



CATÓLICA
UNIVERSIDADE CATÓLICA PORTUGUESA | PORTO
Escola Superior de Biotecnologia

ULTRASOUND-ASSISTED VIRGIN OLIVE OIL EXTRACTION:
DEVELOPING AN INNOVATIVE PLANT ENGINEERING
SOLUTION

by

Maria Beatriz Queiroz Azevedo Malheiro de Almeida

July 2015



CATÓLICA

UNIVERSIDADE CATÓLICA PORTUGUESA | PORTO

Escola Superior de Biotecnologia

ULTRASOUND-ASSISTED VIRGIN OLIVE OIL EXTRACTION: DEVELOPING AN INNOVATIVE PLANT ENGINEERING SOLUTION

Thesis presented to *Escola Superior de Biotecnologia of the Universidade Católica Portuguesa* to fulfil the requirements of Master of Science Degree in
Food Engineering

by

Maria Beatriz Queiroz Azevedo Malheiro de Almeida

Place: Alma Mater Studiorum - Università di Bologna, DiSTAL, Campus di Cesena

Supervision: Assistant Professor Alessandra Bendini

Co-supervision: Assistant Professor Ana Gomes and Doctor Enrico Valli

July 2015

RESUMO

Entre as várias operações envolvidas na produção de azeite virgem, a termobatedura exerce uma influência crucial na qualidade do produto final. É, também, a única operação descontínua do processo em plantas industriais com centrífugas de duas ou três fases, frequentemente realizada por longos períodos, de tempo de modo a obter maiores rendimentos, o que afeta negativamente a qualidade do azeite. A investigação de tecnologias inovadoras e sustentáveis no setor do azeite é crucial para superar limitações inerentes ao processo de extração e satisfazer as exigências do mercado. O ultrassom (US) de alta potência é uma tecnologia já aplicada na indústria alimentar, caracterizada pela rapidez, redução de custos e melhoramento de qualidade. Contudo, a sua aplicação no processo produtivo de azeite virgem é muito recente. Como tal, no presente estudo, pretende-se explorar o potencial da extração de azeite assistida por ultrassom (EAU) na indústria oleícola, abordando o impacto no tempo e rendimento de extração, bem como na qualidade básica, nutricional e sensorial do azeite, no que diz respeito à sua aplicação em diferentes variedades de azeitona, em estágios de maturação diversos. Este estudo representa o primeiro esforço no sentido da implementação da tecnologia de US na produção de azeite em escala piloto, através de um dispositivo ultrassónico projetado especificamente para o efeito. Uma nova abordagem foi seguida, executando a aplicação do US imediatamente após a fase de termobatedura. Azeites virgem mono-varietais foram produzidos a partir de duas variedades típicas Calabresas, *Carolea* e *Ottobratica*, do presente ano de colheita, em dois estágios de maturação diversos (fins de outubro e inícios de novembro), numa planta piloto operando a 150 kg/h. A produção de azeite foi realizada em *batch*, cada um de 50 kg de azeitonas, com uma fase de termobatedura de 30 min nas amostras controlo e de 15 min, seguida de uma fase de sonicação, num total 15 min, nas amostras tratadas. O US foi aplicado com um reator ultrassónico instalado na planta piloto, entre termobatedeira e a centrífuga, com as seguintes características: frequência ultrassónica de 25 kHz; potência ultrassónica específica de 520 W/L; eficiência calorífica de 80%; potência de saída máxima de 1,0 kW; capacidade produtiva de 10 L/min; capacidade interna de 2,25 L; volume efetivamente sonicado de 1,19L. O fluxo do processo foi de 0,056 L/s e o tempo de residência dentro do reator de 34,2 s. Oito amostras de azeite virgem foram obtidas e testadas em pares controlo-tratado. Os parâmetros básicos de qualidade (acidez, índice de peróxidos, coeficientes de absorção no UV K_{232} e K_{270} e análise sensorial) foram estudados. Foi também estudada a eficiência de extração, a composição em ácidos gordos, o conteúdo total em tocoferóis, fenóis e voláteis, e ainda os perfis fenólicos e voláteis. Nas condições experimentais aplicadas, o tratamento de US não afetou os parâmetros básicos de qualidade, observados dentro dos limites legais estabelecidos para o azeite virgem. Azeites tratados revelaram maiores concentrações em ácidos gordos poli-insaturados, bem como, maior conteúdo de compostos minoritários, à exceção dos tocoferóis que sofreram perdas ligeiras. O conteúdo fenólico, nomeadamente lignoides e secoiridoides, e em compostos voláteis C_6 (aldeídos e álcoois) e C_5 (dímeros penténicos) aumentou significativamente com o tratamento. A qualidade sensorial apresentou melhorias nas notas de frutado, amargo e picante, mais intensas em azeites sonicados. A EAU potenciou a transferência de massa e calor do processo, resultando em maiores rendimentos e reduzindo significativamente o tempo de termobatedura, sem danificar a qualidade do azeite. Os resultados obtidos foram empregues na projeção do upscaling do processo, complementada por uma análise de custos. O processo mostrou ser viável do ponto de vista financeiro, reduzindo o custo de moagem em 3% por unidade (0,75 L) e o custo total de produção em 0,14€ por unidade. Representando um passo em direção à continuidade do processo, este estudo promove a implementação da EAU a nível industrial no setor oleícola, o que se pode afirmar ser um investimento estratégico com benefícios a nível de custo, eficiência de produção, qualidade de produto e sustentabilidade do processo.

ABSTRACT

Malaxation is one of the most determining process steps for the final quality of virgin olive oil (VOO). It is also the only discontinuous operation in industrial plants working with two or three phases decanters, often requiring long kneading times to maximize process efficiency, which can negatively affect the VOO quality. In order to overcome these drawbacks and fulfill market and consumer exigencies, VOO research and industry have worked towards the development of innovative and sustainable plant engineering solutions. High power ultrasound (HPU) has well proven its potential as a fast, quality-improving and cost-effective technology in the food industry, but it was not until recently that application on the VOO sector was considered. The aim of this study is to further explore the potential ultrasound-assisted extraction (UAE) as a suitable process alternative, shedding light in the technology's impact on process parameters, such as extraction time and yield, and basic, nutritional and sensorial VOO quality, in relation with olive maturation stage and cultivar. This work represents the first effort to implement ultrasound (US) technology in VOO production at a semi-industrial scale, with an ultrasonic device especially designed for the purpose. Moreover, an innovative approach of US application, performed after the malaxation step, was studied. Mono-varietal virgin olive oils were produced from two cultivars typical of the Calabria region, *Carolea* and *Ottobratica*, from the present crop year, at two different ripening stages (end of October and beginning of November), in a low-scale mill plant, with a working capacity of 150 kg/h. Experimental trials were carried out by processing 50 kg batches of olives, performing a 30 min malaxation step, in the control samples and a 15 min malaxation of plus sonication, for a total time of 15 min, in treated samples. HPU application was carried out by sonication of olive pastes after the malaxation step, in a state-of-the-art ultrasonic reactor, integrated in the low-scale plant between the malaxer and the two-phase decanter centrifuge. The reactor's characteristics were the following: ultrasonic frequency of 25 kHz; specific ultrasonic power of 520 W/L. The process flow rate was 0.056 L/s and the residence time inside the reactor was 34.2 s. Eight VOO samples were obtained and tested in control-treated pairs. Basic quality parameters free acidity, peroxide value, specific extinction coefficients K_{232} and K_{270} and sensory analysis were assessed. Moreover, yield efficiency, fatty acid composition, total tocopherol, phenol and volatile content, as well as phenolic and volatile profile, were determined. In the experimental conditions tested, US treatment did not affect VOO quality parameters, which were within the legal limits for virgin edible oils. US treated oils showed greater concentrations of PUFA and a higher content in minor compounds, apart from tocopherols, which slightly decreased. Consistent and significative increases of total phenolic content, namely lignans and sericoidoids, and C_6 (aldehydes and alcohols) and C_5 (penten dimers) volatile compounds, were verified as a result of US treatment. Oils from sonicated pastes showed improved sensorial quality, with an intensity increase of fruity, bitter and pungent notes. From an engineering standpoint, UAE improved mass and heat transfer efficiency, giving better oil extractability and yields while significantly reducing malaxation time (by half), without compromising VOO quality. The results obtained from experimental trials were employed to suggest an upscaling solution of the UAE process, complemented by a cost-volume-profit financial projection. Industrial UAE showed to be viable from the financial perspective, reducing olive milling associated cost by 3% per unit (0.75 L) and overall VOO cost by 0.14 € per unit. The results of this study represent a step forward in achieving process continuity and may constitute a stepping-stone for UAE widespread industrial implementation in the VOO sector. US implementation in VOO production would thus represent a minor and strategic investment, with a net advantage in operation cost, production efficiency, product quality and process sustainability.