di risposta elastica. Il contenuto idrico dimostra una correlazione negativa di più del 70% con entrambi i valori estratti dalle curve.

Tabella 4.3.1 Matrice di correlazione

	R (punto di flesso)	Mod. risp. Elastica	Durabilità	MC	Densità	HC	C	L
R (punto di flesso)	1,00	0,72	0,47	-0,72	0,06	0,18	0,04	-0,37
Mod. risp. Elastica	0,72	1,00	0,25	-0,76	0,19	0,16	-0,01	-0,23
Durabilità	0,47	0,25	1,00	-0,09	-0,40	0,10	0,00	-0,10
MC	-0,72	-0,76	-0,09	1,00	-0,33	-0,31	-0,34	0,29
Densità	0,06	0,19	-0,40	-0,33	1,00	-0,22	-0,29	0,07
HC	0,18	0,16	0,10	-0,31	-0,22	1,00	0,50	-0,80
C	0,04	-0,01	0,00	-0,34	-0,29	0,50	1,00	-0,07
L	-0,37	-0,23	-0,10	0,29	0,07	-0,80	-0,07	1,00

La tabella 4.3.2 riporta il valore di varianza per ogni componente principale e il valore di varianza cumulata aumentando il numero di componenti principali. Sono state estratte quattro componenti principali (PC) in quanto con le informazioni in esse contenute si può spiegare il 90,37% di varianza, cioè di tutta l'informazione contenuta nel pool di dati.

Tabella 4.3.2 Varianza (%) contenute nelle nuove componenti principali.

PC	Varianza (%)	Varianza cumulata (%)
1	38.03%	38.03%
2	22.73%	60.76%
3	17.08%	77.84%
4	12.53%	90.37%
5	4.73%	95.11%
6	3.22%	98.33%
7	1.04%	99.36%
8	0.64%	100.00%

La fase successiva è stata quella di vedere quali PC fossero maggiormente influenzate dalla durabilità e dalla resistenza al taglio. Se si osserva la tabella degli Autovettori estratti si può vedere quali parametri costituiscono le componenti principali e i rispettivi coefficienti di correlazione (Tab. 4.3.3).

Tabella 4.3.3 Tabella degli Autovettori

	Coefficienti PC1	Coefficienti PC2	Coefficienti PC3	Coefficienti PC4
R (punto di flesso)	0,48	0,21	0,25	-0,02
Mod. risp. Elastica	0,45	0,33	0,09	0,06
Durabilità	0,22	-0,11	0,71	-0,04
MC	-0,48	-0,24	0,18	-0,29
Densità	0,01	0,54	-0,47	-0,12
HC	0,35	-0,49	-0,29	-0,18
C	0,18	-0,40	-0,21	0,72
L	-0,36	0,30	0,22	0,59

La PC1 e la PC3 sono le componenti principali che contengono una maggiore quantità d'informazioni provenienti dalla resistenza al taglio e dalla durabilità. Il coefficiente del modulo di risposta elastica risulta piuttosto alto nella prima componente principale, ma è basso nella terza

componente principale. Nonostante ciò si è optato per prendere in considerazione comunque la prima e la terza componente principale, poiché la terza componente principale è quella caratterizzato dal più alto coefficiente di correlazione con la durabilità.

Andando ad osservare il Loading Plot si può notare come la resistenza al taglio, il modulo di risposta elastica e la durabilità si posizionino nello stesso quadrante, mentre le altre variabili si posizionano negli altri quadranti risultando quindi meno o per nulla correlate (Figura 4.3.1).

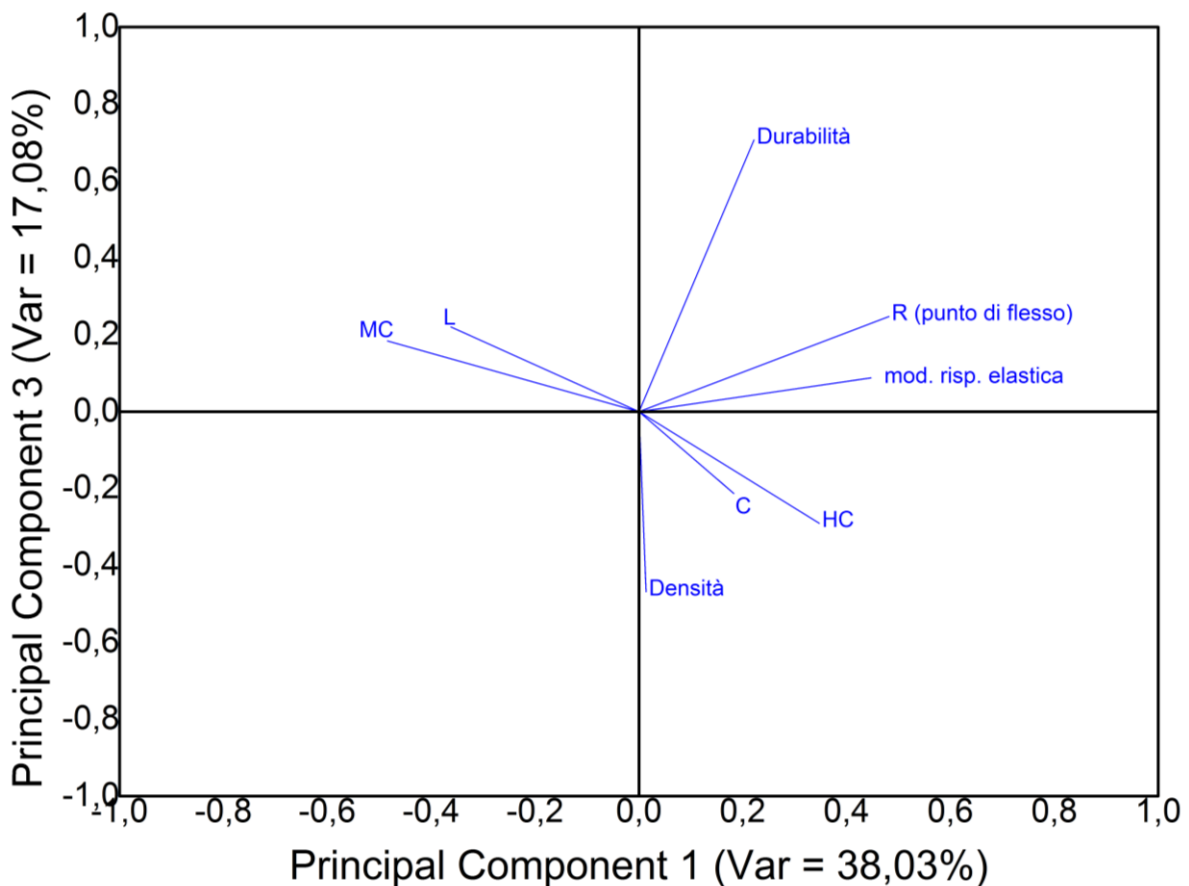


Figura 4.3.1 Loading Plot con in evidenza nelle ascisse il valore percentuale di varianza di ognuna delle due componenti principali.

Il grafico dimostra che la resistenza al taglio nel punto di flesso, il modulo di risposta elastica e la durabilità risultano avere una correlazione, tuttavia altre variabili come il contenuto idrico, che presenta una forte influenza negativa nella PC1 o la lignina, che invece contribuisce positivamente

all'informazione contenuta nella PC3 potrebbero creare del rumore andando a ridurre l' R^2 delle linee di tendenza mostrate in precedenza.

5. CONCLUSIONI

Dalle analisi e dall'elaborazione dei dati, si può affermare che esiste una correlazione tra durabilità e resistenza al taglio. Nonostante il confronto tra questi parametri sia caratterizzata da una forte dispersione statistica, attraverso un'analisi PCA si è riusciti a ridurre il rumore e estrarne l'informazione. Come mostra il Loading Plot, i parametri di resistenza al taglio e la durabilità si collocano nello stesso quadrante, il che sta a significare che sono correlati.

Si può quindi ipotizzare che la bassa correlazione tra la resistenza al taglio e la durabilità sia causata da altri parametri che potrebbero influenzare le caratteristiche fisico-meccaniche del pellet.

Di conseguenza la correlazione tra durabilità e resistenza al taglio esiste, ma le diverse condizioni di produzione del pellet, come la temperatura della trafilatura, l'origine e il contenuto idrico della materia prima con cui è stato prodotto il pellet creano rumore riducendo il valore del coefficiente di correlazione.

Tra i parametri osservati, quello che ha dimostrato una maggiore correlazione ($R^2 > 0,50$) con la resistenza al taglio è il contenuto idrico. Si può perciò affermare che all'aumentare del contenuto idrico la compattezza del pellet tende a diminuire e quindi anche la sua resistenza al taglio. Questo parametro però non ha dimostrato lo stesso livello di correlazione con la durabilità, poiché per essa, non è importante il contenuto idrico del pellet ma quello della materia prima.

Dei restanti parametri analizzati solo la lignina ha dimostrato una leggera "correlazione" positiva con la resistenza al taglio anche se il coefficiente di correlazione R^2 risulta troppo basso per giustificare l'esistenza di una correlazione. Ulteriori dati sono necessari per poter completare questo studio. Al fine di poter controllare tutti i parametri influenzanti la durabilità dei pellet, sarà necessario conoscere le condizioni di produzione, ovvero la temperatura della trafilatura, il contenuto idrico e l'origine della materia prima con cui viene prodotto il pellet.

6. BIBLIOGRAFIA

1. AIEL “Andamento dell’energia primaria 2003-2015”-Agriforenergy 3/2015.
2. AEBIOM (2015) European Bioenergy outlook 2015 - Statistical report. Brussels.
3. Stelte W, Sanadi AR, Shang L, Holm JK, Ahrenfeldt J, Henriksen UB (2012) Recent developments in biomass pelletization – a review. *BioResources* 7(3):4451-4490
4. Hu Q, Shao J, Yang H, Yao D, Wang X, Chen H (2015) Effects of binders on the properties of bio-char pellets. *Applied Energy* (in press) <http://dx.doi.org/10.1016/j.apenergy.2015.05.019>
5. Larsson SH, Rudolfsson M(2011) “Temperature control in energy grass pellet production – Effects on process stability and pellet quality”. *Applied Energy* 97 (2012) 24–29.
6. Lam PY, Lama PS, Sokhansanja S, Bia XT, Lima CJ, Melina S(2013) Effects of pelletization conditions on breaking strength and dimensional stability of Douglas fir pellet” *Fuel* 117 (2014) 1085-1092
7. Lam PS, Lam PY, Sokhananj S, Xiaotao T. Bi, C.j. Lim “Mechanical and compositional characteristics of steam treated Douglas fir (*Pseudotsuga menziesii* L.) during pelletization. *Biomass and bioenergy* 56 (2013) 116-126.
8. Lehtikangas P. (2000) “Quality properties of pelletised sawdust, logging residues and bark” *Biomass and Bioenergy* 20 (2001) 351–360
9. Maurizio Piazza, Roberto Tomasi, Roberto Modena “Strutture in legno: materiale, calcolo e progetto secondo le nuove normative europee” Hoepli, Milano, 2005
10. Obernberger I, Thek G(2003) “Physical characterisation and chemical composition of densified biomass fuels with regard to their combustion behaviour” *Biomass and Bioenergy* 27 (2004) 653–669
11. Normativa Europea UNI EN 14961-2:2011 “Biocombustibili solidi. Specifiche e classificazione del combustibile Parte 2: Pellet di legno per uso non industriale”

12. Normativa Europea UNI EN 14774-1:2009 “Biocombustibili solidi. Determinazione dell’umidità-Metodo di essiccazione in stufa. Parte 1: Umidità totale - Metodo di riferimento”.
13. Normativa Europea UNI EN 15150: 2011 “Metodo per la determinazione della densità delle singole particelle di biocombustibili densificati. Parte 1: Pellet”.
14. Normativa Europea UNI EN 15210-1: 2010: “Biocombustibili solidi - Determinazione della durabilità meccanica di pellet e di bricchette. Parte 1: Pellet”.
15. FAO. 2011. “Quality assurance for animal feed analysis laboratories. FAO Animal Production and Health”. Manual N°. 14. Roma.
16. Rabiera F, , Temmermana MI, Hmb TB, Hartmannb H, Jensenc PD, Rathbauerd J, Carrascoe J, Ndeze MF “Particle density determination of pellets and briquettes” Biomass and Bioenergy 30 (2006) 954–963.

8. RINGRAZIAMENTI

Ringrazio i miei genitori, che per la seconda volta mi hanno sostenuto nel raggiungimento di questo traguardo per me così importante, è superfluo dire che senza di loro conoscere Padova solo come provincia del Veneto.

Ringrazio tutti gli amici Marchigiani (non vi scrivo tutti perché siete troppi e sicuramente dimenticherei qualcuno), sempre pronti a far serata ad ogni mio ritorno. Tra questi ovviamente va un ringraziamento particolare ai membri del mio Dart Club... Poche gioie ma tanto casino!

Ringrazio la vecchia guardia dell'UNIVPM che mi ha aiutato ad ambientarmi in queste lande nebbiose e piovose, iniziandomi al culto dello Spritz.

Ringrazio i miei compagni di corso e tutta la gente conosciuta a Padova. Nonostante le autorità abbiano provato in tutti i modi a fermarci, le nostre belle serate ce le siamo fatte lo stesso!

Un ringraziamento va sicuramente a tutti i bar di Padova e provincia che mi hanno accolto e dissetato in questi due anni. Perciò grazie Gasoline, grazie Jarda, grazie Alexander, grazie baretto del Portello e grazie baretto del parchetto di Legnaro!

Infine ringrazio lei, la mia grande compagna di avventura, il mio metallico destriero. Grazie bici! Io non ho mai abbandonato te e tu non hai mai abbandonato me... be... Quasi mai!.