

5. La cristallizzazione

5.1 Cristallizzazione in campo alimentare

Con il termine cristallizzazione facciamo riferimento all'operazione unitaria che permette di ottenere dei cristalli a partire da una soluzione liquida, definita acqua madre.

Questo processo molto utilizzato nell'industria alimentare viene realizzato al fine di separare i cristalli formati dalla fase liquida. In alcune applicazioni interessano i cristalli, come nella produzione dello zucchero. In altre, essi sono soltanto sfondi di lavorazione e l'interesse è rivolto piuttosto all'acqua madre. Ciò succede alla fine del processo di produzione del vino: viene indotta la formazione di cristalli di bitartrato di potassio, per poterli allontanare dal prodotto e prevenirne la formazione indesiderata in bottiglia una volta in commercio.

Perché vi sia formazione di cristalli da una soluzione è necessario essa diventi sovrassatura. A questo scopo, le azioni da compiere in campo alimentare sono le seguenti:

- abbassare la temperatura della soluzione;
- provocare l'evaporazione di una parte di solvente;
- realizzare una combinazione delle precedenti.

5.2 Concentrazione delle soluzioni

5.2.1 Generalità

Le espressioni matematiche che possono esprimere la concentrazione di una soluzione sono numerose. Tuttavia, considereremo di seguito soltanto due di esse, in quanto particolarmente utili al fine della comprensione della cristallizzazione.

$$c_W = \frac{c_{SW}}{1 - \frac{c_{SW}}{100}} \quad (5.3)$$

$$c_{SW} = \frac{c_W}{1 + \frac{c_W}{100}} \quad (5.4)$$

5.3 Solubilità e sovrasaturazione

5.3.1 Generalità

Ognuno potrà constatare quanto avviene in un recipiente contenente acqua se in essa viene aggiunto gradualmente dello zucchero. I primi cristalli introdotti si scioglieranno nel solvente, ossia andranno in soluzione. Da un certo momento in poi i cristalli addizionati, anziché dissolversi, si depositeranno sul fondo. Ciò avviene quando la soluzione, raggiunta una concentrazione limite, si può dire saturata.

Nella maggioranza delle soluzioni, la concentrazione limite (o di saturazione) varia con la temperatura. In particolare se cresce la temperatura allora aumenta anche la quantità di soluto (zucchero) in grado di sciogliersi.

La figura 5.1 mostra la curva di saturazione. Essa conferma come varia la concentrazione di saturazione in funzione della temperatura.

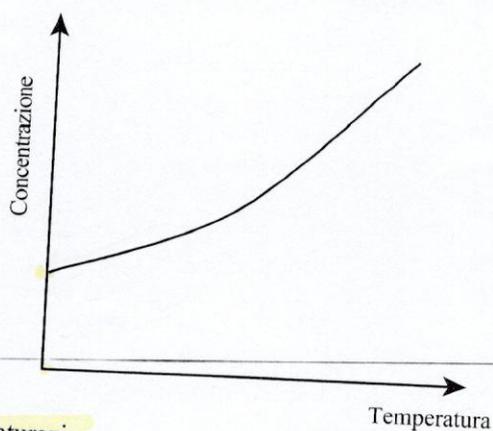


Fig. 5.1 - Curva di saturazione.

Sulla scorta di quanto esposto, si intende che la cristallizzazione può essere indotta con il semplice raffreddamento della soluzione. Considerata una soluzione acqua-zucchero molto concentrata ma non ancora saturata, al diminuire

della temperatura accade ciò che si può osservare nella figura 5.2. Nel punto iniziale I la soluzione ha una concentrazione inferiore a quella di saturazione per la temperatura a cui si trova. Raffreddando la soluzione la condizione di saturazione viene raggiunta nel punto S . Per apprezzare un'effettiva produzione di cristalli non basta un lieve decremento della temperatura, ma occorre abbassarla in modo consistente, raggiungendo il punto V . Rimandiamo l'approfondimento della questione più avanti, dovendo ora procedere ad alcune definizioni.

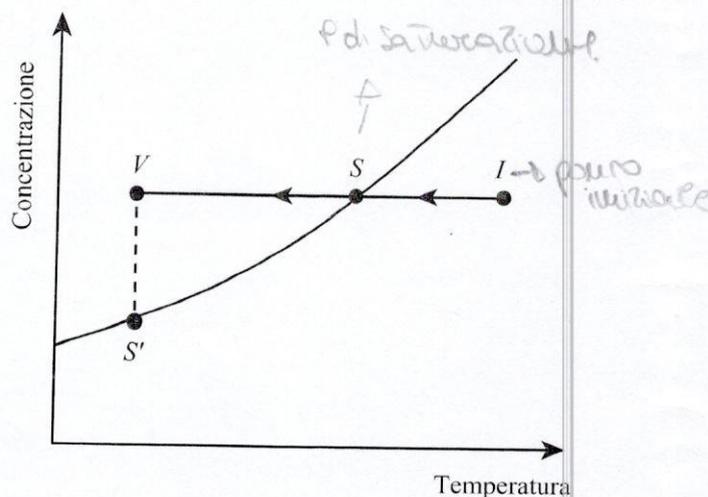


Fig. 5.2 – Il processo di cristallizzazione mediante raffreddamento.

5.3.2 Solubilità

La solubilità, che indichiamo con c^* , è la concentrazione riferita al solvente (c_w) corrispondente alle condizioni di saturazione.

Per quanto visto nel § 5.2.2, possiamo definire la solubilità come il numero massimo di parti in massa di soluto che riescono a sciogliersi in 100 parti in massa di solvente. In concreto, se a 20 °C la solubilità dello zucchero in acqua è 200, significa che in 100 kg di acqua può sciogliersi una quantità massima di zucchero pari a 200 kg.

Come già esposto nel paragrafo precedente, la solubilità aumenta con la temperatura. Il seguente polinomio descrive approssimativamente la correlazione tra la concentrazione di saturazione e la temperatura della soluzione acqua-zucchero:

$$c_{SW}^* = 64,447 + 0,08222 \cdot T + 1,6169 \cdot 10^{-3} \cdot T^2 - 1,558 \cdot 10^{-6} \cdot T^3 - 4,63 \cdot 10^{-8} \cdot T^4 \quad (5.5)$$

dove c_{sw}^* è la concentrazione, riferita alla soluzione satura, definita una temperatura della soluzione T espressa in °C.

Il valore della solubilità c^* è immediato applicando la (5.3).

Le applicazioni numeriche n. 1 e n. 2 (§ 5.7) offrono degli esempi di impiego della (5.5).

5.3.3 Sovrasaturazione

Analizzando la figura 5.2 del § 5.3.1, abbiamo compreso le condizioni necessarie perché la cristallizzazione abbia inizio. Non è sufficiente che la soluzione sia satura (punto S), ma occorre spingersi oltre, fino al punto V . Qui la soluzione si definisce sovrasatura.

Si rende necessario quantificare quest'ultima condizione, definendo il grado di sovrasaturazione Δc . Esso è dato dalla differenza tra una generica concentrazione c_w e la solubilità c^* della soluzione alla stessa temperatura, ossia:

$$\Delta c = c_w - c^* \quad (5.6)$$

La (5.6) applicata, per esempio, alla figura 5.2 risulta:

$$\Delta c = c_v - c_s$$

Dalla relazione (5.6) si ottiene un grado di sovrasaturazione positivo per tutti i punti che stanno sopra alla curva di saturazione, negativo per tutti i punti che si trovano sotto e infine nullo per quelli che giacciono sulla curva stessa.

Un'altra relazione viene definita dal rapporto di sovrasaturazione R , ossia:

$$R = \frac{c_w}{c^*} \quad (5.7)$$

dove c_w è la concentrazione generica e c^* la solubilità della soluzione alla stessa temperatura.

5.4 Le curve di saturazione e sovrasaturazione

Nel paragrafo precedente abbiamo ribadito che occorre trovarsi in un punto sovrastante la curva di saturazione perché si verifichi la cristallizzazione. In altri termini, bisogna che il grado di sovrasaturazione sia positivo. Oltre alla curva di saturazione, è importante tracciarne un'altra. Ci riferiamo alla curva di sovrasaturazione. Il grafico della figura 5.1 si fa più complesso, in quanto vengono a delinearsi delle regioni di interesse (figura 5.3), che esamineremo di seguito al fine di comprendere ciò che avviene nella realtà:

1. *Regione stabile* $\rightarrow \Delta c$ (grado di sovrassaturazione) è negativo
È lo spazio sottostante la curva di saturazione; la cristallizzazione non avviene, poiché la concentrazione della soluzione è minore di quella di saturazione.
2. *Regione metastabile* $\rightarrow \Delta c$ è positivo
È lo spazio compreso tra le due curve, quella di saturazione e di sovrassaturazione; perché inizi la cristallizzazione è necessario discostarsi dalle condizioni di equilibrio effettuando le seguenti azioni, in modo singolo o combinato:
 - agitazione della soluzione
 - aggiunta di pochi cristalli di soluto che faranno da catalizzatori
 In questa regione la formazione di cristalli procede con una velocità molto lenta.
3. *Regione di sovrassaturazione* $\rightarrow \Delta c$ è positivo
È lo spazio sovrastante la curva di sovrassaturazione;
La cristallizzazione è spontanea e avanza molto velocemente.

A questo punto viene naturale chiedersi in quali condizioni la formazione di cristalli si fermi. Intuitivamente, il processo si arresta quando la concentrazione di soluto si abbassa nuovamente, fino a raggiungere il punto corrispondente nella curva di saturazione.

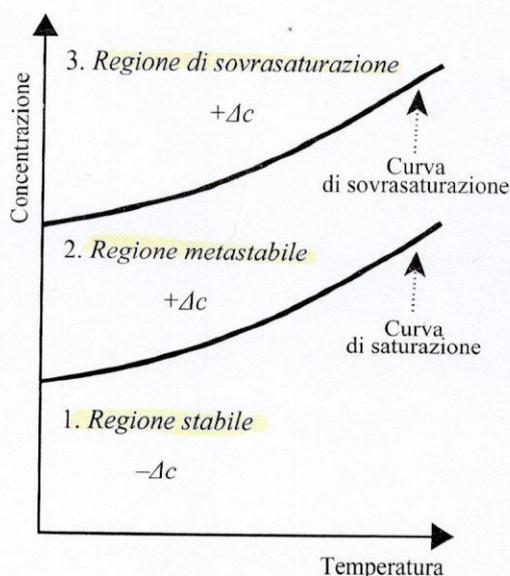


Fig. 5.3 – Regioni individuate dalle curve di saturazione e sovrassaturazione.

Infine, la descrizione della regione metastabile lascia intendere che la curva di sovrassaturazione è influenzata non solo dal tipo di soluto e di solvente (come

vale, invece, per quella di saturazione) ma anche dalle modalità con cui la cristallizzazione viene effettuata. Infatti, l'andamento della curva di sovrassaturazione varia a seconda della presenza di un meccanismo di agitazione o ancora se si raffredda la soluzione o si induce l'evaporazione del solvente, dalla velocità con le quali si raffredda o si evapora ecc.

5.5 Fasi dell'operazione di cristallizzazione

5.5.1 Generalità

Analizzando ciò che avviene durante l'operazione unitaria di cristallizzazione, si è inteso essere composta di due momenti. Nella prima fase si formano i germi cristallini, o nuclei, ossia cristalli piccolissimi in seno alla soluzione. Questo momento è chiamato nucleazione ed è seguito da una fase di accrescimento dei suddetti cristalli, i quali aumentano in dimensione e complessità. Nei paragrafi che seguono ne analizzeremo le condizioni di formazione e di sviluppo.

5.5.2 Prima fase: la nucleazione

Prima dell'inizio della cristallizzazione la soluzione è monofasica, ossia presenta soltanto la fase liquida. Quando iniziano a formarsi delle piccole parti solide, i germi cristallini, questa condizione viene meno, segno che la nucleazione ha preso avvio. Potremmo identificare i germi cristallini con lo stato primitivo, ancestrale, dei cristalli che andranno via via sviluppandosi nei tempi successivi.

Nei prossimi paragrafi, la nucleazione verrà distinta tra primaria e secondaria. Alla base della suddivisione vi è la presenza o meno nell'acqua madre (prima che la cristallizzazione possa avere inizio) di cristalli della stessa natura di quelli che si costituiranno. Come vedremo, quest'ultimo aspetto condiziona la cristallizzazione, ovvero l'eventuale presenza di cristalli la favorisce.

5.5.2.1 La nucleazione primaria

La nucleazione di tipo primario ha luogo in assenza di cristalli che ne facilitano l'inizio. Come già accennato nel paragrafo precedente, la loro presenza costituirebbe un input per la cristallizzazione. Se non vengono aggiunti cristalli, è necessario che la soluzione presenti allora un alto grado di sovrassaturazione.

Distinguiamo due tipi di nucleazione primaria:

– *Eterogenea*

Le soluzioni con cui abbiamo a che fare nell'industria alimentare contengono in sospensione delle parti solide che, sebbene molto piccole, contribuiscono all'innesco della nucleazione. Nella realtà vediamo realizzato questo tipo di cristallizzazione primaria.

– *Omogenea*

La nucleazione primaria omogenea ha luogo in una soluzione molto limpida, praticamente priva di particelle solide sospese. Nella realtà, difficilmente riscontriamo queste condizioni, ecco perché consideriamo questo tipo di nucleazione come un fatto ideale. Inoltre, perché essa si verifichi serve, mantenuti costanti tutti gli altri parametri, un grado di sovrasaturazione maggiore rispetto a quello richiesto in presenza di particelle solide.

5.5.2.2 La nucleazione secondaria

La nucleazione di tipo secondario si verifica quando nella soluzione sovratura vengono addizionati cristalli della stessa natura del soluto, allo scopo di innescare il fenomeno. Per questo tipo di nucleazione è sufficiente un grado di sovrasaturazione più modesto rispetto a quella primaria.

La ragione per cui nell'industria la nucleazione secondaria viene attuata più spesso di quella primaria è molto semplice. Aggiungere dei cristalli preformati a una soluzione poco sovratura, provocando così l'immediata nucleazione, è un'azione molto rapida. Al contrario, spingere la soluzione ad alti livelli di sovrasaturazione e attendere l'inizio spontaneo della cristallizzazione risulta più dispendioso in termini di tempo.

5.5.2.3 Il tempo di induzione e la velocità di nucleazione

Alla luce delle considerazioni fatte, viene spontaneo credere che il raggiungimento dell'adeguato grado di sovrasaturazione e la nucleazione si verifichino nello stesso istante, come fossero due eventi contemporanei. Nella pratica ciò non avviene. Da quando si realizza il livello di sovrasaturazione richiesto a quando appaiono i primi nuclei di cristallo trascorre del tempo, che definiamo *tempo di induzione*.

Un altro aspetto che, a fini pratici, interessa misurare durante la nucleazione è la rapidità con cui i cristalli si formano. Definiti un volume di soluzione e un intervallo di tempo, la quantità di nuclei cristallini che si creano offre una misura della *velocità di nucleazione*.

Entrambi questi parametri possono mutare per una stessa soluzione, in funzione di svariate condizioni. Semplificando, possiamo ridurre il tempo di induzione e, quindi, incrementare la velocità di nucleazione:

- incrementando il grado di sovrassaturazione e la velocità di raffreddamento
- realizzando l'agitazione della soluzione
- aggiungendo cristalli
- in presenza di impurità.

5.5.3 Seconda fase: l'accrescimento dei cristalli

Questo processo può essere suddiviso e analizzato in due fasi distinte. Nella prima, il soluto ancora in soluzione si avvicina ai nuclei cristallini, attorno ai quali vi è un sottile strato di soluzione meno concentrata. Questa fase si dice diffusiva, poiché il soluto diffonde attraverso il suddetto strato. Nella seconda fase, detta di deposizione, il soluto entra in vero e proprio contatto con i cristalli e si deposita attorno ad essi.

5.5.3.1 La fase diffusiva

L'aumento in dimensioni dei cristalli presuppone l'avvicinamento di nuova materia, nel nostro caso il soluto, alla superficie dei nuclei preesistenti. Ciò significa che il soluto in prossimità del cristallo sta lasciando la soluzione per divenire parte del cristallo. Ne consegue il ridursi della concentrazione di soluto nello strato (limite) a ridosso della superficie del cristallo stesso. Scatta quindi il fenomeno diffusivo dovuto proprio alla differenza di concentrazione di soluto tra lo strato limite e la restante soluzione. Infatti, il soluto tende a muoversi dalla soluzione, più concentrata, allo strato limite, meno concentrato, nel rispetto della 1^a legge di Fick (capitolo 1):

$$\frac{dm}{dt} = D \cdot A \cdot \frac{dc}{dx}$$

Nell'espressione dm è la massa di soluto in grado di diffondere nel tempo considerato dt , D il coefficiente di diffusione, A la superficie del cristallo e dc la differenza di concentrazione di soluto nello spessore dello strato limite dx .

Definiamo $dc = c - c_1$, dove c è la concentrazione della soluzione e c_1 quella all'interfaccia cristallo-strato limite, e dx come δ . Inoltre, definiamo il coefficiente di trasferimento di massa k_D come:

$$k_D = \frac{D}{\delta}$$

Effettuando delle sostituzioni, la 1^a legge di Fick diventa:

$$\frac{dm}{dt} = k_D \cdot A \cdot (c - c_1) \quad (5.8)$$

2 FASI
 DIFFUSIVA
 DEPOSITIVA

5.5.3.2 La fase di deposizione

In questa fase si concretizza l'accrescimento vero e proprio dei nuclei cristallini. Il soluto, entrando in contatto con la superficie dei cristalli, vi aderisce creando successive stratificazioni. Similmente alla fase diffusiva, esiste una relazione che descrive il fenomeno, ovvero:

$$\frac{dm}{dt} = k_R \cdot A \cdot (c_I - c^*)^i \quad (5.9)$$

Dove k_R è una costante di reazione, c^* la solubilità e l'esponente i tale che $1 \leq i \leq 2$.

5.5.3.3 La velocità di accrescimento del cristallo

Essendo i due fenomeni, diffusivo e di deposizione, in serie e in regime stazionario, le espressioni (5.8) e (5.9) potranno essere combinate in un'unica equazione, tramite l'allontanamento dell'incognita c_I . È la stessa procedura, vista nel § 7.1.5 del volume I, che applicammo per ricavare l'equazione dello scambio termico globale e partire dai singoli fenomeni di convezione e conduzione termica. Per fare ciò, nella (5.9) consideriamo il caso in cui l'esponente i vale 1, esplicitiamo sia nella (5.8) che in (5.9) l'incognita c_I quindi uguagliamo le due espressioni, ottenendo:

$$c^* + \frac{1}{k_R} \cdot \frac{1}{A} \cdot \frac{dm}{dt} = c - \frac{1}{k_D} \cdot \frac{1}{A} \cdot \frac{dm}{dt}$$

Eseguendo alcuni passaggi l'espressione diventa:

$$\frac{1}{A} \frac{dm}{dt} \cdot \left(\frac{1}{k_R} + \frac{1}{k_D} \right) = c - c^*$$

E infine, similmente alla (7.32) del volume I:

$$\frac{dm}{dt} = \frac{1}{\frac{1}{k_R} + \frac{1}{k_D}} \cdot A \cdot (c - c^*)$$

Il coefficiente globale di accrescimento dei cristalli K_G riassume in sé la costante di reazione k_R e il coefficiente di diffusione k_D , secondo la seguente formula (media armonica):

$$\frac{1}{K_G} = \frac{1}{k_R} + \frac{1}{k_D}$$

Inoltre, sapendo dal § 5.3.3 che il grado di sovrassaturazione Δc è definito come $c - c^*$, si ha:

$$\frac{dm}{dt} = K_G \cdot A \cdot \Delta c \quad (5.10)$$

L'equazione cui siamo pervenuti permette di determinare la velocità di accrescimento del cristallo, la quale, a parità di altre condizioni, risulta essere direttamente proporzionale alla superficie del cristallo e al grado di sovrasaturazione.

5.6 Gli impianti di cristallizzazione

5.6.1 Generalità

Le classificazioni degli impianti di cristallizzazione possono essere diverse a seconda della caratteristica che si vuole considerare.

Come abbiamo visto, perché vi sia cristallizzazione è necessario sovrasaturare la soluzione. Per fare ciò, possiamo abbassare la temperatura, oppure concentrare. In ciascuno dei due casi sfruttiamo un principio fisico, sulla base del quale suddividiamo gli impianti in due tipologie:

- cristallizzatori a raffreddamento;
- cristallizzatori a evaporazione.

In merito a questi ultimi, è bene fare una precisazione. Sebbene l'evaporazione sia la tecnica di concentrazione più utilizzata nelle realtà industriali, essa non è la sola. Ad esempio, l'allontanamento del solvente dalla soluzione può essere effettuato anche tramite osmosi inversa.

Infine, alcuni impianti sfruttano il raffreddamento e l'evaporazione in successione, oppure in modo simultaneo (§ 5.6.3.1).

5.6.2 Cristallizzatori a raffreddamento

5.6.2.1 Cristallizzatore discontinuo in assenza di agitazione

Il sistema prevede il raffreddamento di una soluzione calda e abbastanza concentrata all'interno di un recipiente, sfruttando la temperatura dell'ambiente a esso circostante.

Quando la temperatura si è abbassata fino a raggiungere il grado di sovrasaturazione adeguato, i cristalli iniziano a formarsi. Essi vengono recuperati dopo l'allontanamento tramite drenaggio dell'acqua madre.

Come si può intendere, questo impianto gode di un funzionamento molto elementare. Tuttavia, presenta aspetti negativi rilevanti:

1. il processo risulta lento, poiché la soluzione può impiegare qualche giorno per raggiungere il grado di sovrasaturazione necessario;

2. i cristalli ottenuti hanno dimensioni elevate e poco omogenee, a causa di velocità di raffreddamento non controllabili;
3. il drenaggio effettuato per separare l'acqua madre dai cristalli è poco efficiente;
4. richiede personale, in quanto le operazioni vengono svolte manualmente (con incidenza sui costi).

5.6.2.2 Cristallizzatore discontinuo in presenza di agitazione

Come abbiamo già visto, agitare la soluzione e incrementare la velocità di raffreddamento sono due possibili vie per accelerare il processo di cristallizzazione. Inoltre, la riduzione dei tempi porta alla formazione di cristalli piccoli e uniformi in dimensione.

Gli impianti rappresentati in figura 5.4 realizzano le caratteristiche di cristallizzazione appena descritte. La figura 5.4 (A) mostra un sistema di raffreddamento a serpentino, entro il quale viene fatta scorrere acqua a bassa temperatura. Nella figura 5.4 (B), invece, il raffreddamento si ottiene tramite acqua fredda inviata in una camicia esterna avvolgente il serbatoio. Ciò consente una più facile pulizia del cristallizzatore.

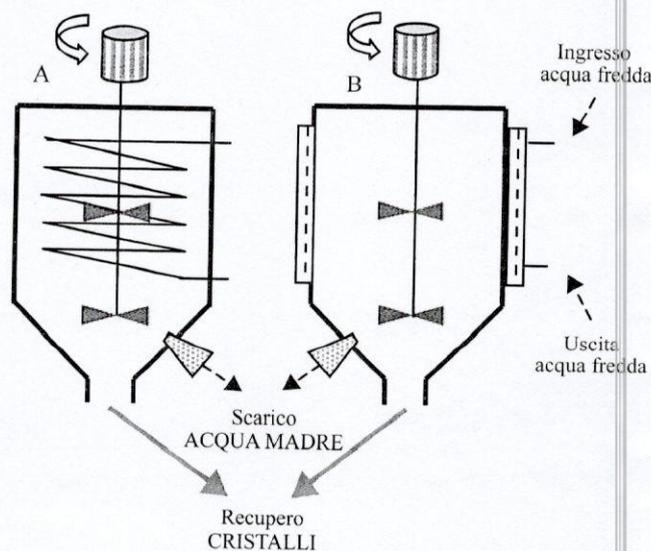


Fig. 5.4 – Cristallizzatori discontinui in presenza di agitazione con raffreddamento a serpentino (A) e raffreddamento a camicia (B).

5.6.2.3 Cristallizzatore a superficie raschiata

L'impianto in esame comprende uno scambiatore di calore a superficie raschiata (fig. 7.15 del capitolo 7 del I volume), costituito da due tubi concentrici e da un albero rotante dotato di palette raschianti.

Nel tubo centrale scorre la soluzione, grazie a una pompa posta tra serbatoio e scambiatore. Nella zona compresa tra il tubo esterno e quello centrale passa invece il fluido refrigerante. La soluzione nello scambiatore subisce simultaneamente raffreddamento e agitazione tramite palette, raggiungendo così le condizioni di sovrasaturazione richieste dal processo. I cristalli che si formano tendono ad aderire alla superficie del tubo interno, causando incrostazioni, e necessitano pertanto di essere raschiati in continuo dalle palette.

Come si può osservare in fig. 5.5, gli impianti possono assumere diverse configurazioni. Nel sistema "a passaggio" in figura A lo scambiatore di calore è posto tra due serbatoi. Nel sistema in figura B si ha invece un unico serbatoio dotato di meccanismo di "rimontaggio".

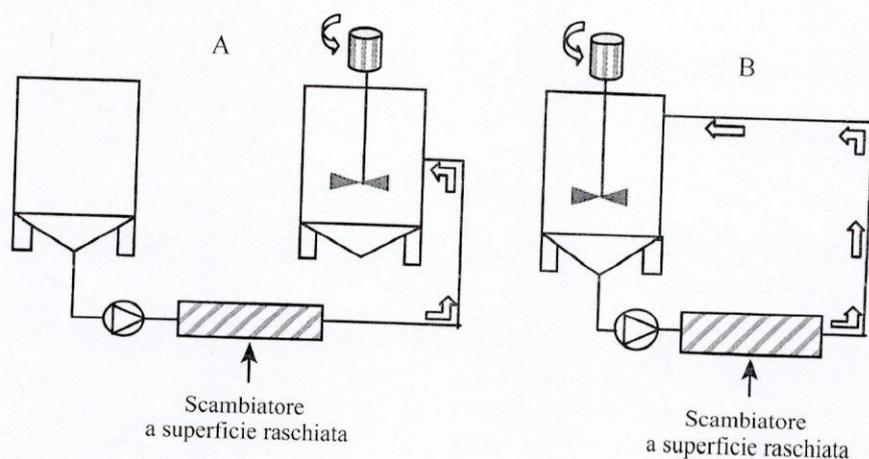


Fig. 5.5 – Scambiatore a superficie raschiata in un sistema "a passaggio" (A) e in uno "a rimontaggio" (B). L'agitazione nei serbatoi può essere presente o meno.

5.6.3 Cristallizzatori a evaporazione

5.6.3.1 Cristallizzatore sottovuoto

L'impianto che realizza la cristallizzazione sottovuoto viene qui classificato tra i sistemi a evaporazione. In realtà, come vedremo tra poco, l'evaporazione del solvente è accoppiata ad un raffreddamento del prodotto.

Per comprendere il funzionamento di un impianto di questo tipo è opportuno fare un esempio. Assumiamo di immettere acqua pura a pressione atmosferica e alla temperatura di 70 °C in un recipiente sottovuoto alla pressione assoluta di 0,12 bar.

Lungo il tubo di adduzione al recipiente avremo cura di porre una valvola di laminazione che, tramite le perdite di carico (attriti), produca il calo di pressione (vedasi anche approfondimenti in § A.5.8). Sarà essa a mantenere la differenza

di pressione tra il valore atmosferico e quello di 0,12 bar del recipiente sotto vuoto. Con riferimento alla tabella del vapore saturo (tab. 1.1 del capitolo 1) sappiamo che a questo valore di pressione corrisponde una temperatura di saturazione di 50 °C. Inevitabilmente, il sistema tende a raggiungere l'equilibrio, ossia l'acqua si raffredda, passando da 70 a 50 °C. Per fare ciò, la fase liquida è costretta a cedere parte del calore ad alcune molecole d'acqua che passano così allo stato di vapore. La frazione di calore ceduta per realizzare il cambiamento di stato (da liquido a vapore) è detta calore latente di evaporazione.

Tuttavia, nel processo di cristallizzazione non disponiamo di acqua pura, ma di una soluzione composta di acqua e soluto. Ciò nonostante, il principio di funzionamento rimane lo stesso. La sola differenza consiste in un innalzamento ebullioscopico della soluzione stessa, rispetto all'acqua pura. Nel nostro esempio, la soluzione alla fine avrà una temperatura leggermente superiore a 50 °C. In altre parole, alla stessa temperatura, la tensione di vapore dell'acqua in soluzione sarà minore di quella dell'acqua pura.

La figura 5.6 rappresenta la conformazione più semplice di cristallizzatore sottovuoto. Esso è composto da due elementi principali, quali un serbatoio sottovuoto e uno scambiatore di calore (di frequente a fascio tubiero).

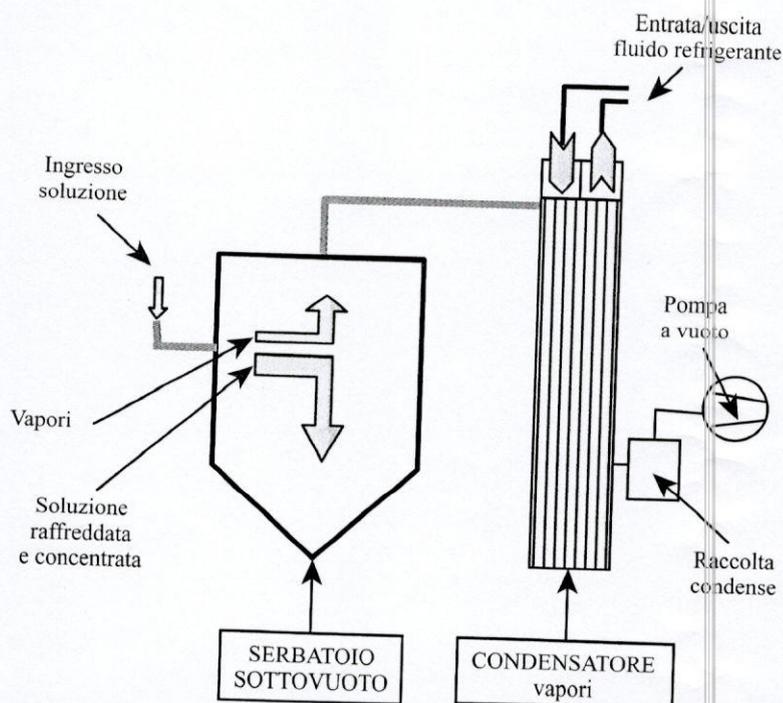


Fig. 5.6 – Impianto per la cristallizzazione sottovuoto.

TRASFERIMENTO
DI CALORE

In accordo con i fenomeni appena descritti, il prodotto, fatto passare attraverso la valvola di laminazione (non visibile nella figura) e immesso nel serbatoio sottovuoto genera dei vapori, i quali vengono raccolti dal condensatore. All'interno di quest'ultimo, i vapori cedono il calore latente ricevuto nel serbatoio al fluido refrigerante, tornando allo stato liquido. Senza il condensatore i vapori si accumulerebbero nel serbatoio (o bolla) sotto vuoto, facendo salire rapidamente la pressione, quindi impedendo il procedere del fenomeno di flash-raffreddamento. Una pompa del vuoto collegata alla scambiatore si occupa invece di raccogliere e allontanare i possibili gas incondensabili originatisi dalla soluzione.

Nell'impianto appena descritto evaporazione e raffreddamento della soluzione da cristallizzare avvengono assai rapidamente. Si parla infatti di *flash-cooling*, termine che avevamo già conosciuto nel § 8.2.2 del I volume a proposito degli impianti di uperizzazione. La velocità con cui questi fenomeni avvengono permette di ottenere dei cristalli di ridotte dimensioni.

Un'altra configurazione di impianto per la cristallizzazione sottovuoto prevede un termocompressore, frapposto tra il serbatoio sottovuoto e il condensatore (fig. 5.7). Il ruolo del termocompressore, per il cui funzionamento si rimanda al

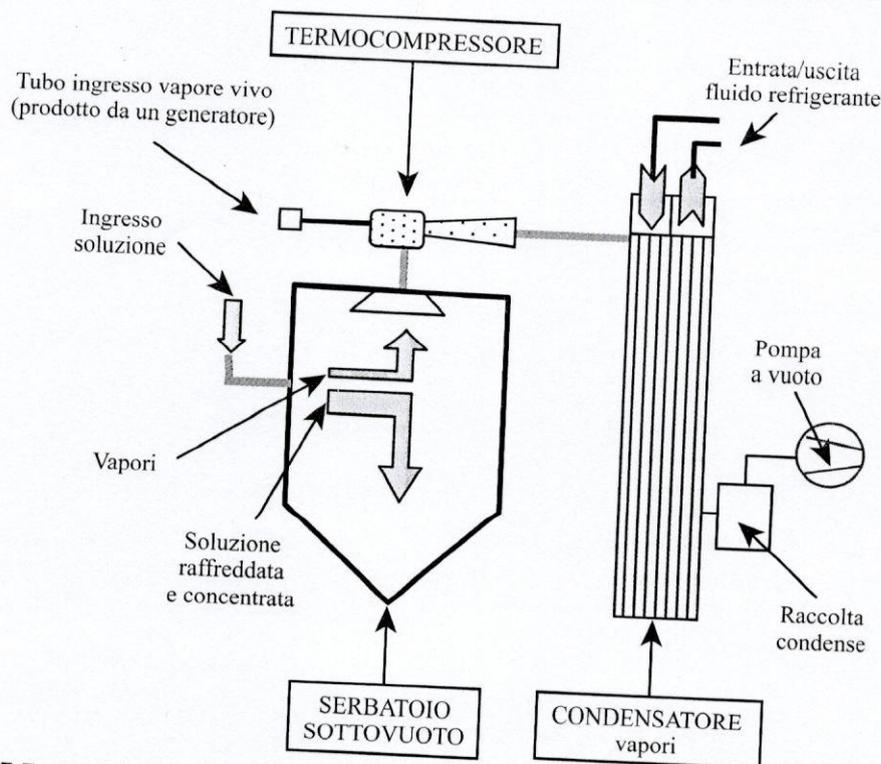


Fig. 5.7 – Impianto per la cristallizzazione sottovuoto in presenza di termocompressore.

§ 9.2.7 del I volume, è quello di creare una differenza di pressione del vapore tra il serbatoio sottovuoto e il condensatore. La pressione di vapore nel condensatore dipende dalla temperatura dell'acqua fredda. Per esempio se questa entra a 30 °C, percorrendo i tubi del fascio e ricevendo il calore latente del vapore che condensa all'esterno del fascio tubiero, si scalderà di alcuni gradi, uscendo ad esempio a 40 °C. Perché possa avvenire lo scambio termico tra il vapore condensante e l'acqua è poi necessario che il vapore stesso si trovi ad una temperatura superiore, per esempio a 50 °C. La tabella del vapore saturo (9.4 del I volume oppure 1.1 del presente volume) ci dice che la pressione corrispondente è di 0,12 bar. Come

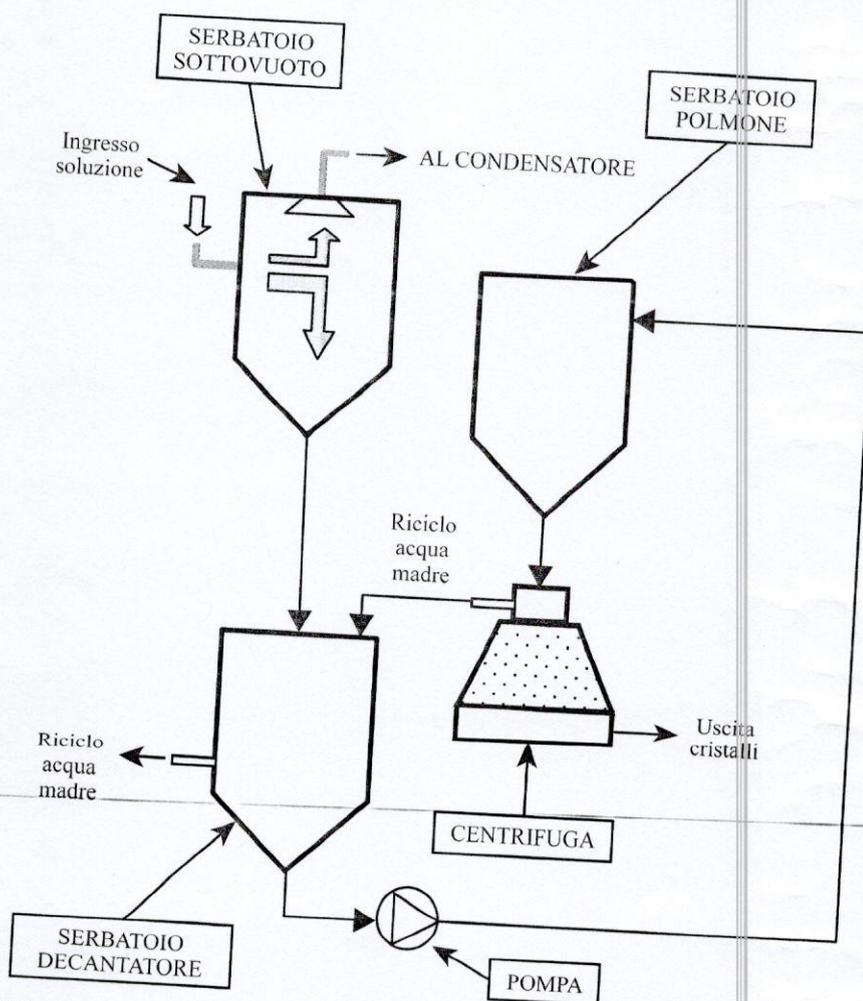


Fig. 5.8 – Impianto per la cristallizzazione sottovuoto dotato di sistemi per la separazione dei cristalli.

si evince dal § 9.2.7 del I volume, un termostato in normali condizioni d'uso può presentare una pressione allo scarico, verso il condensatore, che è circa il doppio della pressione di aspirazione dal serbatoio sottovuoto. Pertanto, avendo definito univocamente la pressione di scarico (0,12 bar) al condensatore in dipendenza della temperatura dell'acqua refrigerante del condensatore stesso, la pressione di aspirazione cioè la pressione interna del serbatoio sottovuoto sarà circa $1/2 \cdot 0,12 = 0,06$ bar. Ancora invocando la tabella del vapor saturo, osserviamo che la temperatura corrispondente è di circa 37 °C. Abbiamo quindi ottenuto, tramite la presenza del termostato, un maggior raffreddamento della soluzione (da 50 a 37 °C) e quindi una maggior cristallizzazione. Notiamo che questo risultato non è gratuito. Dobbiamo infatti utilizzare del vapore vivo di un generatore (caldaia) per far funzionare il termostato.

La fig. 5.8 mostra ancora un cristallizzatore sottovuoto, dotato però anche di tutti i componenti aggiuntivi per renderlo operativo in modo continuo.

Come già visto, il prodotto alimentare immesso nel serbatoio sottovuoto, subisce evaporazione e raffreddamento, con formazione dei primi cristalli. Questi ultimi vengono trasferiti a un secondo serbatoio, detto decantatore, sfruttando vari principi. Se il recipiente decantatore è posizionato al di sotto di quello sottovuoto i cristalli ricadono per gravità. In caso contrario, è necessario realizzare il vuoto anche nel serbatoio decantatore.

All'interno del nuovo recipiente i cristalli tendono a depositarsi sul fondo, mentre l'acqua madre non ancora esausta viene allontanata e riutilizzata nel ciclo successivo. Una pompa raccoglie i cristalli e li invia a un terzo serbatoio, detto polmone. Quest'ultimo va ad alimentare una centrifuga che libera con continuità i cristalli dall'acqua madre residua, la quale viene immessa nuovamente nel serbatoio decantatore. Come si può intuire, un impianto di questo tipo permette di realizzare la nucleazione di tipo secondario.

5.6.3.2 Cristallizzatore Oslo

Il nome di questo impianto di cristallizzazione deriva dalla città di Oslo, dove esso venne progettato e utilizzato per la prima volta dalla compagnia commerciale Kristal.

La struttura dell'impianto è visibile nella fig. 5.9. Il prodotto alimentare da cristallizzare viene prelevato da una pompa e inviato ad uno scambiatore di calore (generalmente a fascio tubiero). All'interno di esso il vapore proveniente da un generatore condensa, cedendo il calore latente di evaporazione alla soluzione alimentare.

Nel passaggio successivo, il prodotto alimentare entra nella bolla di separazione, cioè in un serbatoio sottovuoto, mantenuto tale dal fatto di essere collegato con un condensatore dove i vapori svolti all'interno del serbatoio vanno a

condensare mantenendo il vuoto desiderato. Nel serbatoio sottovuoto avviene la concentrazione, a causa dell'evaporazione. La soluzione concentrata viene infine trasferita nel serbatoio cristallizzatore vero e proprio, nel quale un substrato di cristalli preesistente funge da catalizzatore per la formazione di nuovi germi. In questa fase, i cristalli di maggiori dimensioni tendono a precipitare sul fondo del recipiente, mentre quelli più minuti rimangono sospesi nella soluzione e, assieme ad essa, vengono rimessi in circolo dalla pompa. L'acqua madre in eccesso viene invece allontanata.

Cristallizzatore Oslo è una delle tante denominazioni possibili per questo impianto. A motivo del funzionamento appena descritto viene chiamato anche "growth crystallizer", "fluidized bed crystallizer" o "fluidized suspension crystallizer".

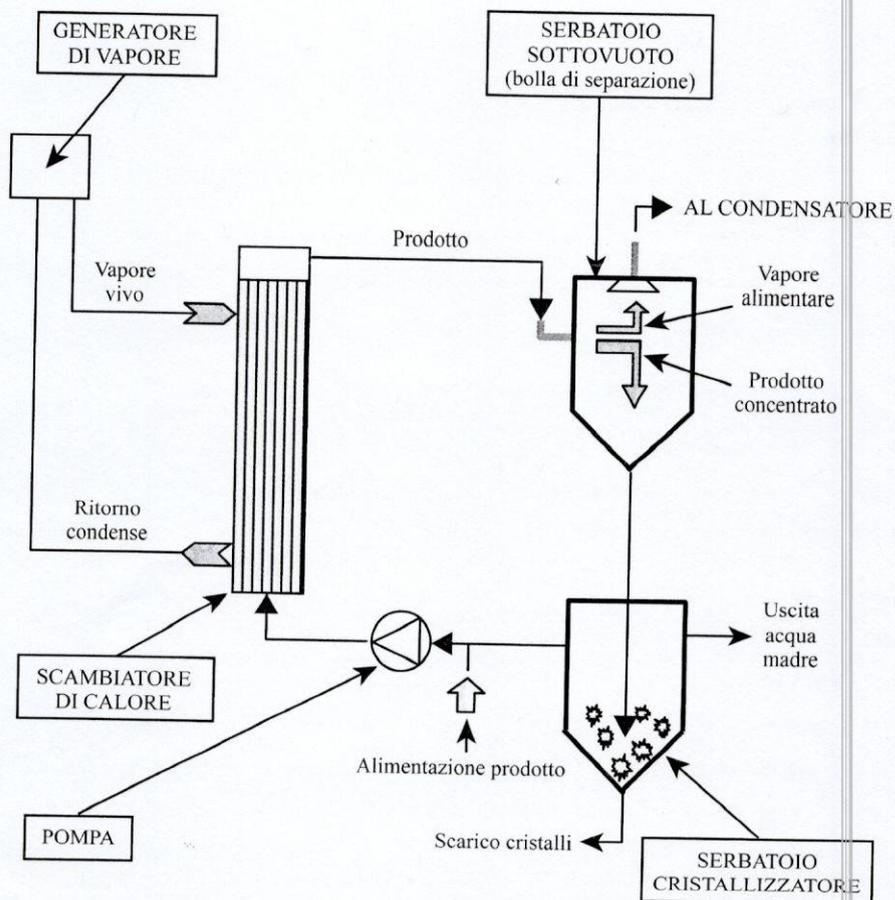


Fig. 5.9 – Componenti e funzionamento di un cristallizzatore Oslo.