

40



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

DISEÑO DE UNA PRACTICA DE LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS FARMACEUTICAS: MOLIENDA

T E S I S

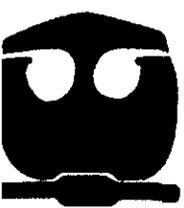
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

QUIMICA FARMACEUTICA BIOLOGA

P R E S E N T A :

BELEM DE LOS ANGELES FLORES CARDENAS

289009



CIUDAD UNIVERSITARIA

EXAMENES PROFESIONALES FACULTAD DE QUIMICA

2001



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

JURADO ASIGNADO :

PRESIDENTE	PROFR. JOAQUIN PEREZ RUELAS
VOCAL	PROFRA. LUCILA CECILIA MENDEZ CHAVEZ
SECRETARIO	PROFR. GENOVEVO SILVA PICHARDO
1ER. SUPLENTE	PROFR. HECTOR GERARDO MENDEZ FREGOSO
2DO. SUPLENTE	PROFRA. MA. DEL SOCORRO ALPIZAR RAMOS

SITIO EN DONDE SE DESARROLLA EL TEMA :

- BIBLIOTECA DE LA DIVISION DE ESTUDIOS PROFESIONALES DE LA FACULTAD DE QUIMICA, U.N.A.M. CIUDAD UNIVERSITARIA.
- LABORATORIO DE TECNOLOGIA FARMACEUTICA DE LA FACULTAD DE QUIMICA, U.N.A.M. CIUDAD UNIVERSITARIA.

ASESOR DEL TEMA

I. Q. JOAQUIN PEREZ RUELAS

SUPERVISOR TECNICO

Q.F.B. MA. DEL SOCORRO ALPIZAR RAMOS

SUSTENTANTE

BELEM DE LOS ANGELES FLORES CARDENAS

Dedicatoria

A mis Padres
Jere y Enrique†

y

A mis Hermanos

AGRADECIMIENTOS

Al I.Q. Joaquín Pérez Ruelas por su dirección, apoyo y revisión de esta tesis.

A la Q.F.B. Ma. Del Socorro Alpizar Ramos por su colaboración, ayuda y desinteresado apoyo para la elaboración de esta tesis.

INDICE

CAPITULO I INTRODUCCION. OBJETIVOS	4
1.1 PROCESO DE MOLIENDA Y LA INDUSTRIA FARMACEUTICA. APLICACION.	
1.2 MOLIENDA DE SOLIDOS, SEMISOLIDOS Y SUSPENSIONES.	
CAPITULO II GENERALIDADES DE MOLIENDA DE SOLIDOS	11
2.1 DESCRIPCION DE EQUIPOS UTILIZADOS EN LA INDUSTRIA FARMACEUTICA.	
2.2 TAMAÑO DE PARTICULA.	
2.3 DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO DE PARTICULA	
2.4 TAMICES. EQUIVALENCIAS ENTRE DIAMETRO DE MALLA EN mm O PULGADAS O MICRAS.	
CAPITULO III DESCRIPCION DE LOS EQUIPOS UTILIZADOS EN ESTA PRACTICA.	27
3.1 MOLINO OSCILADOR.	
3.2 MOLINO DE BOLAS.	
3.3 MOLINO DE RODILLOS.	
CAPITULO IV SELECCION DEL MATERIAL DE PRUEBA PARA CADA MOLINO.	31
4.1 MOLINO OSCILADOR. PRODUCTO EN PROCESO.	
4.2 MOLINO DE BOLAS. MATERIAS PRIMAS.	
4.3 MOLINO DE RODILLOS. PRODUCTO TERMINADO. PRECOMPRESION.	
4.4 DETERMINACION DE LOS PARAMETROS PARA LA MOLIENDA, TAMAÑO DE PARTICULA INICIAL, MASA, DIAMETRO FINAL.	
CAPITULO V DISEÑO EXPERIMENTAL PARA CADA MOLINO.....	39
CAPITULO VI RESULTADOS.....	45
CAPITULO VII ANALISIS DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES.....	61
CAPITULO VIII BIBLIOGRAFIA.....	66

CAPITULO I

INTRODUCCION

Desde tiempos antiguos, el hombre, para sobrevivir, empezó a auxiliarse de técnicas muy rudimentarias para mejorar su nivel de vida. Estas fueron desarrollándose cada vez más.

Dichas técnicas eran mezclar, secar, moler y evaporar entre otras; con el tiempo estas actividades se convirtieron en parte fundamental de la vida diaria, llegando a denominarse hoy en día como operaciones unitarias.

La molienda se utilizó ancestralmente para hacer pan, café, harinas, a partir de granos. La molienda se convirtió en una herramienta básica para la alimentación, después su uso se extendió para la elaboración de productos cosméticos, para la elaboración de medicinas, para la extracción de metales, etc.

La reducción del tamaño de una partícula o molienda no es nada nuevo en la Industria Farmacéutica, como una evidencia, es el uso de morteros de metal, madera y cerámica en las eras antiguas para la preparación de mezclas, pastillas y extractos animales y vegetales.

OBJETIVOS

- Desarrollar una propuesta de práctica para el Laboratorio de Operaciones Unitarias Farmacéuticas a realizarse en la Planta Piloto de Tecnología Farmacéutica para la carrera de Químico Farmacéutico Biólogo (FARMACIA).
- Mostrar al alumno el uso de la molienda en la Industria Farmacéutica.

- Operar tres clases diferentes de molinos en la Planta Piloto de Tecnología Farmacéutica. El molino oscilador para producto en proceso a diferentes cantidades de alimentación y comparándolo con la molienda manual; el molino de bolas para materias primas a diferentes tiempos de molienda y el molino de rodillos para producto terminado o en proceso a diferentes remoliendas. Todos estos experimentos con un análisis de tamaño de partícula utilizando la tamización.

1.1 PROCESO DE MOLIENDA Y LA INDUSTRIA FARMACEUTICA, APLICACION.

En la Industria Farmacéutica se utilizan un sin fin de procesos para llegar a tener un producto terminado que satisfaga las necesidades del cliente plenamente.

Es así, como estos procesos contemplan el empleo de varias operaciones unitarias, las cuales van unidas desde la entrada de la materia prima hasta la salida del producto terminado. Algunos ejemplos bien conocidos son evaporación, mezclado, molienda, compresión, destilación, secado y filtración entre otros.

La molienda se emplea para subdividir grandes masas en unidades o partículas más pequeñas y se define como la *operación unitaria en donde se reduce el tamaño de una partícula de unas características iniciales (tamaño, forma, densidad) a unas nuevas características. El resultado primordial de la molienda es un incremento del área superficial.*

El área superficial por unidad de peso, conocida como la superficie específica, aumenta con la reducción de tamaño. El incremento en la superficie específica afecta la eficiencia terapéutica de las drogas al aumentar la solubilidad en los fluidos corporales incrementando así el área de contacto. Así a un peso dado de una droga muy fina y

poderosa, se disuelve en un tiempo más corto que si fuera más gruesa. Por ejemplo, el control del área superficial de la finura de la griseofulvina ha mejorado el régimen dosificado oral hasta la mitad de lo que originalmente se requería, otro ejemplo es la duración de una inyección intramuscular de penicilina con procaína puede ser controlada por el tamaño de las partículas suspendidas.

El incremento del área superficial ayuda al secado de masas húmedas al reducir la distancia entre el solvente y la superficie exterior. En la manufactura de tabletas, la granulación de la masa húmeda resulta más rápida y uniforme secándola. La granulación vía seca de tabletas es molida a un tamaño de partícula y distribución que podrá fluir libremente y producir tabletas de un solo peso uniforme.

Si los ingredientes sólidos de un producto farmacéutico son aproximadamente del mismo tamaño, la mezcla será más uniforme y eficiente. Esto da una gran uniformidad en la dosificación. Los productos farmacéuticos sólidos que son coloreados artificialmente son frecuentemente molidos para distribuir el agente colorante y así, asegurar que la mezcla no está moteada y es uniforme de lote a lote. Por tanto, el tamaño de partícula de un pigmento afecta su color.

El uso de lubricantes para la compresión de las tabletas y en la formación de cápsulas es importante; porque permite recubrir la superficie de la granulación a un tamaño de partícula fino si el lubricante es funcional.

La molienda de mezclas oleosas, cremas y pastas da una textura agradable y una mejor apariencia además de mejorar improvisar la estabilidad física.

*** Ventajas a considerar de la molienda en la Industria Farmacéutica :**

- a) Incrementa el área de superficie, lo cual favorece la velocidad de disolución de los fármacos y por lo tanto su biodisponibilidad. Esta aplica para compuestos de baja solubilidad.
- b) Proporciona la uniformidad de contenido en virtud de que se incrementa el número de partículas por unidad de peso.
- c) Favorece el flujo de materias primas que originalmente están en forma cristalina (agujas) e irregulares (que tienden a formar una estructura que no favorece su flujo y compresibilidad), al cambiar sus características finales.
- d) Da homogeneidad del color y/o ingrediente activo en los excipientes de las tabletas.
- e) Proporciona uniformidad de tamaño en granulaciones húmedas para promover un secado uniforme.
- f) Controla el tamaño de partícula en una distribución de una granulación húmeda o mezcla para obtener un mejor flujo de las mezclas en una tableteadora.
- g) Controla la distribución de tamaño de partícula de una granulación húmeda o mezcla húmeda para minimizar la segregación de ingredientes activos y/o finos mientras se está comprimiendo.
- h) Mejora el mezclado y la uniformidad de dosis, la repartición de los coadyuvantes en los granulados y polvos a comprimir, así como el secado de las masas húmedas destinadas a la fabricación de comprimidos se ve facilitada por la división del granulado.
- i) Modifica determinadas propiedades que dependen del tamaño de partícula.

j) Facilita el posterior mezclado, ya sea de polvos (formulaciones para comprimir), o polvos y líquidos (suspensiones, emulsiones, semisólidos, supositorios, etc.).

k) El tiempo requerido para una extracción o lixiviación disminuye si se aumenta el área de contacto.

*** Desventajas a considerar de la molienda en la Industria Farmacéutica :**

a) Posible cambio polimorfo del ingrediente activo haciéndolo activo o inestable.

b) Posible degradación o desnaturalización total o parcial de la droga (principio activo) por el calentamiento por oxidación o adsorción de humedad durante el mezclado.

c) Disminución de la densidad y segregación de la mezcla, frecuentemente una granulación húmeda o seca es utilizada en lugar de la compresión directa, puesto que la densidad es diferente entre los componentes de la fórmula, los cuales pueden causar problemas de flujo y segregación en la mezcla.

d) Creación de cargas estáticas, ocasionando la aglomeración de las partículas más pequeñas.

e) Producción de sabores desagradables a formas farmacéuticas masticables, y jarabes.

f) El incremento en el área de superficie puede promover la adsorción del aire y así la humedad de la droga; convirtiéndose en un factor que afecta el intervalo de disolución.

1.2 MOLIENDA DE SÓLIDOS, SEMISÓLIDOS Y SUSPENSIONES

Muchas preparaciones farmacéuticas son dispersiones de sólidos o líquidos en vehículos sólidos o semisólidos y su utilidad depende, a menudo, de sus propiedades de flujo las que están basadas en su tamaño de partícula; es por esto, que es importante llegar a tener un tamaño de partícula adecuado.

En el caso de la molienda de sólidos, su importancia radica en obtener un tamaño de partícula adecuado para las preparaciones farmacéuticas como la elaboración de tabletas, grageas, trociscos. Se ha observado una marcada tendencia que a menor tamaño, mayor adsorción.

La molienda se aplica a la producción de tabletas en tres categorías básicas :

- a) Reducción en tamaño o sobretamaño y aglomeración de materiales.
- b) Reducción en tamaño de materiales granulados húmedos o secos, usualmente de composición de ingredientes múltiples.
- c) Reducción de tamaño de tabletas que son manufacturadas para precompresión o regranulación húmeda.

En el caso de semisólidos (supositorios, óvulos, pomadas) y suspensiones (preparaciones que necesitan ser agitadas), su importancia radica en producir una suspensión o emulsión lisa, uniforme, que fluya fácilmente y la dispersión de partículas puede efectuarse con un gasto mínimo de energía. Al preparar las suspensiones, la fuerza de atracción entre las partículas de polvo se convierte en un problema; estas fuerzas pueden vencerse con la acción de corte de aparatos como el molino homogeneizador para coloides (ULTRATURRAX) o mediante el uso de agentes tensoactivos.

En la emulsificación existe una situación similar; con frecuencia se necesitan velocidades altas de corte para dispersar la fase interna en gotitas finas. Sin embargo, las fuerzas de corte encuentran fuerzas que se oponen a la distorsión lo que trae como consecuencia de ruptura de las gotitas.

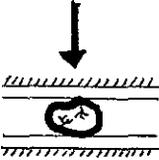
En la formulación y fabricación de formas de dosificación como polvos, cápsulas, tabletas, suspensiones, emulsiones, aerosoles, etc; es esencial el conocimiento del tamaño de partícula y el grado de disgregación del uso de drogas en el paciente ya que el médico no conoce todos estos parámetros.

CAPITULO II

GENERALIDADES DE MOLIENDA DE SOLIDOS

Dependiendo de la aplicación de la fuerza podemos subdividir los tipos de reducción de tamaño según se requiera :

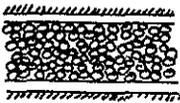
COMPRESION



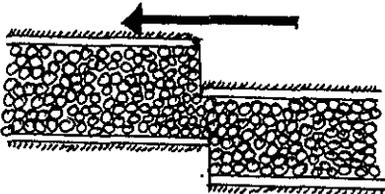
CIZALLAMIENTO



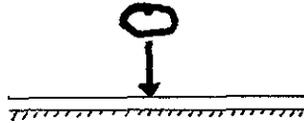
FRICCION



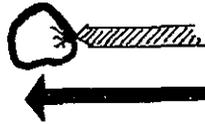
FRICCION Y CIZALLAMIENTO



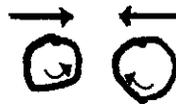
IMPACTO POR PROYECCION



IMPACTO POR CUERPOS RIGIDOS



IMPACTO ENTRE PARTICULAS



EXPLOSION



Ref. Loncin, Marcel and Merson, Richard L. Food Engineering, Principles and Selected Applications, Academic Press Inc., Usa, 1982, p.p. 250

2.1 DESCRIPCION DE EQUIPOS UTILIZADOS EN LA INDUSTRIA FARMACEUTICA

La única clasificación en la que pueden establecerse limitaciones definidas de los grupos de molinos es la siguiente :

a)Trituradores bastos : Aquellos tipos de maquinaria que pueden tomar como alimentación, masas tan grandes como se desee. Ejemplos :

- Trituradores de mandíbulas.
- Quebrantadores (tipo Blake o Dodge).

b)Trituradores intermedios : Aquellas máquinas que ordinariamente no pueden tomar masas grandes como alimentación y no producen un producto que pase por el tamiz de 200 mallas. Ejemplos :

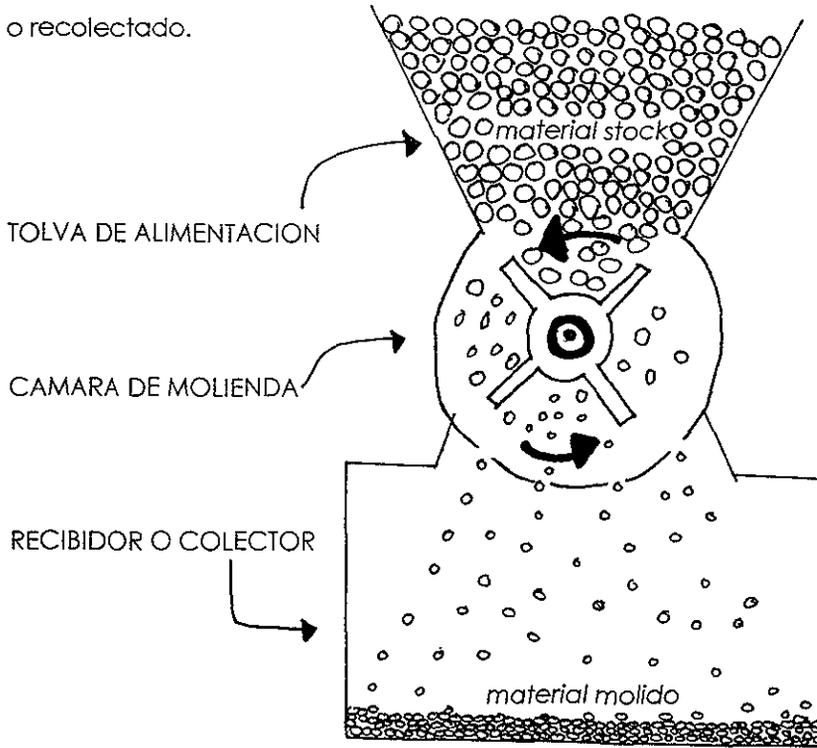
- Molino de rodillos.
- Molino de discos.
- Molino de muelas verticales.
- Molinos desintegradores.
- Molinos de martillos.

c)Molinos finos : Se definen como aquellas máquinas que pueden dar un producto que pase por el tamiz de 200 mallas. Ejemplos :

- Molinos centrífugos.
- Molinos de piedras.
- Molinos de rodillos.
- Molinos de bolas y de tubo.
- Molinos ultrafinos.
- Molinos micronizadores.

Los equipos de molinos o pulverizadores tienen tres componentes básicos:

- a) Una estructura alimentadora de material al molino (tolva).
- b) La cámara de molienda y sus partes principales.
- c) Un recibidor o colector en el cual el producto ya molido es depositado o recolectado.



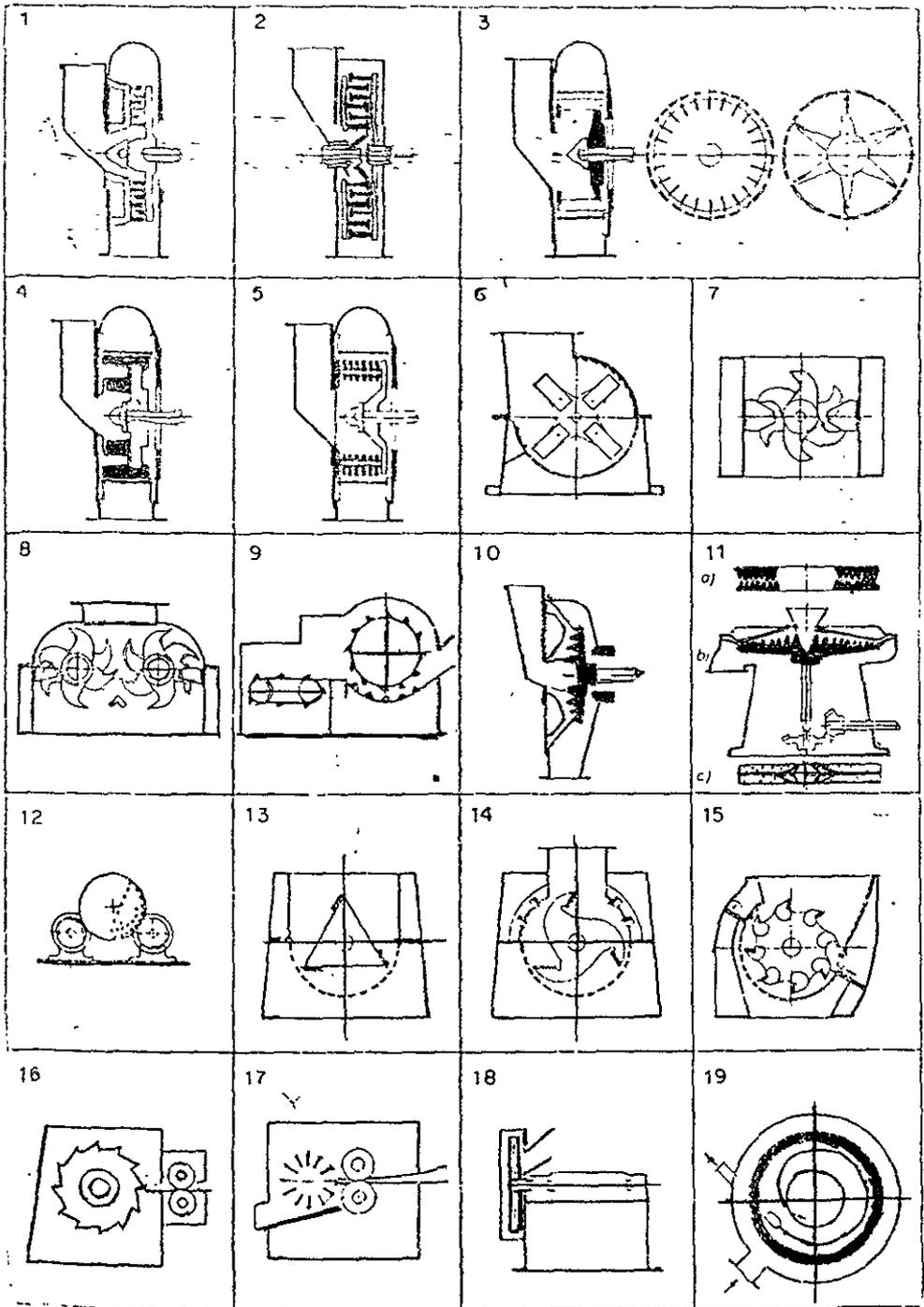
Ref. Pharmaceutical Dosage Forms Vol. II ,Tablets, Chapter 3, S.R., USA, 1981, p.p. 82.

Para poder elegir el molino, quebrantador, pulverizador, etc; se necesita conocer las características iniciales del material y requerimientos finales del producto, la capacidad del molino y sus requerimientos de velocidad de producción, el tipo de la operación (seca o húmeda, sola o continua), los controles del polvo, sanitización, equipo auxiliar, dureza del producto, si es orgánico o inorgánico.

Diagramas esquemáticos de varias máquinas comerciales de reducción de tamaño (ver con la siguiente página).

- 1.- Molino asegurado.
- 2.- Desintegrador.
- 3.- Molino de viento y de ala golpeador.
- 4.- Molino de disco golpeador.
- 5.- Molino de caja de martillos.
- 6.- Molino de martillos.
- 7.- Triturador de rotor simple.
- 8.- Triturador de doble rotor.
- 9.- Desintegrador y empacador.
- 10.- Molino vertical bidentado.
- 11.- Molino horizontal con tres tipos de disco intercambiable:
 - a) disco bidentado.
 - b) disco dentado simple.
 - c) disco triturador.
- 12.- Molino de bolas.
- 13.- Granulador cortador con rotor triangular.
- 14.- Granulador cortador con rotor dentado.
- 15.- Granulador cortador con entrada excéntrica.
- 16.- Granulador trenzado.
- 17.- Granulador de listón.
- 18.- Molino de cuchillas rotador.
- 19.- Molino de chorro de aire (micronizador).

Ref. Loncin, Marcel and Merson, Richard L. Food Engineering, Principles and Selected Applications, Academic Press Inc., Usa, 1982, p.p. 251.



CARACTERISTICAS DEL EQUIPO DE MOLIENDA MAS UTILIZADO EN LA PRODUCCION DE TABLETAS Y EL PROCESO DE MATERIA PRIMA EN POLVO.

MOLINO, ACCION, SISTEMA	USO	TIPO Y TAMAÑO DE ALIMENTACION	RESULTADOS ESPERADOS	MATERIAL NO USADO
1 Molino de energía fluida por frotación e impacto. (gases comprimidos de 80-150 psig)	Molienda ultrafina	20-200 mallas, materiales moderadamente duros.	30-50 μm o menos con un intervalo reducido de tamaño.	Blando, viscoso o fibroso.
2 Molino de bolas o molino de rodillos por frotación e impacto. (m. húmeda y seca)	Molienda fina en sistema cerrado.	4-100 mallas, materiales moderadamente duros y abrasivos.	10-5 μm o menos en molienda húmeda, 200-10 μm o menos en molienda seca	Blando, viscoso o fibroso
3 Molino de martillos, por impacto y algo de frotación.				
a) Alta velocidad (vel. periférica de 20 000 ft/min).				
I) Tamiz chico	Molienda fina dependiendo del tamaño de la malla.	2-20 mallas, materiales no abrasivos a moderadamente abrasivos, quebradizos y secos.	100-325 mallas dependiendo del material, distribución reducida de tamaño.	Material fibroso, pegajoso o de punto de fusión bajo.
II) Tamiz grande y sin tamiz	Molienda moderada.	2-20 mallas, materiales no abrasivos, suaves y secos.	40-100 mallas, dependiendo del material, distribución amplia de tamaño.	Material pegajoso, fibroso, con bajo punto de fusión, material duro y abrasivo.
b) Baja velocidad (vel. periférica de 1500-300 ft/min)				
I) Tamiz chico	Dispersión de polvos secos mezclados y algo de reducción de tamaño de gránulos suaves.	Polvos mezclados toscamente menos que el del tamaño del tamiz utilizado: 10-40 mallas.	Dispersión de polvos, 80-100 mallas, granulados.	Material fibroso y pegajoso y materiales abrasivos y duros.
II) Tamiz grande y sin tamiz	Dispersión gruesa de polvos mezclados y reducción de tamaño de granulaciones húmedas.	Polvos mezclados toscamente, 100 mallas y granulaciones húmedas.	Dispersión de polvos, 10-40 mallas, gránulos húmedos.	Material fibroso y pegajoso y materiales abrasivos y duros

MOLINO, ACCION, SISTEMA	USO	TIPO Y TAMAÑO DE ALIMENTACION	RESULTADOS ESPERADOS	MATERIAL NO USADO
4 Molinos cortadores. a) Alta velocidad (vel. periférica de 20 000 ft/min). I) Tamiz chico	Usualmente no se usan estas condiciones de molienda.			
II) Tamiz grande y sin tamiz.	Dispersión gruesa de polvos y reducción de tamaño de granulaciones húmedas.	Polvos secos, materiales fibrosos, granulación húmeda para comprimir tabletas.	Dispersión de polvos secos, materiales fibrosos y suaves y reducción de tamaño de granulados húmedos.	Materiales duros y abrasivos.
a) Baja velocidad (vel. periférica de 1 500-300 ft/min). I) Tamiz chico	Usualmente no se usan estas condiciones de molienda.			
II) Tamiz grande y sin tamiz.	Reducción de tamaño de granulaciones grandes, secas y húmedas.	Regranulaciones húmedas y secas de tabletas, granulaciones pesadas y húmedas.	4-80 mallas	Materiales duros y abrasivos
5 Granulador oscilatorio por tjerazo y abrasión. a) Tamiz chico (200 mallas)	Reducción de tamaño de granulaciones secas, retableteados.	Retableteados y granulaciones secas.	20-60 mallas	Granulaciones húmedas.
b) Tamiz grande (4 mallas)	Reducción de tamaño por pasos.	Retableteados y granulaciones secas	20-40 mallas	
6 Extrusor, por tjerazo grande y pequeñas aberturas en cabeza.	Preparaciones continuas de granulaciones húmedas.	Granulaciones húmedas formuladas para extrusión continua, se puede hacer trabajo por lote también.		Material seco.
7 Tamizadores manuales por tjerazo y abrasión (granulaciones secas y húmedas).	Dispersión de polvos, reducción de tamaño a pequeña escala.	Materiales en bruto, granulaciones secas y húmedas en lotes pequeños.	Dispersión de polvos, distribución de tamaño con ambas granulaciones.	Materiales duros y abrasivos.

2.2 Tamaño de partícula.

La selección de la maquinaria para molienda fundamentalmente depende de las características de las partículas sólidas (tamaño, forma, dureza, composición química y densidad).

El tamaño se refiere a la dimensión de las partículas, y hay diferentes métodos para determinarlo. El análisis del tamaño de partícula nos ayuda para observar el cambio de distribución de tamaño de los polvos.

La forma de las partículas se define como la apariencia exterior de las partículas, no es evaluada matemáticamente, pero juega un papel muy importante en el análisis del tamaño de las partículas y en el flujo de polvos.

ALGUNOS TIPOS DE FORMA DE PARTICULA



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)



(f)

- a) Partículas esféricas.
- b) Partículas oblongadas con bordes lisos.
- c) Partículas de formas de cubos con bordes bien marcados.
- d) Partículas de forma irregular combinables.
- e) Partículas en forma de escamas irregulares.
- f) Partículas fibrosas, como agujas.

Ref. Pharmaceutical Dosage Forms Vol. II ,Tablets, Chapter 3. S.R.. USA, 1981. p.p. 82.

La densidad es la relación de masa por unidad de volumen, en el caso de molienda de sólidos irregulares, para determinar la densidad se utiliza principalmente la medición del desplazamiento de un peso conocido de sólidos en un líquido de volumen conocido. La densidad relativa se conoce como la razón entre la densidad de una sustancia y la densidad de otra de referencia. Para sólidos y líquidos, la sustancia de referencia es el agua, y para gases es el aire.

Además de estas tres características principales, existen otras que también son importantes :

- Dureza : La medición puede hacerse por la escala de Mhor, la cual indica que un cuerpo es más duro que aquel al que raya y más blando que aquel al que puede rayar; este es un indicador del carácter abrasivo del material.

ESCALA DE MHOR

1 Talco	}	MATERIALES BLANDOS
2 Yeso		
3 Calcita		
4 Fluorita	}	MATERIALES SEMIDUROS
5 Apatita		
6 Feldespanto		
7 Cuarzo	}	MATERIALES DUROS
8 Topacio		
9 Zafiro		
10 Diamante		

A mayor dureza mayor dificultad de molienda y necesidad de cubrir las partes móviles del molino con materiales resistentes a la abrasión.

- Resistencia a la ruptura.
- Coeficiente de fricción.
- Contenido de grasas y aceites.
- Carácter explosivo y toxicidad.
- Friabilidad.
- Contenido de humedad.
- Adherencia.
- Corrosividad.

Estas características, al igual que el tamaño de partícula, forma y densidad, son útiles para seleccionar el equipo adecuado para una reducción de tamaño según sea el caso.

2.3 DETERMINACION DEL TAMAÑO DE PARTICULA

Los más importantes son :

- Tamizado : Es el método más comúnmente utilizado para medición de tamaños de partículas. Se colocan tamices de diferentes aberturas en forma descendente, la fase sólida se coloca en la parte superior de la serie de tamices. Cada tamiz tiene aberturas más pequeñas que el superior, generalmente en serie $\sqrt{2}$. Conforme se agitan los tamices, las partículas caen por los diferentes tamices, hasta que llegan a un tamiz en el cual las aberturas son lo suficientemente pequeñas para evitar el paso de esas partículas y pasarán las de menor tamaño. El tamaño de las partículas retenidas en cualquier tamiz, se expresa como una longitud media adecuada entre las aberturas del tamiz superior y las de aquel en el cual quedan retenidas las partículas.

- Microscopio Óptico : Se coloca la muestra de material bajo un microscopio y cada partícula dentro del campo de observación se mide por medio de un micrómetro óptico. Si se trata de partículas irregulares normalmente se considera la longitud que tenga el eje mayor de la partícula orientadas todas en una sola dirección. Las distancias medidas se consideran diámetros de las partículas para entonces determinar el diámetro promedio de partícula.
- Sedimentación en gas o líquido : Se separa la mezcla de acuerdo con las velocidades de sedimentación de las partículas que están en función de las densidades tanto de las partículas como las del fluido y del área proyectada de las partículas.
- Elutriación : Se introduce una corriente de aire o agua por la parte inferior de la columna que contenga la muestra a medir y se filtra el material acarreado por la parte superior, luego las partículas cernidas son colectadas y pesadas. Este método se basa en la turbulencia que se produce en la columna a una velocidad determinada y que es capaz de soportar partículas pequeñas de cierto tamaño, al aumentar la velocidad, las partículas grandes son filtradas.
- Permeabilidad : Cuando un gas o un líquido circula através de un material en polvo, la resistencia a este flujo depende de la superficie específica de los polvos, área del lecho, espacio de poros, caída de presión através del lecho, viscosidad del líquido entre otros.
- Adsorción de gases : Para solutos a partir de una solución o de un gas que a baja temperatura en el material pulverizado. Se expresa como superficie específica (área/unidad de masa). El volumen de gas adsorbido se determina en función de su presión.

- Centrifugación : Utilizado para partículas muy finas y polímeros de alto peso molecular.
- Conteo electrónico : Se utiliza para obtener una distribución de partículas en cantidades como función de la selección transversal.
- Rayos X : Se obtiene un promedio de diámetros de cristales medidos por la difracción de los rayos.

Para fines de esta tesis, se eligió el método más comúnmente utilizado, el de la tamización.

2.4 TAMICES. EQUIVALENCIAS ENTRE DIAMETRO DE MALLA EN mm o PULGADAS o MICRAS.

La mayor parte de las determinaciones de tamaños de partículas se efectúan utilizando el análisis por tamizado siempre y cuando las partículas se encuentran dentro de la gama de tamaños que puede ser medida en diferentes tamices.

Un tamiz está hecho de malla con orificios de tamaño conocido; las series de tamices estándar (Tyler o U.S.) están diseñadas de tal manera que el tamaño del alambre y de la malla, o el número de aberturas por pulgada lineal, se ajustan en relación al tamaño del orificio de cualquier par consecutivo de tamices en la serie, es una constante que proporciona una relación geométrica de tamaños de orificio. El tamiz de 200 mallas es generalmente el más fino utilizado aunque existen tamices hasta de 400 mallas. Los tamices más finos son muy costosos y delicados; la obstrucción de las aberturas del tamiz con las partículas de la muestra es problemático, y los alambres del tamiz se desplazan fácilmente originando aberturas irregulares.

Los tamices utilizados en la industria son de diversos diseños y capacidades y son giratorios, rotatorios, circulares, vibrátiles, agitantes y removedores (dependiendo del mecanismo de tamización). También son curvos, en forma de parrillas, reciprocantes o de resonancia.

Al efectuar un análisis por tamizado, los tamices se colocan en recipientes cilíndricos apilándolos uno sobre otro, en tal forma que cada tamiz tenga aberturas mayores que el que le siga abajo. Bajo el tamiz inferior se coloca una charola sólida. Se vierte la mezcla en el tamiz superior, el cual se tapa, y se fija rígidamente los tamices al agitador por medio de pinzas adecuadas. La acción agitadora influencia la eficiencia del grupo de tamices, por lo cual es deseable obtener un movimiento de agitación reproducible. La agitación se continúa por un tiempo fijo (10 a 20 minutos), los tamices se remueven y el material contenido en cada uno de ellos se recolecta y pesa. La confiabilidad de los tamices depende del material usado y de su tamaño. Conforme aumenta el tamaño de la muestra y disminuye el tamaño de las partícula, la obstrucción de los tamices aumenta, y por consiguiente disminuye la confiabilidad. La obstrucción es también más severa en el caso de sólidos ligeros y pegajosos o aquellas con una gran concentración de partículas casi idénticas al tamaño de las aberturas del tamiz. Algunos materiales pueden solamente ser analizados satisfactoriamente, suspendiéndolos en un líquido no solvente y pasándolos através de tamices provistos de dispositivos. Con este método pueden obtenerse análisis de mayor certidumbre.

A continuación se muestran las equivalencias de las mallas en cuanto a sus dimensiones en mm, micras, pulgadas, referentes al sistema Británico. Estadounidense y Tyler; y se muestran tipos de mallas y un tamizador.

TABLA DE EQUIVALENCIAS DE DIÁMETROS DE MALLA DE TAMICES TIPO TYLER, ESTÁNDAR BRITÁNICO Y DE ESTADOS UNIDOS.

NUMERO DE MALLA		ABERTURA DE MALLA			
ESTÁNDAR U.S.A.	ESTÁNDAR BRITÁNICO	TYLER	PULGADAS	μm	mm
325		325	0.0017	44	0.044
270	300	270	0.0021	53	0.053
230		250	0.0024	62	0.062
200		200	0.0029	74	0.074
170	170	170	0.0035	88	0.088
140	150	150	0.0041	105	0.105
120	120	115	0.0049	125	0.125
100			0.0059	149	0.149
80	85		0.007	177	0.177
70	72		0.0083	210	0.21
60			0.0098	250	0.25
50			0.0117	297	0.297
45		42	0.0138	350	0.35
40			0.0165	420	0.42
35	30		0.0197	500	0.5
30		28	0.0232	590	0.59
25			0.028	710	0.71
20			0.0331	840	0.84
18			0.0394	1000	1
16			0.0469	1190	1.19
14			0.0555	1410	1.41
12			0.0661	1680	1.68
10			0.0787	2000	2
8			0.0937	2380	2.38
7			0.111	2830	2.83
6			0.131	3360	3.36
5			0.157	4000	4
4			0.187	4760	4.76

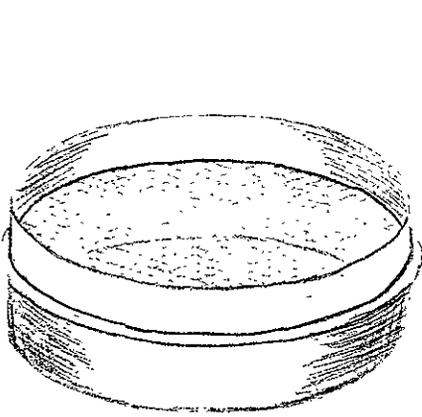
Ref. *Pharmaceutical Dosage Forms*, Vol. II, Tablets, Chapter 3, Size Reduction, U.S.A., 1987, p.p. 116.

TAMAÑOS NORMALES TYLER PARA TAMICES

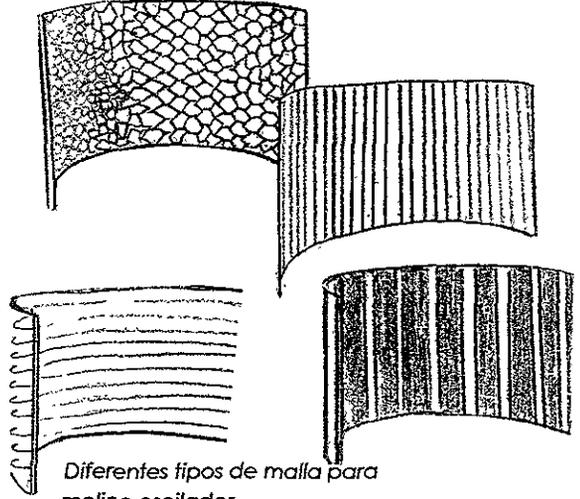
INTERVALO $\sqrt{2}$		INTERVALO $\sqrt{2}$		No. de malla	ϕ alambre en μg
apertura en μg	apertura en μg	apertura en mm			
1.05	1.05	26.67	0.148
	0.883	22.43	0.135
0.742	0.742	18.85	0.135
	0.624	15.85	0.12
0.525	0.525	13.33	0.105
	0.441	11.2	0.105
0.371	0.371	9.423	0.092
	0.312	7.925	2	2	0.088
0.263	0.263	6.68	3	3	0.07
	0.221	5.613	3	3	0.065
0.185	0.185	4.699	4	4	0.065
	0.156	3.962	5	5	0.044
0.131	0.131	3.327	6	6	0.036
	0.11	2.794	7	7	0.0326
0.093	0.093	2.362	8	8	0.032
	0.078	1.981	9	9	0.033
0.065	0.065	1.651	10	10	0.035
	0.055	1.397	12	12	0.028
0.046	0.046	1.168	14	14	0.025
	0.039	0.991	16	16	0.0235
0.0328	0.0328	0.833	20	20	0.0172
	0.0276	0.701	24	24	0.0141
0.0232	0.0232	0.589	28	28	0.0125
	0.0495	0.495	32	32	0.0118
0.0164	0.0164	0.417	35	35	0.0122
	0.0138	0.351	42	42	0.01
0.0116	0.0116	0.295	48	48	0.0092
	0.0097	0.248	60	60	0.007
0.0082	0.0082	0.208	65	65	0.0072
	0.0069	0.175	80	80	0.0056
0.0058	0.0058	0.147	100	100	0.0042
	0.0049	0.124	115	115	0.0038
0.0041	0.0041	0.104	150	150	0.0026
	0.0035	0.088	170	170	0.0024
0.0029	0.0029	0.074	200	200	0.0021
	0.0024	0.061	230	230	0.0016
0.0021	0.0021	0.053	270	270	0.0016
	0.0017	0.043	325	325	0.0014
0.0015	0.0015	0.038	400	400	0.001

Ref. Foust, Alan S., et al., Principios de Operaciones Unitarias, Cía. Editorial Continental, S.A., México, 1974, p.p. 686.

TIPOS DE MALLAS



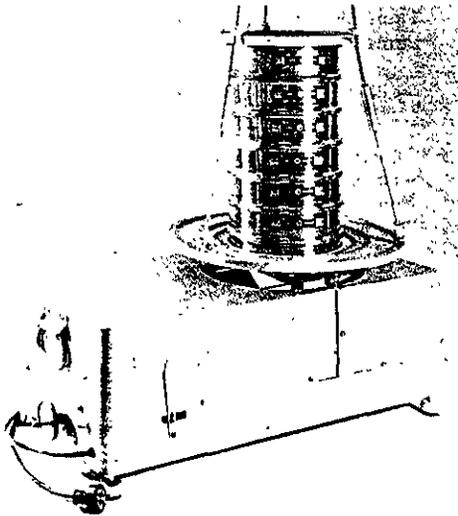
Malla para la serie de tamices a utilizar en el agitador de tamices Fischer-Wheeler.



Diferentes tipos de malla para molino oscilador.

Ref. Pharmaceutical Dosage Forms, Vol. II, Tablets, Chapter 3, Size Reduction, U.S.A., 1987, p.p. 103,115.

AGITADOR DE TAMICES FISHER-WHEELER MOSTRANDO LOS TAMICES CON SU RESPECTIVO RECIPIENTE.



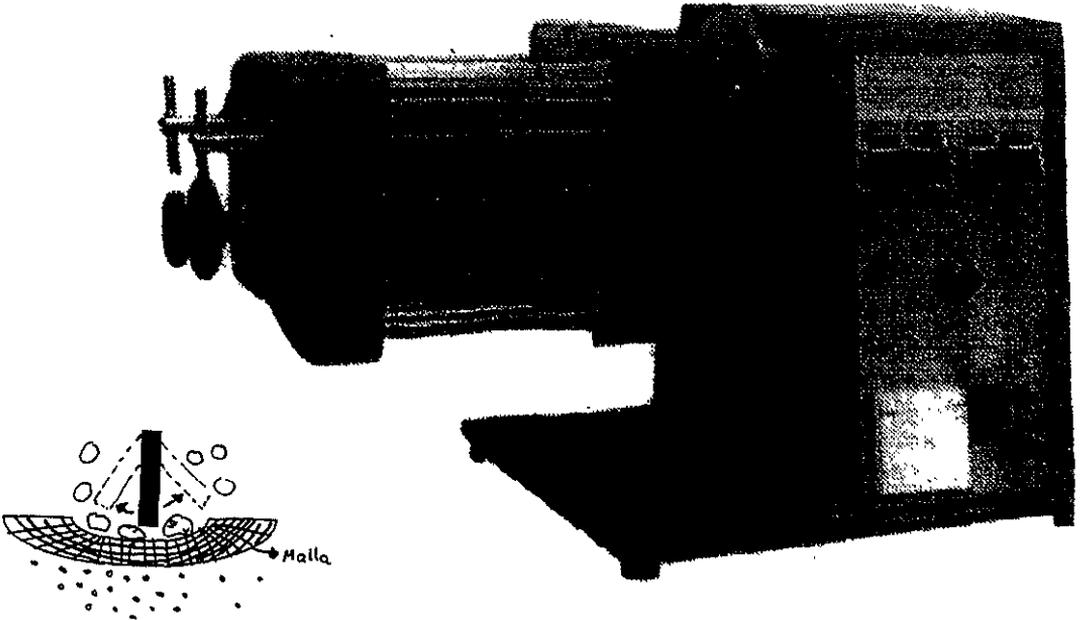
Ref. Foust, Alan S., et al., Principios de Operaciones Unitarias, Cía. Editorial Continental, S.A., México, 1974, p.p. 659.

CAPITULO III

DESCRIPCION DE LOS EQUIPOS UTILIZADOS EN ESTA PRACTICA.

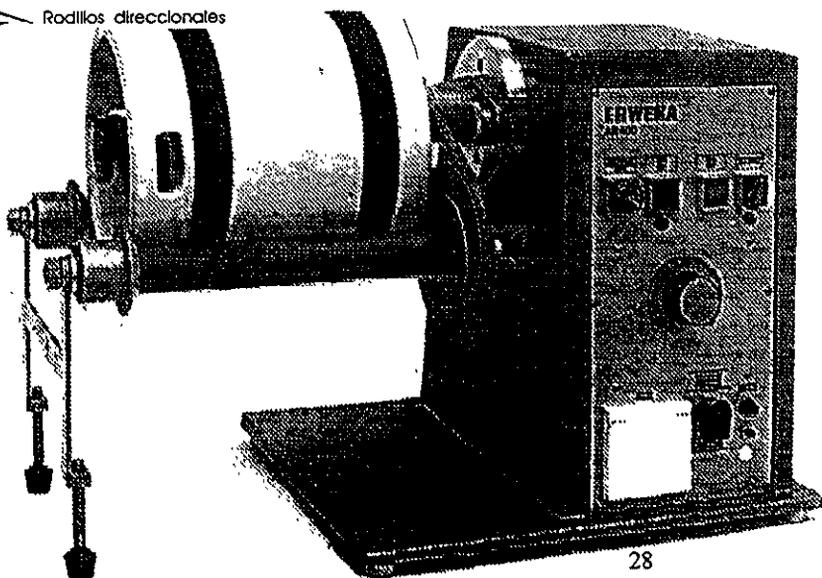
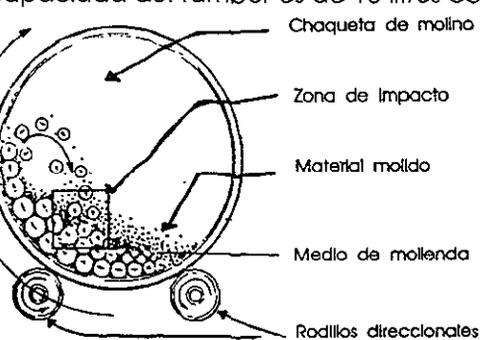
3.1 MOLINO OSCILADOR

Opera por el principio de rotor oscilante comprimiendo el granulado a través de un tamiz de un tamaño predeterminado. Los tamices son intercambiables pudiendo utilizar diferentes tipos de mallas. Los tamices, rotor y todas las partes que entran en contacto con el producto están hechas de acero inoxidable. La máxima capacidad de la unidad es de aproximadamente 30 kg/hr dependiendo del material a ser granulado y de la medida de la malla utilizada.



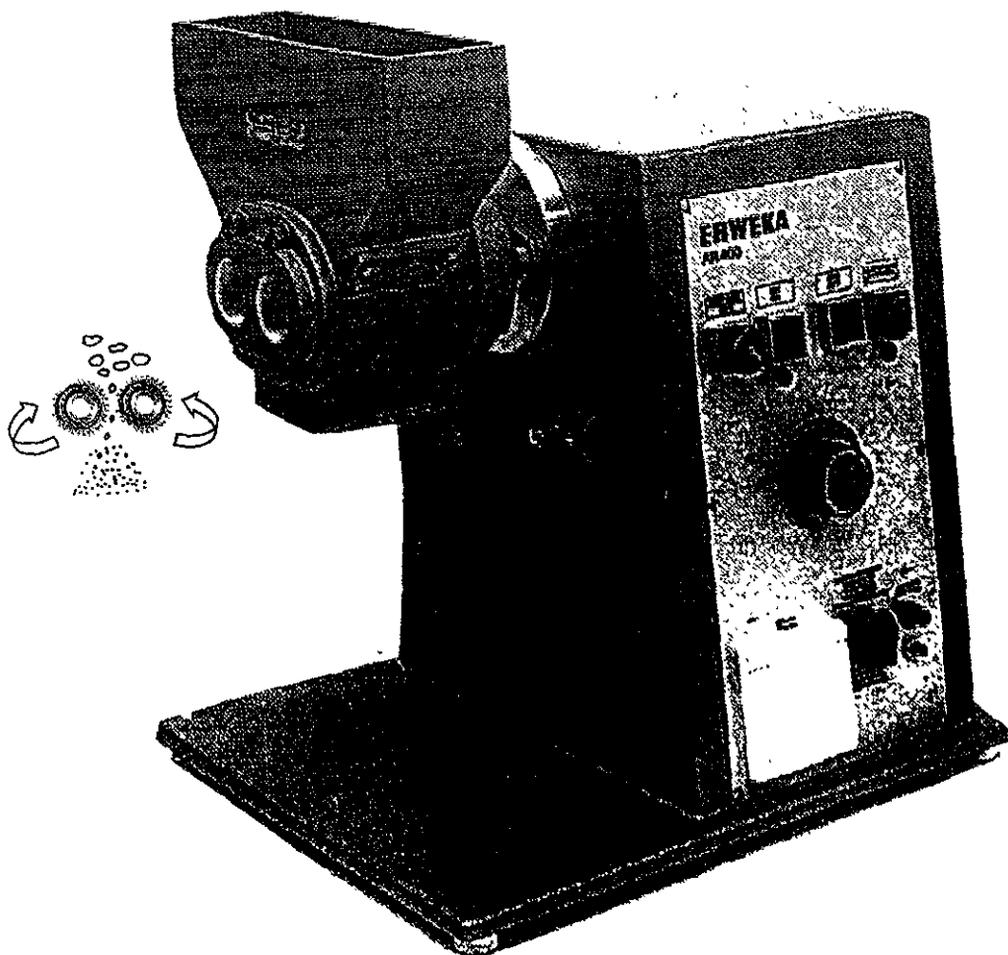
2 MOLINO DE BOLAS

Este molino puede ser utilizado para moler materiales cristalinos y para mezclas secas, o bajo ciertas circunstancias, materiales húmedos. Las bolas del molino consisten en tres partes : conducción de transmisión, resistencia de las bolas del molino y las bolas mismas. El tambor y las bolas está elaborado de cerámica Rosenthal. La tapa es retenida en posición cerrada durante la operación por medio de una empaquetadura o casquete de goma de seguridad y un tornillo de mariposa con una barra de acero que garantiza un sello firme de aire. El tambor y las bolas pueden ser esterilizados en baño de agua. La capacidad del tambor es de 10 litros como máximo.



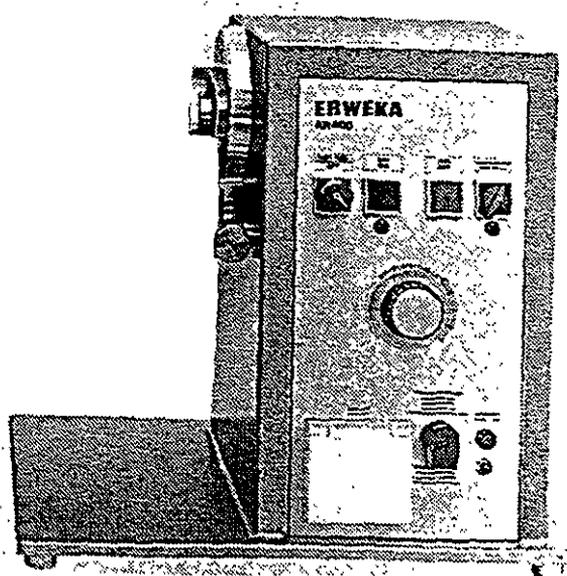
3.3 MOLINO DE RODILLOS

Este molino consta de dos rollos dentados para producir una fuerte acción de quebrantamiento forzando el material contra una serie de dientes rompedores. Una característica importante de este molino es la baja proporción de polvos finos producidos durante la granulación (25%), pudiendo ser reducida (15%) con ajustes. Su capacidad es de máximo 20 kg/hr.



3.4 UNIDAD DE MANDO

Equipada con un motor de accionamiento monofásico, con un poder de consumo de 500 watt DC y un máximo de velocidad de 3,500 r.p.m., ajustable a la mayoría de los aditamentos para los procesos de mezclado, granulado, tableteado, homogeneizado, etc. Su peso es de 30.5 kg neto; sus dimensiones son 440 x 400 x 450 (altura x largo x ancho en mm). Cuenta con un ajuste de la velocidad mediante un regulador de inducción, rendimiento 25 nM.



CAPITULO IV

SELECCION DEL MATERIAL DE PRUEBA PARA CADA MOLINO

4.1 MOLINO OSCILADOR Se utiliza frecuentemente este tipo de molino en la Industria Farmacéutica para la reducción de tamaño de gránulos secos o húmedos y también para reducir tabletas y compactos que deben de ser recomprimidos; en este caso el granulado elegido es el mismo utilizado en la práctica de mezclado, siendo este granulado un producto en proceso para la elaboración, en este caso de tabletas.

4.2 MOLINO DE BOLAS Este molino es apto para materiales brutos debido a las características del molino; el material de prueba es la sal gruesa.

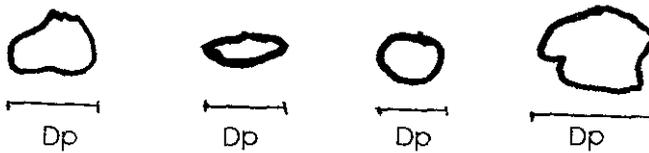
4.3 MOLINO DE RODILLOS Por la facilidad del uso de este molino se seleccionó producto terminado o para precompresión. Se utilizarán tabletas antiácidas y dos tipos de grageas las cuales fueron elaboradas por vía el método convencional y recubiertas por película fina (film coating).

4.4 DETERMINACION DE LOS PARAMETROS PARA LA MOLIENDA: TAMAÑO DE PARTICULA INICIAL, MASA, DIAMETRO FINAL.

Tomando ya en cuenta los parámetros mencionados con anterioridad en el capítulo 2, tenemos :

- TAMAÑO :

Es la dimensión de la partícula, si existen varias, es la dimensión más larga encontrada; y para partículas en forma de agujas, se tomará la dimensión más corta. Se le denomina diámetro de partícula (D_p).



- FORMA

Es el aspecto que guarda la partícula. Se toma como referencia lo que se denomina como factor de forma, que está relacionado con la dimensión principal y se define como la razón entre el área de la partícula referida al área de la esfera. Su recíproco es la esfericidad.

$$\text{FORMA} = \lambda = \frac{\text{área de la partícula}}{\text{área de la esfera}} = \frac{A_p}{\pi D_{eq}^2} \dots(1)$$

$$\text{ESFERICIDAD} = \phi_s = \frac{1}{\lambda} = \frac{\pi D_{eq}^2}{A_p} \dots(2)$$

- DENSIDAD

Es la relación entre la masa y el volumen. La densidad relativa es la relación entre la densidad de la sustancia con referencia a la del agua. Para sólidos, la densidad aparente es la relación de la masa con el volumen aparente, éste último es la suma del volumen de la partícula con el de los espacios.

$$\text{DENSIDAD} = \delta = \frac{\text{masa}}{\text{volumen}} = \frac{m}{V} \dots(3)$$

$$\text{DENSIDAD APARENTE} = \delta_{\text{ap.}} = \frac{m}{V_{\text{ap.}}} \dots(4)$$

$$\text{DENSIDAD RELATIVA} = \delta_{\text{rel.}} = \frac{\delta_{\text{sust.}}}{\delta_{\text{H}_2\text{O}}} \dots(5)$$

$$V_{\text{ap.}} = V_{\text{part.}} + V_{\text{espacios}} \dots(6)$$

- DIAMETRO EQUIVALENTE

Es el que tendría la partícula si tuviera forma esférica. Se deduce de la fórmula del volumen de una esfera.

$$V_{\text{esf.}} = \frac{1}{6} \pi D_{\text{esf.}}^3 \dots(7)$$

Ahora, si $V_{\text{esf.}} = V_{\text{partícula}} = V_{\text{part.}}$

$$V_{part.} = V_p = \frac{1}{6} \pi D_{eq.}^3 \dots (8) \quad \text{Despejando...} \quad D_{eq.}^3 = \frac{6 V_p}{\pi} \dots (9)$$

Finalmente, tenemos ...

$$D_{eq.} = \sqrt[3]{\frac{6 V_p}{\pi}} = \left[\frac{6 V_p}{\pi} \right]^{1/3} \dots (10)$$

- AREA DE PARTICULA

Es el área de la superficie total de la partícula. Solo para partículas de densidad constante y tamaño aproximadamente constante.

De la formula de esfericidad (2), despejamos el área de partícula (Ap) :

$$\phi_s = \frac{1}{\lambda} = \frac{\pi D_{eq.}^2}{A_p}$$

$$A_p = \frac{\pi D_{eq.}^2}{\phi_s} \dots (11); \quad \text{y por unidad de volumen, dividimos entre el volumen de partícula ...}$$

$$\frac{A_p}{V_p} = \frac{\pi D_{eq.}^2}{\phi_s V_p} \dots (12) \quad \text{Sustituyendo (8)} \quad V_p = \frac{1}{6} \pi D_{eq.}^3$$

Tenemos que ...

$$\frac{A_p}{V_p} = \frac{\pi D_{eq.}^2}{\phi_s (1/6 \pi D_{eq.}^3)} = \frac{6}{\phi_s D_{eq.}} \dots (13)$$

Despejando tenemos que :

$$A_p = \frac{6 V_p}{\phi_s \text{ Deq.}} \dots(14)$$

$$y \quad \phi_s = \frac{6 V_p}{A_p \text{ Deq.}} \dots(15)$$

- AREA TOTAL Y NUMERO DE PARTICULAS

El área total de las partículas se determina por el análisis de tamización.

Si el diámetro es uniforme, tenemos que $V_p = \frac{m_p}{\delta_p} \dots(16)$

luego, entonces $m_p = V_p \cdot \delta_p \dots(17)$

En una molienda ideal, la masa total molida es igual a la masa de la partícula (m_r) por el número de partículas (N).

$$m_r = m_p \cdot N \dots(18)$$

Sustituyendo de la fórmula (17) : $m_r = V_p \cdot \delta_p \cdot N \dots(19)$

y el número de partículas es : $N = \frac{m_r}{V_p \cdot \delta_p} \dots(20)$

Para casos en que los diámetros son uniformes, tenemos que el área total es :

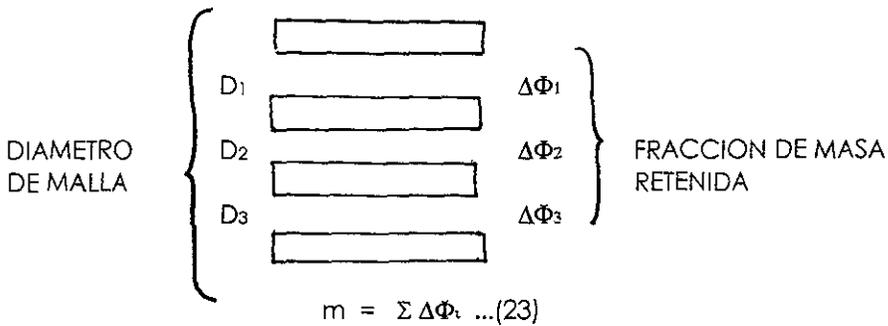
$$A_r = A_p \cdot N \quad (21)$$

sustituyendo (14) y (20):
$$A_T = \frac{6 V_p. m}{Deq. \phi_s V_p. \delta p.} = \frac{6m}{Deq. \delta p. \phi_s} \dots(22)$$

Para determinar estos parámetros, vamos a utilizar el método diferencial e integral para el análisis de las partículas.

METODO DIFERENCIAL

Se determina la masa retenida entre dos tamices consecutivos a través de dos números (uno que especifica el tamiz por el cual pasa una fracción de masa y el otro en donde se retiene la fracción), supone que las partículas retenidas en cada malla poseen el mismo diámetro y de aquí obtenemos el área superficial total (A_T).



Si nombramos a \bar{D}_p como media aritmética de las aberturas de los tamices donde está retenida la fracción, entonces :

$$\bar{D} = \frac{D_2 - D_1}{2} \dots(24)$$
 Entonces tenemos que sustituyendo de (22) ...

$$A_r = \frac{\delta \Delta \Phi_1}{\overline{D_1} \delta p \phi p} + \frac{\delta \Delta \Phi_2}{\overline{D_2} \delta p \phi p} + \dots + \frac{\delta \Delta \Phi_n}{\overline{D_n} \delta p \phi p} \dots(25)$$

$$A_r = \frac{\delta}{\delta p \phi p} \sum_{t=1}^n \frac{\Delta \Phi_t}{\overline{D_{pt}}} \dots(26) \quad \text{y} \quad N_r = \frac{1}{\alpha \delta p} \sum_{t=1}^n \frac{\Delta \Phi_t}{\overline{D_{pt}^3}} \dots(27)$$

siendo 'α' factor de forma volumétrico, independiente del tamaño de partícula.

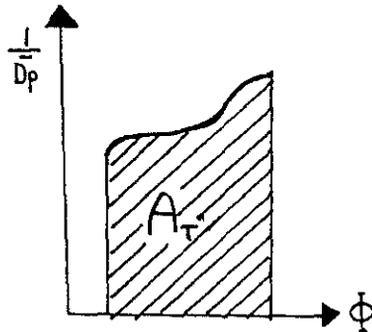
METODO INTEGRAL

A partir del método diferencial, se suman los incrementos diferenciales individuales comenzando por el retenido en el tamiz superior y graficando las sumas acumuladas contra la abertura de la malla del tamiz que retiene la última fracción acumulada, no se hace necesario la suposición de que las partículas tengan el mismo diámetro.

$$\Phi = \sum_{t=1}^n \Phi_t = 1 \dots(28)$$

$$A_r = \frac{\delta}{\phi s \delta p} \int_0^1 \frac{d\Phi}{\overline{D_p}} \dots(29)$$

$$N_r = \frac{1}{\alpha \delta p} \int_0^1 \frac{d\Phi}{\overline{D_p^3}} \dots(30)$$



DIAMETRO PROMEDIO FINAL Se obtiene sustituyendo los parámetros anteriores y A_w se saca de cualquier método.

$$D_s = \frac{6}{\phi_s \delta \rho A_T} \dots(31)$$

LEY DE RITTINGER La energía que requiere el molino es proporcional a la superficie cortada que se obtiene durante la operación. Válida para partículas finas y quebradizas.

$$P = K G \left[\frac{1}{D_f} - \frac{1}{D_i} \right]$$

K = factor de proporcionalidad.

G = Cociente de la masa entre tiempo de operación del equipo.

LEY DE KICK La energía necesaria para triturar un material es proporcional al logaritmo del cociente entre los diámetros inicial y final. La energía de molienda consiste solamente en un trabajo de forma elástica o permanente. Válido para partículas gruesas y elásticas.

$$P = B \log \frac{D_i}{D_f}$$

B = constante característica de un producto y de un molino determinado.

CAPITULO V

DISEÑO EXPERIMENTAL PARA CADA MOLINO

Siguiendo con los objetivos de esta tesis, se someterá a prueba el molino oscilador contra la molienda manual utilizando el granulado que se emplea en la práctica de mezclado a diferentes cantidades; el molino de bolas con sal gruesa a diferentes tiempos de molienda; y el molino de rodillos con tres clases de producto terminado (tabletas, grageas elaboradas por método convencional y grageas elaboradas por método de recubrimiento de película fina) con la variación de remolienda.

PREPARACIÓN DEL MATERIAL DE ALIMENTACION :

A) Producto en proceso Se utilizará el granulado empleado en la práctica de mezclado.

MATERIALES : - 375 g de almidón de maíz USP - mechero
 - 250 g de lactosa USP - tripié
 - 3 ml de colorante - tela de asbesto
 - 300 ml pasta de almidón al 10% - espátula
 - vasos de precipitados de 1 l - agitador de vidrio
 - termómetro
 - mallas del número 8 y 20

EQUIPO : - mezclador de doble listón compuesto de una cuba de
 acero inoxidable, dos cintas helicoidales internas
 - unidad de mando (motor reductor Erweka Ar 400)
 - balanza granataria
 - horno

Elaboración de la pasta de almidón : Se pesan 30 g de almidón de maíz USP y se suspende por agitación el almidón en una pequeña porción de agua fría y se adiciona agua caliente (80-90°C) hasta el volumen final con constante agitación, se adiciona el colorante y se agita hasta obtener un color uniforme.

Elaboración del granulado :

- 1.- Se pesan los materiales y se tamizan cada uno através de una malla del número 20.
- 2.- El almidón y la lactosa se colocan en el mezclador de doble listón y se mezclan durante 5 min.
- 3.- Se adicionan 300 ml de la pasta de almidón al 10% a una temperatura de 50-60°C y se mezcla por 10 min.
- 4.- La masa húmeda se pasa através de una malla del número 8 para obtener un granulado uniforme.
- 5.- Secar el granulado en un horno durante 6 horas a una temperatura aproximada de 50-60°C.

B) Materia prima Se utilizará sal de grano grueso (nevero) sin tratamiento previo.

C) Producto terminado Se utilizarán tabletas antiácidas, grageas de color elaboradas por el método convencional y por recubrimiento de film coating; se tomarán de las que existen en el laboratorio.

MATERIALES Y EQUIPO :

- Molino Oscilador
- Molino de bolas
- Molino de rodillos dentados
- Unidad de mando Erweka Ar 400
- Tamizador
- Cronómetro
- Vernier
- Serie de tamices
- Balanza granataria
- Charolas
- Etiquetas
- Bolsas de plástico
- Espátulas
- vasos de precipitados de 50 ml

DESARROLLO DE LA PRACTICA

- I Se determinan las características del material de alimentación (densidad y tamaño). Para la densidad se determinará por el método de diferencia de volúmenes y las dimensiones con un Vernier.

- II Tipos de molienda (manual contra molino).
 - 1.- Preparar 100 g de granulado placebo.
 - 2.- El granulado seco, pasarlo manualmente por malla del No. 20.
 - 3.- Realizar análisis de tamaño de partícula por tamización.
 - 4.- Repetir prueba para 100g de granulado seco pasándolo por molino oscilador con malla del No. 20.
 - 5.- Realizar análisis de tamaño de partícula por tamización.
 - 6.- Estas determinaciones repetir las 10 veces variando para 100, 200 y 300 g.
 - 7.- Determinar las oscilaciones por minuto del molino.

III Tiempos de molienda (0, 30, 45 y 60 min).

- 1.- Pesar 100 g de sal gruesa.
- 2.- Pasar por el molino de bolas durante 30 min.
- 3.- Realizar el análisis de tamaño de partícula.
- 4.- Repetir la prueba 10 veces para 30, 45, y 60 min.
- 5.- Realizar análisis de tamaño de partícula para la muestra sin moler 5 veces (100 g) para observar las condiciones iniciales.

IV Tipos de material de alimentación.

- 1.- Pesar 100 g de producto terminado (grageas y tabletas).
- 2.- Pasar por molino de rodillos a velocidad 2 cuidando de que el motor gire a la izquierda.
- 3.- Realizar el análisis del tamaño de partícula.
- 4.- Este mismo material, volverlo a pasar por el mismo molino.
- 5.- Reanalizar el tamaño de partícula.
- 6.- Repetir el mismo procedimiento 5 veces, esto, hacerlo para grageas hechas con film coating (naranjas), grageas hechas por el método convencional (verdes) y tabletas antiácidas. Todo, realizarlo por triplicado.

Debido a que son numerosas pruebas, se propone una clasificación de esta tesis en su fase experimental dividiéndola en lotes y estos, a su vez, en sublotos como se muestra a continuación.

MOLIENDA MANUAL			MOLINO OSCILADOR		
LOTE	VARIABLE (cantidad de granulado)	REPETICIONES	LOTE	VARIABLE (cantidad de granulado)	REPETICIONES
A	100 g	} 10 veces	D	100 g	} 10 veces
B	200 g		E	200 g	
C	300 g		F	300 g	
MOLINO DE BOLAS (UTILIZANDO SAL GRUESA)			MOLINO DE RODILLOS (UTILIZANDO 100 g DE PRODUCTO)		
LOTE	VARIABLE (tiempo de molienda)	REPETICIONES	LOTE	VARIABLE (material de alimentación)	REPETICIONES (con tres ensa- yos cada uno)
G	0 min	} 10 veces	K	} GRAGEAS COLOR NARANJA	} MOLER UNA PRIMERA VEZ Y REALIZAR TAMIZACION, REPETIRLO HASTA CINCO VECES AL MISMO PRODUCTO MOLIDO.
H	30 min		L		
I	45 min		M		
J	60 min		N	} TABLETAS BLANCAS ANTIÁCIDAS	
		O			
			P	} GRAGEAS COLOR VERDE	
			Q		
			R		
			S		

Ahora bien, cada lote se subdivide en diez sublotos para el caso del granulado utilizado desde la práctica de mezclado y en cinco sublotos para el caso de la sal gruesa, los cuales son las repeticiones de cada ensayo; y con las grageas y las tabletas, los sublotos se denominan a aquellas repeticiones de molienda que se requieran (5 veces).

V Se determinará el análisis del tamaño de partícula por el método de tamización con un tiempo de 10 minutos y la secuencia de mallas elegidas es el siguiente : 20, 30, 40, 60, 80, 100, 150 y 200.

1.- Se recolectará el material molido y se procederá a tamizarse depositándolo en la parte superior de los tamices, se cerrarán herméticamente y se procederá a la tamización misma durante el tiempo requerido (10 min).

2.- Se procederá a pesar el material que quedó en cada malla por separado para proceder a su análisis.

CAPITULO VI

RESULTADOS

A Determinación de las características (condiciones iniciales) del material de alimentación.

	DESCRIPCION	DENSIDAD (g/ml)	FORMA
Granulado	Granulado placebo color violeta.	1.234	Esférico
Sal gruesa	Sal seca color blanco grisáceo.	1.358	Esférica
Grageas naranjas	Grageas chicas color naranja elaboradas por el método de recubrimiento (film coating).	1.711	Gragea
Grageas verdes	Grageas grandes alargadas color verde elaboradas por el método convencional (azúcar).	1.2994	Gragea
Tabletas antiácidas	Tabletas chicas color blanco elaboradas por el método de compresión directa.	1.204	Tableta

La densidad se obtuvo por el método de desplazamiento de volúmenes y las mediciones de las tabletas y grageas se realizaron con un Vernier.

GRAGEAS NARANJAS

$$\text{SUPERFICIE} = S = 2\pi r(r+h) + 4\pi rH \quad r = D/2$$

$$\text{VOLUMEN} = V = \pi r^2 h + 1/3 \pi H (3r^2 + H^2) \quad H = h'-h$$

h'	h	H	D	r	S	V
(mm)	(mm)	(mm)	(mm)	(mm)	(mm ²)	(mm ³)
3.90	2.73	1.17	7.12	3.56	193.0375	156.9572
4.01	2.73	1.28	7.15	3.575	199.1295	163.2041
4.63	2.73	1.90	7.13	3.565	226.1240	192.0461
4.19	2.73	1.46	7.12	3.56	206.0110	170.0855
3.76	2.73	1.03	7.13	3.565	187.1487	150.8501
					202.2901	166.6286

GRAGEAS VERDES

$$\text{SUPERFICIE} = S = 2\pi r(r+h) + 4\pi rH$$

$$r = D/2$$

$$\text{VOLUMEN} = \pi r^2 h + 1/3 \pi H (3r^2 + H^2)$$

$$H = h' - h$$

h'	h	H	D	r	S	V
(mm)	(mm)	(mm)	(mm)	(mm)	(mm ²)	(mm ³)
7.05	3.42	3.63	14.08	7.04	783.8217	1147.794
6.51	3.42	3.09	14.11	7.055	738.2824	1048.845
6.64	3.42	3.22	14.00	7.00	741.5433	1057.113
6.74	3.42	3.32	14.01	7.005	742.2930	1077.349
6.77	3.42	3.35	14.29	7.145	775.0806	1125.156
					756.2042	1091.251

TABLETAS BLANCAS

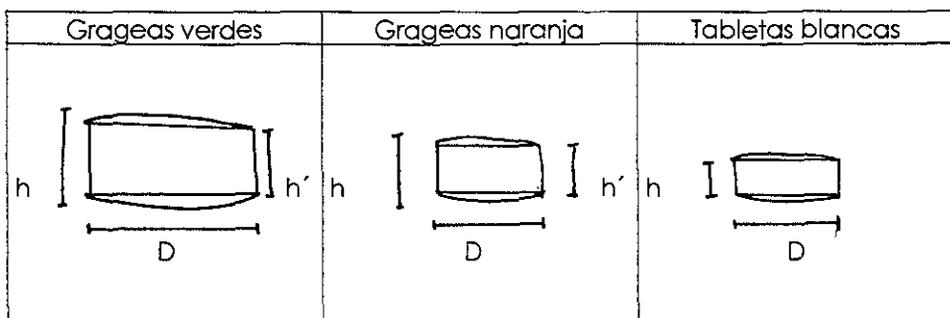
$$\text{SUPERFICIE} = S = 2\pi r(r+h)$$

$$\text{VOLUMEN} = \pi r^2 h$$

$$r = D/2$$

h	D	r	S	V
(mm)	(mm)	(mm)	(mm ²)	(mm ³)
4.12	9.07	4.535	246.6183	266.1967
4.22	9.07	4.535	249.4677	272.6578
4.20	9.07	4.535	248.8978	271.3656
4.21	9.07	4.535	249.1828	272.0117
4.21	9.08	4.540	249.6001	272.0117
			248.7533	270.8487

DIMENSIONES



En todos los ejemplos se utilizó la misma serie de tamices (a excepción de la sal gruesa sin moler), causa por la cual la siguiente tabla nos muestra los valores de tamices utilizados y los valores de referencia que se utilizarán para la determinación del análisis de partículas.

INTERVALO DE RECEPCION	NUMERO DE MALLA	ABERTURA DE MALLA D _{pl} (mm)	ABERTURA MEDIA DE MALLA D _{pl} (mm)	$\frac{1}{D_{pl}}$	Y
14/20	20	0.833	1.005	1.2005	
20/30	30	0.590	0.7115	1.6949	1.4477
30/40	40	0.420	0.5050	2.3810	2.0379
40/60	60	0.248	0.3340	4.0323	3.2066
60/80	80	0.175	0.2115	5.7143	4.8733
80/100	100	0.147	0.1610	6.8027	6.2585
100/150	150	0.104	0.1255	9.6154	8.2091
150/200	200	0.074	0.0890	13.5135	11.5644
200/270	270	0.053	0.0635	18.8679	16.1907

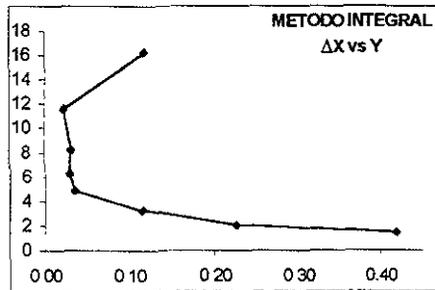
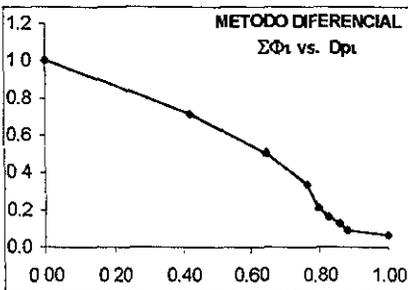
Para el caso de la sal gruesa sin moler se utilizaron los siguientes valores de tamices y sus consecuentes valores de referencia.

INTERVALO DE RECEPCION	NUMERO DE MALLA	ABERTURA DE MALLA D _{pl} (mm)	ABERTURA MEDIA DE MALLA D _{pl} (mm)	$\frac{1}{D_{pl}}$	Y
(4/6)	6	3.327	4.0130	0.3006	
(6/8)	8	2.362	2.8445	0.4234	0.3620
(8/10)	10	1.651	2.0065	0.6057	0.5145
(10/14)	14	1.168	1.4095	0.8562	0.7309
14/18	18	1.000	1.0840	1.0000	0.9281
18/20	20	0.833	0.9165	1.2005	1.1002
20/40	40	0.420	0.6265	2.3810	0.7907
40/60	60	0.246	0.3330	4.0650	3.2230
60/80	80	0.175	0.2105	5.7143	4.8897

Debido a que los resultados de las pruebas fueron numerosos, se procedió a resumirlos, es decir, se promediaron las veces en que se repitió cada ensayo (lote) y obteniéndose se procedió al análisis de partícula por ambos métodos.

Las siguientes tablas con sus respectivas gráficas que a continuación se presentan son el resultados de estos promedios, cada tabla corresponde a un lote o ensayo.

LOTE A		METODO DIFERENCIAL				METODO INTEGRAL		
Número de malla	Dpt	m _t (g)	fracción m _t /m _t ΔΦ _t	ΔΦ _t /Dpt (mm ⁻¹)	ΔΦ _t Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX) (Y)
20	1.0050	0.18	0.0018	0.0018	0.0018			
30	0.7115	41.67	0.4195	0.5896	0.4213	0.4195	1.4477	0.6073
40	0.5050	22.43	0.2258	0.4472	0.6471	0.2258	2.0379	0.4602
60	0.3340	11.45	0.1153	0.3451	0.7624	0.1153	3.2066	0.3696
80	0.2115	3.48	0.0350	0.1656	0.7974	0.0350	4.8733	0.1707
100	0.1610	2.89	0.0291	0.1807	0.8265	0.0291	6.2585	0.1821
150	0.1255	3.17	0.0319	0.2543	0.8585	0.0319	8.2019	0.2618
200	0.0890	2.28	0.0230	0.2579	0.8814	0.0230	11.5644	0.2654
270	0.0635	11.78	0.1186	1.8676	1.0000	0.1186	16.1907	1.9201
Σ		99.33	1.0000	4.1099		0.9982		4.2373

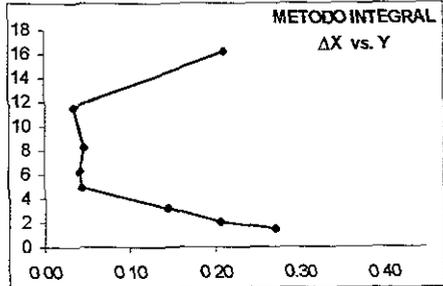
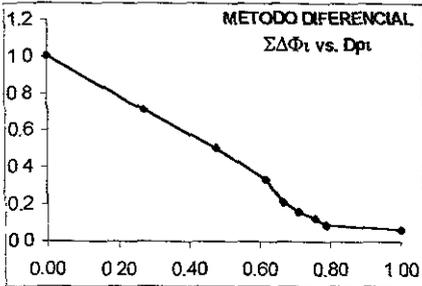


LOTE B

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	\bar{D}_{pt}	m_i (g)	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	$D\Phi_i/D_{pt}$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_i$ Σ	ΔX	Y	AREA $(\Delta X)(Y)$
20	1.0050	0.07	0.0004	0.0004	0.0004			
30	0.7115	53.69	0.2706	0.3903	0.2709	0.2706	1.4477	0.3917
40	0.5050	40.73	0.2053	0.4064	0.4762	0.2053	2.0379	0.4183
60	0.3340	28.51	0.1437	0.4302	0.6198	0.1437	3.2066	0.4607
80	0.2115	8.89	0.0448	0.2118	0.6646	0.0448	4.8733	0.2183
100	0.1610	8.52	0.0429	0.2667	0.7076	0.0429	6.2585	0.2687
150	0.1255	9.31	0.0469	0.3738	0.7545	0.0469	8.2019	0.3848
200	0.0890	6.82	0.0344	0.3862	0.7889	0.0344	11.5644	0.3974
270	0.0635	41.90	0.2111	3.3251	1.0000	0.2111	16.1907	3.4186
Σ		198.44	1.0000	5.7808		0.9996		5.9586

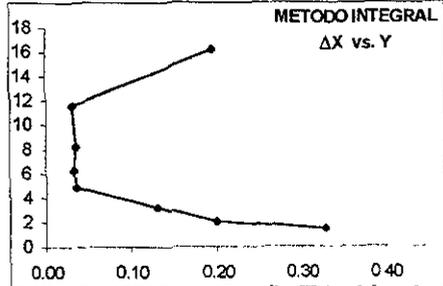
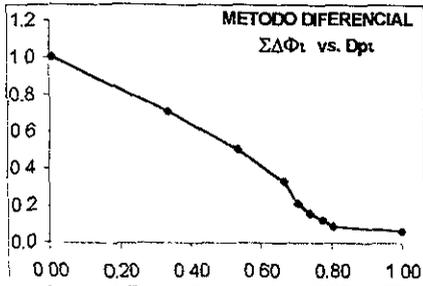


LOTE C

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	\bar{D}_{pt}	m_i (g)	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	$D\Phi_i/D_{pt}$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_i$ Σ	ΔX	Y	AREA $(\Delta X)(Y)$
20	1.0050	2.44	0.0082	0.0081	0.0081			
30	0.7115	98.09	0.3286	0.4619	0.3368	0.3286	1.4477	0.4757
40	0.5050	59.54	0.1995	0.3950	0.5362	0.1995	2.0379	0.4065
60	0.3340	38.81	0.1300	0.3893	0.6663	0.1300	3.2066	0.4169
80	0.2115	10.97	0.0368	0.1738	0.7030	0.0368	4.8733	0.1791
100	0.1610	10.26	0.0344	0.2135	0.7374	0.0344	6.2585	0.2151
150	0.1255	10.80	0.0362	0.2883	0.7736	0.0362	8.2019	0.2968
200	0.0890	9.32	0.0312	0.3508	0.8048	0.0312	11.5644	0.3611
270	0.0635	58.27	0.1952	3.0742	1.0000	0.1952	16.1907	3.1606
Σ		298.50	1.0000	5.3548		0.9918		5.5117

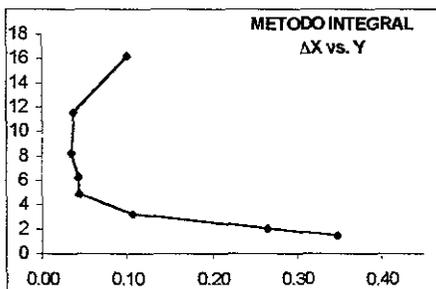
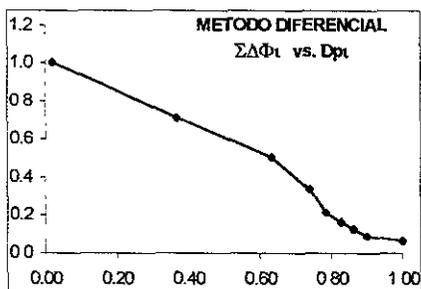


LOTE D

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	D_{p_i}	m_i (g)	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	$\Delta\Phi_i/D_{p_i}$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_i \Sigma$	ΔX	Y	AREA (ΔX)(Y)
20	1.0050	2.05	0.0206	0.0205	0.0205			
30	0.7115	34.63	0.3480	0.4892	0.3686	0.3480	1.4477	0.5039
40	0.5050	26.36	0.2649	0.5246	0.6336	0.2649	2.0379	0.5399
60	0.3340	10.56	0.1061	0.3178	0.7397	0.1061	3.2066	0.3403
80	0.2115	4.41	0.0443	0.2096	0.7840	0.0443	4.8733	0.2160
100	0.1610	4.29	0.0431	0.2678	0.8271	0.0431	6.2585	0.2698
150	0.1255	3.47	0.0349	0.2779	0.8620	0.0349	8.2019	0.2860
200	0.0890	3.79	0.0381	0.4280	0.9001	0.0381	11.5644	0.4405
270	0.0635	9.94	0.0999	1.5732	1.0000	0.0999	16.1907	1.6174
Σ		99.50	1.0000	4.1085		0.9794		4.2139

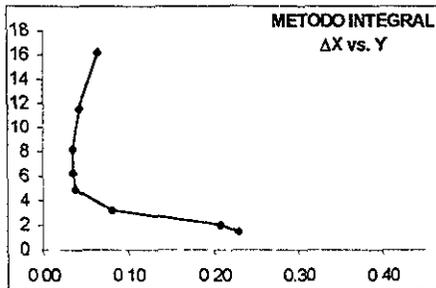
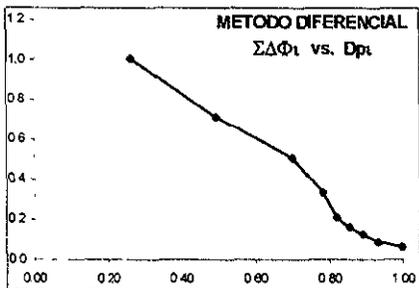


LOTE E

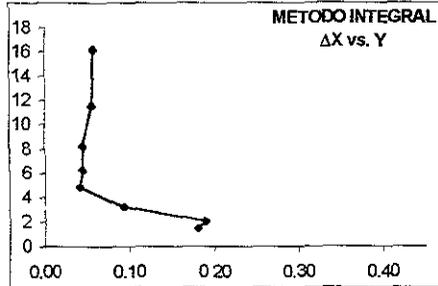
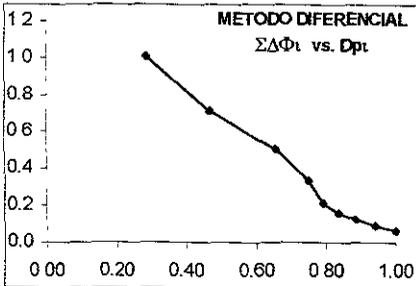
METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

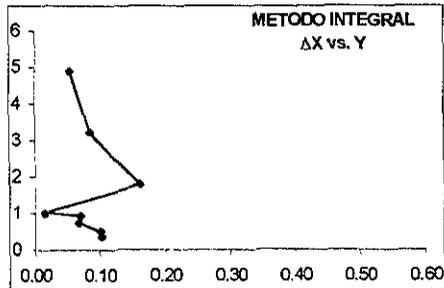
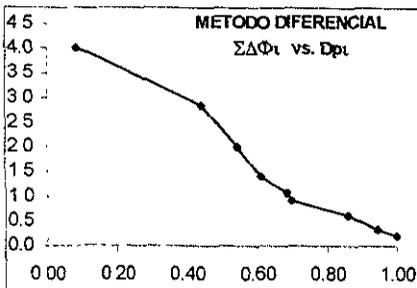
Número de malla	D_{p_i}	m_i (g)	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	D_{p_i}/D_{p_i} (mm^{-1})	$\Delta\Phi_i \Sigma$	ΔX	Y	AREA (ΔX)(Y)
20	1.0050	52.91	0.2664	0.2651	0.2651			
30	0.7115	45.41	0.2286	0.3213	0.4950	0.2286	1.4477	0.3310
40	0.5050	41.19	0.2074	0.4107	0.7024	0.2074	2.0379	0.4226
60	0.3340	16.13	0.0812	0.2432	0.7836	0.0812	3.2066	0.2604
80	0.2115	7.48	0.0377	0.1781	0.8213	0.0377	4.8733	0.1835
100	0.1610	7.20	0.0363	0.2252	0.8576	0.0363	6.2585	0.2269
150	0.1255	7.01	0.0353	0.2812	0.8929	0.0353	8.2019	0.2895
200	0.0890	8.43	0.0424	0.4789	0.9353	0.0424	11.5644	0.4909
270	0.0635	12.85	0.0647	1.0189	1.0000	0.0647	16.1907	1.0475
Σ		198.61	1.0000	3.4205		0.7336		3.2524



LOTE F		METODO DIFERENCIAL				METODO INTEGRAL		
Número de malla	\bar{D}_{pt}	m_t (g)	fracción $m_t/m_t \Delta\Phi_t$	$D\Phi_t/D_{pt}$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_t$ Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX)(Y)
20	1.0050	85.87	0.2881	0.2867	0.2867			
30	0.7115	53.68	0.1801	0.2531	0.4682	0.1801	1.4477	0.2607
40	0.5050	56.34	0.1890	0.3743	0.6572	0.1890	2.0379	0.3852
60	0.3340	27.91	0.0936	0.2804	0.7509	0.0936	3.2068	0.3003
80	0.2115	12.57	0.0422	0.1994	0.7930	0.0422	4.8733	0.2055
100	0.1610	13.62	0.0457	0.2838	0.8387	0.0457	6.2585	0.2860
150	0.1255	13.87	0.0465	0.3708	0.8853	0.0465	8.2019	0.3817
200	0.0890	16.75	0.0562	0.6314	0.9415	0.0562	11.5644	0.6499
270	0.0635	17.45	0.0585	0.9220	1.0000	0.0585	16.1907	0.9479
Σ		298.06	1.0000	3.6019		0.7119		3.4171



LOTE G		METODO DIFERENCIAL				METODO INTEGRAL		
Número de malla	\bar{D}_{pt}	m_t (g)	fracción $m_t/m_t \Delta\Phi_t$	$D\Phi_t/D_{pt}$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_t$ Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX)(Y)
4	4.0130	34.02	0.3405	0.0849	0.0849			
6	2.8445	10.30	0.1031	0.0362	0.4436	0.1031	0.3620	0.0373
8	2.0065	10.12	0.1013	0.0505	0.5449	0.1013	0.5145	0.0521
10	1.4095	6.80	0.0681	0.0483	0.6130	0.0681	0.7309	0.0498
14	1.0840	7.04	0.0705	0.0650	0.6835	0.0705	0.9281	0.0654
18	0.9165	1.46	0.0146	0.0159	0.6981	0.0146	1.0020	0.0146
20	0.6265	16.08	0.1610	0.2569	0.8591	0.1610	1.7907	0.2882
40	0.3330	8.56	0.0857	0.2573	0.9447	0.0857	3.2230	0.2762
60	0.2105	5.52	0.0563	0.2625	1.0000	0.0563	4.8897	0.2702
Σ		99.90	1.0000	1.0776		0.6595		1.0538

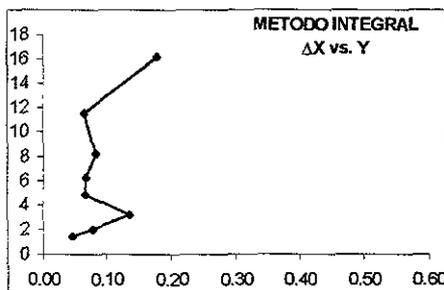
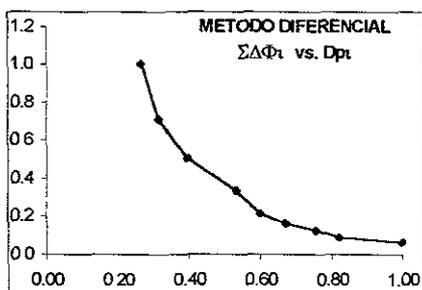


LOTE H 30 min.

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	$\frac{m}{D_{pt}}$	m (g)	fracción m/mt $\Delta\Phi_t$	$D\Phi_t/D_{pt}$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_t$ Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX) (Y)
20	1.0050	26.76	0.2690	0.2676	0.2676			
30	0.7115	4.72	0.0474	0.0667	0.3164	0.0474	1.4477	0.0687
40	0.5050	7.88	0.0792	0.1568	0.3956	0.0792	2.0379	0.1614
60	0.3340	13.63	0.1370	0.4102	0.5326	0.1370	3.2066	0.4393
80	0.2115	6.81	0.0684	0.3236	0.6011	0.0684	4.8733	0.3336
100	0.1610	6.87	0.0691	0.4289	0.6701	0.0691	6.2585	0.4322
150	0.1255	8.36	0.0840	0.6896	0.7541	0.0840	8.2019	0.6892
200	0.0890	6.59	0.0662	0.7442	0.8204	0.0662	11.5644	0.7660
270	0.0635	17.87	0.1796	2.8286	1.0000	0.1796	16.1907	2.9081
Σ		99.49	1.0000	5.8963		0.7310		5.7984

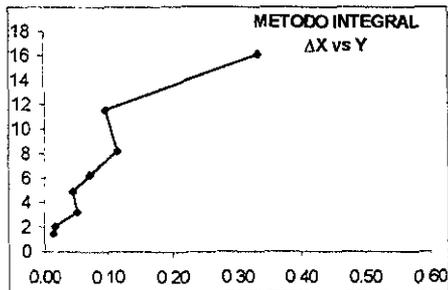
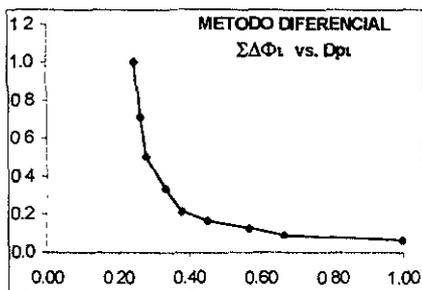


LOTE I 45 min.

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	$\frac{m}{D_{pt}}$	m (g)	fracción m/mt $\Delta\Phi_t$	$D\Phi_t/D_{pt}$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_t$ Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX) (Y)
20	1.0050	24.92	0.2507	0.2495	0.2495			
30	0.7115	1.42	0.0143	0.0201	0.2650	0.0143	1.4477	0.0207
40	0.5050	1.70	0.0171	0.0339	0.2821	0.0171	2.0379	0.0349
60	0.3340	5.26	0.0529	0.1585	0.3350	0.0529	3.2066	0.1697
80	0.2115	4.57	0.0460	0.2174	0.3810	0.0460	4.8733	0.2241
100	0.1610	7.19	0.0723	0.4493	0.4534	0.0723	6.2585	0.4527
150	0.1255	11.52	0.1159	0.9236	0.5693	0.1159	8.2019	0.9507
200	0.0890	9.65	0.0971	1.0909	0.6664	0.0971	11.5644	1.1228
270	0.0635	33.16	0.3336	5.2541	1.0000	0.3336	16.1907	5.4018
Σ		99.39	1.0000	8.3972		0.7493		8.3773

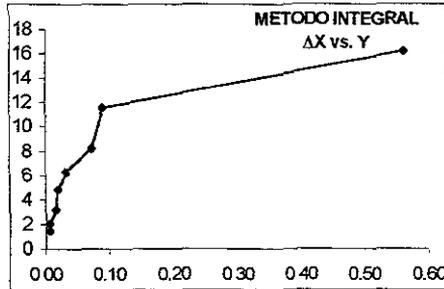
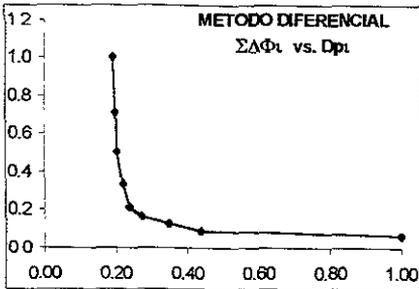


LOTE J 60 min.

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	D _{pt}	m _t (g)	fracción m _t /m _t ΔΦ _t	DΦ _t /Dp _t (mm ⁻¹)	ΔΦ _t Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX)(Y)
20	1.0050	19.12	0.1924	0.1915	0.1915			
30	0.7115	0.63	0.0063	0.0089	0.1988	0.0063	1.4477	0.0092
40	0.5050	0.54	0.0054	0.0108	0.2042	0.0054	2.0379	0.0111
60	0.3340	1.66	0.0167	0.0500	0.2209	0.0167	3.2066	0.0536
80	0.2115	1.91	0.0192	0.0909	0.2401	0.0192	4.8733	0.0937
100	0.1610	3.26	0.0326	0.2038	0.2729	0.0326	6.2585	0.2053
150	0.1255	7.34	0.0739	0.5886	0.3468	0.0739	8.2019	0.6058
200	0.0890	9.04	0.0910	1.0222	0.4378	0.0910	11.5644	1.0520
270	0.0635	56.87	0.5622	8.8542	1.0000	0.5622	16.1907	9.1031
Σ		99.37	1.0000	11.0207		0.8076		11.1338

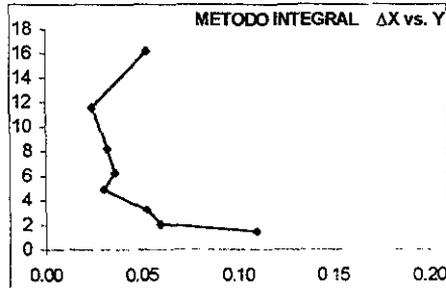
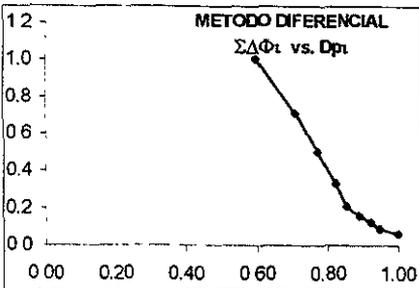


LOTES KL,M 1ra. vez

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	D _{pt}	m _t (g)	fracción m _t /m _t ΔΦ _t	DΦ _t /Dp _t (mm ⁻¹)	ΔΦ _t Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX)(Y)
20	1.0050	59.90	0.6010	0.5981	0.5981			
30	0.7115	10.93	0.1097	0.1541	0.7107	0.1097	1.4477	0.1588
40	0.5050	5.93	0.0595	0.1178	0.7702	0.0595	2.0379	0.1213
60	0.3340	5.27	0.0529	0.1583	0.8231	0.0529	3.2066	0.1696
80	0.2115	3.07	0.0308	0.1456	0.8539	0.0308	4.8733	0.1501
100	0.1610	3.63	0.0364	0.2262	0.8903	0.0364	6.2585	0.2280
150	0.1255	3.23	0.0324	0.2582	0.9227	0.0324	8.2019	0.2658
200	0.0890	2.47	0.0248	0.2785	0.9475	0.0248	11.5644	0.2866
270	0.0635	5.23	0.0525	0.8264	1.0000	0.0525	16.1907	0.8497
Σ		99.66	1.0000	2.7634		0.3990		2.2298

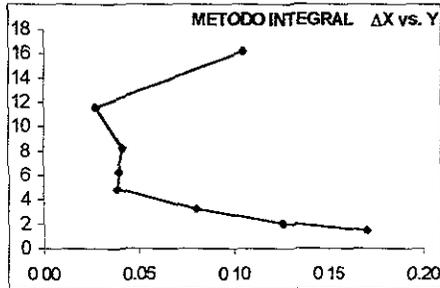
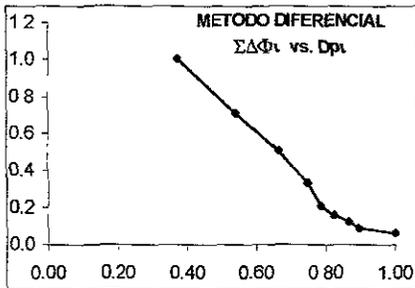


LOTES KL,M 2da. vez

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	\bar{D}_{pt}	m_i (g)	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	$D\Phi_i/D_{pt}$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_i$ Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX) (Y)
20	1.0050	37.00	0.3720	0.3702	0.3702			
30	0.7115	16.93	0.1702	0.2393	0.5423	0.1702	1.4477	0.2465
40	0.5050	12.50	0.1257	0.2489	0.6680	0.1257	2.0379	0.2561
60	0.3340	7.97	0.0801	0.2398	0.7481	0.0801	3.2066	0.2570
80	0.2115	3.83	0.0385	0.1821	0.7866	0.0385	4.8733	0.1877
100	0.1610	3.93	0.0395	0.2454	0.8261	0.0395	6.2585	0.2473
150	0.1255	4.13	0.0415	0.3309	0.8677	0.0415	8.2019	0.3406
200	0.0890	2.73	0.0275	0.3084	0.8951	0.0275	11.5644	0.3175
270	0.0635	10.43	0.1049	1.6516	1.0000	0.1049	16.1907	1.6980
Σ		99.45	1.0000	3.8168		0.6280		3.5507

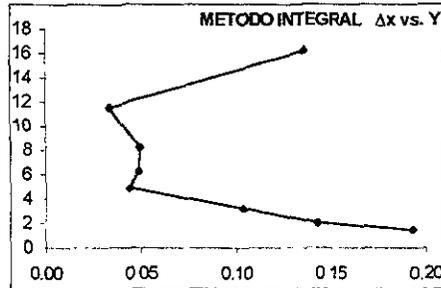
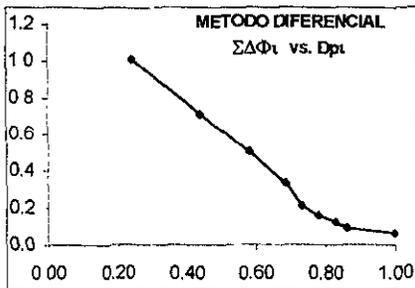


LOTES KL,M 3ra. vez

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	\bar{D}_{pt}	m_i (g)	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	$D\Phi_i/D_{pt}$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_i$ Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX) (Y)
20	1.0050	24.47	0.2466	0.2454	0.2454			
30	0.7115	19.20	0.1935	0.2720	0.4402	0.1935	1.4477	0.2802
40	0.5050	14.20	0.1431	0.2834	0.5833	0.1431	2.0379	0.2917
60	0.3340	10.30	0.1038	0.3108	0.6871	0.1038	3.2066	0.3329
80	0.2115	4.37	0.0440	0.2083	0.7312	0.0440	4.8733	0.2147
100	0.1610	4.87	0.0491	0.3049	0.7803	0.0491	6.2585	0.3072
150	0.1255	4.90	0.0494	0.3935	0.8297	0.0494	8.2019	0.4051
200	0.0890	3.40	0.0343	0.3851	0.8639	0.0343	11.5644	0.3963
270	0.0635	13.50	0.1361	2.1429	1.0000	0.1361	16.1907	2.2031
Σ		99.21	1.0000	4.5464		0.7534		4.4312

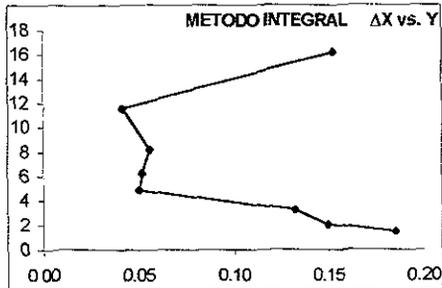
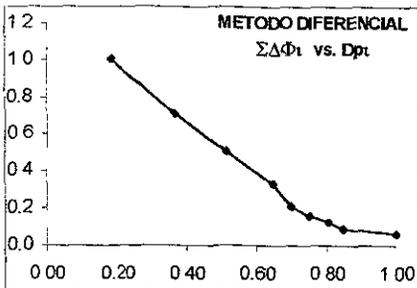


LOTES K,L,M 4ta. vez

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	\bar{D}_{pt}	m_i (g)	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	$D\Phi_i/D_{pt}$ (mm^3)	$\Delta\Phi_i \Sigma$	ΔX	Y	AREA (ΔX) (Y)
20	1.0050	17.63	0.1784	0.1775	0.1775			
30	0.7115	18.37	0.1859	0.2612	0.3643	0.1859	1.4477	0.2691
40	0.5050	14.80	0.1498	0.2965	0.5140	0.1498	2.0379	0.3052
60	0.3340	13.07	0.1322	0.3959	0.6463	0.1322	3.2066	0.4241
80	0.2115	5.00	0.0506	0.2392	0.6969	0.0506	4.8733	0.2465
100	0.1610	5.17	0.0523	0.3249	0.7492	0.0523	6.2585	0.3274
150	0.1255	5.53	0.0560	0.4459	0.8051	0.0560	8.2019	0.4589
200	0.0890	4.13	0.0418	0.4695	0.8469	0.0418	11.5644	0.4833
270	0.0635	15.13	0.1531	2.4109	1.0000	0.1531	16.1907	2.4787
Σ		98.83	1.0000	5.0216		0.8216		4.9631

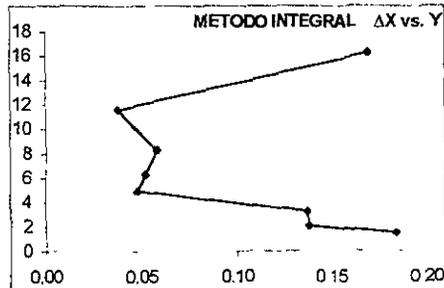
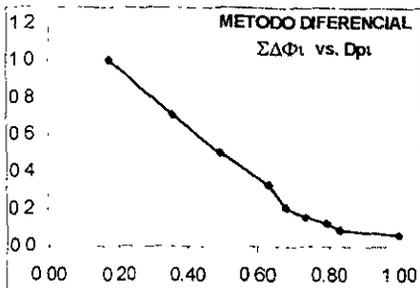


LOTES K,L,M 5ta. vez

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	\bar{D}_{pt}	m_i (g)	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	$D\Phi_i/D_{pt}$ (mm^3)	$\Delta\Phi_i \Sigma$	ΔX	Y	AREA (ΔX) (Y)
20	1.0050	17.10	0.1735	0.1726	0.1726			
30	0.7115	18.17	0.1843	0.2591	0.3578	0.1843	1.4477	0.2668
40	0.5050	13.57	0.1377	0.2726	0.4954	0.1377	2.0379	0.2805
60	0.3340	13.53	0.1372	0.4109	0.6327	0.1372	3.2066	0.4401
80	0.2115	4.77	0.0484	0.2288	0.6911	0.0484	4.8733	0.2358
100	0.1610	5.17	0.0524	0.3257	0.7335	0.0524	6.2585	0.3282
150	0.1255	5.73	0.0581	0.4632	0.7916	0.0581	8.2019	0.4767
200	0.0890	3.77	0.0382	0.4297	0.8299	0.0382	11.5644	0.4423
270	0.0635	16.77	0.1701	2.6790	1.0000	0.1701	16.1907	2.7543
Σ		98.58	1.0000	5.2415		0.8265		5.2248

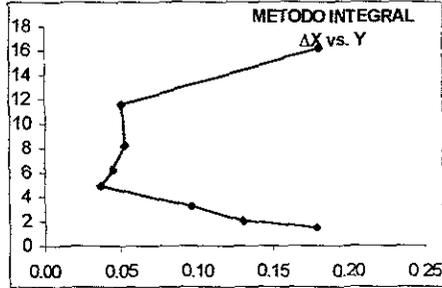
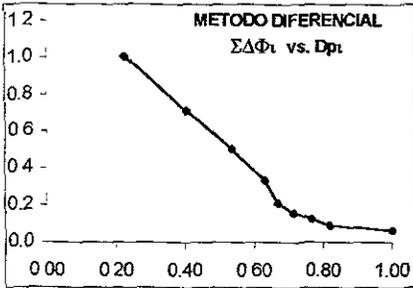


LOTES N,O,P 3ra. vez

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	\bar{D}_{pt}	m_i (g)	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	$D\Phi_i/D_{pt}$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_i$ Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX) (Y)
20	1.0050	22.67	0.2285	0.2273	0.2273			
30	0.7115	17.73	0.1787	0.2511	0.4071	0.1787	1.4477	0.2587
40	0.5050	12.93	0.1303	0.2580	0.5374	0.1303	2.0379	0.2656
60	0.3340	9.53	0.0960	0.2875	0.6335	0.0960	3.2066	0.3080
80	0.2115	3.67	0.0370	0.1749	0.6705	0.0370	4.8733	0.1802
100	0.1610	4.47	0.0450	0.2798	0.7155	0.0450	6.2585	0.2619
150	0.1255	5.23	0.0527	0.4200	0.7682	0.0527	8.2019	0.4323
200	0.0890	5.03	0.0507	0.5696	0.8189	0.0507	11.5644	0.5862
270	0.0635	17.97	0.1811	2.8519	1.0000	0.1811	16.1907	2.9320
Σ		99.23	1.0000	5.3201		0.7715		5.2449

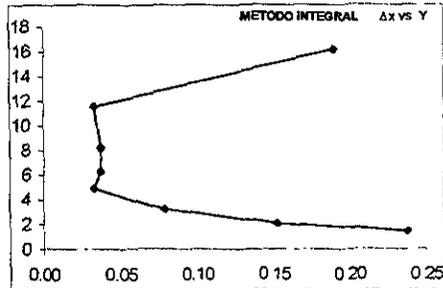
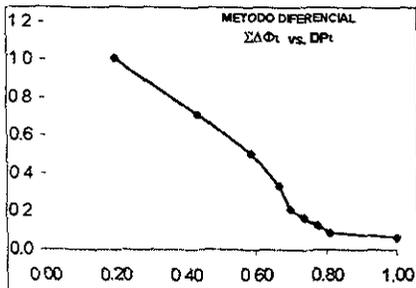


LOTES N,O,P 4ta. vez

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	\bar{D}_{pt}	m_i	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	$D\Phi_i/D_{pt}$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_i$ Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX) (Y)
20	1.0050	19.63	0.1986	0.1976	0.1976			
30	0.7115	23.53	0.2380	0.3345	0.4366	0.2380	1.4477	0.3446
40	0.5050	15.07	0.1524	0.3019	0.5890	0.1524	2.0379	0.3107
60	0.3340	7.80	0.0789	0.2362	0.6679	0.0789	3.2066	0.2530
80	0.2115	3.30	0.0334	0.1578	0.7013	0.0334	4.8733	0.1627
100	0.1610	3.70	0.0374	0.2325	0.7387	0.0374	6.2585	0.2342
150	0.1255	3.73	0.0377	0.3006	0.7765	0.0377	8.2019	0.3095
200	0.0890	3.30	0.0334	0.3751	0.8098	0.0334	11.5644	0.3860
270	0.0635	18.80	0.1902	2.9948	1.0000	0.1902	16.1907	3.0790
Σ		98.86	1.0000	5.1309		0.8014		5.0796

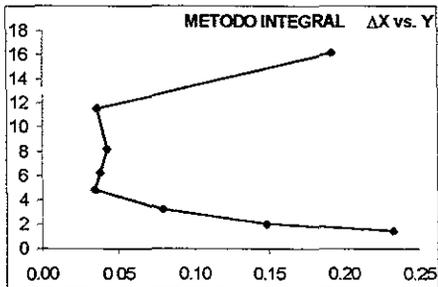
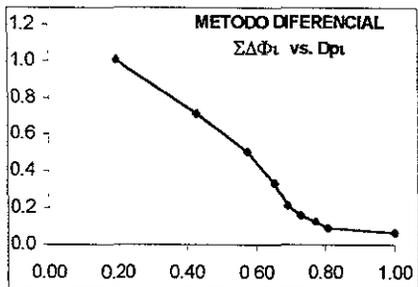


LOTES N,Q,P 5ta. vez

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	\bar{D}_{pi}	m_i (g)	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	$D\Phi_i/D_{pi}$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_i$ Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX) (Y)
20	1.0050	19.27	0.1954	0.1944	0.1944			
30	0.7115	22.93	0.2325	0.3268	0.4279	0.2325	1.4477	0.3366
40	0.5050	14.60	0.1481	0.2932	0.5760	0.1481	2.0379	0.3017
60	0.3340	7.80	0.0791	0.2368	0.6551	0.0791	3.2066	0.2536
80	0.2115	3.47	0.0352	0.1664	0.6903	0.0352	4.8733	0.1715
100	0.1610	3.80	0.0385	0.2394	0.7288	0.0385	6.2585	0.2412
150	0.1255	4.20	0.0426	0.3394	0.7714	0.0426	8.2019	0.3493
200	0.0890	3.57	0.0362	0.4068	0.8076	0.0362	11.5644	0.4187
270	0.0635	18.97	0.1924	3.0295	1.0000	0.1924	16.1907	3.1147
Σ		98.61	1.0000	5.2327		0.8046		5.1873

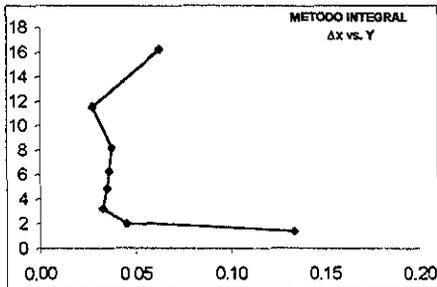
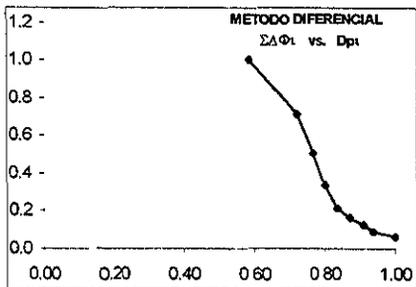


LOTES Q,R,S 1a. vez

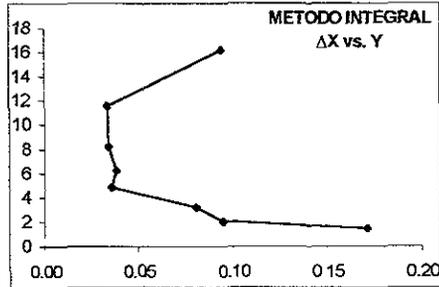
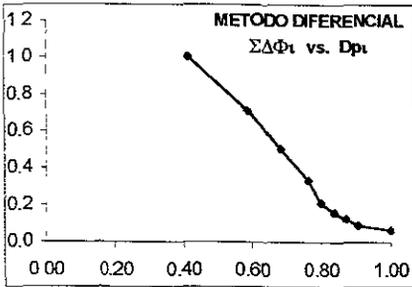
METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

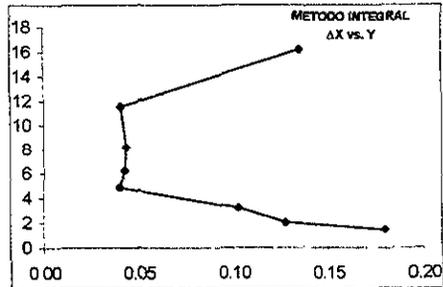
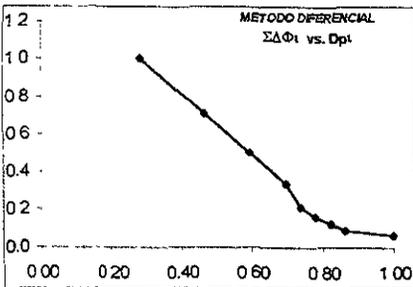
Número de malla	\bar{D}_{pi}	m_i (g)	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	$D\Phi_i/D_{pi}$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_i$ Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX) (Y)
20	1.0050	58.90	0.5895	0.5866	0.5866			
30	0.7115	13.37	0.1338	0.1881	0.7234	0.1338	1.4477	0.1937
40	0.5050	4.50	0.0450	0.0892	0.7684	0.0450	2.0379	0.0918
60	0.3340	3.27	0.0327	0.0980	0.8011	0.0327	3.2066	0.1050
80	0.2115	3.47	0.0347	0.1642	0.8359	0.0347	4.8733	0.1693
100	0.1610	3.63	0.0363	0.2257	0.8722	0.0363	6.2585	0.2274
150	0.1255	3.77	0.0377	0.3007	0.9099	0.0377	8.2019	0.3095
200	0.0890	2.77	0.0277	0.3115	0.9376	0.0277	11.5644	0.3206
270	0.0635	6.23	0.0624	0.9820	1.0000	0.0624	16.1907	1.0096
Σ		99.91	1.0000	2.9459		0.4105		2.4268



LOTES Q,R,S 2da. vez			METODO DIFERENCIAL			METODO INTEGRAL		
Número de malla	D_{p_i}	m_i (g)	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	$D\Phi_i/Dp_i$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_i$ Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX)(Y)
20	1.0050	41.47	0.4158	0.4137	0.4137			
30	0.7115	17.10	0.1714	0.2410	0.5872	0.1714	1.4477	0.2482
40	0.5050	9.47	0.0949	0.1880	0.6822	0.0949	2.0379	0.1935
60	0.3340	8.07	0.0809	0.2422	0.7631	0.0809	3.2066	0.2594
80	0.2115	3.60	0.0361	0.1707	0.7992	0.0361	4.8733	0.1759
100	0.1610	3.83	0.0384	0.2385	0.8376	0.0384	6.2585	0.2403
150	0.1255	3.43	0.0344	0.2740	0.8720	0.0344	8.2019	0.2821
200	0.0890	3.37	0.0338	0.3796	0.9058	0.0338	11.5644	0.3907
270	0.0635	9.40	0.0942	1.4842	1.0000	0.0942	16.1907	1.5259
Σ		99.74	1.0000	3.6319		0.5842		3.3161



LOTES Q,R,S 3ra. vez			METODO DIFERENCIAL			METODO INTEGRAL		
Número de malla	D_{p_i}	m_i (g)	fracción $m_i/m_t \Delta\Phi_i$	$D\Phi_i/Dp_i$ (mm^{-1})	$\Delta\Phi_i$ Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX)(Y)
20	1.0050	28.43	0.2854	0.2839	0.2839			
30	0.7115	17.97	0.1804	0.2535	0.4657	0.1804	1.4477	0.2611
40	0.5050	12.73	0.1278	0.2530	0.5935	0.1278	2.0379	0.2604
60	0.3340	10.23	0.1027	0.3074	0.6962	0.1027	3.2066	0.3293
80	0.2115	4.03	0.0404	0.1913	0.7366	0.0404	4.8733	0.1971
100	0.1610	4.30	0.0432	0.2681	0.7798	0.0432	6.2585	0.2701
150	0.1255	4.37	0.0439	0.3495	0.8236	0.0439	8.2019	0.3598
200	0.0890	4.07	0.0409	0.4590	0.8645	0.0409	11.5644	0.4724
270	0.0635	13.50	0.1355	2.1339	1.0000	0.1355	16.1907	2.1939
Σ		99.63	1.0000	4.4996		0.7146		4.3440

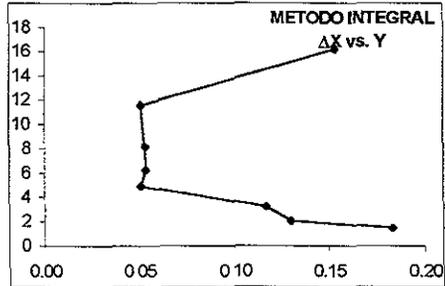
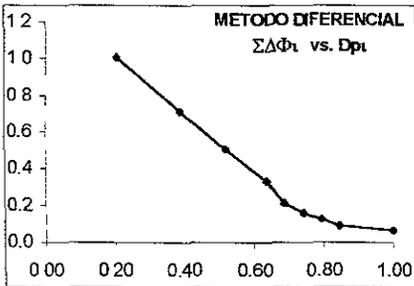


LOTES Q,R,S 4ta. vez

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	D _{pt}	m _i (g)	fracción m _i /m _t ΔΦ _i	DΦ _i /D _{pt} (mm ⁻¹)	ΔΦ _i Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX)(Y)
20	1.0050	20.57	0.2069	0.2059	0.2059			
30	0.7115	18.23	0.1834	0.2578	0.3903	0.1834	1.4477	0.2655
40	0.5050	12.90	0.1298	0.2570	0.5201	0.1298	2.0379	0.2645
60	0.3340	11.60	0.1167	0.3494	0.6368	0.1167	3.2066	0.3742
80	0.2115	5.10	0.0513	0.2426	0.6881	0.0513	4.8733	0.2500
100	0.1610	5.33	0.0536	0.3331	0.7418	0.0536	6.2585	0.3356
150	0.1255	5.30	0.0533	0.4249	0.7951	0.0533	8.2019	0.4373
200	0.0890	5.10	0.0513	0.5765	0.8464	0.0513	11.5644	0.5933
270	0.0635	15.27	0.1536	2.4192	1.0000	0.1536	16.1907	2.4872
Σ		99.40	1.0000	5.0663		0.7931		5.0077

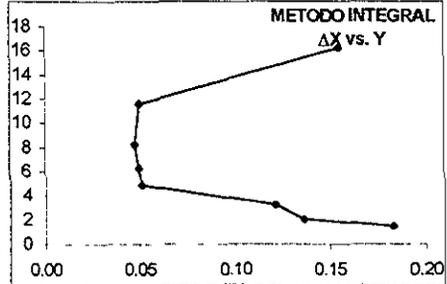
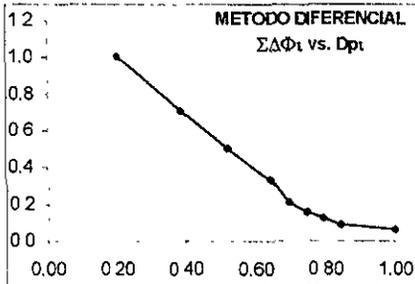


LOTES Q,R,S 5ta. vez

METODO DIFERENCIAL

METODO INTEGRAL

Número de malla	D _{pt}	m _i (g)	fracción m _i /m _t ΔΦ _i	DΦ _i /D _{pt} (mm ⁻¹)	ΔΦ _i Σ	ΔX	Y	AREA (ΔX)(Y)
20	1.0050	20.33	0.2049	0.2039	0.2039			
30	0.7115	18.17	0.1831	0.2574	0.3881	0.1831	1.4477	0.2651
40	0.5050	13.50	0.1381	0.2695	0.5241	0.1361	2.0379	0.2773
60	0.3340	12.00	0.1210	0.3621	0.6451	0.1210	3.2066	0.3879
80	0.2115	5.07	0.0511	0.2416	0.6962	0.0511	4.8733	0.2490
100	0.1610	4.97	0.0501	0.3112	0.7463	0.0501	6.2585	0.3135
150	0.1255	4.77	0.0481	0.3831	0.7944	0.0481	8.2019	0.3943
200	0.0890	4.97	0.0501	0.5629	0.8445	0.0501	11.5644	0.5793
270	0.0635	15.43	0.1555	2.4493	1.0000	0.1555	16.1907	2.5181
Σ		99.21	1.0000	5.0409		0.7951		4.9847



CAPITULO VII

ANÁLISIS DE RESULTADOS

De cada modelo experimental obtuvimos A_w (área total), la cual se basan los siguientes resultados:

-Lotes A, B y C. *Granulado placebo sometido molienda manual pasada por malla número 20 a 100g, 200g y 300g.* Observamos que la mayoría de la masa retenida durante el tamizado se retiene en las mallas 30 y 60 y que, además, hay una considerable fracción de masa al final que pasa la última malla. De los gráficos por método diferencial se observa un comportamiento similar a diferentes cantidades de granulado, es casi lineal al inicio para terminar en una semicurva al llegar a la unidad. Y de los gráficos por método integral observamos el mismo comportamiento.

-Lotes D, E, y F. *Granulado placebo sometido a molino oscilador pasado por malla número 20 a 100g, 200g y 300g.* En este caso, el comportamiento de masa retenida cambia, la mayoría de masa retenida queda entre las mallas 20 y 60, y al igual que en el modelo experimental anterior, queda una considerable fracción al final pasando la última malla. De los gráficos del método diferencial podemos observar que existe una tendencia lineal al principio, no tan marcada como en la molienda manual, pero las tres curvas son muy similares y ordenadas. Y de los gráficos por método integral podemos observar el mismo comportamiento, aunque el área disminuye

un poco a diferencia de los lotes A, B y C debido a que queda masa retenida desde la malla 20.

Al analizar la molienda manual contra la del molino oscilador con la misma sustancia (granulado placebo), observamos que las distribuciones de masa retenida son más claras y uniformes con el molino oscilador y que manualmente o con el molino, la distribución del tamaño de partícula obtenida no se ve significativamente modificada por el tamaño del lote.

-Lotes G, H, I y J. *Sal gruesa (100 g) sometida a molino de bolas a 0,30,45 y 60 minutos.* Esta es una molienda de una materia prima en donde observamos claramente que a mayor tiempo de molienda, las partículas se van fraccionando más uniformemente y de la misma manera se distribuyen en las mallas durante la tamización. Paulatinamente se va observando que en los gráficos por método diferencial, estos se van alineando en una gráfica tipo 'L' y por método integral el área es más definida.

-Lotes K, L y M. *Grageas color naranja (100 g) pasadas por molino de rodillos 5 veces y efectuando análisis de partícula cada vez.* Al igual que en la molienda de la sal gruesa, se puede ver paulatinamente el comportamiento de las fracciones retenidas entre cada malla, esta vez se varía el número de veces de molienda en vez del tiempo de molienda para observar los mismos resultados acorde con la materia de alimentación. De los gráficos por método diferencial se observa esto

mismo, mientras se va aumentando el número de veces de molienda, las masas retenidas son más ordenadas y se convierten casi lineales. Y por los gráficos del método integral observamos igualmente una molienda más fina y ordenada hacia el final.

-Lotes N, O y P. *Tabletas antiácidas (100 g) pasadas por molino de rodillos 5 veces y efectuando análisis de partícula cada vez.* En el caso de las tabletas, que por no tener algún tipo de recubrimiento, solo se observa que varía el comportamiento de la fracción retenida entre las mallas de la primera a la segunda molienda y que queda casi constante de la segunda a la quinta molienda, claro está, que con algunas variaciones pero muy pequeñas. Tanto los gráficos diferenciales como las integrales son similares.

-Lotes Q, R, y S. *Grageas color verde (100 g) pasadas por molino de rodillos 5 veces y efectuando análisis de partícula cada vez.* En este caso, los resultados muestran un comportamiento muy similar que con las grageas anteriores, se observa en los gráficos que se van alineando las fracciones retenidas; además, los gráficos están hechos a las mismas escalas para poder compararlos, y esto nos indica que a 100g el molino fue lo suficientemente capaz de romper las grageas grandes y pequeñas para dar resultados similares. Se observa que al incrementar el número de veces de la molienda, se obtienen partículas más finas y mediante el análisis de partículas vía tamizado se observan gráficos más alineados y así diseñar experimentalmente a qué tamaño de partícula queremos llegar.

CONCLUSIONES

El objetivo de este modelo experimental fue el diseñar una práctica de molienda para el Laboratorio de Operaciones Unitarias Farmacéuticas en las instalaciones de la Planta Piloto de Tecnología Farmacéutica, la cual introduce al estudiante de manera didáctica y sencilla al estudio y comprensión de esta operación unitaria además de relacionarla con la práctica de mezclado ya que surge como una continuación de ésta última.

Esta práctica permite al estudiante observar el uso y aplicación de la molienda al utilizar materiales de alimentación (materia prima, producto en proceso y producto terminado), tipos de molinos, cantidades y tiempos; y de esta manera poder diseñar experimentalmente a qué tamaño de partícula es necesario reducir un material para ser utilizado en la elaboración de una forma farmacéutica que cumpla con las características de calidad que se requieran.

La Planta Piloto de Tecnología Farmacéutica esta debidamente equipada para la realización de esta práctica ya que cuenta con los tres tipos de molino propuestos (de fácil manejo), dos tamizadores, dos series de mallas para su utilización y los materiales necesarios por lo tanto esta práctica se puede desarrollar en óptimas condiciones.

Ahora bien, para la realización de esta propuesta de práctica de molienda es necesario tener en cuenta que en una siguiente etapa se

realizarán los formatos de laboratorio de esta materia ya que actualmente no cuentan con un manual de prácticas, es decir, en esta propuesta se dan los elementos (variables) a desarrollarse para que el método experimental de esta práctica sea adecuado al número de sesiones propuestas por el personal docente de esta Planta Piloto de Tecnología Farmacéutica.

CAPITULO VIII

BIBLIOGRAFÍA

- Badger, Walter L. and Banchemo, Julius T., Introducción a la Ingeniería Química, Mc. Graw Hill, México, 1984. p.p. 683-709.
- Facultad de Química Prácticas de Tecnología Farmacéutica. UNAM; Ciudad Universitaria, 1991. p.p.57-68.
- Foust, Alan S. et al., Principios de Operaciones Unitarias, Cía. Editorial Continental S.A., México, 1974. p.p. 657-675, 686.
- Granger, Brown George, Unit Operations, John Wiley and Sons Inc., USA, 1982. p.p. 25-48.
- Lachman, Leo et al, The theory and practice of Industry Pharmacy, Chapter 15 Milling, 2nd Edition, Lea and Febiger, Pha. P.p. 466-485.
- Lancin, Marcel and Merson, Richard L., Food Engineering, Principles and Selected Applications, Academic Press Inc., USA, 1982. p.p. 246-256.
- Mc. Cabe, Warren L. and Smith, Julian C., Unit Operations of Chemical Engineering, Chapter 4, Size Reduction, Mc. Graw Hill, USA, 1963. p.p. 201-241.
- Norman, N. Potter, La ciencia de los Alimentos, Edutex, S:A; México, 1973. p.p. 91-92.
- USP XXII, The United States Pharmacopeia, USA, 1991. p.p. 207-210,1255.
- Pharmaceutical Dosage Forms, Vol. II Tablets, Chapter 3, Size Reduction, USA , 1981. p.p. 77-151.
- Remington, Farmacología, Vol. I, 17ava. Edición. Editorial Médica Panamericana, Argentina, 1987. p.p. 423-439, 461-481.
- Serdán Alvarez Manuel, Reducción de Tamaño, Tesis, UNAM, México, 1973.
- Smith, Colin, et al., Diccionario Inglés-Español, Español-Inglés, Collins London and Glasgow, Gran Bretaña, 1978.
- Spears, Richard A., NTC'S American Idioms Dictionary, National Textbook Co., Illinois, USA, 1990.

Las anomalías por fuga se generan por la migración de los elementos contenidos en fluidos que migran por espacios abiertos (investigación sobre el reflejo de los clavos de mineral mediante muestro superficial y de barrenos en las vetas La Ciénega-Jessica-Las Casas-Rosario).

Evidentemente en los muestreos mencionados anteriormente, las dispersiones siguen leyes totalmente diferentes.

Una condición importante que debe cumplir un conjunto de datos geológico-geoquímicos para poder ser interpretados, es que todos ellos tengan un origen y características similares y que hayan sido tomados en el mismo tipo de roca. En caso de tener dos o más grupos independientemente homogéneos, se interpretarán individualmente. Una vez teniendo a las muestras agrupadas en conjuntos con las características antes mencionadas, lo primero que se debe investigar es el tipo de distribución que sigue cada universo y si se presenta en él una única población o existe otra que podría ser la anómala. Existen varios tipos de distribuciones de los datos de un universo dado, este fenómeno se deberá investigar para saber a cual se ajusta y poder determinar los parámetros que definan a los datos como conjunto.

Sin embargo, el problema no es tan complicado, de todos los tipos de distribuciones conocidos, dos son los más comunes, el normal y el lognormal. De ambos, el último es el más frecuente en los problemas geológicos.

La hipótesis de la distribución de frecuencias lognormal de los contenidos de metales en los yacimientos, fue formulada por primera vez en la URSS por N.K. Rasumosky en 1940, despertando una fuerte polémica. En 1954 L.H. Ahrens publicó "*The lognormal distribution of the elements*", en el cual afirma basándose en ejemplos concretos que la distribución de oligoelementos en las rocas ígneas, se hacen normales o casi normales

cuando la variable (concentración de un elemento) se transforma tomando en vez de la concentración, su logaritmo. Surgieron varias críticas a este trabajo, mismas que fueron contestadas por el autor en artículos posteriores.

Geólogos y geoquímicos de Francia y Sudáfrica, discutieron y aplicaron extensamente la distribución lognormal en la prospección geoquímica de uranio en Francia, y el contenido de oro en los yacimientos de Sudáfrica. Ellos encontraron que de hecho, la lognormalidad o la aproximación a ella, fue comprobada para los oligoelementos estudiados por la geoquímica y para las leyes en los elementos de baja ley: como es el caso de los yacimientos de oro y uranio mencionados al principio de este párrafo. Para los elementos mayores o yacimientos de alta ley se pueden presentar desviaciones con respecto a la lognormalidad, por lo cual deberá ser investigado cada caso en particular.

El que la distribución de frecuencias de los contenidos de oligoelementos sea lognormal, se ha tratado de explicar de dos maneras, una se debe a G. Matheron (1963) y la otra a A.B. Vistelius (1967).

La teoría de Matheron explica la ley lognormal por medio de la noción del efecto proporcional. Simplificado, se da el ejemplo siguiente:

En un yacimiento es más probable que si en un punto se tiene una ley de 1%, los puntos más cercanos a él tendrán leyes comprendidas entre 0.9% y 1.1% que entre 9% y 11%.

En general, en este ejemplo se cumple que la variación de una cantidad X, será directamente proporcional a X:

$$\Delta x = \alpha x$$

Si $\Delta x = \alpha x$ es pequeño, con mayor razón lo será α , que es el coeficiente de proporcionalidad, ya que $\alpha = \frac{\Delta x}{x}$, luego puede considerarse que:

$$\alpha = \Delta \gamma$$

entonces:

$$\Delta \gamma = \frac{\Delta x}{x}$$

Si Δx es infinitamente pequeño, se puede escribir:

$$\delta \gamma = \frac{\delta \chi}{\chi}$$

Integrando:

$$\gamma = \log x$$

Si se considera un gran número de puntos en un yacimiento, se tendrá que las variaciones $\delta \chi$ de la ley en torno a ellos, dará numerosos, pequeños e independientes $\delta \gamma$ por lo cual la suma de estos $\delta \gamma$ dará una variable cuya distribución de frecuencias seguirá la Ley de Gauss o la Ley normal. Luego, si “y” es una variable de distribución normal, “ χ ” será una variable de distribución lognormal de frecuencias.

A.B. Vistelius (1967) , basándose en varios conjuntos de análisis por P_2O_5 en granitos de diversas partes del mundo, todos con más de 60% de SiO_2 , determinó que su distribución de frecuencias aunque presentaba una curva con desviación positiva, no era estrictamente lognormal. Lo mismo comprobó para 4788 análisis por Na_2O de rocas ígneas de distintos lugares y para 200 análisis de Na_2O en 50 muestras de basalto de diferentes regiones del mundo. La distribución de los análisis en los basaltos también presentaba una desviación positiva, pero menor que en el caso de las rocas ígneas en general. De estos ejemplos, Vistelius sacó la conclusión de que la distribución de frecuencias del contenido de un elemento dado en las rocas, tomadas como un solo conjunto, debe presentar una fuerte desviación. Si se considera un conjunto más homogéneo, por ejemplo los basaltos, su

desviación es menor que para un conjunto más heterogéneo, por ejemplo todas las rocas ígneas. Esto conduce a pensar que en un conjunto perfectamente homogéneo, la curva de distribución de frecuencias no presentará desviación y por tanto será simétrica o sea lognormal.

Para comprobar esta suposición, Vistelius analizó por P₂O₅ a 29 muestras de 5.0 gr, cada una tomadas de un trozo de granodiorita de 1.0 kg de peso. Obtuvo, con un alto grado de confianza una distribución lognormal de frecuencias. Los resultados los tradujo en la siguiente afirmación:

Las distribuciones locales son lognormales (simétricas), mientras que las distribuciones de conjunto son desviadas o "asimétricas".

De sus estudios, Vistelius concluyó que la depositación de pequeñas concentraciones de un oligoelemento por procesos geoquímicos, es en general, más estable que la depositación de grandes concentraciones de él, por el mismo proceso geoquímico.

Una vez que se ha investigado el tipo de distribución del grupo de muestras, se procederá a hacer un análisis estadístico, gráfico y descriptivo de él.

Esto es de mucha utilidad, ya que este método casi siempre es el único, con el cual a un gran número de datos difíciles de interpretar, se les pueden extraer los parámetros que rigen su comportamiento. Lo anterior se logra mediante la representación gráfica de la distribución de frecuencias y la elaboración de curvas mediante el uso de gráficas probabilísticas. De esta manera se pueden visualizar los límites inferior y superior que comprende al universo de muestras, el valor promedio de la población, los límites que engloban valores anómalos y la presencia de una o varias poblaciones. Una interpretación estadística confiable, requiere que se trate un buen número de datos (entre mayor sea el número, mejores resultados se pueden

esperar), y que estos provengan de un medio homogéneo.

Los pasos necesarios para la construcción de los histogramas y las curvas de frecuencia acumulada son:

- a) Selección del conjunto de datos que constituirá el universo, el cual deberá ser lo más grande y homogéneo posible.
- b) Agrupar los valores en un número adecuado de clases.
- c) Calcular la frecuencia de la ocurrencia en cada clase.
- d) Construir y suavizar el histograma.
- e) Elaborar la gráfica de probabilidades, considerando en uno de los ejes las frecuencias acumulativas integradas hasta el 99.9% y en el otro las p.p.m. del elemento estudiado en escala logarítmica.

Un factor que es fundamental para obtener interpretaciones correctas es agrupar adecuadamente los valores. Cuando se seleccionan muy pocas clases, se enmascaran importantes características de las curvas. Cuando son demasiadas se pierden detalles valiosos, ya que resaltan los valores erráticos. En estadística, se recomienda trabajar con un número de clases comprendido entre 10 y 20. Para determinar los intervalos logarítmicos, se consideran las siguientes variables:

- a) El número de puntos (n) necesarios para construir el histograma.
- b) El intervalo de distribución de los valores (R), definido como el intervalo comprendido entre el valor más alto y el más bajo de la población.

Las variables anteriores se relacionan con el intervalo logaritmico mediante la siguiente relación:

$$\text{Intervalo logaritmico} = \frac{\log R}{n}$$

En los análisis geoquímicos, por experiencia se ha determinado que las magnitudes logarítmicas de las clases varían entre 0.039 y 0.25, por lo general.

Los histogramas ilustran claramente el comportamiento de los valores considerados en un universo, por ejemplo si existen una o más poblaciones, el intervalo de variabilidad de los valores, la sensibilidad del método analítico y la influencia que ejerce la presencia de valores extraordinarios, tanto altos como bajos.

6.2- Información proporcionada por histogramas y curvas acumulativas.

El objetivo que se persigue al construir el histograma de una población dada, es verificar en primer lugar si la distribución de ésta, se ajusta a un patrón normal o lognormal. Posteriormente se deberán obtener los parámetros básicos los cuales son:

- a.- El background, el cual corresponde al intervalo comprendido entre la muestra de valor más bajo y la media.
- b.- El threshold, el cual está definido por el límite superior del background y el primer quiebre de la recta.
- c.- La anomalía. Este grupo de muestras está comprendido sobre el límite superior del threshold y el valor más alto del universo de muestras.

Al graficar las frecuencias acumulativas, teniendo en el eje de las ordenadas una escala probabilística, se obtiene una línea recta cuando exista una única población, y dos o más, cuando la población sea multimodal. Lo más práctico es calcular de esta gráfica los parámetros mencionados en el párrafo anterior.

A continuación se dan unas definiciones para aclarar mejor las ideas:

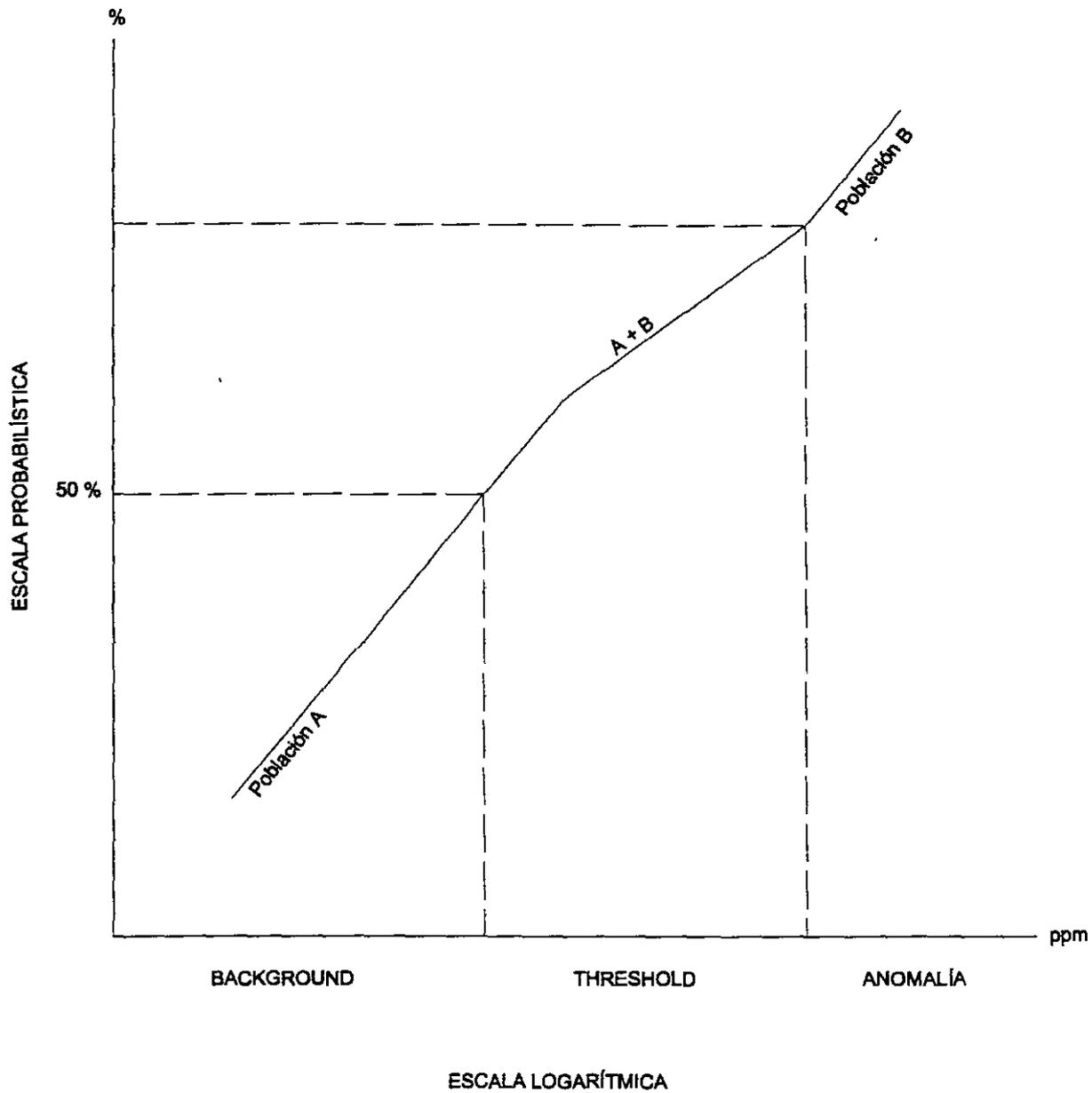
Background: Se define como la concentración normal de un elemento dado en un tipo particular de roca. Es oportuno mencionar que este término implica un intervalo, cuyo límite inferior es igual al valor más bajo del conjunto de muestras y el superior corresponderá a la media de todos los valores. El background variará de un tipo de roca a otro y de una localidad a otra, aún para la misma litología, por lo cual siempre será necesario hacer los cálculos respectivos para cada estudio. Dependiendo del tipo de trabajo, habrá backgrounds locales y regionales. Para la determinación en la gráfica de probabilidades, se traza una línea auxiliar que intercepte el 50% con la recta definida por la población estudiada, en este punto se traza otra auxiliar perpendicular al eje de las p.p.m. y sobre él, se lee el valor correspondiente, ver figura VI.3.

Threshold: Se define como un intervalo de seguridad en donde el límite inferior es el superior del background y el superior corresponde al inicio de la población B que, en caso de existir, es la anómala (ver figura VI.3). En este intervalo se incluye la zona de mezcla A+B, por lo cual algunos autores catalogan al threshold como anomalía baja.

Anomalía: Es una divergencia de los resultados geoquímicos de un área, con respecto al background y al threshold. Desde el punto de vista de la exploración geoquímica, A.W. Hawkes (1957), define a una anomalía como “un área donde las propiedades químicas de un material de ocurrencia natural, indican la presencia de un depósito mineral en la vecindad, quedando como variables sus dimensiones y sus concentraciones metálicas”. El criterio más aplicado en

FIGURA VI.3

ESTIMACIÓN DE LOS DIFERENTES INTERVALOS



U N A M	FACULTAD DE INGENIERÍA	
	ESTIMACIÓN DE LOS DIFERENTES INTERVALOS	
	FIGURA VI.3	
	José Morales Rodríguez	TESIS PROFESIONAL NOVIEMBRE - 2000

la actualidad para definir la anomalía, es considerarla como la población B que se muestra en la gráfica de probabilidades (ver figura VI-3).

Las anomalías se clasifican como:

- a) Falsas. Cuando son originadas por la contaminación derivada de la actividad humana.
- b) Significativas. Son aquellas detectadas por más de una muestra anómala y que se encuentran apoyadas por las de la periferia del orden del threshold. En estos casos normalmente el entorno geológico es interesante.
- c) Erráticas. Con este calificativo, se engloban a todos aquellos valores aislados, que no están apoyados por los resultados de las muestras circunvecinas. En esta clasificación se pueden incluir las anomalías que pudieran resultar de un mal muestreo, de manejar inadecuadamente los materiales colectados o puede ser el producto de algún error analítico.

Otro de los conceptos estadísticos básicos, además de los mencionados anteriormente, es el índice de correlación. A continuación se menciona brevemente el concepto:

El índice de correlación es una estimación de la dependencia de los análisis geoquímicos obtenidos de un conjunto de muestras. Por ejemplo, si la concentración de zinc baja en una zona, ¿también baja la del cadmio?. Si la respuesta es afirmativa, habrá una buena correlación directa, en caso contrario, sería buena pero inversa. Se dice que no hay correlación cuando no existe ninguna dependencia entre los valores. Lo importante es llegar a una estimación de toda la población para obtener conclusiones válidas.

El índice de correlación varía entre 0 y 1 cuando es directo y entre 0 y -1 si es inverso. Sin embargo, el 0 se define como una total independencia, el 1 y el -1 indican una total dependencia directa e inversa respectivamente.

Los paquetes de estadística como el Statgraphics, incluyen este tipo de análisis; sin embargo, se mencionará una manera práctica de estimar este índice. En un papel log-log, se asigna un elemento a cada eje (ver figura VI.4), y cada muestra se ubica como un punto. Una vez graficadas todas las muestras, se trazan dos líneas paralelas a los ejes definidas por el valor del background de los elementos investigados. El cruce de estas dos líneas define un centro de gravedad a partir del cual la nube de puntos es dividida en 4 cuadrantes, los cuales son numerados como se ilustra en la figura VI.4. Posteriormente se aplicará la fórmula

$$p = \text{sen} \left[\frac{H}{2} \quad \frac{N_1 - N_2}{N_1 + N_2} \right] \text{ en donde}$$

p = Índice de correlación.

El seno está dado en radianes.

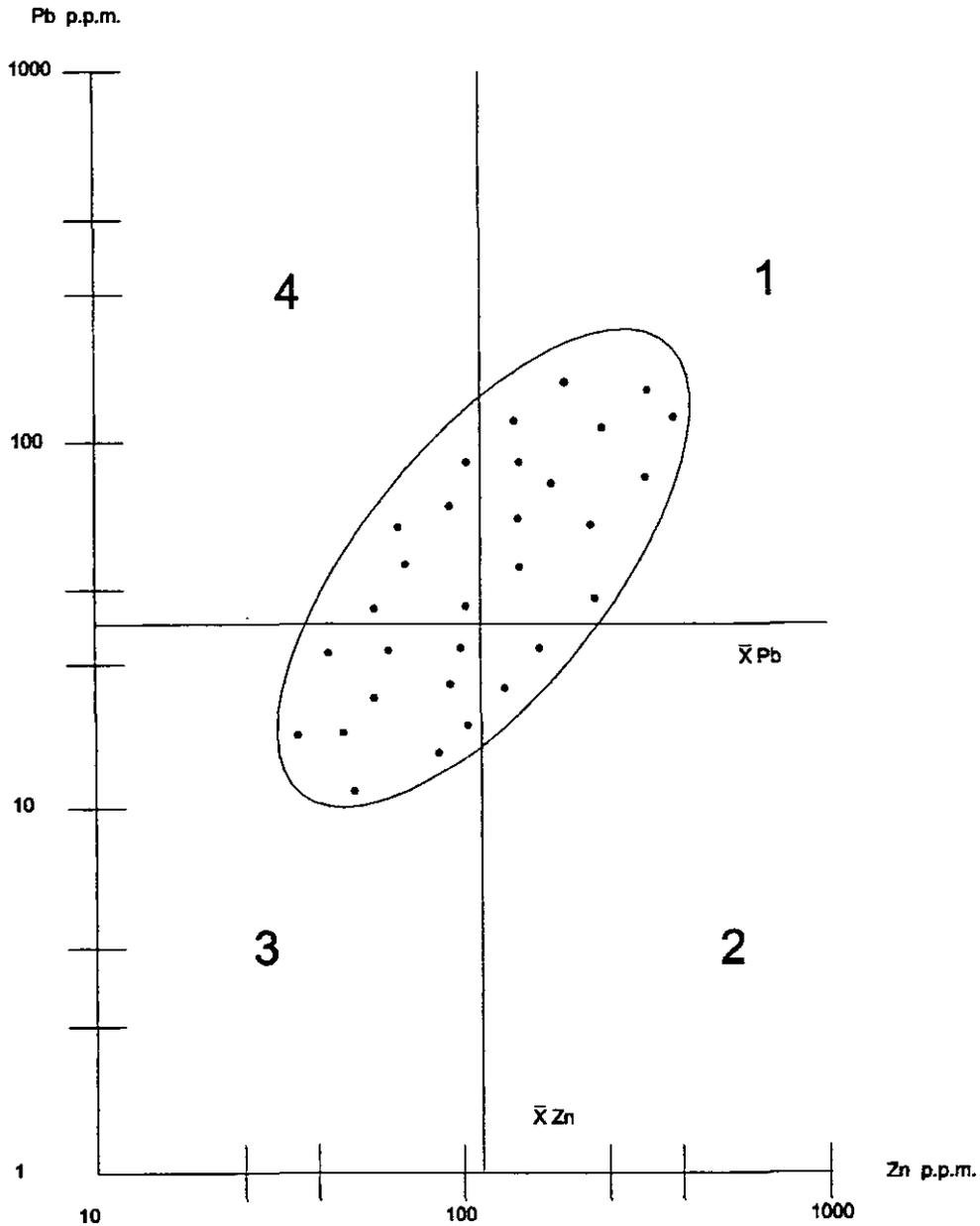
N_1 y N_2 es el número de puntos contenidos en el 1ro. y 2do. Cuadrantes.

El método anterior dará una estimación rápida y sencilla de los índices de correlación que existirán entre el grupo de elementos analizados en un proyecto y esto a su vez nos servirá para tener una buena idea de la asociación genética de los elementos en el ambiente geológico investigado.

Todo lo mencionado en este capítulo, no tiene sentido si no se hace tomando en cuenta el factor geológico, ya que una anomalía siempre debe analizarse desde este punto de vista,

FIGURA VI.4

CÁLCULO DE ÍNDICE DE CORRELACIÓN



$$r = \text{sen} \left[\frac{1}{2} \frac{N_1 - N_2}{N_1 + N_2} \right]$$

**U
N
A
M**

FACULTAD DE INGENIERÍA

CÁLCULO DE ÍNDICE DE CORRELACIÓN

FIGURA VI.4

José Morales Rodríguez

TESIS PROFESIONAL
NOVIEMBRE - 2000

considerando por ejemplo estratificación, fracturamientos, litología, etc., como se mencionó en párrafos anteriores.

Otro punto importante es el referente a los trabajos de orientación. Esta investigación deberá ser hecha siempre que se inicie el estudio de una nueva área. Los objetivos de éste serán:

- a) Determinar los materiales a muestrear.
- b) Caracterizar las menas a fin de elegir que elementos se deberán analizar(indicadores directos e indirectos).
- c) Diseñar el muestreo.

Para hacer un trabajo de orientación se deberá consultar la literatura correspondiente a fin de tener una guía académica para iniciar con el problema, pero esta primera fase deberá ser seguida por el trabajo experimental que incluirá la toma de muestras estratégicas para resolver los tres incisos antes mencionados.

6.3-Estudio de orientación.

Para caracterizar a la mena del yacimiento, se eligieron las muestras 157, 178, 185, 187 y 256, las cuales fueron colectadas en puntos representativos de las zonas mineralizadas. Los ejemplares fueron enviados a los laboratorios de Skyline en Tucson, Arizona y fueron analizados por Au, Ag, As, Sb, Hg, Cu, Pb, Zn, Bi, Cd, Te, Ba, Mn, y Fe, por el método de absorción atómica. De estos elementos se eligieron seis: Au, Ag, Zn, Cu, Ba, y Mn, que fueron los que mejor definieron al yacimiento, por este grupo de elementos fueron analizadas todas las muestras colectadas en el trabajo de campo. La razón para elegir al conjunto de elementos mencionados anteriormente obedeció a su comportamiento con

respecto a los elementos de interés económico, como es el caso del Cu, Ba, Mn. Se analizaron por Au, Ag y Zn debido a que estos elementos son los que dan valor al yacimiento. Los seis elementos mencionados presentan en general un buen índice de correlación positivo y negativo, como puede verse en la figura VI.5, estas características son importantes para investigar el zoneamiento geoquímico del yacimiento mineral.

6.4-Desarrollo del trabajo.

El muestreo superficial consistió en tomar muestras selectivas del sistema hidrotermal con la finalidad de investigar en él, el comportamiento de los elementos analizados. El trabajo fue muy laborioso porque en algunas localidades donde no se presentaba una estructura definida, fue necesario muestrear las vetillas que constituyen la expresión superficial del sistema. En el plano del muestreo superficial que se anexa en el apéndice 2, se indican las localidades con sus respectivos números de identificación.

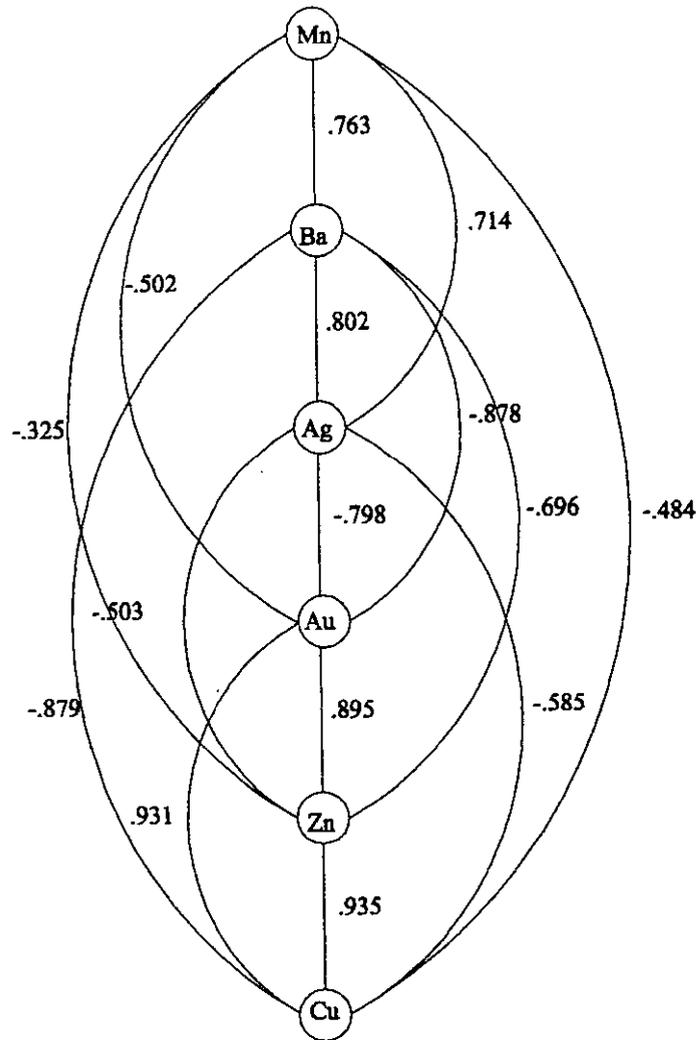
Otra fase del trabajo, consistió en investigar los halos de dispersión en torno al clavo El Carmen, para lo cual se muestrearon los niveles 2520 y 2430, a cada cinco metros, sistemáticamente a partir de la veta, hasta 100 metros fuera de ella. En este caso, las esquirlas fueron colectadas teniendo el mayor cuidado de que estuvieran libres de vetillas para tratar de cuantificar el halo de difusión.

El total de muestras colectadas fue de 407, las cuales fueron analizadas por Au, Ag, Zn Cu, Ba y Mn, en los laboratorios de Skyline en Tucson, Arizona, por el método de absorción atómica.

El análisis estadístico fue hecho en una computadora Hewlett Packard de la serie 900-236, utilizando un programa de estadística básica y avanzada, editado por el mismo fabricante del equipo

FIGURA VI.5

ESTUDIO DE ORIENTACION RESUMEN DE CORRELACIONES



RESUMEN

Au-Ag	-.798
Au.Cu	.931
Au-Zn	.895
Au-Ba	-.878
Au-Mn	-.502
Ag-Cu	-.585
Ag-Zn	-.503
Ag-Ba	.802
Ag-Mn	.714
Cu-Zn	.935
Cu-Ba	-.879
Cu-Mn	-.484
Zn-Ba	-.696
Zn-Mn	-.325
Ba-Mn	.763

U N A M	FACULTAD DE INGENIERÍA	
	ESTUDIO DE ORIENTACION RESUMEN DE CORRELACIONES	
	FIGURA VI.5	
	José Morales Rodríguez	TESIS PROFESIONAL NOVIEMBRE - 2000

6.5-Interpretación.

a)-Halos de dispersión primaria en el clavo El Carmen.

Para detectar estos halos, se eligieron los socavones 2430 y 2520, además de los barrenos LC-12, LC-14, LC-24-1, LC-42-2 LC-42-5, LC-42-13 y LC-42-14, los cuales fueron muestreados sistemáticamente cada 5 metros a partir de las vetas y alejándose de ella hasta una distancia de 100 metros. A los análisis geoquímicos de la población obtenida, se les calcularon los estadígrafos correspondientes los cuales se muestran en la tabla VI.1 y además sus índices de correlación que pueden verse en la figura VI.6, sin embargo, los mejores resultados se obtuvieron elaborando perfiles geoquímicos para diversos elementos y sumatorias de ellos. En el apéndice 4, se presenta el perfil geoquímico de la sumatoria de plata, zinc, cobre, bario y manganeso, elaborado a partir del muestreo tomado al alto de la veta en el socavón El Carmen y que fue la que mejor definió el fenómeno. Se utiliza el criterio de que el halo se extiende hasta el punto donde ocurre un cambio de pendiente significativo en el perfil, en este caso se ve claramente que el halo de dispersión se extiende 45.00 metros a partir de la estructura.

SOCAVÓN 2520. Localizado al alto de la veta; esta obra corresponde al nivel más alto muestreado, el perfil que mejor se definió fue el de la sumatoria de $Ag+Zn+Ba$, observándose que presenta un cambio de pendiente a partir de los 40.00 metros y otro más brusco a 70.00 metros.

SOCAVÓN 2430. En este caso, se elaboró el perfil de la sumatoria de $Ag+Zn+Cu+Ba+Mn$, en el cual se observa un cambio de pendiente significativo a los 45.0 metros; en el caso del perfil del zinc, el cambio de pendiente ocurre entre los 30.00 y 35.00 metros. El muestreo en este caso, correspondió al alto de la veta.

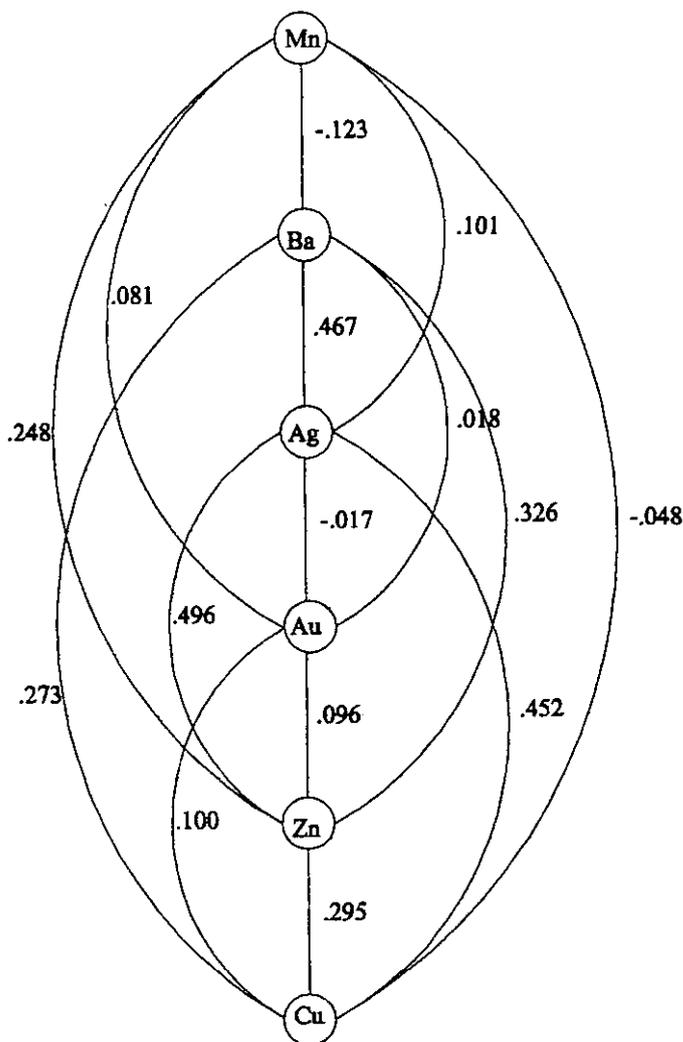
ALOS DE DISPERSION EN EL CLAVO EL CARMEN,
VETA LA CIENEGA, VALORES EN P.P.M.

ELEMENTO	BACKGROUND	THRESHOLD	ANOMALIA
Au	0.03 a 0.05	No definido	No definida
Ag	0.05 a 0.70	0.71 a 1.80	Sobre 1.80
Zn	12.0 a 118.9	119.0 a 411.4	Sobre 411.4
Cu	16.0 a 68.5	68.6 a 77.5	Sobre 77.5
Ba	280.0 a 1891.5	1891.6 a 2606.8	Sobre 2606.8
Mn	120.0 a 326.8	326.9 a 876.8	Sobre 876.8

TABLA VI.1

FIGURA VI.6

HALOS DE DISPERSION RESUMEN DE CORRELACIONES



RESUMEN

Au-Ag	-.017
Au-Cu	.100
Au-Zn	.096
Au-Ba	.018
Au-Mn	.081
Ag-Cu	.452
Ag-Zn	.496
Ag-Ba	.467
Ag-Mn	.101
Cu-Zn	.295
Cu-Ba	.273
Cu-Mn	-.048
Zn-Ba	.326
Zn-Mn	.248
Ba-Mn	-.123

U N A M	FACULTAD DE INGENIERÍA	
	HALOS DE DISPERSION RESUMEN DE CORRELACIONES	
	FIGURA VI.6	
	José Morales Rodríguez	TESIS PROFESIONAL NOVIEMBRE - 2000

BARRENO LC 42-1. Este barreno fue dado al alto de la veta, se graficaron Cu, Zn, Ba y la sumatoria Ag+Cu+Zn+Ba. En este caso el zinc es el que mejor se comporta, ya que no es afectado por los ruidos del Ba, mismos que sí perturban a la sumatoria; sin embargo los disturbios del Ba que se presentan entre los 50.00 y 65.00 metros podrían indicar los efectos de una zona mineralizada más profunda. El zinc, para los fines de este estudio, es el que mejor define el halo, el cual se extiende hasta los 35.00 metros.

BARRENO LC 42-2. Fue dado también al alto, se graficaron las sumatorias que incluye a la Ag+Cu+Zn+Mn, que es la que mejor representa al fenómeno, ocurriendo el primer cambio de pendiente significativo a los 30.00 metros. Nuevamente en el otro perfil, el bario, crea mucho ruido, enmascarando el halo de dispersión.

BARRENO LC-14. Fue dado al bajo de la veta y se muestreó para definir el halo de dispersión en esta posición de la estructura. Los elementos y la relación que mejor se comportan para los fines buscados, el más explicativo es el del Zn, el cual define un halo que apenas se extiende entre 15.00 y 20.00 metros.

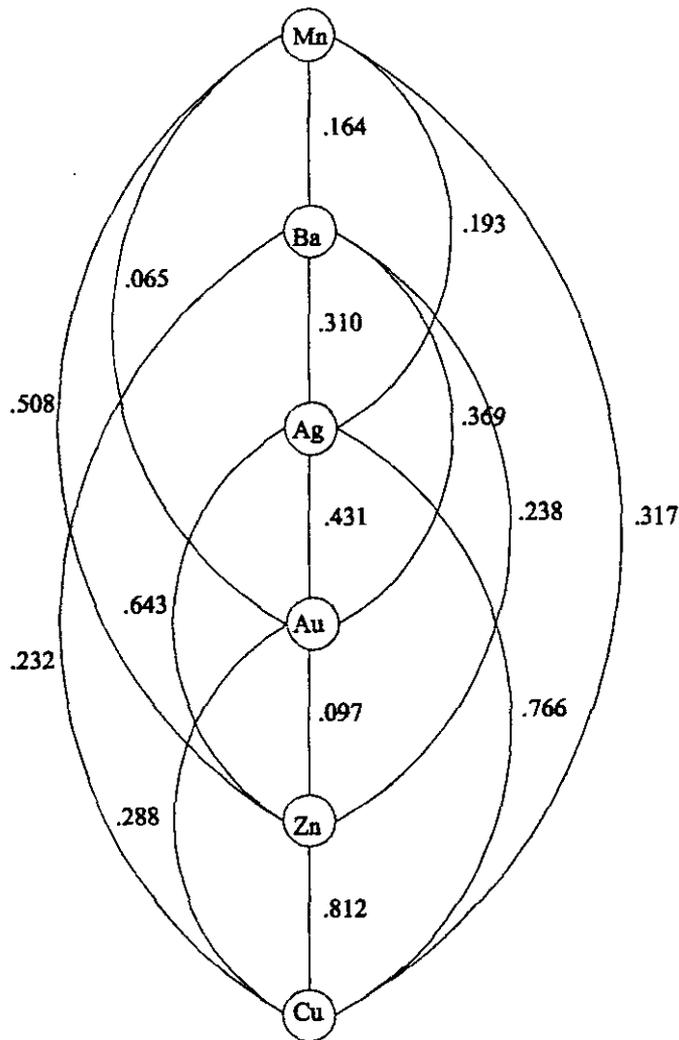
b)-Muestreo de las vetas La Ciénega y Jessica, en superficie y con barrenos.

En el trabajo de superficie, como se mencionó en párrafos anteriores, se colectaron un total de 60 muestras, las cuales fueron tomadas preferentemente sobre el sistema hidrotermal. La finalidad de este estudio fue detectar en superficie el reflejo de los clavos, tanto los que afloran como los ocultos, dando énfasis a los que se encuentran en el último caso.

Las correlaciones entre los elementos analizados, se muestran en la figura VI.7, en la cual se aprecia una fuerte dependencia Cu-Zn-Ag y en menor proporción de estos con el bario. Individualmente el oro y la plata muestran una débil correlación, igualmente ocurre entre el

FIGURA VL7

MUESTREO SUPERFICIAL VETAS LA CIÉNEGA - JESSICA RESUMEN DE CORRELACIONES



RESUMEN

Au-Ag	.431
Au-Cu	.288
Au-Zn	.097
Au-Ba	.369
Au-Mn	.065
Ag-Cu	.766
Ag-Zn	.643
Ag-Ba	.310
Ag-Mn	.193
Cu-Zn	.812
Cu-Ba	.232
Cu-Mn	.317
Zn-Ba	.238
Zn-Mn	.508
Ba-Mn	.164

U N A M	FACULTAD DE INGENIERÍA	
	MUESTREO SUPERFICIAL VETAS LA CIÉNEGA - JESSICA RESUMEN DE CORRELACIONES	
	FIGURA VL7	
	José Morales Rodríguez	TESIS PROFESIONAL NOVIEMBRE - 2000

zinc y el manganeso. En el resto de los casos, se observa una casi total independencia. En la tabla VI.2, se muestran los estadígrafos que resultaron del análisis de esta población. En el apéndice 3, se incluyen los histogramas, las curvas de probabilidades y la matriz de correlación que se elaboraron para estudiar el comportamiento de la población.

Simultánea a la interpretación de los datos de superficie, se trabajó con los resultados de 72 muestras elegidas de los núcleos que cortaron las vetas La Ciénega y Jessica; del análisis estadístico de esta información se obtuvieron los resultados mostrados en la figura VI.8 en lo referente a correlaciones, y la tabla VI.3 en cuanto a los estadígrafos de los diferentes elementos analizados.

Al trabajar con los resultados de laboratorio, se graficaron todos los elementos y un buen número de relaciones entre ellos tales como cocientes, propiedades aditivas y multiplicativas. De todo el material resultante, en este caso, se presenta únicamente el perfil de la sumatoria en el apéndice 5. La sumatoria mencionada anteriormente, es la que mejor describe el fenómeno investigado, sin embargo, se hicieron las gráficas y perfiles de todos los elementos analizados. A continuación se hacen los siguientes comentarios:

SUMATORIA DE LOS LOGARITMOS DE Ag, Zn, Cu, Ba y Mn.

Esta combinación de resultados tiene la particularidad de mostrar una tendencia del grupo de elementos mencionados, minimizando la influencia de litologías (pero deben ser afines) o como en este caso, se suaviza la influencia de la heterogeneidad que pueda existir en el medio muestreado. En general las anomalías resultantes en el muestreo de barrenos, se alinean al contacto geológico entre el Grupo Volcánico Superior y el Inferior, quedando abiertas en algunos casos hacia abajo. En lo que respecta al perfil geoquímico, se marcan dos anomalías principales las cuales corresponden a los clavos conocidos (ver apéndice 5).

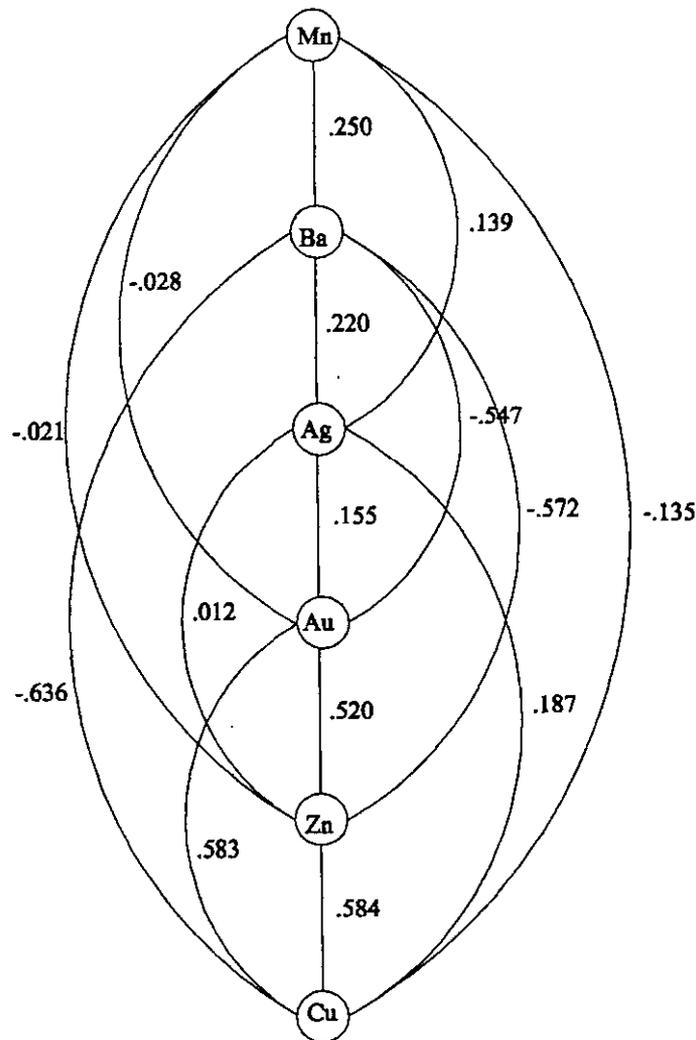
MUESTREO DE VETAS EN SUPERFICIE,
CIENEGA - JESSICA, VALORES EN P.P.M.

ELEMENTO	BACKGROUND	THRESHOLD	ANOMALIA
Au	0.00 a 0.05	No definido	No definida
Ag	0.2 a 91.7	91.8 a 115.5	Sobre 115.5
Zn	2.0 a 235.0	236.0 a 286.0	Sobre 286.0
Cu	2.0 a 53.0	54.0 a 105.0	Sobre 105.0
Ba	170.0 a 1905.0	1906.0 a 9716.0	Sobre 9716.0
Mn	130.0 a 1000.0	1001.0 a 1288.0	Sobre 1288.0
Sum logAg+logZn logCu+logBa+ logMn	5.6092 a 12.8929	12.8939 a 13.5357	Sobre 13.5357

TABLA VI.2

FIGURA VI.8

MUESTREO DE BARRENOS VETAS LA CIÉNEGA - JESSICA RESUMEN DE CORRELACIONES



RESUMEN

Au-Ag	.155
Au-Cu	.583
Au-Zn	.520
Au-Ba	-.547
Au-Mn	-.028
Ag-Cu	.187
Ag-Zn	.012
Ag-Ba	.220
Ag-Mn	.139
Cu-Zn	.584
Cu-Ba	-.636
Cu-Mn	-.135
Zn-Ba	-.572
Zn-Mn	-.021
Ba-Mn	.250

U N A M	FACULTAD DE INGENIERÍA	
	MUESTREO DE BARRENOS VETAS LA CIÉNEGA - JESSICA RESUMEN DE CORRELACIONES	
	FIGURA VI.8	
	José Morales Rodríguez	TESES PROFESIONAL - NOVIEMBRE - 2000

MUESTREO DE BARRENOS EN LA INTERSECCION
 CON LAS VETAS CIENEGA - JESSICA
 VALORES EN P.P.M.

ELEMENTO	BACKGROUND	THRESHOLD	ANOMALIA
Au	0.05 a 1.0	1.1 a 1.6	Sobre 1.6
Ag	3.5 a 112.2	112.3 a 307.3	Sobre 307.3
Zn	125.0 a 2053.5	2053.6 a 5011.9	Sobre 5011.9
Cu	34.0 a 432.2	432.3 a 509.4	Sobre 509.4
Ba	190.0 a 2313.7	2313.8 a 5907.4	Sobre 5907.4
Mn	130.0 a 662.8	662.9 a 1778.3	Sobre 1778.3
Sum logAg+logZn logCu+logBa+ logMn	11.1285 a 14.5786	14.5786 a 15.90	Sobre 15.90

TABLA VI.3

ORO.- En el plano correspondiente se puede ver claramente en el perfil que existe una buena respuesta sobre los clavos conocidos. A pesar de que no fue posible definir los límites de threshold y anomalía, se observan muestras con valores lo suficientemente elevados como para indicar la presencia de zonas de interés. Si se observan los valores que se presentan en los barrenos, es obvio que las concentraciones de este metal se incrementan a profundidad hasta un cierto nivel, en este caso indicado por la curva de isovalores de 10, la cual muestra una tendencia sensiblemente paralela al contacto geológico entre el Grupo Volcánico Inferior y el Superior. En general, se concluye que a partir de las zonas de altos valores, las concentraciones disminuyen hacia arriba hasta llegar a la superficie donde únicamente 4 muestras superaron el límite de 1.0 p.p.m.

PLATA.- En lo que respecta a este elemento, muestra una correlación baja con los demás, pero sus zonas de alta concentración coinciden con las del Au; sin embargo, su dispersión es mucho más amplia que la de éste, ya que la curva del threshold, en el muestreo de barrenos queda abierta hacia la superficie en ambos clavos, manifestándose como unos altos muy pronunciados en el perfil geoquímico. Inclusive el clavo Centenario Poniente aparentemente se refleja en superficie por Ag. En conclusión, éste es un buen elemento indicador.

ZINC.- Al observar este elemento, llama la atención por su mayor afinidad con el oro, manifestándose por una coincidencia en anomalías, en lo que respecta a los resultados del muestreo de los barrenos. Las zonas anómalas también se asocian al contacto entre el Grupo Volcánico Inferior y Superior. A pesar de que los valores decrecen hacia arriba, en el muestreo superficial se detectaron valores anómalos que indican los clavos, principalmente en El Carmen.

BARIO.- Este elemento, muestra una moderada correlación inversa con el oro (-.547), por lo cual las anomalías no coinciden, además al contrario de lo que ocurre con este elemento,

las concentraciones aumentan hacia arriba, obteniéndose valores muy altos en superficie. Debido a lo anterior, las curvas de isovalores configuradas con el muestreo de barrenos, están abiertas hacia la superficie. Por eso, se concluye que el Ba es el mejor elemento indicador de los clavos auríferos ocultos.

c)-Muestreo de las vetas Las Casas-Rosario en superficie.

Durante el desarrollo de este trabajo, se colectaron únicamente 31 muestras; no fue posible obtener más, debido a que los afloramientos son muy escasos. Sin embargo, se elaboró el análisis estadístico, el cual se debe tomar con reservas por su pequeña población.

En la tabla VI.4, se muestran los estadígrafos y en la figura VI.9, las correlaciones existentes entre los elementos analizados. Resulta muy notorio que así como el sistema Ciénega-Jessica-Arroyo de Plata conforman una entidad geoquímica, las vetas Las Casas-Rosario constituyen otro, por lo cual se agruparon todas las muestras colectadas en este último sistema como se hizo en el primero. Los resultados de los análisis de las muestras de los barrenos, por su escaso número sirvieron únicamente para delinear tendencias muy generales.

A continuación se comentan los las gráficas obtenidas.

SUMATORIA DE LOG Ag+ LOG Zn+ LOG Cu+ LOG Ba+ LOG Mn.

Esta relación, como puede verse en el plano ubicado en el apéndice 5 define las dos anomalías por bario y plata en la veta Rosario. En el caso de la estructura Las Casas resalta una anomalía directamente sobre la proyección en superficie de la intersección del barreno LCA-1. Las otras anomalías que se reflejaron por Ba, se suavizan, persistiendo el valor alto detectado por la muestra M-295.

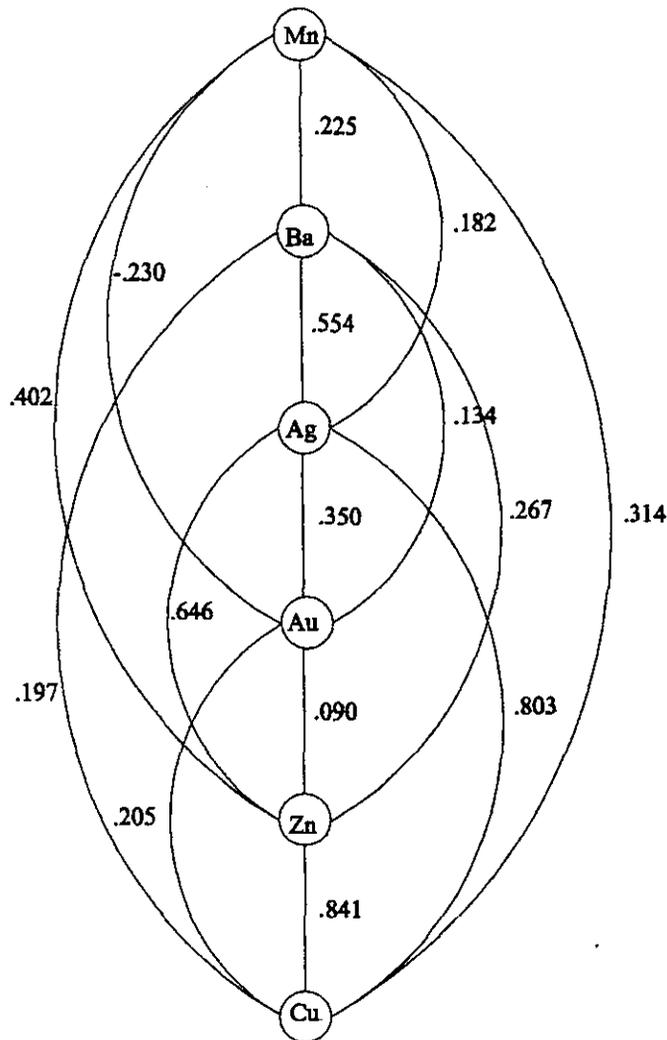
MUESTREO DE VETAS EN SUPERFICIE
 LAS CASAS - ROSARIO, VALORES EN P.P.M.

ELEMENTO	BACKGROUND	THRESHOLD	ANOMALIA
Au	0.00 a 0.05	No definido	No definida
Ag	0.35 a 38.70	38.80 a 86.60	Sobre 86.60
Zn	8.0 a 136.7	No definido	No definida
Cu	2.0 a 13.7	No definido	No definida
Ba	540.0 a 64136.0	64137.0 a 76542.0	Sobre 76542.0
Mn	50.0 a 158.5	158.6 a 631.0	Sobre 631.0
Sum logAg+logZn logCu+logBa+ logMn	5.18 a 11.90	12.00 a 14.00	Sobre 14.0

TABLA VI.4

FIGURA VI.9

MUESTREO SUPERFICIAL VETAS LAS CASAS-ROSARIO RESUMEN DE CORRELACIONES



RESUMEN

Au-Ag	.350
Au.Cu	.205
Au-Zn	.090
Au-Ba	.134
Au-Mn	-.230
Ag-Cu	.803
Ag-Zn	.646
Ag-Ba	.554
Ag-Mn	.182
Cu-Zn	.841
Cu-Ba	.197
Cu-Mn	.314
Zn-Ba	.267
Zn-Mn	.402
Ba-Mn	.225

U N A M	FACULTAD DE INGENIERÍA	
	MUESTREO SUPERFICIAL VETAS LAS CASAS-ROSARIO RESUMEN DE CORRELACIONES	
	FIGURA VI.9	
	José Morales Rodríguez	TESIS PROFESIONAL NOVIEMBRE - 2000

ORO.- Por este elemento, la respuesta es moderadamente alta en la veta Las Casas, y únicamente en los puntos M-290, M-296 y M-301. Debido a los pocos barrenos dados, no se pueden inferir tendencias confiables, probablemente queden abiertas hacia abajo.

PLATA.- En el perfil se muestra una anomalía ubicada sobre la intersección del barreno LCA-1 con la veta, así como otra localizada en las inmediaciones de la proyección de la intersección del barreno R-1. En ambos casos con la escasa información de los barrenos se infiere que las anomalías quedan abiertas hacia abajo, lo mismo se intuye para los barrenos LCA-3, LCA-4 y R-2.

ZINC.- Para este elemento, no fue posible definir ni el threshold, ni la anomalía. Los valores son relativamente bajos en el muestreo superficial, exceptuando dos puntos (como se muestra en el plano 8 del apéndice 4). En la localidad M-352, que fue la más alta, se observó escasa galena y trazas de esfalerita; sin embargo se observa alguna tendencia de los valores a aumentar a profundidad.

BARIO.- Los resultados por este elemento, son los que más hacen pensar en que existe una diferencia notable entre el sistema de vetas La Ciénega-Jessica-Arroyo de Plata. Como puede verse en el plano correspondiente en el apéndice 5. los valores son extraordinariamente elevados.

De dos áreas claramente anómalas, en la veta Rosario, una de ellas comprende de las muestras M-348 a la M-351 y la otra de M-338 a M-341. En la veta Las Casas el punto M-301 y los M-295, 296 y 297 definen una anomalía que se deberá detallar mejor.

Los altos valores de bario y los bajos por los otros elementos (pero que de cualquier manera presentan anomalías), hacen suponer que este sistema se encontrará a un nivel más alto con respecto al integrado por las vetas Cienega-Jessica-Arroyo de Plata. Por consiguiente, se

recomienda, como se dijo anteriormente, detallar las anomalías por bario y explorarlas con barrenos más profundos.

d)-Muestreo de nuevas áreas.

Al finalizar el muestreo de rutina para modelar geoquímicamente las vetas conocidas, existentes en el proyecto, se recorrió una zona situada al SE de la Ciénega.

Las muestras 280, 281 y 282, fueron tomadas sobre zonas oxidadas, pero no se discuten porque no revelaron nada de interés como ocurrió también con la 362. Sin embargo, las numeradas del 355 hasta la 365, exceptuando la 362, las cuales fueron tomadas sobre una estructura brechada vetiforme, con espesor promedio de 2.0 m y una amplia zona de oxidación, resultaron anómalas por bario. Las rocas encajonantes de esta estructura, son las ignimbritas y riolitas de la parte alta del Grupo Volcánico Superior, por lo cual se infiere que se debe estar en la parte más elevada del sistema hidrotermal. Esta zona está marcada con el número I en el plano de muestreo superficial ubicado en el apéndice 2.

Las muestras comprendidas entre los números 366 a 390, inclusive, fueron tomadas en la zona marcada con el número II, en el plano del apéndice 2, lugar donde se observa una breccia con afloramientos intermitentes, ya que en gran parte está cubierta por suelos y depósitos de talud. A pesar de que los resultados fueron bajos se deberían tomar algunas muestras más.

Para este grupo de muestras, se presentan los estadígrafos en la tabla VI.5 y el resumen de correlaciones se muestran en la figura VI.10.

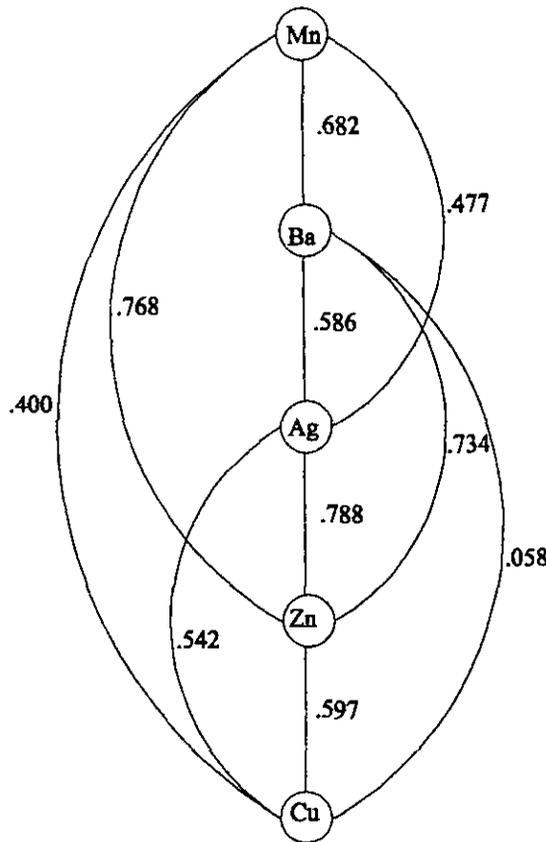
**MUESTREO DE AREAS NUEVAS.
VALORES EN P.P.M.**

ELEMENTO	BACKGROUND	THRESHOLD	ANOMALIA
Au	0.00 a 0.05	0.06 A 0.54	Sobre 0.54
Zn	2.0 a 13.4	13.5 a 28.2	Sobre 28.2
Cu	2.0 a 3.2	No definido	No definida
Ba	50.0 a 762.3	762.4 a 1090.2	Sobre 1090.2
Mn	80.0 a 263.9	No definido	No definida

TABLA VI.5

FIGURA VI.10

NUEVAS AREAS RESUMEN DE CORRELACIONES



RESUMEN

Ag-Cu	.542
Ag-Zn	.788
Ag-Ba	.586
Ag-Mn	.477
Cu-Zn	.597
Cu-Ba	.058
Cu-Mn	.400
Zn-Ba	.734
Zn-Mn	.768
Ba-Mn	.682

**U
N
A
M**

FACULTAD DE INGENIERÍA

NUEVAS AREAS
RESUMEN
DE CORRELACIONES

FIGURA VI.10

José Morales Rodríguez

TESIS PROFESIONAL
NOVIEMBRE - 2000

CONCLUSIONES.

- 1) El halo de dispersión primaria en torno al clavo El Carmen de la veta La Ciénega, se define mejor con la sumatoria de la plata, el zinc, el cobre, el bario y el manganeso, el cual tiene una amplitud de 45 metros al alto de la estructura, al bajo la dispersión es errática, por esta razón, se recomiendan los muestreos litogeoquímicos superficiales para trabajos de mucho detalle.
- 2) Los elementos o relaciones que mejor indican los clavos de las vetas La Ciénega y Jessica, en muestreos superficiales, son en orden decreciente, la sumatoria de la plata, el cobre, zinc, bario y manganeso y el bario, la plata, el oro y el zinc, vistos como elementos individuales.
- 3) Se obtuvieron anomalías muy altas por bario en las vetas Las Casas-Rosario, lo cual muy probablemente indica que el nivel de erosión es muy alto.
- 4) Se detectó una zona interesante ubicada al este del proyecto, la cual está marcada con el número I en el plano de muestreo superficial.

RECOMENDACIONES.

- 1) Se descarta el muestreo siguiendo un patrón sistemático reticular debido a que se requeriría un gran número de muestras para cubrir toda el área del proyecto.
- 2) Se recomienda en todo caso, muestrear todas las evidencias de fugas de sistemas hidrotermales que se pueden presentar en el área del proyecto e interpretarlas de acuerdo al modelo elaborado.
- 3) Investigar con barrenación a diamante la continuidad a profundidad de los clavos El Carmen y Jessica, así como las zonas Centenario Poniente y El Centenario. En la proyección superficial de estas dos últimas zonas se observan respuestas geoquímicas y sería de esperarse que existiera mineralización económica a la altura del contacto entre los Grupos Volcánicos Superior e Inferior. Obsérvese que esto ocurre en el clavo Jessica.
- 4) Debido a los altos valores de bario, en las vetas Las Casas y Rosario, se recomienda detallar mejor las anomalías, e investigarlas con barrenos más profundos que los dados anteriormente.
- 5) De las zonas muestreadas al E del proyecto La Ciénega, la que corresponde al I, y que aparece en el plano de muestreo superficial, resultó anómala por bario, se recomienda hacerle trabajos de detalle.

V. BIBLIOGRAFÍA.

BEUSS A.A. and GRIGORIAN S.V., 1977. Geochemical Exploration Methods for Mineral Deposits. Applied Publishing Ltd.

FLORES S. GUILLERMO., 1985. Informe de Avance Proyecto La Ciénega. Reporte Interno, S.I.P.S.A. DE C.V.

FYFE W.S., 1970. Geochemistry of Solids. Mc Graw Hill Book Company.

FYFE W.S., PRICE N.J. and THOMPSON A.B., 1978. Fluids in the earth's Crust. Elsevier Scientific Publishing Company.

HEDENSQUIT, IZAWA, ARRIBAS and WHITE., 1996. Epithermal gold deposits: Styles, characteristics, and exploration. Society of Resource Geology. Tokyo, Japan.

LEPELTIER, C., 1969. A simplified statistical treatment of geochemical data by graphical representation. Econ. Geol., 64: 538-550.

LEVINSON A.A., 1980. Introduction to Exploration Geochemistry. Applied Publishing Ltd.

LOERA, F., 1982. The La Ciénega Vein and It's Geological Setting, Durango México. Unpublished M.S. Thesis. University of Arizona.

POLIKARPORCHKIN V.V; KITAYEV N.A. and SARAPULOVA V.N., 1965. Structure and Vertical Zonation of the Primary Dispersion Aureoles at the Baley Gold Deposits. Institute of Geochemistry, Siberian Branch of the Academy of Sciences USSR.

ROSE A.W., HAWKES H.E. and WEBB J.S., 1979. *Geochemistry in Mineral Exploration*. Academic Press.

SINCLAIR, A. J., 1974. Selection of thresholds in geochemical data using probability graphs. *J. Geochem. Explor.*, 3: 129-149.

SIEGEL F.R., 1977. *Applied Geochemistry*. A Wiley Interscience Publication.

APÉNDICE 3

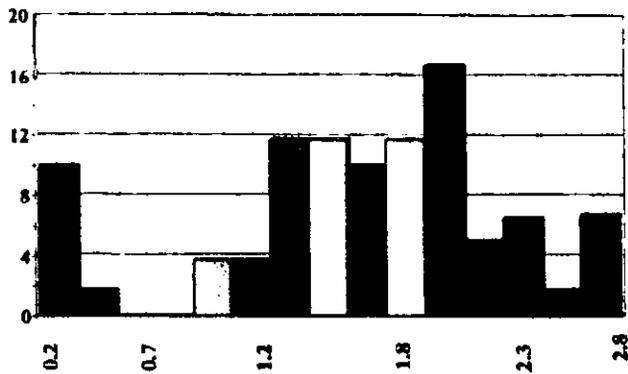
HISTOGRAMAS, CURVAS DE PROBABILIDADES Y

MATRIZ DE CORRELACIÓN DEL MUESTREO

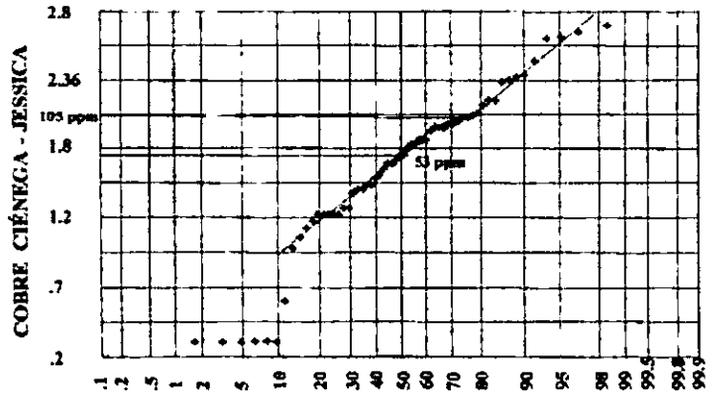
SUPERFICIAL DE LAS VETAS LA CIÉNEGA-

JESSICA.

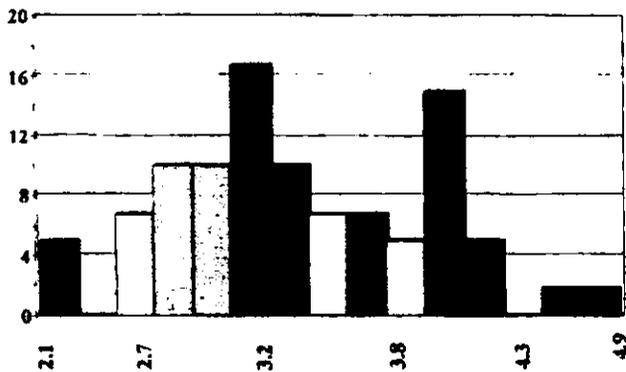
MUESTREO DE VETAS EN SUPERFICIE



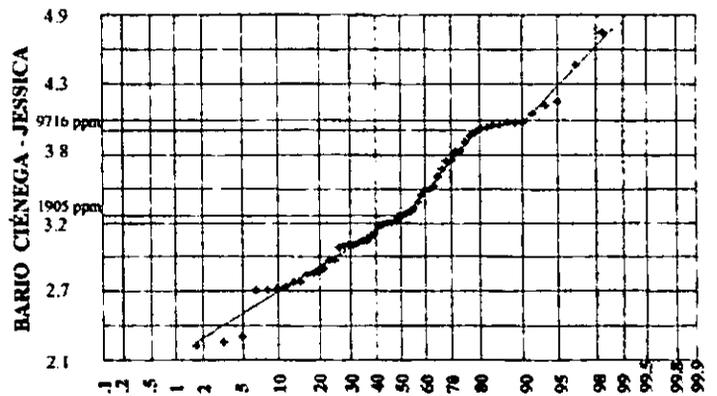
COBRE CIÉNEGA - JESSICA



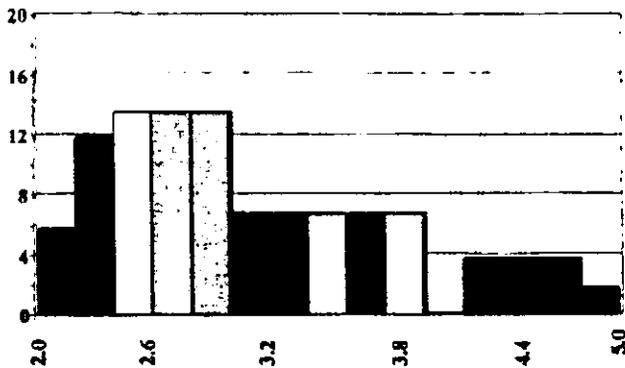
PERCENT UNDER
NORMAL PROBABILITY PLOT



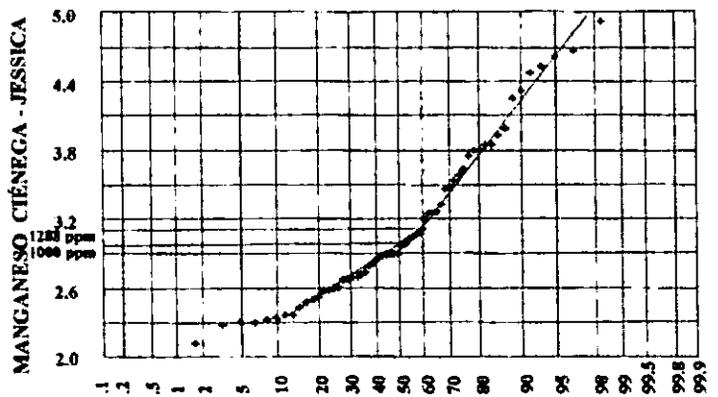
BARIO CIÉNEGA - JESSICA



PERCENT UNDER
NORMAL PROBABILITY PLOT

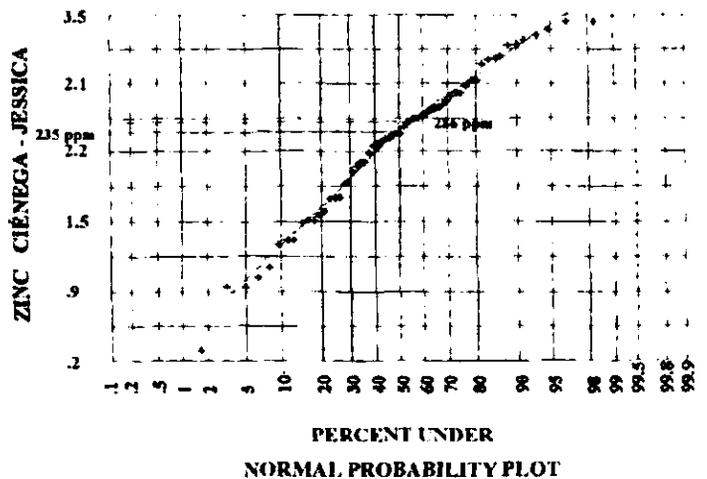
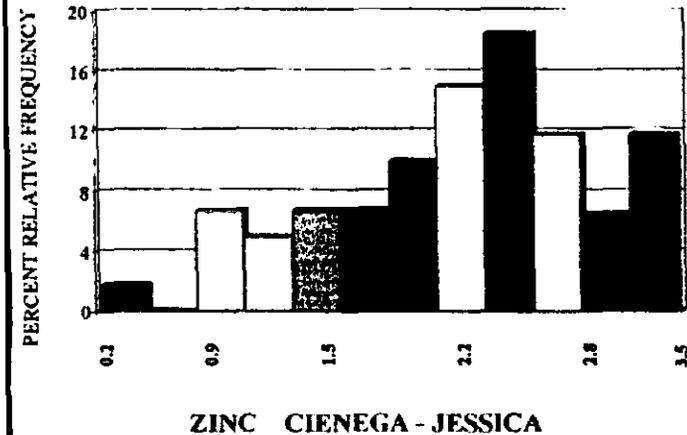
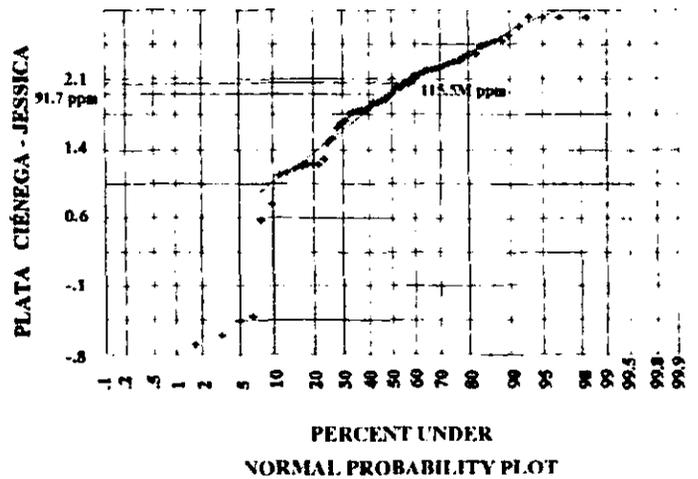
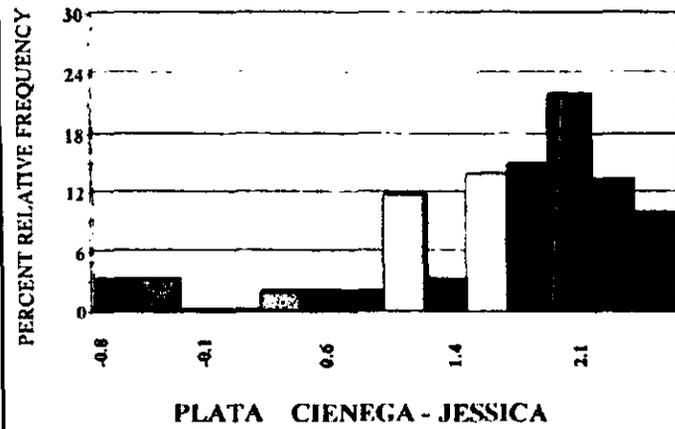
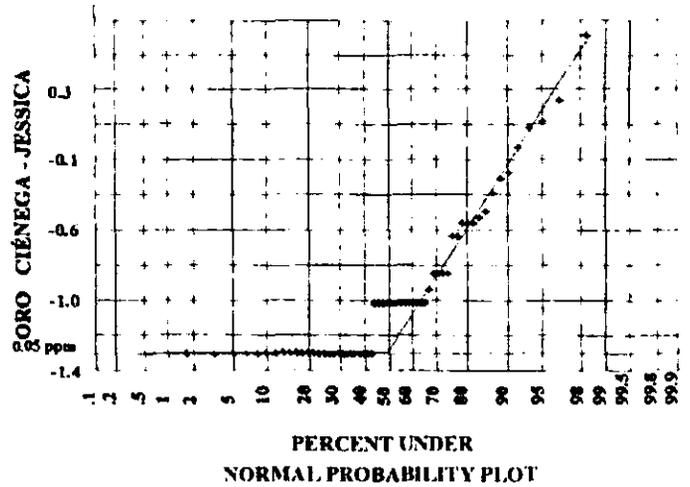
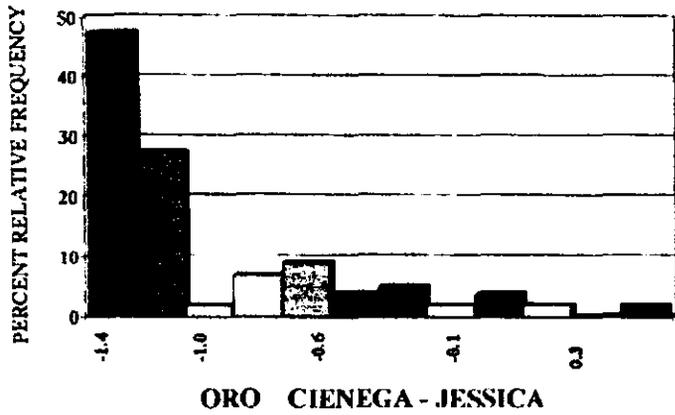


MANGANESO CIÉNEGA - JESSICA

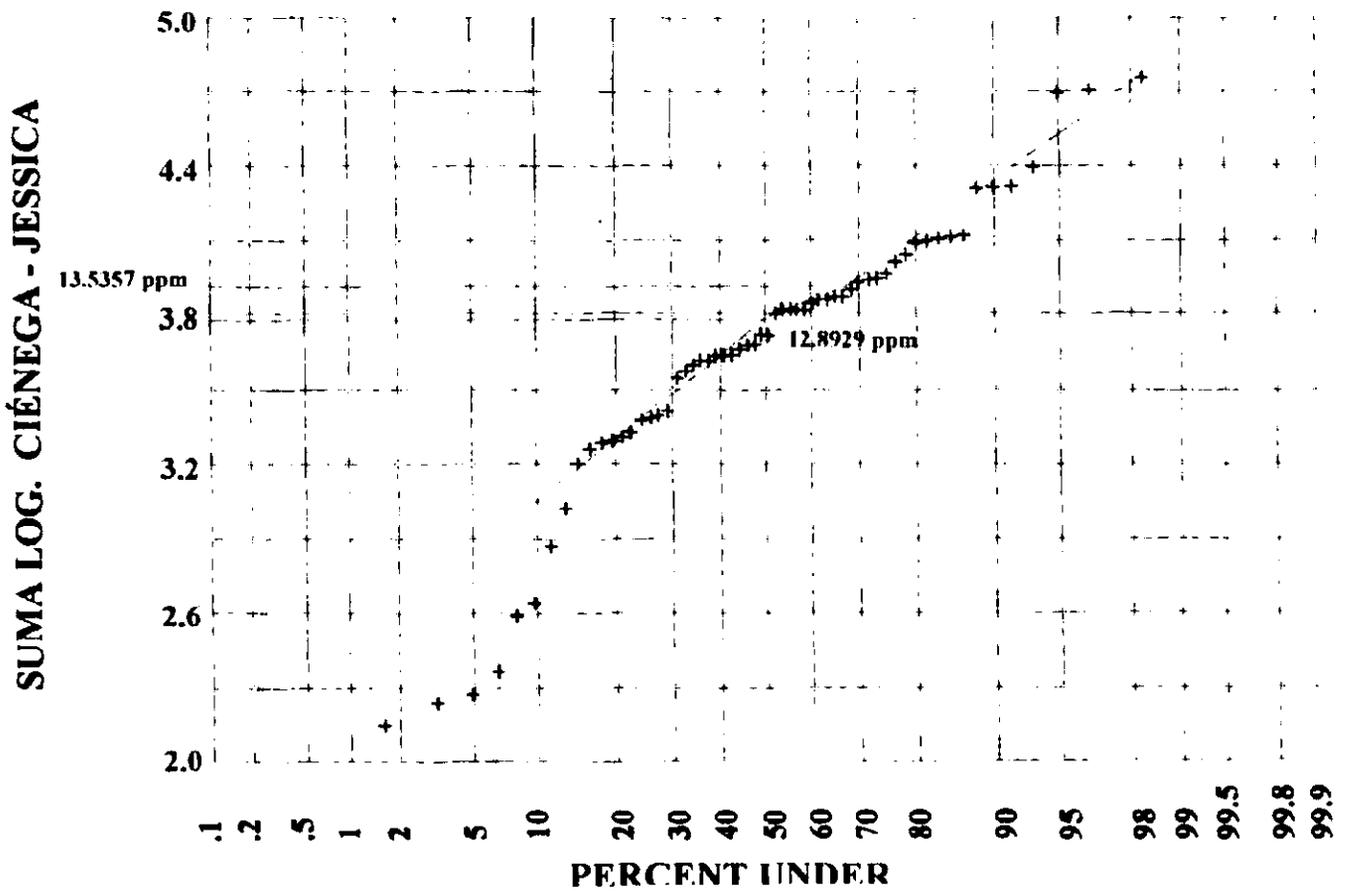
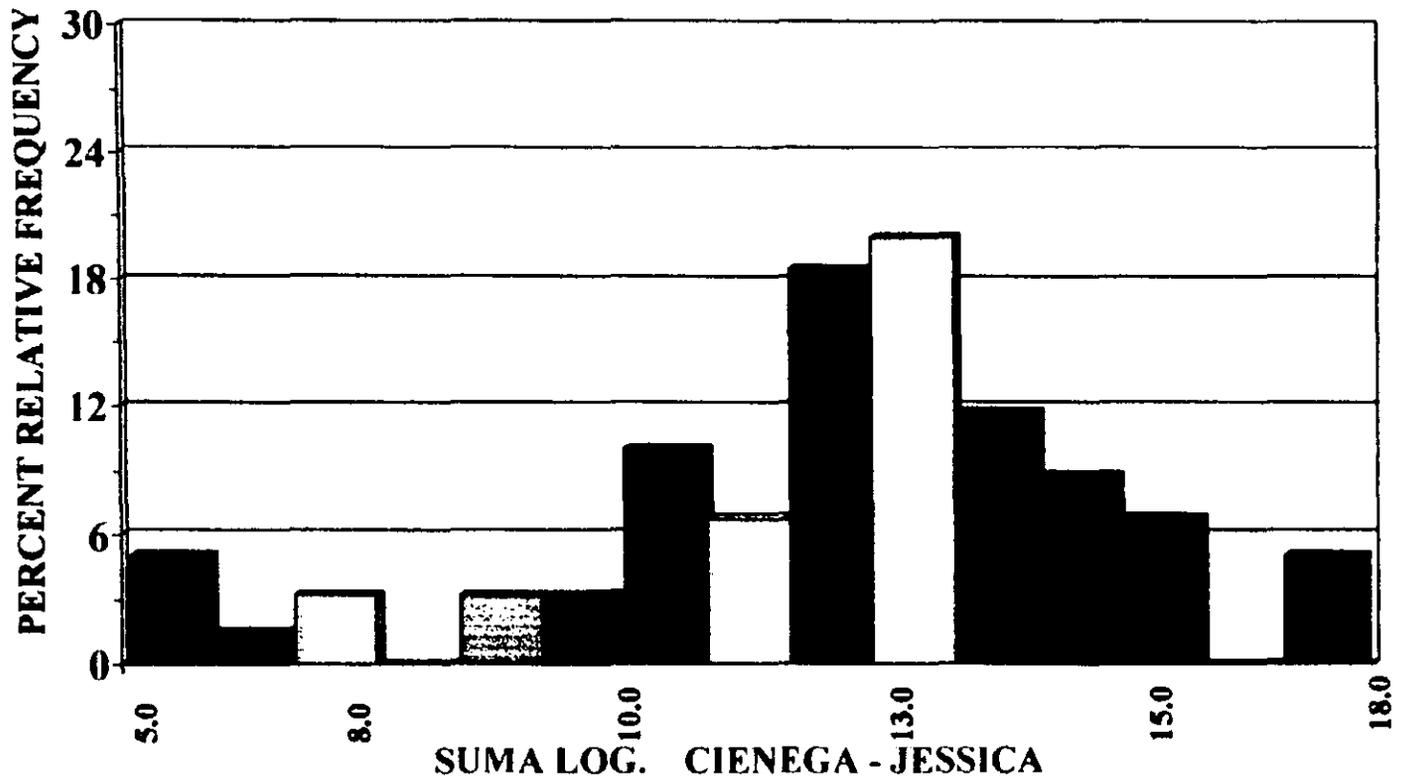


PERCENT UNDER
NORMAL PROBABILITY PLOT

MUESTREO DE VETAS EN SUPERFICIE



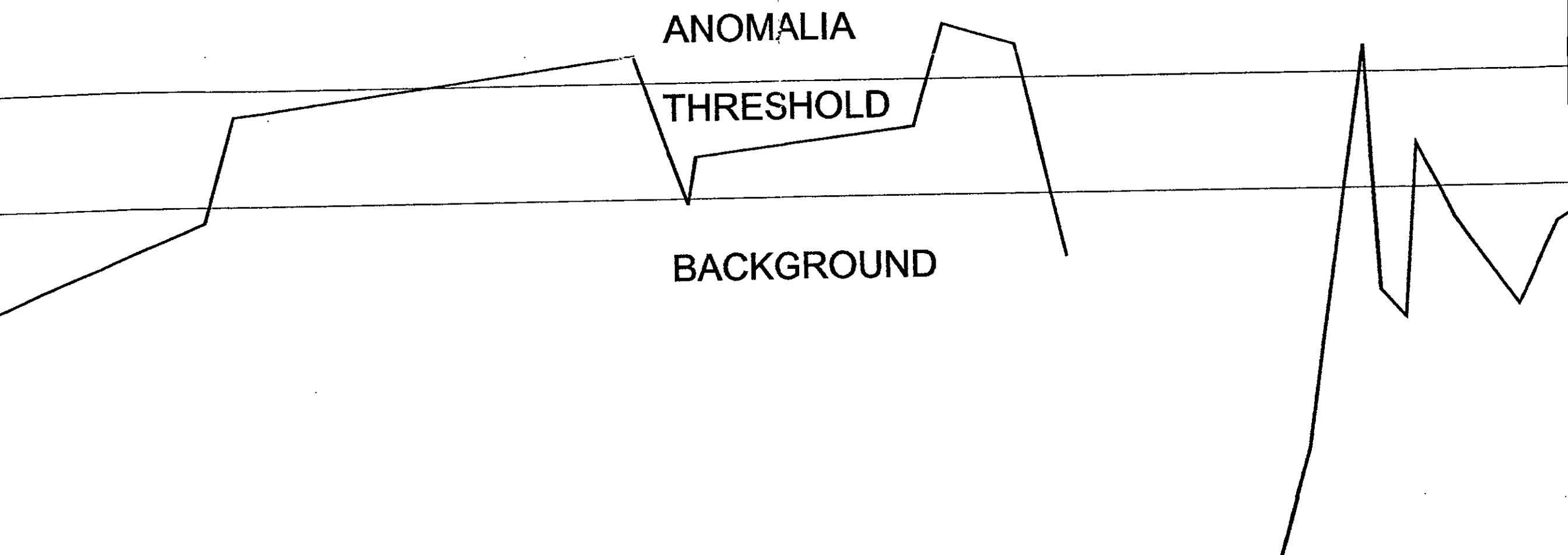
MUESTREO DE VETAS EN SUPERFICIE



MATRIZ DE CORRELACIONES

MUESTREO SUPERFICIAL DE LAS VETAS LA CIÉNEGA-JESSICA

	PLATA	COBRE	ZINC	BARIO	MANGANESO
ORO	.431	.288	.097	.369	.065
PLATA		.776	.643	.310	.193
COBRE			.812	.232	.317
ZINC				.238	.508



M-297
M-296

M-295
M-293
M-294

M-292
M-291
M-290
M-288

M-354
M-353

M-352
M-351
M-350
M-348

M-346
M-347
M-348

VETA LAS CASAS
SECCION RBO. N35°W VIENDO AL NE

VET.
SECCION RBO.

LCA-4

LCA-3

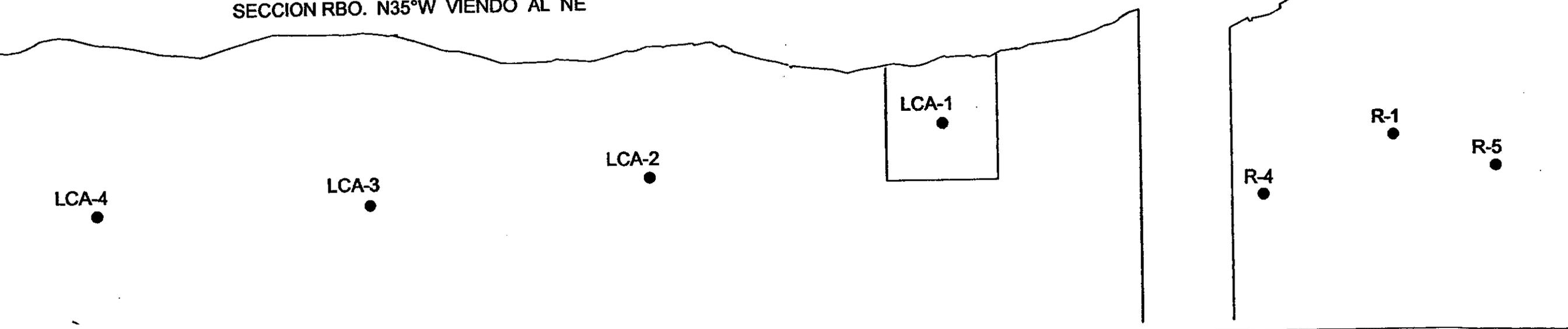
LCA-2

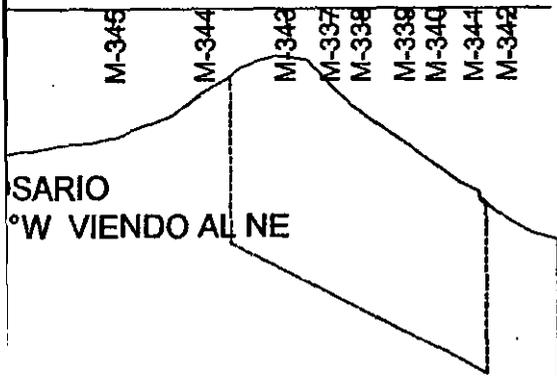
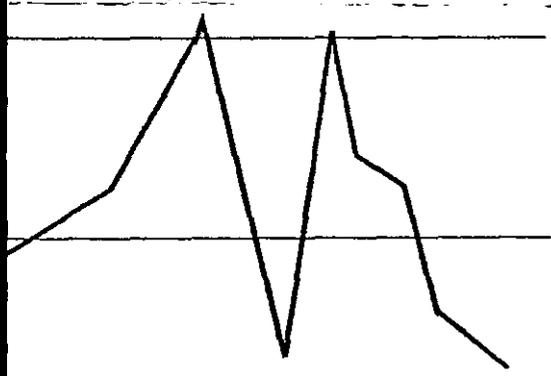
LCA-1

R-4

R-1

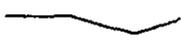
R-5





-2 ● R-3 ●

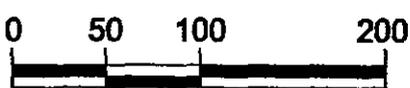
EXPLICACION

-  Perfil geoquímico
-  Perfil Topográfico
-  Zonas de mineral de interés
-  M-203 Muestra geoquímica superficial
-  LCA-3 Localización de Barrenos

ESTADIGRAFOS

MUESTREO SUPERFICIAL	
BACKGROUND	DE 6.10 a 11.00 P.P.M.
THRESHOLD	DE 12.00 a 14.00 P.P.M.
ANOMALIA	SOBRE 14.00 P.P.M.

ESCALA GRAFICA



METROS

U. N. A. M.		
FACULTAD DE INGENIERÍA		
PROYECTO LA CIENEGA		
Municipio de Santiago Papasquiario Dgo.		
Σlog Ag+log Zn+log Cu+log Ba+log Mn y Perfil geoquímico superficial		
Vetas Las Casas-Rosario		
José Morales Rodríguez	Tesis profesional Diciembre, 2000	Escala gráfica