

DOMANDA DI INVENZIONE NUMERO	102021000027575
Data Deposito	27/10/2021
Data Pubblicazione	27/04/2023

Classifiche IPC

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
B	01	D	11	02

Titolo

IMPIANTO E RELATIVO METODO PER OTTIMIZZARE PROCESSI DI ESTRAZIONE SOLIDO-LIQUIDO IN ACQUA O IN SOLVENTI ACQUOSI IN CONDIZIONI SUBCRITICHE

Descrizione a corredo della domanda di brevetto per
invenzione industriale dal titolo:

**IMPIANTO E RELATIVO METODO PER OTTIMIZZARE PROCESSI DI
5 ESTRAZIONE SOLIDO-LIQUIDO IN ACQUA O IN SOLVENTI ACQUOSI
IN CONDIZIONI SUBCRITICHE**

A nome di:

10 C2 FOOD UPWARD TECHNOLOGIES SRL, in persona del legale
rappresentante Sig. Stefano Concari, con sede legale in
Via Bardonecchia 130 CAP 10139 Torino (TO), P.IVA
12363490017
rappresentata dall'Ing. Mario Emmi dello Studio Brevetti
Turini s.r.l., Viale Matteotti n. 25, CAP 50121 Firenze
15 (FI), iscritto all'Albo Consulenti Brevetti con il n. 1298
B.

Inventori designati: CONCARI STEFANO, CRAVOTTO GIANCARLO,
CRAVOTTO CHRISTIAN

Ambito dell'invenzione

La presente invenzione si riferisce al campo tecnico
dell'estrazione solido-liquido di utili ingredienti attivi
25 dalle corrispondenti matrici, organiche e/o inorganiche,
che li contengono, con l'utilizzo di un solvente, o di una
miscela di solventi, in condizioni subcritiche.

Nello specifico, la presente invenzione riguarda,
come prima cosa, un innovativo impianto in grado, da una
30 parte, di portare un solvente liquido, come ad esempio
l'acqua e/o altri opportuni solventi organici e/o loro
miscele, in condizioni subcritiche, e dall'altra, di
effettuare con il fluido subcritico ottenuto l'estrazione
di ingredienti attivi di interesse dalle matrici sudette

in un modo ottimale, cioè superiore a quanto noto nell'arte, sia per quanto riguarda la resa di estrazione, sia per quanto riguarda la qualità degli estratti (ad esempio, sostanzialmente senza degradazione degli stessi).

5 Più in particolare, l'invenzione si riferisce all'innovativo impianto di cui sopra e ad un relativo metodo particolarmente efficiente ed in grado di ottimizzare, rispetto alla tecnica nota, il processo di estrazione solido/liquido in acqua subcritica, oppure in
10 una sua miscela con altri solventi adatti (ad esempio: acetone, etanolo, miscele eutettiche cosiddette "*deep eutectic solvents*"), di sostanze/ingredienti/principi attivi da matrici di tipo organico e/o inorganico.

15 **Definizione preliminare**

Ai fini della presente invenzione, e come comunque risulta anche dai documenti della tecnica nota, si premette che con i termini "fluido subcritico", "solvente subcritico" (o anche, "miscela di solventi subcritici"),
20 oppure "fluido/solvente in condizioni subcritiche", i presenti inventori intendono indicare specificamente un solvente che si trova ad una temperatura superiore al suo punto di ebollizione, ma inferiore a quella del suo punto critico.

25 Come noto, il punto critico di un fluido è l'insieme delle particolari condizioni di massima temperatura (la cosiddetta "*temperatura critica*") e di massima pressione (la cosiddetta "*pressione critica*") nelle quali una sostanza può esistere come una miscela bifase gas-liquido
30 (vedasi, ad esempio, Wikipedia, versione inglese, alla voce "*Critical point (thermodynamics)*"). Il punto critico è una caratteristica tipica, variabile per ogni sostanza. A titolo di esempio, l'acqua ha il suo punto critico ad una temperatura di 373,946 °C e ad una pressione di 217,75

atm (vedasi ancora Wikipedia, sopra citata; e Wagner, W., Prüß, A. (June 2002). "The IAPWS Formulation 1995 for the Thermodynamic Properties of Ordinary Water Substance for General and Scientific Use". *Journal of Physical and Chemical Reference Data.* **31** (2): 398. doi:10.1063/1.1461829.

Brevi cenni alla tecnica nota

L'estrazione solido-liquido di sostanze/ingredienti/principi attivi da matrici organiche e/o inorganiche è un processo noto da tempo.

Grazie a questo tipo di estrazione è possibile ottenere/recuperare attivi preziosi da cosiddette matrici che possono essere costituite da miscele di materiali di origine organica, vegetale e/o animale, e/o inorganica, così come pure da materiali di scarto di varia natura.

A titolo di esempio, la letteratura scientifica riporta un numero di casi di estrazione di matrici vegetali in acqua subcritica su scala di laboratorio. Recenti articoli scientifici offrono un quadro generale dello stato dell'arte di questo metodo di estrazione, definito "green", come riportato, ad esempio, ai seguenti punti a) e b):

a) Recent advances in the extraction of bioactive compounds with subcritical water: A review. By Zhang, Jixian et al. *Trends in Food Science & Technology* (2020), 95, 183-195;

b) Subcritical water: current status, advances, and applications for extractions, reactions and separations. By Moraes, Moyses Naves et al. *RSC Green Chemistry Series* (2018), 57(Supercritical and other high-pressure solvent systems), 77-105.

E' anche nota, ad esempio, la pubblicazione

US6001256 che descrive come l'acqua in condizioni subcritiche, come descritto in precedenza, varia le sue proprietà chimico-fisiche quali la costante dielettrica, la tensione superficiale, la viscosità e la costante di dissociazione.

In altre pubblicazioni, quali, ad esempio, CA 2546138 (2006), è descritto un reattore con un recipiente di estrazione a temperatura regolabile collegato ad una pompa ad alta pressione per l'alimentazione dell'acqua, un refrigeratore, una valvola di sfogo della pressione e un recipiente di raccolta. La suddetta pubblicazione ne illustra l'applicazione nell'estrazione selettiva di parti di piante variando la temperatura.

Molti altri brevetti, inoltre, descrivono applicazioni per l'estrazione di sostanze farmacologicamente attive da parti di piante ed erbe medicinali.

Ad esempio, GB2480459 (2011) descrive un reattore dotato di un sistema di riscaldamento e di raffreddamento e presenta varie applicazioni estrattive.

A sua volta, WO2018126097 descrive un reattore ad acqua subcritica con riscaldamento e raffreddamento il quale opera sotto pressione di azoto.

25 Problema tecnico

Tuttavia, dall'esame della tecnica nota e della letteratura relative ai reattori ad acqua subcritica esistenti e ai relativi metodi di estrazione solido-liquido emergono almeno i seguenti limiti/svantaggi generali:

1. Lunghi tempi di riscaldamento e di raffreddamento del(i) solvente(i) di estrazione.

2. Lunga cinetica di estrazione e disomogeneità dell'efficienza estrattiva dalla matrice a seguito del gradiente di temperatura e/o di pressione che si genera durante la macerazione col e/o la percolazione del
5 solvente di estrazione.

3. Degradazione anche piuttosto significativa dell'estratto ottenuto, a seconda della termolabilità degli attivi estratti, a causa dei tempi di evaporazione troppo lunghi che seguono il processo estrattivo.

10 Resta, quindi, viva nel settore la necessità di poter disporre di un impianto, e di un relativo metodo, per l'estrazione efficiente, veloce, sicura e "green" di preziose sostanze/ingredienti/principi attivi da opportune matrici di tipo organico (vegetale e/o animale) e/o
15 inorganico.

Scopo della presente invenzione è quello di fornire una risposta adeguata al problema tecnico sopra descritto.

Sintesi dell'invenzione

20 E' dunque scopo della presente invenzione fornire un impianto, e relativo metodo di funzionamento, che offrano una soluzione ottimale ai suddetti inconvenienti tecnici.

In particolare è scopo della presente invenzione fornire una serie di innovazioni tecnologiche atte a
25 velocizzare il processo estrattivo e a preservare l'integrità dei composti estratti (rispetto a quanto attualmente noto nella tecnica del settore), allo stesso tempo garantendo le desiderate, necessarie, caratteristiche di eco-compatibilità dell'impianto e del
30 metodo (impianto e metodo estrattivo di tipo "green").

Questi ed altri scopi sono stati ottenuti con l'impianto per un processo estrattivo *solido-liquido* con

un liquido che attraversa una matrice, o più matrici, costituita/e da residui di tipo organico e/o inorganico in accordo con la rivendicazione 1.

Tale impianto comprende:

- 5 - Almeno una sezione di alta pressione configurata per portare il liquido in una condizione sub-critica.
- Ad esempio, in modo non limitativo, la condizione sub critica può essere ottenuta immediatamente prevedendo in detta sezione dei mezzi di riscaldamento che fanno
- 10 aumentare la temperatura e dunque anche la pressione del liquido entrante in detta sezione.
- Tale sezione di alta pressione comprende ulteriormente:
 - **a)** Almeno un serbatoio (S301, S401) formante un volume di contenimento (31) per il contenimento di uno o più cestelli (10) atti al contenimento, ogni uno, di una matrice organica e/o inorganica;
 - **b)** Uno o più di detti cestelli (10);
 - **c)** Un condotto di mandata (32) entrante nel volume di contenimento (31) del serbatoio per condurre il liquido entro il detto serbatoio ed un condotto di uscita (33) per condurre il liquido in uscita dal detto serbatoio;
 - Ed in cui almeno la parte di condotto di mandata predisposto nel volume di contenimento (31) del detto serbatoio (S301, S401) e i detti uno o più cestelli presentano una distribuzione di forature in modo tale per cui almeno una parte del liquido entrante nel volume di contenimento (31) si diffonde radialmente all'interno del volume di contenimento.

30 In accordo a tale soluzione sono risolti tutti i suddetti inconvenienti tecnici.

In particolare, adesso, il liquido portato in condizione subcritica entra e si muove radialmente

all'interno del serbatoio ove sono poste le matrici.

Esso, dunque, si muove da un punto di ingresso verso la parete esterna del serbatoio e dunque intercettando radialmente anche le matrici poste all'interno del
5 serbatoio.

In particolare, vantaggiosamente, i cestelli vengono attraversati dal flusso subcritico secondo un percorso radiale attraverso la distribuzione di fori dei detti cestelli.

10 In tal maniera il materiale posto all'interno è investito da un flusso radiale.

Questo moto radiale ottimizza l'estrazione.

Inoltre l'impianto (o reattore che dir si voglia) oggetto dell'invenzione garantisce un flusso radiale del
15 fluido subcritico di estrazione il quale flusso è anche modulabile.

Il fluido subcritico (preferibilmente liquido per come detto) attraversa tutti i singoli componenti estrattivi (i cosiddetti "cestelli", definiti e descritti
20 dettagliatamente nel seguito) entrando lungo l'asse verticale del serbatoio e diramandosi radialmente verso le pareti esterne del serbatoio stesso.

Tale flusso che, a partire da 300 L/h, può giungere fino a 1000 L/h, ha inaspettatamente permesso di evitare
25 stagnazioni e situazioni localizzate di inefficiente scambio di massa. Ne risulta, di conseguenza, una omogeneità estrattiva ottimale.

Riassumendo, la particolare configurazione innovativa dell'impianto (o reattore) di estrazione
30 oggetto dell'invenzione consente dunque di ottenere estratti da vari tipi di matrici solide (organiche e/o inorganiche, ad esempio, vegetali e/o animali e/o

chimiche, e così via) più velocemente e con rese superiori rispetto ai reattori ad acqua subcritica comunemente usati nel settore.

Vantaggiosamente, in uscita dalla sezione di alta pressione, dunque a valle della sezione di alta pressione, è compresa una successiva sezione (S291, P290) di espansione controllata posta in comunicazione fluida, preferibilmente comunicazione liquida, con la sezione di alta pressione.

L'abbinamento al sistema estrattivo oggetto della presente invenzione con il sopra descritto sistema cosiddetto a bolla di espansione (o a effetto multiplo, come definito e descritto dettagliatamente nel seguito), garantisce una rapida concentrazione dell'estratto ed una pressoché immediata diminuzione della temperatura.

Vantaggiosamente, dunque, l'immediata evaporazione e diminuzione repentina della temperatura del fluido di estrazione in uscita dal reattore contribuisce a preservare l'integrità dei principi attivi di interesse contenuti nell'estratto, in particolare quelli termolabili.

Anche nel caso di miscele acquose con altri solventi, si ha l'importante vantaggio che la percentuale del solvente in combinazione con l'acqua resta al di sotto dei limiti richiesti per impianti ATEX, con evidenti vantaggi economici nonché gestionali dell'impianto stesso. Infatti, ad esempio, per ragioni di sicurezza, le miscele idroalcoliche nei normali impianti devono mantenere un livello di etanolo inferiore al 50%.

Vantaggiosamente, al fine di portare nell'immediato il liquido in condizione sub critica nella detta sezione di alta pressione, in detta sezione di alta pressione si prevede un secondo mezzo di riscaldamento (H201), preferibilmente in forma di un secondo scambiatore di

calore.

Il liquido, dunque, prima di entrare nel serbatoio ove sono predisposte le matrici raggiunge la condizione sub critica aumentando la temperatura sopra il punto di ebollizione e, di conseguenza, avendo un aumento di pressione.

In questo modo le matrici sono intercettate da un liquido che opera in condizione sub critica.

Vantaggiosamente, detta condizione subcritica corrisponde, in caso di acqua, ad una temperatura dell'acqua compresa in un range tra 125°C e 155°C, preferibilmente tra 130°C e 150°C.

Vantaggiosamente, in detta condizione subcritica la pressione del liquido (in questo caso acqua) è compresa tra i 3 bar ed i 6 bar.

Tale aumento di pressione è conseguenza di una evaporazione parziale dello stesso liquido nel circuito ove circola in detta sezione di alta pressione.

Vantaggiosamente, dunque, detta sezione di alta pressione è configurata per raggiungere e mantenere una pressione operativa compresa in un range tra i 3 bar ed i 6 bar.

Valvole di controllo della pressione potrebbero essere previste.

Vantaggiosamente il condotto di mandata si estende all'interno del volume di contenimento ed è provvisto di una pluralità di fori passanti (F) lungo la sua lunghezza.

Vantaggiosamente ogni cestello forma uno spazio anulare (12) di contenimento della matrice delimitato da una prima parete (13) ed una seconda parete (11) che circonda la prima parete, dette prima e seconda parete essendo dotate di una pluralità di fori (11'', 14) passanti e con la prima parete che è in forma di un tubolare cavo longitudinalmente in modo tale da formare un

canale assiale (C).

Vantaggiosamente tale canale assiale è di dimensione tale da poter accogliere scorrevolmente lungo di esso il condotto di mandata (32).

5 Vantaggiosamente, in tal maniera, uno o più cestelli possano essere impilati all'interno del volume di contenimento (31) con il condotto di mandata (32) che si infila nel canale (C) e attraversa il detto canale (C) di ogni cestello (10).

10 In tal modo, in uso, il flusso di liquido risalente il percorso di mandata (32), man mano che risale all'interno del volume di contenimento fuoriesce radialmente dai fori (F) del condotto di mandata intercettando i fori della prima parete (13) di ogni cestello per entrare nello 15 spazio (12) del cestello ed attraversare radialmente lo spazio (12) uscendo dai fori della seconda parete.

In questo modo la matrice è attraversata con un flusso radiale parallelo alla base del cestello ove poggia il materiale.

20 Vantaggiosamente, in ingresso alla sezione di alta pressione, dunque a monte della detta sezione di alta pressione, può essere compresa una sezione di pre-riscaldamento posta in comunicazione fluida, preferibilmente comunicazione liquida, con detta sezione 25 di alta pressione e configurata per riscaldare il liquido ad un primo valore di temperatura prima dell'ingresso nella sezione di alta pressione.

Questo pre-riscaldamento favorisce un più rapido raggiungimento della condizione subcritica nella 30 successiva sezione di alta pressione.

Ciò consente un risparmio energetico e favorisce l'estrazione.

Vantaggiosamente la detta sezione di pre-riscaldamento è configurata per riscaldare il solvente ad un valore di

temperatura al di sotto della sua condizione subcritica.

Vantaggiosamente, ad esempio, in detta sezione di pre-riscaldamento il solvente viene portato in un range di temperatura tra 85°C e 97°C, preferibilmente circa 95°C, in caso di acqua.

Secondo questi range si porta il liquido vicino al punto di evaporazione, il tutto dunque riducendo i tempi successivi di raggiungimento della condizione subcritica.

10 Vantaggiosamente la detta sezione di pre-riscaldamento forma un anello di circolazione chiuso comprendente:

- Almeno un serbatoio di contenimento (S101) e;
- Primi mezzi di riscaldamento (H101) in modo tale per cui il liquido possa circolare una o più volte dal serbatoio verso i detti primi mezzi di riscaldamento, preferibilmente un primo scambiatore di calore, in modo tale da raggiungere una predeterminata temperatura.

15 Vantaggiosamente detta temperatura essendo in un range di temperatura tra 85°C e 97°C, ancor più preferibilmente circa 95°C, nel caso di acqua;

Vantaggiosamente è prevista, ovviamente, una conduttura di uscita che mette in comunicazione fluida la detta sezione di pre-riscaldamento con la detta sezione di alta pressione.

20 In questo modo il liquido preriscaldato viene inviato alla sezione di alta pressione ove avviene l'estrazione.

Vantaggiosamente, la detta sezione di alta pressione forma un anello di circolazione chiuso comprendente il detto almeno un serbatoio (S301, S401) e i detti secondi mezzi di riscaldamento (H201) in modo tale per cui il liquido possa in uso circolare in detto anello chiuso una o più volte passando, ad ogni giro, dai secondi mezzi di riscaldamento (H201) per raggiungere e mantenere la condizione subcritica per essere poi immesso in detto

serbatoio attraverso il condotto di mandata (31) ed uscire da detto serbatoio attraverso il condotto di uscita.

Vantaggiosamente, dunque, il liquido ricircola per ripetere tale percorso ad anello chiuso nel caso di un numero di circolazioni maggiore o uguale a due.

Terminato il numero di circolazioni previste in cui ha intercettato "n" volte i cestelli per l'estrazione (con "n" corrispondente al numero di circolazioni fatte), il liquido contenente gli estratti viene inviato alla successiva sezione di espansione controllata.

Nel caso invece di singola circolazione, in uscita dal condotto di uscita, esso viene subito indirizzato alla successiva sezione di espansione controllata.

In tal caso dunque si è effettuata una estrazione con un singolo passaggio nel serbatoio contenente le matrici.

Vantaggiosamente è prevista almeno una pompa che mantiene tale circolazione per un tempo prestabilito a seconda di singola o multipla circolazione.

Vantaggiosamente è prevista una conduttura che collega detta sezione di alta pressione con la successiva sezione di espansione controllata.

In questo modo il liquido subcritico contenente i principi attivi estratti dal contatto con le matrici viene inviato in detta sezione di espansione.

Vantaggiosamente il cestello (10) prevede una parete esterna (11) traforata ed una parete interna (13) traforata formante il canale assiale (C).

Vantaggiosamente il cestello può essere di forma sostanzialmente cilindrica con la detta parte esterna ed interna cilindriche.

Vantaggiosamente il condotto di mandata si estende all'interno del volume di contenimento lungo una direzione assiale coincidente con l'asse longitudinale del serbatoio

ove si inserisce.

E' anche qui descritto un metodo per effettuare un processo estrattivo solido-liquido con un liquido che attraversa una matrice costituita da residui di tipo 5 organico e/o inorganico, il metodo comprendendo almeno una fase estrattiva che prevede:

- **a)** Predisposizione di uno o più cestelli (10) aventi, ogni uno, uno spazio (12) ove riporre una matrice organica e/o inorganica ed in cui ogni cestello ha una 10 distribuzione di fori che consente il passaggio di un liquido che, attraversando il cestello, passa attraverso il detto spazio (12) intercettando la matrice predisposta nel detto spazio (12);
- **b)** Predisposizione di una matrice organica e/o 15 inorganica in detto spazio (12) dei detti uno o più cestelli;
- **c)** Predisposizione di detti uno o più cestelli all'interno del volume di contenimento (31) di almeno un serbatoio (S301, S401);
- 20 - **d)** Invio di un liquido all'interno del detto volume di contenimento (31) del serbatoio in modo tale da intercettare i detti uno o più cestelli;
- **e)** Ed in cui il liquido entrante nel detto volume di contenimento si diffonde radialmente all'interno del detto 25 volume di contenimento (31) investendo ed attraversando i detti cestelli radialmente;
- Ed in cui il liquido in detta fase estrattiva è in una condizione subcritica.

Vantaggiosamente, il liquido, nel caso di acqua, nella 30 detta fase estrattiva in detta condizione subcritica viene portato ad una temperatura compresa tra i 125°C e i 155°C, preferibilmente tra i 130°C e i 150°C.

Vantaggiosamente la pressione del liquido in detta condizione subcritica è compresa in un range tra i 3 e i 6

bar.

Vantaggiosamente, in detta fase estrattiva è previsto un immediato riscaldamento del liquido attraverso detti secondi mezzi di riscaldamento, in modo tale da portare 5 subito il liquido in condizione subcritica prima del suo ingresso nel serbatoio contenente le matrici.

Vantaggiosamente, al termine di detta fase estrattiva, è prevista una successiva fase di espansione sottovuoto del liquido in modo tale da causarne un abbattimento di 10 pressione e temperatura.

Vantaggiosamente in detta fase estrattiva si crea una auto-evaporazione del liquido dovuto alle condizioni create con un abbassamento immediato di pressione e conseguentemente abbattimento di temperatura, preferibilmente portando il liquido intorno ai 70°C nel caso di acqua.

Vantaggiosamente, prima di detta fase estrattiva, può essere prevista una fase di pre-riscaldamento del liquido.

Vantaggiosamente, in detta fase di pre-riscaldamento 20 si porta il liquido ad una temperatura al di sotto della condizione subcritica, preferibilmente a pressione atmosferica.

Vantaggiosamente, ad esempio, detta fase di pre-riscaldamento determina il raggiungimento per il liquido 25 (il tal caso di esempio di acqua) di un range di temperatura compreso tra gli 80°C e i 97°C, preferibilmente a pressione atmosferica.

Tali valori sono dunque sotto la temperatura di raggiungimento della condizione subcritica ma determinano 30 già un riscaldamento che agevola e rende più rapida la successiva fase di raggiungimento della condizione subcritica.

Vantaggiosamente, in caso di più cestelli inseriti nel volume di contenimento (31), questi sono impilati l'uno

sull'altro.

Vantaggiosamente il detto metodo viene eseguito con un impianto secondo una o più delle caratteristiche sopra descritte.

5 Vantaggiosamente, in detta fase estrattiva:

- Detta operazione di inserimento dei detti uno o più cestelli prevede di inserire il/ogni cestello caricato con la matrice organica e/o inorganica scorrevolmente lungo il condotto di mandata facendo sì che il detto condotto di 10 mandata (32) si inserisca scorrevolmente lungo il canale (C) del/di ogni cestello che può scorrere lungo di esso, il condotto di mandata fungendo dunque da spina-guida di inserimento lungo di esso di uno o più cestelli caricati con la matrice;
- 15 - Invio del liquido lungo il condotto di mandata in modo tale che il liquido si diffonda radialmente attraverso la matrice per ricadere in uscita da ogni cestello in fondo al serbatoio ed essere inviato ad una conduttura di uscita (33).

20 Vantaggiosamente in detta fase estrattiva è prevista una circolazione chiusa del liquido in condizione subcritica il quale liquido circola più volte in ingresso ed uscita da detto serbatoio (S301, S401).

25 Vantaggiosamente, secondo una o più delle configurazioni sopra descritte, nella fase successiva alla fase estrattiva, il liquido viene inviato alla successiva zona di espansione controllata una volta terminato il processo di estrazione dalle matrici organiche ed in cui in detta zona di espansione avviene una repentina 30 evaporazione e conseguente repentino abbassamento di temperatura.

E' dunque considerata una forma preferita di invenzione il seguente metodo per effettuare un processo estrattivo solido-liquido con un liquido, ad esempio

acqua, che attraversa una matrice costituita da residui di tipo organico e/o inorganico, il metodo comprendendo:

- Una fase estrattiva che prevede l'invio del liquido 5 in una sezione in cui viene portato alla condizione subcritica e dunque inviato all'interno di uno o più serbatoi contenenti le matrici organiche, il liquido essendo in condizione subcritica;
- Ed in cui al termine di detta fase estrattiva, è 10 prevista una successiva fase di espansione sottovuoto del liquido in condizione subcritica proveniente dalla detta fase estrattiva in modo tale da causarne un abbattimento di pressione e temperatura.

In questo modo l'estrazione con solvente in condizione 15 subcritica e l'evaporazione per espansione determinano una buona estrazione.

Vantaggiosamente, per ottimizzare l'estrazione, il fluido, preferibilmente il liquido, in condizione subcritica investe le matrici all'interno del serbatoio 20 secondo un percorso radiale che da un punto si muove radialmente verso la parete esterna (35) del serbatoio.

Indipendentemente dal flusso radiale o in combinazione con il flusso radiale, vantaggiosamente può essere comunque prevista una fase di pre-riscaldamento del 25 liquido prima dell'ingresso nella sezione in cui viene portato nella condizione subcritica e dunque prima dell'ingresso nella sezione che opera l'estrazione.

Questo favorisce un più rapido raggiungimento di condizione subcritica.

30 Vantaggiosamente, in tal maniera, il liquido raggiunge in detta fase di pre-riscaldamento una temperatura al di sotto del valore di temperatura che determina il raggiungimento della condizione subcritica, preferibilmente il raggiungimento di un range di

temperatura per il liquido compresa tra gli 80°C e i 97°C, ancor più preferibilmente a pressione atmosferica;

Vantaggiosamente tali range di valori di temperatura sopra menzionati sono nel caso di liquido che è acqua.

5 Vantaggiosamente, il liquido nella detta fase estrattiva in detta condizione subcritica viene portato ad una temperatura compresa tra i 125°C e i 155°C, preferibilmente tra i 130°C e i 150°C, preferibilmente ad una pressione compresa in un range tra i 3 e i 6 bar.

10 Tali valori sono vantaggiosamente applicati nel caso di acqua come solvente.

Breve descrizione dei disegni

Ulteriori caratteristiche e vantaggi del presente
15 impianto, e relativo metodo operativo, secondo l'invenzione, risulteranno più chiaramente dalla descrizione che segue di alcune sue forme realizzative preferite, in abbinamento con i disegni annessi, in cui:

– La figura 1 mostra una vista assonometrica di una parte
20 dell'impianto formato da un anello (o sezione che dir si voglia) di bassa pressione e da un anello (o sezione che dir si voglia) di alta pressione comunicante poi con una sezione di espansione (non mostrata in figura);

– La figura 2 mostra una vista laterale dell'impianto di
25 figura 1;

– La figura 2A illustra lo schema di funzionamento del cosiddetto anello (o sezione che dir si voglia) di bassa pressione;

30 – La figura 3 mostra una vista assonometrica di una singola struttura di contenimento della matrice 10 (il cosiddetto "cestello", descritto in seguito) entro cui viene caricata una matrice (organica e/o inorganica) e presente nella sezione (o anello che dir si voglia) di alta pressione;

- La figura 3A è una schematizzazione che mostra il movimento del flusso di solvente subcritico che risale assialmente lungo il condotto di mandata del serbatoio di estrazione (anche detto "di contenimento" o " contenitore diffusore") S301 o S401 e con il detto flusso che attraverso i fori attraversa radialmente la matrice montata concentricamente al condotto di mandata;
- Le figure 3B e 3C illustrano una struttura relativa al cestello schematizzato in figura 3A; In particolare, la figura 3C mostra due cestelli impilati all'interno del serbatoio di estrazione di figura 4;
- La figura 4 mostra una schematizzazione del movimento del flusso di solvente subcritico all'interno del serbatoio di estrazione (anche detto "di contenimento" o "contenitore diffusore") S301 o S401, in cui è indicato un numero di "cestelli" (in figura sono 5) per contenere le matrici da estrarre;
- La figura 5 mostra, in vista dall'alto, un cestello predisposto nel contenitore diffusore S301 o S401 in accordo all'invenzione unitamente al flusso radiale (vedasi frecce radiali che dall'asse centrale di simmetria si diramano radialmente verso la parete esterna);
- La figura 6A mostra una immagine di un cestello dell'invenzione contenente una matrice costituita da una miscela di bucce di nocciole e castagne;
- La figura 6B mostra una immagine di un cestello dell'invenzione contenente una matrice costituita da una miscela di vinacce;
- La figura 7 mostra, infine, strutturalmente, l'unità di espansione e concentrazione controllata sotto vuoto posta in comunicazione fluida con l'anello di alta pressione e che riceve dunque il flusso subcritico al termine della fase di estrazione.

Descrizione di alcune forme realizzative preferite

Si premette che quanto descritto nel seguito ed evidenziato nelle figure allegate è una descrizione puramente esemplificativa e assolutamente non limitativa
5 di alcune forme di realizzazione preferite della presente invenzione.

Ovviamente, le possibili modifiche e forme di realizzazione addizionali derivate da o afferenti a quanto descritto nella presente descrizione e alla portata della
10 conoscenza del tecnico esperto del settore, rientrano pienamente nell'ambito dello scopo della presente invenzione e, come tali, fanno parte della stessa.

DESCRIZIONE STRUTTURALE DELL' IMPIANTO

In accordo con l'invenzione, la figura 1 mostra in
15 vista assonometrica una possibile realizzazione di impianto in accordo all'invenzione.

L'impianto prevede una zona cosiddetta di bassa pressione, convenzionalmente qui definita anche come "anello di bassa pressione" (o sezione di bassa
20 pressione), ed una zona cosiddetta di alta pressione, convenzionalmente qui definita anche come "anello di alta pressione" (o sezione di alta pressione), come indicato nelle figure 1 e 2 allegate.

Con riferimento alla figura 1 è dunque evidenziata
25 una struttura portante su cui sono montati i componenti, di seguito descritti in dettaglio, che vanno a costituire l'anello di bassa pressione e l'anello di alta pressione, oltre ad eventuali altri componenti addizionali.

In posizione separata, ad esempio vicinale (come
30 indicato in figura), è anche previsto un quadro elettrico 100 con PLC di comando per il controllo dell'intero impianto. Ovviamente, detto quadro elettrico con PLC di comando può anche essere disposto, a seconda della

situazione, in posizione distante, in modo da consentire un controllo da remoto.

E' poi prevista una successiva sezione di espansione non mostrata in figura 1 e 2 ma posta in comunicazione 5 fluida con la sezione di alta pressione e a valle della sezione di alta pressione.

Per come chiarito nel seguito della presente descrizione il percorso del solvente, in uso, si muove dall'anello di bassa pressione verso il successivo anello 10 di alta pressione e da qui verso la successiva sezione di espansione controllata.

La terminologia "monte" e "valle", quando utilizzata, va dunque intesa secondo tale verso di percorrenza del liquido sopra menzionato (dall'anello di 15 bassa pressione verso la sezione di espansione con l'anello di alta pressione interposto tra di essi).

Con riferimento alla figura 2 l'anello di bassa pressione comprende sostanzialmente i componenti S101, H101 e P101.

20 Il componente S101 è un serbatoio che è atto al contenimento del solvente (generalmente un liquido, quale ad esempio acqua e/o una sua miscela di liquido, ad esempio acqua, con altri opportuni solventi).

Come infatti chiarito nel seguito, il serbatoio S101 25 viene caricato generalmente e preferibilmente con acqua e/o altro solvente.

Il serbatoio S101 ha la funzione di contenere il solvente e mantenerlo ad una temperatura ideale preriscaldato.

30 Il preriscaldamento è ottenuto, come di seguito descritto, attraverso una circolazione lungo un anello chiuso formato dal detto serbatoio S101, da un dispositivo

di riscaldamento H101 e da una pompa di circolazione P101.

Grazie a questa fase di pre-riscaldamento, effettuata nell'anello a bassa pressione, è possibile 5 recuperare tempo morto nella fase di estrazione successiva (anello di alta pressione).

Più in particolare, tale fase di preriscaldamento porta il solvente dalla temperatura ambiente ad una temperatura sotto quella di evaporazione.

10 In caso di acqua, ad esempio, questa è compresa in un range da 85°C a 97°C, preferibilmente al valore di circa 95°C, più preferibilmente di 95°C. Si preferisce non superare questo range per evitare rischi di evaporazione del solvente stesso.

15 In particolare, con riferimento alla temperatura maggiormente preferita di 95°C, si preferisce non superare tale soglia per evitare i rischi di evaporazione.

Tali valori di temperatura sono preferibilmente misurati a pressione atmosferica.

20 In questo modo, come meglio chiarito nel seguito, la fase successiva sarà deputata al solo riscaldamento finale del solvente (ad esempio per come detto l'acqua) fino ad una condizione subcritica (generalmente a circa 150°C nel caso dell'acqua).

25 Il componente P101 è dunque una pompa che spinge il liquido contenuto nel serbatoio verso un dispositivo di riscaldamento H101, preferibilmente, come nel caso descritto, in forma di uno scambiatore di calore.

Ovviamente altre soluzioni tecniche realizzative del 30 dispositivo di riscaldamento H101 possono essere effettuate, a seconda delle condizioni ambientali presenti o preferite, e dunque non necessariamente in forma di

scambiatore di calore.

Con riferimento alla figura 2, dunque, l'acqua o il liquido in genere caricato nel serbatoio S101 viene fatto circolare per mantenerlo alla temperatura ideale, come sopra descritto a titolo di esempio, al fine poi di farlo entrare nell'anello di alta pressione, ove avviene il vero e proprio processo.

Per come già detto, e per come schematizzato in figura 2, l'anello di bassa pressione, definito appunto dai componenti S101, P101 e H101, funziona preferibilmente, ma non necessariamente, secondo una circolazione chiusa (cioè ad anello chiuso) in modo tale che il liquido circoli più volte attraverso lo scambiatore di calore sino ad arrivare ad un valore di temperatura predeterminato e che corrisponde al range sopra menzionato. Questo è anche evidenziato in modo chiaro in figura 2A. Una circolazione chiusa consente infatti un più facile e progressivo raggiungimento della temperatura desiderata.

In accordo al metodo e relativo impianto qui descritto, con tale anello di bassa pressione si riscalda l'acqua (o il solvente liquido in genere) precaricata nel serbatoio S101 facendola circolare nel suddetto anello a bassa pressione attraverso lo scambiatore sino al raggiungimento di temperature che stanno nel suddetto range da 85°C a 97°C con un valore preferito di temperatura di 95°C o di circa 95°C (ad esempio $\pm 1^\circ\text{C}$). In questo modo si rimane al di sotto della temperatura di ebollizione ma si riduce al minimo il transitorio di riscaldamento nel successivo anello ad alta pressione per il raggiungimento della condizione subcritica.

L'anello di bassa pressione è poi comunicante con l'anello di alta pressione che riceve il solvente liquido

preriscaldato per processarlo ulteriormente fino a portarlo in condizioni subcritiche e quindi utilizzarlo, attraverso il passaggio nelle matrici organiche e/o inorganiche, per l'estrazione dei principi attivi.

Andando dunque al secondo anello (cioè quello di alta pressione) questo comprende principalmente i seguenti componenti:

Almeno un serbatoio (S301, S401), definito anche 10 nella presente descrizione come contenitore diffusore.

Uno o più cestelli (descritti nel seguito) contenenti la matrice, costituita dalla miscela del materiale organico e/o inorganico, e predisposti (uno o più di uno di essi) all'interno del serbatoio stesso;

15 Un sistema di riscaldamento (secondi mezzi di riscaldamento) per intercettare il liquido entrante e portarlo in condizione subcritica prima dell'ingresso nel serbatoio per effettuare l'estrazione.

In questo modo è possibile creare una circolazione, 20 anche in questo caso preferibilmente, ma non necessariamente, ad anello chiuso, in cui più volte il solvente entra nel contenitore diffusore andando a diffondersi radialmente in detti uno o più cestelli e dunque intercettando radialmente la/le matrice/i 25 predisposta/e all'interno degli stessi per poi uscire dal serbatoio e per eventualmente rientrarci, secondo questo ciclo, un predeterminato numero di volte.

Non è escluso, tuttavia, un singolo passaggio all'interno del contenitore diffusore anche se un 30 passaggio multiplo, ad anello chiuso, ottimizza l'estrazione.

In tutti i casi il liquido opera in condizione

subcritica.

A tal proposito, per come anticipato sopra, anche in questo caso è presente un dispositivo riscaldante H201 (vedasi ad esempio figura 2) che durante la circolazione, 5 ad esempio per come detto una circolazione ad anello chiuso in cui il solvente circola più volte entrando ed uscendo dal serbatoio (S301, S401), determina e mantiene un ulteriore innalzamento della temperatura responsabile del raggiungimento della condizione subcritica. Il 10 suddetto innalzamento di temperatura, che va a superare il punto di ebollizione del solvente, provoca la generazione di vapore che aumenta quindi la pressione nel sistema portando e mantenendo il solvente stesso in condizioni subcritiche.

15 E' poi, ovviamente, presente anche una pompa (P201) per attivare e mantenere la circolazione suddetta.

Il solvente, a temperatura aumentata al di sopra del punto di ebollizione del sovente (vale a dire, la temperatura subcritica), intercetta secondo una direzione 20 radiale il materiale organico e/o inorganico della matrice presente nel/i cestello/i ed effettuando così l'estrazione.

Entrando maggiormente dunque nel dettaglio strutturale dell'invenzione, è innanzitutto presente 25 almeno un serbatoio di estrazione, altrimenti detto anche "contenitore diffusore" (nelle figure 1 e 2 sono esemplificativamente illustrati due contenitori diffusori S301, S401 collegati in serie fra di loro, ma potrebbero anche essere in parallelo tra loro).

30 Quindi, secondo una forma preferita dell'invenzione, l'impianto mostrato in figura 2 evidenzia la presenza di almeno due contenitori diffusori posti in successione uno di fianco all'altro ma, ovviamente, anche uno solo o più

di uno sarebbero utilizzabili, ad esempio tre o più, montati in serie e/o in parallelo, a seconda del tipo o della quantità di matrici che devono essere estratte.

5 Il contenitore diffusore è una parte fondamentale dell'impianto relativamente all'anello di alta pressione in quanto è destinato a contenere la matrice organica e/o inorganica e ad effettuare l'estrazione della stessa in modo ottimale, in condizioni subcritiche del solvente di estrazione.

10 Nella presente descrizione con il termine generale "matrice" si intende la miscela di materiale organico e/o inorganico da estrarre, in cui la suddetta miscela organica può essere di origine vegetale e/o animale.

15 Ad esempio, si possono estrarre matrici organiche in cui il materiale organico è costituito, ad esempio, da una miscela che può essere costituita, non limitativamente, da uno o più dei seguenti componenti: erbe, foglie, rami, semi, noccioli, bucce di frutta, verdura (a solo titolo di esempio non limitativo, possono essere estratte matrici costituite da miscele di vinacce e/o bucce di nocciole e castagne e/o bucce di mirtilli e/o scarti della lavorazione del cacao, e così via).

20 In alternativa, si possono estrarre matrici organiche ottenute da materiale organico animale (ad esempio, da scarti di lavorazione dello stesso, quali ossa e/o tendini e/o peli e/o pelle).

25 In una ulteriore alternativa preferita, si possono estrarre matrici organiche ottenute da una miscela vegetale ed animale per cui mescolando uno o più componenti di erbe, foglie, semi e noccioli, bucce di frutta e verdura con materiale organico animale.

In una ulteriore alternativa preferita, si possono

estrarre matrici inorganiche ottenute da materiali vari quali, ad esempio, ossa mineralizzate, terra, sabbia, fanghi.

Una mescola di matrice organica e inorganica è
5 certamente possibile.

In tutti i casi suddetti, preferibilmente, la pezzatura o la granulometria dei componenti della miscela che costituisce la matrice da estrarre dovrebbe essere mediamente superiore a 0,5 mm.

10 Ciò che si ottiene è un estratto concentrato, ad esempio, ad alto contenuto di polifenoli e/o alcaloidi e/o sali e/o componenti specifici idrosolubili a seconda dalla matrice utilizzata. Tali componenti hanno un valore commerciale, ad esempio, sul mercato del farmaceutico o
15 dell'industria alimentare che giustifica ampiamente l'applicazione.

Ogni contenitore diffusore contiene dunque una o più
matrici come sopra descritte, caricata/e in uno o più
cestelli (descritto/i in dettaglio qui di seguito), che
20 verranno attraversate dal solvente subcritico per operare
l'estrazione.

La figura 3 rappresenta dunque una struttura individuale di contenimento 10 della matrice, ad esempio, un cosiddetto cestello 10, contenente una matrice organica
25 e/o inorganica (cioè, un cestello con la miscela di materiale organico e/o inorganico posta al suo interno) e, insieme con tale matrice, atto ad essere inserito nel contenitore diffusore.

La struttura del cestello mostrato in figura 10
30 (privato del materiale della matrice al suo interno, per maggiore chiarezza descrittiva) è preferibilmente di tipo a doppio cilindro coassiale in modo tale da definire uno spazio anulare per la matrice (cioè, la matrice organica

e/o inorganica).

Lo spazio è dunque delimitato internamente ed esternamente da una parete a maglie per consentire il passaggio radiale del solvente che, attraversando la rete stessa, entra in contatto con la matrice per poi fuoriuscire lateralmente e defluire verso il basso verso l'uscita del contenitore diffusore.

La figura 3 mostra infatti, in vista assonometrica, il cestello 10 di forma sostanzialmente cilindrica che 10 prevede un cilindro esterno 11 formato da una parete cilindrica esterna 11' disseminata di fori passanti 11'' (ad esempio potrebbe essere una maglia microforata).

Le dimensioni dei fori 11'', selezionabili a seconda delle esigenze, devono ovviamente essere tali da contenere 15 il materiale della matrice senza disperderlo anche a seguito del passaggio del solvente.

Ad esempio possono realizzarsi fori (11'') di dimensioni che sono molto maggiori della normale granulometria dei componenti della matrice ma è possibile 20 rivestire l'intera parete, e dunque i fori 11'', con una rete metallica traforata, dunque a maglie, con fori selezionati di predeterminata dimensione esattamente come se fosse un setaccio. In questo modo, oltretutto, rimuovendo la rete e sostituendola con una ulteriore, ad 25 esempio con fori diversi, si può facilmente modificare la dimensione dei fori senza intervenire strutturalmente sull'intero cestello.

La sede 12 di contenimento della matrice organica e/o inorganica è uno spazio anulare 12 delimitato da un 30 cilindro interno 13 coassiale al cilindro esterno 11. Il cilindro interno 13 è dunque, a sua volta, cavo assialmente in modo tale da costituire un condotto per consentire di accogliere al suo interno, lungo la sua

lunghezza longitudinale, un ulteriore condotto appartenente al serbatoio. Il canale che esso forma è indicato in figura con la nomenclatura C.

I cilindri esterno 11 e interno 13, dunque, sono tra loro distanziati e con il cilindro 13 interno coassiale al cilindro esterno 11 in modo tale da determinare lo spazio 12 di accoglimento della matrice.

Lo spazio 12 è ovviamente delimitato da una base di appoggio B, ben visibile in figura 3A, 3B e 3C.

Questo struttura è molto ben descritta ulteriormente nella sezione di figura 3B che evidenzia il cilindro interno 13 il quale è un canale formato da una parete cilindrica 13' dotata anche essa di una pluralità di fori 14 passanti.

Anche la parete cilindrica 13' può avere eventualmente fori maggiori rispetto alle normali granulometrie utilizzate relative alla matrice organica e/o inorganica e può dunque essere rivestita con una rete traforata, esattamente come detto per la parete 11'.

Come dunque evidenziato bene da figura 3B, il cilindro 13 è dunque un condotto forato a tutti gli effetti (parete 13' forata con fori 14) che corre coassialmente al cilindro esterno 11, formato dalla parete 11' anche essa traforata con fori passanti 11''.

Lo spazio 12 è delimitato lateralmente dalle pareti 11' e 13' e dalla base B che collega radialmente cilindro interno a quello esterno.

Lo spazio 12 è preferibilmente aperto superiormente per consentire il riempimento dello spazio 12 con il materiale costituente la matrice.

Esso potrebbe essere richiuso con un coperchio amovibile.

Le figure 6A e 6B sono due immagini che mostrano il cestello riempito di miscele di materiali organici differenti.

Come verrà meglio chiarito nel seguito della descrizione e come schematizzato anche in figura 3A, grazie a questa conformazione del cestello 10 il liquido che risale lungo il tratto 13 di ogni cestello (canale C) può attraversare radialmente l'intero cestello muovendosi in una direzione radiale che dal condotto 13 entra nello spazio 12 attraverso i fori 14 e si muove radialmente verso il cilindro esterno 11 traforato, per cui attraversando la matrice secondo tale percorso radiale.

Sebbene il cestello sia stato descritto di forma anulare cilindrica, ciò non esclude forme non necessariamente cilindriche, ad esempio con forma in sezione trasversale quadrata o diversa.

La forma cilindrica è ovviamente più facile da realizzare e, da un certo punto di vista, migliore per lavorare sotto pressione.

Andando alla figura 4, viene descritta una struttura di contenitore diffusore (S301 o S401) che è atta al contenimento di uno o più di detti cestelli 10 sopra descritti.

Nel caso di più cestelli, questi sono impilati l'uno sull'altro, come schematizzato in figura 4.

Il contenitore diffusore (o semplicemente serbatoio) può essere di qualsiasi forma. Preferibilmente è di forma cilindrica come i cestelli che contiene.

Il detto contenitore è delimitato esternamente da una parete 35 che delimita un volume di contenimento 31 entro cui vengono predisposti uno o più dei cestelli 10 con al loro interno la matrice organica e/o inorganica.

Come detto, la forma esterna del contenitore diffusore può ad esempio essere cilindrica ma qualsiasi altra forma utile è comunque realizzabile.

Sempre con riferimento alla figura 4, il serbatoio 5 S301 comprende un condotto di entrata 32 (o condotto di mandata o percorso di mandata che dir si voglia) che dall'esterno entra nel volume di contenimento 31, posizionandosi lungo l'asse longitudinale centrale del contenitore diffusore. Esso entra dal basso e si dirige 10 verso la parte superiore del contenitore lungo il suo asse longitudinale. E' poi presente un condotto di uscita 33 dal serbatoio (o percorso di uscita che dir si voglia).

Attraverso il detto condotto di entrata 32, il solvente, proveniente dalla sezione di pre-riscaldamento, 15 entra nel volume di contenimento 31 una volta raggiunta la condizione sub-critica attraverso il passaggio nei secondi mezzi di riscaldamento. Attraverso il condotto di uscita 33 fuoriesce per poi poter essere eventualmente reimmesso in esso attraverso la mandata 32 nel caso di multipla 20 circolazione.

Preferibilmente si ha una circolazione ad anello chiuso intendendosi che il liquido circola più volte nella detta sezione di alta pressione (anello appunto di alta pressione) per intercettare più volte le matrici e meglio 25 operare l'estrazione. Il tutto avviene dunque secondo un certo protocollo operativo.

Anche un singolo passaggio è comunque possibile.

E' poi previsto un condotto di uscita 33 preferibilmente sempre collegato alla base del serbatoio 30 (vedasi figura 4).

In questo modo, attraverso il condotto di uscita 33, il liquido o viene ricircolato in detto anello di alta

pressione per un numero di volte prestabilito o, al termine della prima circolazione, viene inviato alla successiva sezione di espansione.

Il condotto di mandata 32, nel tratto predisposto
5 all'interno del serbatoio entro cui penetra, è traforato con fori F mostrati meglio in figura 3C.

In questo modo, come indicato dal verso di flusso evidenziato in figura 4, il liquido che risale lungo la mandata 32 può uscire radialmente dai fori F per
10 intercettare i fori 14 del canale 13 relativo al cestello.

In questo modo il flusso attraversa radialmente lo spazio 12 di ogni cestello andando verso la parete 11 ove intercetta ulteriormente i fori 11' per uscire all'esterno del cestello e ricadere verso il basso per essere dunque
15 convogliato nel condotto di uscita 33.

La figura 3C mostra molto bene, infatti, in sezione il condotto 32 che si inserisce coassialmente nel canale relativo al cilindro 11 di ogni cestello impilato. La figura 3C mostra molto bene l'andamento radiale del
20 liquido che attraversa radialmente il cestello.

La figura 4 mostra molto bene, dunque, il percorso eseguito dal liquido in entrata attraverso il condotto 32 e poi in uscita attraverso il condotto 33.

All'interno del contenitore diffusore vengono dunque
25 inseriti i cestelli 10 in modo impilato l'uno sull'altro.

Ogni cestello 10 può prevedere in corrispondenza delle sue due basi (quella aperta superiore e la base inferiore B) una estensione anulare-radiale 34 che forma un buon piano di appoggio per una base e/o per il cestello
30 superiore.

In questo modo i cestelli possono essere ben impilati l'uno sull'altro.

Una o più spine di riferimento 34' (vedasi figura 3C) possono aiutare ad un inserimento preciso dei cestelli sovrapposti tra loro.

Per come già anticipato, dunque, il condotto 32
5 presenta una serie di fori F passanti distribuiti lungo la sua lunghezza longitudinale.

Ogni foro F è più o meno in asse con uno o più fori
14 relativi al condotto 13 del cestello 10 (vedasi figura
3C), il quale condotto 13 di ogni cestello impilato
10 circonda il condotto di mandata 32 quando il cestello è
inserito su tale condotto 32. Il condotto di mandata 32
forma dunque una sorta di "spina di inserimento".

In questo modo, come bene evidenziato dalla figura
3C e 4, il liquido in mandata lungo il condotto 32,
15 durante la sua risalita, attraversa radialmente la matrice
in quanto, attraverso i fori F e i fori 14 del condotto 13
entra radialmente nello spazio 12 per uscire dai fori 11''
e, ricadendo alla base del contenitore, viene convogliato
al condotto 33.

20 La mandata 32 è un condotto chiuso che termina prima
della chiusura superiore del serbatoio ove posto.

La estremità del condotto 32 presenta dunque una
sorta di tappo di chiusura.

Preferibilmente, tale tappo di chiusura può avere un
25 ulteriore foro F' in cima in modo tale che una minima
quantità di solvente spurghi da tale foro ricadendo per
gravità verso il basso insieme all'altro liquido in caduta
che fuoriesce lateralmente dal cestello che attraversa,
come schematizzato in figura 4. Questo ulteriore flusso in
30 cima ed in caduta verso il basso aiuta a meglio rimuovere
principi attivi rimasti in aderenza alle pareti esterne
dei cestelli.

La figura 5 mostra, ulteriormente, una vista dall'alto di un cestello indicando il flusso radiale del liquido che dunque attraversa, come anche schematizzato in figura 3A le matrici predisposte ognuna nella sua struttura di contenimento, o cestello 10 che dir si voglia.

In definitiva, dunque, il liquido, ad esempio l'acqua, in condizioni subcritiche si diffonde nei cestelli 10 mediante il collettore centrale 32 (o mandata 10 o condotto che dir si voglia) dotato, a titolo di esempio non limitativo, di ben quaranta fori F radiali predisposti lungo la sua parete longitudinalmente e di un solo foro assiale F' in cima.

Indipendentemente dal numero preciso di fori, tali fori sono dimensionati in modo tale da determinare una distribuzione dell'acqua attraverso i cestelli con gradiente al 97,5% radiale garantendo un omogeneo flusso di attraversamento lungo l'altezza del serbatoio. Il 2,5% residuo serve ad indirizzare il flusso del solvente una volta uscito dai cestelli verso l'uscita posta nella parte inferiore.

Tornando per un attimo alla figura 2, è anche presente una ulteriore pompa P201 che serve alla circolazione ad anello chiuso nell'anello di alta pressione.

E' inoltre presente un apposito dispositivo di innalzamento della temperatura, ad esempio uno scambiatore di calore H201 similare a quello dell'anello di bassa pressione, che consente l'innalzamento della temperatura 30 al valore subcritico desiderato durante la circolazione nell'anello di alta pressione al fine di portare e mantenere il liquido in condizione sub critica.

L'anello di alta pressione può ulteriormente

comprendere anche un serbatoio di ricircolo S201.

Esso è un serbatoio di raccolta che serve all'occorrenza per escludere i contenitori diffusori S301 e S401 e comunque alimentare la pompa P201. All'interno 5 del detto serbatoio di ricircolo sono presenti controlli di livello necessari al funzionamento in automatico della pompa suddetta. Quando si raggiunge il livello minimo, viene reintegrata la quantità di solvente spinta dalla pompa P101 dall'anello in pressione atmosferica.

10 La figura 7 mostra infine una successiva unità (o sezione che dir si voglia) di espansione, controllata sotto vuoto, e di concentrazione posta in comunicazione fluida con l'anello di alta pressione descritto a valle dell'anello di alta pressione.

15 Essa comprende una pompa del vuoto (P290), una valvola modulante (P280) ed un trasmettitore di pressione (PT281).

Tale componentistica è connessa ovviamente al serbatoio (S291) ove convoglia il solvente in condizione 20 sub-critica proveniente dall'anello di alta pressione e che viene processato.

La pompa del vuoto (P290) serve a creare nel serbatoio (S291) una condizione di vuoto in modo tale che il solvente in condizione sub-critica, non appena vi 25 sopraggiunge attraversando la valvola (P280), ha una rapida espansione con caduta di pressione ed abbattimento rapido di pressione e temperatura. Il trasmettitore di pressione (PT281) rileva la pressione a valle della valvola VP280 regolandone in retroazione l'apertura, 30 dosando quindi la portata del solvente per mantenere costante la pressione del serbatoio S291.

In questa sezione avviene dunque una espansione rapida del solvente in condizione sub-critica con un

corrispondente abbattimento di pressione e di temperatura e dunque con un raffreddamento repentino.

L'unità di espansione è di per sé ben nota ed utilizzata anche per altre applicazioni.

5 Nel presente impianto è stata utilizzata in quanto consente un abbattimento della temperatura rapido.

FUNZIONAMENTO DELL' IMPIANTO

In uso il funzionamento dell'impianto descritto è il seguente:

10 Inizialmente il solvente circola nella sezione di bassa pressione in cui viene pre-riscaldato. Una volta raggiunta la temperatura di pre-riscaldamento desiderata del solvente, il solvente viene pompato dal primo anello al secondo anello ad alta pressione dove raggiunge un
15 range di temperature e pressione che lo portano in condizione subcritica. La temperatura subcritica viene raggiunta grazie ai secondi mezzi di riscaldamento.

Nel caso di acqua come solvente, la temperatura raggiunta nella sezione di preriscaldamento è preferibilmente tra gli 85°C e i 97°C.
20

Sempre nel caso di acqua come solvente, la condizione subcritica è rappresentata dal raggiungimento di una temperatura tra i 130°C e 155°C.

Inoltre, in questa sezione ad alta pressione, il
25 liquido raggiunge ulteriormente una pressione tra i 3 e 6 bar relativi, ad esempio 150°C - 5,5 bar nel caso di acqua, tramite lo scambiatore di calore H201 e il vapore che si sviluppa alla suddetta temperatura.

In sostanza, dunque, in tale anello di alta pressione il liquido viene portato alla condizione subcritica che, per come detto, corrisponde generalmente a valori compresi tra i 130°C e i 155°C con pressione tra i

3 e i 6 bar nel caso dell'acqua.

I suddetti range di temperatura per il raggiungimento della condizione sub critica possono variare ovviamente a seconda del tipo di solvente utilizzato. Ad esempio, si hanno valori di temperatura inferiori nel caso di solventi differenti in miscela con l'acqua con condizioni subcritiche ottenibili già al di sopra dei 70°C.

L'esperto del ramo potrà valutare i valori subcritici in funzione della miscela di solvente utilizzata.

Questa condizione di operatività in condizione subcritica è importante per ottimizzare l'estrazione.

Il solvente tra il primo e il secondo anello è dunque del tutto identico come composizione chimica ma cambia invece per composizione fisica in particolare per le condizioni di pressione e temperatura dovute alla sua trasformazione a solvente subcritico.

Più in particolare, la condizione sub-critica viene raggiunta praticamente in modo istantaneo nell'anello di alta pressione poiché il riscaldamento sopra il punto di ebollizione genera vapore e aumenta subito la pressione.

In tale anello di alta pressione, dunque, il solvente intercetta immediatamente lo scambiatore di calore (dunque il sistema o mezzo di riscaldamento previsto). Esso dunque si riscalda sopra il punto di ebollizione per cui generando vapore e aumentando la pressione (da qui la definizione di anello di alta pressione) e andando immediatamente in condizioni subcritiche.

In accordo alla figura 4, il solvente, una volta raggiunta la condizione sub-critica, passando attraverso

lo scambiatore di calore, entra dunque nel contenitore diffusore S301 (definibile anche semplicemente come serbatoio) attraverso il condotto centrale 32 (vale a dire, la mandata 32) e radialmente attraversa le matrici in senso diametrale grazie ai fori predisposti lungo la lunghezza del condotto di mandata 32 che sono in asse con i fori 14 relativi al condotto 13 del cestello 11. Per come schematizzato dunque in figura 3C e in figura 3A, il liquido attraversa radialmente lo spazio 12 di contenimento delle matrici passando dalla parete cilindrica interna 11' del cestello 10 alla parete esterna 11'' per poi essere espulso fuori attraverso i fori 11'' di tale parete esterna e ricadere sul fondo del serbatoio ove convoglia verso l'uscita 33.

Con una ricircolazione chiusa continua, l'uscita convoglia il liquido nuovamente in ingresso per un certo numero di volte dipendente dal protocollo.

In questo modo si ottimizza l'estrazione dalle matrici.

Tuttavia sarebbe possibile anche un singolo passaggio.

Una piccola parte del solvente in risalita dalla mandata 32 può uscire a fontana dal foro posto in cima per ricadere ai lati delle matrici ed essere convogliato alla uscita 33

Più in particolare, la pompa P201 fa ricircolare il solvente per un tempo determinato da ricetta sino a fine processo in base alla cinetica di trasferimento tra la matrice e il solvente.

Può dunque essere presente un solo contenitore diffusore per cui con un ricircolo al suo interno che viene mantenuto per un certo tempo attraverso il mantenimento attivo della pompa P201.

Con riferimento alla figura 2 potrebbero essere presenti invece due o persino più contenitori diffusori.

In tal caso, il secondo contenitore entra nell'anello successivamente al primo, e non 5 contemporaneamente.

Più in particolare, nel caso di figura 2, la circolazione ad anello chiuso avviene tra la pompa (P201) e lo scambiatore H201 per raggiungere la condizione sub-critica per andare poi al serbatoio S201 o 10 alternativamente S301 (che contengono la matrice organica e/o inorganica), e infine per il serbatoio S401 da cui poi ritorna alla pompa di partenza.

Il processo continua sino a quando le matrici non si sono esaurite (la verifica avviene tramite valvola di 15 campionamento) e dunque, a quel punto si scarica il prodotto verso la sezione di espansione controllata.

Questo sistema a due o più serbatoi in serie ne permette l'utilizzo nel momento in cui la matrice di un serbatoio si esaurisce ma non la capacità estrattiva del 20 solvente.

Una volta terminato il processo di estrazione (sia in singolo o multiplo passaggio) il solvente viene inviato verso la sezione successiva di evaporazione (vedasi figura 7).

25 Più in particolare, al termine della fase estrattiva, il prodotto estratto in uscita dal processo di lavorazione nel contenitore diffusore viene inviato al serbatoio (S291) di espansione sottovuoto al fine di ottenere un concentrato dei principi attivi estratti.

30 In questo modo, iniettando il solvente intorno ai 150°C (o comunque nel suo range sub-critico tra i 130°C e i 150°C) in un ambiente (Il serbatoio S291 di figura 7)

dove la temperatura di evaporazione è mantenuta opportunamente più bassa grazie ad un apposito sistema di controllo della pressione (come, ad esempio, una pompa a vuoto ad anello liquido e valvola modulante per dosare la portata del solvente iniettato) si crea una auto-evaporazione, viste le condizioni create, con un abbassamento immediato della temperatura.

Indicativamente tale abbattimento di temperatura è intorno ai 70°C nel caso di acqua.

Ciò consente di aumentare la concentrazione dell'estratto senza alterarlo evitando eventuali degradazioni, in particolare degli attivi più termolabili, derivanti da un lento raffreddamento.

La valvola modulante (P280), sempre indicata in Figura 7, regola la portata, e invia il prodotto in uscita di fine processo, dosandolo tramite retro-azione del trasmettitore di pressione (PT281).

Una volta trasferito tutto l'estratto al serbatoio di espansione la concentrazione può proseguire tramite l'iniezione di vapore nella camicia del serbatoio di espansione che trasmette l'energia necessaria senza elevare la temperatura che viene mantenuta costante tramite il controllo della pressione interna al serbatoio (sempre sotto-vuoto).

Alla temperatura di evaporazione/ebollizione di 70°C corrisponde una pressione inferiore a quella atmosferica.

RIVENDICAZIONI

1. Un impianto per un processo estrattivo con un liquido che attraversa una matrice costituita da residui di tipo organico e/o inorganico, l'impianto comprendendo:
 - Almeno una sezione di alta pressione configurata per portare il liquido in una condizione sub-critica, detta sezione di alta pressione comprendendo:
 - **a)** Almeno un serbatoio (S301, S401) formante un volume di contenimento (31) per il contenimento di uno o più cestelli (10) atti al contenimento, ogni uno, di una matrice organica e/o inorganica;
 - **b)** Uno o più di detti cestelli (10);
 - **c)** Un condotto di mandata (32) entrante nel volume di contenimento (31) del serbatoio per condurre il liquido entro il detto serbatoio ed un condotto di uscita (33) per condurre il liquido in uscita dal detto serbatoio;
 - Ed in cui almeno la parte di condotto di mandata predisposto nel volume di contenimento (31) del detto serbatoio (S301, S401) e i detti uno o più cestelli presentano una distribuzione di forature in modo tale per cui almeno una parte del liquido entrante nel volume di contenimento (31) si diffonde radialmente all'interno del volume di contenimento investendo ed attraversando i detti cestelli radialmente attraverso la distribuzione di fori dei detti cestelli.
2. L'impianto, secondo la rivendicazione 1, in cui nella detta sezione di alta pressione è compreso un secondo mezzo di riscaldamento (H201), preferibilmente un secondo scambiatore di calore, in modo tale da portare il liquido in una condizione subcritica.

3. L'impianto, secondo la rivendicazione 1 o 2, in cui,
in caso in cui il solvente è acqua, detta condizione
subcritica corrisponde ad una temperatura del liquido
5 compresa in un range tra 125°C e 155°C,
preferibilmente tra 130°C e 150°C, preferibilmente con
una pressione compresa tra i 3 bar ed i 6 bar.
- 10 4. L'impianto, secondo una o più delle precedenti
rivendicazioni, in cui detta sezione di alta pressione
è configurata per raggiungere e mantenere una
pressione operativa compresa in un range tra i 3 bar
ed i 6 bar.
- 15 5. L'impianto, secondo una o più delle precedenti
rivendicazioni, in cui il condotto di mandata si
estende all'interno del volume di contenimento ed è
provvisto di una pluralità di fori passanti (F) lungo
la sua lunghezza, ogni cestello formando uno spazio
20 anulare (12) di contenimento della matrice delimitato
da una prima parete (13) ed una seconda parete (11)
che circonda la prima parete, dette prima e seconda
parete essendo dotate di una pluralità di fori (11'',
25 14) passanti e con la prima parete che è in forma di
un tubolare cavo longitudinalmente in modo tale da
formare un canale assiale (C) di dimensione tale da
poter accogliere scorrevolmente lungo di esso il
condotto di mandata (32), in modo tale che uno o più
cestelli possano essere impilati all'interno del
30 volume di contenimento (31) con il condotto di mandata
(32) che si infila e attraversa il detto canale (C) di
ogni cestello (10), tale per cui in uso, il flusso di
liquido risalente il condotto di mandata (32)
fuoriesce radialmente dai fori (F) del condotto di

mandata intercettando i fori della prima parete (13) di ogni cestello per entrare nello spazio (12) del cestello ed attraversare radialmente lo spazio (12) uscendo dai fori della seconda parete.

5

6. Un impianto, secondo una o più delle precedenti rivendicazioni, in cui in uscita dalla sezione di alta pressione è compresa una successiva sezione (S291, P290) di espansione controllata posta in comunicazione fluida, preferibilmente comunicazione liquida, con la sezione di alta pressione.
10
7. L'impianto, secondo una o più delle precedenti rivendicazioni, in cui in ingresso alla sezione di alta pressione è compresa una sezione di pre-riscaldamento posta in comunicazione fluida, preferibilmente comunicazione liquida, con detta sezione di alta pressione e configurata per riscaldare il liquido ad un primo valore di temperatura prima 20 dell'ingresso nella sezione di alta pressione.
15
8. L'impianto, secondo la rivendicazione 7, in cui la detta sezione di pre-riscaldamento è configurata per riscaldare il solvente in un range di temperatura tra 25 85°C e 97°C, preferibilmente circa 95°C.
20
9. L'impianto, secondo una o più delle precedenti rivendicazioni, in cui la detta sezione di pre-riscaldamento forma un anello di circolazione chiuso comprendente:
30
 - Almeno un serbatoio di contenimento (S101) e;
 - Primi mezzi di riscaldamento (H101) in modo tale per cui il liquido possa circolare una o più volte dal serbatoio verso i detti primi mezzi di riscaldamento o viceversa, preferibilmente un primo scambiatore di
35

calore, in modo tale da raggiungere una predeterminata temperatura, preferibilmente detta temperatura essendo in un range di temperatura tra 85°C e 97°C, ancor più preferibilmente circa 95°C;

5 - Una conduttura di uscita che mette in comunicazione fluida la detta sezione di preriscaldamento con la detta sezione di alta pressione.

10 10. L'impianto, secondo una o più delle precedenti rivendicazioni, in cui la detta sezione di alta pressione forma un anello di circolazione chiuso comprendente il detto almeno un serbatoio (S301, S401) e i detti secondi mezzi di riscaldamento (H201) in modo tale per cui il liquido possa in uso circolare in detto anello chiuso una o più volte passando, ad ogni giro, dai secondi mezzi di riscaldamento (H201) per raggiungere la condizione subcritica per essere poi immesso in detto serbatoio attraverso il condotto di mandata (32) ed uscire da detto serbatoio attraverso il condotto di uscita (33), ed in cui il liquido ricircola lungo detto percorso ad anello chiuso nel caso di un numero di circolazioni maggiore o uguale a due oppure, nel caso di singola circolazione, al termine di detta prima circolazione viene indirizzato alla successiva sezione di espansione controllata, ed in cui è prevista almeno una pompa che mantiene tale circolazione ed una conduttura che collega detta sezione di alta pressione con la successiva sezione di espansione controllata.

25

30

11. L'impianto, secondo una o più delle precedenti rivendicazioni, in cui il cestello (10) prevede una parete esterna (11) traforata ed una parete interna (13) traforata formante il canale assiale (C),

35

preferibilmente essendo il cestello di forma sostanzialmente cilindrica con la detta parte esterna ed interna cilindriche.

- 5 12. L'impianto, secondo una o più delle precedenti rivendicazioni, in cui il condotto di mandata si estende all'interno del volume di contenimento lungo una direzione assiale coincidente con l'asse longitudinale del serbatoio ove si inserisce.

10

13. Un metodo per effettuare un processo estrattivo con un liquido che attraversa una matrice costituita da residui di tipo organico e/o inorganico, il metodo comprendendo almeno una fase estrattiva che prevede:

15

- a) Predisposizione di uno o più cestelli (10) aventi, ogni uno, uno spazio (12) ove riporre una matrice organica e/o inorganica ed in cui ogni cestello ha una distribuzione di fori che consente il passaggio di un liquido che, attraversando il cestello, passa attraverso il detto spazio (12) intercettando la matrice predisposta nel detto spazio (12);

20

- b) Predisposizione di una matrice organica e/o inorganica in detto spazio (12) dei detti uno o più cestelli;

25

- c) Predisposizione di detti uno o più cestelli all'interno del volume di contenimento (31) di almeno un serbatoio (S301, S401);

30

- d) Invio di un liquido all'interno del detto volume di contenimento (31) del serbatoio in modo tale da intercettare i detti uno o più cestelli;

- e) Ed in cui il liquido entrante nel detto volume di contenimento si diffonde radialmente all'interno del detto volume di contenimento (31) investendo ed attraversando i detti cestelli

35

radialmente;

- Ed in cui il liquido in detta fase estrattiva è in una condizione subcritica.

5 **14.** Il metodo, secondo la rivendicazione 13, in cui, nel
caso in cui detto liquido è acqua, detta acqua nella
detta fase estrattiva in detta condizione subcritica
viene portata ad una temperatura compresa tra i 125°C
e i 155°C, preferibilmente tra i 130°C e i 150°C,
10 preferibilmente ad una pressione compresa in un range
tra i 3 e i 6 bar.

15 **15.** Il metodo, secondo la rivendicazione 13 o 14, in cui,
al termine di detta fase estrattiva, è prevista una
successiva fase di espansione sottovuoto del liquido
in modo tale da causarne un abbattimento di pressione
e temperatura.

20 **16.** Il metodo, secondo la rivendicazione 15, in cui in
detta fase estrattiva si crea una auto-evaporazione
del liquido dovuto alle condizioni create con un
abbassamento immediato di pressione e conseguentemente
abbattimento di temperatura, preferibilmente portando
il liquido intorno ai 70°C nel caso di acqua.

25 **17.** Il metodo, secondo una o più delle precedenti
rivendicazioni dalla 13 alla 16, in cui, prima di
detta fase estrattiva, è prevista una fase di pre-
riscaldamento del liquido.

30 **18.** Il metodo, secondo la rivendicazione 17, in cui detta
fase di pre-riscaldamento determina il raggiungimento
per il liquido di un range di temperatura sotto il
35 valore di evaporazione, preferibilmente nel caso di

acqua detta temperatura essendo compresa tra gli 80°C e i 97°C, ancor più preferibilmente a pressione atmosferica.

5 **19.** Il metodo, secondo una o più delle precedenti rivendicazioni dalla 13 alla 18, in cui, in caso di più cestelli inseriti nel volume di contenimento (31), questi sono impilati l'uno sull'altro.

10 **20.** Il metodo, secondo una o più delle precedenti rivendicazioni dalla 13 alla 19, in cui il detto metodo viene eseguito con un impianto in accordo ad una o più delle precedenti rivendicazioni dalla 1 alla 12.

15

21. Il metodo, secondo una o più delle precedenti rivendicazioni, in cui in detta fase estrattiva:

- Detta operazione di inserimento dei detti uno o più cestelli prevedendo di inserire il/ogni cestello caricato con la matrice organica e/o inorganica scorrevolmente lungo il condotto di mandata facendo sì che il detto condotto di mandata (32) si inserisca scorrevolmente lungo il canale (C) del/di ogni cestello che può scorrere lungo di esso, il condotto di mandata fungendo dunque da spina-guida di inserimento lungo di esso di uno o più cestelli carichi con la matrice;

- Invio del liquido lungo il condotto di mandata in modo tale che il liquido si diffonda radialmente attraverso la matrice per ricadere in uscita da ogni cestello in fondo al serbatoio ed essere inviato ad una conduttura di uscita (33).

22. Il metodo, secondo una o più delle precedenti

rividicazioni, in cui in detta fase estrattiva è prevista una circolazione chiusa del liquido in condizione subcritica il quale liquido circola più volte in ingresso ed uscita da detto serbatoio (S301,
5 S401) per poi essere inviato alla successiva zona di espansione controllata una volta terminato il processo di estrazione dalle matrici organiche e/o inorganiche.

10

15

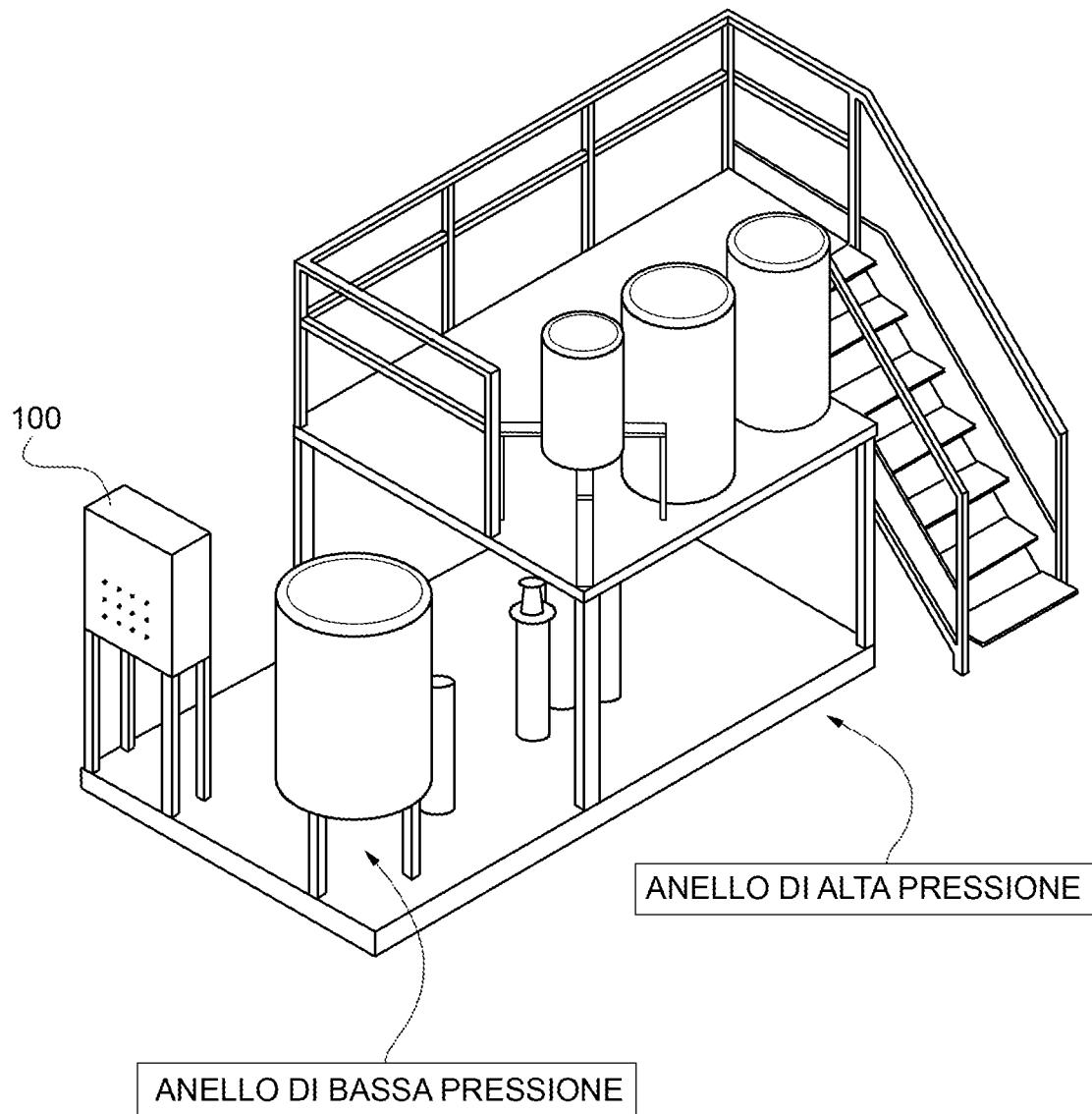
20

25

30

1/9

FIG.1



2/9

FIG.2

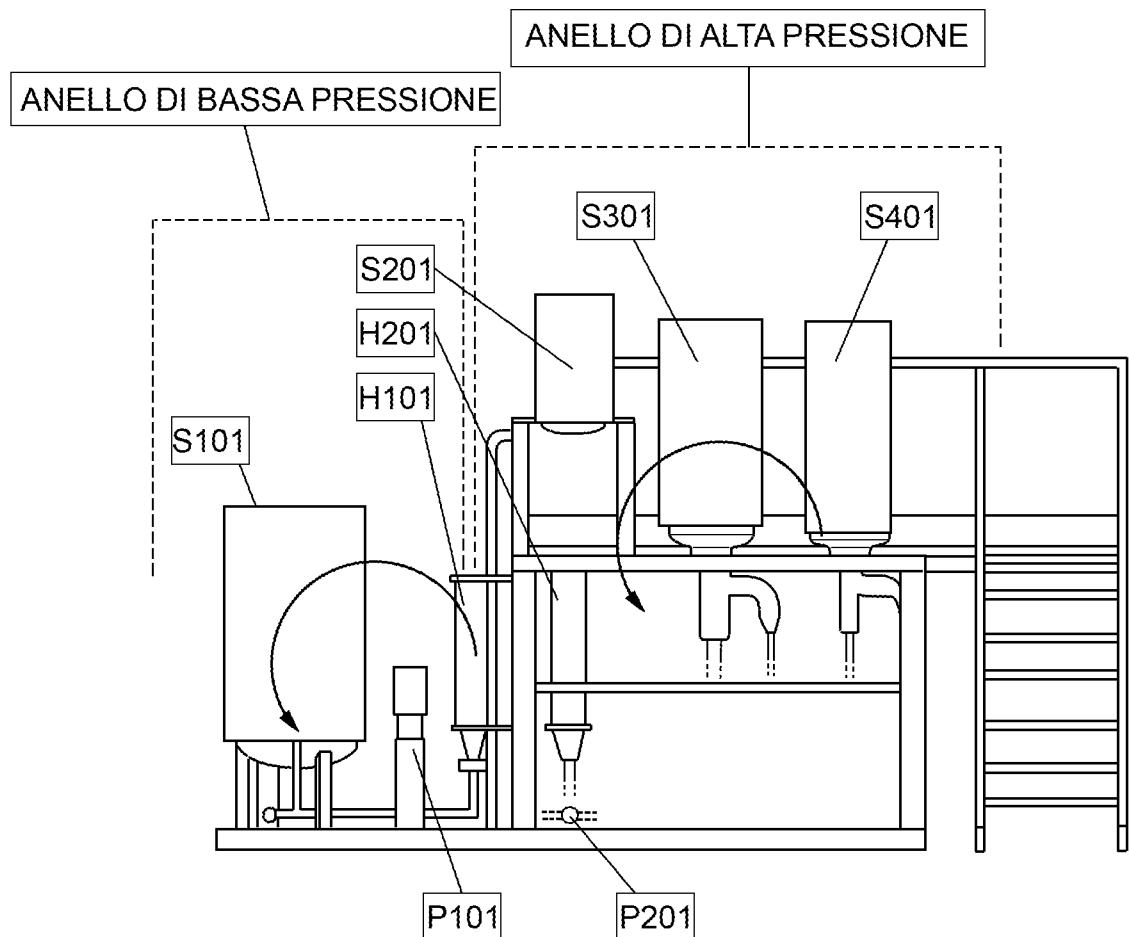
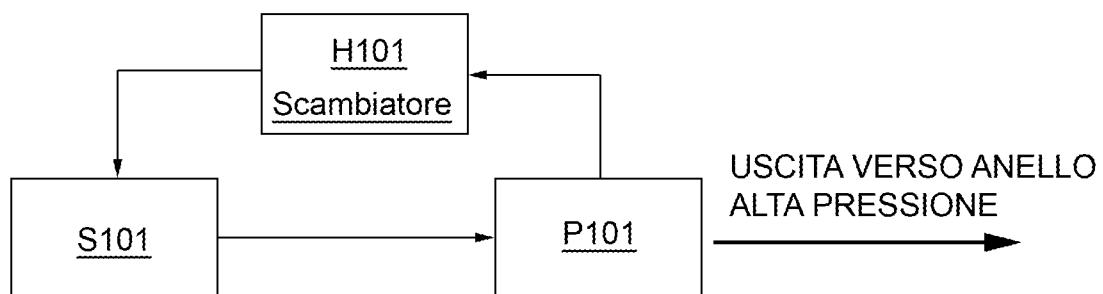


FIG.2A

(SCHEMA ANELLO DI BASSA PRESSIONE)



3/9

FIG.3

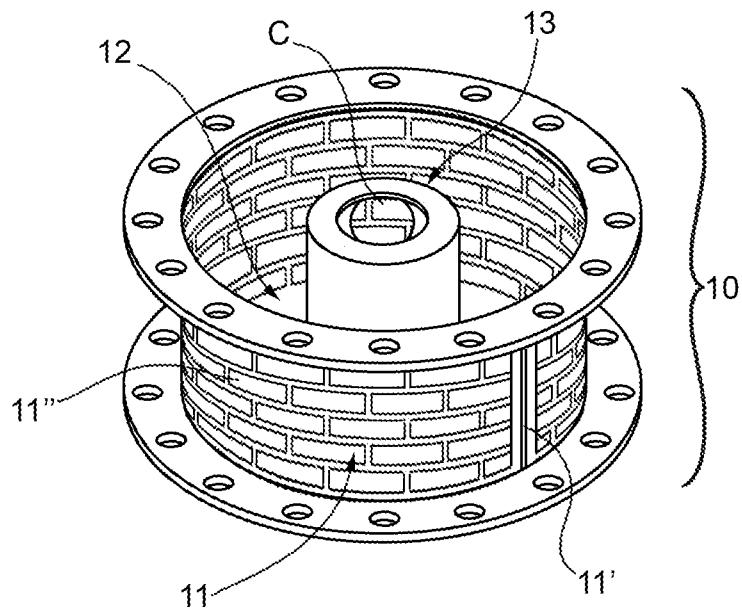
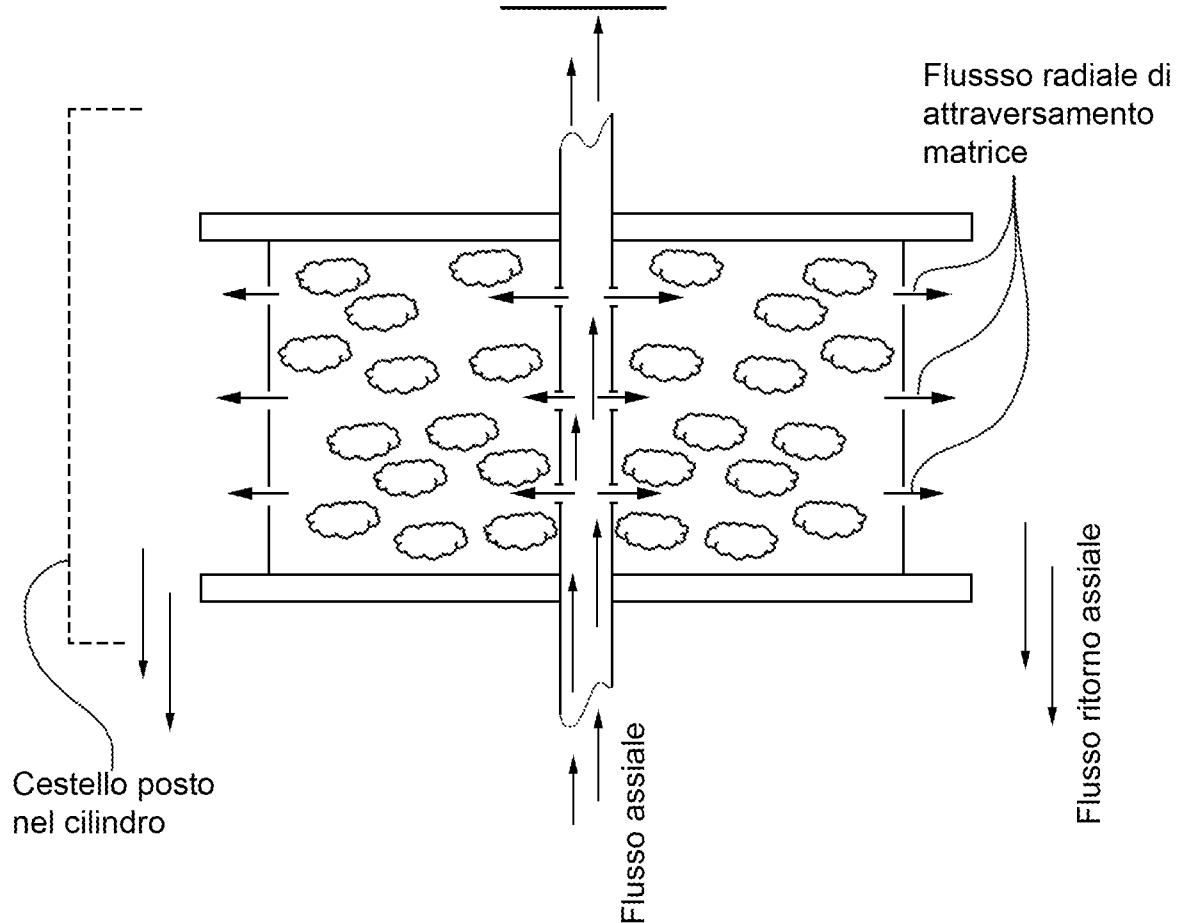


FIG.3A



4/9

FIG.3B

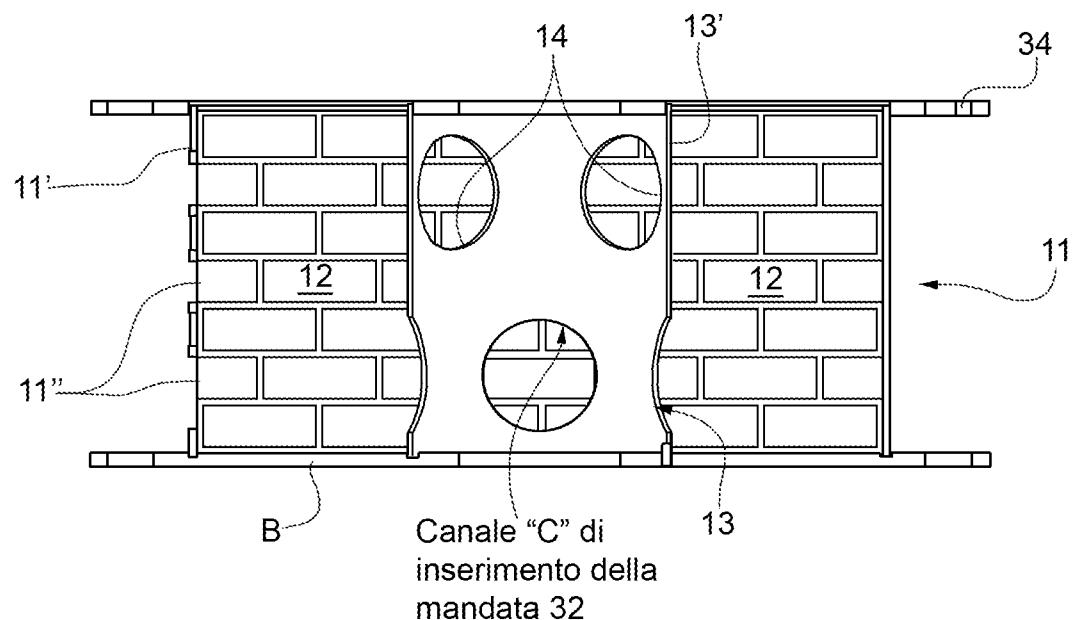
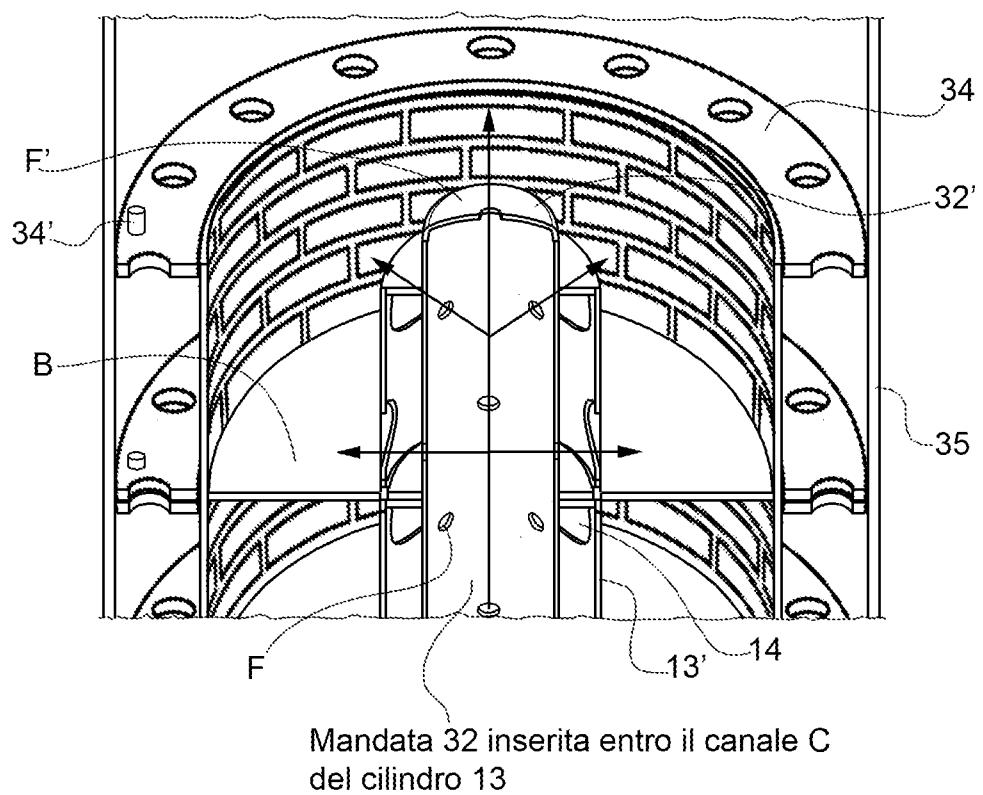
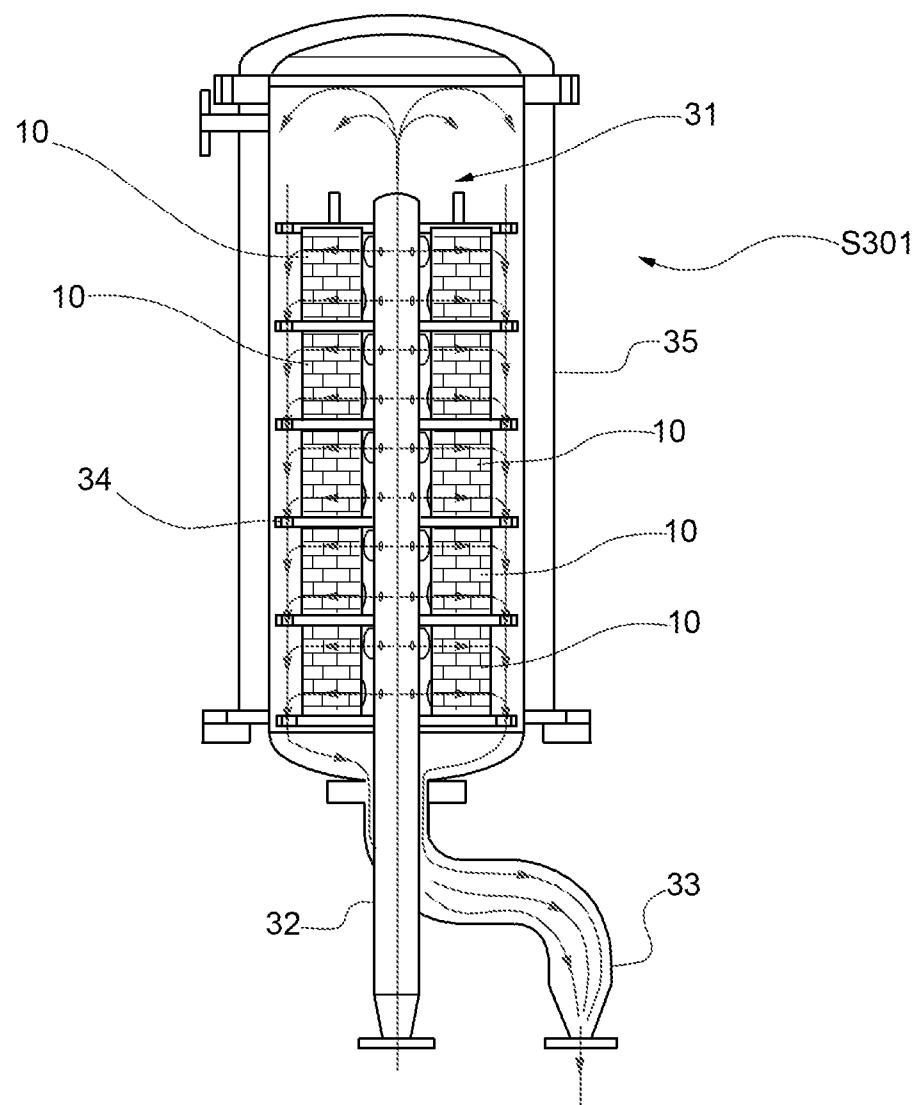


FIG.3C



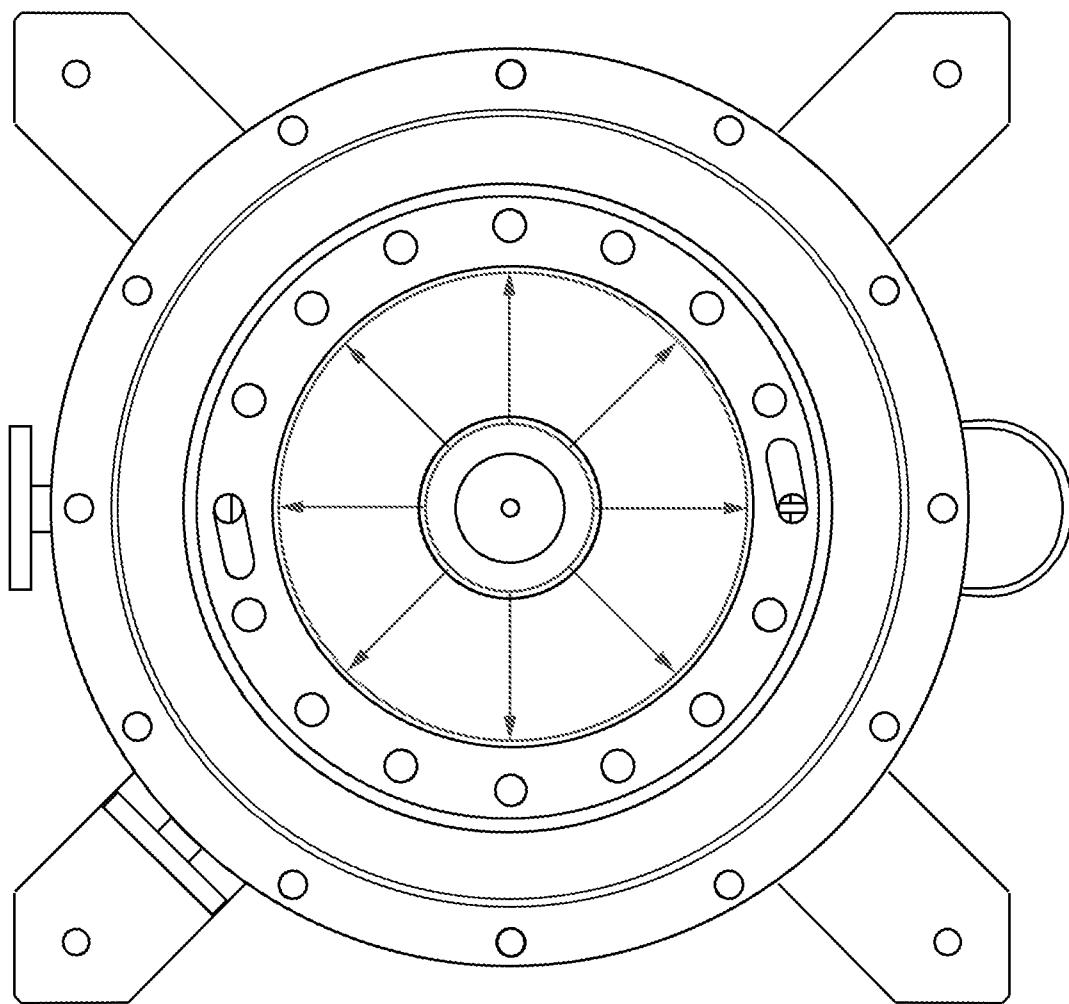
5/9

FIG.4



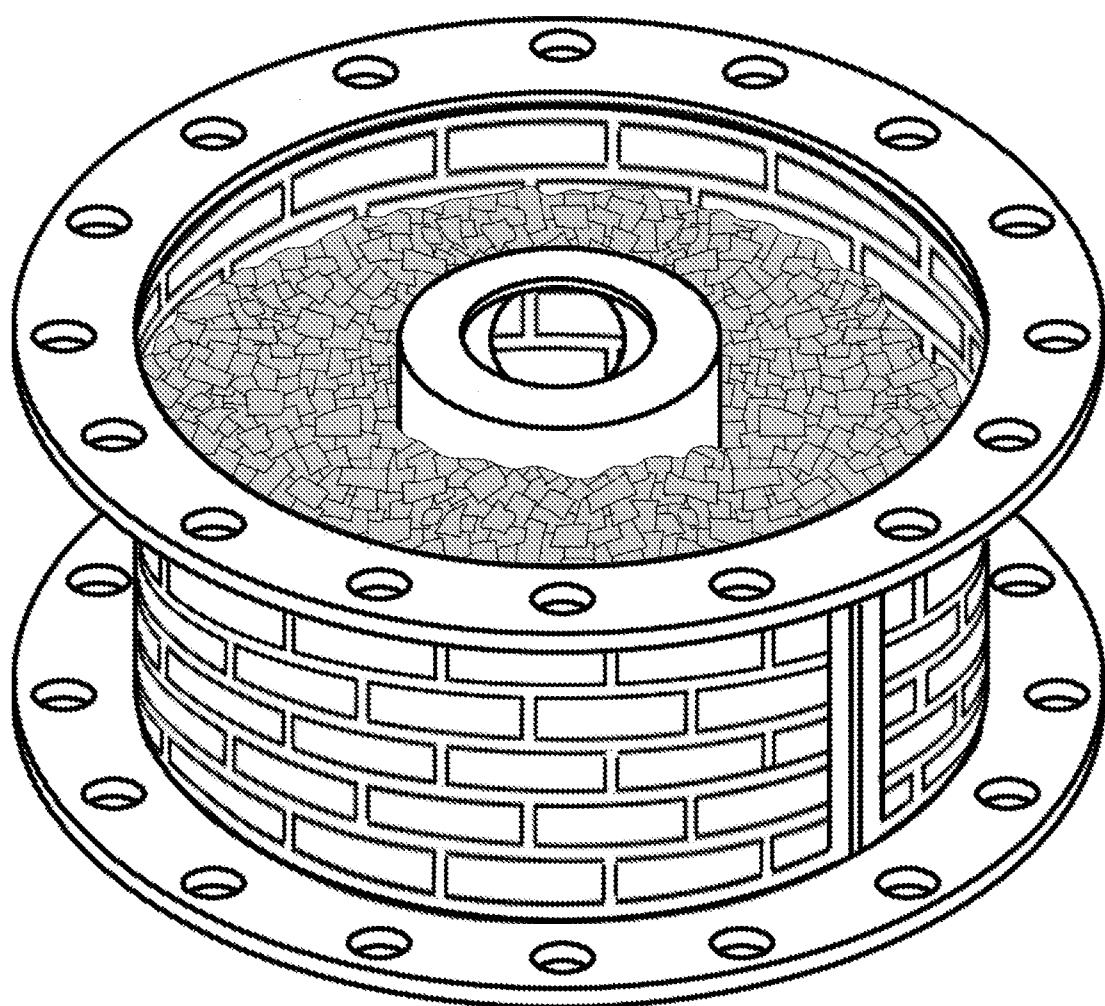
6/9

FIG.5



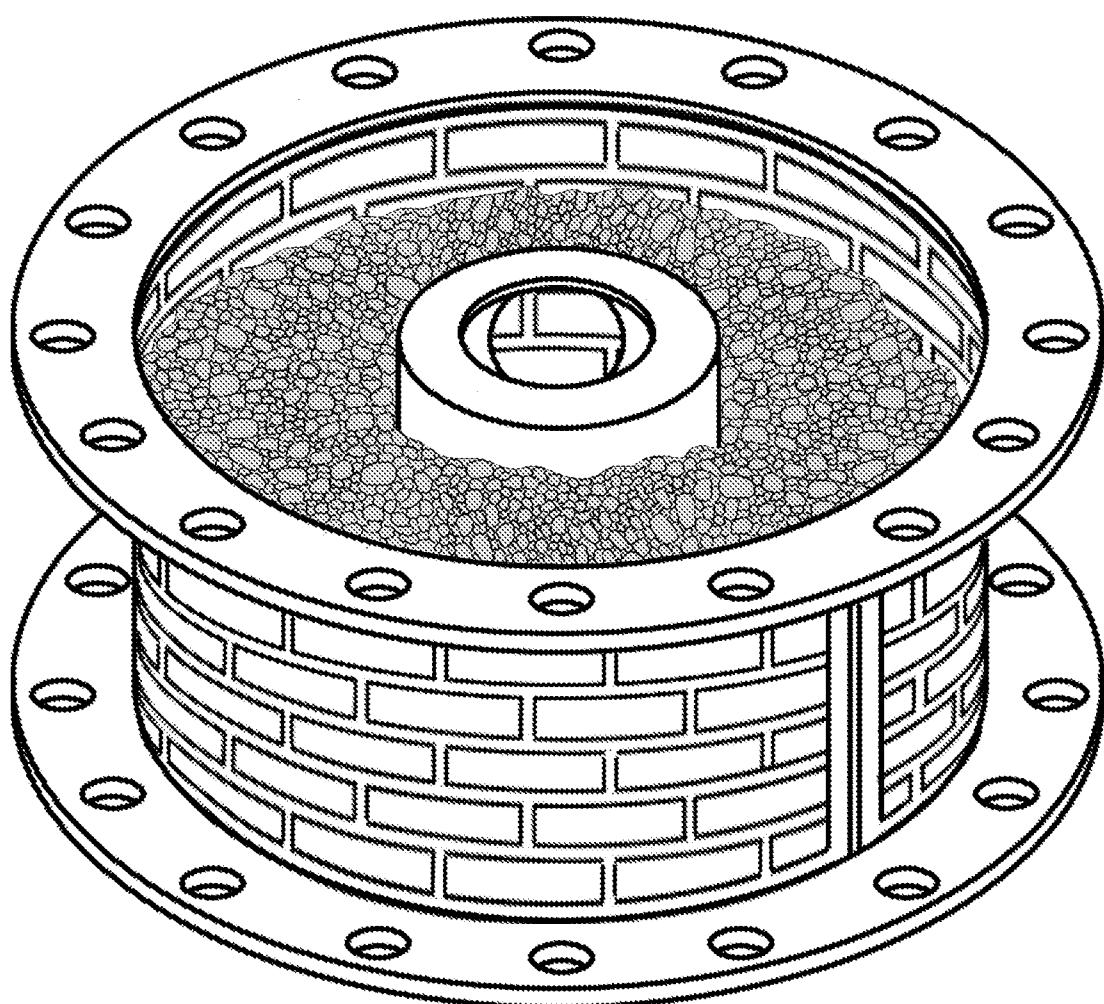
7/9

FIG.6A



8/9

FIG.6B



9/9

FIG.7

