

Università degli Studi di Padova – Dipartimento di Ingegneria Industriale

Corso di Laurea in Ingegneria Chimica e dei Materiali

## ***Relazione per la prova finale***

# ***«Valorizzazione dei residui dell'uso del caffè»***

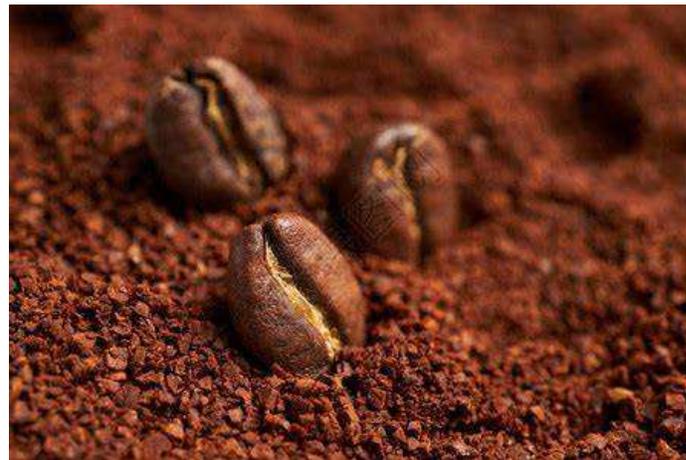
Tutor universitario: *Prof. Roberta Bertani*

Laureando: *Tozzo Emanuele, 2015767*

Padova, 22/11/2024

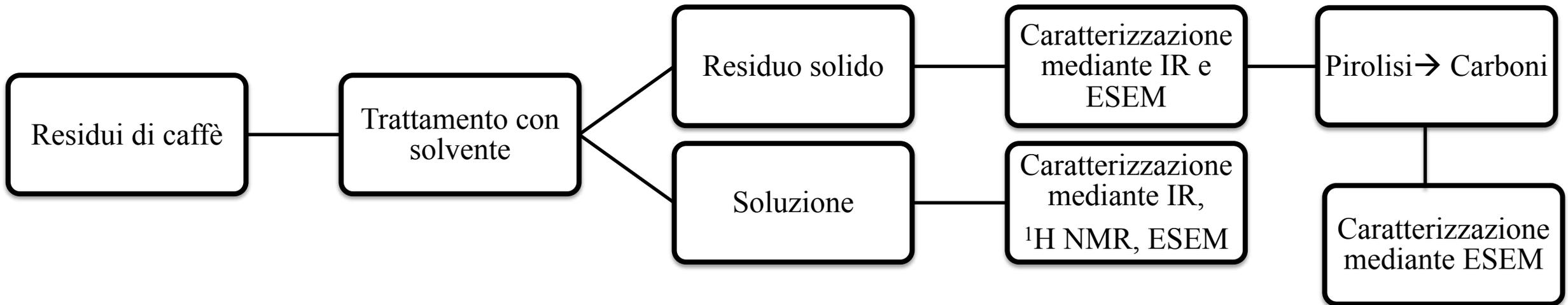
Negli ultimi anni, la crescente attenzione verso la sostenibilità ambientale ha spinto industrie e ricercatori a sviluppare nuove soluzioni per la gestione dei rifiuti. Il caffè produce grandi quantità di residui, che attualmente vengono spesso smaltiti o inceneriti, tuttavia contengono composti organici e nutrienti che li rendono adatti a numerose applicazioni, quali: creare biocompositi, migliorare i terreni agricoli, produrre biocarburanti e preparare carboni attivi per la purificazione dell'acqua.

L'utilizzo dei fondi di caffè come fonte per la produzione di carboni attivi non solo riduce i rifiuti, ma permette di ottenere un prodotto con proprietà simili a quelli tradizionali, contribuendo così a un'economia più circolare.

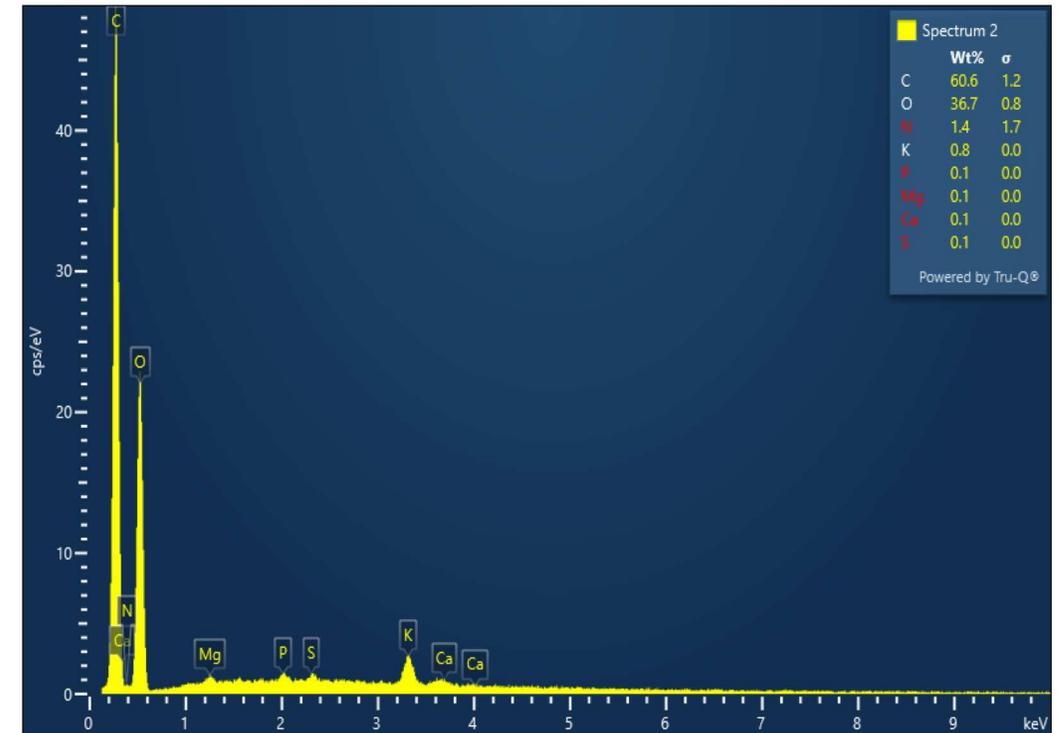
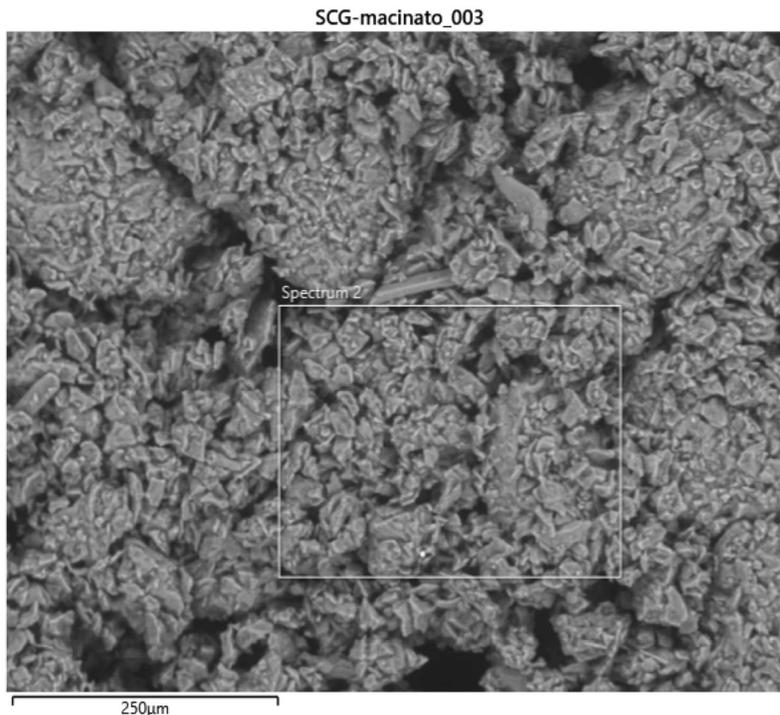


Dal caffè → alla torrefazione → al carbone attivo

- I fondi di caffè usati come materiale di partenza sono stati essiccati in una stufa per eliminare l'umidità raccolta ed evitare la formazione di muffe. Sono poi stati macinati per rendere più omogeneo il materiale.
- In seguito si è poi proceduto con l'estrazione dei composti organici utilizzando distinti solventi, sia basici che acidi
- La soluzione ottenuta è stata filtrata e si sono recuperati un residuo solido e un estratto che sono stati caratterizzati attraverso diverse tecniche spettroscopiche
- Infine i residui ottenuti sono stati pirolizzati a 700°C ottenendo carboni attivi e successivamente caratterizzati

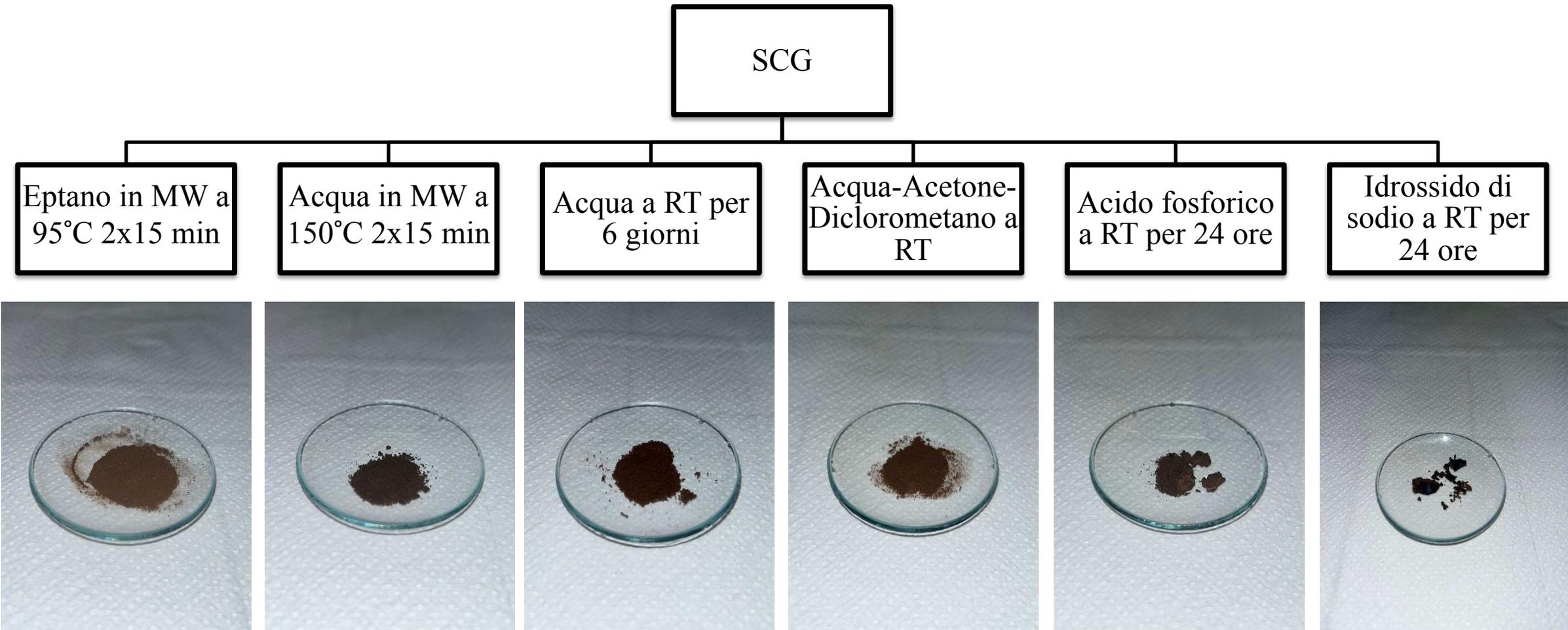


- I fondi di caffè sono stati trattati con diversi tipi di solventi e in diverse condizioni per produrre un composto adatto ad essere pirolizzato
- Questo processo è funzionale per estrarre composti chimici di interesse e migliorare le caratteristiche fisico-chimiche del materiale finale, come porosità e superficie specifica



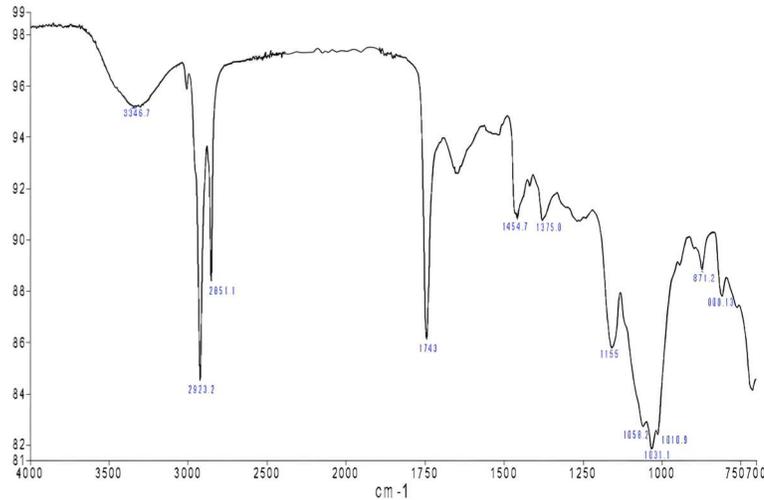
- Le immagini ESEM (200x) mostrano che il campione di partenza è composto da scaglie di varie dimensioni, mentre l'analisi RFX rivelano la presenza di K accanto a C, O e N, oltre a tracce di Mg, Ca, P e S.

- La produzione di carboni attivi dai fondi di caffè prevede un'attivazione (chimica o fisica) per sviluppare la porosità necessaria e successivamente una carbonizzazione tramite pirolisi in un ambiente privo di ossigeno per evitare la combustione

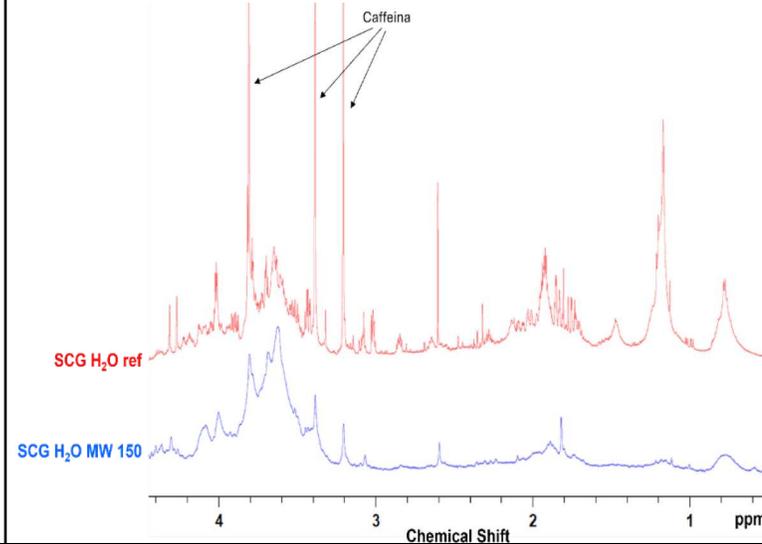


- Dalle estrazioni si ottengono un residuo solido e una soluzione che sono stati caratterizzati per identificare e descrivere la composizione chimica, la struttura e la morfologia attraverso:

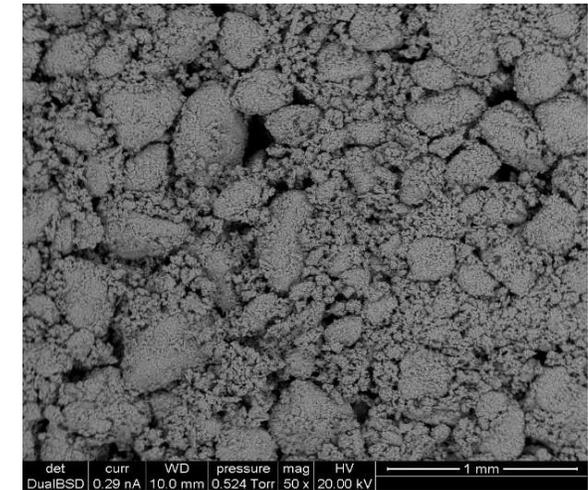
Spettroscopia infrarossa FT IR  
del materiale di partenza



Risonanza magnetica nucleare  
<sup>1</sup>H NMR dell'estratto in H<sub>2</sub>O in MW

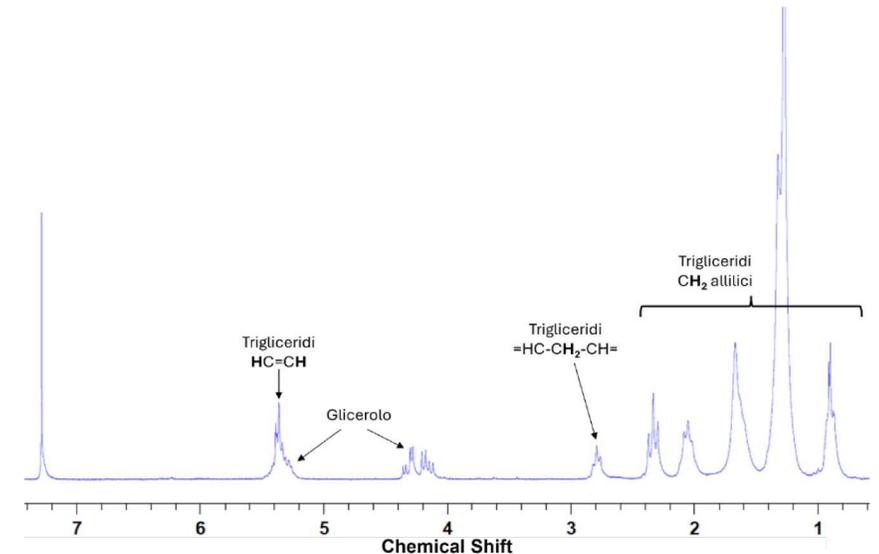
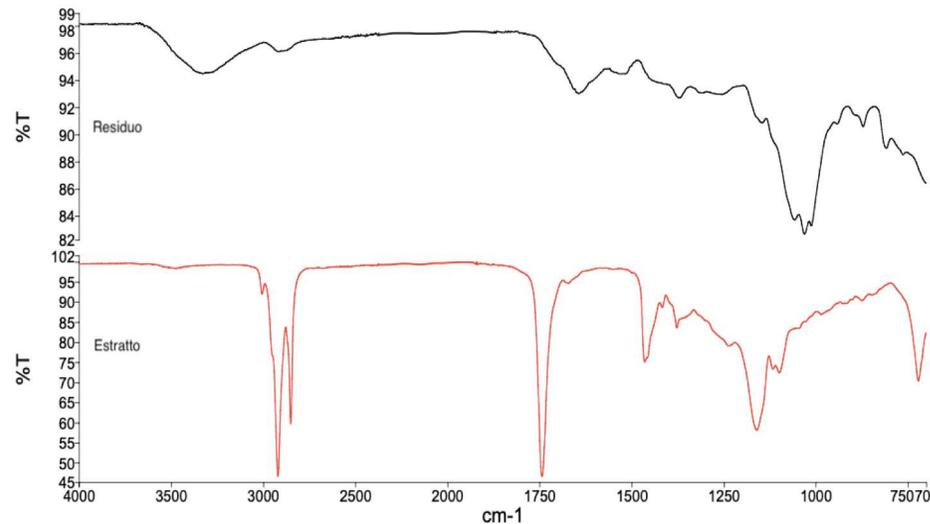
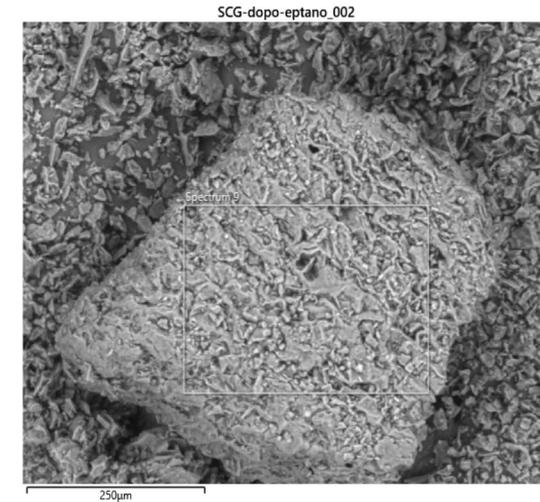


Microscopia elettronica a scansione  
ambientale ESEM del materiale di  
partenza (50x)



- L'estrazione in eptano è stata eseguita in due cicli in un reattore a microonde agitando il campione a 95°C per 15 minuti
- Confrontando gli spettri IR del residuo e dell'estratto si può notare come nel filtrato vi siano i segnali dei composti esterei estratti dai residui di caffè che mancano nel residuo.
- Lo spettro  $^1\text{H-NMR}$  dell'estratto conferma la presenza di acidi grassi saturi e insaturi

- Dalle immagini ESEM (200x) si nota che dopo l'estrazione con n-eptano il campione mostra una struttura simile al materiale di partenza, ma con una porosità più elevata.



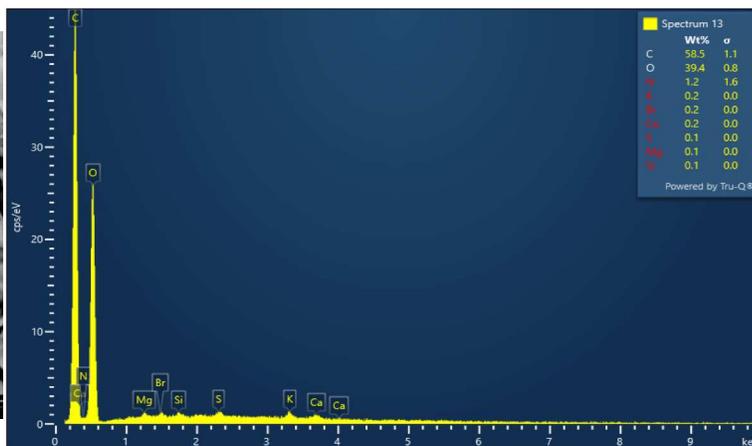
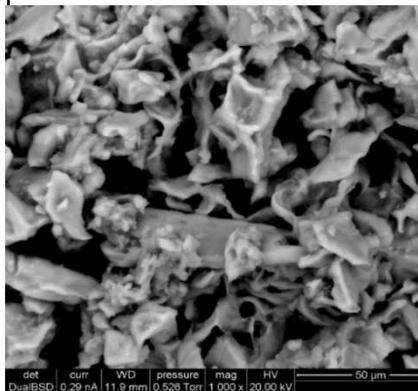
## Trattamento a RT

25°C per 6 giorni

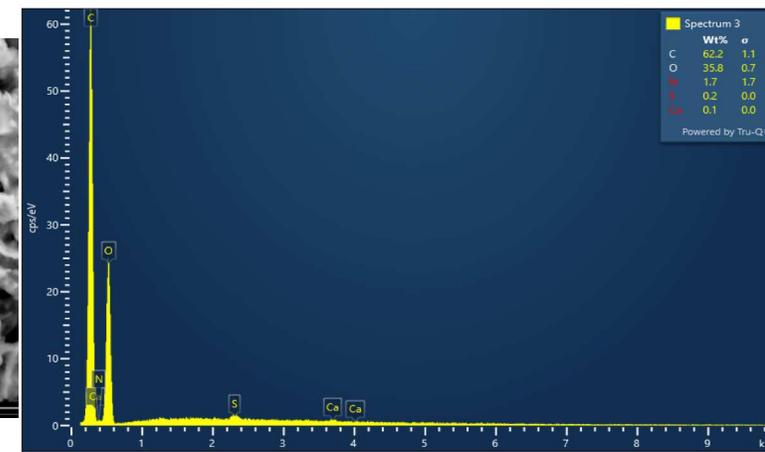
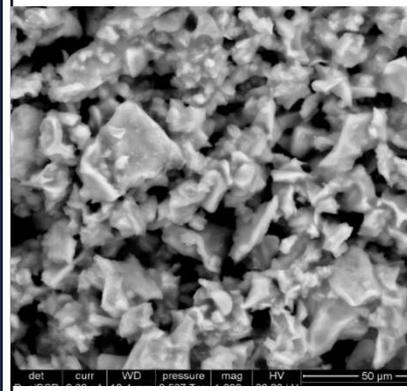
## Trattamento in MW

150°C 2x15 minuti

1000x

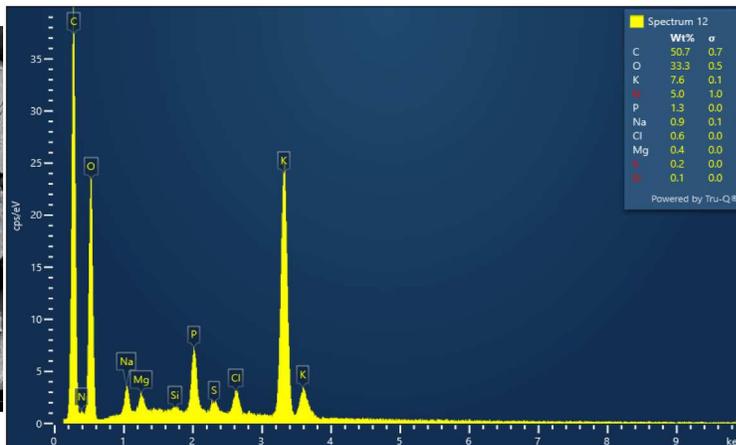
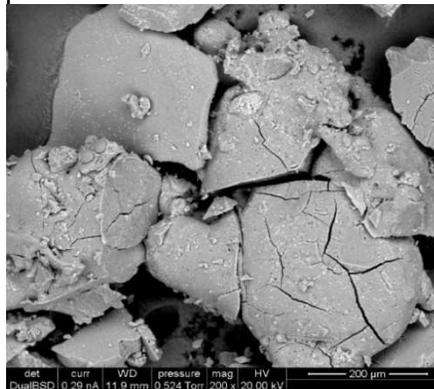


1000x

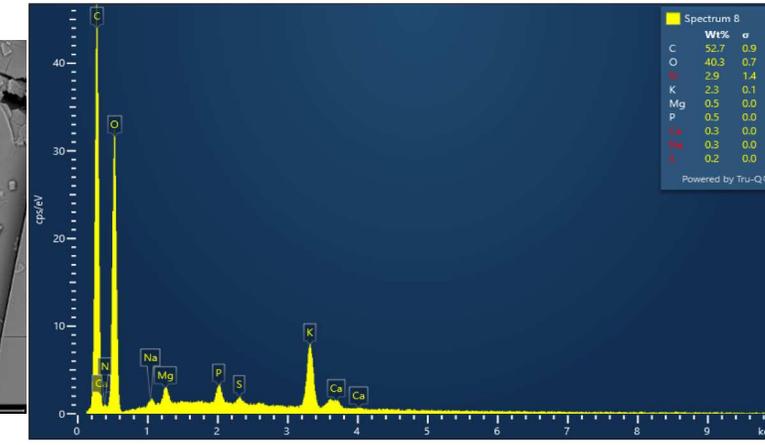
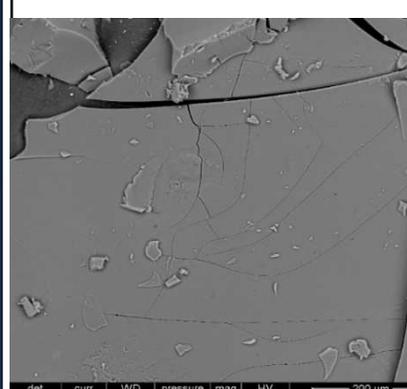


Residuo  
solido

200x

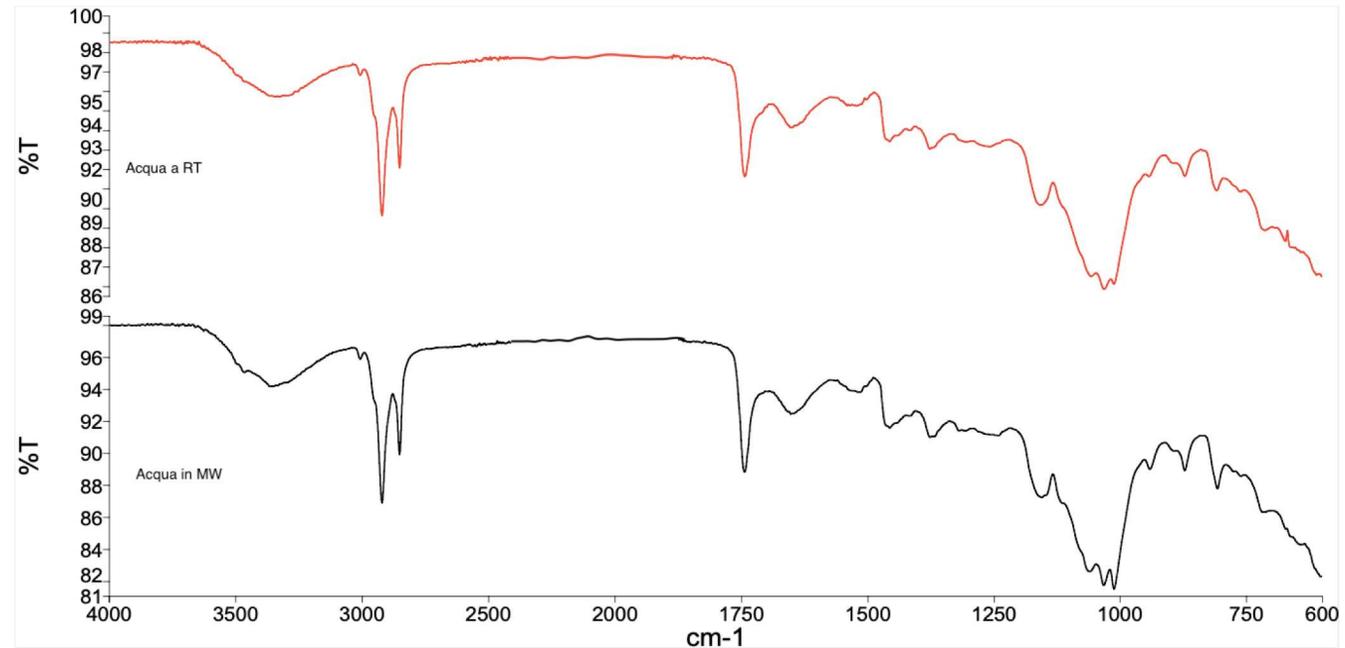


200x

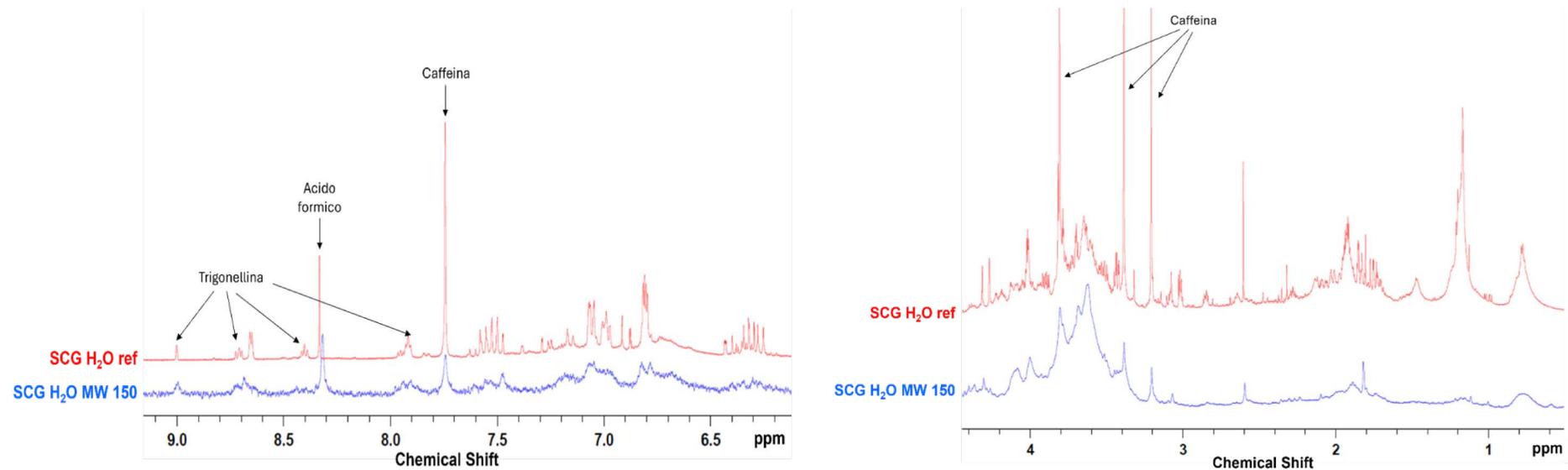


Estratto  
essiccato

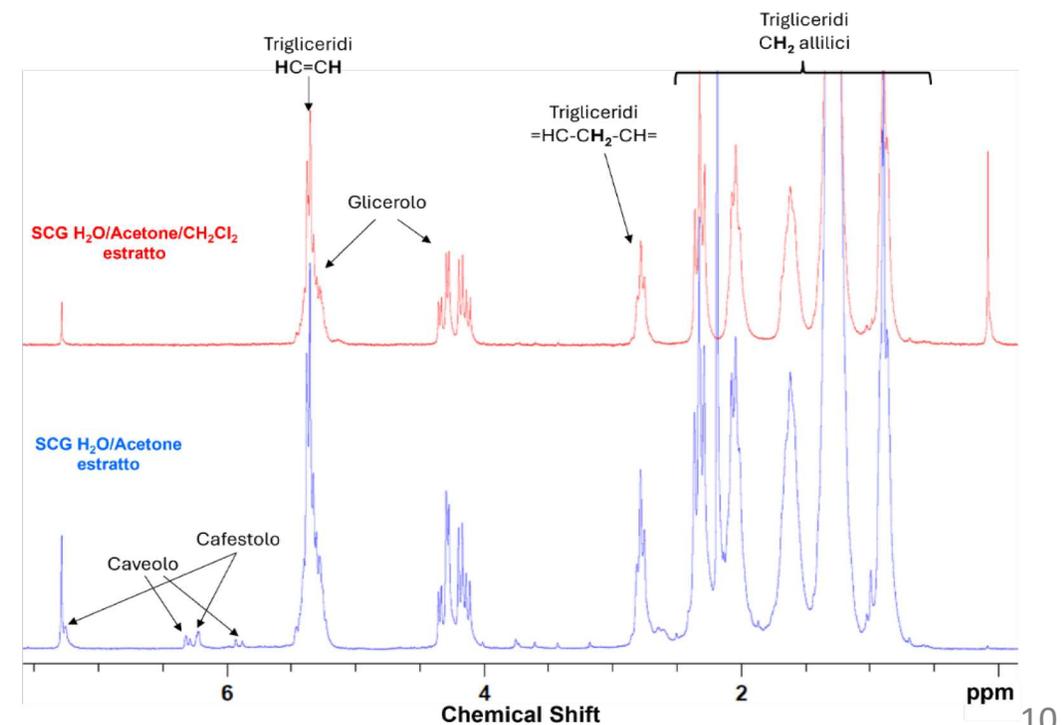
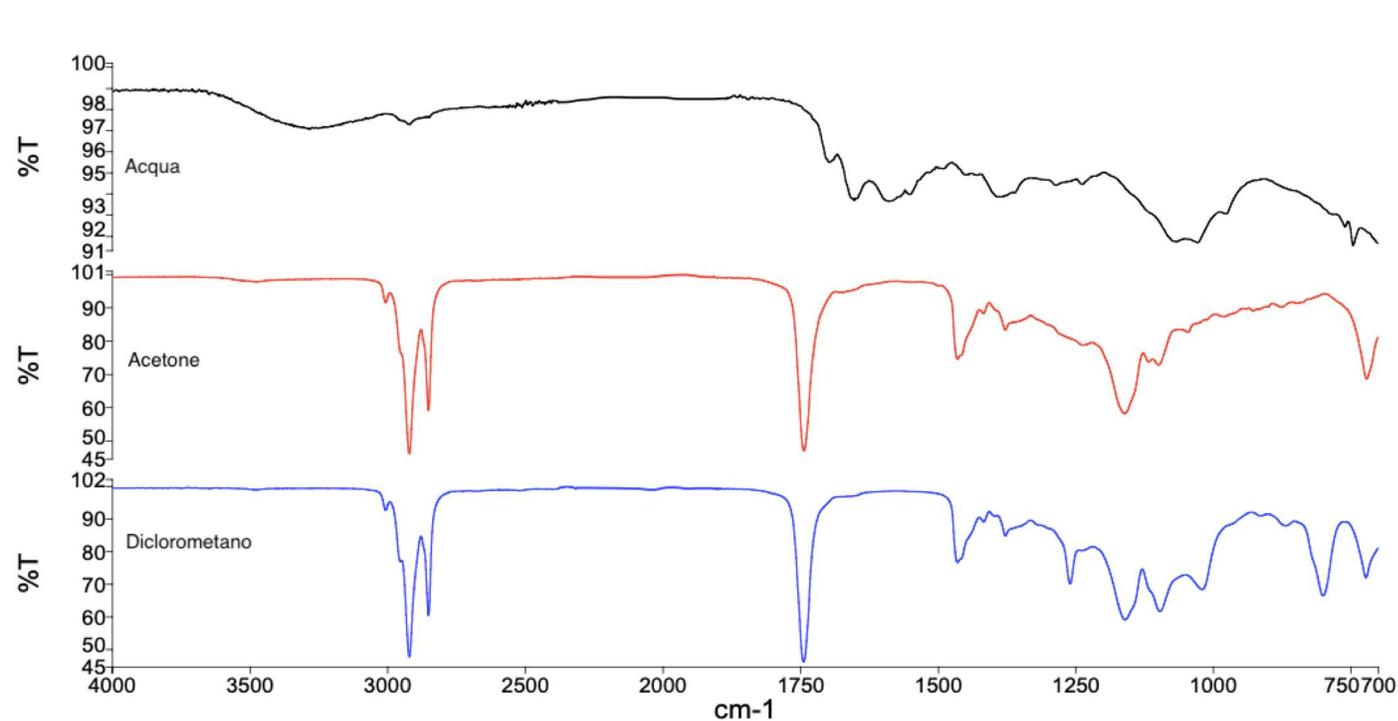
- Gli spettri IR dei residui delle due estrazioni risultano molto simili. Sono caratterizzati dalla presenza dei segnali dei gruppi CH a circa  $2900\text{ cm}^{-1}$ , il segnale dei legami C-O a circa  $1000\text{ cm}^{-1}$  e da una banda allargata dovuta alla presenza dell'acqua



- Nello spettro protonico  $^1\text{H-NMR}$  si possono riconoscere i segnali della caffeina e di altri composti organici di interesse industriale come la Trigonellina

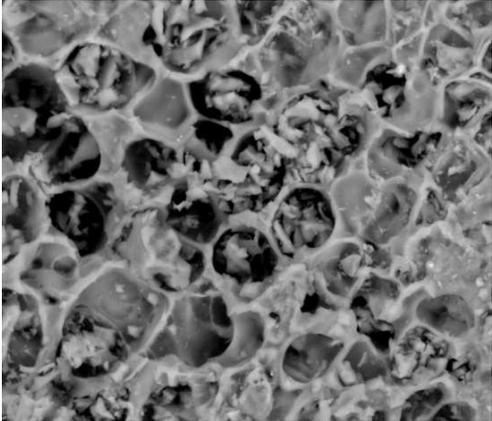
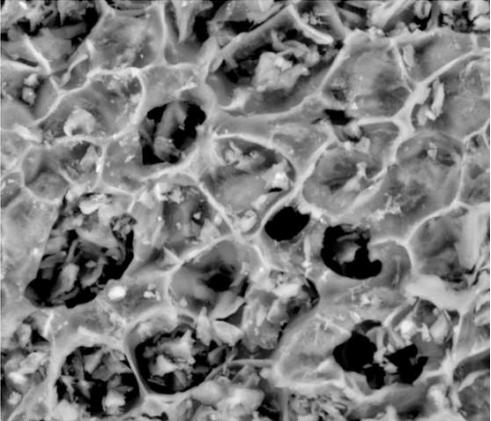
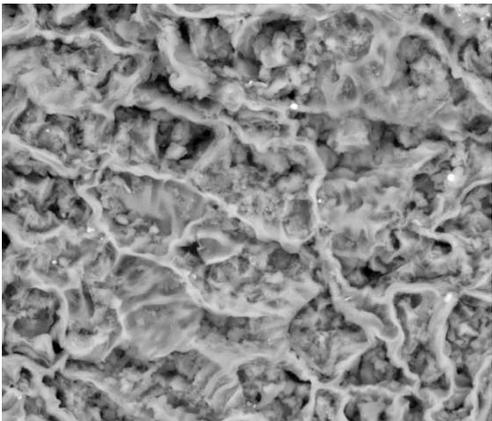
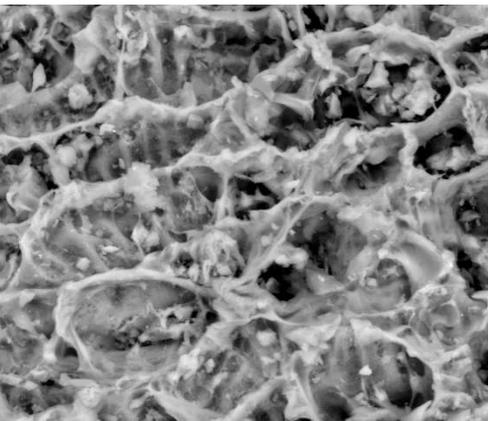
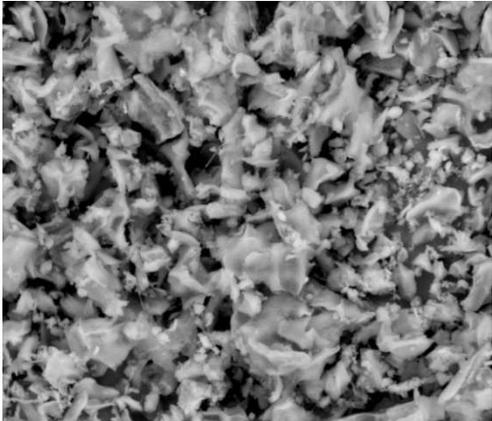
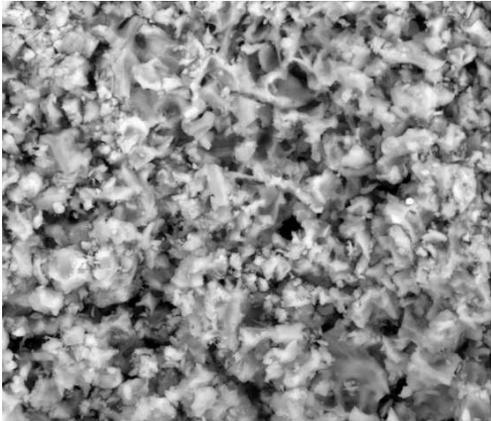
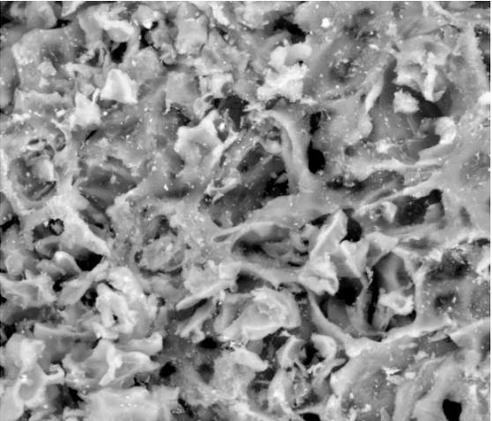


- Si è deciso di trattare i residui di caffè con una serie di solventi: prima acqua, seguita da Acetone ( $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ ) e successivamente Diclorometano ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ) per estrarre dal materiale di partenza rispettivamente i sali minerali e poi i composti organici.
- Negli spettri IR degli estratti si nota come nel primo (quello dell'acqua) non sono presenti i picchi a  $2900\text{ cm}^{-1}$  caratteristici di sostanze organiche e il segnale carbonilico a circa  $1750\text{ cm}^{-1}$ .
- La spettroscopia protonica  $^1\text{H}$  NMR ci permette di identificare meglio le sostanze estratte e osservare che in acetone vengono recuperati il caveolo e il cafestolo, mentre il  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  estrae in maniera efficace i trigliceridi saturi e insaturi



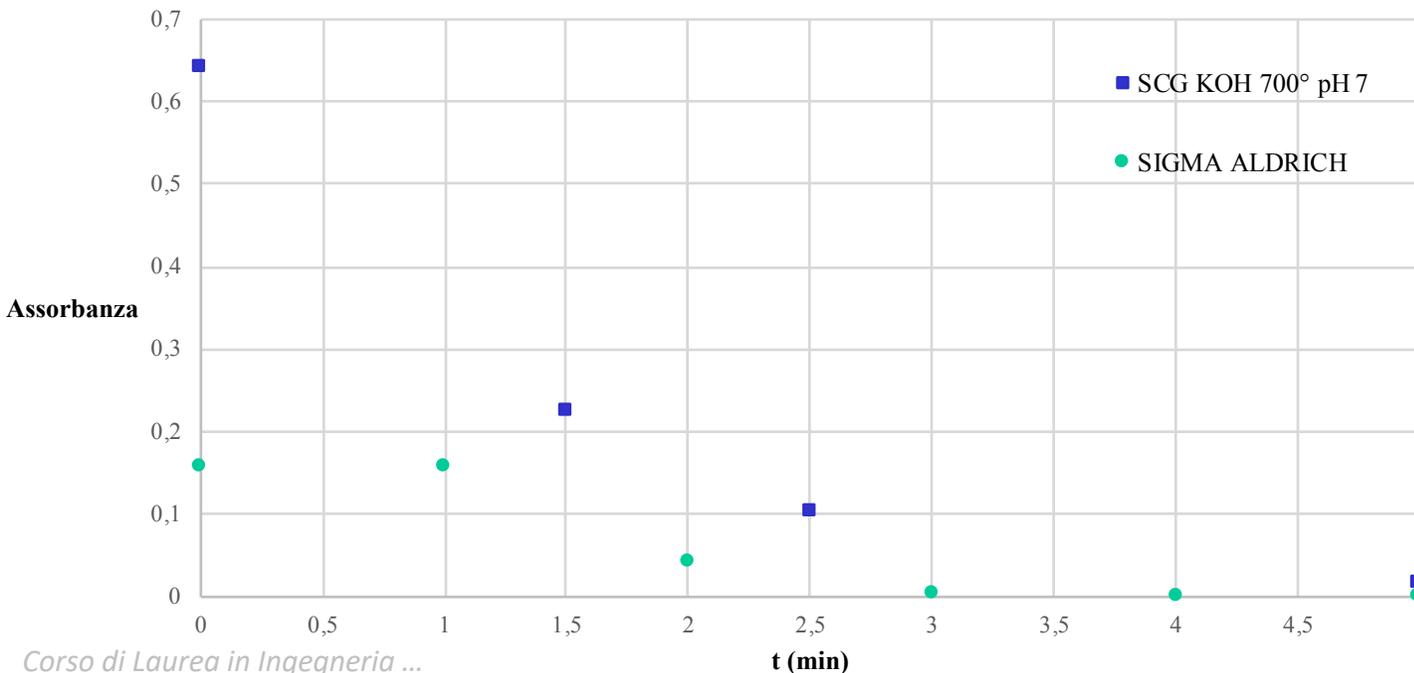
Ingrandimento 1000x

www.dii.unipd.it

 <p>det curr WD pressure mag HV DualBSD 0.29 nA 11.2 mm 0.526 Torr 1.000 x 20.00 kV</p>	 <p>det curr WD pressure mag HV DualBSD 0.29 nA 10.2 mm 0.524 Torr 1.000 x 20.00 kV</p>	 <p>det curr WD pressure mag HV DualBSD 0.29 nA 12.2 mm 0.676 Torr 1.000 x 20.00 kV</p>	 <p>det curr WD pressure mag HV DualBSD 0.29 nA 10.6 mm 0.524 Torr 1.000 x 20.00 kV</p>
<p>SCG</p>	<p>SCG in Eptano in MW</p>	<p>SCG in Acqua in MW</p>	<p>SCG in Acqua a RT</p>
 <p>det curr WD pressure mag HV DualBSD 0.29 nA 11.7 mm 0.524 Torr 1.000 x 20.00 kV</p>	 <p>det curr WD pressure mag HV DualBSD 0.29 nA 9.3 mm 0.527 Torr 1.000 x 20.00 kV</p>	 <p>det curr WD pressure mag HV DualBSD 0.29 nA 10.4 mm 0.527 Torr 1.000 x 20.00 kV</p>	
<p>SCG in Acqua-Acetone-Diclorometano</p>	<p>SCG in Acido Fosforico</p>	<p>SCG in Idrossido di Sodio</p>	

- Per avere una stima sulla capacità di adsorbimento di uno dei carboni prodotti si è deciso di metterlo a confronto con un carbone commerciale prodotto dalla SIGMA ALDRICH e misurare l'adsorbimento nel tempo utilizzando uno spettrofotometro UV-VIS
- Come colorante organico cationico si è usata una soluzione di blu di metilene concentrata 0,0099 g/L
- Per le prova con il carbone commerciale si sono preparate alcune provette contenenti 2 mg di campione in cui sono stati aggiunti 5 mL di soluzione e si è misurata l'assorbanza a diversi tempo
- Per la prova con il campione prodotto in laboratorio si sono usati 10 mg per provetta aggiungendo sempre 5 mL di soluzione e misurando l'assorbanza

Prova di assorbimento



Campione	Trattamento	Prodotto	Caratteristiche	Carbone
1, SCG			Scaglie di varie dimensioni e presenza di K insieme a C, O e N	Aspetto spugnoso
2	Eptano in MW a 95°C 2x15 min	Residuo 1	Materiale a scaglie, poroso	Aspetto spugnoso con macropori più grandi del precedente
		Soluzione 1	Presenza di acidi grassi saturi e insaturi	
3	H <sub>2</sub> O in MW a 150°C 2x15 min	Residuo 2	Materiale a scaglie, poroso	Aspetto spugnoso ma più compatto
		Soluzione 2	Pochi composti organici, sali di K	
4	H <sub>2</sub> O a RT per 6 giorni	Residuo 3	Materiale a scaglie, molto poroso	Aspetto spugnoso con macropori molto grandi
		Soluzione 3	Pochi composti organici, sali di K	

	Acetone a RT per 24 h	Residuo 4	Materiale a scaglie, poroso	
		Soluzione 4	Presenza di trigonellina, caveolo e cafestolo	
5	Diclorometano a RT per 24 h	Residuo 5	Materiale a scaglie, poroso	Materiale a scaglie con forme meso e microporosità
		Soluzione 5	Presenza di acidi grassi saturi e insaturi	
6	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> a RT per 24 h	Residuo 6	Materiale a scaglie, molto poroso	Materiale a scaglie, forse microposità
7	NaOH a RT per 24 h	Residuo 7	Materiale a scaglie, molto poroso, aspetto spugnoso	Materiale sia a scaglia che con macropori