

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS  
DEL INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**

**UNIDAD QUERETARO**

**ESTUDIO Y DESARROLLO DE UN MÉTODO DE ULTRASONIDO PARA LA  
CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES BIO-ORGÁNICOS**

Tesis que presenta:

MC. GUILLERMO ARLANDO LOPEZ HUAPE

para obtener el Grado de

Doctor en Ciencias

en la Especialidad de

Materiales

**CINVESTAV IPN**  
SERVICIO DE INFORMACIÓN Y DOCUMENTACIÓN  
SERVICIO DOCUMENTAL

**CINVESTAV  
IPN  
ADQUISICIÓN  
DE LIBROS**

Director de Tesis:

DR. JUAN DE DIOS FIGUEROA CÁRDENAS

Santiago de Querétaro.

Noviembre de 2007

CLASIF.:	TA484.2.267 2004
ADQUIS.:	SEI-095
FECHA:	2-VI-2008
PROCED.:	B010-2008
\$	

I.D. 134551-2001

## AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por otorgarme la beca para realizar mis estudios de doctorado

Al Dr. Juan de Dios Figueroa Cárdenas, por su invaluable apoyo como director de tesis en la realización de mi tema de investigación.

Agradezco a los asesores de esta tesis: Dr. Yevgen Prokhorov Federovitch, Dr. Israel García Ruiz, Dr. Héctor Eduardo Martínez flores, Dr. Eduardo Morales Sánchez y Dr. Gabriel Luna Bárcenas por sus comentarios y sugerencias durante el desarrollo del trabajo de investigación.

### *Mi más sincero agradecimiento:*

A la memoria de mis padres

A la memoria del Dr. Arturo López Ceja

A mis hermanos y hermanas los cuales estuvieron siempre a mi lado

De forma muy especial a mi Tía Maria Dolores Huape Guzmán

A todos los amigos y amigas que tuve la fortuna de encontrarme durante mi paso por  
esta honorable institución

A Dios por el tiempo que me otorgo

Al Dr. Arturo Mendoza Galván, por su apoyo durante la realización de la tesis.

Al Dr. Rafael Ramírez Bon, por su apoyo durante los trámites de titulación.

Al proyecto “Uso de ultrasonido para la caracterización de alimentos”, del CONCYTEQ por el apoyo económico.

Al proyecto Fondos Mixtos QRO-2004-CO1-38. Titulado “Estudio integral de maíces criollos y variedades con alto valor agregado cultivados en el estado de Querétaro”, por su apoyo económico.

Agradezco su amistad y el apoyo otorgado durante mi estancia en CINVESTAV a: Emma Georgina S. R., Adrián Rugerio R., Ma. Eugenia Vázquez C., Sonia Gpe. Amaro V., David Rangel G., Mónica Hernández H., Irene Amezcua M., Raquel Badillo B., Roberto Tapia V., Margarita Escobaza M., Elvia Araujo G., Roberto Limón C., Raquel Badillo B., Sergio López S., Fernando Trejo R., Luz Ma. Reyna A. A y Maximiliano Núñez R. También a los auxiliares de investigación por su amistad y apoyo técnico para la realización de esta investigación: Ma. Del Carmen Delgado C., Marcela Gaytán M., Rivelino Flores F., Pedro García J., Edmundo Gutiérrez A., Irene Amezcua M., Martín Adelaido Landaverde H. L., Joaquín Márquez M., Omar Castillo V., Alfredo Muñoz S., Guillermo Cadena G., Reina Araceli M. S., José Juan Vélez M., Agustín Galindo S., Cynthia Ivette Zuñiga R. y José Eleazar Urbina A.

Al CINVESTAV-Unidad Querétaro y a las siguientes instituciones de educación por apoyarme con infraestructura y recursos humanos en este trabajo de investigación.

UNIVERSIDA DE SONORA

CENTRO NACIONAL DE METROLOGIA

INSTITUTO MEXICANO DE TRANSPORTE

CENTRO DE INGENIERÍA Y DESARROLLO INDUSTRIAL

CONSEJO NACIONAL DE CIENCIA Y TECNOLOGIA DEL ESTADO DE

QUERETARO

***HOY HE APRENDIDO A LUCHAR POR  
LA VIDA CON LA AYUDA DE DIOS***

*G. A. L. H.*

## CONTENIDO GENERAL

	Pág.
RESUMEN-----	vii
SUMMARY-----	ix
I INTRODUCCIÓN-----	1
1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA -----	2
1.2 ANTECEDENTES -----	3
1.2.1 <i>Ultrasonidos</i> -----	3
1.2.2 <i>Uso del ultrasonido para la caracterización de materiales orgánicos</i> ---	5
1.2.3 <i>Fundamentos físicos del ultrasonido</i> -----	7
1.2.4 <i>Atenuación ultrasónica</i> -----	8
1.2.5 <i>Intensidad acústica</i> -----	10
1.2.6 <i>Impedancia acústica</i> -----	11
1.2.7 <i>Reflexión y transmisión</i> -----	11
1.2.8 <i>Transductor ultrasónico</i> -----	13
1.2.9 <i>Velocidad ultrasónica en función de las propiedades fisicoquímicas del material</i> -----	14
1.2.10 <i>Velocidad ultrasónica en función de las propiedades físicas</i> -----	17
1.2.11 <i>Caso (1) Cuando el esfuerzo sinusoidal aplicado al material esta fuera de fase con la deformación elástica del material</i> -----	19
1.2.12 <i>Caso (2) Cuando el esfuerzo sinusoidal aplicado al material esta en fase con la deformación elástica del material</i> -----	20
1.3 ESTRUCTURA Y PROPIEDADES DE LOS ALIMENTOS -----	24
1.3.1 <i>Estructura y propiedades geométricas</i> -----	25
1.3.2 <i>Propiedades mecánicas</i> -----	25
1.3.3 <i>Propiedades acústicas</i> -----	26
1.3.4 <i>Medidas acústicas y mecánicas combinadas</i> -----	27
1.4 DETERMINACIONES VISCO-ELÁSTICAS -----	27
1.4.1 <i>Determinación vibracional</i> -----	28
1.4.2 <i>Determinación estática</i> -----	28

	Pág.
1.5	MODELOS VISCO-ELÁSTICOS ----- 29
1.5.1	<i>El modelo Kelvin- Voigt</i> ----- 29
1.5.2	<i>El modelo Maxwell</i> ----- 35
1.5.3	<i>Modelo Burgers</i> ----- 40
1.5.4	<i>Caso 1.- (Variaciones en módulo elástico grandes y densidad pequeña)</i> 43
1.5.5	<i>Caso 2.- (Variaciones en densidad grandes y módulo elástico pequeño)</i> 44
1.5.6	<i>Caso 3.- (Influencia del módulo elástico y densidad en la velocidad ultrasónica)</i> ----- 45
1.5.7	<i>Estructura de los productos visco-elásticos</i> ----- 45
1.5.8	<i>Ejemplos de materiales visco-elásticos</i> ----- 46
1.6	VELOCIDAD ULTRASÓNICA EN LOS ALIMENTOS ----- 46
II	JUSTIFICACION ----- 47
2.1	OBJETIVO GENERAL ----- 48
2.2	<i>Objetivos específicos</i> ----- 48
III	MATERIALES Y MÉTODOS----- 50
3.1	<i>Materiales de estudio</i> ----- 50
3.2	<i>Sistema de adquisición de señales ultrasónicas propuesto</i> ----- 50
3.3	<i>Preparación de muestra</i> ----- 52
3.4	<i>Temperatura de las muestras</i> ----- 52
3.5	<i>Espesor</i> ----- 53
3.6	<i>Peso</i> ----- 53
3.7	<i>Densidad y volúmenes de los materiales orgánicos</i> ----- 53
3.8	<i>Selección de la frecuencia</i> ----- 53
3.9	<i>Velocidad ultrasónica de los materiales orgánicos</i> ----- 56
3.10	<i>Dureza en el grano (maíces)</i> ----- 56
3.11	<i>Dureza elástica</i> ----- 56
3.12	<i>Determinación de humedad</i> ----- 57
3.13	<i>Determinación de proteínas</i> ----- 57
3.14	<i>Extracción de grasas</i> ----- 57
3.15	<i>Índice de flotación</i> ----- 57

	Pág.
3.16 <i>Medidas reológicas de los materiales orgánicos</i> -----	58
3.17 <i>Microscopia electrónica de barrido (SEM)</i> -----	60
3.18 <i>Microondas</i> -----	60
3.19 <i>Análisis de datos</i> -----	61
IV RESULTADOS Y DISCUSIÓN-----	62
4.1.1 <i>Exploración de los diferentes métodos de ultrasonido</i> -----	62
4.1.2 <i>Método de pulso-eco</i> -----	62
4.1.3 <i>Método de onda continua</i> -----	66
4.2 RELACIÓN ENTRE TAMAÑO DE PARTÍCULA Y VELOCIDAD ULTRASÓNICA-----	70
4.2.1 <i>Comportamiento del tamaño de partícula en un material orgánico</i> -----	73
4.3 EVALUACIÓN DE LA DUREZA EN GRANOS DE MAÍZ UTILIZANDO ULTRASONIDO -----	79
4.4 IRRADACIÓN CON MICROONDAS DE MAÍZ PALOMERO Y SU EFECTO EN LA VELOCIDAD ULTRASÓNICA -----	82
4.4.1 <i>Cinética de calentamiento en microondas</i> -----	83
4.4.2 <i>Precisión y repetibilidad de resultados</i> -----	88
4.5 IRRADIACION CON MICROONDAS EN PAPA Y SU EFECTO EN LA MORFOLOGÍA RETICULAR POLIGONAL Y LA VELOCIDAD ULTRASÓNICA-----	90
4.5.1 <i>Fenómeno de resonancia en la papa</i> -----	94
4.6 EFECTO DE COMPONENTES QUIMICOS DE LOS QUESOS EN LA VELOCIDAD ULTRASONICA-----	98
4.7 USO DEL ULTRASONIDO EN LA CARACTERIZACION DE LA CALIDAD DEL GRANO DE TRIGO-----	103
V CONCLUSIONES-----	107
VI BIBIOGRAFIA-----	109
VII ANEXO I <i>Artículo Científico "La técnica de ultrasonidos en granos individuales para predecir calidad del trigo"</i> -----	119



**LISTA DE FIGURAS**

Figura	Pág.
1 Atenuación ultrasónica. -----	9
2 Ondas ultrasónicas en interfases -----	11
3 Velocidad en función de la frecuencia. -----	16
4 Espectro de frecuencias. -----	21
5 Estructura reticular en forma de red poligonal -----	24
6 El modelo de Kelvin-Voigt. a).- Deformación vs tiempo; b).- Esfuerzo vs tiempo. ----	30
7 Sólido sometido a esfuerzos en todas las direcciones. -----	31
8 El modelo de Maxwell. a).-Deformación vs tiempo b).- Esfuerzo vs tiempo. -----	36
9 Propagación de ondas planas longitudinales.-----	38
10 Modelo de Burgers a).- deformación vs tiempo., b).- esfuerzo vs tiempo. -----	40
11 Vista esquemática del esfuerzo y deformación variando de forma sinusoidal. -----	42
12 Gráfica del módulo elástico vs velocidad ultrasónica-----	43
13 Gráfica de densidad vs velocidad ultrasónica -----	44
14 Diagrama esquemático del sistema de adquisición de señales ultrasónicas. -----	51
15 Celdas y transductores ultrasónicos para el método de onda continua. A). Celda para maíz; B). Celda para papa; C). Celda para queso-----	54
16 Señal de radio-frecuencia (RF) en tiempo real de un material bio-orgánico. -----	55
17 Texturómetro Universal TA-XT2. -----	58
18 Curva de compresión del texturómetro TA-XT2-----	59
19 Equipo de ultrasonidos marca Panametrics. -----	63
20 Dureza del grano de maíz vs., atenuación ultrasónica. -----	65
21 Señal ultrasónica pulso-eco del grano de maíz. -----	65
22 Sistema de adquisición de señales ultrasónicas del método de onda continua. -----	66
23 Celda de los granos de maíz para el método de ultrasonido de onda continua. -----	67
24 Relación entre la dureza de los granos de maíz y velocidad ultrasónica con celda ----	68
25 Relación entre índice de flotación de los granos de maíz y velocidad ultrasónica utilizando el método de onda continua con celda.-----	69
26 Espectro de radio-frecuencia (RF) de esferas de vidrio de 2.82mm. -----	71

Figura	Pág.
27 Relación entre tamaño de partícula de esferas de vidrio y velocidad ultrasónica-----	72
28 Relación entre tamaño de partícula de esferas de vidrio y amplitud de la señal-----	73
29 Relación entre tamaño de partícula de maíz molido y frecuencia-----	75
30 Relación entre tamaño de partícula de maíz molido y velocidad ultrasónica-----	75
31 Amplitud de la señal en relación al tamaño de partícula de maíz molido. -----	76
32 Relación entre humedad de la masa “Maseca” y velocidad ultrasónica-----	78
33 Gráfica del cambio de la dureza en relación a la velocidad ultrasónica -----	80
34 Relación entre dureza del grano de maíz y velocidad ultrasónica -----	81
35 Espectro de radio-frecuencia (RF) del grano de maíz. -----	82
36 Velocidad ultrasónica del maíz palomero a 18.5 ° C con el grado de irradiación de microondas. -----	83
37 Evolución de la dureza del maíz palomero por efecto del grado de irradiación con microondas. -----	84
38 Densidad del grano palomero por efecto de la irradiación con microondas. -----	85
39 Espectro de radio-frecuencia (RF) del grano palomero. a). Maíz palomero sin irradiar, b). Maíz palomero con 30 seg. de irradiación. -----	86
40 Relación entre módulo de Young y tiempo de irradiación de papa en microonda----	91
41 Relación entre el tiempo de irradiación de papa en microonda y velocidad ultrasónica	92
42 Espectro de radio-frecuencia (a) papa cruda sin cocer, (b) papa cocida -----	94
43 Diagrama esquemático de ondas estacionarias con interferencias destructivas caso de no resonancia y interferencia constructiva caso de resonancia.-----	96
44 Espectro de las señales ultrasónicas. a) Señal del transductor que transmite la onda al material, b) Señal de respuesta del maíz palomero. -----	97
45 Espectro de frecuencias de la papa-----	97
46 Efecto de la pérdida de velocidad ultrasónica con la marca del queso. -----	101
47 Módulo de elasticidad de trigo, (1) calculado utilizando ultrasonido 54 kHz ; (2) con texturómetro TA-XT2 -----	106

**LISTA DE TABLAS**

Tabla		Pág.
1	Mediciones ultrasónicas. -----	4
2	Propiedades físicas por el análisis de textura mediante el texturómetro TA-XT2-----	59
3	Atenuación ultrasónica en el grano de maíz obtenida con el método de pulso-eco. -----	63
4	Resultados de velocidad ultrasónica en el grano de maíz con el método de onda continua.-----	67
5	Resultados con esferas de vidrio con celda en agua-----	70
6	Datos experimentales en partículas de maíz molido. -----	74
7	Resultados Experimentales con masa de harina “Maseca “. -----	77
8	Aspectos morfológicos del grano de maíz palomero por efecto de la irradiación por microondas relacionadas con su velocidad ultrasónica.-----	87
9	Repetibilidades de mediciones de granos de maíz palomero con ultrasonido-----	89
10	Relaciones entre la velocidad ultrasónica y propiedades elásticas por efecto de la irradiación en papa con microondas.-----	91
11	Relaciones entre la velocidad ultrasónica y textura de la papa por las variaciones en la morfología reticular poligonal por efecto de la irradiación por microondas-----	93
12	Velocidades ultrasónicas para papa el caso de resonancia-----	98
13	Medias de velocidad ultrasónica y parámetros de calidad del queso tipo Oaxaca. -----	99
14	Medias de velocidad ultrasónica y parámetros de calidad del queso tipo Chihuahua. ----	100
15	Media de los valores del módulo de elasticidad medido en granos individuales de trigo--	104

## **RESUMEN**

Uno de los mayores problemas en desarrollar métodos cualitativos para la caracterización de alimentos y otros materiales bio-orgánicos, es su gran diversidad y complejidad. La técnica de ultrasonido, es una herramienta importante empleada en medicina, pruebas con metales, y recientemente en los alimentos. Por tanto, en la presente investigación se propuso como uno de los objetivos desarrollar la metodología mediante la técnica de ultrasonido, como un método alternativo de análisis en diferentes materiales bio-orgánicos que permita determinar la calidad de los alimentos de una manera, rápida y no destructiva. La determinación de la velocidad ultrasónica y frecuencia de resonancia, han permitido conocer propiedades físicas como el módulo de elasticidad, dureza, tamaño de partícula, cambios de elasticidad por efecto de la temperatura y de los constituyentes químicos como humedad, proteína y lípidos en los materiales estudiados maíz, papa, queso y trigo. También se estudió el fenómeno de resonancia utilizando la técnica de contacto mediante ultrasonido, en la maíz palomero, lo que implica que se puede obtenerse la velocidad ultrasónica utilizando los datos del espectro de frecuencia mediante la relación de  $V = 2d\Delta f$ , conllevando a tener una mayor exactitud en la medición de la misma por el hecho de estar en función de las propiedades elásticas del material. El método de onda continua resultó ser el más apropiado para materiales con alta atenuación y de geometría no muy regular como es el caso de los materiales estudiados. Asimismo se observó que la velocidad ultrasónica y amplitud de la señal se incrementaron conforme se redujo el tamaño de partícula del material. Otros resultados muestran relaciones significativas entre la dureza del grano del maíz obtenida con texturómetro universal TA-XT2 y la velocidad ultrasónica

( $r = 0.53$ ;  $P < 0.0001$ ). Para materiales como el queso el método de ultrasonido puede utilizarse para detectar adulteraciones en quesos normales la velocidad ultrasónica estuvo en promedio en 1810 m/s y en quesos adulterados disminuyó a casi la mitad 1010 m/s. Se investigó el método de ultrasonido para determinar el módulo de elasticidad en los granos de maíz y trigo. El módulo de elasticidad en granos es una medición muy laboriosa por que se maquinan probetas con formas y tamaños precisos para utilizar en los ensayos de compresión de con texturómetros. El módulo de elasticidad empleando ultrasonido es un método simple que no ha sido reportado a la fecha en la literatura y es un aporte importante para el área de cereales donde se involucran materiales granulares. En este aspecto el módulo de elasticidad determinado con ultrasonido en cereales se encontraron valores de 147.4 a 210 MPa para trigo y de 225 MPa para maíz palomero con 14% de humedad. Dichos valores son similares a los rangos reportados en la literatura utilizando texturómetro. El módulo de elasticidad del grano de trigo presentó una alta correlación ( $r = 0.935$ ;  $P < 0.002$ ) con la dureza de grano. También, importantes propiedades de molienda, reológicas, y de panificación de trigo, estuvieron significativamente correlacionadas con las mediciones del módulo de elasticidad determinadas en granos individuales de trigo utilizando el método de ultrasonidos propuesto. Se puede concluir que el ultrasonido puede ser un instrumento prometedor con mediciones rápidas, precisas y no destructivas en materiales bio-orgánicos. Este estudio permitió el desarrollo y la validación de la metodología de ultrasonido para la caracterización físico-química de materiales bio-orgánicos, la cual tiene ventajas sobre los métodos tradicionales.

## SUMMARY

One of the main problems in the development of analytical techniques for food and other bio-organic materials is their diversity and complexity. Ultrasound techniques are important tools used in medicine, metal testing and, more recently, food. Therefore, the present research proposed to develop and validate the use of ultrasound as an analytic technique for different bio-organic materials, as an alternative method that has the advantage or makes it possible to determine food quality in a simple, non-destructive, precise and inexpensive way. The ultrasonic parameters such as ultrasonic velocity, band width and fundamental frequencies obtained with the Continuous wave method made it possible to predict physiochemical properties such as modulus of elasticity, hardness, particle size, elastic changes in bio-organic materials like corn, wheat, potato and cheese. The phenomenon of resonance was also studied using the Continuous wave method. Resonance was observed in popcorn. This implies that ultrasonic velocity can be obtained by either the classic formula or using the frequency spectrum data with  $v = 2d\Delta f$ , which has the advantage that with this equation it is not necessary to measure the geometry of the material in order to determine the ultrasonic velocity. The Continuous wave method at 54 kHz turned out to be appropriate for materials with high attenuation and not very regular geometry, as is the case of food. Appropriate cells were designed for different states and forms of food which made it possible to establish a connection between the ultrasound and the material under study. Methodology protocols were also developed to determine the effect of sample and particle size on ultrasonic speed. It was found that ultrasonic velocity increased as particle size decreased, with the percentage transmission of the wave in the bio-organic material being calculated within a range of 88 to 94%, so we can say that a good connection exists between the sensors and the material. Other results show significant correlations between the hardness of the corn kernel,

obtained with a TA-XT2 Universal Texture Analyzer, and ultrasound velocity ( $r=0.53$ ;  $P<0.0001$ ). With materials like cheese, ultrasound may be used to advantage to detect adulterations, since ultrasonic velocity in normal cheeses is almost twice ( $1810 \text{ m.s}^{-1}$ ) that of adulterated cheeses ( $1010 \text{ m.s}^{-1}$ ). Ultrasonic velocity also made it possible to predict sensory properties of cheese such as elasticity, cohesiveness, viscosity, chewyness, and elastic hardness. These parameters determine quality and are related to the amount of protein, water, and fat in each kind and brand of cheese. The use of ultrasound for determining elastic modulus in corn and wheat kernels was investigated. The Young's modulus in granular materials using compression tests are very time consuming because the grain endosperm is machined in precise dimensions in order to minimize the effect of grain shape and size. The use of ultrasound in individual kernels allowed to determine elastic modulus of wheat, that important property was not reported in the literature using ultrasound, and opens an alternative to study basic physical properties of bio-organic materials and is also an important contribution to the cereal science area. In this aspect the elastic modulus obtained with ultrasound in cereals ranged from 147.4 to 210 MPa for wheat and 225 MPa for popcorn. The values of elastic modulus from for ultrasonic seems to be in agreement with most of the data reported in the literature. The elastic modulus of wheat kernel presented a high correlation ( $r = 0.935$ ;  $P<0.02$ ) with kernel hardness. Also important milling, rheological, and baking parameters of wheat, were related very well by the elastic modulus measured in a single wheat kernel with the ultrasonic method. It is concluded that ultrasound may be a promising instrument for rapid, precise and non-destructive measurement in bio-organic materials. This study made it possible to develop and validate the use of ultrasound for the physiochemical characterization of bio-organic materials, which has advantages over traditional methods.

## **I INTRODUCCIÓN**

Para asegurar la calidad en los productos existentes, es importante entender la relación entre las propiedades físicas y químicas de los materiales bio-orgánicos, con sus propiedades estructurales amorfas. Uno de los mayores problemas en desarrollar métodos analíticos para la industria alimentaria es su gran diversidad y complejidad de los mismos.

El desarrollo de una técnica ultrasónica para evaluar propiedades físicas en los alimentos en relación con la velocidad ultrasónica beneficiará el negocio de la industria alimentaria para elaborar productos con atributos deseables y de alta calidad. La caracterización de materiales, por medio del ultrasonido se fundamenta en la transmisión de ondas ultrasónicas a través del material, para darnos información de la rapidez de propagación de la onda ultrasónica dependiente de la elasticidad, enlace químico, temperatura y estructura interna.

Las técnicas ultrasónicas tienen ventajas como costo relativamente bajo y una indiferencia a ambientes hostiles, por ejemplo a los materiales calientes y accesibilidad a los materiales opacos a la luz. El ultrasonido en alimentos presenta una nueva área de aplicación y proporciona nuevas fuentes de información sobre las propiedades físicas del material que se procesa.

El presente trabajo propone como uno de los objetivos desarrollar metodologías para el uso de ultrasonido como técnica de análisis cualitativo en diferentes alimentos y específicamente en cereales como el maíz como un método alternativo que permita determinar la calidad de los alimentos de una manera no destructiva y rápida.



## 1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Desde el advenimiento de la computadora en los años 80's el ultrasonido se ha utilizado con éxito como una herramienta analítica en muchas áreas, y recientemente ha incursionado en la industria alimentaria. De hecho, el ultrasonido puede ser usado para medir propiedades como composición, concentración, estructura, flujo y estado físico de los componentes en los alimentos (McClements 1997; Povey 1989; Benedito *et al* 2000a). Las técnicas de ultrasonidos aventajan a los métodos analíticos tradicionales en que no son destructivas, son rápidas, relativamente baratas y precisas.

Recientemente la industria de alimentos mexicana, se ha visto afectada por la competencia con los países asiáticos como Taiwán, China, Singapur, Corea del Sur, y Hong Kong por su alta capacidad tecnológica. En este sentido, en una encuesta de 1,100 industriales e investigadores mexicanos del ramo, han indicado como de gran valor estratégico para el desarrollo industrial a corto plazo la aplicación del ultrasonido. Dentro de la caracterización de materiales orgánicos con el ultrasonido, el desarrollo de la electrónica ha sido importante ya que ha aportado al ultrasonido el uso de digitalizadores de señales analógicas, sistemas de adquisición de señales basadas en el estudio de la caracterización de materiales (Papadakis 1991). Sin embargo, hasta ahora, excepto para estudios con masa de trigo (Lee *et al* 1992; Elmehdi *et al* 2004; Page *et al* 2004), no se han encontrado publicaciones del uso de esta técnica para evaluar cereales y específicamente del maíz y sus derivados que son de los productos mas importantes del país, ya que solamente las ventas de tortilla en México alcanzan cifras de mas de 14,000 millones de dólares anuales y en Estados Unidos de 6,000 millones de dólares sin considerar las botanas de maíz.

Parte de la creciente preocupación de los industriales e investigadores mexicanos sobre el uso de ultrasonido, como se mencionó, se ha visto afectada por la creciente competencia de los países asiáticos y la falta de desarrollo tecnológico en nuestro país en dicha área, aunado a la liberación de productos agrícolas básicos del maíz y frijol por el Tratado de Libre Comercio del 2008 dicha situación se convierte en un problema importante a corto y mediano plazo para el país.

## **1.2 ANTECEDENTES**

### **1.2.1 Ultrasonidos**

En los 1920's Paul Langevin desarrolló el SONAR y el primer uso importante del ultrasonido fue la detección de submarinos durante la Primera Guerra Mundial (1914-1918). Pierce en 1925 desarrollo el interferómetro que operaba con cuarzo, y mostraba información valiosa acerca de las propiedades físicas de los materiales en los cuales las ondas podían propagarse. El uso de ondas ultrasónicas para encontrar defectos en objetos metálicos fue propuesto por Sokolov en 1929. Sin embargo, fue hasta la Segunda Guerra Mundial (1945) que Firestone en Estados Unidos y Sproule en Inglaterra, introdujeron el detector de fallas de pulso-eco para pruebas no destructivas en alas de avión que tuvo una aplicación relevante y han continuado con los desarrollos del ultrasonido en diferentes áreas hasta hoy en día (Kinsler *et al* 1982). Con el desarrollo de la computadora en los 80's se mejoró la instrumentación básica del ultrasonido, se refinaron los equipos como el uso de sistemas multicanales, lectores digitales y registradores de papel, lo que ha traído como consecuencia que la instrumentación ultrasónica y las unidades de rastreo (transductores) presenten una alta precisión, permitiendo que el ultrasonido sea una parte importante de la tecnología de los ensayos no destructivos (Van Valkenburg 1991).

A partir de esto aparecen tres grandes ramificaciones del ultrasonido: cuantificación de defectos, caracterización de materiales y metrología. Actualmente, el ultrasonido se utiliza con éxito, en muchas áreas, tales como en las comunicaciones como base de señales del radar en aviones y sonar para detección del nivel del suelo marino, también es ampliamente utilizada para determinar la localización y cantidad de peces en el agua, en medicina para el diagnóstico (Freese y Makow 1969) y exploración del cuerpo humano (Wells 1969), en biología en la inspección de la putrefacción de árboles, en la inspección de pre-germinación en semillas, en la industria de la construcción para inspección de fallas en concreto de edificios y puentes, en la industria metal mecánica para asegurar el control de calidad de productos y uniones (Papadakis 1991), en la industria química para mediciones de espesores de polímeros y en la industria alimentaria para evaluar la calidad de verduras, frutas, productos cárnicos, y lácteos entre muchas otras aplicaciones (McClements 1997). La Tabla 1, ilustra las principales mediciones ultrasónicas.

Tabla 1. Mediciones ultrasónicas<sup>1</sup>

Medición	Parámetro medido	Aplicación
Velocidad ultrasónica	Tiempo de recorrido en el material	Densidad, espesores, detección de defectos, elasticidad, propiedades mecánicas y análisis de interfases
Atenuación	Señal reflejadas y transmitidas por el haz ultrasónico	Caracterización microestructural y análisis de interfases
Frecuencia	Frecuencia, dependiente de la atenuación	Microestructura, tamaño de grano, porosidad, análisis de fase y caracterización superficial
Imagen	Función de puntos discretos analizados por escaneos volumétricos.	Análisis interno de los materiales en forma de fotogramas de 3-dimensiones.

<sup>1</sup>Ultran Laboratories Inc. 1999

### 1.2.2 *Uso del ultrasonido para la caracterización de materiales bio-orgánicos*

En los alimentos y otros materiales bio-orgánicos, las aplicaciones del ultrasonido van desde la evaluación de la composición, transiciones de fase, tamaño de partícula y otros como textura y grado de maduración.

De hecho, el ultrasonido ha sido usado para asegurar la calidad de exportación de vegetales, carne y productos lácteos (McClements 1997), aunque el mayor uso en este sentido ha sido para medir el grosor de la grasa en el ganado de engorda para asegurar la calidad de las canales (Johnson 1997). En la industria de la carne el ultrasonido se utiliza con éxito para determinar cualitativamente la calidad de la carne y otros productos (Llull *et al* 2002), por ejemplo para estimar la relación de sólidos y líquidos en grasas, aceites y tejidos adiposos (Miles *et al* 1985). También se ha utilizado la técnica de la imagen ultrasónica para descubrir cuerpos extraños en carne de cerdo (Taubert y Stuempel 1997). Se ha utilizado el ultrasonido para medir la calidad en frutas (Mizrach *et al* 1999a y b) o para estimar la humedad y grasa en pescado y sus productos (Ghaedian *et al* 1997). Mulet *et al* (1999), utilizaron la técnica de ultrasonido para evaluar la firmeza durante la maduración del queso. También se han aplicado técnicas ultrasónicas para descubrir anomalías, como cuerpos extraños y hoyos en los corazones de papas sin sustancia; (Cheng y Haugh 1994). Mizrach y Flitsanov (1999), utilizaron el ultrasonido para medir la calidad en melones y aguacates. Povey y Wilkinson (1980), estudiaron los componentes de los huevos tales como la yema, para lo cual diseñaron un equipo ultrasónico de control de la calidad para los huevos enteros. Bachaman, *et al* (1978) utilizaron ultrasonido para investigar la coagulación de la proteína de leche. Gunasekaran y Ay (1996) aplicaron la técnica ultrasónica para evaluar la

firmeza de la cuajada y determinar el tiempo de corte óptimo para la fabricación de queso. Por su parte; Benedito *et al* (2000b), sugirieron que pudiera usarse el ultrasonido para indicar defectos estructurales durante las fases tempranas de la maduración de queso de Parmesano, para lo cual determinaron el grado de firmeza y maduración del queso por medio de la velocidad ultrasónica realizada en el modo de transmisión y también por el método de pulso-eco. Los mismos investigadores detectaron grietas dentro del queso, usando el método de pulso-eco (Benedito *et al* 2001).

La técnica se ha aplicado en alimentos (Zacharias y Parnell 1972) para la medición de contenido de sólidos. Povey y Harden (1981), en espumas sólidas moderadas y compuestos en bizcochos, usaron sondas ultrasónicas adaptadas a los contornos de la superficie del bizcocho, estudiaron el crujido de bizcochos, utilizando el método de pulso-eco. Ellos encontraron una buena correlación entre el crujido medido y la velocidad longitudinal del sonido. La velocidad ultrasónica mostró buena correlación con el crujido y el módulo de Young, obtenido con el texturómetro universal Instron. El ultrasonido se ha aplicado en geles (Pryor *et al* 1958; Wyn-Jones *et al* 1982; Morris 1985), para evaluar las medidas de rigidez y compresibilidad por el método de pulso-eco. El tamaño de la partícula, viscosidad y difusividad térmicas de emulsiones fueron determinados por ultrasonido (McClements y Povey 1987). También, el contenido de sólidos en alimentos fue determinado midiendo la velocidad ultrasónica (Zacharis y Parnell 1972).

### 1.2.3 *Fundamentos físicos del ultrasonido*

Las ondas de sonido se producen como resultado de la vibración mecánica de las partículas en el medio material ya sea gas, líquido, o sólido. La vibración de estas partículas en un material es una característica esencial para la propagación de la onda sonora. Si una partícula cambia de su sitio de posición de equilibrio por efecto de la tensión aplicada, por la presión de la onda sonora, las fuerzas inter-moleculares de las partículas tienden a poner a la partícula a su posición de equilibrio original. Un desplazamiento induce otro desplazamiento en un momento dado a los puntos vecinos. La transmisión de una onda a través de un medio es el resultado de los efectos de la fuerza elástica entre las partículas e inercia de las partículas.

Las ondas del sonido pueden proporcionar información útil sobre el material a través del cual se propagan. “Ultrasonido” es el nombre dado al estudio y aplicación de ondas que tienen frecuencias fuera del rango audible del oído de la persona promedio, es decir, a frecuencias mayores de 20 kHz. La energía ultrasónica viaja a través del medio en forma de una onda. El ultrasonido para caracterizar los alimentos utiliza básicamente la velocidad ultrasónica ( $V$ ) y la atenuación ( $\alpha$ ) para evaluar las propiedades de los alimentos, de estos dos parámetros ultrasónicos, el más sencillo para su evaluación es la velocidad ultrasónica, por lo que se la eligió este parámetro para este proyecto de investigación, para evaluar la calidad de los alimentos, como una alternativa opcional a las tradicionales como son las determinaciones por medio del texturómetro universal TA-XT2.

#### 1.2.4 Atenuación ultrasónica

La atenuación ( $\alpha$ ), es la disminución continua de la amplitud (Figura 1) como consecuencia de la interacción con el medio y se debe fundamentalmente a:

$$\alpha_{\text{Atenuación}} = \alpha_{\text{Absorción}} + \alpha_{\text{Divergencia}} + \alpha_{\text{Efectos geométricos}} + \alpha_{\text{Dispersión}}$$

**La pérdida por absorción de las ondas ultrasónicas**

Es la conversión de la energía vibratoria de las mismas en calor, para contrarrestar un poco este efecto basta con incrementar el voltaje de emisión y su amplificación.

**La pérdida por divergencia**

Es debido a la abertura del haz sónico característico del transductor, para contrarrestar tal efecto basta con la selección correcta del diámetro del mismo que nos provoque mínimas pérdidas por divergencia en función de la frecuencia.

**Las pérdidas por efectos geométricos**

Son por fenómenos de reflexión, refracción y difracción, propiedades del comportamiento del haz ultrasónico efectuado en el material, para contrarrestar tales efectos bastara cuidar los siguientes puntos:

- a. Paralelismo de las caras opuestas del espécimen a examinar
- b. Rugosidad del material y geometría del espécimen.

### Las pérdidas por dispersión

Son debidas a que los materiales no son estrictamente homogéneos sino que presenta heterogeneidades, teniendo sitios en que la impedancia acústica cambia, debido a la diferencias en densidad ó velocidad ultrasónica provocando una reducción de la amplitud de la señal, este efecto no se puede contrarrestar aumentando el voltaje de emisión ya que se produce el efecto de céspedes debido a la formación de ecos parásitos por las diferencias de impedancias acústicas encontradas en su camino.

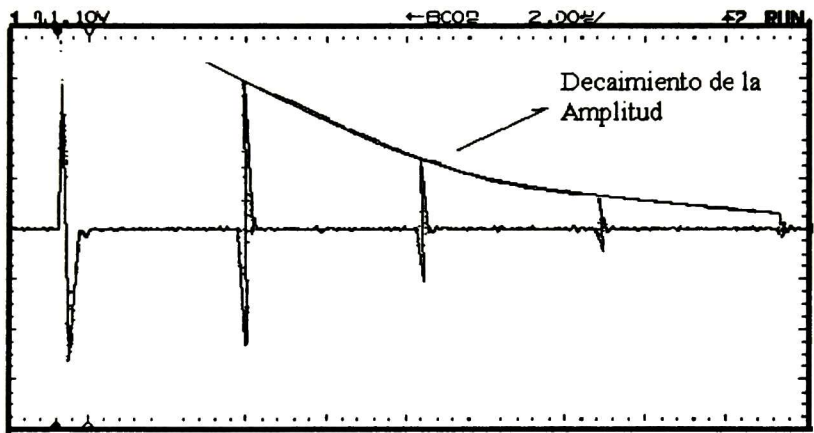


Figura 1.- Atenuación ultrasónica.

Generalmente se expresa la atenuación en la forma siguiente (Bray y Stanley 1997):

$$A = A_o e^{-\alpha x} \quad (1)$$

Donde:

$A_o$  = El nivel de presión original de la fuente;  $A$  = El nivel de presión medida al final;

$\alpha$  = El coeficiente de atenuación y  $x$  = La distancia recorrida por la onda en el material.

Como se mencionó anteriormente la evaluación de la atenuación es mucho más complicada que la velocidad ultrasónica.



## 1.2.5 Intensidad acústica

La energía ( $e$ ) de una partícula oscilante es la suma de su energía potencial y su energía cinética, suponiendo que no haya absorción (Blitz 1964). Cuando la partícula oscilante pasa por su posición de reposo su energía potencial es cero y su energía cinética esta dada por:

$$e = \frac{1}{2} m V_o^2 \quad (2)$$

La masa total de las partículas por unidad de volumen del medio es igual a la densidad ( $\rho$ ) y por lo tanto, la energía total ( $E_T$ ) es igual a la densidad de energía, que viaja a través del medio con una velocidad inicial ( $V_o$ ):

$$E_T = \frac{1}{2} \rho V_o^2 \quad (3)$$

La energía sonora que atraviesa un área unidad de sección recta con una velocidad ( $V$ ), contenida en una columna de unidad de área y longitud igual a la velocidad por unidad de tiempo, debe ser igual a  $V$ , y la cantidad total de energía de esta columna es, por lo tanto,  $V \cdot E_T$ . Representa la intensidad ( $I$ ), de la onda. Así, pues:

$$I = V E_T$$

$$I = V \frac{1}{2} \rho V_o^2$$

En ultrasonidos, se expresan las variaciones de intensidad y amplitud de la onda de una manera logarítmica (Blitz 1964). La unidad logarítmica es el decibelio (dB). Que se define como sigue:

$$dB = \log \left( \frac{I}{I_o} \right) = 20 \log \left( \frac{A}{A_o} \right) \quad (4)$$

Donde:  $I$ ,  $I_o$  y  $A$ ,  $A_o$  son la intensidades y amplitudes iniciales y finales de la onda, respectivamente.

### 1.2.6 Impedancia acústica

La impedancia acústica también denominada, impedancia acústica específica, es la resistencia que se opone a la vibración de los elementos de masa de un medio, donde los elementos de masa del medio vibraran de acuerdo a la densidad específica de cada constituyente, siendo proporcional a la velocidad de propagación, es decir el medio ofrecerá poca o mucha resistencia a las deformaciones elásticas causadas por la onda, la teoría acústica nos proporciona la expresión matemática siguiente:

$$Z = \rho V \quad (5)$$

Donde la impedancia ( $Z$ ) está definida como el producto de la densidad del material ( $\rho$ ) por la velocidad acústica del medio ( $V$ ).

### 1.2.7 Reflexión y transmisión

Durante la transmisión de las ondas ultrasónicas en el material se produce reflexión y refracción de las ondas, estos es, parte de la energía es transmitida y parte no es transmitida (reflexión). La cantidad de energía que no se transmite dependerá de la impedancia acústica del primer medio así como del medio en el que se transmite posteriormente la onda.

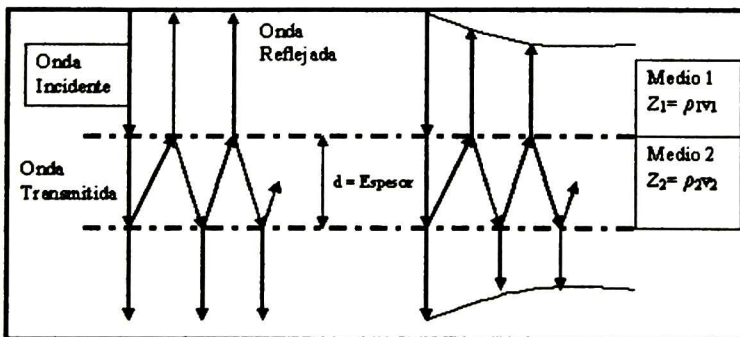


Figura. 2.- Ondas ultrasónicas en interfases (Blitz 1964).

Para obtener el porcentaje de presión acústica transmitida ( $T$ ) y reflejada ( $R$ ) se utilizaron las ecuaciones de Bergmann (1954) para ondas continuas:

$$T = \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{1}{4} \left(m - \frac{1}{m}\right)^2 \operatorname{sen}^2 \frac{2\pi d}{\lambda}}} \quad (6)$$

$$R = \sqrt{\frac{\frac{1}{4} \left(m - \frac{1}{m}\right)^2 \operatorname{sen}^2 \frac{2\pi d}{\lambda}}{1 + \frac{1}{4} \left(m - \frac{1}{m}\right)^2 \operatorname{sen}^2 \frac{2\pi d}{\lambda}}} \quad (7)$$

Donde:

$d =$  Espesor del medio 2

$\lambda =$  Longitud de la onda

$Z_1 =$  La impedancia acústica del primer medio

$Z_2 =$  La impedancia del medio en el que se transmiten las ondas.

$m = \frac{Z_1}{Z_2}$  : Relación de impedancias acústicas del medio 1 al medio 2

Donde  $Z_1$  y  $Z_2$  son las impedancias características para los dos materiales, e  $R$  y  $T$  son los coeficientes ultrasónicos incidentes que se refleja y se transmite respectivamente.

### 1.2.8 *Transductor ultrasónico*

La energía ultrasónica es generada por dispositivos llamado transductores. Por definición un transductor es “un dispositivo que actúa a través de un sistema para proporcionar poder a un segundo sistema” (Ensminger 1973). Un transductor convierte energía mecánica a eléctrica y a la inversa. Los transductores de materiales piezoeléctricos son el mecanismo más comúnmente empleados en ultrasonidos. La mayoría de los materiales piezoeléctricos modernos son de cerámicas como titanato de bario ( $\text{BaTiO}_3$ ), titanato de zirconia (PZT), y metaniobate (PMN). Un transductor puede ser tan simple como un disco de piezoelectricidad con electrodos en ambas caras, puede ser también un dispositivo complejo, donde se utilizan varios materiales e interfaces. Un dispositivo transductor es caracterizado por su acústica y su construcción mecánica.

La selección del transductor apropiado es un factor muy importante para cualquier aplicación exitosa con ultrasonido. Depende de la composición, textura, microestructura y forma de los materiales, así como de los objetivos de calidad a comprobar. También depende del modo de acoplamiento, del transductor al material de prueba. Existen una variedad de dispositivos y de cerámicas piezoeléctricas, como película de piezoelectricidad (PVDF), magnetostrictivo, láseres, y electromagnético-acústico (EMAT), los cuales mejoran y amplían las ventajas actuales y futuras en evaluación ultrasónica no-destruictiva de materiales inorgánicos y orgánicos. Las aplicaciones exitosas futuras dependerán de entender la teoría en que se basa el ultrasonido.

### 1.2.9 Velocidad ultrasónica en función de las propiedades fisicoquímicas del material

Cuando una onda ultrasónica se propaga a través del material, esto causa fluctuaciones periódicas en su temperatura local y de presión. La absorción ocurre porque la energía mecánica proveniente de la onda ultrasónica puede ser reinvertida en otros mecanismos dinámicos fisicoquímicos que existen en el material, como estos mecanismos no son eficientes parte de la energía es perdida como calor, como ejemplos la pérdida de energía por flujo de calor, entre regiones de alta y bajas energías (conducción térmica) y también por la fricción causada por el movimiento relativo de las moléculas (viscosidad).

De acuerdo a la teoría clásica de acústica (Blitz 1964), la expresión de velocidad ultrasónica en función de las propiedades fisicoquímicas del material será:

$$V = \frac{4\pi^2}{\rho} \left( \frac{4\eta}{3} + \frac{(1-\gamma)\zeta}{C_p} \right) \frac{f^2}{\alpha} \quad (8)$$

Donde:

$\eta$  = Viscosidad

$\gamma = \frac{C_p}{C_v}$  (Capacidad calorífica)

$\zeta$  = Conductividad térmica

$\alpha$  = Coeficiente de absorción

$\rho$  = Densidad

$f$  = Frecuencia natural de oscilación del medio

$\frac{4\eta}{3}$  = Por viscosidad

$$\frac{(1-\gamma)\zeta}{C_p} = \text{Por conducción de calor}$$

$$\frac{f^2}{\alpha} = \text{Frecuencia de oscilación del material en relación con la atenuación}$$

La absorción es el único proceso donde la energía ultrasónica es transformada en otro tipo de energía, principalmente en calor. La absorción del ultrasonido esta relacionada con la frecuencia del haz ultrasónico, la viscosidad del material y del tiempo de relajación del medio, definido como el tiempo que toman las moléculas en retornar a su posición original después de ser perturbadas por la onda ultrasónica (Hedrick 2004). Debido a que la mayoría de los materiales orgánicos estudiados tienen atenuaciones altas, mayores de 0.1 db/mm presentando velocidades ultrasónicas bajas (250 – 1600 m/s). En el presente estudio se utilizó transductores con frecuencias bajas (54 a 150 kHz), esto implica que la longitud de la onda será mayor que los dispersores “d” heterogeneidades de los materiales orgánicos estudiados, por lo que la atenuación estará en función de la frecuencia a la cuarta potencia, llamada esta relación, dispersión de Rayleigh en analogía con la dispersión de luz por pequeñas partículas, desarrollada por Rayleigh (1945).

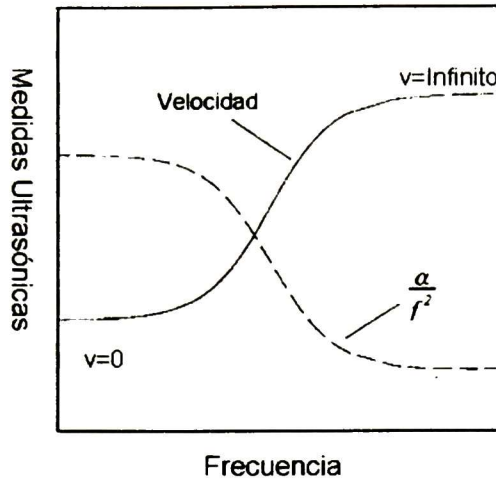


Figura 3. Velocidad en función de la frecuencia (McClements 1997).

Por lo tanto, si utilizáramos frecuencias altas, tendríamos una  $\frac{\alpha}{f^2}$  muy pequeña, lo cual no permitiría calcular la velocidad ultrasónica (Figura 3), de los materiales estudiados porque la señal tendría un decaimiento que no permitiría su cálculo (Figura 1). Por lo cual para materiales atenuantes es necesario utilizar bajas frecuencias y que nos permita calcular la velocidad ultrasónica. Muchos alimentos son heterogéneos. El ultrasonido cataloga las heterogeneidades de acuerdo a la relación que guarda su longitud de onda con las dimensiones de las heterogeneidades (dispersores; “d”) en: micro-heterogeneidades cuando  $\lambda \ll d$  y macro-heterogeneidades cuando  $\lambda \gg d$ . En el presente estudio, debido al uso de bajas frecuencias y que  $\lambda \gg d$ , solo será de interés, el cálculo de reflexión ultrasónica para la determinación de la atenuación.

1.2.10 *Velocidad ultrasónica en función de las propiedades físicas del material*

De la ecuación general de la onda (Blitz 1964):

$$\frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} = v^2 \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} \quad (9)$$

Se obtiene la solución particular de la velocidad ultrasónica:

$$V_L = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (10)$$

Para sólidos con ondas longitudinales uniaxiales y en donde el material de prueba tiene una relación lineal entre esfuerzo-deformación elástica en una sola dirección ( $\bar{E}$ ), solamente esto se cumple para bajas frecuencias donde la longitud de la onda es mayor que la longitud de la muestra. La ecuación (10), caracteriza al material en base a sus propiedades físicas en función de su módulo elástico y densidad. Para nuestro estudio el esfuerzo-deformación deberá ser uniaxial y elástico, obteniéndose la siguiente relación para el módulo elástico uniaxial ( $\bar{E}$ ).

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{\frac{F}{A}}{\varepsilon} = \Rightarrow \bar{E} = \frac{F}{\varepsilon A}$$

Donde  $\bar{E}$  = Módulo elástico uniaxial es la relación entre fuerza ( $F$ ) y Área ( $A$ ),  $\varepsilon$  = Es la deformación uniaxial y es adimensional.



Sustituyendo  $\bar{E} = \frac{F}{A}$  en la expresión de velocidad ultrasónica (10), y su densidad en relación a su masa y volumen ( $V = \text{Área} \times d$ ) obtenemos lo siguiente:

$$V = \sqrt{\frac{\bar{E}}{\rho}} = \sqrt{\frac{\frac{F}{A}}{\frac{m}{Ad}}} = \sqrt{\frac{Fd}{m}}$$

$$V = \sqrt{\frac{Fd}{m}} \quad (11)$$

Donde la ecuación (11), nos indica que la velocidad ultrasónica es la relación del trabajo realizado por el desplazamiento de las partículas del medio, para propagar esa energía en el material (m). De la ecuación (11) se tienen dos casos:

1. Si el esfuerzo sinusoidal aplicado al material esta fuera de fase con la deformación del material entonces se puede tener ondas estacionarias y batidos (pulsos) dependiendo de la diferencia de fases entre las ondas.
2. Si el esfuerzo sinusoidal aplicado al material esta en fase con la deformación del material entonces se produce resonancia.

1.2.11 Caso (1) Cuando el esfuerzo sinusoidal aplicado al material esta fuera de fase con la deformación elástica del material

La fuerza es igual a la expresión:

$$F = m a = m \frac{d}{t^2}$$

Sustituyéndola en la expresión (11) de la velocidad ultrasónica obtenemos lo siguiente:

$$V = \sqrt{\frac{F d}{m}} = \sqrt{\frac{m \frac{d}{t^2} d}{m}} = \sqrt{\left(\frac{d}{t}\right)^2} = \frac{d}{t}$$

$$V = \frac{d}{t} \quad (12)$$

Para que exista la propagación de la onda sonora ultrasónica se debe evitar tener ondas estacionarias en el material para lo cual se calcula el grosor del material con la ecuación (13), siendo un número impar de semilongitudes de onda ( $\lambda$ ), de la frecuencia ( $f$ ) del esfuerzo sinusoidal utilizado. Existiendo en estas condiciones interferencia constructiva de fase entre las ondas produciendo batidos ó pulsos, que propaga la onda ultrasónica en nuestro material bio-orgánico.

$$\text{Grosor} = \frac{\lambda}{(2n-1)} = \frac{v}{(2n-1) f} \quad (13)$$

Donde:

$\lambda$  = Longitud de onda

$n$  = Número entero

$V$  = Velocidad ultrasónica

$f$  = Frecuencia del transductor excitador

1.2.12 Caso (2) Cuando el esfuerzo sinusoidal aplicado al material esta en fase con la deformación elástica del material

Se tiene resonancia y la fuerza en resonancia (White 2004) es igual a la expresión (14):

$$F = f_N^2 4 d m \quad (14)$$

Donde:

$f_N$  = Frecuencia principal en resonancia

$d$  = Distancia

$m$  = Masa

Sustituyéndola en la expresión (11) de la velocidad ultrasónica obtenemos lo siguiente:

$$V = \sqrt{\frac{Fd}{m}} = \sqrt{\frac{f_N^2 4 d^2 m}{m}} = 2 d f_N \quad (15)$$

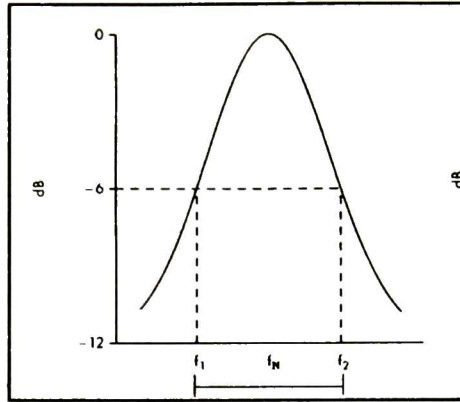


Figura 4.- Espectro de frecuencias.

En la (Figura 4),  $\Delta f$  es el ancho de banda de frecuencias, entre  $f_1$  y  $f_2$  a -6dB y  $f_N$  es la frecuencia principal de resonancia ó central del ancho de frecuencias (Hedrick 2004). La frecuencia aumenta cuando se incrementa la rigidez del material y disminuye cuando aumenta la masa (Blitz 1964). La frecuencia no depende de la amplitud de la oscilación, estando en función de la masa del objeto y de sus propiedades elásticas. La ecuación (15) caracteriza al material en base a sus propiedades acústicas. Los efectos de la resonancia abundan en el campo de la mecánica, ejemplos de ello es el derrumbe en 1940 del puente Tacoma, que se atribuyó a las vibraciones inducidas por resonancia en la estructura por un viento de unos 69 km/hora. El cruce de un pequeño puente por una columna de soldados que ejecuta un paso regular puede establecer resonancia que resulte peligrosa, por ello cuando las tropas llegan a un puente habitualmente se les ordena que “rompan el paso” (Jáuregui 1971). En los instrumentos musicales la gran mayoría utiliza el principio de la resonancia para emitir ondas continuas llamada “música” mediante una cavidad resonante que confina las ondas continuas y amplifican la intensidad del sonido.

Para producir resonancia, el grosor del material (16), debe ser un número entero de semilongitudes de onda ( $\lambda$ ), de la frecuencia ( $f$ ) del esfuerzo sinusoidal utilizado (Buckin y Smyth 1999):

$$\text{Grosor} = \frac{\lambda}{n} = \frac{v}{n f} \quad (16)$$

Debido que utilizamos bajas frecuencias y ondas longitudinales uniaxiales (ondas de compresión) en los materiales orgánicos estudiados, este hecho simplifica enormemente el trabajo, porque el cálculo de la velocidad ultrasónica solo estará influenciada, principalmente por el módulo elástico del material sólido ( $V \sim \sqrt{E}$ ), y en menor grado por la densidad (McClements 1997). Debido también a la baja frecuencia, la longitud de onda estará en la región de “ver” macro heterogeneidades ( $\lambda \gg d$ ), por lo tanto solo será de interés el cálculo por reflexión ultrasónica para determinar la atenuación. La velocidad ultrasónica dependerá principalmente de la frecuencia de oscilación del material. De

acuerdo a:  $V = \sqrt{\frac{E}{\rho}}$ ;  $\frac{1}{V^2} = \frac{\rho}{E}$ ; tenemos para los alimentos sólidos el módulo de elasticidad

es:  $E = K + 4G/3$  donde  $K$  = módulo volumétrico,  $G$  = módulo transversal = 0 (Por utilizar solo ondas longitudinales uniaxiales) entonces para los alimentos se cumple  $E \sim K$  pero  $K = 1/k$ ; donde  $k$  = compresibilidad adiabática, sustituyendo esta relación nos queda

para un material bio-orgánico (homogéneo) lo siguiente:  $\frac{1}{V^2} = k \rho$ ; como los alimentos están formados por multicomponentes, por lo tanto aplicando la relación para un material

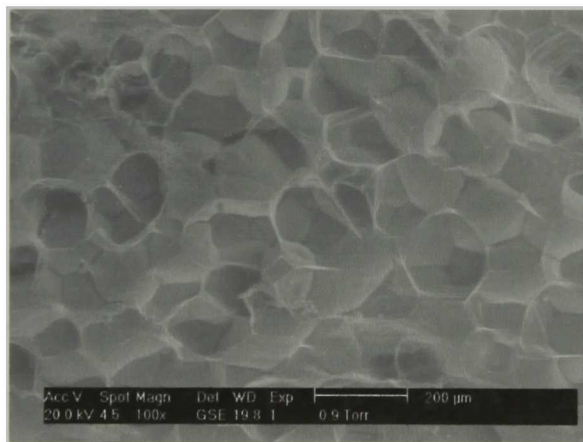
homogéneo y generalizándola tenemos la siguiente relación:  $\frac{1}{V^2} = \sum_{j=1}^n \phi_j k_j \sum_{j=1}^n \phi_j \rho_j$

Donde  $\varphi_j$ ,  $\rho_j$ ,  $k_j$  son respectivamente la fracción volumen del componente  $j$ , la densidad de  $j$ , y la compresibilidad adiabática de  $j$ . (McClements 1997).

Los alimentos son normalmente caracterizados en términos de módulo de elasticidad y de su densidad, por medio de parámetros ultrasónicos como son la velocidad ultrasónica, atenuación e impedancia, conociendo las propiedades elásticas en función de su velocidad ultrasónica se pueden conocer las siguientes propiedades físicas de los materiales: elasticidad, cohesividad, viscosidad, masticabilidad y dureza elástica estas propiedades están relacionadas al módulo de elasticidad del material. Estas determinaciones se relacionan también en gran medida con: la determinación de grado de maduración, evaluación de la rigidez, defectos estructurales, grado de cocimiento y con la determinación de interfases (grasa, sólidos, proteínas).

### 1.3 ESTRUCTURA Y PROPIEDADES DE LOS ALIMENTOS

La complejidad de la elaboración de los alimentos y la importancia de su calidad exigen entender mejor la función de las propiedades físicas que constituyen los alimentos sólidos y semisólidos. Las propiedades mecánicas se definen por lo general como el comportamiento en cuanto a esfuerzo-deformación de un material, en condiciones de carga estática o carga dinámica, en tanto que la reología se define como la ciencia que estudia la deformación y el flujo de la materia. Los procedimientos para probar los materiales consisten de pruebas no-destructivas que producen poca deformación y pruebas destructivas que acarrearán deformaciones mayores. Las primeras resultan muy convenientes para caracterizar las varias estructuras reticulares (Figura 5), comunes en muchos alimentos como en la papa; en tanto que las segundas, son útiles para determinar la extensibilidad y la resistencia máxima de estas estructuras. La combinación de los dos tipos de pruebas es provechosa para entender las relaciones entre micro y macro estructuras y, las propiedades complejas de los alimentos, como la textura. La técnica ultrasónica se presenta como un método potencial para la evaluación objetiva de las propiedades físicas.



*Figura 5.- Estructura reticular en forma de red poligonal*

### 1.3.1 *Estructura y propiedades geométricas*

Muchos investigadores (Barrett *et al* 1994; Gao y Tan 1996a; Bouvier *et al* 1997; Mohammed *et al* 1982; Stanley y Tung 1976; Vickers y Bourne 1976a; Matz 1962; Coppock y Carnford 1960), están de acuerdo en que las características texturales deben ser el resultado de las propiedades estructurales de los alimentos, e indicaron que los alimentos crujientes y secos como los bizcochos, se rompen en muchos pedazos cuando se mastican y que la calidad es afectada por el tamaño y el espesor de las paredes.

Las características texturales se relacionan a las estructuras reticulares de los alimentos. Probablemente el método más directo de su medida objetiva, sea la estructura del producto y propiedades de la geometría. La microscopía electrónica de barrido (SEM) utilizada revela a menudo, la estructura interior del producto. Gao y Tan (1996b) utilizaron esta técnica para medir el tamaño de las retículas y su densidad. Barrett *et al* (1994), investigaron las propiedades estructurales caracterizadas en términos de la distribución de tamaño reticular y densidad de volumen de maíz, encontraron que la correlación de parámetros como fracturabilidad y dureza, indicaba una estructura reticular fuerte mecánicamente, esta fuerza fue cuantificada por análisis fractal y de fourier, utilizando análisis de funciones tensor-tensión.

### 1.3.2 *Propiedades mecánicas*

La medida más objetiva y prevaeciente para las propiedades reológicas es la determinación de las propiedades mecánicas. Las propiedades mecánicas son asociadas con las propiedades estructurales de los materiales derivadas por medio de la relación entre el esfuerzo y la deformación de los alimentos por medio de un texturómetro universal como un Instron o un analizador de textura (TA-XT2). No obstante, no hay ningún criterio



definido, para la selección de un aparato para medir las propiedades mecánicas de los alimentos. También, las pruebas son dependientes de la naturaleza de los productos. Por consiguiente, existe una gran variedad de pruebas mecánicas para los alimentos. Aunque las pruebas mecánicas son relativamente rápidas y fáciles, estos resultados no han reportado un alto grado de correlación con las propiedades reológicas (viscosidad, cohesividad, dureza elástica y elasticidad). También, muchos alimentos no pueden ser probados, o es muy difícil su análisis, porque éstos son demasiados pequeños, tienen tamaños y formas irregulares ó son parte de un alimento que también consiste en partes del total.

### 1.3.3 *Propiedades acústicas*

Drake (1963) fue uno de los primeros científicos en estudiar los sonidos en alimentos. Desde los trabajos de Drake (1963, 1965), se han hecho varios estudios para relacionar las características texturales en función de varios parámetros acústicos. El sonido que produce un alimento cuando se comprime contiene una gran cantidad de información. Los estudios han mostrado que las señales del sonido son importantes para evaluar el crujido de los alimentos (Vickers y Bourne 1976b; Christensen y Vickers 1981; Mohammed *et al* 1982; Edmister y Vickers 1985; Lee *et al* 1988). Vickers y Bourne (1976a) estudiaron las propiedades acústicas de sonidos grabados de alimentos crujientes húmedos y secos. Ellos encontraron que los alimentos crujientes consisten en una serie desigual e irregular de ruidos, y sugirió que el rompimiento repetido, o fracturado de muestras del alimento durante la mordida y masticadura produjeron estas características acústicas. Dacremont (1995), afirmó que los sonidos producidos por el alimento fracturado, por un aparato mecánico son diferentes y contienen la información pertinente para la evaluación de la textura. Se ha sugerido que la combinación de las medidas acústicas y mecánicas pudiera

predecir las propiedades reológicas de los alimentos (Mohammed *et al* 1982; Seymour 1985; Vickers 1987; Vickers 1988).

#### 1.3.4 *Medidas acústicas y mecánicas combinadas*

Las propiedades reológicas se relacionan positivamente a las medidas acústicas e inversamente se relaciona a la fuerza-deformación. Esta relaciones del inverso de propiedades reológicas, con los parámetros de deformación y las relaciones positivas con los parámetros acústicos también fue reportada por Vickers (1987, 1988). Vickers (1988) notó una relación inversa entre las propiedades reológicas y los parámetros de esfuerzo-deformación.

### 1.4 DETERMINACIONES VISCO-ELÁSTICAS

En los alimentos visco-elásticos ambos componentes suelen expresarse conjuntamente. Es posible, sin embargo, separar ambos componentes, determinando la existencia de diversas técnicas de ensayo, mediante técnicas cuidadosamente diseñadas, las cuales son:

- a) Determinación vibracional
- b) Experimento de carga-descarga
- c) Método de la relajación bajo tensión
- d) Componente normal de la tensión

De estas cuatro, solamente nos interesa la primera, como objetivo de nuestro estudio para predecir las propiedades físicas en los alimentos por medio del ultrasonido (prueba no destructiva), y la segunda para testimoniar nuestros resultados obtenidos mediante el ensayo del texturómetro universal TA-XT2 (prueba destructiva).

#### 1.4.1 *Determinación vibracional*

La determinación vibracional, consiste de una prueba mecánica dinámica, donde una muestra es sometida a una deformación que varía de manera sinusoidal con el tiempo. Para conseguir esto se utiliza una vibración mecánica proporcionada por unos transductores piezoeléctricos, que al recibir una señal eléctrica del transductor, la convierte en una señal mecánica sinusoidal, que se transmite al material orgánico en estudio. El análisis del comportamiento de la señal de respuesta del material orgánico permite correlacionar sus componentes viscoso y elástico de estos parámetros y predecir sus propiedades físicas.

#### 1.4.2 *Determinación estática*

En este estudio se hace referencia al texturómetro Universal TA-XT2 (Texture, Technologies, Scarsdale, Nueva York), un instrumento que determina las propiedades de resistencia y textura de los materiales orgánicos. Funciona deformando de varias maneras los materiales y midiendo la fuerza que se requiere para producir esa deformación. Por ejemplo, las fibras comúnmente se prueban midiendo la fuerza que se necesita para estirarlas y romperlas. El procedimiento usual para la textura en alimentos como el queso consiste en comprimirlos o forzarlos a pasar a través de un orificio pequeño. La fuerza resultante frente a los datos de la deformación es una función tanto de las propiedades de los materiales como de las dimensiones del fragmento de material probado. A fin de caracterizar al material independientemente de sus dimensiones, los datos de fuerza-tiempo deben convertirse en datos de esfuerzo-deformación. Aunque en el mercado existen otros aparatos, el TA-XT2 es el que mas se utiliza en la industria alimentaría.

## 1.5 MODELOS VISCO-ELÁSTICOS

El modelo visco-elástico más simple puede representarse por medio de un resorte ( $H$ ) y un amortiguador ( $N$ ) que se mueve alternativamente en sentido ascendente y descendente, estos componentes se pueden acoplar en serie o en paralelo (Muller 1973). Acoplados en serie, representan esencialmente un líquido, y el modelo suele denominarse modelo Maxwell; en paralelo representan un sólido y se le conoce como modelo Kelvin-Voigt. Ambos modelos pueden acoplarse a su vez en serie para dar otro modelo cuyas características se parecen muy considerablemente a los diversos productos alimenticios, se trata del llamado modelo Burgers.

### 1.5.1 *El Modelo Kelvin- Voigt*

En el modelo visco-elástico de Kelvin-Voigt, se representa por medio de un resorte ( $H$ ) y un amortiguador ( $N$ ) que se mueve alternativamente en sentido ascendente y descendente, en paralelo lo que representa a un sólido. El alargamiento límite, tras un período de tiempo suficientemente largo, depende exclusivamente de la magnitud de la fuerza y es totalmente recuperable cuando la carga cesa (Figura. 6).

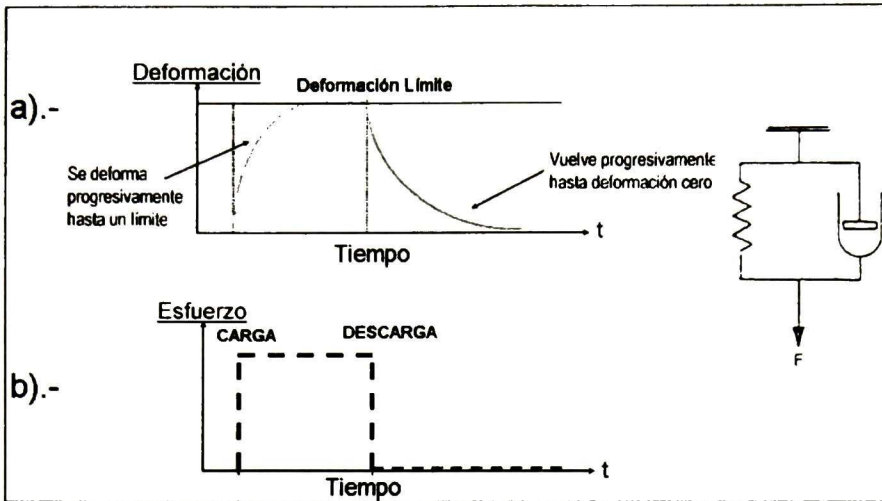


Figura 6. El modelo de Kelvin-Voigt. a).- Deformación vs tiempo; b).- Esfuerzo vs tiempo (Lakes 2004).

Cuando se aplica una fuerza  $F$ , aumentan tanto  $H$  como  $N$ . Cuando la fuerza cesa,  $H$  se acorta lentamente a  $N$ , lo que da origen al fenómeno conocido como elasticidad retardada o post efecto elástico. Se define como la recuperación retardada de una deformación elástica; teóricamente, en este modelo la recuperación tarda un tiempo infinito en producirse; el tiempo para la recuperación efectiva depende del tamaño relativo de las constantes de los elementos viscoso y elástico, ambos elementos sufren la misma deformación relativa y la tensión es la suma de las tensiones de cada elemento. La tensión total es la suma de las tensiones de  $N$  y  $H$ . Las deformaciones relativas de  $N$  y  $H$  son iguales. El comportamiento límite del modelo Kelvin-Voigt, tras haber transcurrido un período suficiente de tiempo, es el modelo de Hooke. El modelo de Kelvin-Voigt considera un sistema en paralelo con un elemento elástico y otro viscoso el cual también podemos representarlo como un cuerpo sometido a esfuerzos en todas las direcciones tri-axial y sus resultantes deformaciones como se muestra en la Figura 7.

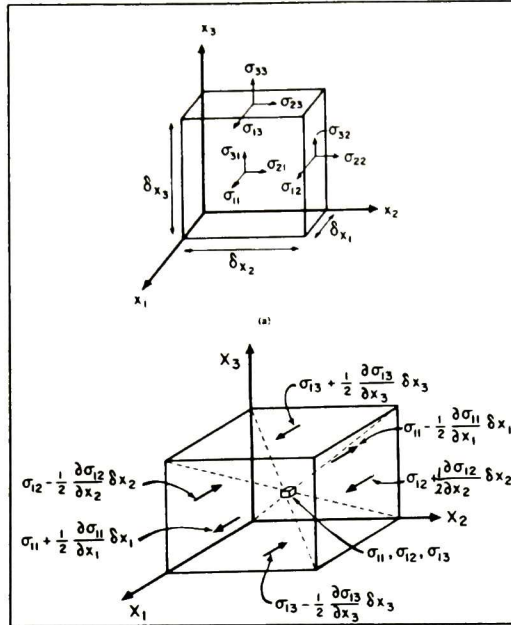


Figura 7.- Sólido sometido a esfuerzos en todas las direcciones (Timoshenko 1928).

Aplicando la segunda ley de Newton de conservación de momentúm.

$$F_{x_1} = m a_{x_1} \quad F_{x_2} = m a_{x_2} \quad F_{x_3} = m a_{x_3}$$

Primeramente en la dirección  $x_1$  tenemos:

$$\sum F_{x_1} = (\rho dx_1 dx_2 dx_3) \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} \quad (17)$$

Todos los esfuerzos que actúan en la dirección  $x_1$  están representados en el cubo (Figura 7).

Se esta considerando que en el centro del cubo (con dimensiones  $\delta x_1$ ,  $\delta x_2$ ,  $\delta x_3$ ) los esfuerzos tiene los valores  $\sigma_{11}$ ,  $\sigma_{22}$ ,  $\sigma_{33}$  (normal) y de  $\sigma_{12}$ ,  $\sigma_{13}$ ,  $\sigma_{23}$  (corte), entonces para obtener la fuerza actuando en cada cara, se toma el valor de esfuerzo del centro de cada cara y su área, se tiene entonces:

$$\begin{aligned} \Sigma F_{x_1} = (\rho dx_1 dx_2 dx_3) \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} = & (\sigma_{11} + \frac{1}{2} \frac{\partial \sigma_{11}}{\partial x_1} * \delta x_1 - \sigma_{11} + \frac{1}{2} \frac{\partial \sigma_{11}}{\partial x_1} * \delta x_1) \delta x_2 \delta x_3 \\ & + (\sigma_{12} + \frac{1}{2} \frac{\partial \sigma_{12}}{\partial x_2} * \delta x_2 - \sigma_{12} + \frac{1}{2} \frac{\partial \sigma_{12}}{\partial x_2} * \delta x_2) \delta x_1 \delta x_3 \\ & + (\sigma_{13} + \frac{1}{2} \frac{\partial \sigma_{13}}{\partial x_3} * \delta x_3 - \sigma_{13} + \frac{1}{2} \frac{\partial \sigma_{13}}{\partial x_3} * \delta x_3) \delta x_1 \delta x_2 \end{aligned}$$

Simplificando se tiene:

$$\rho \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} = \frac{\partial \sigma_{11}}{\partial x_1} + \frac{\partial \sigma_{12}}{\partial x_2} + \frac{\partial \sigma_{13}}{\partial x_3} \quad (18)$$

Expresando la relación (18) en notación generalizada para todas direcciones se tiene:

$$\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} = \rho \frac{\partial^2 u_i}{\partial t^2} \quad (19)$$

El modelo de Kelvin-Voigt considera que la deformación de la componente elástica es igual que la deformación por la componente viscosa por lo que se puede expresar los esfuerzos en función de las deformaciones mediante las constantes de elásticas de Lamé  $\lambda$  y  $\mu$  obteniendo los siguientes grupos de consideraciones:

$$\begin{aligned} \partial_{11} &= \lambda \Delta + 2\mu \epsilon_{11} & \partial_{13} &= 2\mu \epsilon_{13} \\ \partial_{23} &= 2\mu \epsilon_{23} & \partial_{12} &= 2\mu \epsilon_{12} \\ \partial_{22} &= \lambda \Delta + 2\mu \epsilon_{22} & \partial_{33} &= \lambda \Delta + 2\mu \epsilon_{33} \end{aligned}$$

Donde  $\Delta$  es la dilatación,  $\Delta = \epsilon_{11} + \epsilon_{22} + \epsilon_{33}$ , y considerando la definición de esfuerzo como:

$$\epsilon_{11} = \frac{\partial u_1}{\partial x_1}, \quad \epsilon_{12} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_1}{\partial x_2} + \frac{\partial u_2}{\partial x_1} \right), \quad \epsilon_{13} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_1}{\partial x_3} + \frac{\partial u_3}{\partial x_1} \right), \quad \epsilon_{22} = \frac{\partial u_2}{\partial x_2}, \quad \epsilon_{33} = \frac{\partial u_3}{\partial x_3}$$

Sustituyendo estas expresiones en la relación (19) se tiene:

$$\frac{\partial(\lambda\Delta)}{\partial x_1} + 2\mu \frac{\partial^2 \mu_1}{\partial x_1^2} + \mu \frac{\partial^2 \mu_1}{\partial x_2^2} + \mu \frac{\partial^2 \mu_2}{\partial x_1 \partial x_2} + \mu \frac{\partial^2 \mu_1}{\partial x_3^2} + \mu \frac{\partial^2 \mu_3}{\partial x_3 \partial x_1} = \rho \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2}$$

Por definición se tiene:

$$\nabla^2 = \frac{\partial}{\partial x_2} + \frac{\partial}{\partial x_1} + \frac{\partial}{\partial x_2}, \quad \frac{\partial \lambda}{\partial x_1} = 0$$

Para ondas longitudinales se cumple que:

$$\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33} = \Delta$$

Obteniendo como resultado para el esfuerzo aplicado en  $x_1$  lo siguiente:

$$(\lambda + \mu) \frac{\partial \Delta}{\partial x_1} + \mu \nabla^2 u_1 = \rho \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2} \quad (20)$$

Similarmente para el sistema tri-axial se tiene lo siguiente:

$$(\lambda + \mu) \frac{\partial \Delta}{\partial x_1} + \mu \nabla^2 u_1 = \rho \frac{\partial^2 u_1}{\partial t^2}$$

$$(\lambda + \mu) \frac{\partial \Delta}{\partial x_2} + \mu \nabla^2 u_2 = \rho \frac{\partial^2 u_2}{\partial t^2}$$

$$(\lambda + \mu) \frac{\partial \Delta}{\partial x_3} + \mu \nabla^2 u_3 = \rho \frac{\partial^2 u_3}{\partial t^2}$$

La solución de este sistema de ecuaciones de 3x3 se tiene lo siguiente:

$$\frac{\partial^2 \Delta}{\partial t^2} = \frac{\lambda + 2\mu}{\rho} \nabla^2 \Delta \quad (21)$$

El resultado de la expresión anterior, calcula la velocidad para un sistema de esfuerzos tri-axial considerando ondas longitudinales tri-axiales:



$$V_{\text{long}} = \left( \frac{\lambda + 2\mu}{\rho} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (22)$$

Tomando en consideración las definiciones (Dieter 1967) de Lamé  $\lambda$  y  $\mu$  (De la teoría de elasticidad  $\lambda = \nu E / [(1 + \nu)(1 - 2\nu)]$  y  $\mu = E / [2(1 + \nu)]$ ); y la constante elástica ( $\nu$ ) de Poisson se pueden expresar la relación (22) como:

$$V_{\text{long}} = \left( \frac{(1 - \nu) E}{(1 + \nu)(1 - 2\nu) \rho} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (23)$$

Considerando que las ondas longitudinales en nuestro estudio solo se aplican de manera uniaxial (solo en una dirección) se deberá tomar en cuenta las siguientes relaciones de esfuerzo y deformación para un estado uniaxial ( $E \Rightarrow \bar{E} = \text{uniaxial}$ ), y para geometrías cilíndricas se cumple:

$$\varepsilon_{22} = \varepsilon_{33} = 0$$

$$\sigma_{22} = \frac{\nu}{1 - \nu} \sigma_{11}$$

$$\varepsilon_{11} = \frac{1}{E} [\sigma_{11} - \nu(\sigma_{22} + \sigma_{33})]$$

$$\frac{\sigma_{11}}{\varepsilon_{11}} = \frac{(1 - \nu)E}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} = \bar{E} \quad , \quad E = \frac{(1 + \nu)(1 - 2\nu)\bar{E}}{(1 - \nu)}$$

Sustituyendo la relación matemática de  $[E (\bar{E})]$  en la relación (23), la relación, final para el cálculo de la velocidad ultrasónica de forma uniaxial, utilizando ondas longitudinales con bajas frecuencias para geometrías cilíndricas, para el modelo de Kelvin-Voigt, será la siguiente relación matemática siguiente:

$$V_{\text{long}} = \sqrt{\frac{\bar{E}}{\rho}} \quad (24)$$

En los materiales bio-orgánicos estudiados algunos se pueden adaptar a la forma geométrica cilíndrica y otros como los granos de maíz, que tiene formas muy similares a la cilíndrica, no presenta esfuerzos sinusoidales transversales por la propagación de ondas longitudinales se pueden utilizar la ecuación (24).

McClements 1997, Menciona que en los alimentos, las variaciones en velocidad ultrasónica son influenciadas principalmente por el módulo elástico y en menor medida por la densidad. Por lo tanto se puede utilizar la siguiente ecuación para predecir propiedades elásticas de los alimentos con el uso de ultrasonido

$$V_{long} = k' \cdot \sqrt{E} \quad (25)$$

### 1.5.2 *El modelo Maxwell*

El modelo Maxwell, consta de un resorte ( $H$ ) y un amortiguador ( $N$ ) unidos en serie y representa el líquido visco-elástico ideal, en donde los dos elementos soportan la misma tensión, como dos aros de una cadena, el alargamiento total es por tanto la suma de cada elemento del que la aplicación de la menor fuerza producirá un flujo.

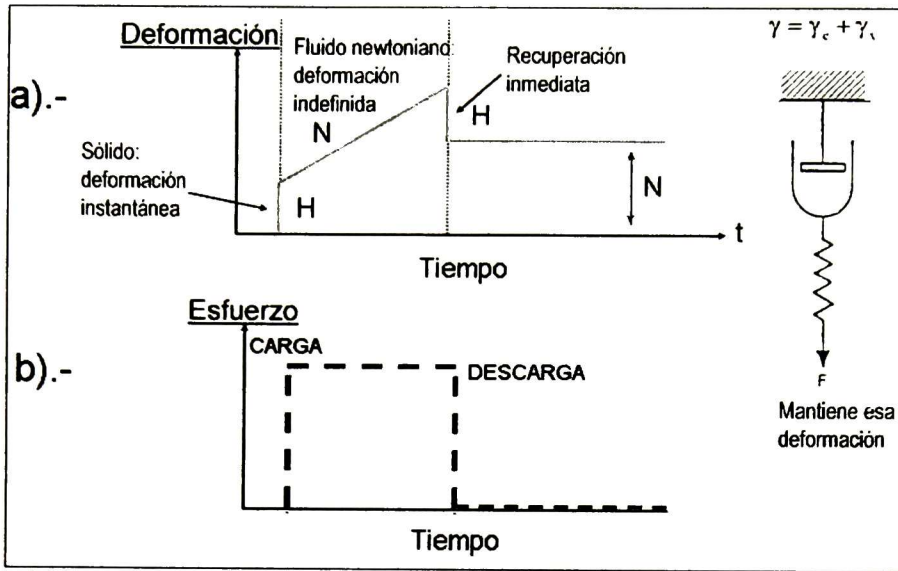


Figura 8.- El modelo de Maxwell. a).- Deformación vs tiempo  
b).- Esfuerzo vs tiempo (Lakes 2004).

En la Figura 8, la deformación puede apreciarse en el incremento del módulo de alargamiento al estirarlo y la subsiguiente contracción parcial al retirar la carga (Muller 1973). Al aplicar una carga  $F$ ,  $H$  se alarga de inmediato y aumenta  $N$  lentamente. Al retirar la fuerza,  $H$  se contrae, en tanto que  $N$  permanece inalterable. Ambos hechos vienen expresados por el diagrama de deformación en función del tiempo que muestra la deformación de  $H$  e  $N$  al aplicar y retirar la fuerza  $F$ . Cuatro puntos conviene recordar en relación con el modelo de Maxwell:

- I.  $N$  tiene un coeficiente de viscosidad y  $H$  tres módulos,  $G$ ,  $E$  y  $K$ . Habitualmente, el modelo puede considerarse como incomprensible, de manera que no es necesario tomar en consideración  $K$  y si es isotrópico:  $G = E/3$ .

- II. A tensiones constantes,  $H$  se alargará instantáneamente hasta alcanzar su deformación correspondiente a la tensión aplicada. Después, la deformación dependerá de  $\eta$ , y en este sentido el líquido de Maxwell se comporta como un líquido newtoniano.
- III. Si el modelo se extiende en cierto grado y se mantiene así (es decir, a tensión constante), la tensión interna se relaja,  $H$  anula a  $N$  hasta que desaparece la tensión, proceso al que se le denomina tiempo de relajación.
- IV. Si se deja libre antes de que la relajación se complete, el sistema se recupera. Estas propiedades producen inestabilidad del flujo y dan origen a un número crítico de Reynolds bajo. Recuperación y relajación son propiedades típicas de los fluidos visco-elásticos y no se dan en los fluidos viscosos.

La situación descrita anteriormente tiene una analogía con el siguiente dispositivo mecánico, la relación entre esfuerzo y deformación sobre un fluido visco elástico se semeja a la que habría en un sistema constituido por un muelle más un amortiguador (un cilindro sumergido en un fluido viscoso). El desplazamiento de todo el sistema se hace a costa de vencer la resistencia del muelle y del amortiguador.

Para este sistema se tiene que la deformación, o desplazamiento, total  $\gamma$ , es igual a la suma de las deformaciones en el muelle y del amortiguador.

$$\gamma = \gamma_e + \gamma_v$$

Donde  $\gamma_e$  es la deformación elástica del muelle y  $\gamma_v$  la deformación viscosa del amortiguador. Por otra parte, el esfuerzo que actúa sobre cada elemento es el mismo e igual al total, es decir:  $\sigma = \sigma_e = \sigma_v$

A partir de la relación de deformaciones:  $\gamma = \gamma_e + \gamma_v$  se puede derivar a derecha e izquierda:

$$\gamma' = \gamma'_e + \gamma'_v$$

Y combinando con las relaciones de  $\sigma$  y  $\gamma$  para los elementos elásticos y viscosos se tiene:

$$\gamma' = (\sigma/\eta)_{\text{viscoso}} + (\sigma/E)_{\text{elástico}}$$

Para el elemento viscoso, tenemos que los líquidos no soportan esfuerzos de corte, solamente pueden propagarse a través de ellos ondas longitudinales por lo tanto el elemento viscoso se anula y nos queda:

$$\gamma' = (\sigma/E)$$

$$\sigma = E\gamma'$$

Que es la expresión de la ley de Hooke de la elasticidad. Consideremos ondas planas longitudinales que se propagan en sola una dirección de las  $x$  a través de un medio homogéneo de densidad uniforme  $\rho$ . Sea  $AB$  (Figura. 9) una lámina delgada de caras paralelas del medio, con superficies  $A$  y  $B$  normales a la dirección de propagación y a las distancias respectivas,  $x$  y  $x + \Delta x$ , de un origen cualquiera. Al cabo de cierto tiempo  $t$ , la onda hace que  $A$  se desplace hasta  $B$ , sean  $\sigma$  y  $\sigma + \Delta\sigma$ , el esfuerzo en un instante dado y en un instante posterior.

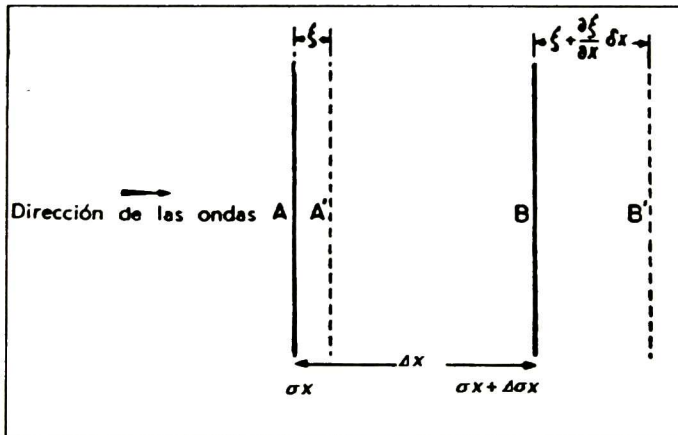


Figura 9.- Propagación de ondas planas longitudinales (Blitz 1964).

Para A tenemos  $\sigma = E\gamma'$

Para B tenemos  $\sigma + \Delta\sigma = E\gamma' + E\gamma'' \Delta x$

La resultante será  $\sigma - \sigma + \Delta\sigma = E\gamma - E\gamma + E\gamma'' \Delta x$

$$\Delta\sigma = E\gamma'' \Delta x$$

De la segunda ley de Newton del movimiento tenemos:

$$\Delta\sigma = \rho \Delta x \gamma''$$

Sustituyendo obtenemos lo siguiente:

$$\rho \Delta x \gamma'' = E\gamma'' \Delta x$$

$$\gamma'' - E/\rho \gamma'' = 0$$

La expresión anterior la podemos simbolizar como sigue:

$$\frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} - \frac{E}{\rho} \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} = 0 \Rightarrow \frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} = \frac{E}{\rho} \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} \quad (26)$$

De la ecuación general de la onda (Blitz 1964):

$$\frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} = v^2 \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} \quad (27)$$

Se obtiene la solución, para la velocidad ultrasónica relacionando la (26) con la (27) se tiene:

$$V_{Long} = \sqrt{\frac{E_{liquido}}{\rho}} \quad (28)$$

Donde  $E$  es el módulo elástico para el líquido aplicando ondas longitudinales uniaxial para geometrías cilíndricas y con bajas frecuencias;  $E_{liquido} = 1/\beta$ , donde  $\beta$  = Coeficiente de

compresibilidad adiabática del líquido, podemos entonces expresar la relación (28) de la siguiente forma:

$$V_{Long} = \sqrt{\frac{l}{\beta \rho}}$$

### 1.5.3 Modelo Burgers

En la industria alimentaria es difícil encontrar productos que se asemejen a los modelos de Maxwell y Kelvin-Voigt. Sin embargo, el resultante de acoplar en serie ambos modelos, el modelo llamado Burgers, ofrece considerable interés práctico y se representa en la siguiente Figura.

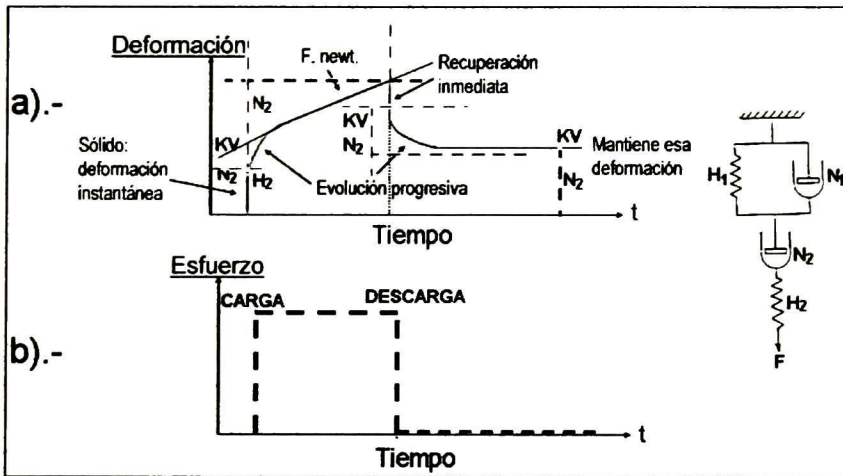


Figura 10. Modelo de Burgers., a).- deformación vs tiempo, b).- esfuerzo vs tiempo (Lakes 2004).

Cuando se aplica una carga o fuerza,  $F$ , se produce una deformación inmediata  $H$ . Se denomina elasticidad instantánea. El modelo Kelvin-Voigt es el responsable de la elasticidad retardada y del post efecto elástico ( $H, N$ ). Transcurrido un período de tiempo suficiente, la elongación se debe únicamente al componente viscoso del modelo de Maxwell ( $N$ ). Al retirar la carga,  $H$  determina la recuperación instantánea; la recuperación

retardada se debe al componente Kelvin-Voigt. El conjunto recuperación instantánea y recuperación retardada constituye la llamada elasticidad total. El resto ( $N$ ) es la deformación viscosa. De acuerdo a lo anterior la ecuación de velocidad ultrasónica con el modelo de Burgers, donde la propagación de las ondas es utilizando solamente ondas longitudinales uniaxiales quedaría de la siguiente forma:

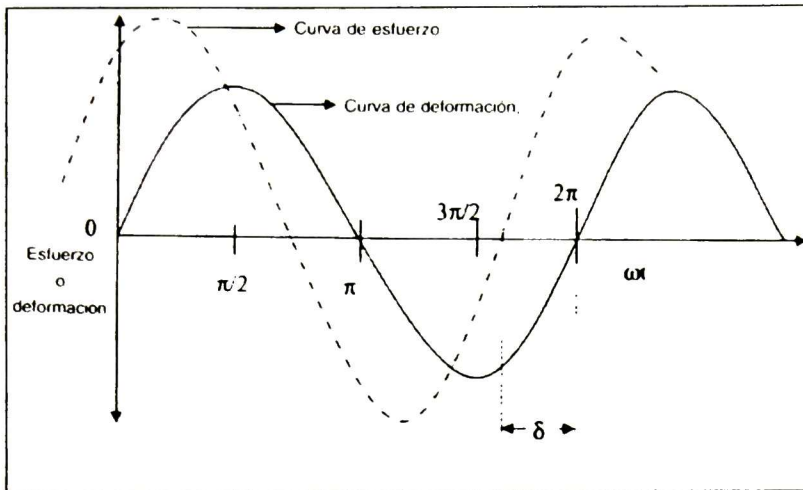
$$V_{\text{long - Burgers}} = V_{\text{long - Kelvin (componente elástica del sólido)}} + V_{\text{long - Maxwell (componente elástica del medio viscoso)}}$$

Expresándola en términos matemáticos nos quedaría la ecuación siguiente:

$$V_{\text{long}} = \sqrt{\frac{E}{\rho}} + \sqrt{\frac{l}{\beta \rho}} \quad (29)$$

Para la determinación práctica de la velocidad ultrasónica de las componentes elásticas y viscosas se realiza un ensayo dinámico; El ensayo consiste en la determinación de la deformación del material orgánico variando con el tiempo de manera sinusoidal, para lo cual se utiliza dos sensores que reciben la información del material orgánico y un dispositivo mecánico de medición que permite la determinación, de la deformación que ocurre en el material orgánico por la aplicación de un esfuerzo, obteniéndose las siguientes señales sinusoidales del material orgánico (mostrada en la Figura 11)





*Figura. 11.- Vista esquemática del esfuerzo y deformación variando de forma sinusoidal (Sharma 2003).*

A partir de las dos señales de esfuerzo y deformación con respecto al tiempo se puede determinar la velocidad ultrasónica de acuerdo al modelo de Burgers.

Para nuestro estudio de caracterización de los materiales orgánicos con ultrasonido, debido a la limitación mecánica del sistema de medición para determinar la deformación del material orgánico, podemos solamente determinar la componente elástica del mismo por lo tanto para la determinación de la velocidad ultrasónica utilizaremos para nuestro estudio el modelo de Kelvin-Voigt, considerando al material orgánico como un sólido elástico.

En relación a la ecuación (24) se presentan tres casos en que es afectada la velocidad ultrasónica:

1.5.4 Caso 1.- (Variaciones en módulo elástico grandes y densidad pequeña)

Si la influencia de la densidad es mucho menor que las variaciones en su módulo elástico; la relación (24) se puede representa de la siguiente forma:

$$V_{\text{long}} = \bar{E}^{1/2} * \frac{1}{\text{cte}} = k' \sqrt{\bar{E}}$$

$$V_{\text{Long}} = k' \sqrt{\bar{E}} \tag{30}$$

Su comportamiento predicho por la ecuación (30), gráficamente sería (Figura 12):

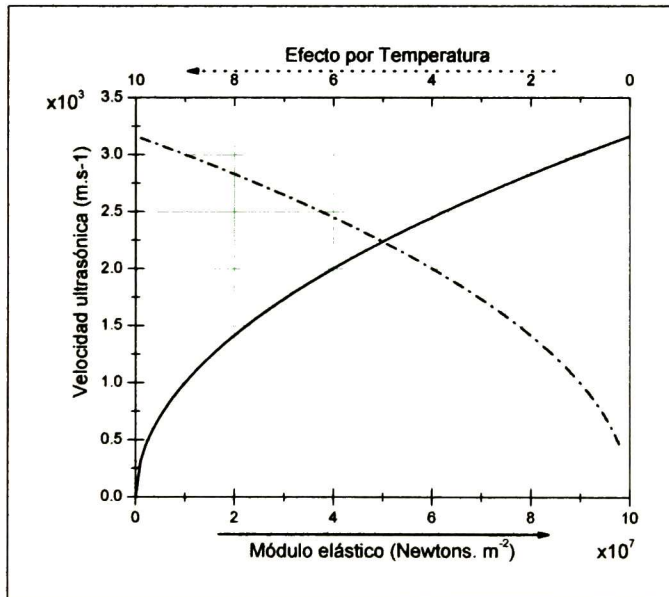


Figura 12. Gráfica del módulo elástico vs velocidad ultrasónica

Ejemplo de aplicaciones cuando se somete un material a variaciones de temperatura existe cambios en su módulo elástico y por lo tanto en sus velocidades ultrasónicas, proporcionando información útil del grado de anisotropía del material de tal manera que este grado de anisotropía debe concordar con las componentes de vibración de la estructura cristalina de la conductividad térmica (Buck 1981). En los alimentos este efecto por la temperatura en su módulo elástico, nos permite monitorear la maduración del mismo.

1.5.5 Caso 2.- (Variaciones en densidad grandes y módulo elástico pequeño)

Para el segundo caso si la influencia del módulo elástico es pequeña y solamente existen variaciones significativas en su densidad tendremos:

$$V_{long} = cte * \frac{1}{\rho^{1/2}} = \frac{k'}{\sqrt{\rho}} \quad (31)$$

Su comportamiento predicho por la ecuación (31), sería de la forma siguiente (Figura 13):

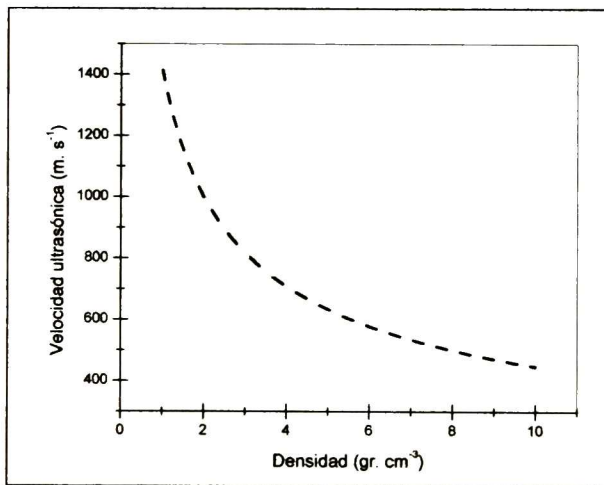


Figura 13. Gráfica de densidad vs velocidad ultrasónica.

Ejemplo de aplicaciones cuando deseamos monitorear algún componente específico de nuestro material, como la mezcla de saturación del suero de leche nos serviría utilizar este modelo.

### *1.5.6 Caso 3.- (Influencia del módulo elástico y densidad en la velocidad ultrasónica)*

Para el tercer caso si el material orgánico ó inorgánico depende tanto de las variaciones en su modulo elástico ( $E$ ) y su densidad ( $\rho$ ). El modelo a utilizar para la velocidad ultrasónica de acuerdo a las propiedades físicas del material (geometrías cilíndricas) y acústicas (ondas longitudinales uniaxial y bajas frecuencias) en relación al modelo de Kelvin-Voigt sería la relación (24).

### *1.5.7 Estructura de los productos visco-elásticos*

Las características de los productos visco-elásticos varían desde los líquidos viscosos con propiedades elásticas (tipo Maxwell) a las de los sólidos con propiedades viscosas (tipo Kelvin-Voigt). En condiciones normales, no es apreciable la elasticidad debida al estiramiento de los enlaces interatómicos y puede afirmarse que la elasticidad de los alimentos visco-elásticos se debe a la deformación elástica de las macromoléculas. En los alimentos visco-elásticos es frecuente que solo se de una recuperación parcial, porque la red tridimensional elástica se desintegra bajo el efecto de la tensión. Cuanto más completa y resistente sea esta red, tanto mas acusada será la elasticidad. Cuanto más fácilmente se desintegre la red, mayor será, el componente viscoso. En la gelatina y en la masa de harina de trigo se da una relajación bajo el efecto de la tensión (Modelo de Maxwell). Se piensa que es debida a la sucesiva ruptura de los enlaces cruzados, seguida de su deformación para dar

una configuración menos forzada. De este modo desaparece la tensión y se mantiene la integridad de la estructura total. Los extremos del comportamiento visco-elástico pueden visualizarse como una dispersión de piezas elásticas de la red en una disolución (si se trata de un líquido visco-elástico) o como una red elástica tridimensional que tiende a degradarse con mayor o menor facilidad (caso del sólido visco-elástico). La expresión de la discontinuidad del componente elástico es del flujo viscoso.

### *1.5.8 Ejemplos de materiales visco-elásticos*

Los materiales como la sangre coagulada y la nata se aproximan al modelo de Maxwell. El modelo de Kelvin-Voigt, proporciona información del comportamiento elástico de numerosos alimentos, sólidos como el queso, papa, los granos de maíz y trigo.

## **1.6 VELOCIDAD ULTRASÓNICA EN LOS ALIMENTOS**

De los planteamientos anteriores y considerando la hipótesis de McClements (1997) donde la influencia de la densidad es mucho menor comparada con su módulo elástico la velocidad ultrasónica tendrá la dependencia de la relación (30). La velocidad ultrasónica estará en función del módulo de Young que es la relación entre esfuerzo y deformación elástica. Donde el esfuerzo se define como la razón de la carga aplicada a la muestra. Utilizando ondas ultrasónicas de baja intensidad y baja frecuencia no se puede provocar deformación plástica en el material, por lo que siempre se tendrá una deformación elástica ya sea el material sólido, líquido o gaseoso. Decimos que la deformación es elástica si el cambio en forma o volumen producido por el esfuerzo ó la temperatura se recupera totalmente cuando se permite al material regresar a su temperatura o sistema de esfuerzos originales.

## **II JUSTIFICACION**

El gran reto del sector agroalimentario en los próximos años será dar respuestas satisfactorias a los consumidores cada vez más exigentes y que demandan más información, calidad y seguridad en los alimentos que consumen. Es especialmente importante, por tanto, que el consumidor tenga garantizada la calidad de estos productos; calidad que vendrá determinada por los controles periódicos fisicoquímicos y sensoriales. Se hace necesario establecer, por tanto, medidas de control exhaustivas que aseguren la calidad exigida, algo que hoy por hoy es imposible ya que los controles deben realizarse mediante análisis químicos y sensoriales que suponen la destrucción de la pieza o piezas analizadas. La técnica de análisis mediante ultrasonido se caracteriza por no afectar al material analizado, por ser rápida, segura y sencilla. La investigación y desarrollo de métodos con la técnica de ultrasonido para la caracterización de las propiedades físicas y químicas en los materiales bio-orgánicos, pueden ayudar a detectar y en su caso mejorar la calidad de estos productos. A nivel mundial no se han encontrado estudios del uso del ultrasonido en evaluación de cereales en granos como el maíz y derivados, que son los productos básicos más importantes de nuestro país. Por tanto, la investigación y desarrollo de métodos con la técnica de ultrasonido puede ser un importante aporte científico-tecnológico, específicamente para el control y aseguramiento de calidad en las operaciones de compra-venta y en los procesos agroindustriales.

## **2.1 OBJETIVO GENERAL**

Estudio y desarrollo de una metodología con la técnica de ultrasonido para la caracterización de las propiedades físicas y químicas en material bio-orgánicos.

### *2.1.1 Objetivos específicos*

1. Exploración de los diferentes métodos existentes de ultrasonido y proponer un método para el estudio de materiales bio-orgánicos.
2. Determinar el rango de frecuencias de los transductores, adecuadas para el estudio de los materiales bio-orgánicos seleccionados (maíces, papa, queso y trigo)
3. Implementar un sistema de adquisición de señales ultrasónicas adecuado al método desarrollado para la caracterización de materiales bio-orgánicos.
4. Establecer modelos visco-elásticos con la velocidad ultrasónica y relacionarlos con los datos experimentales que expliquen el comportamiento del material bio-orgánico.
5. Estudiar la fenomenología del ultrasonido en diferentes materiales bio-orgánicos.

6. Caracterizar diferentes materiales bio-orgánicos por medio de sus propiedades acústicas (maíz, papa, queso y trigo).
7. Establecer las relaciones entre las mediciones del método de ultrasonido y los métodos tradicionales (texturómetro universal) con las características de calidad de material bio-orgánico.
8. Establecer las relaciones entre los cambios de estructura no cristalina y de la calidad de los materiales bio-orgánicos a partir de las mediciones de velocidad ultrasónica.
9. Establecer la metodología para el estudio de las propiedades físicas (dureza, dureza elástica, módulo elástico y tamaño de partícula) y químicas (humedad, proteína y grasa) de los alimentos mediante el ultrasonido.



### III MATERIALES Y MÉTODOS

#### 3.1 *Materiales de estudio*

Para evaluar propiedades físicas en los materiales bio-orgánicos por medio de sus propiedades acústicas escogimos principalmente, alimentos con comportamientos visco-elásticos donde sus componentes están en paralelo y en donde la componente elástica predominó representado un sólido elástico. Los alimentos utilizados para el estudio fueron los siguientes materiales: cereales (maíces, trigo), papa y queso.

#### 3.2 *Sistema de adquisición de señales ultrasónicas propuesto*

Después de explorar varios métodos indicados en la sección de resultados y discusión el arreglo básico propuesto para el sistema de evaluación no-destructivo, fue un Ultrasonic Pulse Velocity Tester (UPV), marca "Controls", modelo E48, un osciloscopio marca Tektronix, modelo TDS 2014 de almacenamiento digital, además de un par de transductores ultrasónicos de frecuencia de 54 KHz acoplados y una computadora para la adquisición de los datos y análisis (Figura 14). El voltaje del equipo de ultrasonidos al transductor emisor fue de 40 Voltios con una impedancia nominal de 4  $\Omega$ . El período de repetición del pulso puede ser ajustado de 1 a 10 ciclos, con transductores de frecuencias diferentes. Se utilizó una interfase de propósito general (RS-232) permitiendo el traslado de datos digitales del osciloscopio a la computadora externa.

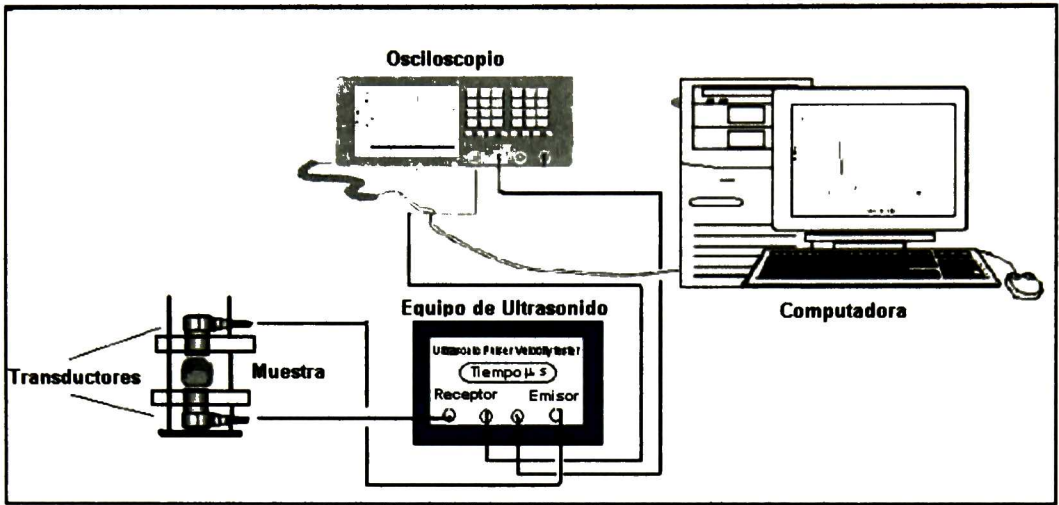


Figura 14. Diagrama esquemático del sistema de adquisición de señales ultrasónicas.

Se utilizaron materiales bio-orgánicos atenuantes, por lo que el arreglo del equipo de ultrasonido fue mediante el método de transmisión-recepción, donde dos transductores en ambos lados opuestos de la superficie del material bio-orgánico, actúan uno como un transmisor, y el otro como un receptor. El transductor emisor se conectó directamente al pulser del equipo de ultrasonido, y el transductor receptor al receptor del pulser. El material bio-orgánico se colocó directamente entre los dos transductores a lo largo de la línea del centro de simetría de la muestra, para asegurar la propagación óptima de la onda. Se aplicó una presión uniforme (Por medio de un peso de 1450 g) y una alineación precisa de los transductores, permitiendo la transmisión de energía ultrasónica más eficaz a través de la muestra. Antes de la medición se calibró el equipo de ultrasonido utilizando un patrón de referencia el cual debe dar la medición de  $57 \mu\text{s}$  de tiempo de recorrido a través del espesor del patrón de calibración.

El pulser del equipo de ultrasonido genera un pulso triangular, el cual se transmite al transductor emisor. La señal ultrasónica viaja a través de la muestra y llega el transductor

receptor. La señal ultrasónica se convierte a una señal eléctrica en el receptor y entonces se envía a un dispositivo para filtrarse y mejorar el tiempo de la relación entre señal y ruido y finalmente se amplifica. La señal se despliega primero en la pantalla del osciloscopio como una señal de radio-frecuencia (RF) en tiempo real que es la señal que se utiliza para determinar las propiedades acústicas de la onda. Para el análisis de los datos digitales, éstos se transfirieron al microordenador de la computadora. La determinación de propiedades de la señal ultrasónica transmitida, como velocidad ultrasónica y amplitud de cresta-a-cresta también fueron evaluadas.

### *3.3 Preparación de muestra*

Para los materiales bio-orgánicos sólidos no cereales, se acondicionó su forma, utilizando diferentes dispositivos de corte y sacabocados a geometrías cilíndricas (Figura 15b) con espesores de acuerdo con la relación (13), y para los materiales cereales maíces y trigo, se acoplaron a las dimensiones de los transductores (Figura 15a)

### *3.4 Temperatura de las muestras*

Para la medición de la temperatura ambiente se utilizó un pirómetro (Marca Raytek, Modelo Raynger ST-4) de rayos infrarrojos para determinar la temperatura, ya que la velocidad ultrasónica se ve afectada por la temperatura de manera proporcional. Adicionalmente para la medición de la temperatura del centro de los materiales bio-orgánicos se utilizó un termómetro digital de punta. Se requiere acondicionar el ambiente del laboratorio para controlar la temperatura ambiental.

Para los quesos, estos fueron transportados al laboratorio en hieleras manteniendo una temperatura de  $4\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}$ . Para los demás materiales bio-orgánicos: maíces, palomero, papa, y trigo se mantuvieron a temperatura ambiente.

### 3.5 *Espesor*

El espesor de los materiales bio-orgánicos se reportó en milímetros y se utilizó un calibrador Vernier digital (Marca Mitutoyo, modelo CD-6" CS). Las muestras de papa y de los quesos se cortaron para obtener una pastilla de geometría cilíndrica de 16.92 mm de altura y 36.22 mm de diámetro, para los demás materiales bio-orgánicos maíces y trigo se utilizó la forma física definida por la naturaleza.

### 3.6 *Peso*

Para determinar el peso de los materiales bio-orgánicos se utilizó una balanza analítica digital (Marca OHAUS, modelo AP310S) de laboratorio con un error de  $\pm 0.0001$  grs.

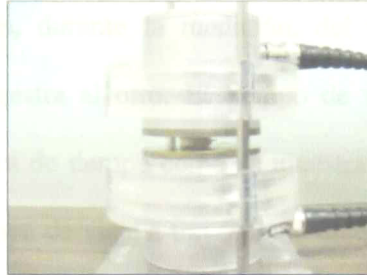
### 3.7 *Densidad y volúmenes de los materiales bio-orgánicos*

La densidad y volúmenes de las muestra fueron obtenidas por el método de Arquímedes y por medición de volúmenes, se realizaron dos réplicas.

### 3.8 *Selección de la frecuencia*

La selección de la frecuencia del transductor esta basada en la atenuación del material; para frecuencias altas es mayor la atenuación que para frecuencias más bajas. Cheng y Haugh (1994) usaron una frecuencia de 250 kHz en lugar de 1 MHz para la papa durante sus estudios. De acuerdo a dichos estudios las señales de los transductores fueron detectables,

para frecuencias entre 20-250kHz. En el presente estudio la frecuencia utilizada en los diferentes materiales bio-orgánicos fue de 54 kHz.



*A). Celda para maíz*



*B). Celda para papa*



*C). Celda para queso.*

**Figura 15 .Celdas y transductores ultrasónicos para el método de onda continua.  
A). Celda para maíz; B). Celda para papa; C). Celda para queso**

### 3.9 Velocidad ultrasónica de los materiales bio-orgánicos

La velocidad ultrasónica representa la propagación de la onda ultrasónica a través de la muestra. Un dispositivo mecánico fue utilizado para asegurar una presión y alineación uniforme en los transductores, durante la medición, del tiempo de viaje de la señal ultrasónica de un lado de muestra al otro. El tiempo de viaje fue determinado con el osciloscopio en base a la señal de tiempo como se muestra en la Figura 16. Se utilizó el espesor de la muestra y el tiempo de viaje a través de la muestra para calcular la velocidad de la propagación de la onda ultrasónica. La velocidad ultrasónica ( $V$ ) para cada material bio-orgánico se obtuvo con la ecuación (12).

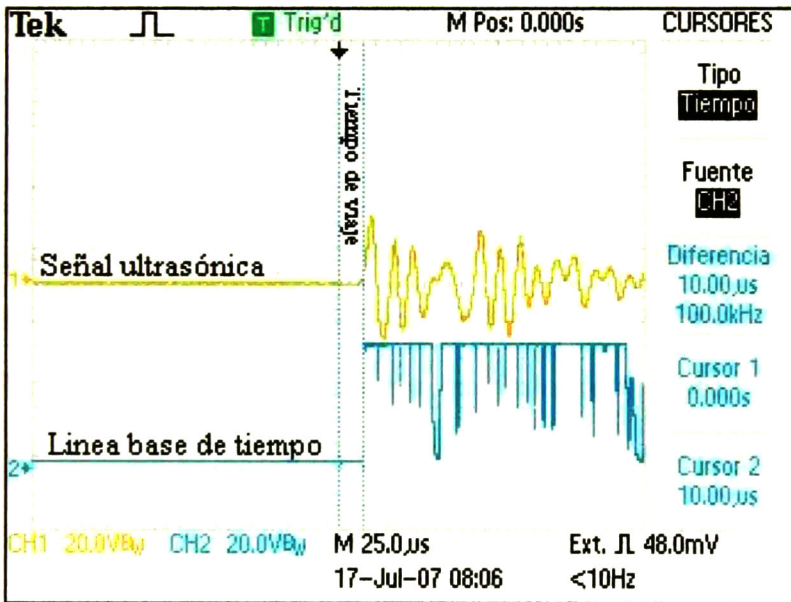


Figura 16. Señal de radio-frecuencia (RF) en tiempo real de un material bio-orgánico.

Se realizaron mediciones de velocidades ultrasónicas para cada material bio-orgánico con transductores de ultrasonido de baja frecuencia de 54 kHz, Las mediciones se hicieron a través de un equipo de ultrasonido “Ultrasonic Pulse Velocity Tester”. La prueba se realizó por duplicado en un tiempo de 2 minutos por muestra.

### 3.10 *Dureza en el grano (maíces)*

Se seleccionaron granos al azar de cada una de las razas, la parte más dura del grano se sometió a una fuerza de penetración, a través de un punzón con un ángulo de 30° (La resistencia que ofrece el material a la penetración se define como dureza). La prueba de dureza se realizó con un Analizador de Textura Universal TA-XT2, a una velocidad de 0.5 mm/seg y una distancia de penetración de 2.00 mm, por duplicado.

### 3.11 *Dureza elástica*

Resistencia máxima necesaria que oponen los cuerpos para obtener una deformación elástica. (Boyer 1990). La prueba de dureza elástica se realizó con un Analizador de Textura Universal TA-XT2, con condiciones apropiadas para obtener una deformación elástica a una velocidad de 0.15 mm/seg y una distancia de penetración de 0.5 mm, por duplicado.

### 3.12 *Determinación de humedad*

Determinación por el método de calentamiento directo número 932.29 de AOAC (2005).

### 3.13 *Determinación de proteínas*

Fue determinado utilizando el método 46-13, de Micro-Kjeldhal (AACC 1995).

### 3.14 *Extracción de grasas*

Se usó el método AOAC 7.062 (1984), el cual consistió en extraer en un aparato Soxhlet, aproximadamente 2 g de muestra seca con éter dietílico anhidro en un dedal de celulosa, que permitió el paso rápido del disolvente. El tiempo de extracción varió desde 4 horas a velocidad de condensación de 5 a 6 gotas por segundo, hasta 16 horas, 2 a 3 gotas por segundo. Se recuperó el éter y el éter residual se evapora sobre baño maría en lugar bien ventilado, se seco el residuo a 100 °C durante 30 minutos, se enfrió y peso.

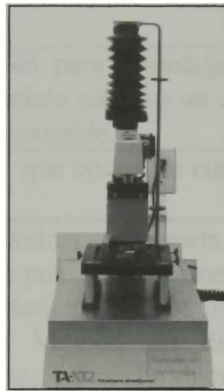
### 3.15 *Índice de flotación*

En una solución de nitrato de sodio (300 ml) ajustada a 1.250 g/ml ( $\pm 0.001$ ) de densidad previamente preparada, se colocaron 100 granos limpios (libre de impurezas), separando los granos uno de otro por medio de un agitador de vidrio, se agitó y se esperó un minuto para tomar la lectura. El número de granos que ascendieron a la superficie se usó como el índice de flotación (Narváez-González *et al* 2006).



### 3.16 *Medidas reológicas de los materiales bio-orgánicos*

Se utilizó un analizador de textura universal TA-XT2 (Figura 17). Es un instrumento conectado a una computadora, un monitor y un teclado de control. El sistema funciona por medio de un programa con ambiente MS-DOS. La muestra se colocó en la plataforma destinada a ello, luego el dispositivo medidor, se bajo para comprimir la muestra o se elevó para estirarla (para esto, la muestra debe estar fija por ambos extremos). El analizador de textura puede programarse para mantener un esfuerzo o una deformación constantes, o bien puede especificarse una velocidad de carga cruzada constante.



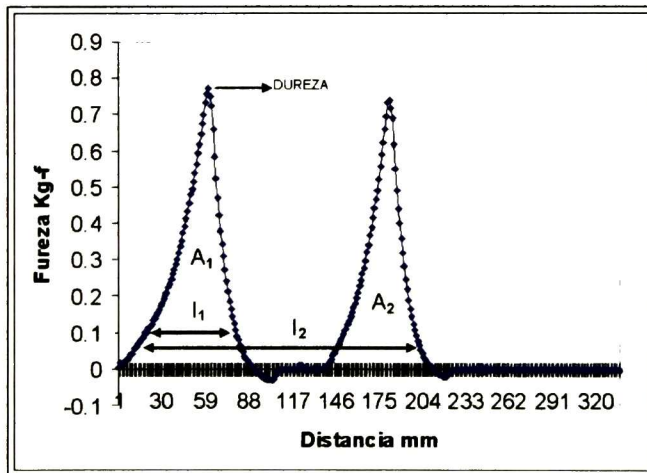
*Figura 17.- Texturómetro Universal TA-XT2.*

El análisis de la textura de la papa y queso (Tabla 2), se realizó en el analizador TA-XT2 a una temperatura de 22 °C con una velocidad de 0.1mm/s y una distancia de penetración de 1.00 mm, por duplicado. Para la papa y los quesos se colocó papel aluminio en las entrecaras del material y el cabezal del analizador de textura para evitar tener adherencia y tener error en la determinación del módulo de Young.

**Tabla 2. Propiedades físicas por el análisis de textura (Figura 18) mediante el TA-XT2\***

<b>Propiedad física</b>	<b>Definición</b>	<b>Formula</b>
Elasticidad	Es el cambio en forma o volumen (deformación) producido por el esfuerzo o temperatura el cual se recupera totalmente cuando se permite al material regresar a su temperatura o sistema de esfuerzos originales.	Elasticidad = $\frac{l_1}{l_2}$
Cohesividad	Resistencia de los enlaces internos que forman el cuerpo del producto	Cohesividad = $\frac{Area_1}{Area_2}$
Viscosidad	Resistencia del fluido a derramarse o fluir	Viscosidad = Dureza · cohesividad
Masticabilidad	Energía requerida para desintegrar un producto alimenticio sólido a un estado listo para ser consumido.	Masticabilidad = Viscosidad · elasticidad
Dureza	Fuerza máxima que opone un cuerpo a la penetración.	Dureza = Altura del mayor pico
Dureza elástica	Resistencia máxima necesaria que oponen los cuerpos para obtener una deformación elástica. (ASTM A 956 "Standard Test Method for Equotip Hardness Testing of Steel Products").	Dureza elástica = Altura del mayor pico  Nota: Condiciones de prueba diferente a la dureza estándar.

\*Texture technologies corps www.texturetechnologies.com



**Figura 18.- Curva de compresión del texturómetro TA-XT2.**

### 3.17 *Microscopia electrónica de barrido (SEM)*

Las muestras fueron observadas con un microscopio electrónico de barrido ambiental (ESEM) marca Philips Modelo XL 30. Con un haz de electrones de 15-20 kV (50 mA) y detector GSE, las fotomicrografías de 500 aumentos, permitieron observar el empacamiento y el tamaño del gránulo de almidón dentro del endospermo duro y harinoso de los maíces, así como otras morfologías, en diferentes materiales bio-orgánicos que fueron relacionadas directamente con los datos de la velocidad ultrasónica. Para la evaluación en quesos se preparó una muestra, a la cual previamente se le realizó, la extracción de grasas. Para los demás material bio-orgánicos como maíces, papa y trigo se les realizó un corte transversal para poder observar su morfología (Narváez-González *et al* 2006)

### 3.18 *Microondas*

Al maíz palomero y a la papa se les sometieron a un calentamiento en un horno de microondas (Marca Samsung, modelo MW1235WB, frecuencia 2450 MHz y potencia 1000 W) para conocer su efecto con relación a la velocidad ultrasónica. Se calibró el microondas con diferentes muestras de agua para conocer la capacidad calorífica retenida por la muestra. Se seleccionaron al azar 30 granos de maíz palomero, los granos individualmente se sometieron a un calentamiento en microondas de 0, 2, 3, 4, 5, 6, y 30 segundos. En la papa y queso se seleccionaron al azar 8 muestras de la misma variedad, las muestras se sometieron a un cocimiento en microondas de 0, 3, 6, 9, 12, 13, 15, segundos.

### 3.19 *Análisis de datos*

Los datos experimentales fueron analizados por el Software Statistical Analysis System (SAS 2001, Cary, NC). Se llevaron a cabo pruebas de correlación y de regresión para el ajuste de curvas. Para la comparación de medias se realizó un diseño completamente al azar con dos repeticiones empleando la prueba de Duncan al 5% de probabilidad. Los valores de repetibilidad se estimaron de acuerdo con lo estipulado por Baker y Campbell (1971), con la siguiente relación (32), la precisión se calculó tomando el valor de la desviación estándar de la media ( $\sigma_m/\sqrt{n}$ ).

$$R = \frac{\sigma_m^2}{\sigma_m^2 + \sigma_e^2} \quad (32)$$

Donde:

$R$  = Repetibilidad

$\sigma_m^2$  = Componente de varianza debido a la diferencia entre muestras

$\sigma_e^2$  = Componente de varianza del error no justificable en el experimento.

## IV RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 4.1.1 Exploración de los diferentes métodos de ultrasonido

Dentro de la caracterización de los materiales por ultrasonido existen básicamente dos métodos, el método de pulso-eco y el de onda continua. Se exploraron estos métodos de ultrasonido para seleccionar el más apropiado para el estudio de los materiales bio-orgánicos.

### 4.1.2 Método de pulso-eco

Se inició el estudio con el método de pulso-eco. Este método, es muy empleado en materiales inorgánicos y líquidos y la información a analizar es la amplitud del pulso-eco, la distancia recorrida por la onda en el material y la forma del pulso ultrasónico. Se puede obtener la información usando ondas longitudinales, transversales o de superficie. En este método un solo transductor es usado como transmisor y receptor de la onda ultrasónica, se emplea un material acoplante (agua, aceite) para disminuir las pérdidas por reflexión permitiendo transmitir la onda ultrasónica en el material de prueba. La caracterización del material es generalmente mediante el valor de la atenuación. La atenuación ultrasónica se mide en términos de la razón de pérdida de energía por unidad de longitud, en decibeles por mm (Papadakis 1991). De acuerdo a la siguiente ecuación:

$$\alpha = \frac{\ln \left[ \frac{I_0}{I} \right]}{2x} \quad (33)$$

Donde:

$\alpha$  = Coeficiente de atenuación ultrasónica en (dB/cm.)

$I_0$  = Amplitud del primer eco.

$I$  = Amplitud del segundo eco.

$x$  = Distancia recorrida en (mm)

Se realizaron varios experimentos con diferentes granos de maíz, para conocer la viabilidad del método de pulso-eco en la caracterización de los materiales bio-orgánicos. Se seleccionaron al azar 10 granos de cada una de las 5 razas diferentes estudiadas. Para cada una de las muestras de maíces, la parte más dura del grano se focalizó en un ángulo de 90°, con transductores de ultrasonido de frecuencias de 1 y 15 MHz, a través de un equipo de ultrasonido marca: Panametrics (Figura 19).



Figura 19. Equipo de ultrasonidos marca Panametrics.

Tabla 3. Atenuación ultrasónica en el grano de maíz con el método de pulso-eco<sup>1</sup>.

Nombre (Híbridos)	Dureza <sup>2</sup> (N)	Atenuación <sup>3</sup> (dB/cm)
Asgrow-lobo	71.29 c	3.45 a
3028w	101.52 b	2.85 b
Maíz grande	110.29 b	2.85 b
H-368C	143.57 a	2.75 b
30G54	165.66 a	2.45 b
Repetibilidad	0.969	0.854
Precisión	3	0.0707

<sup>1</sup>Medias seguidas de la misma letra en la misma columna no son significativamente diferentes ( $P < 0.05$ ).

<sup>2</sup>Evaluada usando el texturómetro universal TA-XT2.

<sup>3</sup>Calculada con la ecuación (33).

Se determinó su atenuación con el equipo Parametrics utilizando un transductor de 15 MHz acoplado al grano por medio de una columna de agua (Figura 19). Los resultados se presentan en la Tabla 3 donde se observa un rango amplio en la dureza del grano de maíz por lo que se esperaba también valores de atenuación en un rango amplio. Sin embargo, la frecuencia de 15 MHz empleada al parecer no permitieron detectar dichos cambios por lo que el rango de atenuación fue reducido (2.4 a 3.4 dB/cm.). Sin embargo, se observa que conforme el grano de maíz tuvo mayor dureza su atenuación fue menor (Figura 20). La amplitud del eco2 disminuyó con respecto al eco1 a través del tiempo, por la absorción del agua en el grano de maíz (Figura 21), teniendo una repetibilidad (0.854) y precisión de 0.07 dB/cm., no se obtuvo una señal de respuesta lo suficientemente amplia y estable por lo que es difícil analizar la señal por medio de la atenuación. La repetibilidad y la precisión en este caso específico indican que si se hicieran 100 lecturas de atenuación, al menos 15 no serían correctas y la precisión o error medio ( $\sigma/\sqrt{n}$ ) de las lecturas sería tan grande como 0.07 dB/cm. Por tanto, este método de pulso-eco con inmersión del material en agua no es el más adecuado para el estudio de nuestros materiales bio-orgánicos.

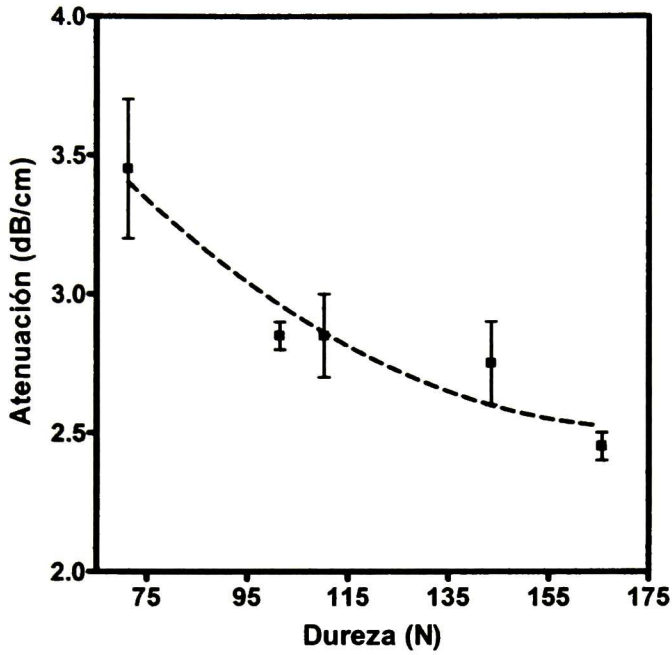


Figura 20. Relación entre la dureza del grano de maíz y atenuación referida a 22 °C. La expresión empírica de ajuste de regresión es:  $y = 5.041 - 28.8 \cdot 10^{-3}x + 8.26 \cdot 10^{-5}x^2$ ,  $r^2 = 0.91^{**}$

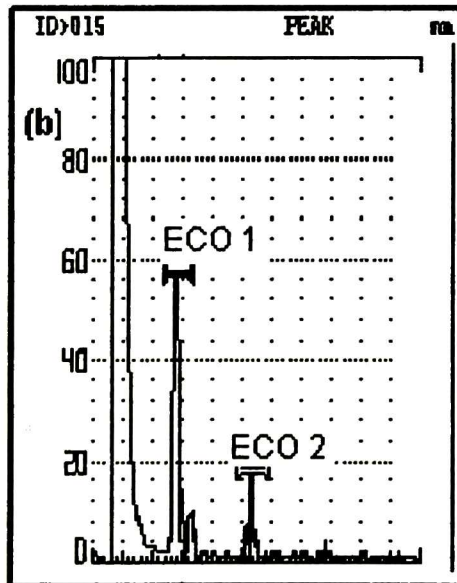


Figura 21. Señal ultrasónica del método pulso-eco del grano de maíz.



#### 4.1.3 Método de onda continua

En este método se emplean dos transductores uno que emite la onda y otro que recibe (pitcher-catcher). El método se fundamenta en las variaciones, que se producen en la transmisión de la energía ultrasónica como consecuencia de los cambios microestructurales. Su aplicación es en materiales con alta atenuación y cuando las caras o superficies de un material no son totalmente paralelas.

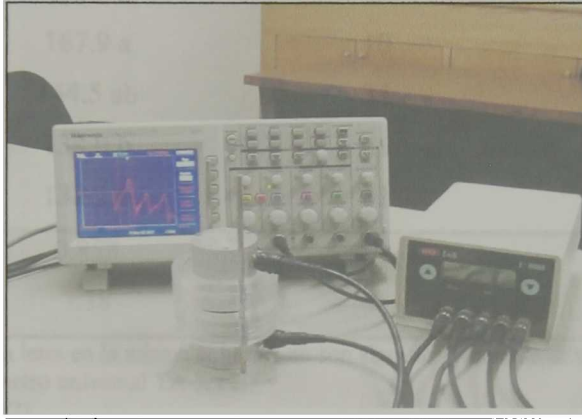


Figura 22. Sistema de adquisición de señales ultrasónicas del método de onda continua.

Se realizaron varios experimentos con diferentes granos de maíz para conocer la viabilidad del método de onda continua en la caracterización de los materiales bio-orgánicos. Se efectuaron mediciones de velocidades ultrasónicas para 4 diferentes variedades de maíz, con transductores de ultrasonido de baja frecuencia de 54 kHz. A través de un equipo Ultrasonic Pulse Velocity Tester (UPV) de ultrasonido marca “Controls”, modelo E48 (Figura 22). El parámetro medido fue la velocidad ultrasónica, en base al tiempo de viaje de recorrido de la onda ultrasónica en el material bio-orgánico en una celda de columna de 50 mm, de diámetro por 9.4 mm, de altura conteniendo granos de maíz (Figura 23). Los resultados se muestran en la Tabla 4 donde se puede apreciar que los valores fueron bajos ( $427$  a  $465$   $\text{m s}^{-1}$ ) similares a los reportados para productos altamente atenuantes como, tejidos de plantas como el trigo, alimentos aireados, algunas grasas semi-cristalinas

como el chocolate 123 a  $700 \text{ m s}^{-1}$  (McClements 1997; Elmehdi *et al* 2003; Lionetto. *et al* 2006; Coupland 2004).

**Tabla 4. Resultados de velocidad ultrasónica en el grano de maíz con el método de onda continua<sup>1</sup>**

ID	Dureza <sup>2</sup> (N)	Índice Flotación (IF)	Velocidad ultrasónica <sup>3</sup> ( $\text{m s}^{-1}$ )
11	171.5 a	0	465 a
5	167.9 a	10	443 a
Sn175	144.5 ab	34	431 ab
2	134.0 b	45	427 ab
sn08	132.2 b	51	392 b
Repetibilidad	0.858	-----	0.835
Precisión	3.38	-----	5.30

<sup>1</sup>Medias seguidas de la misma letra en la misma columna no son significativamente diferentes ( $P < 0.05$ ).

<sup>2</sup>Evaluada usando el texturómetro universal TA-XT2.

<sup>3</sup>Calculada con la ecuación (12).



*Figura 23. Celda contenedora de los granos de maíz para el método de ultrasonido de onda continua*

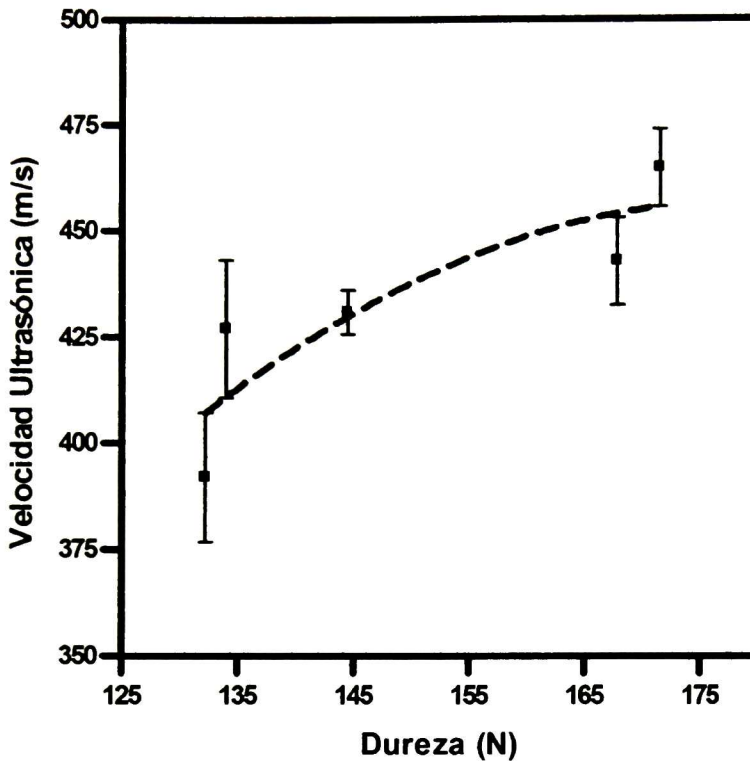


Figura 24. Relación entre la dureza de los granos de maíz y velocidad ultrasónica utilizando el método de onda continua con celda. La expresión empírica de ajuste de regresión es:  $y = 38.96 + 4.01 \cdot x - 9 \cdot 10^{-3} \cdot x^2$ , en el rango de  $x = [135, 175]$ ,  $r^2 = 0.699^*$

Se observó con el método de onda continua que por la baja frecuencia de los transductores de 54 kHz no requirió acoplamiento (agua o aceite). La medición de velocidad ultrasónica presentó desviaciones importantes debido principalmente a que los granos suaves (132-140 N) son de mayor tamaño y por tanto presentan mayor espacio libre en la celda, por otra parte los granos duros (170 N) son generalmente pequeños y algo redondos por lo que también hay problemas de acoplamiento de la celda y se requiere minimizar dichos problemas (Figura 23). La velocidad ultrasónica se relacionó también con el índice de flotación del grano (Figura 25), sin embargo el método para determinar el índice de flotación tiene un coeficiente de determinación ( $r^2 = 0.672^*$ ) mayor que el de dureza

obtenida con el texturómetro Figura 24 ( $r^2 = 0.699^*$ ), debido a la morfología del propio grano de maíz afecta más la determinación de su índice de flotación. Para el caso de materiales muy atenuantes se recomienda acortar el tamaño de la celda, usar bajas frecuencias, o utilizar el método de reflectancia (Coupland 2004), lo cual no es posible por lo irregular de la superficie del grano de maíz. Se continuó con la exploración de este método primero observando el efecto del tamaño de partícula en la velocidad ultrasónica y también utilizando granos individuales para disminuir el error por efecto de la forma y los espacios inter-granulares como del tamaño del grano en una celda de columna.

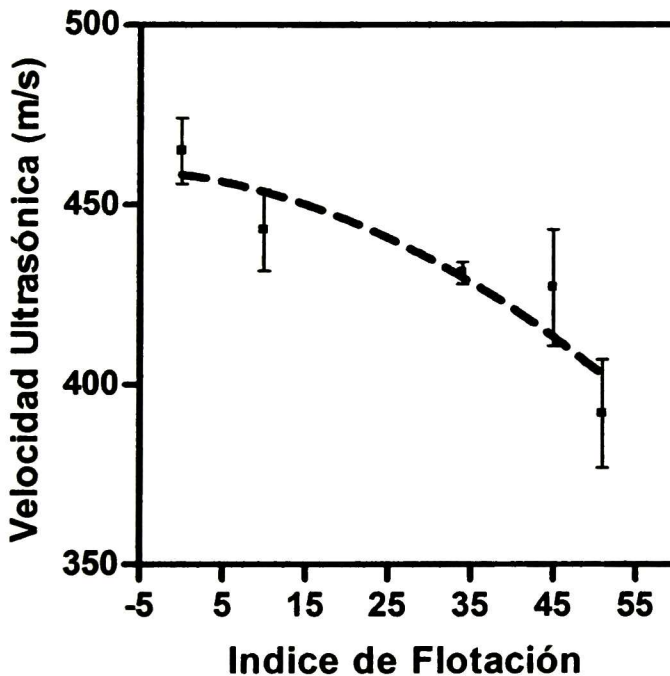


Figura 25. Relación entre índice de flotación de los granos de maíz y velocidad ultrasónica utilizando el método de onda continua con celda. La expresión empírica de ajuste de regresión es:  $y = 458.5 - 0.337 \cdot x - 14.8 \cdot 10^{-3} \cdot x^2$ , en el rango de  $x = [0, 51]$ ,  $r^2 = 0.672^*$

## 4.2 RELACIÓN ENTRE TAMAÑO DE PARTICULA Y VELOCIDAD ULTRASÓNICA

Se planteó este estudio para conocer el efecto del tamaño de partícula en la velocidad ultrasónica. Se efectuaron varios experimentos con diferentes tamaños de partículas, de un material inorgánico. Se utilizaron 3 muestras de esferas de vidrio con diferentes tamaños de 5.22, 4.88 y 2.82 mm, de diámetro, sumergidas en agua en una celda contenedora, de una altura de 2 por 5 cm de diámetro, esto con el objetivo de minimizar pérdidas por los cambios en impedancias acústicas (Tabla 5). Posteriormente se realizó, otro experimento con un material orgánico con tamaños de partículas de diferentes granulometrías de harina de maíz, esto es debido a que el material orgánico pudiera presentar un comportamiento diferente al del inorgánico. Nuestro sistema esta formado por dos medios uno el de las esferas de vidrio y otro el del agua. Para ambos medios, conocemos sus impedancias acústicas del vidrio ( $Z_2$ ) y del agua ( $Z_1$ ), reportadas en la literatura, por lo tanto podemos aplicar las ecuaciones de Bergmann (6 y 7) indicadas en la sección de antecedentes, para determinar el porcentaje de pérdida por reflexión de la onda transmitida, evaluando así nuestro sistema si es eficiente en la propagación de la onda ultrasónica (Tabla 5).

**Tabla 5. Resultados con esferas de vidrio con celda en agua<sup>1</sup>.**

Muestra De vidrio	Tamaño de partícula vidrio (mm)	Velocidad ultrasónica <sup>2</sup> (m s <sup>-1</sup> )	$m = \left(\frac{Z_1}{Z_2}\right)$	Presión ultrasónica Transmitida (%)	Presión ultrasónica Reflexión (%)	Frecuencia (kHz)	Amplitud (Voltios)
1	5.22 a	1247.5 a	3.030 a	96.560 a	25.960 a	48.8	40.00
2	4.88 b	1298.7 b	3.160 b	96.233 b	27.190 b	48.8	40.48
3	2.82 c	1369.9 c	3.330 c	95.746 c	28.856 c	48.8	40.88
Repetibilidad	-----	0.991	0.990	0.992	0.991	-----	-----
Precisión	-----	3.3	0.009	0.022	0.078	-----	-----

<sup>1</sup>Medias seguidas de la misma letra en la misma columna no son significativamente diferentes (P<0.05).

<sup>2</sup>Calculada con la ecuaciones (6 y 7).

La señal ultrasónica en el dominio del tiempo se muestra en la Figura 26, donde se observó que un voltaje de pico a pico cercano a 50 voltios, una transmisión del 96% de acuerdo con los cálculos obtenidas en la Tabla 5. La señal ultrasónica tiene una repetición de 10 pulsos por segundo debido a la forma de ser excitado el transductor por medio del pulsador de ultrasonido, por lo tanto tendremos una serie de pulsos o batidos en relación al tiempo de propagación de la onda en el material.

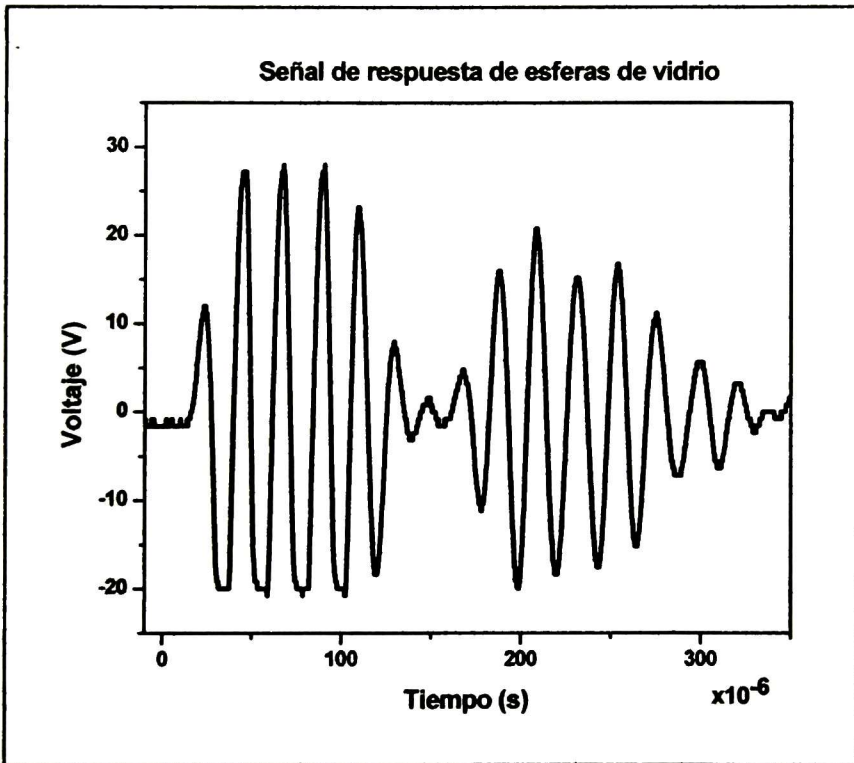
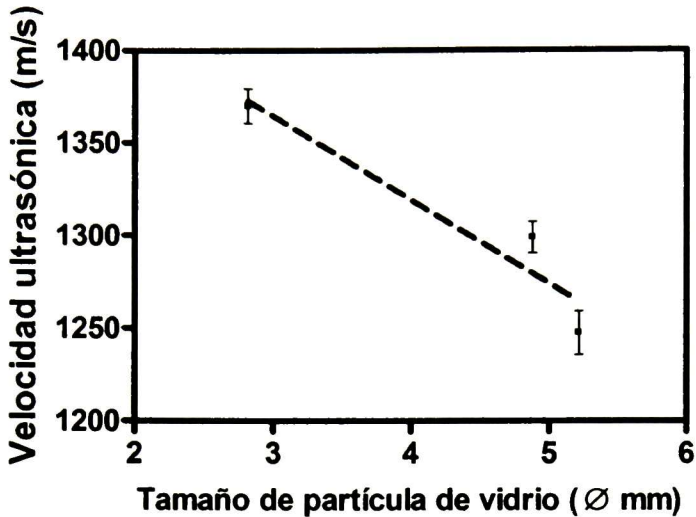


Figura 26. Espectro de radio-frecuencia (RF) de esferas de vidrio de 2.82 mm.



*Figura 27. Relación entre Tamaño de partícula de esferas de vidrio y velocidad ultrasónica utilizando el método de onda continua con celda. La expresión empírica de ajuste de regresión es:*  

$$y = 1500 - 45.24x, r^2 = 0.913^{**}$$

Se observa en la Figura 27, la velocidad ultrasónica se incrementa conforme disminuye el tamaño de partícula. Esto está en concordancia con la teoría, donde estipula que si el tamaño del dispersor es menor que la longitud de la onda, entonces la velocidad aumenta (McClements 1997).

También se observa en la Figura 28, que se incrementa la amplitud de la señal conforme disminuye el tamaño de partícula, esto es porque existe menor pérdida de dispersión del haz ultrasónico, ya que el dispersor es pequeño en comparación a una partícula más grande.

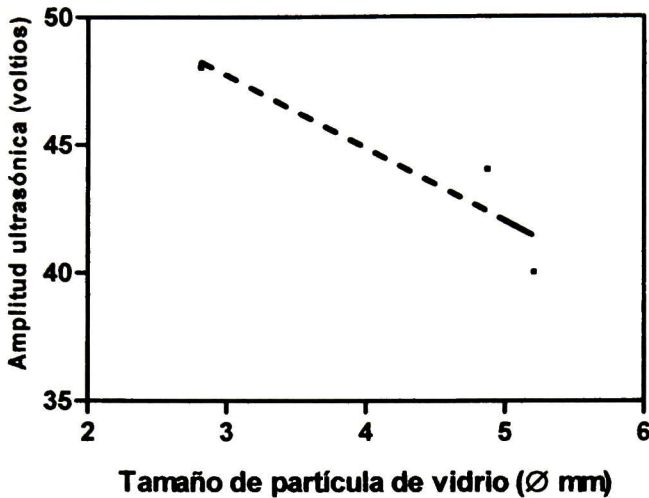


Figura 28. Relación entre Tamaño de partícula de esferas de vidrio y amplitud de la señal utilizando el método de onda continúa con celda. La expresión empírica de ajuste de regresión es:  
 $y = 56.26 - 2.85x$ ,  $r = 0.85^{**}$

#### 4.2.1 Comportamiento del tamaño de partícula en un material orgánico

Se realizaron experimentos con diferentes granulometrías de maíz molido para corroborar las tendencias obtenidas con el experimento con esferas de vidrio. Los tamaños de partícula promedio (MPS), del maíz molido fueron de 1410, 841, 594, 420, 250 y 140 micras. El maíz molido se colocó en una celda de 1 cm de altura y 5 cm de diámetro. La presión ultrasónica transmitida se determinó en base a las ecuaciones de Bergmann (6 y 7), donde la impedancia de  $Z_1$ , del agua esta reportando en la literatura y la de  $Z_2$ , del maíz esta en relación, de su densidad por su velocidad ultrasónica ( $Z_2 = \rho_{\text{maíz}} \cdot V$ ). Se obtuvieron los siguientes resultados (Tabla 6).



**Tabla 6. Datos experimentales en partículas de maíz molido<sup>1</sup>.**

Muestra de la criba (#)	Tamaño partícula (µm.) $MPS = \frac{\sum_1^n \text{Peso}_i \times \# \text{ micras}}{\sum_1^n \text{Peso}_i}$	Velocidad ultrasónica <sup>2</sup> (m s <sup>-1</sup> )	$m = \left( \frac{Z_1}{Z_2} \right)$ $Z_1 = \text{Agua}$ $Z_2 = \rho_{\text{maíz}} \cdot V$	Presión ultrasónica Transmitida (%) <sup>3</sup>	Amplitud (Voltios)
14	≥ 1410	218.82 a	6.70 a	39.60 a	0.800
20	≥ 841	226.42 b	6.94 b	51.75 b	0.800
30	≥ 594	252.53 c	7.74 c	27.56 c	1.040
40	≥ 420	254.45 d	7.80 d	26.42 d	4.640
60	≥ 250	259.07 e	7.94 e	24.86 e	4.880
100	≥ 140	265.49 f	8.14 f	36.36 f	4.880
Repetibilidad	—————	0.998	0.999	0.522	—————
Precisión	—————	0.22	0.01	4.04	—————

<sup>1</sup>Medias seguidas de la misma letra en la misma columna no son significativamente diferentes (P<0.05).

<sup>2</sup>Calculada con la ecuación (12)

<sup>3</sup>Calculada con la ecuaciones (6 y 7).

También se observa en la Tabla 6, que se incrementa la amplitud de la señal conforme disminuye el tamaño de partícula, esto es porque existe menor pérdida de dispersión del haz ultrasónico, ya que el dispersor es pequeño en comparación a una partícula más grande. Esto esta en concordancia con la teoría, donde estipula que si el tamaño del dispersor es menor que la longitud de la onda, entonces la velocidad aumenta (McClements 1997).

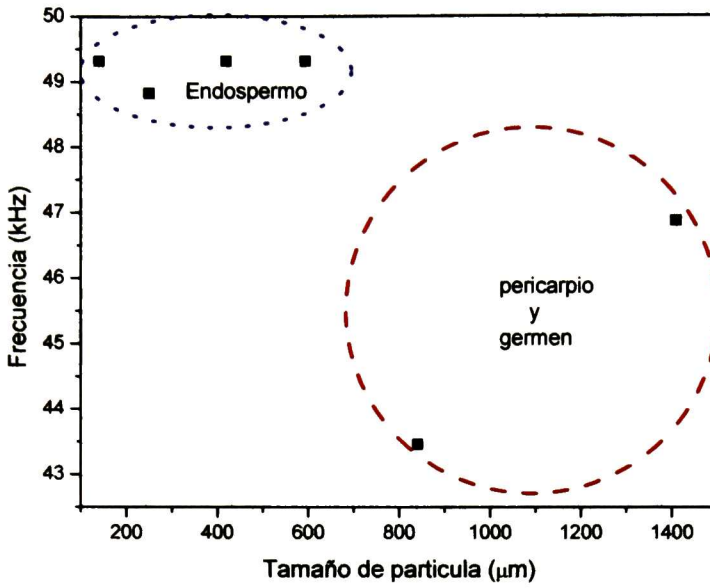


Figura 29. Relación entre tamaño de partícula de maíz molido y frecuencia

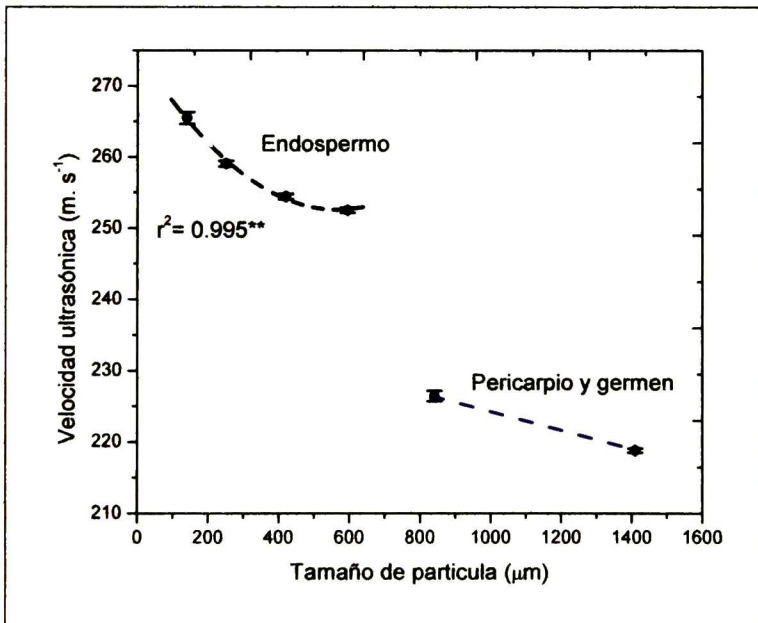


Figura 30. Relación entre tamaño de partícula de maíz molido y velocidad ultrasónica

En la Figura 29, se observa que las partículas de maíz molido a diferentes granulometrías, tiene diferentes componentes, por lo que la frecuencia no fue constante en un material heterogéneo y orgánico. Así se tiene que cuando se tiene un tamaño de partícula de entre 800 a 1410 micras corresponde a partículas de maíz molido formada de pericarpio y germen y si la partícula tiene entre 140 a 420 micras es principalmente endospermo de maíz. Por lo tanto la relación de la partícula de maíz, presentó dos regiones. Se observa que, conforme el tamaño de partícula disminuyó su estructura fue más fina (harina) por lo que la velocidad ultrasónica aumentó (Tabla 6 y Figura 30).

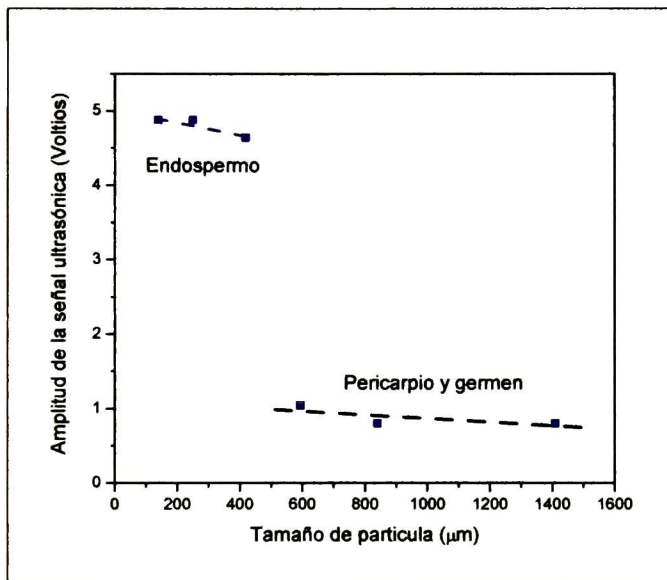


Figura 31. Relación entre amplitud de la señal y tamaño de partícula de maíz molido.

La Tabla 6 y la Figura 31 muestran el tamaño de partícula (maíz), en función de la amplitud de la señal ultrasónica. Esta tendencia pudiera ser útil para determinar el tamaño de partícula en diferentes granulometrías del maíz ya que la amplitud se ve afectada solo por el tamaño de partícula y la longitud de la onda ultrasónica, sin considerar sus componentes químicos. Por otra parte, la velocidad ultrasónica fue afectada tanto por el tamaño de partícula, como por las propiedades elásticas del material. En este caso existen diferencias en la propagación del ultrasonido en el maíz

molido indicado por sus impedancias acústicas. La amplitud (Figura 31) fue en incremento conforme disminuía el tamaño de partícula del maíz molido llegando a tener un tamaño de 200 micras siendo prácticamente endospermo.

Uno de los productos más importante del maíz durante el proceso de nixtamalización es la masa, por lo que se realizaron varios experimentos con masa de harina de “Maseca”. El objetivo fue conocer la relación que tiene el incremento de agua en la masa, con la velocidad ultrasónica, para poder predecir el contenido de agua en la masa y también corroborar si la velocidad ultrasónica en masa es influenciada más por la densidad del material o por su módulo elástico en ese producto. Los resultados experimentales (Tabla 7), para este experimento se realizaron en una celda de 5 cm de diámetro y 1 cm de altura de masa de harina de “Maseca” (50 g).

**Tabla 7. Resultados Experimentales con masa de harina Maseca (50g)<sup>1</sup>**

Humedad (%)	Densidad (gr cm <sup>-3</sup> )	Velocidad ultrasónica <sup>2</sup> (m s <sup>-1</sup> )	$m = \left( \frac{Z_1}{Z_2} \right)$ <i>Z<sub>1</sub>=Agua</i> <i>Z<sub>2</sub>=ρ<sub>maseca</sub> V</i>	Presión ultrasónica Transmitida <sup>3</sup> (%)
56	1.43	95.445 d	0.695 d	96.225 c
58	1.42	106.370 dc	0.770 dc	98.100 b
61	1.38	118.365 c	0.860 c	99.280 ba
63	1.37	137.970 b	1.005 b	99.960 a
64	1.36	162.045 a	1.180 a	99.200 ba
Repetibilidad	—	0.966	0.969	0.934
Precisión	—	2.210	0.015	0.175

<sup>1</sup>Medias seguidas de la misma letra en la misma columna no son significativamente diferentes (P<0.05).

<sup>2</sup>Calculada con la ecuación (12)

<sup>3</sup>Calculada con la ecuaciones (6 y 7).

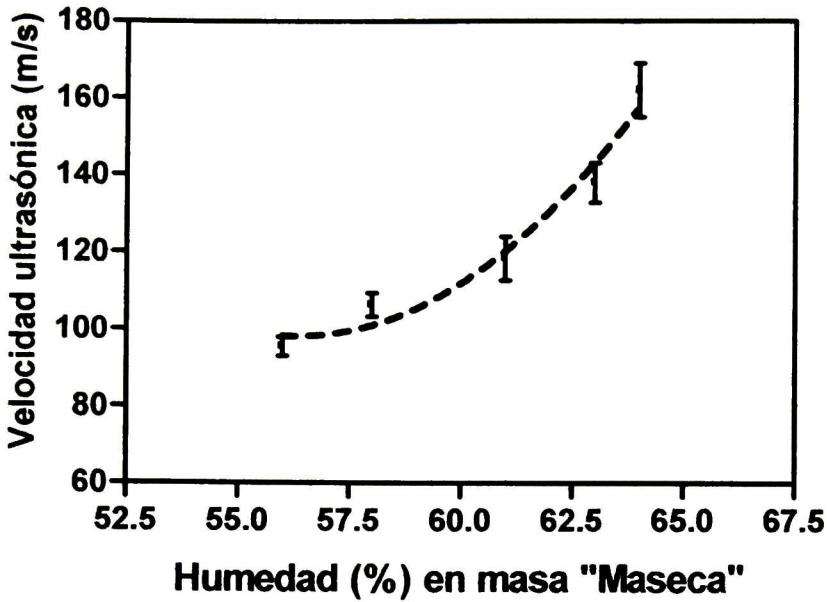


Figura 32. Relación entre humedad de la masa "Maseca" y velocidad ultrasónica utilizando el método de onda continúa y celda. La expresión empírica de ajuste de regresión es:  
 $y = 496.35 - 12.35 \cdot x + 95.8 \cdot 10^{-2} \cdot x^2$ ,  $r^2 = 0.942^{**}$

En la Figura 32, se observa que variando la humedad de la masa por efecto del agua, existe efecto significativo con la velocidad ultrasónica ( $P < 0.05$ ) tal como lo predice el caso 2, cuando existe variaciones en densidad grandes y módulo elástico pequeño (sección de antecedentes). Aunque múltiples variables pueden afectar la velocidad ultrasónica, resolviendo los cambios en una variable como en este caso permite conocer cambios en los componentes del mismo. Pudiendo saber si existen adulteraciones, con respecto a la normatividad del producto alimenticio.

### 4.3 EVALUACIÓN DE LA DUREZA EN GRANOS DE MAÍZ UTILIZANDO ULTRASONIDO

La determinación de dureza en los granos de maíz es un importante parámetro para predecir la calidad industrial del maíz (Gaytán-Martínez *et al* 2006). La industria de la tortilla requiere de un grano de maíz suave, mientras que para elaborar botanas requiere maíz duro. Un grano suave requerirá un menor tiempo de cocimiento en contraste con un grano duro para obtener nixtamal en condiciones óptimas para elaborar tortillas. Se han realizados diversos trabajos con ultrasonido para determinar las propiedades texturales como dureza ( $H$ ) y trabajo de compresión (Lull *et al* 2002) donde la dureza, puede ser monitoreada por medio de sus cambios en velocidad ultrasónica. La velocidad ultrasónica ( $V$ ), es la rapidez de propagación de la energía de un pulso propagándose a través del material el cual esta afectado por su módulo elástico ( $E$ ) y por su densidad ( $\rho$ ); (Povey y McClements 1988)

$$V = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (34) \quad \sqrt{\frac{E}{\rho}}$$

Aplicando la ecuación (34) en granos de maíz, consideramos lo siguiente:

- 1.- Los porcentajes en composición interna del grano de maíz son diferentes para las distintas variedades y recordando que el grado de acomodamiento granular del almidón nos provee el módulo de elasticidad el cual, es una medida de la rigidez del material. Por lo tanto, el módulo de elasticidad es proporcional a la dureza (Lull *et al* 2002).
- 2.- Consideramos también que la influencia de la densidad es pequeña en la dureza, comparada con su módulo elástico. Proponemos que la dureza ( $H$ ) es proporcional a la relación entre el modulo de elasticidad y su densidad tenemos entonces que:

$$H \propto \frac{E}{\rho} \Rightarrow H = k' \frac{E}{\rho}$$

Donde  $k'$  es una constante de proporcionalidad entonces sustituyendo la expresión en la ecuación (34), tenemos:

$$V = b\sqrt{H} \quad (35)$$

Como una primera aproximación podemos escribir la relación empírica (35), (Benedito 1998) como:

$$V = a + b \sqrt{H} \quad (36)$$

Gráficamente el comportamiento que nos predice la relación empírica (36) se muestra en la Figura 37.

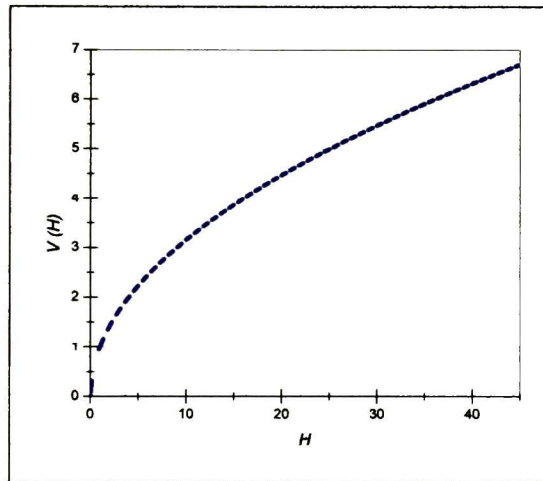


Figura 33. Gráfica del cambio de la dureza en relación a la velocidad ultrasónica

Para comprobar el modelo anterior se efectuó un experimento con 70 maíces de la colección mundial que representa la mayor variación que se puede encontrar y los resultados se presentan en la Figura 34. La velocidad ultrasónica producida por el cambio de dureza en el grano de maíz aumentó proporcionalmente con el incremento de su módulo de elasticidad. Aunque, los valores de velocidad ultrasónica están dentro de los rangos aceptables. También se puede observar que la curva de la Figura 34 fue altamente significativa ( $P < 0.001$ ), similar a la tendencia predicha por el modelo

ilustrado en la Figura 33. Por otra parte la precisión de la medición de velocidad ultrasónica fue de 4.55 N, con una repetibilidad de 0.925. Así también, el grano de maíz presentó un decaimiento en amplitud de la señal ultrasónica (Figura 35) por la atenuación del mismo material y por efecto del mal acoplamiento de algunos granos muy irregulares. La señal ultrasónica tiene una repetición de 10 pulsos por segundo representada en el eje del tiempo.

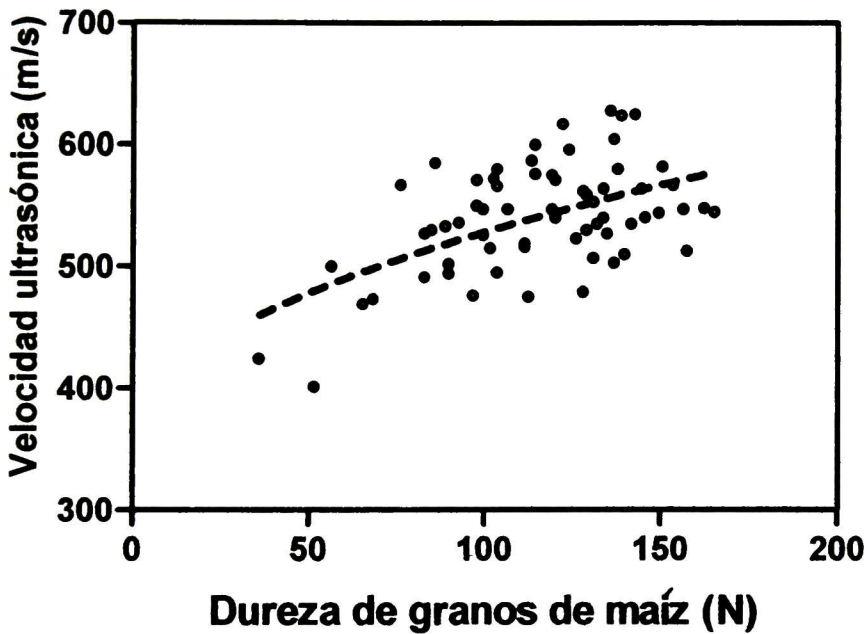


Figura 34. Relación entre dureza del grano de maíz y velocidad ultrasónica utilizando el método de onda continua. La expresión empírica de ajuste de regresión es:  
 $y = 356.1 + 17.19 \cdot x^{0.5}$ ,  $r = 0.532^{***}$



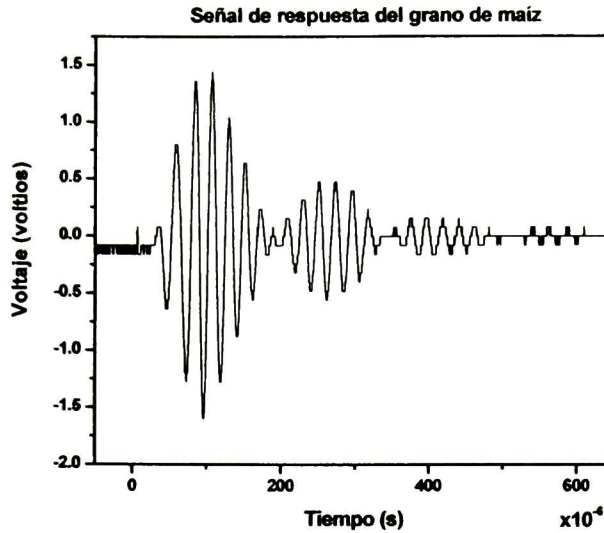


Figura 35. Espectro de radio-frecuencia (RF) del grano de maíz.

#### 4.4 IRRADIACION CON MICROONDAS DEL MAÍZ PALOMERO Y SU EFECTO EN LA VELOCIDAD ULTRASÓNICA

El maíz palomero y su tratamiento en horno de microondas es un modelo interesante que permite evaluar la evolución de cambios en dureza y densidad durante la irradiación con microondas. En el presente estudio, la evolución de la velocidad ultrasónica calculada por la ecuación (12), dureza y densidad del grano fueron evaluadas durante los diferentes tiempos de irradiación y relacionadas con los modelos propuestos y casos específicos de acuerdo a la dependencia ya sea del módulo elástico ( $E$ ) ó de la densidad ( $\rho$ ) en el material.

La determinación de la dureza del maíz palomero y su evolución durante la irradiación con microondas es de importancia en la industria para determinar su calidad que se define como el rendimiento del volumen de la palomita (Freid *et al* 2006). Parámetros texturales como dureza ( $H$ ) y deformación son dependientes de la temperatura, entonces es de interés, determinar como repercute la temperatura en el grano palomero con la velocidad ultrasónica.

4.4.1 Cinética de calentamiento en microondas.

Se puede observar que, la velocidad ultrasónica del maíz palomero tuvo un rango entre 313 a 412 m/s disminuyendo con el incremento del tiempo de irradiación, produciendo una disminución en sus propiedades elásticas. Se puede apreciar que los valores fueron relativamente bajos similares a los reportados para granos palomeros con 14% de humedad (Freid 2006). Todos los datos cinéticos son caracterizados por un período de inducción, durante el cual el reventado no se presenta (Figura 36). En este período de inducción el ultrasonido muestra dos regiones bien definidas. Una región de 0 a 18 (s) donde no se detectan cambios significativos y una segunda región, con tiempos de 20 a 25 segundos de irradiación antes del reventado que se caracteriza por cambios muy bruscos en las propiedades del grano de maíz palomero la cual decrece en el umbral del reventado de la palomita.

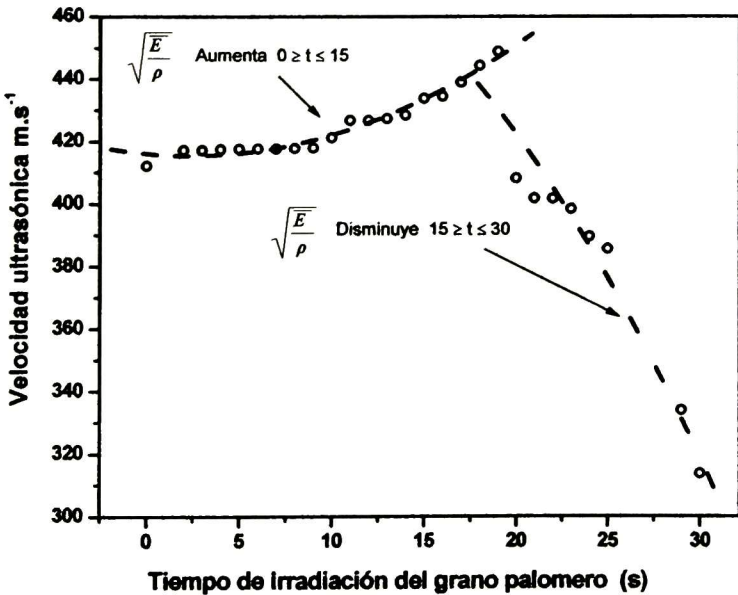
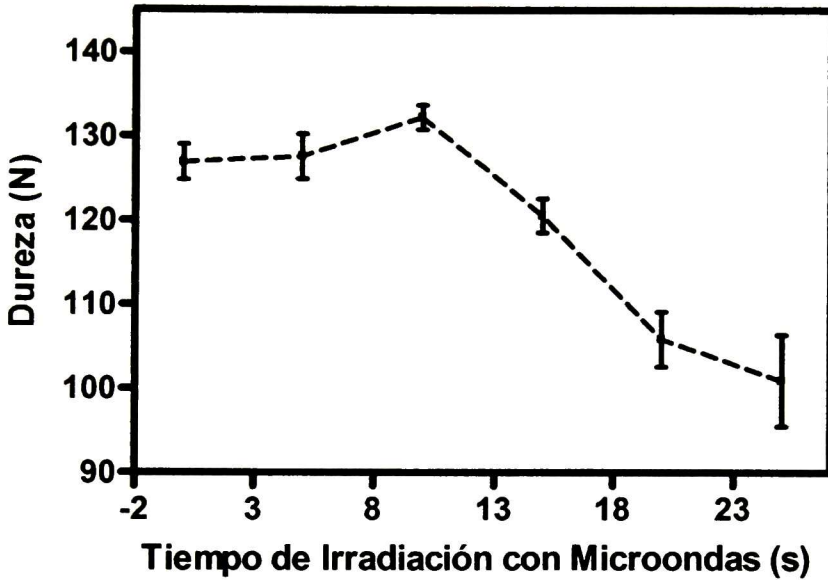


Figura 36. Relación entre velocidad ultrasónica del maíz palomero a 18.5 °C con el grado de irradiación con microondas.

En relación con el efecto en la velocidad ultrasónica en esas regiones. Se puede decir que en la primer región de 0 a 18 (s) el grano incrementa ligeramente su velocidad ultrasónica (Figura 36) y también su dureza 0-10 (s) (Figura 37).



*Figura 37. Evolución de la dureza del maíz palomero por efecto del grado de irradiación con microondas.*

La dureza del grano palomero obtenido con el analizador de textura universal (TA-XT2), se muestra en la Figura 37. Se puede observar que la dureza aumenta ligeramente en los primeros segundos que corresponderían a la primera región y posteriormente disminuye de 15 a 25 (s) que sería la segunda región. Por lo que en la primera región el parámetro que tiene mayor influencia en la velocidad ultrasónica fue el módulo elástico. En la segunda región se presenta decaimiento de la velocidad ultrasónica aunado a un cambio de la densidad del grano (Figuras 38) con respecto a la densidad inicial. Se observa también una disminución muy pronunciada en la velocidad ultrasónica cuando se

llega a este tiempo (15-20 s) donde la influencia de la densidad es importante, disminuyendo significativamente su dureza, para pasar a un estado con propiedades elásticas muy diferentes, del inicial (palomita). Los valores de módulo elástico para maíz palomero acondicionado con 14 % de humedad y sin tratamiento de microondas fue 225 MPa utilizando ultrasonido y son muy similares a los reportados por Singh et al., (1991) con compresión uniaxial y placas paralelas que fue de 20 MPa para humedad de 34 % en el grano de maíz y de 480 MPa para humedad del 6%. Dichos investigadores reportaron valores de 230 MPa para humedades de 14 % para maíces duros y dentados. Otros investigadores como Haddad et al., (1998), sin embargo, reportaron valores de 970 MPa utilizando texturómetro RHEO TA-XT2/25 en cubos de aprox. 1.5 x 1.5 x 1.5 mm de aristas.

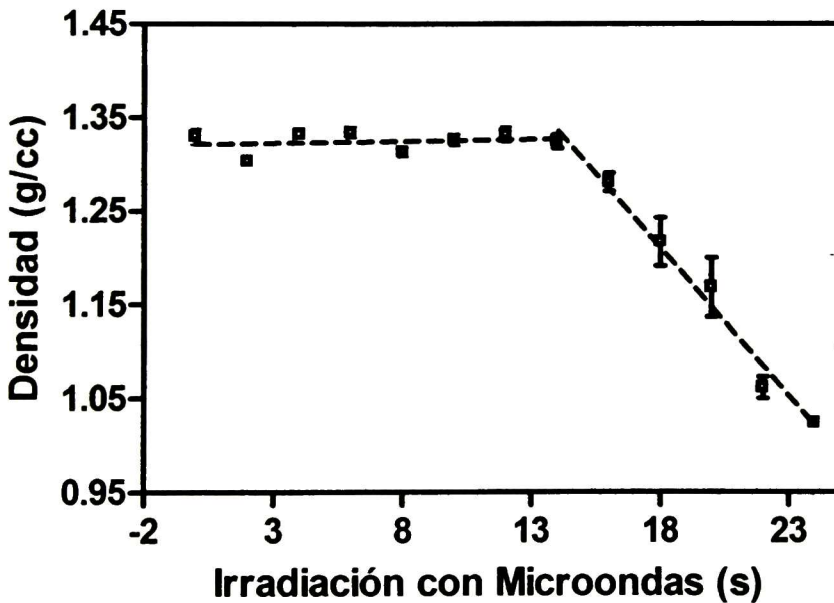


Figura. 38.- Densidad del grano palomero por efecto de la irradiación con microondas.

La Figura 38, muestra que la densidad inicial ( $1.33 \text{ g/cm}^3$ ) del maíz palomero permanece constante de 0 a aproximadamente 14 (s) posteriormente, disminuye paulatinamente de 1.33 hasta  $1.05 \text{ g/cm}^3$  debido al incremento en volumen en relación con el peso del grano. Densidades con rangos de 1.00 a  $1.46 \text{ g/cm}^3$  fueron reportados en cereales y granos pero en maíz palomero la densidad promedio fue de  $1.393 \text{ g/cm}^3$  (Freid *et al* 2006; Tian *et al* 2001), la cual esta en los rangos encontrados en este estudio para maíz palomero sin tratamiento de microondas.

En la Tabla 8 se observa la pérdida de la morfología reticular esférica dada por la compactación de los gránulos de almidón, a los 30 (s) de ser expuestos a irradiación por microondas. La Figura 39 muestra la señal ultrasónica en el dominio del tiempo, en donde la amplitud máxima al inicio (maíz palomero sin irradiar) fue 25 voltios pero a los 30 segundos del tratamiento, el grano presentó decaimiento en la amplitud de la señal de  $\pm 10$  voltio atenuada por la pérdida en su morfología reticular esférica, disminución de la densidad y del módulo de elástico.

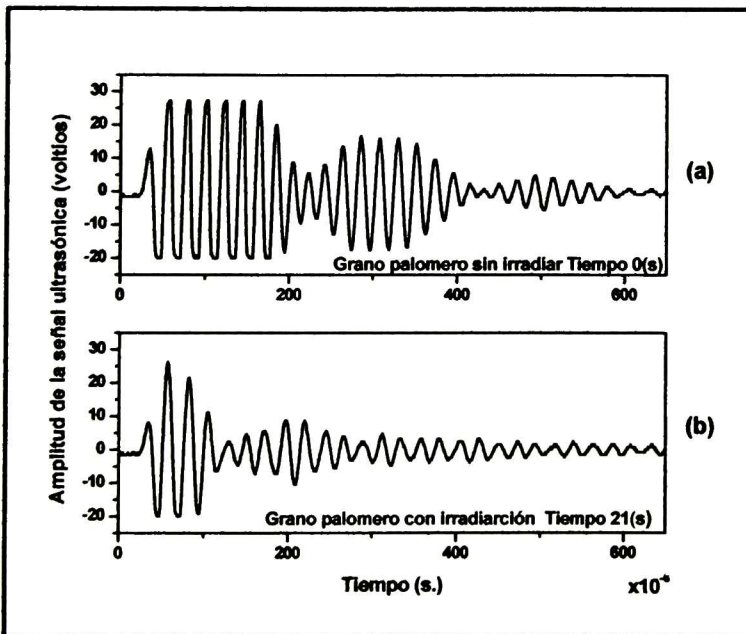
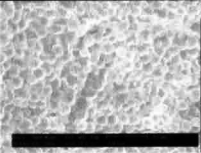
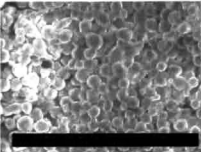
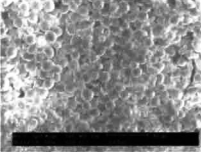
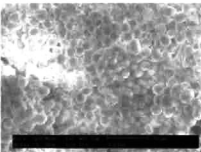

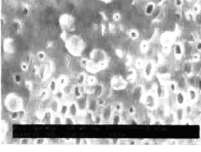




Figura. 39. Espectro de radio-frecuencia (RF) del grano palomero. a). Maíz palomero sin irradiar, b). Maíz palomero con 21 (s) de irradiación.

**Tabla 8. Aspectos morfológicos del grano de maíz palomero por efecto de la irradiación por microondas relacionadas con su velocidad ultrasónica**

Microondas Tiempo(s)	Grosor del grano (mm)	Velocidad ultrasónica (m s <sup>-1</sup> )	Microestructura
0	4.3	412	
2	4.3	417	
3	4.3	417	
4	4.3	417	
5	4.3	417	
6	4.3	417	
7	4.3	417	
8	4.3	417	
9	4.3	417	
10	4.3	421	
11	4.3	426	
17	4.3	438	
18	4.3	444	
19	4.3	448	
20	4.3	408	
21	4.3	401	
22	4.3	401	
23	4.32	398	
24	4.34	389	
25	4.42	385	
29	4.46	313	
30	4.46	313	
31	12.0	127	

#### 4.4.2 Precisión y repetibilidad de resultados

Bauwin y Ryan indicaron en 1974 que los mayores problemas en las mediciones son la exactitud (grado de aproximación de la medición al valor verdadero) y la precisión (repetibilidad de la medición) con que se pueden repetir las medidas con determinado instrumento. Asimismo, señalaron que la exactitud y precisión son afectadas principalmente por las siguientes fuentes de variación: tipo de determinación, procedimiento del muestreo, homogeneidad de la muestra y tipo de equipo para efectuar la determinación. Estas fuentes de variación están altamente correlacionadas y cada una de ellas está implicada en cierto grado en el valor final adscrito a cada medición. Por su parte, Baker y Campbell (1971) definieron como repetibilidad a una estimación de la correlación entre los valores verdaderos de las muestras y los valores observados. Si las medias de los errores son pequeñas, las repetibilidades podrían aproximarse a la unidad; por el contrario, si son grandes podrían acercarse a cero. Los mismos autores mencionaron valores de repetibilidad de 0.85 a 0.90 como aceptables en selección de material. Por su parte, Figueroa (1983), indicó que en equipos de precisión valores de repetibilidad de 0.95 son apropiados para lograr una medida adecuada y confiable. En el presente estudio, para medir la repetibilidad de los parámetros se realizaron 28 mediciones de grano palomero, con 7 diferentes granos y 4 replicas por grano. La velocidad ultrasónica se calculó usando los valores mostrados en el osciloscopio (TSD) obteniéndose los resultados mostrados en la Tabla 9. El cálculo de la repetibilidad de la velocidad ultrasónica en el grano palomero utilizando el equipo de ultrasonido fue de 0.972, y la precisión fue de 2.27 m/s que son valores aceptables y similares a los reportados para el método de onda continua (Dukhin *et al* 2005). Repetibilidades bajas son generalmente atribuibles a errores grandes en las mediciones.

**Tabla 9. Repetibilidades de mediciones de granos de maíz palomero con ultrasonido**

Palomero ID	Número de Repetición	Grosor del grano (mm)	Tiempo ( $\mu$ s) (TSD)*	Velocidad ultrasónica m. s <sup>-1</sup> (TSD)*
1	1	4.50	4.20	1070.43
1	2	4.51	4.20	1073.45
1	3	4.48	4.20	1067.40
1	4	4.51	4.20	1073.45
2	1	4.18	4.60	908.33
2	2	4.20	4.60	913.85
2	3	4.20	4.60	913.85
2	4	4.32	4.60	938.70
3	1	4.27	4.60	927.65
3	2	4.27	4.60	927.65
3	3	4.31	4.80	896.94
3	4	4.31	4.80	896.94
4	1	4.13	5.20	793.75
4	2	4.23	5.20	813.29
4	3	4.28	4.80	891.65
4	4	4.25	4.80	886.35
5	1	4.43	4.40	1007.34
5	2	4.45	4.40	1010.23
5	3	4.56	4.40	1036.20
5	4	4.53	4.40	1030.43
6	1	4.33	4.20	1031.12
6	2	4.39	4.20	1046.24
6	3	4.39	4.20	1046.24
6	4	4.41	4.20	1049.26
7	1	4.25	4.60	924.89
7	2	4.34	4.60	944.22
7	3	4.37	4.60	949.74
7	4	4.31	4.80	896.94
Precisión		0.0069	0.043	2.27
Repetibilidad		0.968	0.947	0.971

\*TSD = Digital Storage Oscilloscope.



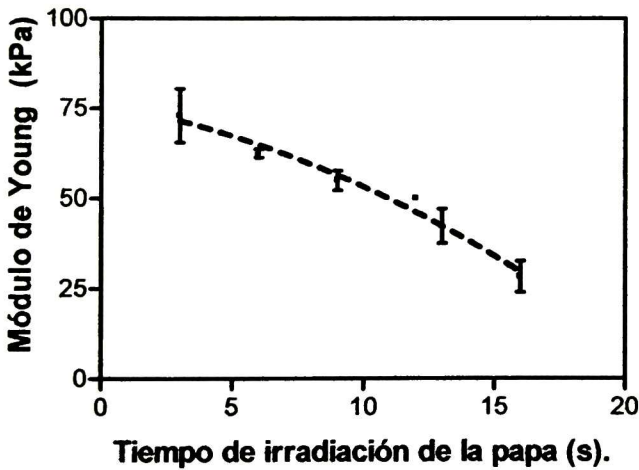
#### **4.5 IRRADIACION CON MICROONDAS EN PAPA Y SU EFECTO EN LA MORFOLOGÍA RETICULAR POLIGONAL Y LA VELOCIDAD ULTRASÓNICA**

Se evaluó la relación entre en la morfología reticular poligonal de la papa y la velocidad ultrasónica por el efecto del tiempo de irradiación con microondas. La Tabla 10, muestra que la velocidad ultrasónica de la papa varió de 768 iniciales a 507 m s<sup>-1</sup>, disminuyendo significativamente (P<0.05) con el tiempo de irradiación con microondas (Figura 40), y el sus propiedades elásticas obtenidas, con el texturómetro universal (Figura 41 y Tabla. 11). Dicho rango es muy similar al reportado para papas crudas que fue de 700-850 con frecuencias de 0.5 MHz (McClements 1997). El tratamiento de microondas afectó significativamente (P<0.05) la morfología reticular poligonal y otras propiedades visco-elásticas (elasticidad, masticabilidad, viscosidad, cohesividad, y dureza elástica) lo que redujo la velocidad ultrasónica en todos los casos. Los resultados encontrados muestran relaciones altamente significativas entre  $r = 0.8$  y  $0.9$  ( $P < 0.01$ ), para la mayoría de las propiedades elásticas, demostrando de esta manera que en los alimentos la velocidad ultrasónica es afectada principalmente por el módulo elástico y en menor grado por su densidad, indicando que en los alimentos se pueden predecir propiedades elásticas del material bio-orgánico por medio de la velocidad ultrasónica.

**Tabla 10. Relaciones entre la velocidad ultrasónica y propiedades elásticas por efecto de la irradiación en papa con microondas <sup>1</sup>**

Microondas Tiempo (s)	Velocidad ultrasónica (m s <sup>-1</sup> ) $V = \frac{d}{t}$	Módulo elástico texturómetro (kPa) $E = \frac{\sigma}{\epsilon}$
3	768.43 a	72.976 a
6	643.70 b	62.507 b
9	589.00 c	54.978 c
12	542.99 d	49.878 c
13	516.52 e	42.253 d
16	507.93 f	28.217 e
Repetibilidad	0.999	0.976
Precisión	0.304	0.994

<sup>1</sup>Medias seguidas de la misma letra en la misma columna no son significativamente diferentes (P<0.05).



**Figura 40. Relación entre módulo de Young a 22 °C y tiempo de irradiación de papa en microonda. La expresión empírica de ajuste de regresión es:**  
 $y = 76.25 - 1.27 \cdot x - 1027 \cdot 10^{-2} \cdot x^2$ , en el rango de  $x = [3, 16]$ ,  $r^2 = 0.97^{**}$

La densidad se determinó, en cada tiempo de cocimiento de microondas, a temperatura de 22 °C. A 16 (s) de calentamiento existiendo una variación  $\pm 2\%$  en agua, el cambio de densidad fue mínimo debido al pequeño rango de tiempo de irradiación 0 a 16 (s) en el microondas. Sin embargo, a tratamientos de más de 20 (s) de calentamiento en microondas, se incrementa el efecto de la pérdida de agua y por lo tanto de su la densidad. La Figura 41 esta en concordancia con el modelo de Kelvin-Voigt, del caso (1) donde existe variaciones en módulo elástico grandes y densidad pequeña por cambios en la temperatura del material bio-orgánico.

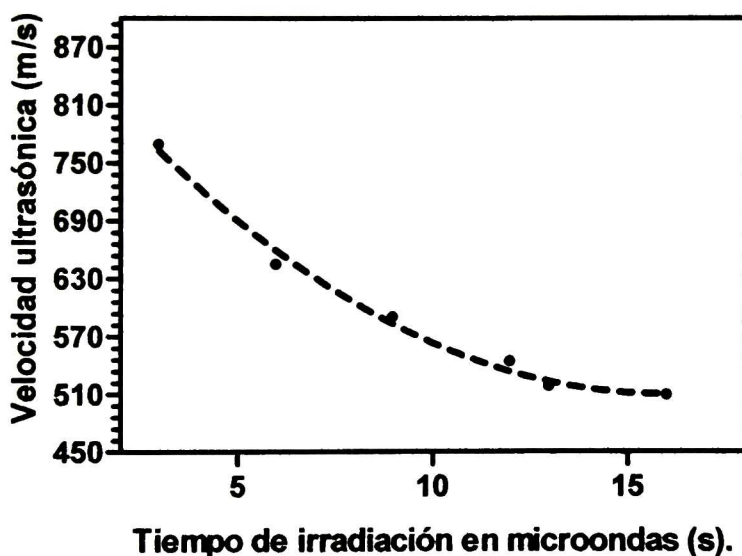


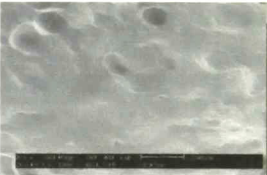


Figura 41. Relación entre el tiempo de irradiación de papa en microonda y velocidad ultrasónica a 22 °C. La expresión empírica de ajuste de regresión es:  
 $y = 892.6 - 48.02 \cdot x + 1.505 \cdot x^2$ , en el rango de  $x = [3, 16]$ ,  $r^2 = 0.990^{**}$

**Tabla 11. Relaciones entre la velocidad ultrasónica y textura de la papa por las variaciones en la morfología reticular poligonal por efecto de la irradiación por microondas<sup>1</sup>**

Tiempo (s)microondas	Velocidad ultrasónica (m s <sup>-1</sup> )	Micro estructura (SEM)
3	768.4	
9	589.0	
16	507.9	

En la Tabla 11 y la Figura 41 se ilustran la relación entre la velocidad ultrasónica y la morfología de la papa por efecto del calentamiento con microondas de algunos tratamientos seleccionados. Por otra parte en la Figura 42 se muestra el espectro de ultrasonido de la señal de la papa antes del tratamiento con microondas y después del calentamiento final con microondas, como se observa entre estos dos tratamientos existe un cambio significativo en la señal ultrasónica manifestada por un decaimiento en amplitud debido a la pérdida de elasticidad (módulo elástico). Los resultados muestran que la velocidad ultrasónica se incrementa, con el incremento en sus propiedades elásticas de la papa, estando de acuerdo con la hipótesis de McClements (1997).

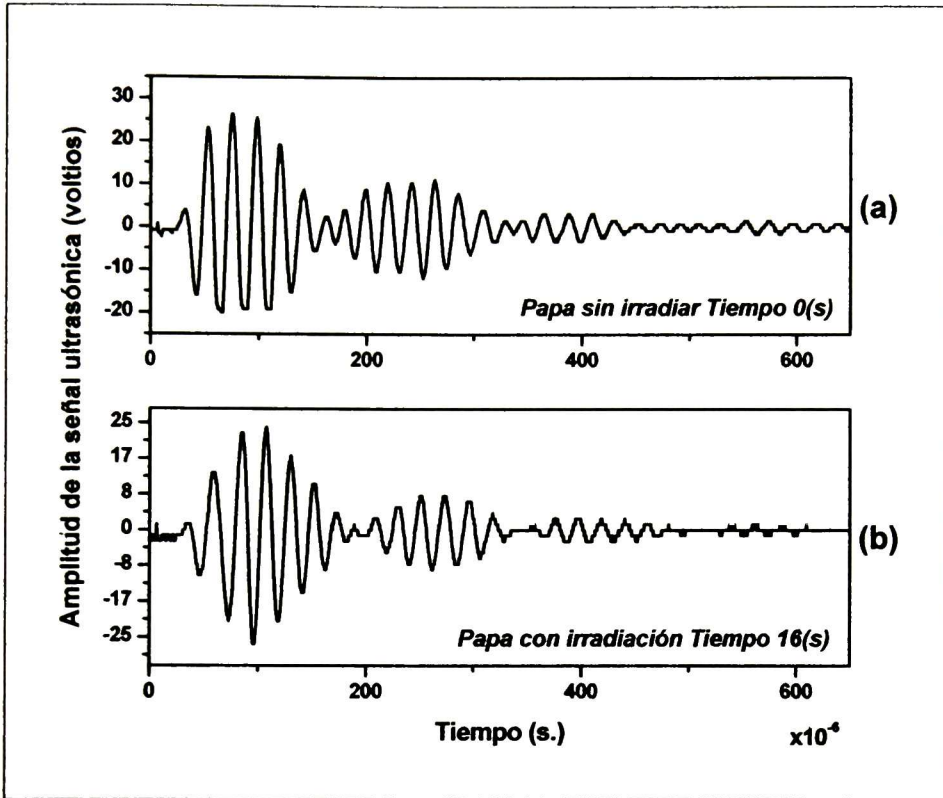


Fig. 42.- Espectro de radio-frecuencia (a) papa cruda sin cocer, (b) papa cocida

#### 4.5.1 Fenómeno de resonancia en la papa

En la papa se prestó el material para obtener tener geometrías cilíndricas, mediante un sacabocados con grosores, que presentarán el fenómeno de resonancia por lo cual la velocidad ultrasónica fue también medida en función del espectro de frecuencias como se indica en la Figura 45. El principio de método de resonancia es cuando una onda estacionaria se genera en una muestra. La resonancia significa que existe interferencia constructiva de la onda reforzándose a si misma, la superposición de las ondas están en fase. Para calcularse la velocidad ultrasónica de las posiciones relativas de dos crestas de resonancia adyacentes se utiliza la relación (37), Coupland 2004.

$$V = 2 d (f_n - f_{n-1}). \quad (37)$$

Para que exista resonancia en el material de ensayo la frecuencia de ( $\omega$ ) excitación debe ser la misma que la frecuencia ( $\omega$ ) natural del material (Figura 43), esto conlleva a un incremento de la amplitud de la señal de respuesta con respecto a la señal que lo originó (Figura. 44). Para producir resonancia, el grosor del material debe ser un número entero ( $n$ ) de semi-longitudes de onda ( $\lambda$ ), de la frecuencia ( $f$ ) del esfuerzo sinusoidal utilizado la ecuación (16) Pág. 22 (Buckin y Smyth 1999):

$$Grosor = \frac{\lambda}{n} = \frac{v}{n f} \quad (16)$$

Se ha reportado para las papas crudas un rango de velocidades de 700-850 m s<sup>-1</sup> (McClements 1997), conociendo la frecuencia de excitación (54 kHz) y la velocidad ultrasónica media de la papa de 775, calculamos el espesor de la muestra para obtener una señal de respuesta del material en resonancia. Con la señal ultrasónica en el dominio del tiempo se realizó una transformada rápida de Fourier (FFT), para obtenerla en el dominio de la frecuencia los diferentes múltiplos de las frecuencias de resonancia llamados “armónicos” (Figura 45).

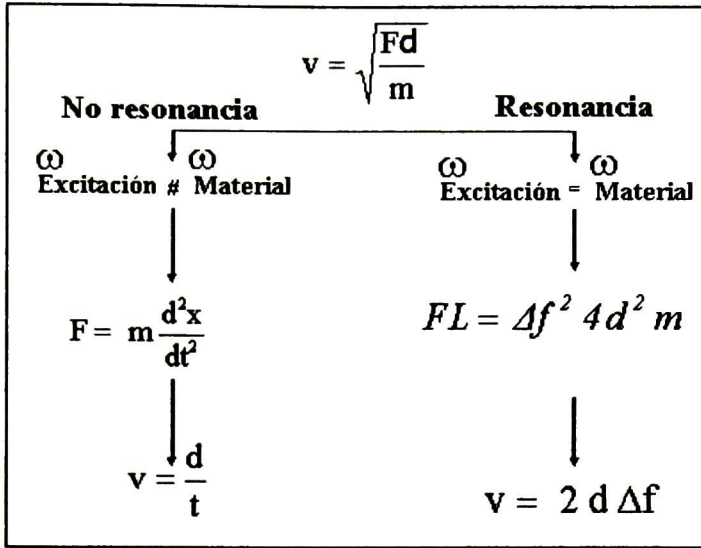


Figura 43. Diagrama esquemático de ondas estacionarias con interferencias destructivas caso de no resonancia y interferencia constructiva caso de resonancia.

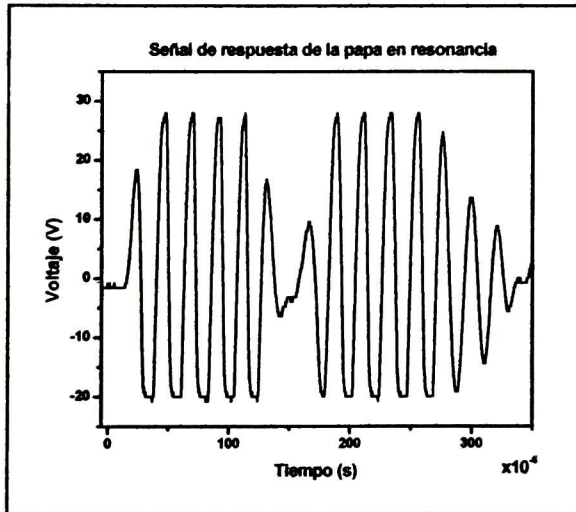


Figura 44. Espectro de radio frecuencia de la papa, la interferencia es constructiva las ondas están en fase y presenta un incremento en amplitud así como las frecuencias de excitador y material son iguales, verificadas con el osciloscopio

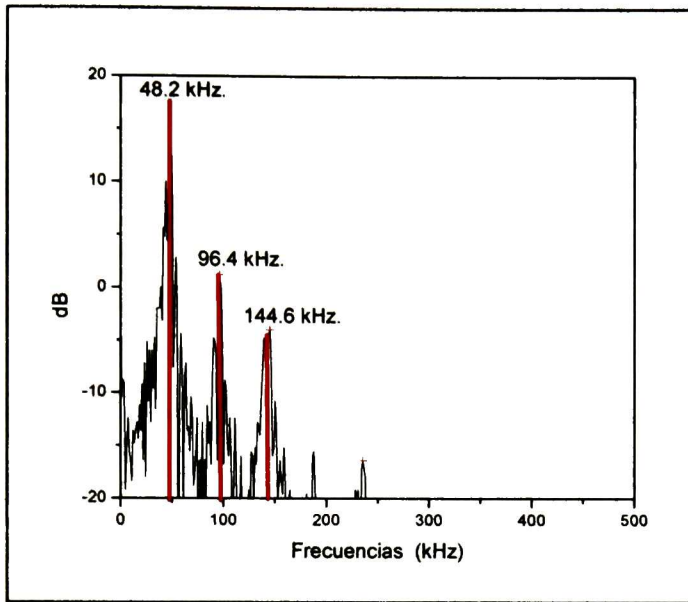


Figura 45. Espectro de frecuencias de papa

Las aplicaciones más notables de resonancia han estado en la caracterización de bio-polímeros, los cambios en estructura, pueden medirse usando un resonador. Algunos ejemplos de este método incluyen medidas de desnaturización de la proteína (Kamiyama y Gekko 2002). La ventaja mayor de las técnicas de resonancia es su precisión. Mientras un método pulso-eco puede lograr precisiones de  $0.1 \text{ m s}^{-1}$ , resonadores de buena-calidad puede manejar cinco órdenes de magnitud mayor. La precisión de la medida de la atenuación es típicamente algo más pobre para ambas técnicas. Para calcular la velocidad ultrasónica de la muestra, se obtuvieron el espectro de frecuencias de la papa con el equipo de ultrasonido y osciloscopio digital. Basado en los espectros de frecuencias obtenida podemos determinar  $\Delta f = f_2 - f_1$ . En base a la ecuación (37), se determinado la velocidad ultrasónica en la papa se obtuvieron el siguiente resultado (Tabla 12).



**Tabla 12. Velocidades ultrasónicas para papa el caso de resonancia**

Grosor (mm)	$f_1$ (kHz)	$f_2$ (kHz)	$\Delta f$	Velocidad ultrasónica ( $m s^{-1}$ ) $V = 2 d (f_n - f_{n-1})$
8	96.4	144.6	48.2	771.2

El método de onda continúa que para el caso de resonancia para la papa fue  $771.2 m s^{-1}$  y esta dentro del un rango de  $700-850 m s^{-1}$ , similar al de los datos de velocidad ultrasónica obtenidos para diferentes papas con la ecuación clásica de velocidad.

#### 4.6 EFECTO DE COMPONENTES QUIMICOS DE LOS QUESOS EN LA VELOCIDAD ULTRASONICA

En productos lácteos el ultrasonido se ha utilizado para calcular el tiempo óptimo del corte de la cuajada en la fabricación de quesos (Gunasekaran y Ay 1996) y determinar defectos estructurales en el queso Parmesano (Orlandini y Annibaldi 1983). Los ultrasonidos usados para determinar las características reológicas de cubos pequeños de queso, demuestran que los cambios en estructura del queso se podrían supervisar y por consiguiente, las medidas ultrasónicas se podrían utilizar para determinar cambios durante la maduración (Lee *et al* 1992). En este sentido, el queso Mahon se madura desempaquetado en temperatura y compartimientos controlados de humedad. Durante el proceso de la maduración, las características texturales cambian y se pierde el agua. A veces se dificulta determinar el estado del queso maduro, debido a la carencia de la uniformidad en la maduración de compartimientos y de las diferencias en leche y las condiciones de fabricación

(Benedito *et al* 2000a y 2000b). En nuestro país, muchos de los quesos son adulterados con suero de quesería u otros adulterantes como almidones y excepto por técnicas muy caras como HPLC y electrofóresis para detectar dichas irregularidades no existen métodos rápidos, confiables y económicos.

Para evaluar si la velocidad ultrasónica pudiera ser lo suficientemente sensible para detectar diferencias en calidad de los quesos, se compraron en el mercado cuatro tipos de quesos (Oaxaca, Panela, Manchego y Chihuahua) los cuales provenían de dos marcas mexicanas (Caperucita, y Alpura) y dos extranjeras (Lala de Uruguay, y Franja de Nueva Zelanda) de diferente calidad según la opinión de la PROFECO (2003). Para discutir los resultados en las Tablas 13 y 14 se muestran solamente los quesos Oaxaca y Chihuahua. Las muestras fueron cortadas de forma cilíndrica de 1cm de diámetro por 1.5 cm de espesor, obteniéndose los siguientes resultados Tabla 13

**Tabla 13. Medias de velocidad ultrasónica y parámetros de calidad del queso Oaxaca<sup>1</sup>**

Marca	Velocidad ultrasónica (m s <sup>-1</sup> )	Módulo elástico (MPa)	Proteínas (%)	Humedad (%)	Grasa (%)
Caperucita	818.8a	267.9 ab	29.0a	47.6 b	24.7 a
Lala	802.7ab	375.7 a	27.1ab	50.8 ab	22.3 a
Alpura	857.8a	394.6 a	26.5ab	52.9 a	14.5 ab
Franja	655.0c	188.9 b	19.9b	51.8 a	19.0 b
Repetibilidad	0.997	0.410	0.838	0.849	0.90
Precisión	2.25	1.83	1.04	0.48	0.75

<sup>1</sup>Medias seguidas de la misma letra en la misma columna no son significativamente diferentes (P<0.05).

**Tabla 14. Medias de velocidad ultrasónica y parámetros de calidad del queso Chihuahua<sup>1</sup>**

Marca	Velocidad ultrasónica (m s <sup>-1</sup> )	Módulo elástico (MPa)	Proteínas (%)	Humedad (%)	Grasa (%)
Caperucita	908.2 b	590.6 a	33.7a	36.0a	26.7b
Lala	917.5 b	782.8 a	30.2ab	36.45a	32.6a
Alpura	889.7 c	685.0 a	30.8ab	36.9a	31.3ab
Franja	975.9 a	831.1 a	28.3b	37.3a	33.7a
Repetibilidad	0.988	0.575	0.803	0.741	0.845
Precisión	2.01	4.59	0.65	0.69	0.60

<sup>1</sup>Medias seguidas de la misma letra en la misma columna no son significativamente diferentes ( $P < 0.05$ ).

Se puede observar en las Tablas 13, que los valores de velocidad ultrasónica de las marcas Caperucita, Lala, y Alpura están en un promedio de 810 m s<sup>-1</sup>, excepto la marca Franja que presentó el valor más bajos para el queso Oaxaca y relativamente más elevados para el queso Chihuahua, significativamente diferentes ( $P < 0.05$ ), que las otras marcas en ambos tipos de quesos (Tabla 14).

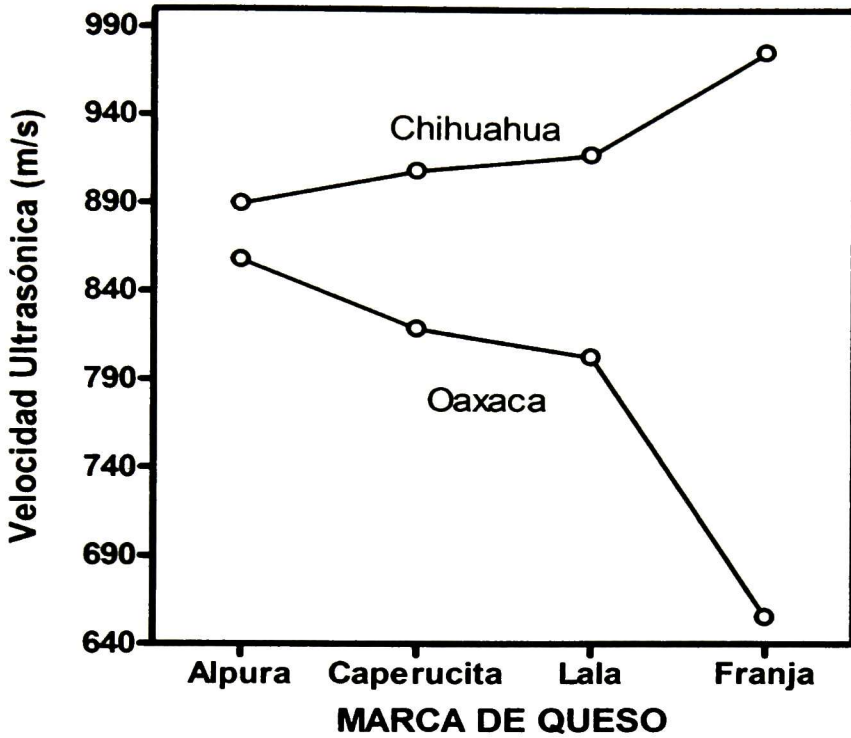


Figura 46. Efecto de la pérdida de velocidad ultrasónica con la marca del queso.

Un análisis más detallado de dicha situación es ilustrado en la Figura 46, la cual muestra que las marcas Caperucita, Lala y Alpura en el queso Oaxaca siguen una tendencia similar y la marca Franja se desvía considerablemente de la tendencia esperada, posiblemente por adulteración en el queso con algún almidón modificado que absorbe mucha agua ya que la proteína también disminuyó aproximadamente 10%. Sin embargo, aunque para los quesos Panela y Oaxaca, no hay Norma, las Normas Oficiales para los quesos Chihuahua y Manchego indican niveles de humedad máximo 48 %, grasa (butírica) 26 % mínimo y proteínas de origen láctico de 22 % mínimo, están en la mayoría de los quesos dentro de norma, la marca Franja esta en los umbrales de aceptabilidad y calidad establecidas por la Secretaria de Comercio y Fomento Industrial (1984 y 1985). Por otra parte, la Tabla 13 indica que el incremento de la velocidad ultrasónica en el queso tipo Oaxaca, esta

relacionada con el módulo elástico debido a la influencia de la proteína y el agua y en menor grado la grasa. Para evaluar si el mismo comportamiento se presentaba en la misma marca con otros tipos de quesos se muestra el estudio del queso tipo Chihuahua. Nuevamente como se aprecia en la Figura 46, una desviación similar pero inversa con la marca Franja. Esto significa que dicha marca en el caso de tipo Chihuahua pudiera estar alterada con grasa vegetal. La Tabla 14, muestra que la velocidad ultrasónica en el queso tipo Chihuahua estuvo influenciada principalmente por la grasa y la proteína ya que no hubo diferencias significativas ( $P < 0.05$ ) en humedades. Respecto al módulo de elasticidad se puede observar que en el queso Oaxaca presentaron valores de 189 MPa a 395 MPa dependiendo de la calidad, valores altos de módulo elástico estuvieron relacionados con mejor calidad. La misma tendencia se presentó en el queso Chihuahua en el cual el rango fue de 590 a 831 MPa. Benedito *et al.*, (2000a) reportaron valores de módulo elástico en queso Mahon en el rango de 251 MPa para queso Mahon fresco con 31 días de madurez y de hasta 3000 MPa para un año con una media de 1266 MPa. Dichos valores son parecidos a los observados en los quesos Oaxaca y especialmente el Chihuahua del presente estudio que es similar al queso Mahon. Se puede concluir que la velocidad ultrasónica, y el módulo elástico puede ser relacionados con los parámetros de calidad de los quesos ya que por ejemplo al reportarse un valor de  $655 \text{ m s}^{-1}$  de velocidad ultrasónica o 188 MPa de módulo elástico para la marca Franja del queso Oaxaca, estos son valores muy bajo comparado con las otras tres marcas Caperucita, Lala y Alpura, lo anterior se debe a que la marca Franja presentó un porcentaje bajo de proteínas (19.8), lo cual indica que se esta utilizando alguna sustancia para sustituir la proteína del queso, y esta sustancia esta reteniendo una gran cantidad de agua por lo que se puede predecir una calidad inferior ya que afecta la elasticidad y el fundido del queso. Lo contrario sucedió para el queso tipo Chihuahua de la marca Franja que en este caso presentó la

mayor velocidad ultrasónica y mayor módulo elástico por efecto de incorporación de grasa vegetal y afectó directamente la elasticidad del producto.

#### **4.7 USO DEL ULTRASONIDO EN LA CARACTERIZACION DE LA CALIDAD DEL GRANO DE TRIGO.**

Las propiedades mecánicas básicas del endospermo del trigo son el módulo elástico o de Young's ( $E$ ), fuerza de fractura y la deformación. Sin embargo, esas propiedades de los granos de trigo son evaluadas generalmente utilizando pruebas de dureza del grano (Pomeranz y Williams 1990). La dureza es uno de los más importantes factores para evaluar la calidad del trigo por los productores, procesadores y trabajadores en la industria. La resistencia a la penetración y rompimiento son pruebas desarrolladas en granos individuales pero se necesita tener muchas repeticiones para obtener resultados confiables (Pujol *et al* 2000). Las propiedades mecánicas de los granos son difíciles de medir debido a las diferencias en morfología de los granos y a las propiedades intrínsecas del endospermo. En este sentido, el desarrollo de los métodos rápidos para evaluar la calidad del uso final de los granos continúa siendo una preocupación importante. Uno de los objetivos particulares del presente estudio fue investigar la viabilidad de usar técnicas ultrasónicas para la caracterización de la calidad de los genotipos de trigo.

La Tabla 15 muestra la velocidad ultrasónica medida usando granos individuales de trigo. Para el trigo suave, como son las variedades Salamanca, Saturno, y Cortazar, los valores de velocidad ultrasónica presentaron un rango de 260 a 307  $m \cdot s^{-1}$ , con respecto al trigo panadero Rayón fue de 344  $m \cdot s^{-1}$  y las variedades de trigos cristalinos o duros apropiados para elaborar pasta como Rafi, Altar y Sofía los valores fueron de 345 a 375  $m \cdot s^{-1}$ . Estos valores son relativamente bajos comparados a los divulgados para el alimento (McClements 1997) pero están en conformidad con la

masa de 114 a 250 m s<sup>-1</sup> que son alimentos altamente atenuantes como el sistema de la pasta de pan (McClements 1997; Elmehdi *et al.*, 2003) y aguacates (Mizrach *et al.*, 1999; Mizrach y Flitsanov 1999; Mizrach *et al* 2000). Tabla 15, muestra rangos de densidad de 1.3358 para trigos suaves a 1.4059 para trigos duros similares a los encontrados (1.345 g/cm<sup>3</sup>) en trigos suaves y (1.411 g/cm<sup>3</sup>) en trigos duros (Nelson 2001; Dobraszczyk *et al* 2002).

**Tabla 15, Media de los valores del módulo de elasticidad medido en granos individuales de trigo<sup>1</sup>**

CULTIVAR	Velocidad Ultrasonica m/s	Densidad g/cm <sup>3</sup>	Dureza de Grano†† (N)	Módulo Elástico† MPa	Módulo Elástico†† MPa
Salamanca	346.4 bc	1.3358 c	56.0 c	157.4 c	356.1 d
Cortazar	335.1 cd	1.3448 bc	59.5 bc	151.1 c	383.1 dc
Saturno	329.5 d	1.3612 ab	54.4 c	147.8 c	338.4 d
Rayón	358.7 b	1.3664 b	66.9 a	175.8 b	395.8 bcd
Altar	385.0 a	1.3783 ab	70.4 a	204.4 a	440.9 abc
Rafi	390.1 a	1.3732 ab	76.9 a	209.0 a	477.8 ab
Sofia	386.8 a	1.4059 a	70.2 a	210.4 a	467.6 a

<sup>1</sup>Medias seguidas de la misma letra no son significativamente diferentes a P≤0.05.

†Medidas usando ultrasonido con frecuencia de 54 kHz.

††Medidas usando una celda uniaxial con velocidades de 0.15 y 0.1 mm/s de penetración.

Respecto al módulo de elasticidad, este fue más alto en los trigos duros y trigos panaderos que en el trigo suave o galletero. Tabla 15, muestra el promedio de tres repeticiones del módulo elástico medido (54 kHz) en granos individuales de los trigos suaves como Salamanca, Saturno, y Cortazar,

presentaron rangos de 147.4 a 157.4 MPa, comparado con el trigo panadero Rayón con 175 MPa y los trigos duros o cristalinos Rafi, Altar, y Sofia que presentaron módulos de elasticidad de 204 a 210 MPa. Rangos de módulos de elasticidad de 20 a 480 MPa fueron reportados para maíz con contenidos de humedad de 6 a 34% (Singh *et al* 1991). Haddad *et al.*, (1998), utilizando el texturómetro RHEO TA-XT2/25 con cargas de 250 N sobre cubos 1 por 3 mm de trigo previamente maquinados reportó valores de módulo de elasticidad de 190 a 250 MPa para trigos suaves y de 380 a 930 MPa para trigos duros, por su parte Kang *et al.*, (1994) utilizaron el equipo Instron y celdas de carga de 1 kN en granos individuales de trigo previamente troquelados en formas cilíndricas, reportaron valores de módulo de elasticidad de 253 a 420 MPa los cuales son muy similares a los módulos de elasticidad de trigo encontrados en el presente estudio ya sea utilizando el método de ultrasonido propuesto o con el método de texturómetro TA-XT2 (Tabla 15). La Figura 47 muestra la relación que existe entre el módulo de elasticidad determinado con ultrasonido y con texturómetro. Como se puede observar la  $r^2$  fue altamente significativa lo que indica un buen ajuste a la curva de regresión  $y = 45.69 + 0.494 x$ ; Por otra parte la relación entre dureza y módulo de elasticidad determinado ya se con ultrasonido o con el texturómetro presentó coeficientes de correlación de  $r = 0.935$  ( $P < 0.002$ ) y  $0.959$  ( $P < 0.0007$ ) respectivamente. Lo que indica que con cualquiera de los dos métodos se pueden estimar esta importante propiedad mecánica.



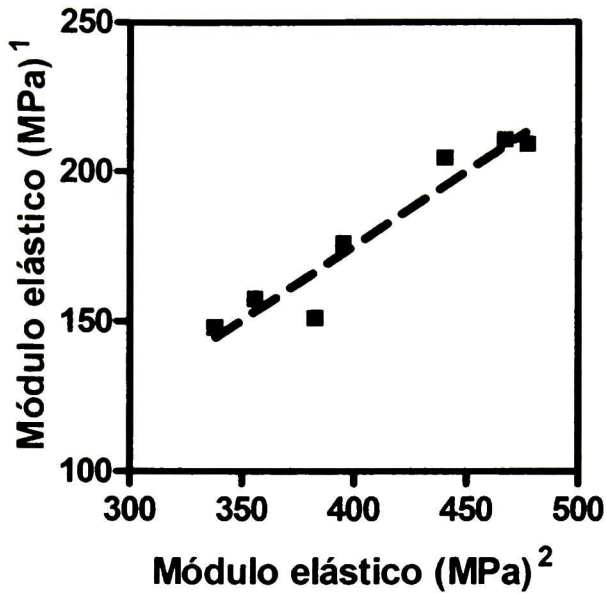


Figura 47. Módulo de elasticidad de trigo, (1) calculado utilizando ultrasonido 54 kHz; (2) con texturómetro TA-XT2.  $y = 45.69 + 0.494x$ ,  $r^2=0.92^{**}$ .

La determinación de módulo de elasticidad en granos es una operación que generalmente se ha llevado a cabo utilizando un texturómetro y celdas de compresión en granos troquelados ya sea en cubos (Haddad *et al.*, 1998) o cilindros (Delwiche 2000; Kang *et al.*, 1995) y es demasiado laboriosa por lo que existen muy pocos informes al respecto. El método de ultrasonido para determinar el módulo elástico en maíz, trigo y otros granos no ha sido reportado a la fecha en la literatura y es un aporte importante en el área de cereales dónde se involucran materiales granulares en operaciones de transporte, cribado, acondicionamiento, molienda y control de calidad por mencionar solo algunas. Las mediciones ultrasónicas con granos individuales de trigo son confiables y rápidas de llevar a cabo por lo que fue utilizada para el estudio de la predicción de la calidad del trigo. Datos adicionales del estudio con granos individuales de trigo se presentan en la publicación del anexo I.

## **V CONCLUSIONES**

Se exploraron los métodos de ultrasonidos pulso eco y de onda continua para seleccionar el más apropiado para el estudio de los materiales bio-orgánicos.

Se encontró que el método de pulso eco no es el más adecuado para materiales bio-orgánicos donde existe alta atenuación y geometría compleja del material.

El método de onda continua mostró ser el más apropiado para materiales bio-orgánicos a bajas frecuencias (20-250kHz) en materiales con alta atenuación y cuando las caras o superficies de un material no son paralelas.

Se estudió el efecto del tamaño de partícula en la velocidad ultrasónica, donde la velocidad ultrasónica y la amplitud de la señal se incrementaron conforme disminuyó el tamaño de partícula, observándose que la amplitud de la señal ultrasónica pudiera ser útil para determinar el tamaño de partícula en diferentes granulometrías del maíz

Se encontró que cuando es menor la impedancia del material bio-orgánico en relación a la impedancia del agua se tiene una correlación directa entre el incremento de agua, con la velocidad ultrasónica, se observó por ejemplo que variando la humedad de la masa de harina por efecto del agua, la densidad afecta a la velocidad ultrasónica, permitiendo predecir cambios en la elasticidad de la masa de harina.

Se observó que la velocidad ultrasónica fue afectada por el cambio de dureza en el grano de maíz y aumentó proporcionalmente con el incremento de sus propiedades elásticas (módulo elástico).

En relación con la confiabilidad de la técnica de ultrasonido. El cálculo de repetibilidad de la velocidad ultrasónica en el grano palomero utilizando el equipo de ultrasonido fue de 0.972, y la precisión fue de 11.8 m/s que son valores aceptables y similares a los reportados para el método de onda continua.

Por tanto, de acuerdo a los resultados de la presente investigación, la velocidad ultrasónica determinada con el método de onda continua con transductores de bajas frecuencias (20-250 kHz) fueron las más recomendables específicamente para maíz y trigo siendo uno de los aportes de esta investigación, dicha metodología no ha sido reportado en la literatura, y se propone como una alternativa adicional a las tradicionales para la determinación de los parámetros físicos de calidad de los cereales.

El uso del ultrasonido en granos de maíz y trigo permitió determinar su módulo elástico, esta propiedad es importante la cual no había sido reportada en la literatura con ultrasonido, abriendo un alternativa a la ciencia y tecnología para estudiar propiedades físicas como la dureza y predecir la calidad de estos granos, en el área de ingeniería de procesos de cereales.

## **VI BIBLIOGRAFIA**

- AACC 1995. Approved Methods of Analysis. Ninth Ed. Am. Assoc. Cereal Chem. St Paul, Mn., USA.
- AOAC 2005 Official Methods of Analysis. Ed. Association of Official Analytical Chemists. Washington, DC., USA.
- AOAC 1984. Official Methods of Analysis 14<sup>th</sup> Ed. Association of Official Analytical Chemists. Washington, DC., USA.
- ASTM 2005 Mechanical Testing and Evaluation. "Standard Test Method for Equotip Hardness Testing of Steel Products" 8: 254-255.
- Bachaman, S., Klimaczak, B., and Gasyna, Z. 1978. Non-destructive viscometric studies of enzymatic milk coagulation. *Acta Aliment. Polon.* 4(28):55-62
- Baker, R. J., and Campbell A. B. 1971. Evaluation of screening tests for quality of bread wheat. Research Station, Canada Department of Agriculture. *Can J. Plant Sci* 51:449-455.
- Barrett, A. H., Cardello, A.V., Leshner, L. L., and Taub, I. A. 1994. Cellularity, mechanical failure, and textural perception of corn meal extrudates. *J. Texture Stud.* 25:77-95.
- Benedito, J., Cárcel, J., Clemente, G., and Mulet, A. 2000a. Cheese maturity assessment using ultrasonics. *J. of Dairy Sci.* 83:248-254.
- Benedito, J., Cárcel, J., Gisbert, M., and Mulet, A. 2001. Quality control of cheese maturation and defects using ultrasonics. *J. Food Sci.* 66(1):100-104.

- Benedito, J., Cárcel, J., Sanjuán, N., and Mulet, A. 2000b. Use of ultrasound to assess Cheddar cheese characteristics. *Ultrasonics*, 38:727-730.
- Benson, C. 1960. *Ultrasonics*. Ed. McGraw-Hill Book Company, inc. 202- 206.
- Bergmann, L. 1954. The ultrasonics. 6th Ed. Stuttgart Hirzel. *In: Gomes R. 1964. Ultrasonidos Ed. INTA, Madrid 234-236*
- Blitz, J. 1964. *Fundamentos de los ultrasonidos*. Department Physics, Brunel University, London. 202 -206.
- Bouvier, J. M., Bonneville, R., and Goullieux, A. 1997. Instrumental methods for the measurement of extrudate crispness. *Agro-Food-Industry Hi-Tech*. 8(1):16-19.
- Bray, D. E., and Stanley, R. K. 1997. *Nondestructive Evaluation: a Tool in Design, Manufacturing, and Service*. CRC Press, Inc., Boca Raton, FL. 120-130.
- Boyer, H. E. 1990. *Hardness Testing*, ASM International Metals Park, OH. (6) 90-135
- Buck, O., and Stanley, M. 1981. Microstructure characterization and Reliability strategies, the metallurgical Society of ASME:133-146.
- Buckin, V. A., and Smyth, C. 1999. High-resolution ultrasonic resonator measurements for analysis of liquids. *Food Analysis*, 4(2):95-112.
- Cheng, Y. and Haugh, C. G. 1994. Detecting hollow heart in potatoes using ultrasound. *ASAE* 37(1):217-222.
- Christensen, C.M. and Vickers, Z.M. 1981. Relationships of chewing sounds to judgments of food crispness. *J. Food Sci.* 45:574-578.
- Coppock, J. B. M., and Carnford, S. J. 1960. *Texture in foods*. SCI Monograph, No.7, (64).
- Coupland J. N. 2004. Low intensity ultrasound. *Food Research International* (37):537-543.

- Dacremont, C. 1995. Spectral composition of eating sounds generated by crispy, crunchy and crackly foods. *J. Texture Stud.* 26(1):27-43.
- Delwiche S.R. 2000. Wheat endosperm compressive strength properties as affected by moisture. *Transactions of the ASAE* 43(2):365-373.
- Dieter. 1967. *Mecánica metalúrgica*, ed. Mcgraw Hill. Madrid , España. 37-41.
- Dobraszczyk B.J. Withworth M.B. Vincent J.F.V., and Khan A.A. 2002. Single kernel wheat hardness and fracture properties in relation to density and the modeling of fracture in wheat endosperm. *J. of Cereal Science* 35:245-265.
- Drake, B. K. 1963. Food crushing sounds – an introductory study. *J. Food Sci.* 28:233-241.
- Drake, B.K. 1965. Food crushing sounds: comparisons of objective and subjective data. *J. Food Sci.* 30: 556-559.
- Dukhin A.S; Goetz P. J y Travers B. 2005. Use of Ultrasound for Characterizing Dairy Products, *American Dairy Science Association.* (4): 1321-1327
- Edmister, J. A. and Vickers, Z. M. 1985. Instrumental acoustical measures of crispness in foods. *J. Texture Stud.* 16:153-167.
- Elmehdi, H.M., J.H. Page, and M.G. Scanlon. 2003. Using ultrasound to investigate the cellular structure of bread crumb. *J. Cereal Sci.* 38:33-42.
- Ensminger, D. 1973. *Ultrasonic: the Low and High-Intensity Applications.* Marcel Dekker, Inc., New York
- Figueroa J. D. C. 1983. Determinación del grado de confiabilidad del grano flotante como indicador de calidad en cebada. *Agric. Téc. Méx.* Vol 9 (2):115-124

- Freid J., Koch A., Mulloy L., and Slabinski E. 2006, Use of ultrasound as a non-destructive testing method on popcorn kernels. Governor's School for Agriculture, Blacksburg, VA. Page: 1-15
- Gao, X. and Tan, J. 1996a. Analysis of expanded-food texture by image processing. Part I: geometrical properties. *J. Food Process Eng.* 19:425-444.
- Gao, X. and Tan, J. 1996b. Analysis of expanded-food texture by image processing. Part II: mechanical properties. *J. Food Process Eng.* 19:445-456.
- Gaytán-Martínez M, Figueroa J. D. C, Reyes-Vega M. L, Sánchez-Rincón F y Morales- Sánchez E. 2006; Microestructura de gránulo de almidón relacionada con la dureza del grano de maíz. *Revista Fitotecnia Mex.* Vol 29:135-139.
- Ghaedian R., Coupland J. N., Decker E. A. and McClements D. J. 1997. Ultrasonic Determination of Fish Composition. *J. Food Engi.* 35:323- 337
- Gunasekaran, S. and Ay, C. 1996. Milk coagulation cut-time determination using ultrasonics. *J. Food Process Eng.* 19:63-73.
- Haddad Y., Benet J.C., and Abecassis J. 1998. A rapid general method for appraising the rheological properties of the starchy endosperm of cereal grains. *Cereal Chem.* 75(5):673-676.
- Hedrick. W. R. 2004. *Ultrasound Physics and Instrumentation.* Ed. Mosby. Page: 1-60
- Jauregui. J. R. 1971. *El mundo del sonido.* Ed. Bell. Argentina, Buenos Aires. 2-23.
- Johnson R. 1997. Contrast Response Analysis for Medical Ultrasound Imaging *IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control* 44:805-809.

- Kang Y.S., Spillman C.K., Steele J.L., and Chung, D.S. 1995. Mechanical properties of wheat. Transactions of the ASAE 38(2):573-578.
- Kamiyama, T., and Gekko, K. 2002 Compressibility gives new insight into protein dynamics and enzyme function *Biochimica Biophysica Acta (BBA) - Protein Structure and Molecular Enzymology* 1595, (1-2 ):382-386.
- Kinsler, L. E., Frey, A. R., Coppens, A. B., and Sanders, J. V. 1982. Fundamentals of acoustics, 3rd ed. John Wiley, New York., 6-9.
- Lakes R. S. 2004. Viscoelastic measurements techniques. *Review of Scientific instruments* (25): 4.
- Lee, H. O., Deibel, A. E., Glembin, C. T., and Munday, E. G. 1988. Analysis of food crushing sounds during mastication frequency – time studies. *J. Texture Stud.* 19:27-38.
- Lee, H. O., Luan, H. and Daut, D. G. 1992. Use of an ultrasonic technique to evaluate the rheological properties of cheese and dough. *J. Food Engi.* (16):127-150.
- Lee, H. O., Schweitzer, M. A., Morgan, G. M., and Shepherd, D. C. 1990. Analysis of food crushing sounds during mastication: total sound level studies. *J. Texture Stud.* 19:27-38.
- Lionetto, F., Maffezzoli, A., Ottenhof, M., Farhat, I. and Mitchell J. R. 2006. Ultrasonic investigation of wheat starch retrogradation. *J. Food Engi.* 75 (2):258-266.
- Llull P, Simal S, Benedito J and Roselló C. 2002. Evaluation of textural properties of meta-based product (sobrassada) using ultrasonic techniques. *J. Food Engi.* (53):279-285
- Matz, S. A. 1962. *Food Texture*. AVI Publishing Co. Inc., Westport, CT. 5-10



- McClements, D. J. 1997. Ultrasonic characterization of foods and drinks. Principles methods and applications. *Critical Reviews in Food Sci.* 37(1):1-46
- McClements, D. J. and Povey, M. J. W. 1987. Ultrasonic velocity as a probe of emulsions and suspensions. *Adv. Colloid Interface Sci.* 27(3-4):285-316.
- Miles, C. A., Fursey, G. A. J., and York, R. W. R. 1985. Ultrasonic estimation of the solid/liquid ratio in fats, oils and adipose tissue. *J. Sci. Food Agric.* 36:215-28.
- Mizrach A., Flitsanov U., and Liberzon A. 2000. Measurement of avocado softening at various temperatures using ultrasound. *Postharvest Biology and Technology* 20:279-286.
- Mizrach A., U. Flitsanov R. El-Batsri and Degani, C. 1999. Determination of avocado maturity by ultrasonic attenuation measurements *Scientia Horticulturae* 80(3-4):173-180.
- Mizrach, A., and Flitsanov, U. 1999. Nondestructive ultrasonic determination of avocado softening process. *J. Food Engi.* 40:139-144.
- Mohammed, A. A. A., Jowitt, R. and Brennan, J. G. 1982. Instrumental and sensory evaluations of crispness: 1 – in friable foods. *J. Food Eng.* 1:55-75.
- Morris, V. J. 1985. Food gels – roles played by polysaccharides. *Chem. Ind. March:* 159-64.
- Mulet, A., Benedito, J., Bon, J., and Rosselló C. 1999. Ultrasonic velocity in Cheddar cheese as affected by temperature. *J. Food Sci.* 64(6):1038-1041.
- Muller, H. G., 1973. An introduction to food rheology. Ed William Heinemann. 4-83
- Narváez-Gonzalez. E. D., Figueroa C. J. D., Taba S. and Sánchez-Rincón F. 2006; Kernel Microstructure of Latin American Races of Maize and Their Termal and Rheological Properties. *Cereal Chem* 83(6):605-610.

- Nelson, S.O. 2001. Dimensional and density data for kernels and seeds of grain and other crops: ASAE meeting presentations 01-6137.
- Orlandini, I. and Annibaldi, S. 1983. Investigation into new techniques for the evaluation of Parmigian-Reggiano cheese structure ultrasound and X-rays *Sci Tech Lattiero-Casaria* 34(1):20-30.
- Page J H, Elmehdi, H. M. and Scanlon M. G. 2004. Ultrasonic evaluation of the strength of flour doughs. Canadian Intellectual Property Office Patent CA 2 496 396.
- Papadakis E. P., 1991. Future of ultrasonic, *Materials Evaluation*, 1180 -1184.
- Povey, M. J. W. 1984. A study of dilation and acoustical propagation in solidifying fats and oils. I. Theoretical. *J. Am. Oil Chem.* 61:558-60.
- Povey, M. J. W. 1989. Ultrasonics in food engineering. Part II: Applications. *J. Food Eng.* (9): 1-20.
- Povey, M. J. W. and Harden, C.A. 1981. An application of the ultrasonic pulse echo technique to the measurement of crispness of biscuits. *J. Food Technol.* 16:167-175.
- Povey, M. J. W. and McClements, D.J. 1989. Ultrasonics in food engineering. Part I: Introduction and Experimental methods. *J. Food Eng.* 8:217-245.
- Povey, M. J. W. and Wilkinson, J.M. 1980. Application of ultrasonic pulse echo techniques to egg albumen quality testing: preliminary report. *Br. Poultry Sci.*, 21:489-95.
- Povey, M. J. W., and McClements, D. J. 1988. Ultrasonics in food engineering. Part I: Introduction and experimental methods. *Food Control*, (54):7-14.

- Pujol R, C Létag, I Lempereur, M Chaurand, F Mabilille and J Abecassis. 2000. Description of a micromill with instrumentation for measuring grinding characteristics of wheat grain. *Cereal Chem.* (77):421-427
- PROFECO 2003. [www.profeco.gob.mx](http://www.profeco.gob.mx)
- Pryor, A. W., Reed, R.D.C., and Richardson, E.G. 1958. The propagation of ultrasonic waves in sols and gels. In *Recent Advances in Gelatin and Glue Research* (Stainsby, S., Ed.) Pergamon Press, London. 2-7
- Rayleigh. J. W. S. 1945. *The theory of sound*. Ed. Dover publications. New York, United States of America. 1-27.
- SAS Institute Inc. 2001. *SAS/STAT User's guide, Version 6, Fourth Edition, volume 1*, Cary, NC:SAS Institute Inc., 943 pp.
- Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1984. Norma NMX-F-462-1984. Alimentos – Lácteos-Queso tipo Manchego.
- Secretaría de Comercio y Fomento Industrial. 1985. Norma NMX-F-209-1985. Alimentos – Lácteos-Queso tipo Chihuahua.
- Seymour, S. K. 1985. *Studies on the relationships between the mechanical, acoustical and sensory properties in low moisture food products*. Ph. D. Thesis, North Carolina State University, Raleigh, NC.
- Sharma S. K; Mulvaney S. J y Rizvi S. S. H. 2003. *Ingeniería de alimentos*. Ed. Limusa. México. 20-45

- Shing S.S., Finner M.F., Rohatgi P.K., Buelow F.H., and Schaller M. 1991. Structure and mechanical properties of corn kernels:a hybrid composite material. *J. of Materials Science* 26:274-284.
- Stanley, D. W. and Tung, M. A. 1976. Microstructure of food and its relationship to texture. In *rheology and texture in food quality*. AVI Publishing Co., Inc., Westport, CT.
- Suderman, D.R. 1983.
- Taubert, H. and Stuempel, G. 1997. Possibilities and limits of the ultrasound technique for detection of absences and foreign bodies. *36(136):169-174*
- Texture technologies corps. [www.texturetechnologies.com](http://www.texturetechnologies.com)
- Tian, Y., Buriak, P. and Eckhoff, S. R. 2001. Effect of Hybrid and Physical Properties of Individual Popcorn Kernels on Expansion Copyright 2001 American Association of Cereal Chemists, *78(5):578-582*.
- Timoshenko, S. 1928. *Vibration Problems inn Engineering*, Nueva York. 50-65
- Ultran Laboratories, Inc., 1999. website: [www.ultranlabs.com](http://www.ultranlabs.com). Last day it was referred, December 20, 2006.
- Van Valkenburg H. E. 1991. *Materials retrospective of ultrasonic by Evaluation*. 1188 -1201.
- Vickers, Z. M. 1987. Crispness and crunchiness. In *Food Texture: Instrumental and Sensory Measurement*, eds. Moskowitz, H.R., Marcel Dekker, Inc., New York.12-17
- Vickers, Z. M. 1988. Instrumental measures of crispness and their correlation with sensory assessment. *J. Texture Stud.* 19:1-14.
- Vickers, Z. M. and Bourne, M. C. 1976a. A psychoacoustical theory of crispness. *J. Food Sci.* 41:1158-1164.

Vickers, Z. M. and Bourne, M. C. 1976b. Crispness in foods. *J. Food Sci.* 41:1153-1157.

Wells, P.N.T. 1969. Physical principles of ultrasonic diagnosis. Academic Press Inc., New York, NY. 1-20.

White 2004. Física Moderna . Ed Limusa . 20:375

Wyn-Jones, E., Pereira, M. C. and Morris, E.R. 1982. Ultrasonic relaxation studies in solids and gels. *Prog. Food Nutr. Sci.* 6:21-31.

Zacharias, E. M. and Parnell, R. A. 1972. Measuring the solids content of foods by sound velocimetry. *J. Food Technol.* April: 160-166.

## VII ANEXO I

Artículo Científico

Rev. Fitotec. Mex. Vol. 29 (2): 163 - 169, 2006

## LA TÉCNICA DE ULTRASONIDO PARA PREDECIR CALIDAD DEL TRIGO EN GRANOS INDIVIDUALES

## THE ULTRASOUND TECHNIQUE FOR PREDICTING WHEAT QUALITY ON SINGLE KERNELS

Guillermo A. López Huape<sup>1</sup>, Juan de Dios Figueroa Cárdenas<sup>1\*</sup>, Arturo Mendoza Galván<sup>1</sup>, Evgen Prokhorov Federovich<sup>1</sup>, Héctor E. Martínez Flores<sup>2</sup>, Benjamín Ramírez Wong<sup>1</sup>, Israel García Ruiz<sup>4</sup> y Eduardo Morales Sánchez<sup>5</sup>

Centro de Investigación y de Estudios Avanzados, Unidad Querétaro (CINVESTAV-Qro). Libramiento Norponiente 2000, Fracc. Real de Juriquilla 76230, Querétaro, Qro. México. Tel. 01 (442) 441-4915. Fax. 01 (442) 441-4938. Correo electrónico: jfigueroa@qro.cinvestav.mx. <sup>1</sup>Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Tzintzunzan No. 173, Col. Matamoros 58240, Morelia, Mich. México. <sup>2</sup>Universidad de Sonora, Apdo. Postal No. 1149 83142, Hermosillo, Son. México. <sup>3</sup>Centro Nacional de Meteorología (CENAM), Carr. a los Cués Km. 4.5, El Marqués 76241, Querétaro, Qro. México. <sup>4</sup>Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, CIAH, Carr. Pachuca-Tulancingo 42072, Pachuca, Hgo. México

\* Autor para correspondencia

## RESUMEN

El desarrollo de métodos predictivos para determinar la calidad y el uso final del trigo ha sido una necesidad para fitomejoradores y para productores, molineros y panaderos. En este estudio se investigó el uso de granos individuales de trigo (*Triticum* spp.) con la técnica de ultrasonido como método predictivo para la caracterización de la calidad. Se evaluaron 45 muestras de trigos mexicanos de la cosecha 2003. La señal ultrasónica viajó más rápido en el grano de trigo duro o cristalino, seguida por el trigo panadero y por último el trigo suave. La ecuación polinomial de mejor ajuste de los parámetros del grano del trigo (contenido de cenizas, número de caída, microsedimentación y contenido de proteína) con la velocidad ultrasónica, fue una polinomial de segundo grado, excepto para peso hectolítrico que fue lineal. Las variables de la harina como rendimiento harinero, número de caída, sedimentación y temperatura de pastificado, se relacionaron linealmente con la velocidad ultrasónica. También la mayoría de los datos reológicos del alveógrafo y farinógrafo se relacionaron linealmente con la velocidad ultrasónica. Para una misma clase de trigo la tendencia es que a mayor dureza del grano la velocidad ultrasónica se incrementa y así representa mejor calidad. Entonces, las mediciones de velocidad ultrasónica en granos individuales pueden ser utilizadas para predecir el volumen del pan, así como para la evaluación no destructiva y rápida de la calidad del trigo.

Palabras clave: *Triticum* spp., ultrasonido, calidad de grano, calidad molinera, calidad reológica, calidad de panificación

## SUMMARY

The development of methods to predict the quality and end-use of wheat has been a necessity for breeders, millers and bread makers. In this study, the use of individual kernels of wheat (*Triticum* spp.) was investigated with ultrasound technique as a predictive method for the classification of wheat quality. Forty-five wheat samples from the Mexican harvest of 2003 were evaluated. The ultrasound signal traveled fastest through durum or crystalline wheat grains, followed by grains of bread wheat, and finally soft wheat. The polynomial equation which gave best fit among the parameters of wheat kernels (ash content, falling number, microsedimentation and protein content) and ultrasonic velocity, was a second degree model except for test weight in which the model was linear. The flour variables, such as flour yield, falling number, sedimentation and pasting temperature, were linearly related to ultrasonic velocity. Also, most of the rheological data from the alveograph and farinograph were linearly related to ultrasonic velocity. For the same type of wheat, it was observed that as the kernel hardness increased they tended to have a higher ultrasonic velocity, which represents better quality. Therefore, this study suggest that the measurement of ultrasonic velocity in individual kernels may be used to predict bread volume as well as to quickly evaluate the quality of wheat in a non-destructive way.

Index words: *Triticum* spp., ultrasound, kernel quality, milling quality, rheological quality, bread making quality.

## INTRODUCCIÓN

El desarrollo de métodos predictivos para determinar el uso final y la calidad del trigo (*Triticum* spp.) ha sido una necesidad no solamente para fitomejoradores, sino también para productores, molineros y panaderos que desean evaluar comercialmente el rendimientos harinero y la calidad reológica y de panificación. Se requieren que dichas técnicas sean relativamente rápidas, simples y aplicables en muestras pequeñas desde unos pocos granos hasta un simple grano (Dobraszczyk y Schofield, 2002).

Existen varios métodos con diferentes ventajas y limitaciones. La clasificación de granos individuales (SKCS)

Recibido: 28 de Junio del 2005.

Aceptado: 2 de Marzo del 2006

4100, Perten Instruments, Reno, NV) es un método para la medición rápida de la dureza de granos individuales, peso, diámetro y contenido de humedad (Nielsen *et al.*, 2003; Sissons *et al.*, 2000). Por su parte, el micromolino "micromill" produce mediciones precisas del consumo de energía mecánica requerida para la molienda del grano, la cual se relaciona con la dureza y eficiencia de la molienda de pequeñas cantidades de grano (Pujol *et al.*, 2000). La espectroscopia de infrarrojo cercano (NIR) con granos individuales ha sido también utilizada en varias aplicaciones (Baker *et al.*, 1999; Nielsen *et al.*, 2003). El discriminador de color para alta y baja cantidad de proteína en granos individuales (Pasikatan y Dowell, 2004) y la máquina de visión para medir granos vitreos y duros (Symons *et al.*, 2003) pueden también identificar y predecir el rendimiento harinero en trigo. Relacionado con la caracterización e interpretación de la reología, se desarrolló un micromixógrafo que utiliza 2 g de harina y mejora el control y el procesamiento de los datos (Dobraszczyk y Schofield, 2002).

Otros métodos en los que también se utilizan algunos granos son la microsedimentación con dodecil sulfato de sodio (SDS) (Sapirstein y Suchy, 1999) y las pruebas de electroforesis de subunidades protéicas de glutenina de alto peso molecular (HMW-GS) por medio de SDS-PAGE (Khan *et al.*, 1989), que dan resultados confiables para predecir las propiedades reológicas y de calidad panadera a partir de granos individuales de trigo. Las propiedades mecánicas del grano de trigo generalmente se evalúan mediante pruebas de dureza de grano (Pomeranz y Williams, 1990). Estas propiedades pueden ser el módulo de Young ( $E$ ), la fuerza a la ruptura y la deformación.

El ultrasonido es una técnica para caracterizar los materiales mediante ondas mecánicas de alta frecuencia por arriba de 20 kHz que son transmitidas a través del material; las características de las ondas transmitidas y reflejadas aportan información de la microestructura de la muestra (Saggin y Coupland, 2002). Los parámetros ultrasónicos (*e.g.*, velocidad, atenuación y espectro de frecuencia) del ultrasonido de baja intensidad se han utilizado en la evaluación rápida y no destructiva de alimentos (McClements, 1997; Llull *et al.*, 2002). La técnica de ultrasonido se ha utilizado recientemente para medir propiedades mecánicas de las masas tales como tenacidad o rigidez (Elmehdi *et al.*, 2004; Page *et al.*, 2004).

La onda ultrasónica que pasa a través de un material puede ser expresada en función de su velocidad ultrasónica ( $v$ ) y atenuación ( $\alpha$ ) (Coupland, 2004). La velocidad ultrasónica de un material está relacionada con dos de sus pro-

piedades físicas básicas: el módulo elástico ( $E$ ) y la densidad ( $\rho$ ), de acuerdo con la ecuación:  $v = \sqrt{E/\rho}$ .

Conforme el material es más denso es más resistente a ser deformado y las ondas ultrasónicas se propagan más rápido (McClements, 1997). Con base en estos principios, el ultrasonido puede ser usado para medir propiedades como composición, concentración, estructura, flujo y estado físico de los componentes en los alimentos (McClements, 1997; Povey, 1989; Benedito *et al.*, 2000). Las técnicas de ultrasonidos aventajan a los métodos analíticos tradicionales en que no son destructivas, son rápidas, relativamente baratas, precisas y versátiles. Sin embargo, hasta ahora no se han encontrado informes del uso de esta técnica para evaluar la molienda, reología y calidad de panificación de muestras de trigo, excepto por algunos estudios con masa de trigo (Lee *et al.*, 1992; Elmehdi *et al.*, 2004; Page *et al.*, 2004).

En el presente estudio se plantearon tres objetivos: (1) Investigar la factibilidad de la técnica de ultrasonido como método predictivo para la caracterización de la calidad del trigo a partir de granos individuales; (2) Medir los parámetros ultrasónicos del trigo; y (3) Investigar la relación entre calidad del trigo y velocidad ultrasónica de los granos.

## MATERIALES Y MÉTODOS

### Muestras de grano

Se emplearon 45 trigos mexicanos de la cosecha 2003 clasificados en los siguientes grupos: Tipo I o trigo panadero; variedad 'Rayón F-89' cosechada en tres localidades de los estados de Sonora, Baja California y Sinaloa; tipo III o trigo suave (variedades 'Salamanca S-75', 'Saturno S-86' y 'Cortazar S-94'), cosechadas en localidades de los estados de Jalisco, Michoacán y Guanajuato; y tipo V o trigo duro o cristalino (*Triticum turgidum* L. var. *durum*) (variedades 'Altar C-84', 'Rafí C-97', y 'Sofía C-2000') cosechadas en los estados de Sonora y Baja California. Las muestras del grupo V solamente fueron analizadas en sus características fisicoquímicas debido a que estos tipos de trigo se destinan exclusivamente a la elaboración de pastas. En los otros tipos de trigo, se determinaron las características de molienda, reológicas y de panificación.

### Propiedades físicas del grano

El peso hectolítrico, cenizas y contenido de humedad fueron determinados con los métodos aprobados 55-10, 08-01, y 44-15A, respectivamente, de la American Association of Cereal Chemists (AACC, 1995). El contenido de proteína (N x 5.7), el número de caída ("falling number")

en harina integral de trigo y microsedimentación, se determinaron con los métodos 46-13, 56-81B, y 56-63, respectivamente, de la AACC (1995). La altura del grano se midió con un vernier digital Mitutoyo modelo CD-6" CS (Mitutoyo Corp., Japon), en mm. El color del grano fue evaluado con un colorímetro MiniScan de Hunter Lab (Reston Virginia, EE. UU.).

#### Pruebas de molienda

La extracción de harina se hizo con un molino Brabender Quadrumat Jr. (Quadruplex), con el método aprobado 26-50 de la AACC (1995).

#### Pruebas de calidad en harina

Los contenidos de cenizas, humedad y proteína (N x 5.7), así como la prueba "falling number" o número de caída, se evaluaron con los métodos de la AACC (1995) 08-01, 44-15A, 46-13, y 56-81B, respectivamente. El contenido de gluten seco y húmedo se determinó con el método 38-12 de la AACC (1995). La sedimentación se cuantificó mediante el método 56-60 (AACC, 1995). Los valores e índices alveográficos W y P/L fueron obtenidos con el método 54-30 de la AACC (1995). El tiempo de llegada de la masa, tiempo de desarrollo, estabilidad, índice de tolerancia de mezclado y absorción de agua, se obtuvieron con el farinógrafo y el método 54-21 de la AACC (1995). El color se midió con un colorímetro MiniScan de Hunter Lab.

La viscosidad de las harinas en suspensiones acuosas fue evaluada con el método 22-10 de la AACC (1995), en 80 g de harina con una solución sin amortiguador. Otros datos reológicos fueron obtenidos con el reofermetógrafo de Chopin F3, para lo cual 300 g de harina, 3 g de levadura, y 5 g de cloruro de sodio fueron agregados a la cantidad de agua calculada de los datos obtenidos del alveógrafo de Chopin. Las variables evaluadas después de 3 h de fermentación a 28.5 °C fueron el volumen de CO<sub>2</sub> retenido en la masa durante la fermentación y el volumen total de CO<sub>2</sub> producido.

#### Calidad panadera

El procedimiento empleado para la elaboración del pan fue el método directo de panificación optimizado, según el método 10-10B con 180 min de fermentación, pero sin usar bromato de potasio (AACC, 1995).

#### Calibración del equipo de ultrasonido

Se empleó el equipo de ultrasonido Modelo 58:E0048 Ultrasonic Pulse Velocity (UPV) Control, con rango de

frecuencias de 24 a 150 kHz y una precisión de 0.1 μs. El equipo se calibró con un bloque de poliestireno de 25 cm insertado entre los dos transductores, para verificar las mediciones de velocidad ultrasónica. El arreglo experimental consistió de un par de transductores ultrasónicos con una frecuencia nominal de 54 kHz y un osciloscopio y almacenamiento digital de datos (Tektronix TDS 2014, 100 MHz), todo conectado en interfase con una computadora personal.

Cada punto de los datos fue el promedio de siete lecturas de diferentes granos de trigo de la misma muestra. Se obtuvo en la pantalla del osciloscopio la señal transmitida; para esto, los dos transductores se colocaron en lados opuestos del grano de trigo, uno como emisor y el otro como receptor de la señal. La energía eléctrica fue enviada al transductor emisor, el cual por sus propiedades piezoeléctricas convirtieron la energía en pulsos ultrasónicos o vibraciones de alta frecuencia. Para evaluar el tiempo de viaje (t) los siete granos fueron medidos y promediados. La velocidad ultrasónica (*i.e.*, la distancia de viaje de una onda ultrasónica por unidad de tiempo) fue determinada por el tiempo requerido para que la onda viajara la distancia conocida (d) a través del grano del trigo (grosor), de acuerdo con la ecuación ( $v = d/t$ ) (McClements, 1997).

#### Análisis estadísticos

Los modelos de regresión para ajustar los datos a las tendencias de las diferentes curvas, fueron evaluados mediante el Modelo Lineal General del SAS (SAS, 1999). Los modelos fueron considerados significativos y altamente significativos con niveles de  $P \leq 0.05$  y  $\leq 0.01$ , respectivamente. La comparación de medias se efectuó con base en un diseño completamente aleatorio, con la prueba de Tukey,  $P \leq 0.05$ .

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Las variedades de trigos suaves 'Saturno S-86', y 'Cortazar S-94', no presentaron diferencias significativas ( $P \leq 0.05$ ) en sus valores de velocidad ultrasónica, con media y error estándar de  $329 \pm 1.85$  y  $335 \pm 2.06$  ms<sup>-1</sup> respectivamente, comparado con  $346 \pm 1.29$  ms<sup>-1</sup> de velocidad ultrasónica de la variedad Salamanca S-75 que fue similar estadísticamente a la variedad de trigo panadero Rayón F-89 con  $358 \pm 1.87$  ms<sup>-1</sup>. Las variedades de trigos duros 'Altar C-84', 'Sofía C-2000' y 'Rafí C-97', cuyas velocidades ultrasónicas fueron  $382 \pm 3.41$ ,  $386 \pm 3.35$  y  $390 \pm 2.31$  ms<sup>-1</sup>, respectivamente, no presentaron diferencias significativas ( $P > 0.05$ ) entre ellas pero sí con las variedades de trigos suaves y con el trigo panadero 'Rayón F-89'. Esos valores de velocidad ultrasónica son relativamente bajos comparados con los reportados para



Cuadro 1. Parámetros de regresión para la relación entre la velocidad ultrasónica y las características físicas del grano de trigo

Parámetro	Peso hectolítrico (kg hL <sup>-1</sup> )	Cenizas (%)	Número de caída (ns)	Microsedimentación (mm)	Proteína (%)
B <sub>0</sub>	39.376	24.094	7511.615	584.099	88.285
B <sub>1</sub>	0.109	0.120	40.854	3.0359	0.5736
B <sub>2</sub>		0.00016	0.0519	0.0039	0.0008
R <sup>2</sup> para polinomio de 2. orden	0.553**	0.425**	0.649**	0.310†	0.238**
R <sup>2</sup> lineal	0.537**	0.222**	0.581**	0.055 ns	0.104*
Coeff. de Cor. (r)	0.733**	0.594**	0.542**	0.235 ns	0.323*

\*\* Significativo y altamente significativo a P = 0.05 y 0.01 respectivamente  
ns = No significativo. † Significativo a P = 0.06

alimentos (McClements, 1997), pero están arriba del rango de 114 a 250 ms<sup>-1</sup> reportado para alimentos altamente atenuadores, como el sistema masa-pan (McClements, 1997; Elmehdi *et al.*, 2004; Page *et al.*, 2004) y aguacate (*Persea americana* L.) (Mizrach y Flitsanov, 1999).

### Calidad del grano

El peso hectolítrico del trigo mostró una correlación lineal significativa ( $r = 0.733^{**}$ ;  $P \leq 0.01$ ) con la velocidad ultrasónica (Cuadro 1). Esta velocidad se incrementó al aumentar el peso hectolítrico del trigo (Figura 1). El modelo de regresión de mejor ajuste indica que el coeficiente de determinación para el ajuste lineal ( $R^2 \leq 0.537$ ;  $P < 0.01$ ) fue comparable con el de un polinomio de segundo orden ( $R^2 \leq 0.553$ ;  $P < 0.01$ ). Tendencias similares han sido reportadas en la masa de trigo en la cual la atenuación ultrasónica se incrementa linealmente con la presencia de espacios vacíos que afectan la propagación del ultrasonido (McClements, 1977; Elmehdi *et al.*, 2004). Eso explica el que las velocidades ultrasónicas en trigos suaves de bajo peso hectolítrico sean menores que en trigos duros.

Los granos con alto contenido de cenizas fueron de las variedades de trigos suaves ('Cortazar S-94', 'Salamanca S-75', y 'Saturno S-86'), y se relacionaron con baja velocidad ultrasónica, en comparación con el bajo contenido de cenizas de la variedad panadera 'Rayón F-89' o de las variedades de trigos duros o cristalinos ('Sofía C-2000', 'Altar C-84', y 'Rafi C-97'), que registraron altas velocidades (Cuadro 1). La ecuación lineal se puede emplear para predecir el contenido de cenizas por medio de la velocidad ultrasónica, como lo indica el coeficiente de correlación significativo ( $r = -0.594$ ;  $P \leq 0.01$ ), pero el moderado incremento en la velocidad ultrasónica a bajos contenidos de ceniza no se ajusta bien.

En general, el ajuste que explica la mayor parte de la variación en los parámetros de calidad del grano (contenido de cenizas, número de caída, microsedimentación y contenido de proteína) en relación con la velocidad ultrasónica, fue una ecuación polinomial de segundo orden ( $Y = \beta_0 + \beta_1 \times \text{Velocidad} + \beta_2 \times \text{Velocidad}^2$ ). Es decir, se puede utilizar ya sea la ecuación de segundo orden o la

ecuación lineal para ajustar los datos del Cuadro 1, puesto que el valor de la pendiente para  $\beta_2$  es muy pequeño para la mayoría de los parámetros de calidad del grano. Este término puede ser cercano a cero y entonces la ecuación de segundo orden se transforma en una línea recta.

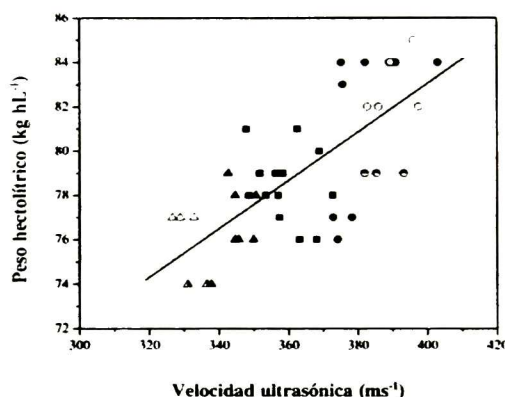


Figura 1. Peso hectolítrico vs. velocidad ultrasónica en variedades de trigo

▲ = 'Salamanca S-75', △ = 'Saturno S-86', ▲ Cortazar S-94',  
■ = 'Rayón F-89', ● = 'Altar C-84', ○ = 'Rafi C-97';  
⊙ = 'Sofía C-2000'.

### Calidad molinera

La velocidad ultrasónica se incrementó linealmente conforme el rendimiento de harina se incrementó (Figura 2). El rendimiento de harina está positivamente correlacionado con el peso hectolítrico ( $r = 0.65$ ;  $P < 0.01$ ) y negativamente con el contenido de cenizas en el grano ( $r = 0.79$ ;  $P < 0.01$ ). Muestras de granos con altos pesos hectolítricos (78 a 81 kg hL<sup>-1</sup>) tuvieron bajo contenido de cenizas (1.4 a 1.6 %) y alta velocidad ultrasónica, mientras que las muestras de bajos pesos hectolítricos (74 a 78 kg hL<sup>-1</sup>) tuvieron alto contenido de cenizas (1.6 a 2.0 %) y alta atenuación ultrasónica. Esto puede ser debido a que las capas de salvado retrasan el viaje del ultrasonido a través

del grano de trigo. Se ha reportado que el aire en los espacios intercelulares de tejidos en plantas producen una conducta resonante que afecta al ultrasonido (Coupland, 2004).

Las características de calidad en la molienda y de harina, como la proteína, el número de caída, la sedimentación y la temperatura de pastificado, presentaron relaciones lineales con la velocidad ultrasónica (Cuadro 2). Esa tendencia permite predecir tanto la cantidad de la proteína como su calidad representada por la sedimentación, y otras características como número de caída y la temperatura de pastificación de la harina, que reflejan la manera en que el ultrasonido viaja en la muestra.

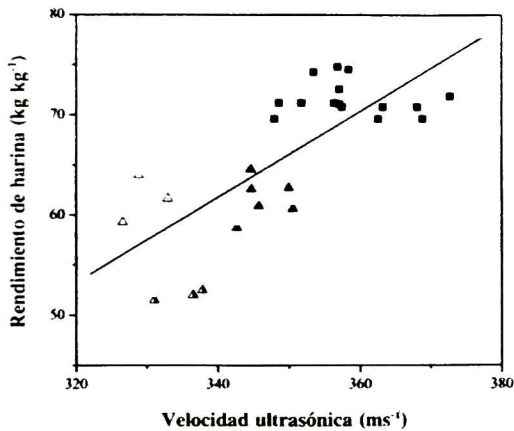


Figura 2. Rendimiento de harina vs. velocidad ultrasónica en variedades de trigo.

- ▲ = 'Salamanca S-75'; △ = 'Saturno S-86'; ▲ Cortazar S-94';
- = 'Rayón F-89'; ● = 'Altar C-84'; ○ = 'Rafi C-97';
- ⊙ = 'Sofía C-2000'.

### Calidad reológica

La mayoría de los valores de datos reológicos vs. la velocidad ultrasónica, se ajustaron bien con la ecuación de la recta (Cuadro 3, Figura 3). Por ejemplo, los trigos suaves presentaron bajos valores de W y tiempos pequeños de llegada para formar el gluten, en comparación con el trigo panadero que tuvo valores altos de W y requirió más tiempo para desarrollar la masa. La relación de la velocidad ultrasónica con los valores reológicos puede emplearse para determinar los tipos de trigo apropiados para diferentes usos.

### Calidad de panificación

Los resultados muestran que la velocidad ultrasónica en diferentes tipos de trigos puede ser utilizada para predecir el volumen del pan del trigo (Cuadro 4). Por ejemplo, las variedades de trigos suaves ('Cortazar S-94', 'Salamanca S-75' y 'Saturno S-86') tuvieron una baja velocidad ultrasónica (de 329 a 346 ms<sup>-1</sup>) y bajo volumen de pan, cuando se comparan con la variedad 'Rayón F-89' que es un trigo panadero con alta velocidad ultrasónica (358 ms<sup>-1</sup>) y, en general, buen volumen de pan (Figura 4). La misma tendencia se encontró en el rendimiento de harina. Por tanto, el comportamiento de la velocidad ultrasónica es capaz de reflejar cambios en contenido de cenizas y dureza del trigo, como lo indica también el peso hectolítrico.

Resultados similares se han encontrado en otros alimentos, como el queso (Benedito *et al.*, 2000), aguacate (Mizrach y Flitsanov, 1999) y productos cárnicos (Llull *et al.*, 2002), en los que la velocidad ultrasónica disminuye con la pérdida de textura. Por otra parte, variables como absorción de agua y el volumen total de CO<sub>2</sub> y el volumen de CO<sub>2</sub> retenido en la masa obtenida mediante mediciones estáticas con el reofermentómetro, también se ajustaron adecuadamente a la relación lineal (Cuadro 4). Datos similares se observaron para el caso de las pruebas dinámicas de reología con el alveógrafo de Chopin y el farinógrafo (Cuadro 3). Estas correlaciones lineales eran de esperarse puesto que la reología es directamente dependiente del módulo elástico. McClements (1997) indicó que a mayor resistencia de un material a la deformación, más rápido será la propagación de la onda ultrasónica. Los datos de los Cuadros 3 y 4 están en concordancia con esos principios básicos indicados por McClements (1997); la velocidad ultrasónica es más baja en el trigo suave el cual desarrolla un gluten menos elástico y retiene menos CO<sub>2</sub> y, por tanto, produce también bajo volumen de pan, en comparación con el trigo panadero.

### CONCLUSIONES

En la mayoría de los casos, la velocidad ultrasónica se relacionó linealmente con los valores de calidad molinera, harinera reológica y panadera de los trigos. Los parámetros físicos que siguieron una ecuación polinomial de segundo orden, también pueden utilizar la parte lineal de la ecuación con buen ajuste a los datos, puesto que para la mayoría de estos parámetros, el valor de la pendiente de la curva β<sub>2</sub> es muy cercano a cero, de modo que la ecuación de segundo grado se aproxima a una línea recta.

Cuadro 2. *Parámetros de regresión para la relación entre velocidad ultrasónica y características de molienda y calidad de la harina de trigo*

Parámetro	RH (%)	Proteína (%)	Color B	NC (s)	Sedimentación (mm)	TP (°C)
r	0.83858	0.2269	0.10683	0.122001	0.53636	0.42145
R para polinomio de 2 orden	0.4284	0.0283	0.0497	0.4727	0.239	0.0478
R lineal	0.874**	0.308*	0.404**	0.512**	0.499**	0.196 ns
Coeff. de Cor. (r)	0.561**	0.269**	0.407**	0.512**	0.560**	0.177**
Coeff. de Cor. (r)	0.749**	0.519**	0.638**	0.657**	0.707**	0.421*

ns = No significativo. RH = Rendimiento de harina; Color escala B; NC = Numero de caída. TP = Temperatura de pastificación.

Cuadro 3. *Parámetros de regresión para la relación entre la velocidad ultrasónica y la calidad reologica de la masa de trigo*

Parámetro	W (10 <sup>3</sup> erg sg <sup>-1</sup> )	PI	TI (min)	TD (min)	TP (min)	Fstabilidad (UB)	MTI (UB)
r	-0.239206	0.24312	0.10266	0.34636	-0.93647	-0.82776	0.688516
R para polinomio de 2 orden	0.655**	0.402**	0.300**	0.523**	0.661**	0.597**	0.576**
R lineal	0.620**	0.392**	0.242**	0.484**	0.658**	0.0597**	0.530**
Coeff. de Cor. (r)	0.787**	0.626**	0.492**	0.695**	0.811**	0.773**	-0.728**

\*\* = Altamente significativo a P < 0.01. TL = Tiempo de llegada; TD = Tiempo de desarrollo; TP = Tiempo de partida; MTI = Índice de tolerancia al mezclado (Unidades Brabender).

Cuadro 4. *Parámetros de regresión para la relación entre velocidad ultrasónica y calidad panadera en trigo.*

Parámetro	VP (cm <sup>3</sup> )	AA (%)	VTCO (cm <sup>3</sup> )	VCO:R (cm <sup>3</sup> )
r	-0.374584	0.251069	-0.18862	-0.182573
R para polinomio de 2 orden	0.3959	0.00028	0.9866	0.96437
R lineal	0.208 ns	0.654**	0.589**	0.584**
Coeff. de Cor. (r)	0.194*	0.652**	0.5899**	0.584**
Coeff. de Cor. (r)	0.440*	0.808**	0.767**	0.765**

\*, \*\* = Significativo y altamente significativo a P < 0.05 y 0.01, respectivamente.

VP = Volumen de pan; AA = Absorción de agua; VTCO = Volumen total de CO<sub>2</sub>; VCO:R = Volumen de CO<sub>2</sub> retenido

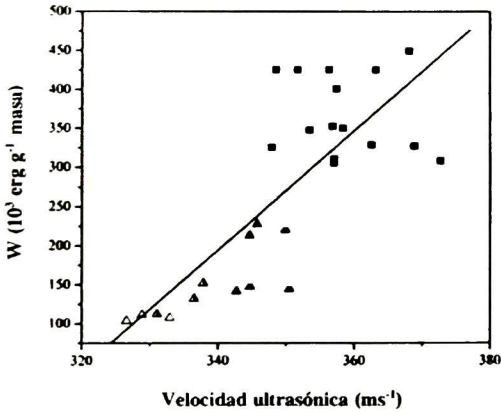


Figura 3. Valor W del alveograma vs. velocidad ultrasónica en variedades de trigo.

▲ = 'Salamanca S-75'; △ = 'Saturno S-86'; ▲ Cortazar S-94';  
 ■ = 'Rayón F-89'; ● = 'Altar C-84'; ○ = 'Rafí C-97';  
 ⊙ = 'Sofía C-2000'.

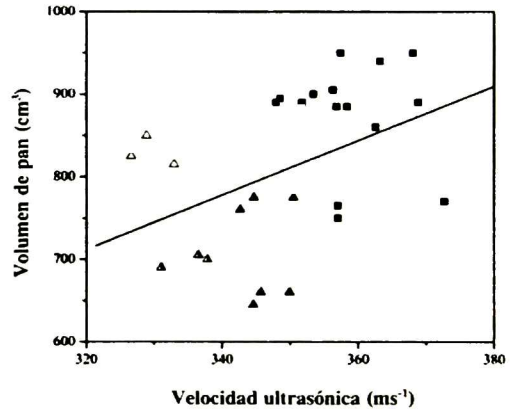


Figura 4. Volumen de pan vs. velocidad ultrasónica en variedades de trigo.

▲ = 'Salamanca S-75'; △ = 'Saturno S-86'; ▲ Cortazar S-94';  
 ■ = 'Rayón F-89'; ● = 'Altar C-84'; ○ = 'Rafí C-97';  
 ⊙ = 'Sofía C-2000'.

Al comparar el trigo suave con el trigo panadero, este último mostró una mayor velocidad ultrasónica relacionada con mayor calidad molinera, harinera, reológica y panadera. Importantes parámetros de molinera, reológica y de panificación, tales como rendimiento de harina, sedimentación, datos del alveógrafo y farinógrafo, así como volumen de pan, fueron predichos con la velocidad ultrasónica de pocos granos individuales. Este estudio prueba que el ultrasonido puede ser una herramienta prometedora para las mediciones no destructivas y rápidas de la calidad del trigo en granos individuales.

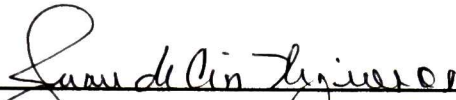
### AGRADECIMIENTOS

Se agradece el apoyo del CONCYTEQ y CONACYT para los proyectos "Uso de ultrasonidos en la caracterización de alimentos" y G35201-B "Estudio Integral de la Calidad de los Trigos Mexicanos y su Uso Potencial", respectivamente. Este trabajo es parte de la tesis doctoral del M.C. Guillermo Arlando López Huape. También se agradece a M.C. Jesús Borboa Flores, Guadalupe A. López Ahumada, Refugio Ortega Ramírez, Concepción L. Medina Rodríguez, Ma. Guadalupe Salazar García y Rafael Morales Castro, por el apoyo en los análisis de calidad del trigo.

### BIBLIOGRAFÍA

- AACC (1995) Approved Methods of Analysis Ninth Ed. Am. Assoc. Cereal Chem. St. Paul, MN, USA.
- Baker S., T. J. Herrman, T. Loughin (1999) Segregating hard red winter wheat into dough factor groups using single kernel measurements and whole grain protein analysis. *Cereal Chem.* 76:884-889.
- Benedito J., J. Carcel, G. Clemente, A. Mulet (2000) Cheese maturity assessment using ultrasonics. *J. Dairy Sci.* 83:248-254.
- Coupland J. N. (2004) Low intensity ultrasound. *Food Res. Int.* 37:537-543.
- Dobraszczyk B. J., J. D. Schofield (2002) Rapid assessment and prediction of wheat and gluten baking quality with the 2-g -Direct drive mixograph using multivariate statistical analysis. *Cereal Chem.* 79:607-612.
- Elmehdi H. M., J. H. Page, M. G. Scanlon (2004) Ultrasonic investigation of the effect of mixing under reduced pressure on the mechanical properties of bread dough. *Cereal Chem.* 81:504-510.
- Khan K., G. Tamminga, O. Lukow (1989) The effect of wheat flour proteins on mixing and baking correlations with protein fractions and high molecular weight glutenin subunit composition by gel electrophoresis. *Cereal Chem.* 66:391-396.
- Lee H. O., H. Luan, D. G. Daut (1992) Use of an ultrasonic technique to evaluate the rheological properties of cheese and dough. *J. Food Eng.* 16:127-150.
- Lull P., S. Simal, J. Benedito, C. Rosselló (2002) Evaluation of textural properties of meat based product (sobrassada) using ultrasonic techniques. *J. Food Eng.* 53:279-285.
- McClements D. J. (1997) Ultrasonic characterization of foods and drinks: principles, methods and applications. *Crit. Rev. Food Sci. Nutri.* 37:1-46.
- Mizrach A., V. Flitsanov (1999) Nondestructive ultrasonic determination of avocado softening process. *J. Food Eng.* 40:139-144.
- Nielsen J. P., D. K. Pedersen, L. Munck (2003) Development of nondestructive screening methods for single kernel characteristics of wheat. *Cereal Chem.* 80:274-28.
- Page J. H., H. M. Elmehdi, M. G. Scanlon (2004) Ultrasonic evaluation of the strength of flour doughs. Canadian Intellectual Property Office. Patent CA 2 496 396.
- Pomeranz Y., P. C. Williams (1990) Wheat hardness: Its genetic, structural and biochemical background, measurement, and significance. Chapter 8. *In: Advance in Cereal Science and Technology*, Vol. X. Am. Assoc. Cereal Chem. St. Paul, MN pp:471-544.
- Pasikatan M. C., F. E. Dowell (2004) High-speed NIR segregation of high- and low-protein single wheat seeds. *Cereal Chem.* 81:145-150.
- Pujol R., C. Létag, I. Lempereur, M. Chaurand, F. Mabile, J. Abecassis (2000) Description of a micromill with instrumentation for measuring grinding characteristics of wheat grain. *Cereal Chem.* 77:421-427.
- Povey M. J. W. (1989) Ultrasonic in food engineering. Part II. Applications. *J. Food Eng.* 9:1-20.
- SAS (1999) SAS User's Guide Version 8, SAS Institute Inc. Cary, NC.
- Saggini R., J. N. Coupland (2002) Ultrasonic monitoring of powder dissolution. *J. Food Sci.* 67:1473-1477.
- Sapirstein H. D., J. Suchy (1999) SDS-protein gel test for prediction of bread loaf volume. *Cereal Chem.* 76:164-172.
- Sissons M. J., B. G. Osborne, R. A. Have, S. A. Sissons, R. Jackson (2000) Application of the single-kernel characterization system to durum wheat testing and quality prediction. *Cereal Chem.* 77:4-10.
- Symons S. J., L. Van Schepdael, J. E. Dexter (2003) Measurement of hard vitreous kernel in durum wheat by machine vision. *Cereal Chem.* 80:511-517.

EL JURADO DESIGNADO POR LA UNIDAD QUERÉTARO DEL CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS DEL INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL, APROBÓ LA TESIS DOCTORAL DEL MC. GUILLERMO ARLANDO LOPEZ HUAPE TITULADA: ESTUDIO Y DESARROLLO DE UN MÉTODO DE ULTRASONIDO PARA LA CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES BIO-ORGANICOS, FIRMAN AL CALCE DE COMÚN ACUERDO LOS INTEGRANTES DE DICHO JURADO, EN LA CIUDAD DE QUERÉTARO, QRO., A LOS 5 DE NOVIEMBRE DE 2007.



---

DR. JUAN DE DIOS FIGUEROA CÁRDENAS



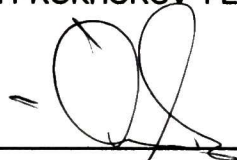
---

DR. GABRIEL LUNA BÁRCENAS



---

DR. YEVGEN PROKHOROV FEDEROVITCH



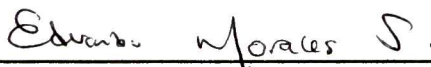
---

DR. ISRAEL GARCÍA RUIZ



---

DR. HÉCTOR EDUARDO MARTÍNEZ FLORES



---

DR. EDUARDO MORALES SÁNCHEZ



CINVESTAV  
BIBLIOTECA CENTRAL



SSIT000006245