

Progetto DEAOLIVA

Miglioramento della qualità, sostenibilità e sicurezza d'uso nella
deamarizzazione delle olive da tavola attraverso processi
innovativi a scala pilota

(D.M. 93882/2017 and D.M. 35902/2019)

Convegno

Risultati finali del Progetto DEAOLIVA e Incontro tecnico
per i capi panel dei comitati di assaggio riconosciuti dal
MASAF

Pescara 25 Maggio 2023

**Centro di ricerca ingegneria e trasformazioni
agroalimentari - (CREA-IT)**

Realizzazione di un dispositivo prototipale per il monitoraggio dei
principali parametri di fermentazione delle olive da tavola

M. Pagano e R. Manganiello

(CREA-IT Monterotondo)

Implementazioni tecnologiche innovative

WP Leader: Mauro Pagano
CREA-IT Monterotondo

Task 2.1: Produzione
sperimentale di olive da tavola e
patè deamarizzati/fermentati
lab-scale con o senza aggiunta di
starter

Task Leader
Barbara Lanza
CREA-IT Pescara

Task 2.2: Nuove tecniche di
selezione ottica e spettrale

Task Leader:
Francesca Antonucci
CREA-IT Monterotondo

Task 2.3: **Progettazione, sviluppo,
implementazione e messa a punto di
un dispositivo prototipale per il
monitoraggio e controllo step-by-
step, dei parametri di fermentazione**

Task Leader:
Mauro Pagano CREA-IT Monterotondo

Task 2.4: Divulgazione dei
risultati ottenuti tramite
affidamento esterno ad una
società/consorzio di O.P

Task Leader:
Barbara Lanza
CREA-IT Pescara

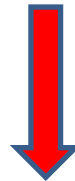
Task 2.1: *Produzione sperimentale di olive da tavola e patè deamarizzati/fermentati lab-scale con o senza aggiunta di starter*
(Task Leader: B. Lanza CREA-IT Pescara)

- **Linea 1.** Valutazione di **batteri lattici** con attività oleuropeinolitica da impiegare come starter
(B. Lanza CREA-IT Pescara)
- **Linea 2.** Valutazione di lieviti con attività oleuropeinolitica da impiegare come starter
(L. Bardi CREA-IT Torino)
- **Linea 3.** Prove di deamarizzazione/fermentazione con l'ausilio di starter singoli o misti su impianto industriale operativo in convenzione (B. Lanza CREA-IT Pescara)
- . **Task 2.2.** Nuove tecniche di selezione ottica e spettrale (F. Antonucci CREA-IT Monterotondo)
- . **Task 2.3. Progettazione, sviluppo, implementazione e messa a punto di un dispositivo prototipale per il monitoraggio e controllo step-by-step, dei parametri di fermentazione** (M. Pagano – R. Tomasone CREA-IT Monterotondo)
- . **Task 2.4.** Divulgazione dei risultati ottenuti tramite affidamento esterno ad una società/consorzio di O.P. (B. Lanza CREA-IT PE)

- **WP 2: Implementazioni tecnologiche innovative**
- **Task 2.3:** Progettazione, sviluppo, implementazione e messa a punto di un dispositivo prototipale per il monitoraggio e controllo step-by-step, dei parametri di fermentazione

WP Leader: Mauro Pagano

Partecipanti: R. Tomasone, C. Cedrola, R. Manganiello, P. Mattei, R. Ciccoritti



.....*obiettivi raggiunti, criticità affrontate e prospettive future*.....

➤ OBIETTIVI RAGGIUNTI

➤ CRITICITÀ AFFRONTATE

➤ PROSPETTIVE FUTURE



➤ OBIETTIVI RAGGIUNTI

1. È stata realizzata una nuova tecnologia per il monitoraggio dei principali parametri chimico fisici nei processi di deamarizzazione delle olive da tavola



2. Il dispositivo realizzato è prontamente impiegabile nelle aziende di settore (presso impianti produttivi), per il monitoraggio dei parametri fondamentali in una dimensione non più "lab scale" ma che consiste in una vera e propria attività di continuo monitoraggio (step by step)

Il sistema di monitoraggio delle salamoie è costituito da un insieme di sensori:

- ◆ **pH-metro:** determinazione del pH (3 – 9)
- ◆ **Termometro:** misura della temperatura (-50°C – +150°C)
- ◆ **Conduttimetro:** misura della salinità ([NaCl]: 0 – 10%)
- ◆ **Titolatore automatico:** determinazione dell'acidità libera (acido lattico: 0 – 4 g/L) e della soda residua ([NaOH]: 0 - 4% o 0 - 6 °Bé)
- ◆ **Sensore di gas semiconduttore:** determinazione dell'acidità volatile (acido acetico: 0 - 4 g/L)

L'affidabilità e l'accuratezza del sistema sono raffrontate in laboratorio con i metodi di controllo tradizionali.



3. Possibile migliorare gli aspetti qualitativi del prodotto stoccato nei contenitori in PVC anche in termini di sostenibilità ambientale e sicurezza alimentare: ➔ minimizzando gli «SPRECHI» del prodotto, agendo tempestivamente sulle eventuali alterazioni.





CREA-IT Monterotondo

Realizzazione di un dispositivo portatile di monitoraggio valori/parametri chimico fisici

20.000 €
(IVA INCL)

Allestimento Laboratorio mobile

17.500 €
(IVA INCL)



TECNOLOGIA OPEN SOURCE



PROTOTIPO LOW COST



.....Problematiche nella realizzazione del Prototipo

❑ CELLE DI PELTIER:

- ✓ **Notevole numero di rotture iniziali** - probabilmente legate al lotto di produzione

➡ Cambiato modello e fornitore.

- ✓ **Scarsa efficacia termica** ➡ è stato aumentato il numero di celle da 2 a 3 abbreviando notevolmente i tempi di risposta.

- ❑ **POMPE NON STECHIOMETRICHE:** ➡ sostituzione delle pompe centrifughe con pompe peristaltiche per evitare problemi di prevalenza, in particolare sulle pompe di gestione dell'acqua distillata, il cui contenitore viene alloggiato esternamente al box.

- ❑ **SCHEDE PILOTAGGIO POMPE STECHIOMETRICHE** ➡ Dopo aver riscontrato un notevole numero di guasti del MCU di controllo (del prodotto iniziale A4988) abbiamo preferito sostituirle con altro modello (DRV8255), che anche se dichiarato come «*pin to pin*» compatibile, è stato necessario apportare alcune modifiche alla scheda di sistema.

- ✓ Aggiunto anche un sistema di protezione per i moduli ed uno per la MCU di controllo (*Micro*

Controller Unit).



❑ SENSORI DI LIVELLO:

- ✓ Riposizionati e isolati sulle superfici laterali
- ✓ Sono state apportate alcune modifiche al software per eliminare i «*falsi positivi*» (errata presenza di liquido a livello)

❑ SOFTWARE DI CONTROLLO

- ✓ Interventi mirati ad ottimizzare i flussi fra il SO Windows del PC e le periferiche USB per risolvere alcuni conflitti e perdita di dati nella comunicazione bidirezionale con i tre microcontroller che costituiscono la parte operativa (meccatronica).

❑ SENSORE ACIDITA' VOLATILE (ACIDO ACETICO)

- ✓ E' stato adottato e testato un sensore industriale di gas organici (TGS2620), certificato per acido acetico volatile, ed il più comune e diffuso dei sensori alcolimetrici (MQ3); quest'ultimo ha dimostrato una miglior sensibilità generica ma scarsa selettività, venendo influenzato anche da altre componenti volatili (non oggetto della ricerca).

❑ SENSORE ELETTROCONDUTTIVITA'

- ✓ Alcune tipologie di salamoie (più aggressive con alta conducibilità) hanno danneggiato un sensore (Atlas Scientific con $K = 1.0$), è stato quindi adottato un diverso sensore (**Gravity DFR0300-H**) che grazie ad una maggiore sensibilità (cost. di cella $K = 10$) permette di coprire senza problemi una più ampia casistica.

**Presentazione domanda di brevetto per
invenzione industriale e/o modello di utilità**





- ✓ Trasferimento diretto, della tecnologia realizzata, presso le aziende di lavorazione / trasformazione;
- ✓ Possibile attività di formazione per gli operatori di settore (per il corretto impiego del dispositivo);
- ✓ Promozione/impiego dello strumento realizzato per il controllo *step by step* dei principali parametri chimico fisici durante le fasi di trattamento/fermentazione **di altri prodotti agroalimentari**...(Vino, succhi di frutta, birra) e trattati in salamoie (lupino, capperi ecc..)

**GRAZIE PER
L'ATTENZIONE**

Miglioramento della qualità, sostenibilità e sicurezza d'uso nella de-amarizzazione delle olive da tavola attraverso processi innovativi a scala pilota (D.M. 93882/2017 and D.M. 35902/2019)

Convegno

Risultati finali del Progetto DEAOLIVA e Incontro tecnico per i capi panel dei comitati di assaggio riconosciuti dal MASAF

25 Maggio 2023

CREA Centro di ricerca ingegneria e trasformazioni agroalimentari - Sede di Pescara

Realizzazione di un dispositivo prototipale per il monitoraggio dei principali parametri di fermentazione delle olive da tavola

M. Pagano e R. Manganiello

(CREA-IT Monterotondo)

Panoramica del dispositivo prototipale

Sistema portatile dotato di dispositivi digitali e sensorizzati per il monitoraggio continuo dei principali parametri di fermentazione delle salamoie di olive da tavola:

- Sensore di **Temperatura**,
- Titolatore (**pH, acidità libera e soda residua**),
- Conduttivimetro (**salinità**),
- Sensore di gas organici volatili (**acidità volatile**).

PC con software per controllo e gestione del funzionamento e acquisizione/archiviazione dati

Alimentazione

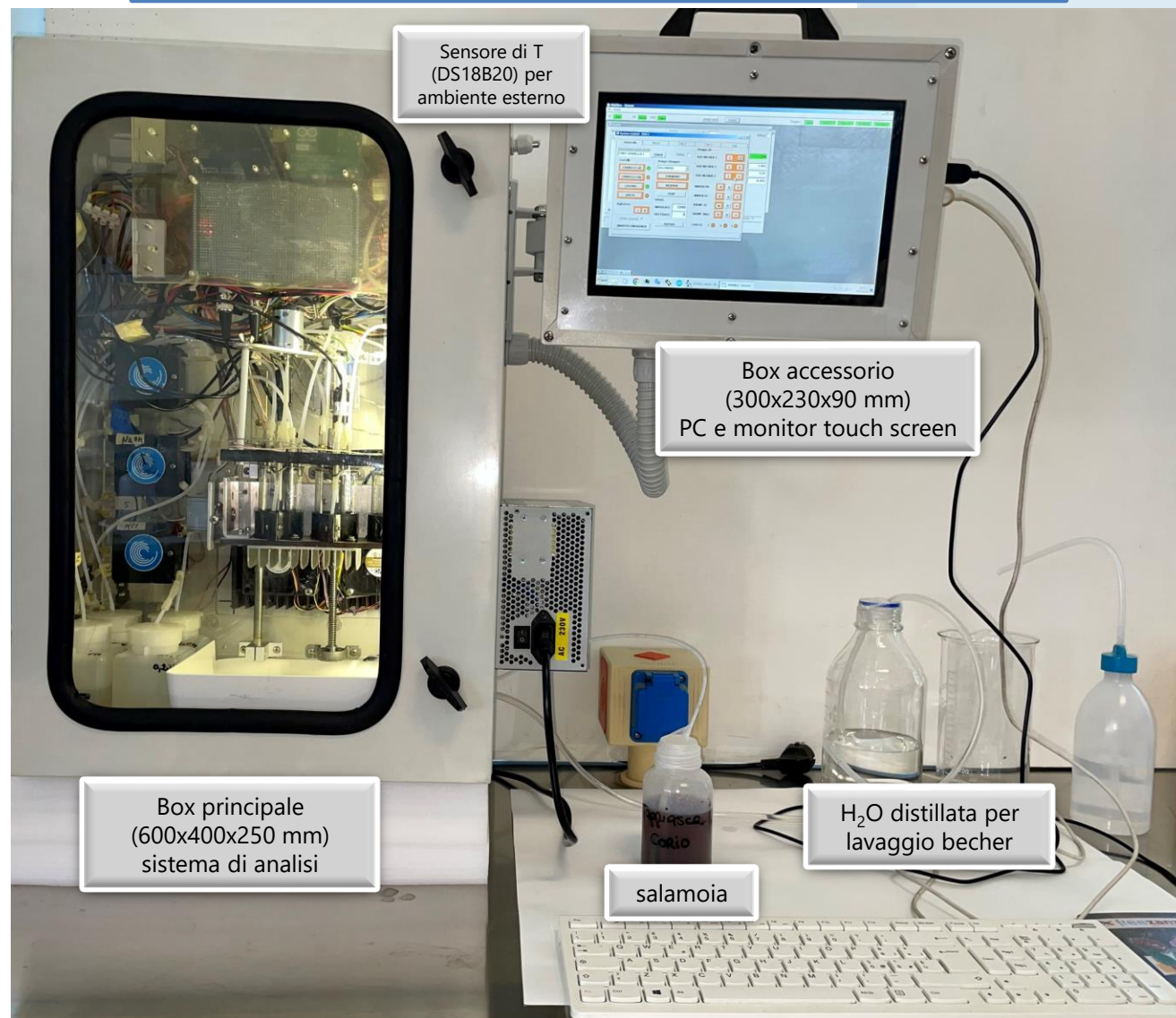
In entrata: **240 V AC**

In uscita:

12 V DC (componenti mecatronici, PC e monitor)

5 V DC (microcontrollori digitali)

Salamoia e reagenti prelevati mediante pompe peristaltiche / stepper (risoluzione $\leq \mu\text{l}$) ed inviata in 3 becher dove avvengono le varie misurazioni



Task 2.3: Progettazione, sviluppo, implementazione e messa a punto di un dispositivo prototipale per il monitoraggio e controllo step-by-step, dei parametri di fermentazione

Componenti del box principale

controllo termico:
temperatura della
cella di analisi nel
range prefissato
(20-25°C)

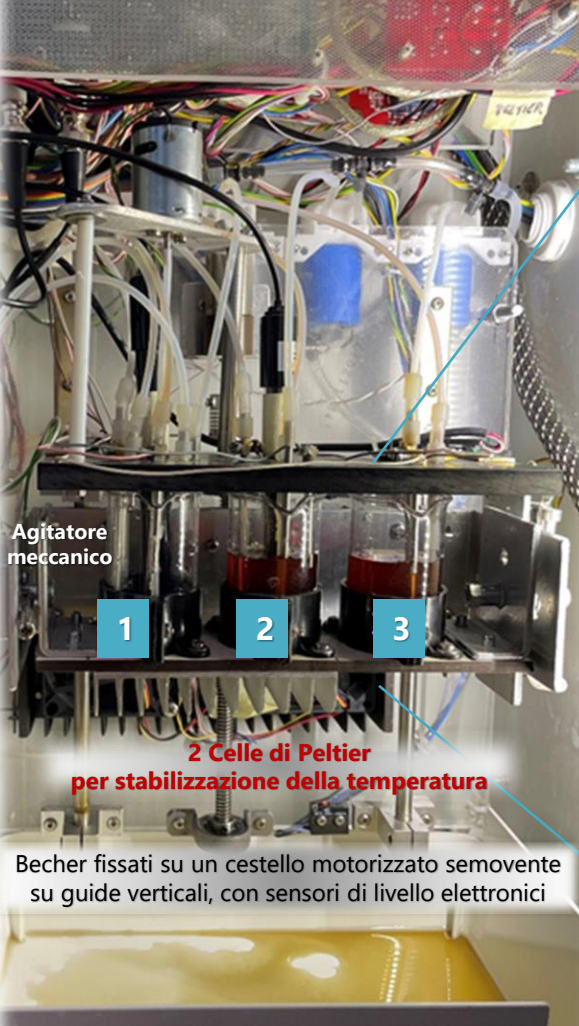
3 pompe stepper
peristaltiche
bidirezionali (portata
0-160 ml/min)
consentono di
prelevare la salamoia
e i reagenti in
quantità
stechiometriche

Reagenti e Buffer solutions:

- Buffer pH (KCl 3N)
- Buffer EC (standard solution 12880 $\mu\text{S}/\text{cm}$)
- NaOH 0.1 N
- HCl 0.2 N



3 MCU Arduino (2 Arduino Uno e 1 Arduino Mega 2560)
che interfacciano l'hardware con il sistema di controllo



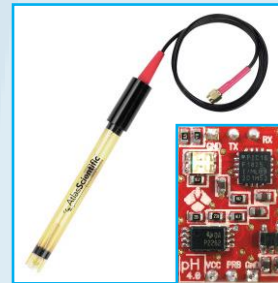
Aggitatore
meccanico

2 Celle di Peltier
per stabilizzazione della temperatura

Becher fissati su un cestello motorizzato semovente
su guide verticali, con sensori di livello elettronici

vaschetta di raccolta per svuotamento dei becher

1



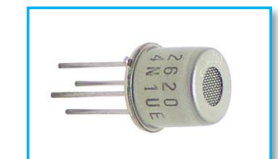
pH Circuit V4.0 (Atlas
Scientific) per titolazioni
potenziometriche
ACIDITÀ LIBERA e COMBINATA

2



conduttivimetro (DFRobot
Gravity DFR0300-H, K=10)
CONCENTRAZIONE SALINA

3



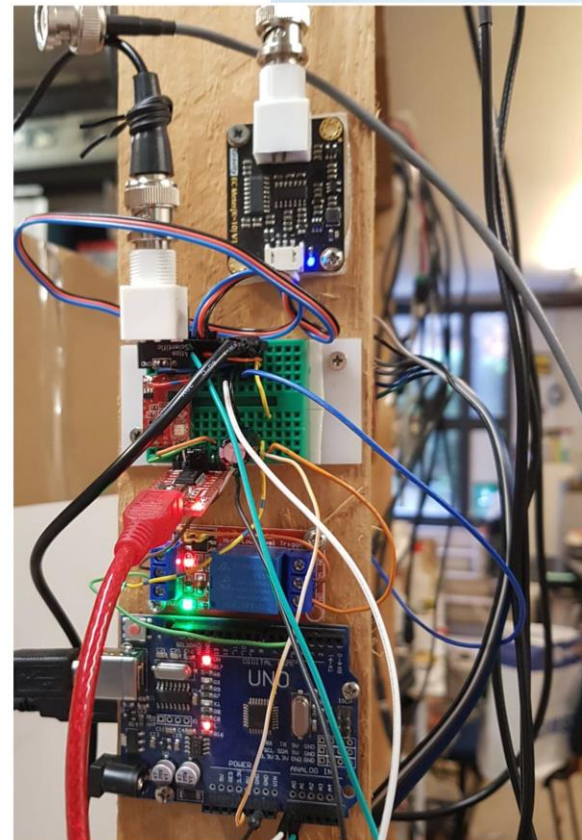
sensore di gas a film spesso
semiconduttore di ossido
metallico serigrafato
(TGS2620, Figaro Group)
ACIDITÀ VOLATILE



Componenti del box principale: MCU Aduino

3 microcontrollori con la funzione di interfacciare l'hardware con il sistema di controllo senza interagire tra loro:

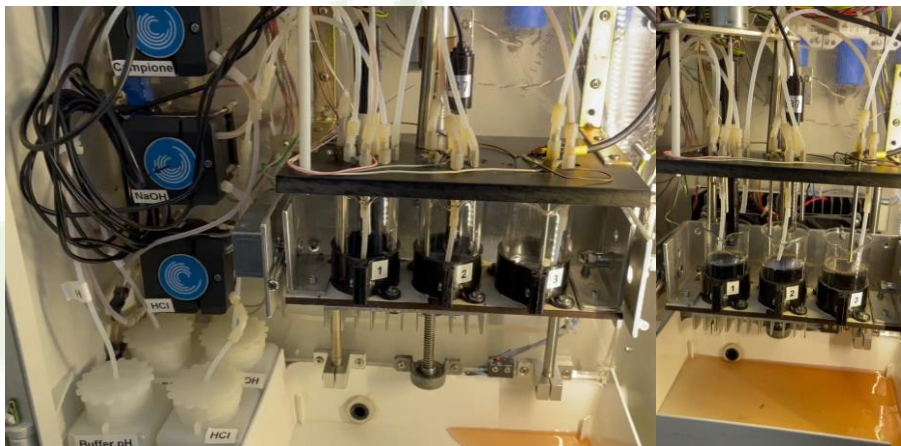
- 1. Arduino Uno** controlla le 10 pompe, i 2 motori del cestello con i 4 sensori di posizione, i 3 sensori di livello e l'agitatore;
- 2. Arduino Uno** controlla i 6 sensori di temperatura (ambiente esterno, ambiente interno, radiatore esterno, radiatore interno, cella becher 1, cella becher 3), le due celle di Peltier, il riscaldatore resistivo del becher 3 e i due ventilatori;
- 3. Arduino Mega 2560** gestisce l'alimentazione dei sensori ed ospita il software di controllo del conduttivimetro.



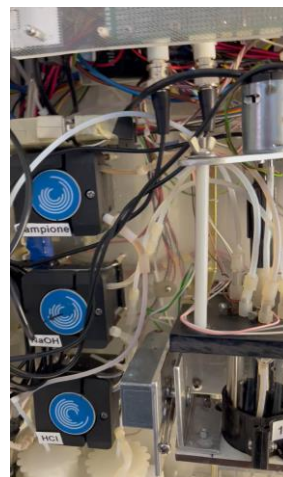
**TECNOLOGIE
OPEN SOURCE**



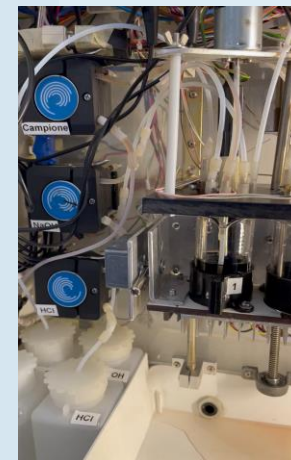
Funzionamento del prototipo: moduli di analisi



1° MODULO: lavaggio dei becher con H₂O distillata e svuotamento



2° MODULO: carico 15 ml di salamoia per la determinazione dell'acidità libera mediante titolazione potenziometrica con NaOH

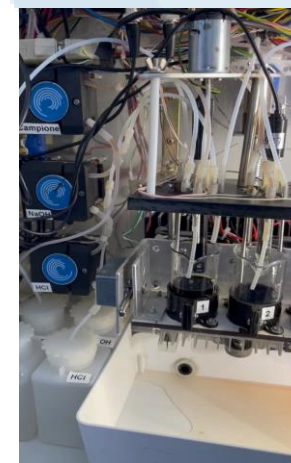


3° MODULO: Titolazione con NaOH fino a pH 8.1



7° MODULO: riempimento becher 2 e 3 con salamoia fino ai sensori di livello per la determinazione della conducibilità elettrica (2) e della quantità di vapori organici volatili (3)

5°- 6° MODULO: carico 15 ml di salamoia per la determinazione dell'acidità combinata e successiva titolazione con HCl fino a pH 2.6



4° MODULO: svuotamento e lavaggio becher 1

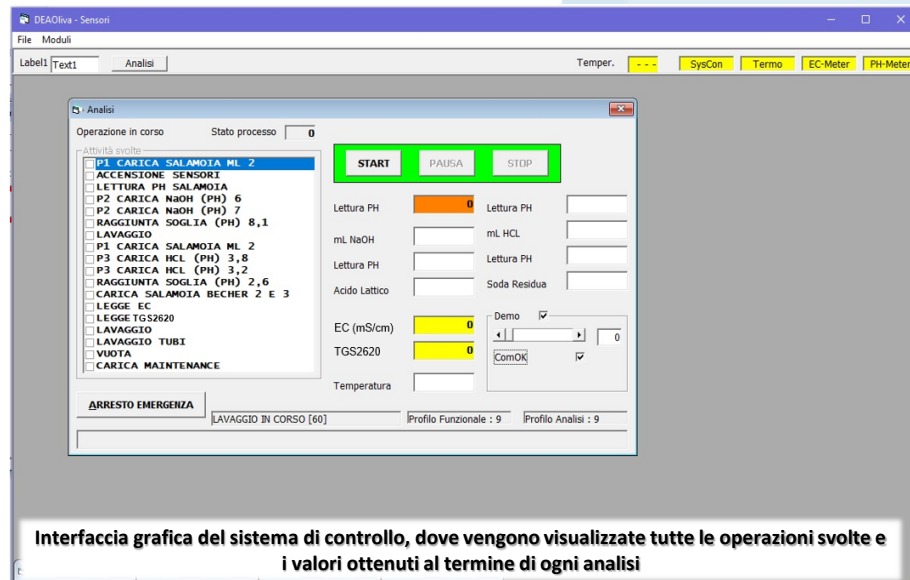
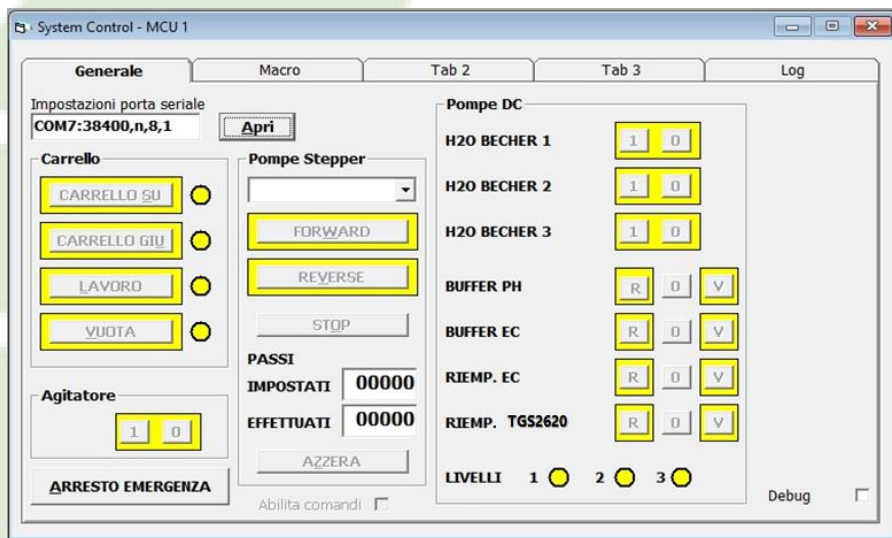


Sistema di controllo del prototipo

PC consente di configurare l'hardware, impostare i parametri funzionali dei singoli moduli (coefficienti di taratura delle pompe *stepper*) e gestire le impostazioni delle singole operazioni contenute nelle "macro".

Acquisizione ed archiviazione dei dati: possibilità di consultazione in remoto

Pannello generale di controllo



- attivare – disattivare – tarare manualmente i sensori
- eseguire manualmente ogni singola operazione: movimentazione del carrello, accensione o spegnimento dell'agitatore nel becher 1, taratura delle 3 pompe *stepper* (salamoia, NaOH e HCl), riempimento o svuotamento dei becher con acqua distillata, buffer pH-metro, buffer conduttivimetro, salamoia nei becher 2 e 3.
- arrestare l'intero processo tramite il comando "arresto di emergenza"

Analisi delle salamoie: metodi di riferimento

L'analisi dei parametri chimico-fisici dei liquidi di governo sono state effettuate secondo i protocolli riportati in Gazzetta Ufficiale* per confrontare i risultati ottenuti dalle analisi automatizzate del prototipo:



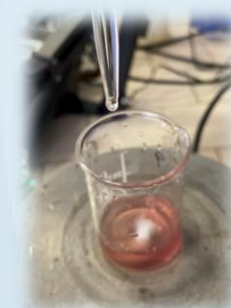
pH-metro con elettrodo ORP e sonda di temperatura ATC

- Misura di pH e T
- Determinazione della soda residua mediante titolazione potenziometrica con HCl 0.2 N (acidità combinata)



Titolazione argentometrica (Metodo di Mohr) per la determinazione dei cloruri

SALAMOIA	pH	Acido lattico (g/l)	Acido acetico (g/l)	NaOH residua (%)	Salinità (%NaCl)
"Vergine" (16% sale)	7.30±0.09	0.021±0.001	0.005±0.001	0.007±0.001	16.28±0.80
"Vergine" (13% sale)	6.35±0.02	0.005±0.001	0.011±0.004	0.002±0.001	13.85±0.06
A contatto con olive da 12 mesi	3.97±0.01	0.284±0.024	0.032±0.004	0.103±0.001	9.47±0.15
Olive verdi greche	4.19±0.01	0.342±0.006	0.245±0.004	0.106±0.002	6.90±0.18
Olive nere greche	3.35±0.02	0.454±0.016	0.067±0.014	0.052±0.001	9.88±0.23
Olive Kalamon	3.39±0.03	0.093±0.004	0.054±0.004	0.021±0.001	9.18±0.06
Olive taggiasche	3.97±0.04	0.523±0.004	0.198±0.004	0.071±0.006	7.80±0.03
Olive nere greche "Zapatera"	3.91±0.03	0.272±0.004	0.201±0.006	0.052±0.001	9.13±0.06
Olive verdi greche "formaggio + corio"	4.35±0.03	0.320±0.004	0.342±0.007	0.122±0.001	8.33±0.03
Olive Kalamon "corio"	3.97±0.02	0.235±0.008	0.240±0.011	0.021±0.001	4.91±0.03
Olive taggiasche "corio"	4.14±0.05	0.207±0.004	0.184±0.004	0.026±0.001	3.49±0.09
Olive Kalamon "stalla"	3.91±0.02	0.259±0.012	0.239±0.002	0.026±0.002	6.47±0.19



Titolazione acido-base con NaOH 0.1 N (metodo dell'indicatore fenolftaleina) per acidità libera [Eq. Ac. Lattico]



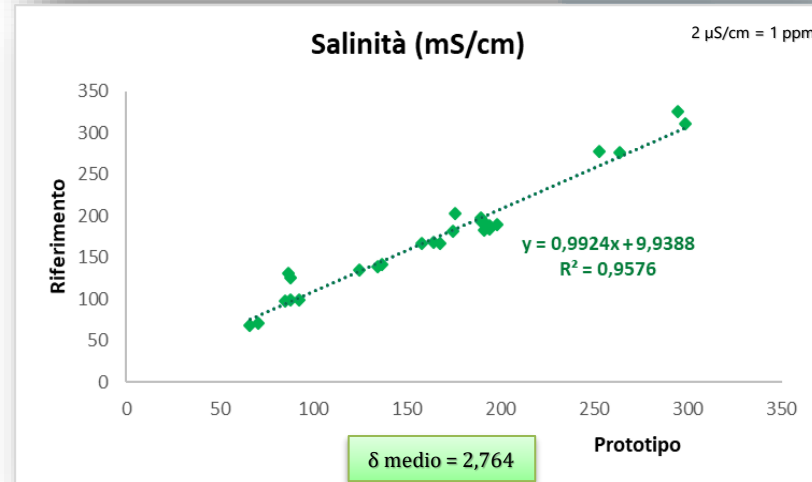
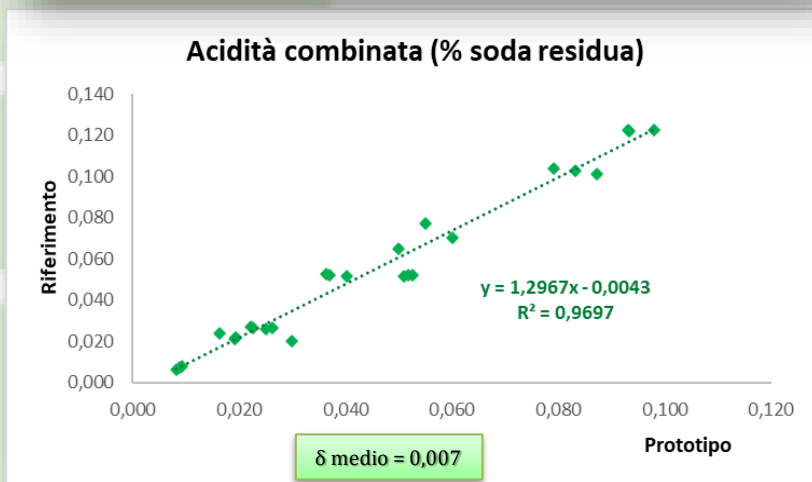
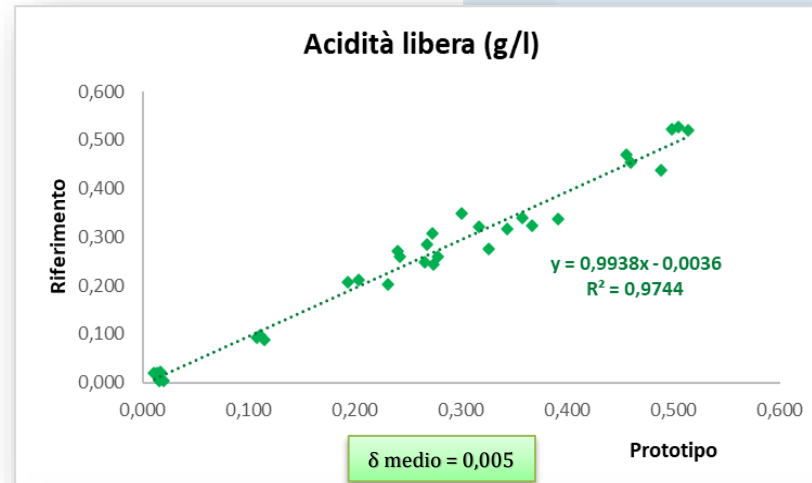
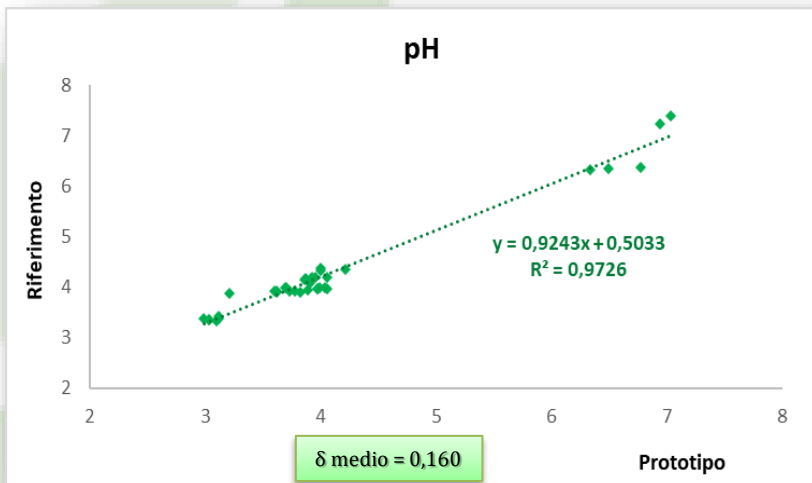
Distillazione in corrente di vapore e titolazione del distillato con NaOH 0.1 N (metodo dell'indicatore) per acidità volatile [Eq. Ac. Acetico]

* Ministero dell'Agricoltura e delle Foreste, 1989. *Metodi ufficiali di analisi per le conserve vegetali*. Supplemento ordinario alla Gazzetta Ufficiale. Serie generale n.168 del 20-07-1989

Test di Verifica: Risultati ottenuti

Confronto tra i dati ottenuti dalle analisi convenzionali di laboratorio e quelli registrati con il prototipo

➡ **buona relazione lineare per tutti i parametri analizzati** ⬅



Test di Verifica: Risultati ottenuti

Sensore di vapori organici volatili TGS2620 (acido acetico) :

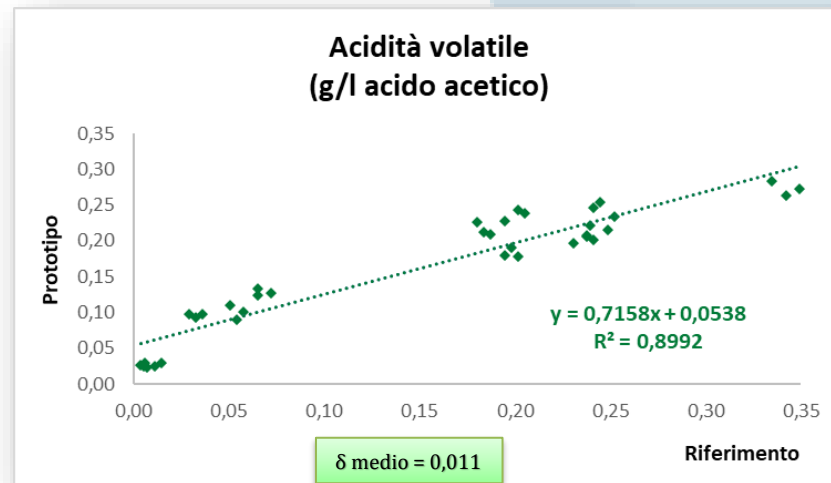
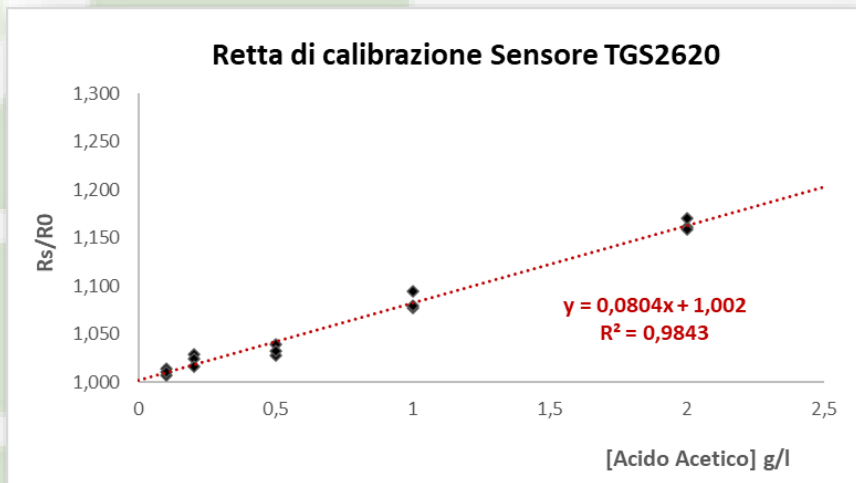
Variazione di conduttività indotta dal gas sullo strato semiconduttore di ossido metallico
proporzionale alla concentrazione di gas

(R_s/R_0 = rapporto tra la resistenza elettrica alterata al passaggio del gas e la stessa in aria libera)

Calibrazione del sensore TGS2620
con 5 soluzioni di acido acetico a
concentrazione nota
(0,1 – 2 g/l)

I valori di concentrazione dell'acido
acetico misurati dal sensore sono
stati estrapolati dalla retta di
calibrazione ($y = 0,0804x + 1,002$)

LOD = 0,1 g/l



Valore soglia alterazione salamoia: 0,2 g/l acido acetico (dato empirico)



Conclusioni



- ❑ Determinazioni analitiche effettuate con il prototipo in maniera automatizzata riproducibili e ripetibili nel tempo con errori bassi;
- ❑ Dispositivo portatile e di facile utilizzo;
- ❑ Sensori facilmente reperibili a costi contenuti;
- ❑ Risparmio in termini di tempo, impiego di personale specializzato e di reagenti chimici normalmente utilizzati per svolgere le analisi chimico-fisiche con i metodi tradizionali;
- ❑ Monitoraggio costante ed automatizzato delle salamoie, per prevenire ed evitare alterazioni anomale;
- ❑ Possibilità di implementare l'apparato con un *alert-system* impostando un valore soglia di conformità per ogni parametro in base alle caratteristiche chimico-fisiche della salamoia.



PUBBLICAZIONI

- ✓ **Progettazione di un dispositivo prototipale per il monitoraggio step-by-step dei parametri di fermentazione delle olive da mensa.** Manganiello R., Ciccoritti R., Tomasone R., Cedrola C., Pagano M., 2022. In atti V Convegno Nazionale dell'Olivo ed Olio Alghero (SS), 26 – 28 ottobre 2022: 134. ISBN 978-88-903404-7-5.

PUBBLICAZIONI FUTURE

- ✓ **Realizzazione di un dispositivo prototipale per il monitoraggio dei principali parametri di fermentazione delle olive da tavola.** R. Manganiello, R. Ciccoritti, R. Tomasone, C. Cedrola, P. Mattei, M. Pagano (in Atti del Convegno: ATTI DEL CONVEGNO "Risultati finali del Progetto DEAOLIVA" 25 MAGGIO 2023 CREA-IT Sede di Pescara)
- ✓ **Innovative device for automated step-by-step monitoring of table olive fermentation parameters.** Manganiello, R.; Pagano, M.; Ciccoritti, R.; Cecchini, M.; Cedrola, C.; Mattei, P.; Tomasone, R. *Machines 2023, Special Issue "Agricultural Machinery and Robotics: Design, Control and Applications"* (in corso di stampa)



GRAZIE PER L'ATTENZIONE

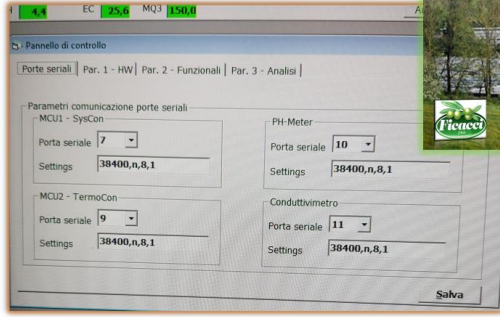
Attività di ricerca, progettazione, realizzazione e messa a punto di un
DISPOSITIVO MOBILE DIGITALE e SENSORIZZATO per il MONITORAGGIO CONTINUO dei principali parametri chimico-fisici caratteristici delle SALAMOIE di stoccaggio delle OLIVE DA MENSA

Task 2.1
 Realizzazione di un impianto prototipale pilota/dimostratore per la produzione di olive da tavola e paté di olive
Task Leader:
 M. Pagano

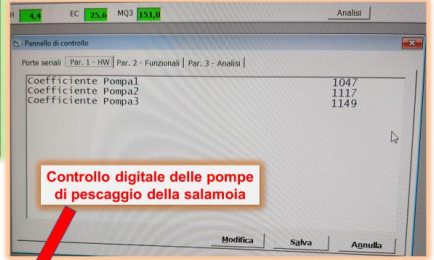
Task 2.2
 Realizzazione di un coprchio multisensore per il monitoraggio in linea dei parametri di fermentazione
Task Leader:
 R. Tomasone



Sito di stoccaggio dei contenitori



Software per il controllo/gestione dei sensori che misurano: concentrazione salina (conduttimetro) - pH - temperatura



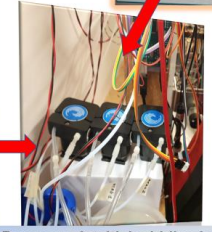
Controllo digitale delle pompe di pescaggio della salamoia



TECNOLOGIE OPEN SOURCE

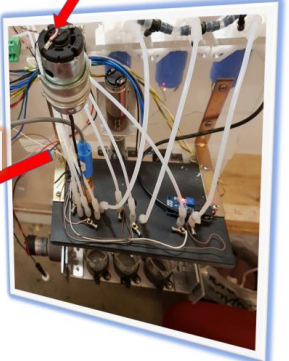


Olive stoccate in salamoia

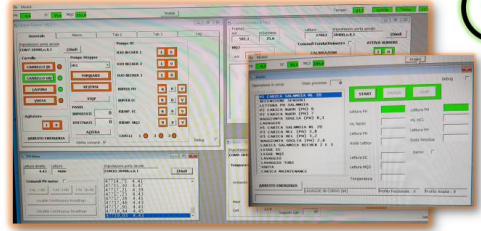


Pompe peristaltiche bidirezionali

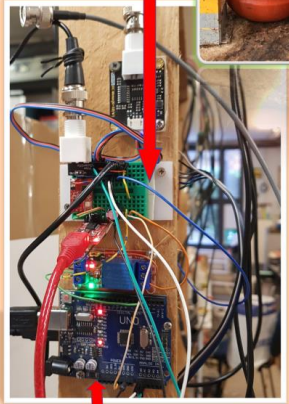
Motore ascende/discesa del cestello porta becher e terminali delle pompe



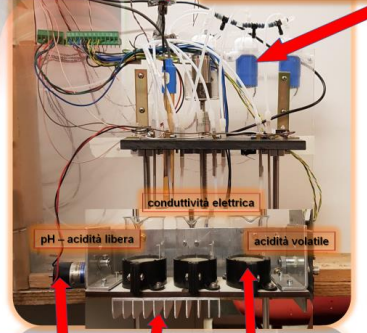
Motore ascende/discesa del cestello porta becher



Software per il controllo/gestione della movimentazione e del riempimento/lavaggio dei becher

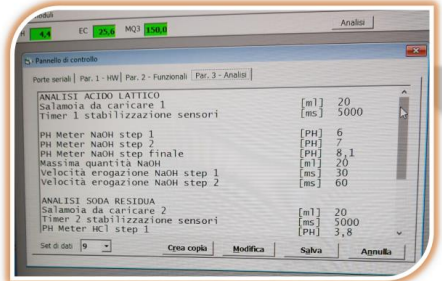


MCU Arduino:
 3 micro-controller che interfacciano l'hardware con il sistema di controllo



Motore per la rotazione del cestello porta becher
 Celle di Peltier per la stabilizzazione della temperatura di monitoraggio

Becher fissati su un cestello motorizzato semovente su guide verticali, con sensori di livello elettronici



Software per il controllo/gestione/stabilizzazione dei sensori per monitoraggio di pH, acidità, NaOH residuo



Personal Computer contenente il software di controllo e gestione dei processi, quindi di acquisizione ed archiviazione dei dati.

INFO:

mauro.pagano@crea.gov.it
roberto.tomasone@crea.gov.it
roberto.ciccoritti@crea.gov.it
carla.cedrola@crea.gov.it
rossella.manganiello@crea.gov.it

Il sistema di monitoraggio delle salamoie è costituito da un insieme di sensori:

- **pHmetro:** determinazione del pH (3 – 9)
- **Termometro:** misura della temperatura (-50°C – +150°C)
- **Conduttimetro:** misura della salinità ([NaCl]: 0 – 10%)
- **Titolatore automatico:** determinazione dell'acidità libera (**acido lattico:** 0 – 4 g/L) e della soda residua ([NaOH]: 0 - 4% o 0 - 6 °Bé)
- **Sensore di gas semiconduttore:** determinazione dell'acidità volatile (**acido acetico:** 0 - 4 g/L)

L'affidabilità e l'accuratezza del sistema sono raffrontate in laboratorio con i metodi di controllo tradizionali.