



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 239 547**

⑫ Número de solicitud: 200400663

⑬ Int. Cl.:
G01N 29/02 (2006.01)
G01N 33/03 (2006.01)

⑭

PATENTE DE INVENCION

B1

⑮ Fecha de presentación: **11.03.2004**

⑯ Fecha de publicación de la solicitud: **16.09.2005**

Fecha de la concesión: **20.10.2006**

⑰ Fecha de anuncio de la concesión: **16.11.2006**

⑱ Fecha de publicación del folleto de la patente:
16.11.2006

⑲ Titular/es: **Universidad Politécnica de Valencia**
CTT-Edificio I1 y I2
Camino de Vera, s/n
46022 Valencia, ES

⑳ Inventor/es: **Benedito Fort, José Javier;**
Cárcel Carrión, Juan Andrés;
Clemente Polo, Gabriela;
Peña Cerveró, Ramón y
Mulet Pons, Antonio

㉑ Agente: **No consta**

㉒ Título: **Procedimiento y dispositivo para analizar mediante ultrasonidos una corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos de composición variable.**

㉓ Resumen:

Procedimiento y dispositivo para analizar mediante ultrasonidos una corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos de composición variable.

La presente invención se refiere a un procedimiento para analizar mediante ultrasonidos la composición de una corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos de composición variable, caracterizado porque dicho procedimiento se realiza en continuo y porque comprende las etapas de:

- realizar al menos una medida de la velocidad de ultrasonidos en dicha mezcla a al menos dos temperaturas distintas, obteniendo valores experimentales de la velocidad de ultrasonidos,

- ajustar los valores experimentales obtenidos en la etapa anterior a un modelo matemático que relaciona la velocidad de ultrasonidos con la composición y la temperatura, cuyo modelo tiene como incógnitas los porcentajes de composición para cada uno de los componentes de la mezcla, y

- obtener mediante la resolución del modelo matemático el valor de dichos porcentajes de cada uno de los componentes de la mezcla, y

a un dispositivo para llevar a cabo el procedimiento anterior.

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

DESCRIPCIÓN

Procedimiento y dispositivo para analizar mediante ultrasonidos una corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos de composición variable.

Campo de la técnica

La presente invención se enmarca en el área de productos y procedimientos en la industria alimentaria, y en particular del aceite de oliva y similares.

Estado de la técnica

Actualmente el control de calidad en los productos y procedimientos en la industria alimentaria es un deber, y para este fin el uso de ultrasonidos en estos tipos de industrias está en continua expansión. Se han usado ultrasonidos de baja intensidad para monitorizar procedimientos (medidor de flujo, nivel de líquido) o para determinar la calidad de los productos alimenticios. Se pueden encontrar aplicaciones entre otras, para el control de productos y procedimientos en las industrias cárnicas, lácteas, post-recolección y aceite. En estas aplicaciones, los ultrasonidos se han usado para evaluar la composición, estructura y estado físico de una gran variedad de materiales alimenticios. La mayor parte de los estudios encontrados en la bibliografía usan la velocidad de ultrasonidos para obtener información sobre el producto, probablemente debido al hecho de que es la medida de ultrasonidos más simple y más fiable.

También se pueden aplicar ultrasonidos para resolver algunos problemas relacionados con la industria del aceite. A este respecto se ha medido la velocidad de ultrasonidos para determinar la estructura química de diferentes aceites, incluyendo la longitud de cadena y el grado de insaturación (Javanaud & Rahalkah, 1988). Por lo tanto, se pueden usar medidas de velocidad para la evaluación de la composición y adulteración del aceite (Raghupathi, Siva & Prabhu, 1980). Las propiedades reológicas de los aceites comestibles (ricino, oliva, cacahuete, girasol y colza) también han sido abordadas mediante el uso de ultrasonidos (Gladwell, Javanaud, Peers, Rahalkar, 1985). Benedito, Mulet, Velasco & Dobarganes (2002) encontraron una correlación entre el porcentaje de compuestos polares y la velocidad ultrasónica y atenuación en aceite de oliva frito, de modo que estos parámetros podrían ser usados para determinar el tiempo de eliminación para este tipo de aceite.

Otro campo en el que los ultrasonidos han mostrado ser una buena alternativa a las técnicas analíticas tradicionales, es en la evaluación de la composición, habiéndose demostrado que el método ultrasonidos es rápido fiable y no destructivo para este fin. Se ha usado para determinar el contenido de azúcar en los melones, el contenido de grasa sólida en los aceites, grasas y tejido adiposo (Miles *et al.*, 1985) y el contenido de grasa en la leche. Además de estas aplicaciones, los ultrasonidos se han aplicado para evaluar la composición de cerdo bajo en grasa, composición de pescado, la composición de mezclas de carne de cerdo la composición de productos basados en carne.

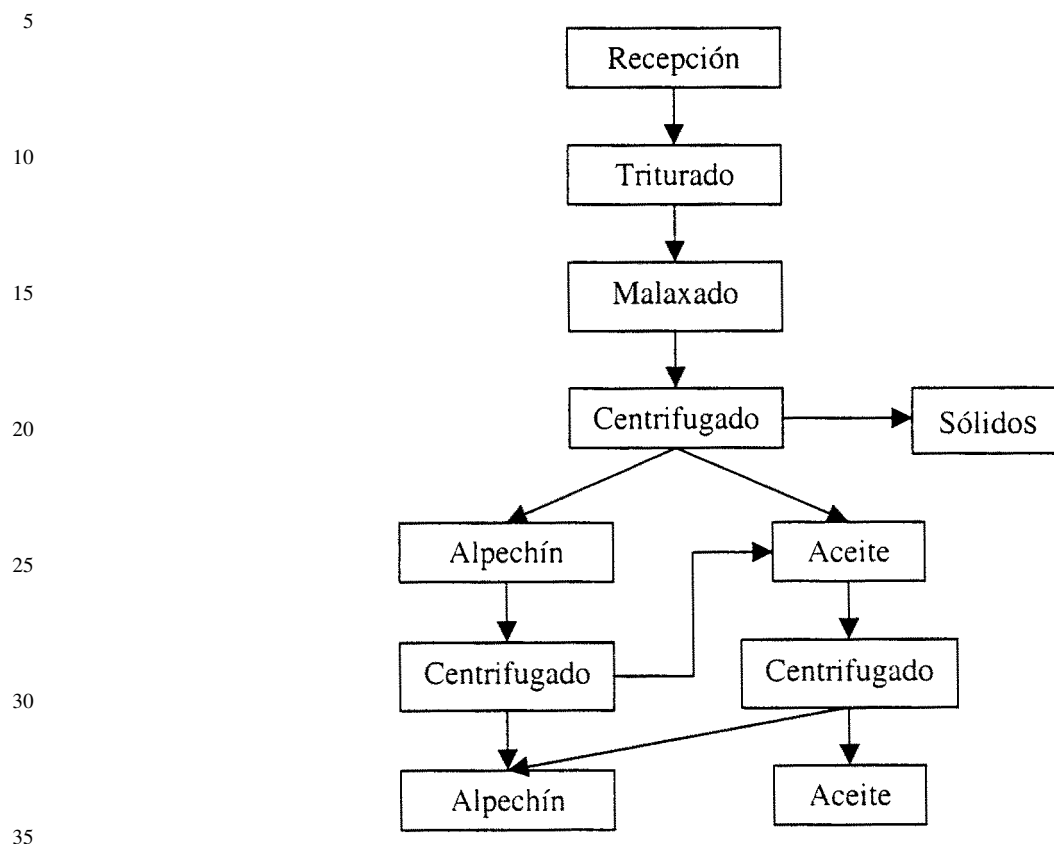
En varios de los estudios mencionados anteriormente, fue considerada la velocidad (c) a una o varias temperaturas para la estimación de la composición. La ecuación 1 es la más ampliamente usada para este fin, considerando que la muestra consiste en una mezcla de diferentes componentes en proporciones conocidas y velocidades ultrasónicas.

$$\frac{100}{c^2} = \sum_{j=1}^n \frac{\phi_j}{c_j^2} \quad (1)$$

donde ϕ_j y c_j son, respectivamente, el porcentaje de masa y la velocidad ultrasónica para el componente j . Esta ecuación ha mostrado ser una buena manera de estimar la velocidad ultrasónica en materiales alimenticios, donde la dispersión no es importante, lo cual implica que el contenido en aire debe ser bajo.

En el proceso de extracción del aceite de oliva se genera un residuo (alpechín) que contiene agua, aceite u otros sólidos. El aceite de oliva virgen se obtiene a partir de distintas variedades por extracción mecánica. En el proceso de extracción mostrado en el esquema 1, - diagrama de flujo simplificado de un procedimiento de extracción de aceite de oliva trifásico-, las aceitunas son machacadas por la molienda de martillo, y la pasta de aceituna es bombeada a una malaxadora donde es calentada y mezclada hasta que comienzan a separarse y agruparse las gotas de aceite. La pasta es bombeada a una centrífuga donde los sólidos se separan de los líquidos. La fase acuosa y el aceite son separados después en un procedimiento de centrifugado final (sistema de centrifugado de tres fases). Son generados dos flujos de una fase acuosa (alpechín) que contiene agua, sólidos y un poco de aceite.

Esquema 1



El diseño de nuevos molinos de aceite incluye el control automático de los diferentes procedimientos involucrados en la producción de aceite de oliva virgen (Ortega, Mata, Palomar, Montoro & Cruz, 2001). Un punto clave del procedimiento es que las dos centrifugas mostradas en el esquema 1, las cuales separan el aceite del alpechín en el procedimiento de extracción, funcionen correctamente, de lo contrario el aceite puede ser vertido fuera con un residuo en el flujo final, de alpechín. El residuo de alpechín plantea un problema potencial de contaminación, debido a las grandes dificultades asociadas con su tratamiento y desecho. Es de particular importancia el hecho de que este residuo tenga una demanda química de oxígeno de aproximadamente 230.000 ppm y una demanda biológica de oxígeno de aproximadamente 150.000 ppm.

El procedimiento estándar usado para analizar el contenido lípido de alpechín (UNE 55-114-84, 1984) implica extracción con éter dietílico, seguida de evaporación y re-extracción con hexano, haciendo el procedimiento caro y largo. Por lo tanto un método de control en continuo de la composición de los diferentes flujos de alpechín sería de gran interés para detectar anomalías en el procedimiento y para calcular la carga orgánica aproximada del residuo.

La presente invención pretende resolver el problema del control del proceso de obtención del aceite de oliva, con el fin de evitar que el aceite obtenido contenga un residuo de alpechín indeseado. Dicho residuo plantea un problema de contaminación importante. Este problema se resuelve mediante el procedimiento reivindicado, según el cual, mediante el uso de ultrasonidos se evalúa la composición de la mezcla líquida residual del molino de aceite y en función de esa producción, así como limitar la contaminación producida por el alpechín.

Breve descripción de la invención

La presente invención se refiere en primer lugar a un procedimiento para analizar la composición de una corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos de composición variable, caracterizado porque dicho procedimiento se realiza en continuo y porque comprende las etapas de:

- realizar al menos una medida de la velocidad de ultrasonidos en dicha mezcla a al menos dos temperaturas distintas, obteniendo valores experimentales de la velocidad de ultrasonidos,

- ajustar los valores experimentales obtenidos en la etapa anterior a un modelo matemático que relaciona la velocidad de ultrasonidos con la composición y la temperatura, cuyo modelo tiene como incógnitas los porcentajes de composición para cada uno de los componentes de la mezcla, y

- 5 - obtener mediante la resolución del modelo matemático el valor de dichos porcentajes de cada uno de los componentes de la mezcla.

10 Un segundo objeto de la presente invención es un dispositivo para analizar la composición de una corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos de composición variable según el procedimiento descrito, caracterizado porque comprende:

- al menos un contenedor de mezcla con control de temperatura, en el que dicho contenedor comprende al menos un transductor de ultrasonidos,
- 15 - al menos un generador/receptor de ultrasonidos que comprende medios para excitar dicho transductor, medios para capturar la señal de ultrasonidos, medios para amplificar dicha señal y medios para filtrar dicha señal, y
- medios para analizar la señal de ultrasonidos.

20 Descripción detallada de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento para analizar la composición de una corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos de composición variable, caracterizado porque dicho procedimiento se realiza en continuo y porque comprende las etapas de:

- 25 - realizar al menos una medida de la velocidad de ultrasonidos en dicha mezcla a al menos dos temperaturas distintas, obteniendo valores experimentales de la velocidad de ultrasonidos,

- 30 - ajustar los valores experimentales obtenidos en la etapa anterior a un modelo matemático que relaciona la velocidad de ultrasonidos con la composición y la temperatura, cuyo modelo tiene como incógnitas los porcentajes de composición para cada uno de los componentes de la mezcla, y

- 35 - obtener mediante la resolución del modelo matemático el valor de dichos porcentajes de cada uno de los componentes de la mezcla.

Se pueden utilizar en las etapas de obtención de los porcentajes de composición, valores promediados en lugar de los valores absolutos, de modo que según una realización particular el procedimiento para analizar la composición de una corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos de composición variable, comprende las etapas de:

- 40 - realizar al menos una medida de la velocidad de ultrasonidos en dicha mezcla a al menos dos temperaturas distintas, obteniendo valores experimentales de la velocidad de ultrasonidos,

- obtener los valores medios de los valores experimentales obtenidos en la etapa anterior para cada temperatura,

- 45 - ajustar los valores medios obtenidos en la etapa anterior a un modelo matemático que relaciona la velocidad de ultrasonidos con la composición y cuyo modelo tiene como incógnitas los porcentajes de composición para cada uno de los componentes de la mezcla,

- 50 - obtener mediante la resolución del modelo matemático el valor de dichos porcentajes de cada uno de los componentes de la mezcla.

El presente procedimiento puede llevarse a cabo sobre una corriente principal, o bien sobre una corriente desviada de una corriente principal, de modo que puede comprender además:

- 55 - disponer al menos una derivación de una corriente principal de aceite,
- disponer en dicha derivación medios de calentamiento/enfriamiento, y
- 60 - disponer en dicha derivación contenedores que comprenden transductores de ultrasonidos y medios de agitación.

Según varias alternativas del procedimiento descrito, éste se puede llevar a cabo de manera que el, o los contenedores no están agitados, o bien están agitados, o pueden estar bajo vacío y no agitados, o pueden estar bajo vacío y agitados.

- 65 En cualquiera de sus realizaciones el procedimiento puede incluir una etapa de calibrado del dispositivo de medida y análisis de la composición.

De manera preferida la corriente que se analiza mediante el procedimiento descrito es una corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos de composición variable generada durante la elaboración del aceite, y más preferentemente aún de aceite de oliva virgen y similares.

5 Un segundo objeto de la presente invención es un dispositivo para analizar la composición de una corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos de composición variable según el procedimiento descrito, caracterizado porque comprende:

10 - al menos un contenedor de mezcla con control de temperatura, en el que dicho contenedor comprende al menos un transductor de ultrasonidos,

- al menos un generador/receptor de ultrasonidos que comprende medios para excitar dicho transductor, medios para capturar la señal de ultrasonidos, medios para amplificar dicha señal y medios para filtrar dicha señal, y

15 - medios para analizar la señal de ultrasonidos.

Una realización particular del dispositivo comprende:

20 - una derivación de una corriente principal estando dicha derivación alimentada por una bomba de caudal regulable,

- al menos dos sistemas de calentamiento/enfriamiento de la corriente en dicha derivación.

- al menos dos contenedores de mezcla con control de temperatura, en el que dichos contenedores comprenden al menos un transductor de ultrasonidos,

25 - al menos un generador/receptor de ultrasonidos que comprende medios para excitar dicho transductor, medios para capturar la señal de ultrasonidos, medios para amplificar dicha señal y medios para filtrar dicha señal, y

30 - medios para analizar la señal de ultrasonidos.

En cualquiera de sus variantes el dispositivo comprende preferentemente además medios de calibrado del mismo.

Breve descripción de las figuras

35 Figura 1. Dependencia de la velocidad ultrasónica de la temperatura en agua, aceite y alpechín.

Figura 2. Velocidad ultrasónica en alpechín bajo diversas condiciones experimentales de vacío y con agitación.

40 Figura 3. Variación de la velocidad ultrasónica en línea con la temperatura en alpechín con diferentes contenidos de aceite.

Figura 4. Influencia del contenido de aceite en la velocidad ultrasónica a diferentes temperaturas.

45 Figura 5. Influencia de la temperatura sobre la velocidad ultrasónica de sólidos (proteína y otros), C_{p+o} , calculada para muestras de alpechín con diferentes contenidos de aceite (sobre la base del % de humedad).

Figura 6. Composición de aceite de muestras de alpechín prevista frente a experimental.

50 Figura 7. Muestra una realización del dispositivo para llevar a cabo el procedimiento.

Modo de realización de la invención

55 El ejemplo de realización preferente de la invención que se describe a continuación se refiere al análisis de una corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos generada en la elaboración de aceite de oliva.

Dispositivo y muestras

60 El dispositivo usado para los experimentos consistió en un contenedor cúbico (49 x 49 x 49 mm), en el que se colocaron las muestras de alpechín, dos transductores de ultrasonidos, un receptor de pulsos y un osciloscopio de almacenamiento digital.

65 El contenedor incorpora un sensor de temperatura y un agitador mecánico, el cual permite mantener la temperatura de la muestra. La temperatura se controló colocando este contenedor en un recipiente a presión, lleno de agua que cubre parcialmente el contenedor. Este recipiente se calentó usando un calefactor doméstico, operado por un controlador digital, el cual permite llevar a cabo los experimentos a presión atmosférica y bajo vacío.

Los dos transductores de ultrasonidos usados son transductores de banda estrecha, unidos al contenedor cúbico. Los transductores fueron conectados a un receptor de pulsos, el cual enviaba las señales eléctricas al osciloscopio de almacenamiento digital.

5 Muestras

Las muestras de alpechín y aceite fueron obtenidas de un molino local de aceite de oliva, directamente a partir del flujo del proceso. Las mezclas de alpechín y aceite fueron preparadas justo antes de la realización de los experimentos y la concentración de aceite varió entre 0.9 y 15%. La velocidad ultrasónica fue medida en agua, aceite y alpechín a una temperatura comprendida entre 6 y 50°C. Se consideraron dos ecuaciones semi-empíricas para evaluar la composición del aceite, agua y proteína y otros componentes.

El contenido de aceite más bajo corresponde al alpechín extraído después del último centrifugado, corresponde al contenido mínimo de aceite que mostró el alpechín en el molino donde se obtuvieron las muestras. Contenidos de aceite más elevados indican un descenso en la eficacia del sistema, o un fallo en una pieza particular del equipo.

Análisis químico de las muestras

En el alpechín se analizó por triplicado el contenido en grasa, proteína y humedad, de acuerdo con los métodos convencionales. La grasa se determinó por extracción con disolvente (Method 991.36 A.O.A.C., 1997), la proteína por el método Kjeldahl (Method 981.10 A.O.A.C., 1997) y la humedad por secado en horno (Method 925.40 A.O.A.C., 1997).

El análisis químico del alpechín utilizado en los experimentos mostró que consiste en 91.95% en peso de agua, 0.92% en peso de grasa, 0.66% en peso de proteína y 6.47% en peso de otros componentes (determinado por diferencia). Estos valores son similares a los encontrados en la bibliografía aunque se debe de considerar que la composición de alpechín está altamente influenciada por el tipo y rendimiento del procedimiento de extracción.

Medidas de ultrasonidos según el procedimiento de la invención

Las medidas de ultrasonidos se llevaron a cabo sobre agua destilada, aceite y alpechín. Todas las medidas se llevaron a cabo en el intervalo de 6-50°C, usando muestras que habían sido enfriadas en un refrigerador de laboratorio y después calentadas en el recipiente a presión. Para encontrar las mejores condiciones experimentales para las medidas se llevaron a cabo ensayos con aplicación de vacío (70 mmHg) y sin aplicación de vacío. Para cada tipo de experimento (con y sin vacío), se realizaron medidas mientras las muestras se agitaban continuamente y también parando la agitación justo antes de la medida de ultrasonidos.

Para cada medida de velocidad de ultrasonidos se tomaron y promediaron cinco adquisiciones. El tiempo de la trayectoria se computó sobre la señal promediada y la velocidad ultrasónica se calculó teniendo en cuenta el retraso del dispositivo.

Para las medidas de ultrasonidos en aceite puro y agua, no se encontró diferencia entre las distintas condiciones de vacío y agitación ensayadas, y por lo tanto el valor medio (figura 1) se consideró que ajustaba los datos experimentales a una ecuación matemática. En el caso del agua se usó una ecuación polinomial (ecuación 2).

$$C_w = 1401.9 + 5.0305 T - 0.0573 T^2 + 0.0002 T^3 \quad R^2 = 0.99 \quad (2)$$

Esta ecuación indica que la velocidad ultrasónica aumenta a temperaturas más altas, aunque la proporción del aumento disminuye con la temperatura.

En el caso del aceite de oliva la velocidad ultrasónica disminuyó linealmente con el aumento de temperatura (figura 1) de acuerdo con la ecuación 3.

$$V_o = -3.4535 T + 1530.6 \quad R^2 = 0.99 \quad (3)$$

El coeficiente de temperatura para la velocidad ultrasónica en aceite de oliva (-3.45 m s⁻¹ °C⁻¹) es muy similar a lo encontrado por Ghaedian *et al.* (1998) para aceite de girasol (-3.40 m s⁻¹ °C⁻¹).

La figura 2 muestra los resultados de los experimentos realizados en alpechín para las distintas condiciones ensayadas.

La figura 3 muestra la variación de la velocidad ultrasónica con la temperatura para distintas muestras de alpechín, que tienen contenidos de aceite que varían entre 0.9 y 16%. Como se puede observar, todas las curvas son muy similares al comportamiento del agua puesto que estas muestras de alpechín son en un 83-93% agua. Se puede observar en la figura 3 que a bajas temperaturas, la velocidad ultrasónica es mayor para contenidos en aceite más elevados, aunque las diferencias no son muy grandes. Conforme la temperatura aumenta, la velocidad ultrasónica aumenta en menor

proporción para las muestras con el contenido en aceite más elevado debido al coeficiente de temperatura negativo ($-3.45 \text{ m s}^{-1} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$) del aceite y estas diferencias se elevan con el aumento de temperatura.

Evaluación de la composición obtenida mediante la medida de la velocidad ultrasónica

Varios estudios han relacionado la velocidad con la concentración de un único componente en un alimento de dos fases (Ghaedian, Decker & McClements, 1997). En tanto que se consideren sólo dos componentes, éste puede ser un buen método para la estimación de la composición del alimento.

La figura 4 muestra la velocidad ultrasónica frente a la concentración a distintas temperaturas (6, 12 y 32°C). Como se puede observar a 6°C , la velocidad ultrasónica aumenta ligeramente con la temperatura. A esta temperatura, la velocidad en agua es más baja que la velocidad en aceite, y por lo tanto, cuanto el contenido en aceite aumenta, el contenido en agua disminuye y la velocidad ultrasónica en la mezcla aumenta. Este comportamiento se observa también en la figura 2 y, como se ha indicado anteriormente, las diferencias no son muy grandes, como se puede observar en la pendiente de la línea en la figura 4. A 12°C , la velocidad es casi independiente de la concentración del aceite debido al hecho de que la velocidad en los diferentes componentes es similar. En la figura 1 se puede ver que a 12°C el aceite y el alpechín (agua/proteína/otros componentes) tienen la misma velocidad. En el caso en el que sólo se consideran aceite y agua, la temperatura a la cual ambas velocidades son iguales es 18°C . La diferencia en temperaturas es atribuible a la contribución de los otros componentes. Para temperaturas más elevadas, la velocidad ultrasónica disminuye con el aumento del contenido de aceite (32°C , figura 4) debido a que a esta temperatura, la velocidad en el agua es mayor que en aceite. Cuando la temperatura aumenta, la diferencia se hace mayor, y esto se puede observar en la pendiente más pronunciada de la línea en la figura 4. Por lo tanto, en el caso de que se deba de considerar sólo una velocidad para la evaluación de la composición (producto de dos componentes), los mejores resultados se encontraría para las temperaturas más elevadas, donde las diferencias son las máximas. Es posible que las diferencias se eleven también a temperaturas por debajo de 6°C ; pero podrían aparecer problemas con la solidificación del aceite. Para el alpechín, el contenido sólido (proteína y otros componentes) juega un papel importante que afecta a la velocidad ultrasónica a diferentes temperaturas, y por lo tanto, medir la velocidad a una única temperatura no es suficiente para evaluar la composición.

En el caso del alpechín se considerarán tres componentes, agua, aceite y proteína/otros (sólidos). Diferentes autores también han considerado estos tres componentes para evaluar la composición de productos alimenticios sólidos (Ghaedian *et al.*, 1998; Simal *et al.*, 2003). Para la determinación de la composición de alpechín, se evaluarán dos modelos.

Modelo 1

Usando la ecuación 1 a dos temperaturas distintas y teniendo en cuenta que la suma de los componentes es el 100% del producto, se obtiene el siguiente sistema de tres ecuaciones:

$$\frac{100}{c_{T_1}^2} = \frac{\phi_o}{c_{oT_1}^2} + \frac{\phi_w}{c_{wT_1}^2} + \frac{\phi_{p+o}}{c_{p+oT_1}^2} \quad (4)$$

$$\frac{100}{c_{T_2}^2} = \frac{\phi_o}{c_{oT_2}^2} + \frac{\phi_w}{c_{wT_2}^2} + \frac{\phi_{p+o}}{c_{p+oT_2}^2} \quad (5)$$

$$\phi_o + \phi_w + \phi_{p+o} = 100 \quad (6)$$

en el que c_{T_1} es la velocidad ultrasónica a la temperatura T_1 y c_{oT_1} , c_{wT_1} , c_{p+oT_1} son las velocidades ultrasónicas de aceite, agua y proteína+otros respectivamente a la temperatura T_1 . ϕ_o , ϕ_w y ϕ_{p+o} son los porcentajes de aceite, agua y sólidos respectivamente, siendo éstas las variables que se deben obtener.

C_w y C_o a diferentes temperaturas pueden ser calculados a partir de las ecuaciones 2 y 3, respectivamente. Para obtener la relación entre C_{p+o} y temperatura, se usaron las ecuaciones 2 a 5 para un conjunto de muestras de diferentes concentraciones. Como ejemplo, se muestra la C_{p+o} calculada frente a la temperatura para cuatro muestras de diferente composición química en la figura 5. La C_{p+o} disminuye con la temperatura en todas las muestras. Este comportamiento también se encontró en un estudio llevado a cabo para un producto de carne "sobrasada" (Simal *et al.*, 2003) donde C_{p+o} también es dependiente de la composición de la muestra. Por lo tanto se ajustó una ecuación similar a la propuesta por estos autores para relacionar datos experimentales de C_{p+o} con la temperatura y contenido de aceite (Ecuación 7). En la figura 5 se representan los valores previstos obtenidos con la ecuación 7.

ES 2 239 547 B1

$$C_{p+o} = 2686.43 - 7.89\phi_o - 29.01T + 0.30T^2 \quad (7)$$

Para mejorar la precisión en el cómputo de ϕ_o , ϕ_w y ϕ_{p+o} en las ecuaciones 4-6, es aconsejable considerar dos temperaturas suficientemente diferentes para obtener diferencias significativas entre los coeficientes de las ecuaciones 4 y 5. La velocidad ultrasónica de los diferentes componentes a esas temperaturas debería de ser también diferente. Teniendo en cuenta estas premisas, las temperaturas elegidas en este ejemplo fueron 6 y 32°C. La figura 6 muestra la comparación entre el contenido de aceite real y las predicciones usando ecuaciones 4-6 para un conjunto nuevo de muestras. Como se puede observar en esta figura, hay una relación estrecha entre los datos estimados y experimentales, siendo la varianza justificada del modelo 99% para el aceite y 98.6% para la humedad. Para el contenido en sólidos (proteína y otros) la relación fue peor (84%). Ghaedian *et al.* (1998) también encontraron una relación estrecha entre el contenido en grasa real y el contenido en grasa previsto, cuando se considera la ecuación 1 para determinar la composición de pescado. Para productos de carne de cerdo, el ultrasonido también se mostró como un buen método para evaluar la composición (Benedito *et al.*, 2001; Simal *et al.*, 2003).

Modelo 2

Se propone un modelo empírico incorporando T, ϕ_o y ϕ_{p+o} (ecuación 8)

$$C_T = a + b T - c T^2 + d T^3 + (e - f T)(\phi_o - g) + (h - i T)(\phi_{p+o} - j) \quad (8)$$

donde a-j son constantes del modelo. Teniendo en cuenta la ecuación (8) a dos temperaturas distintas y la ecuación 6, se obtiene un sistema de tres ecuaciones. Para obtener los coeficientes de la ecuación 8, se usó la función herramienta Solver de la hoja de cálculo Excel. Los valores fueron elegidos para minimizar la suma de diferencias de cuadrados entre los datos experimentales a todas las temperaturas y concentraciones consideradas, y los valores obtenidos por el modelo. Los valores de las constantes se muestran en la ecuación 9.

$$C_T = 1408.45 + 12.43180 T - 0.03740 T^2 + 0.00005 T^3 + (0.78729 - 0.11419 T)(\phi_o + 39.75431) + (0.00273 - 0.70276 T)(\phi_{p+o} - 1.00545) \quad (9)$$

La figura 6 muestra el gráfico de los valores reales frente a los valores predichos para el contenido de aceite. La ecuación 9 fue evaluada a 6 y 32°C y combinada con la ecuación 6 para obtener las tres ecuaciones necesarias para las tres incógnitas. El porcentaje de la varianza explicada del modelo 2 fue 97.6% para el aceite, 97.8% para la humedad y 85% para el contenido en sólidos. Aunque estos valores son ligeramente menores para el contenido en aceite y humedad que los encontrados para el modelo 1, ambos modelos muestran una buena capacidad para evaluar la composición de corrientes de alpechín.

Mediante el procedimiento de la presente invención se consigue un control mejor del procedimiento de extracción de aceite de oliva.

Los resultados obtenidos muestran la capacidad de medir la composición de alpechín usando ultrasonidos, a través de la monitorización en línea del procedimiento de extracción, de modo que se pueden calcular las pérdidas de aceite y el proceso puede ser ajustado, en el caso de que se detecte cualquier problema. Por ejemplo, es posible detectar cuando algún equipo no está funcionando correctamente o es necesario realizar operaciones de mantenimiento. Conociendo el contenido de aceite, de proteína y de otros componentes se pueden usar los ultrasonidos para estimar la carga orgánica del alpechín, lo cual es un factor muy importante, debido a las grandes dificultades asociadas con el tratamiento y desecho de este residuo.

Se puede además mediante este procedimiento determinar cómo las distintas composiciones de la fracción de sólidos (proteína y otros componentes), derivados del uso de los distintos materiales brutos (variedad de aceitunas, grado de maduración) y condiciones del procedimiento, podrían afectar las medidas de ultrasonidos y el rendimiento de los modelos propuestos.

Este procedimiento se puede usar como control de calidad del proceso de elaboración del aceite.

Los dos modelos propuestos en este estudio predijeron la composición de alpechín adecuadamente a partir de medidas de velocidad de ultrasonidos a dos temperaturas distintas. Las temperaturas deben ser elegidas teniendo en cuenta la relación ultrasonido/temperatura de los diferentes componentes en la mezcla, con objeto de maximizar la diferencia de velocidad ultrasónica medida. Se podría desarrollar un sistema on-line para detectar cuando se alcanza un límite de contenido de aceite deseado en los distintos flujos de soluciones acuosas, y registrar la composición con el fin de calcular la carga orgánica del residuo. Se podría forzar una corriente a través de una derivación en la que la temperatura se pudiese variar rápidamente y la velocidad podría ser medida en continuo en dos secciones de la tubería.

Dispositivo

Según una realización particular del dispositivo para llevar a cabo el procedimiento de la presente invención, dicho dispositivo, de acuerdo con la figura 7 comprende una derivación de la corriente o canalización principal (1), en la que están dispuestos: bombas (2), dispositivos de calentamiento (3), transductores de ultrasonidos y contenedores o recipientes (4), un generador/receptor de ultrasonidos (5) y un equipo de análisis de señal (6).

Referencias

- AOAC. Official methods of analysis of AOAC international. 16th edition, 3rd revision, March 1997.
- Benedito, J., Carcel, J. A., Rossello, C. & Mulet, A. (2001).** Composition assessment of raw meat mixtures using ultrasonics. *Meat Science*, 57, 365-370.
- Benedito, J., Mulet, A., Velasco, J. & Dobarganes, M. C. (2002).** Ultrasonic assessment of oil quality during frying. *J. Agric. Food Chem.*, 50, 4531-4536.
- Ghaedian, R., Coupland, J. N., Decker, E. A. & McClements, D. J. (1998).** Ultrasonic determination of fish composition. *J. Food Eng.*, 35, 323-337.
- Ghaedian, R., Decker, E. A. & McClements, D. J. (1997).** Use of ultrasound to determine cod fillet composition. *J. Food Sci.*, 62, 500-504.
- Gladwell, N., Javanaud, C., Peers, K. E., Rahalkar, R. R. (1985).** Ultrasonic behavior of edible oils: correlation with rheology. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 62, 1231-1236.
- Javanaud, C. & Rahalkah, R. R. (1988).** Velocity of ultrasound in vegetable oils. *Fat Sci. Technol.*, 90, 73-75.
- Miles, C. A., Fursey, G. A. J. & Jones, R.C.D. (1985).** Ultrasonic estimation of solid/liquid ratios in fats, oils and adipose tissue. *J. Sci. Food Agric.*, 36, 215-228.
- Ortega, A., Mata, J. E., Palomar, J. M., Montoro, V. & Cruz, F. (2001).** Automatic control of oil mills. *Alimentación Equipos y Tecnología*, 20 (157), 83-91.
- Raghupathi, R. C., Siva, R. C. & Prabhu, C. A. R. (1980).** Study of adulteration in oils and fats by ultrasonic method. *Current Science.*, 49 (5), 185-186.
- Simal, S., Benedito, J., Clemente, G., Femenia, A. & Rossello, C. (2003).** Ultrasonic determination of the composition of a meat-based product. *J. Food Eng.*, 58, 253-257.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para analizar mediante ultrasonidos la composición de una corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos de composición variable, **caracterizado** porque dicho procedimiento se realiza en continuo y porque comprende las etapas de:
 - realizar al menos una medida de la velocidad de ultrasonidos en dicha mezcla a al menos dos temperaturas distintas, obteniendo valores experimentales de la velocidad de ultrasonidos,
 - ajustar los valores experimentales obtenidos en la etapa anterior a un modelo matemático que relaciona la velocidad de ultrasonidos con la composición y la temperatura, cuyo modelo tiene como incógnitas los porcentajes de composición para cada uno de los componentes de la mezcla, y
 - obtener mediante la resolución del modelo matemático el valor de dichos porcentajes de cada uno de los componentes de la mezcla.
2. Procedimiento para analizar la composición de una corriente según la reivindicación 1, **caracterizado** porque comprende las etapas de:
 - realizar al menos una medida de la velocidad de ultrasonidos en dicha mezcla a al menos dos temperaturas distintas, obteniendo valores experimentales de la velocidad de ultrasonidos, y
 - obtener los valores medios de los valores experimentales obtenidos en la etapa anterior para cada temperatura,
 - ajustar los valores medios obtenidos en la etapa anterior un modelo matemático que relaciona la velocidad de ultrasonidos con la composición y cuyo modelo tiene como incógnitas los porcentajes de composición para cada uno de los componentes de la mezcla,
 - obtener mediante la resolución del modelo matemático el valor de dichos porcentajes de cada uno de los componentes de la mezcla.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque comprende además:
 - disponer al menos una derivación de una corriente principal,
 - disponer en dicha derivación medios de calentamiento/enfriamiento,
 - disponer en dicha derivación contenedores que comprenden transductores de ultrasonidos y medios de agitación.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, **caracterizado** porque los contenedores no están agitados.
5. Procedimiento según la reivindicación 3, **caracterizado** porque los contenedores están agitados.
6. Procedimiento según la reivindicación 3, **caracterizado** porque los contenedores están bajo vacío y no agitados.
7. Procedimiento según la reivindicación 3, **caracterizado** porque los contenedores están bajo vacío y agitados.
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque comprende además una etapa de calibrado del dispositivo de medida y análisis de composición.
9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado** porque dicha corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos de composición variable es una corriente generada durante la elaboración de aceite de oliva.
10. Dispositivo para analizar la composición de una corriente consistente en una mezcla de sólidos y líquidos de composición variable según el procedimiento de la reivindicación 1, **caracterizado** porque comprende:
 - al menos un contenedor de mezcla con control de temperatura, en el que dicho contenedor comprende al menos un transductor de ultrasonidos,
 - al menos un generador/receptor de ultrasonidos que comprende medios para excitar dicho transductor, medios para capturar la señal de ultrasonidos, medios para amplificar dicha señal y medios para filtrar dicha señal, y
 - medios para analizar la señal de ultrasonidos.
11. Dispositivo para analizar la composición de una corriente según la reivindicación 10, **caracterizado** porque comprende:

ES 2 239 547 B1

- una derivación de una corriente principal estando dicha derivación alimentada por una bomba de caudal regulable,
- al menos dos sistemas de calentamiento/enfriamiento de la corriente en dicha derivación.

5 - al menos dos contenedores de mezcla con control de temperatura, en el que dichos contenedores comprenden al menos un transductor de ultrasonidos,

10 - al menos un generador/receptor de ultrasonidos que comprende medios para excitar dicho transductor, medios para capturar la señal de ultrasonidos, medios para amplificar dicha señal y medios para filtrar dicha señal, y

- medios para analizar la señal de ultrasonidos.

15 12. Dispositivo según la reivindicación 10 ú 11, **caracterizado** porque comprende además medios de calibrado del mismo.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Figura 1

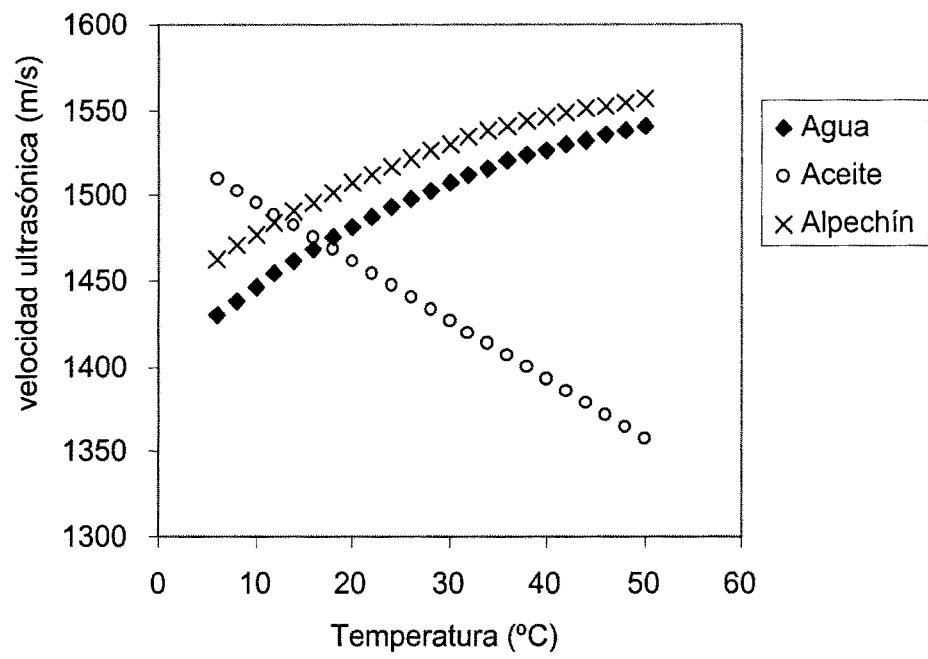


Figura 2

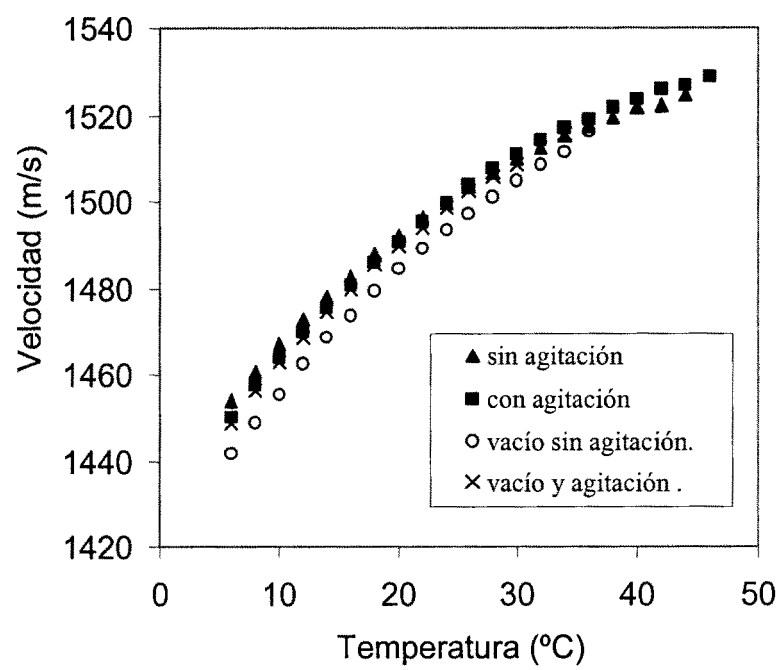


Figura 3

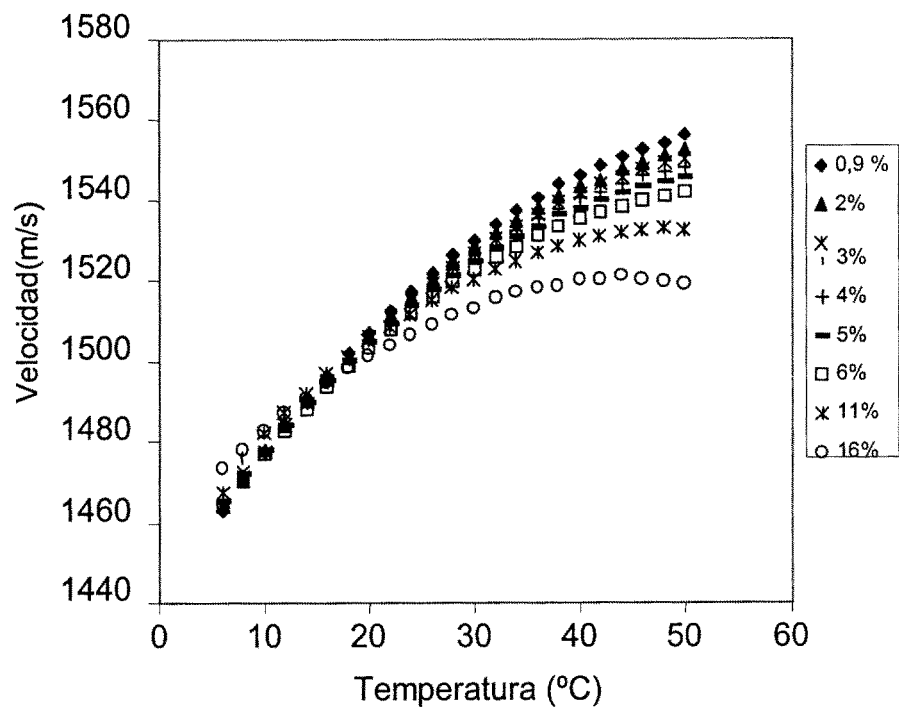


Figura 4

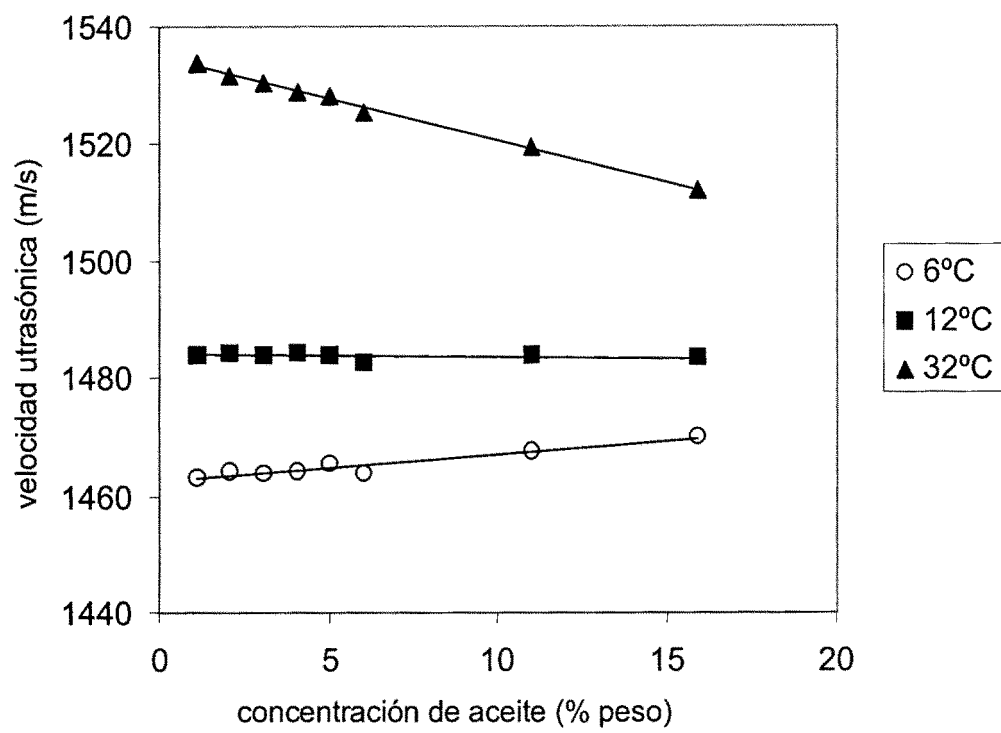


Figura 5

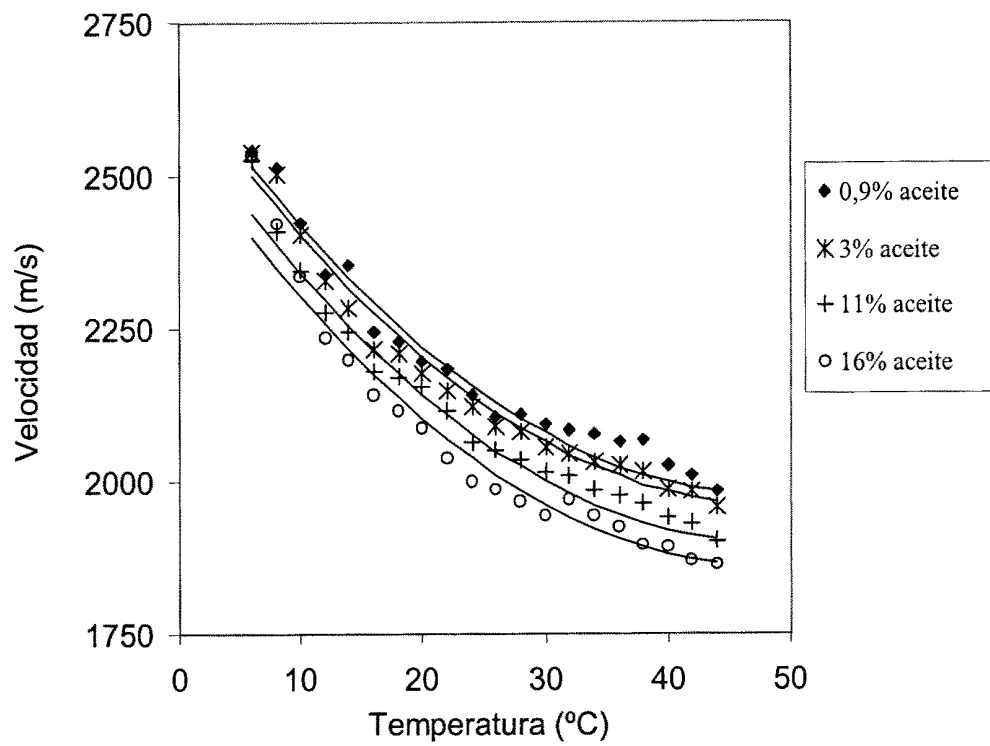


Figura 6

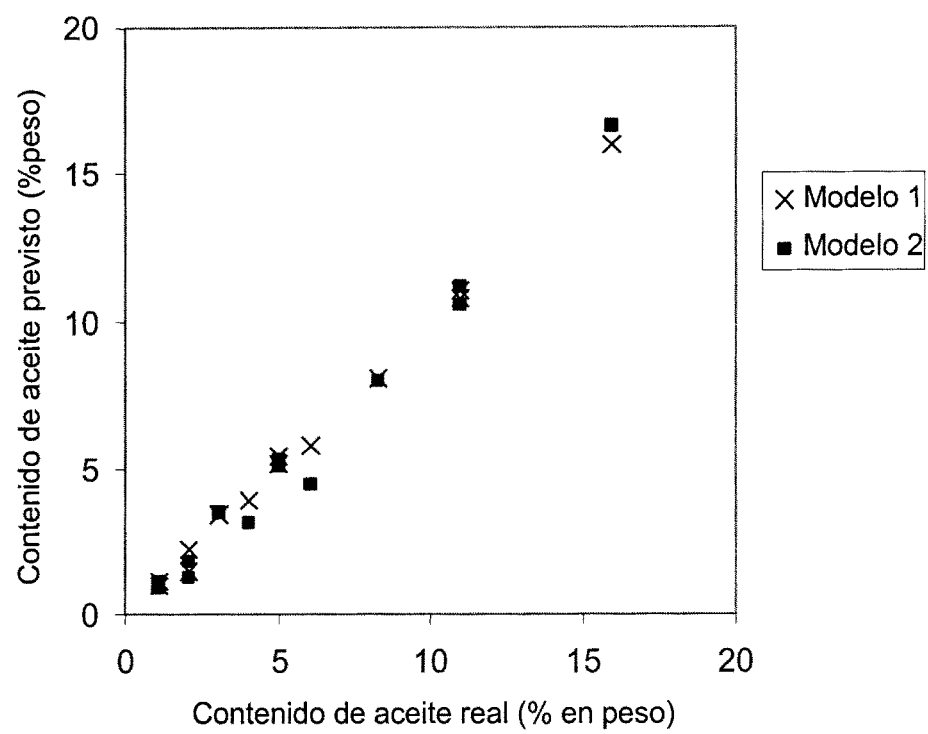
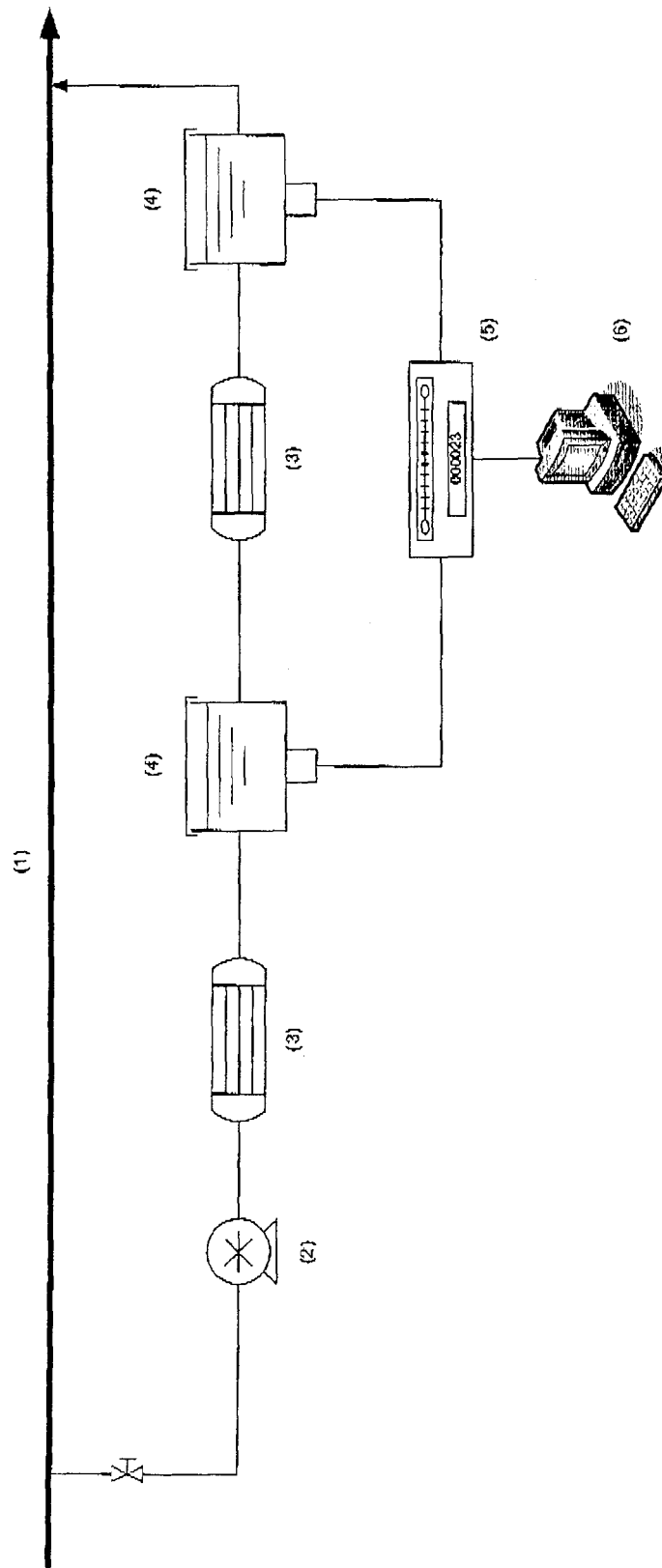


Figura 7





OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ ES 2 239 547

⑫ Nº de solicitud: 200400663

⑬ Fecha de presentación de la solicitud: 11.03.2004

⑭ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑮ Int. Cl.7: G01N 29/02, 33/03

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
X	GB 968561 A (CHESAPEAKE INSTR CORP) 02.09.1964, todo el documento.	1,8,10,12
A		11
X	BENEDITO J; CARCEL J A; CONZALEZ R; MULET A; Application of low intensity ultrasonics to cheese manufacturing processes. Ultrasonics, Mayo 2002, Vol. 40, nº 1-8, páginas 19-23, ISSN 0041-624X.	1
A		10
A	US 4059987 A (DOWLING DONALD J; SCHOEN WILLIAM) 29.11.1977, todo el documento.	1,3,8, 10-12
A	JP 2000097921 A (TOYOTA JIDOSHA KK) 07.04.2000, resumen; figuras. Recuperado de EPO PAJ Database.	1,8,10,12
A	DE 10053250 A1 (SIEMENS AG) 28.11.2002, resumen; figura. Recuperado de World Patent Index en EPOQUE Database.	1,8,10,12

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

01.07.2005

Examinador

Mª J. Lloris Meseguer

Página

1/1