



UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI SALERNO

Dipartimento di Ingegneria Industriale

Corso di Laurea in Ingegneria Chimica

Processo di estrazione di fosfatidilcolina da lecitina di soia: analisi e modellazione

Tesi in
Reattori Chimici

Relatori:

Prof. Ing. Diego Caccavo

Prof. Ing. Gaetano Lamberti

Dott.ssa Serena De Stefano

Candidato:

Fabio Bonavita

matricola 0612201619

Anno Accademico 2023/2024

*Alla mia famiglia, terreno di coltura di
chi sono diventato*

Questo testo è stato stampato in proprio, in Times New Roman.

La data prevista per la discussione della tesi è il 15 luglio 2024.

Fisciano, 3 luglio 2024

Sommario

Sommario	I
Indice delle figure	III
Indice delle tabelle	V
Abstract	VII
1 Introduzione	1
1.1 Generalità: lecitina di soia	1
1.2 Proprietà e solubilità dei componenti della lecitina di soia	4
1.2.1 Caratteristiche della fosfatidilcolina (PC)	4
1.3 Estrazione solido-liquido: leaching	6
1.3.1 Fenomenologia dell'estrazione solido-liquido	6
1.4 Scelta del solvente estraente	8
2 Materiali e metodi	11
2.1 Materiali	11
2.2 Apparecchiature	13
2.3 Procedura di estrazione	14
2.3.1 Estrazione e separazione delle fasi	14
2.3.2 Operazioni di misura	16
3 Modellazione	19
3.1 Impostazione dei calcoli	19
3.1.1 Nomenclatura	19
3.1.2 Parametri calcolabili dalle misure sui campioni	20
3.1.3 Bilanci di materia per stadio singolo	22

3.1.4	Bilanci di materia per multistadio in cross-current	23
3.1.5	Bilanci di materia per multistadio in contro-corrente	24
3.2	Diagrammi di equilibrio	26
3.2.1	Costruzione grafica	27
3.3	Risoluzione numerica	31
3.3.1	Fitting di curve matematiche	31
3.3.2	Risoluzione numerica di processi multistadio cross-current	31
3.3.3	Risoluzione numerica di processi multistadio counter-current	33
4	Risultati e discussione	37
4.1	Determinazione sperimentale della quantità massima di solubili estraibili	37
4.2	Determinazione sperimentale del modello di equilibrio	38
4.2.1	Diagrammi per i punti di equilibrio sperimentali	40
4.2.2	Fitting delle funzioni di equilibrio	40
4.3	Estrazioni multistadio cross-current	45
4.3.1	Esperimento di leaching in due stadi cross-current	45
4.3.2	Simulazione di leaching in due stadi cross-current	48
4.3.3	Esperimento di leaching in cinque stadi cross-current	51
4.3.4	Simulazione di leaching in cinque stadi cross-current	57
4.4	Simulazione di estrazione multistadio in counter-current	61
4.5	Confronto tra processi cross-current e counter-current	64
5	Conclusioni	65
	Appendice	67
	Bibliografia	83

Indice delle figure

1.1	Struttura di acido fosfatidico (PA) [6]	2
1.2	Struttura di fosfatidilcolina (PC) [7]	2
1.3	Struttura di fosfatidiletanolamina (PE) [8]	3
1.4	Struttura di fosfatidilinositolo (PI) [9]	3
1.5	Struttura di fosfatidilserina (PS) [10]	3
1.6	Modello fenomenologico dell'estrazione solido-liquido	7
2.1	Due provette contenenti la miscela lecitina-etanolo prima della centrifugazione	14
2.2	Operazioni di misura dell'alcool etilico	15
2.3	Provette contenenti i solidi sedimentati e provette contenenti i liquidi surnatanti separati per centrifuga- zione	15
2.4	Centrifuga in fase di avvio con le impostazioni descritte	16
2.5	Navicelle contenenti campioni di liquido surnatante e solido umido in fase di essiccazione	17
3.1	Nomenclatura utilizzata per una estrazione a singolo stadio	20
3.2	Flussi di materia in processo a singolo stadio [17] . .	22
3.3	Flussi di materia in processo multistadio cross-current [17]	23
3.4	Flussi di materia in processo multistadio in contro- corrente [17]	25
3.5	Diagrammi per tre scenari tipici di equilibrio solido- liquido [17]	27
3.6	Esempio di diagramma N vs x,y con tie-lines e li- nee di costruzione per processo multistadio in cross- current [17]	28

3.7	Esempio di costruzione grafica per processo multistadio in controcorrente [17]	30
3.8	Aspetto del foglio di calcolo allestito per la simulazione di processi cross-current in cinque stadi, con le celle di input e di riepilogo dei valori calcolati	32
3.9	Aspetto del foglio di calcolo allestito per la simulazione di processi counter-current, con le celle di input e di riepilogo dei valori calcolati e il pulsante per l'esecuzione del codice Visual Basic	34
4.1	Schematizzazione della separazione in due fasi dovuta alla centrifugazione	37
4.2	Diagramma y vs x per i punti di equilibrio sperimentali	42
4.3	Diagramma N vs x,y per i punti di equilibrio sperimentali con relative tie-lines	42
4.4	Diagramma y vs x per la funzione $y(x)$ ottenuta tramite modellazione matematica	43
4.5	Diagramma N vs y per la funzione $N(y)$ ottenuta tramite modellazione matematica	45
4.6	Diagramma N vs x,y per i punti d'equilibrio dell'esperimento in due stadi cross-current, uniti dalle tie-lines e dalle linee di costruzione	48
4.7	Diagramma N vs x,y per processo cross-current simulato in due stadi	50
4.8	Diagramma N vs x,y per i punti d'equilibrio dell'esperimento in cinque stadi cross-current, uniti dalle relative tie-lines e linee di costruzione	56
4.9	Diagramma N vs x,y per processo cross-current simulato in cinque stadi	57
4.10	Aspetto del pannello riassuntivo del foglio di calcolo utilizzato nella simulazione cross-current in cinque stadi.	60
4.11	Diagramma N vs x,y per processo counter-current simulato in tre stadi, con le linee di costruzione	62
4.12	Aspetto del pannello riassuntivo del foglio di calcolo utilizzato nella simulazione counter-current.	63

Indice delle tabelle

1.1	Caratteristiche della lecitina di soia disoleata in polvere	5
1.2	Caratteristiche dell'alcool etilico	10
2.1	Specifica tecnica della lecitina di soia disoleata in polvere utilizzata negli esperimenti [19]	12
2.2	Specifica tecnica dell'alcool etilico utilizzato negli esperimenti [20]	13
4.1	Risultati relativi alla quantificazione dei solubili massimi estraibili	38
4.2	Nomenclatura dei campioni per la determinazione dei punti di equilibrio, processati in 20 ml di etanolo . . .	38
4.3	Misure di lecitina, etanolo ed effluenti nella determinazione sperimentale dei punti di equilibrio	39
4.4	Parametri x, y, N puntuali e con medie calcolate con le relative deviazioni standard per i campioni per la determinazione sperimentale dei punti di equilibrio .	41
4.5	Misure di lecitina, etanolo ed effluenti nell'esperimento cross-current a due stadi	46
4.6	Parametri x, y, N calcolati per i campioni dell'esperimento in due stadi cross-current	47
4.7	Parametri stimati per il solido umido effluente dal primo stadio dell'esperimento in due stadi cross-current	47
4.8	Caratteristiche stimate per processo cross-current simulato in due stadi	49
4.9	Principali parametri di confronto tra esperimento e simulazione dell'estrazione in due stadi cross-current	49
4.10	Misure sul primo stadio dell'esperimento cross-current a cinque stadi	52

4.11	Misure sul secondo, terzo e quarto stadio dell'esperimento cross-current a cinque stadi	53
4.12	Misure sul quinto e ultimo stadio dell'esperimento cross-current a cinque stadi, con le rese estrattive complessive	54
4.13	Parametri x , y , N calcolati per i campioni dell'esperimento in cinque stadi cross-current	55
4.14	Parametri stimati per i solidi umidi effluenti dagli stadi dell'esperimento in cinque stadi cross-current	55
4.15	Valori per processo cross-current simulato in cinque stadi	58
4.16	Principali parametri di confronto tra esperimento e simulazione dell'estrazione in cinque stadi cross-current	59
4.17	Valori di input utilizzati nella simulazione di un processo multistadio in controcorrente	61
4.18	Valori in output dalla simulazione di un processo multistadio in controcorrente	62
4.19	Confronto tra le prestazioni dei processi simulati in cross-current e counter-current	64

Abstract

La fosfatidilcolina e i suoi omologhi sono una classe di fosfolipidi con importanti proprietà terapeutiche, nutrizionali e tensioattive, che li rendono pregiati ai fini produttivi e di ricerca. Ciò genera un vivace interesse verso metodi di ottenimento sostenibili ed economicamente convenienti, preferendo materie prime ampiamente disponibili come la lecitina di soia.

Il presente lavoro si focalizza sulla separazione per estrazione solido-liquido, il *leaching*, realizzato a temperatura e pressione ambiente con alcool etilico per ottenere fosfatidilcolina da impiegare nella produzione di liposomi. Si è condotto un esperimento per caratterizzare il tenore di composti solubili in etanolo nella materia prima, quantificato al 45,2% in peso attraverso una estrazione multistadio in cross-current. Successivamente si è ottenuta la relazione di equilibrio solido-liquido tramite *fitting* di misure su campioni estratti con diversi rapporti lecitina/solvente. In seguito, sono stati eseguiti test di estrazione cross-current in due stadi, con resa estrattiva media del 12,33%, e in cinque stadi, con resa estrattiva media del 26,05% rispetto alla massa di lecitina iniziale. Si è quindi sviluppato un modello matematico per la simulazione di estrazioni solido-liquido in diversi stadi e configurazioni, implementato in Microsoft Excel, i cui risultati per estrazioni cross-current in due e cinque stadi estrattivi hanno ben predetto i risultati sperimentali, ottenendo rese estrattive rispettivamente del 12,21% e del 22,90%. Infine, sono state confrontate le due configurazioni di processo multistadio, cross-current e counter-current, tramite simulazioni in Microsoft Excel con codice Visual Basic, ottenendo a parità di condizioni iniziali e resa estrattiva fissata intorno al 23% un risparmio stimato di circa il 30% di solvente e tre stadi di separazione richiesti per la separazione in counter-current rispetto ai cinque necessari per l'estrazione in cross-current.

Bibliografia

- [1] N. Matteazzi, «Studio di processo per l'arricchimento in fosfatidilcolina di lecitina di soia,» Tesi Triennale in Ingegneria Chimica, Università degli Studi di Padova, 2010.
- [2] *Phosphoglycerides*, ed. 3.0.1, Int. Union of Pure e Applied Chemistry (IUPAC), 2019. DOI: doi : 10 . 1351 / goldbook . P04558.
- [3] «Lecitina.» (2023), indirizzo: <https://www.treccani.it/vocabolario/lecitina/>.
- [4] V. V. Patil, R. V. Galge e B. N. Thorat, «Extraction and purification of phosphatidylcholine from soyabean lecithin,» *Separation and Purification Technology*, vol. 75, n. 2, pp. 138–144, 2010, ISSN: 1383-5866. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2010.08.006>.
- [5] M. Parnham, «The importance of phospholipid terminology,» *INFORM - International News on Fats, Oils and Related Materials*, vol. 7, pp. 1168–1175, nov. 1996.
- [6] «Phosphatidate.» (2018), indirizzo: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Phosphatidate_skeletal.svg.
- [7] «Phosphatidyl-Choline.» (2010), indirizzo: <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Phosphatidyl-Cholin.svg>.
- [8] «Phosphatidylethanolamine.» (2007), indirizzo: <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Phosphatidylethanolamin.svg>.
- [9] «Phosphatidylinositol.» (2010), indirizzo: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Phosphatidyl-Inositol_sw.svg.

- [10] «Phosphatidyl serine.» (2005), indirizzo: <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Phosphatidyl-Serin.svg>.
- [11] R. D. Jangle, V. P. Magar e B. N. Thorat, «Phosphatidylcholine and its purification from raw de-oiled soya lecithin,» *Separation and Purification Technology*, vol. 102, pp. 187–195, 2013, ISSN: 1383-5866. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2012.10.002>.
- [12] D. Liu e F. Ma, «Soybean Phospholipids,» in *Recent Trends for Enhancing the Diversity and Quality of Soybean Products*, D. Krezhova, cur., Rijeka: IntechOpen, 2011, cap. 22. DOI: 10.5772/20986.
- [13] W. van Nieuwenhuyzen e M. C. Tomás, «Update on vegetable lecithin and phospholipid technologies,» *European Journal of Lipid Science and Technology*, vol. 110, n. 5, pp. 472–486, 2008. DOI: <https://doi.org/10.1002/ejlt.200800041>.
- [14] «1367 LECITINA SOJA GRANULARE E 322 NON GM.» ver. 0.5, Farmalabor srl. (2023), indirizzo: <https://www.farmalabor.it/schede/118198.PDF>.
- [15] L. Ferrara e D. Naviglio, *Tecniche estrattive solido-liquido*, McGraw-Hill, cur. gen. 2008, ISBN: 978-88-548-1544-5.
- [16] A. Coviello. «Estrazione solido-liquido,» Ist. Sup. Giorgi-Fermi. (2008), indirizzo: http://www.educhimica.it/FERMILAB/attachments/047_Estrazione%20solido-liquido.pdf.
- [17] R. E. Treybal, *Mass-transfer operations*, 3rd, McGraw-Hill, cur. New York, 1980, cap. "Leaching", ISBN: 9780070651760.
- [18] «Etanolo (anidro),» International Chemical Safety Cards database, International Labour Organization. (2023), indirizzo: https://www.ilo.org/dyn/icsc/showcard.display?p_card_id=0044&p_version=1&p_lang=it.
- [19] *LECITINA DI SOIA PLVE 322*, Specifica tecnica, ACEF S.p.a., ott. 2023.
- [20] *Etanolo assoluto anidro*, Specifica tecnica, Carlo Erba reagents s.r.l., 2023.
- [21] P. Antoniadis. «Introduction to Curve Fitting,» Baeldung. (2023), indirizzo: <https://www.baeldung.com/cs/curve-fitting>.