

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA INGENIERÍA QUÍMICA – BIOINGENIERÍA

ESTUDIO DEL MACROMEZCLADO MECÁNICO DE POLVOS COHESIVOS ALIMENTARIOS CON DOS DIFERENTES IMPULSORES

TESIS QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE: DOCTORA EN INGENIERÍA

PRESENTA: M. en I. IXCHEL GIJÓN ARREORTÚA

TUTOR PRINCIPAL DR. ALBERTO TECANTE CORONEL FQ - UNAM COMITÉ TUTOR DR. ÁNGEL ENRIQUE CHAVEZ CASTELLAÑOS FQ - UNAM DR. MARCO AURELIO RAMÍREZ ARGAEZ FQ - UNAM

CIUDAD DE MÉXICO, MAYO 2016



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:	DR. GALINDO FENTANES ENRIQUE	
Secretario:	DR. AGUAYO VALLEJO JUAN PABLO	
Vocal:	DRA. CARBAJAL DE NOVA ROSA ISELA	
1 er. Suplente:	DR. VÉLEZ RUÍZ JORGE FERNANDO	
₂ do. _{Suplente:}	DR. TECANTE CORONEL ALBERTO	

Lugar donde se realizó la tesis: Laboratorio 313, Conjunto E, Facultad de Química, UNAM.

TUTOR DE TESIS:

NOMBRE

FIRMA

AGRADECIMIENTOS

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) por la beca otorgada, No. de becario 221948, para la realización de mis estudios de doctorado.

Agradecemos el apoyo financiero de la Dirección General de Asuntos del Personal Académico (DGAPA-UNAM) a través del proyecto de investigación IN 114312-3.

A la Coordinación de Estudios de Posgrado por el apoyado brindado para la asistencia al 21st International Congress of Chemical and Process Engineering CHISA del 23 al 27 de Agosto de 2014 en Praga, República Checa.

A la Universidad Nacional Autónoma de México y a su Facultad de Química por la oportunidad de formarme dentro de su programa de Maestría y Doctorado en Ingeniería.

A la Dra. María del Socorro Alpízar Ramos, responsable del Laboratorio de Tecnología Farmacéutica de la Facultad de Química UNAM, por el acceso al equipo de medición para realizar las determinaciones de flujo y por el apoyo técnico brindado en estas pruebas.

Al Ing. Héctor Legorreta Cuevas y al M. en I. Juan Luis Umaña del Departamento de Geotecnia de la División de Ingeniería Civil y Geomática de la Facultad de Ingeniería UNAM, por su asistencia técnica en las pruebas de fricción y por permitir usar la celda de corte directo.

Al Ing. Mariano García Del Gallego del Departamento de Ingeniería de Diseño de la Facultad de Ingeniería UNAM, por la elaboración del dibujo del doble listón helicoidal.

Al Dr. Ángel Enrique Chávez Castellanos y al Dr. Marco Aurelio Ramírez Argaez miembros de mi Comité Tutor, por sus valiosas observaciones y recomendaciones para el desarrollo del presente trabajo.

i

Al Dr. Alberto Tecante Coronel por su confianza, apoyo, tiempo, pero sobre todo por su dedicación incondicional para la realización de esta tesis.

Finalmente de forma especial agradezco a los miembros del jurado:

Dr. Galindo Fentanes Enrique Dr. Aguayo Vallejo Juan Pablo Dra. Carbajal De Nova Rosa Isela Dr. Vélez Ruíz Jorge Fernando

Por sus muy valiosas sugerencias durante la revisión de este trabajo, ya que todas contribuyeron a su mejoramiento.

CONTENIDO

1.9.1. Teoría de falla	22
1.9.2. Ensayo de corte directo	23
1.10. Clasificación del equipo de mezclado	24
1.11. Requerimientos de potencia para el mezclado	
CAPÍTULO 2.ESTUDIOS PREVIOS	27
CAPÍTULO 3.MATERIALES Y MÉTODOS	
3.1. Materias primas	
3.2. Equipo de mezclado	
3.3. Propiedades de los polvos	
3.3.1. Pruebas físicas	
3.3.1.1. Humedad	
3.3.1.2. Densidad a granel (ρ_b)	
3.3.1.3. Densidad de partícula (p _p)	
3.3.1.4. Porosidad	
3.3.1.5. Densidad compactada	
3.3.1.6. Distribución del tamaño de partícula	
3.3.1.7. Microscopía electrónica de barrido	
3.3.2. Propiedades de flujo	
3.3.2.1. Índice de compresibilidad	
3.3.2.2. Ángulo de reposo	
3.3.3. Propiedades de fricción	
3.4. Técnica de muestreo	
3.5. Análisis de la muestra	
3.6. Relación de carga	
3.7. Condiciones de carga	40
3.8. Grado de mezclado	41
3.9. Consumo de potencia	45
3.10. Análisis estadístico	45
CAPÍTULO 4.RESULTADOS Y DISCUSIÓN	46
4.1 Propiedades de los polvos	46
4.1.1. Propiedades físicas	46

4.1.2. Propiedades de flujo	
4.1.3. Propiedades de fricción	51
4.2. Tiempo de mezclado	
4.3. Consumo de potencia	
4.3.1. Comportamiento de la velocidad del torque	
4.3.2. Relación de potencia	
4.3.3. Análisis dimensional	
CONCLUSIONES	
REFERENCIAS	
ANEXO 1. CURVA DE REFERENCIA	76
ANEXO 2. PRUEBA DE CORTE DIRECTO	76
ANEXO 3. ANÁLISIS DIMENSIONAL	

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Clasificación del material sólido	8
Tabla 2. Definiciones de formas de partículas	17
Tabla 3. Definiciones de diámetros de esfera equivalente	
Tabla 4. Técnicas analíticas de determinación del tamaño de las partículas	18
Tabla 5. Comportamiento del flujo de los polvos	20
Tabla 6. Clasificación de los mezcladores de polvos	25
Tabla 7. Dimensiones (m) del equipo de mezclado; $n_o y n_i$ son adimensionales	
Tabla 8. Resultados del análisis de humedad	46
Tabla 9. Densidad del bulk	47
Tabla 10. Densidad compactada	
Tabla 11. Distribución de tamaño de partícula	
Tabla 12. Propiedades de flujo de los polvos	
Tabla 13. Propiedades de fricción de los polvos.	51
Tabla 14. Características de mezclado del impulsor SCR y HDR.	

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Fuerzas entre partículas10
Figura 2. Métodos para la determinación del ángulo de reposo
Figura 3. Esfuerzo de cizalla vs esfuerzo normal24
Figura 4. Masa semiinfinita, sin cohesión, con superficie horizontal: tensiones y límites de un elemento prismático y diagrama de corte para el estado pasivo
Figura 5. Impulsor de doble listón helicoidal (HDR)
Figura 6. Impulsor de listón curvo segmentado (SCR)
Figura 7. Ángulo de reposo
Figura 8. Caja de corte directo
Figura 9. Dispositivo de muestreo
Figura 10. Esquema del tanque mezclador40
Figura 12. Curva de mezclado a 25 rpm y $f = 0.33$ en el SCR
Figura 13. Curva de mezclado a 50 rpm y $f = 0.33$ en el SCR
Figura 14. Curva de mezclado a 75 rpm y $f = 0.33$ en el SCR
Figura 15. Curva de mezclado a 25 rpm y $f = 0.33$ en el HDR
Figura 16. Curva de mezclado a 50 rpm y f = 0.33 en el HDR44
Figura 17. Curva de mezclado a 75 rpm y $f = 0.33$ en el HDR44
Figura 18. Distribución del tamaño de partícula de almidón de maíz nativo
Figura 19. Distribución del tamaño de partícula de azúcar en polvo
Figura 20. Micrografía de partículas de almidón de maíz nativo y azúcar en polvo, objetivo 1000x y 2500x. La barra de escala es de 10 µm50
Figura 21. Relación entre el esfuerzo de cizalla y el esfuerzo normal para almidón de maíz, azúcar en polvo y su mezcla
Figura 22. Cambios en la concentración de azúcar a 25 rpm y f = 0.33 en el SCR
Figura 23. Cambios en la concentración de azúcar a 25 rpm y $f = 0.33$ en el HDR
Figura 24. Cambios en la concentración de azúcar a 50 rpm y f = 0.33 en el SCR56
Figura 26. Cambios en la concentración de azúcar a 75 rpm y $f = 0.33$ en el SCR
Figura 27. Cambios en la concentración de azúcar a 75 rpm y $f = 0.33$ en el HDR

Figura 28. Efecto de N sobre T para diferentes f en SCR
Figura 29. Efecto de N sobre T para diferentes f en HDR
Figura 30. Efecto de la velocidad del SCR en el consumo de potencia a diferentes relaciones de carga
Figura 31. Efecto de la velocidad del HDR en el consumo de potencia a diferentes relaciones de carga
Figura 32. Efecto de pb, µi,VI, LI, y N sobre el consumo de potencia para diferentes relaciones de carga en el SCR
Figura 33. Efecto de ρ_b , μ_i , V_I , L_I , y N sobre el consumo de potencia para diferentes relaciones de carga en el HDR
Figura 34. Curva de potencia para diferentes relaciones de carga del SCR64
Figura 35. Curva de potencia para diferentes relaciones de carga del HDR65
Figura36. Curva de consumo de potencia adimensional generalizada para el SCR67
Figura37. Curva de consumo de potencia adimensional generalizada para el SCR67

NOMENCLATURA

C	[Pa]	cohesión
C _b	[m]	espacio entre el fondo del tanque y el impulsor
CI	[%]	índice de compresibilidad
D[v, 0.5]	[µm]	diámetro mediano de las particular alimentarias
D _i	[m]	diámetro del listón interior
Do	[m]	diámetro del listón exterior
D _T	[m]	diámetro del tanque
e	[%]	porosidad
e _{max}	[%]	porosidad máxima
f	[-]	relación de carga
F _C	[N]	fuerza de cohesión
g	$[m s^{-2}]$	aceleración debida a la gravedad
h	[m]	altura de la pila de polvo
K _P	[-]	constante del impulsor
L _I	[m]	longitud del impulsor
Li	[m]	longitud axial del listón interior del impulsor de doble listón
		helicoidal
L _o	[m]	longitud axial del listón exterior del impulsor de doble listón
		helicoidal
L _T	[m]	longitud del tanque
n	[-]	número de pasos del impulsor
n _i	[-]	número de pasos en el listón interior
n _o	[-]	número de pasos en el listón exterior
Ν	[rps]	velocidad de giro del impulsor
N _C	[-]	número de cohesión
N _{Ce}	[-]	número efectivo de cohesión
N _s	[-]	número total de muestra en la Eq. (4)
N _P	[-]	número de potencia

p_i	[m]	paso del listón interior
po	[m]	paso del listón exterior
Р	[W]	potencia de mezclado
R	[-]	coeficiente de regresión
t	[min]	tiempo
t _M	[min]	tiempo de mezclado
Т	[N·m]	torque total de mezclado
T _R	[N·m]	torque residual
T _T	[N·m]	torque promedio
V	[m ³]	volumen del tanque
VI	[m ³]	volumen del impulsor
Wi	[m]	ancho del listón interior
Wo	[m]	ancho del listón exterior
W	[kg]	masa de polvo
Xi	[g/g]	concentración promedio determinada experimentalmente
X _s	[g/g]	concentración de la muestra

Letras griegas

α	[^o]	ángulo de reposo de los polvos
ϕ_i	[^o]	ángulo de fricción interna
φ	[min ⁻¹]	coeficiente de velocidad de mezclado
μ_{i}	[-]	coeficiente de fricción
$ ho_b$	$[\text{kg m}^{-3}]$	densidad a granel
$ ho_p$	$[\text{kg m}^{-3}]$	densidad de partícula
σ	[Pa]	esfuerzo normal
σ_{s}	[-]	desviación estándar
σ_0	[-]	ordenada al origen en la Eq. (5)
τ	[kPa]	esfuerzo de cizalla

RESUMEN

Se evaluó el comportamiento de un mezclador de doble listón helicoidal (HDR) y de listón curvo segmentado (SCR), en términos del tiempo de mezclado y el consumo de potencia en el mezclado de almidón de maíz nativo y azúcar en polvo. Se determinaron las propiedades físicas, de flujo y de fricción de los componentes individuales y su mezcla 50:50 (p/p). Las propiedades de fricción fueron determinadas en un aparato de corte directo de deformación controlada. Las pruebas mostraron que los polvos son considerados cohesivos, ultra/superfinos con diferente fricción interna y propiedades de flujo de malas a buenas. El movimiento de agitación del HDR redujo el tiempo de mezclado, t_M, en 3.4, 2.6 y 2.5 veces a 25, 50 y 75 rpm, respectivamente, en comparación con el SCR. En ambos agitadores el coeficiente de la velocidad de mezclado, φ , a 75 rpm fue mayor que sus correspondientes a 50 y 25 rpm. El producto del φ y el t_M al final del mezclado fue el mismo para 25, 50 75 rpm, su valor se aproxima a 1.6 y 2.0 en el SCR y en el HDR, respectivamente.

El consumo de potencia fue correlacionado con propiedades físicas como la densidad a granel (ρ_b) y el coeficiente de fricción (μ_i), las dimensiones del sistema; el volumen del impulsor (V_I) y la longitud (L_I) y las condiciones de operación; la relación de carga (f) y la velocidad del impulsor (N), por la relación P = $0.21[(\rho_b\mu_i)(V_IL_I)(fN)g]$ para HDR y P = $0.91[(\rho_b\mu_i)(V_IL_I)(fN)g]^{0.93}$ para SCR. El análisis dimensional consideró la fuerza de cohesión, F_C, como la variable que afecta los requerimientos de potencia para el mezclado de polvos cohesivos. F_C fue obtenida como el producto de la cohesión, C, de la mezcla por el área de la superficie de la celda de corte. El grupo $P/\rho_b D_o^5 N^3$ es el número de la potencia, N_p, y el grupo $\rho_b D_o^4 N^2 / F_c$ es el número de la cohesión, N_C, cuya relación se estableció como $N_p = K_p(N_C)^{-a}$ para cada relación de carga, f. La dependencia de la constante del impulsor, K_p, con f fue aproximada por una relación lineal. Para obtener una curva de potencia adimensional generalizada, se obtuvo un número de cohesión efectivo, $(N_{Ce} = [\rho_b D_o^4 N^2 / F_C][K_p(f)/f])$. Este procedimiento dio una línea recta única que ajustó bien la dependencia del número de la potencia con el número efectivo de cohesión. Por lo tanto, este método permitió obtener una correlación generalizada. La relación entre el número de la potencia y el número efectivo de cohesión está dada por $N_p = K_{pe}(N_{Ce})^{-1.01}$ y $N_p =$ $K_{pe}(N_{Ce})^{-1.03}$, en la cual la constante efectiva del impulsor $K_{Pe}=2.47\ y\ K_{pe}=13.52$ para relaciones de carga de 0.17-0.50 y 0.25-0.50 en el SCR y HDR, respectivamente. N_p decrece con el incremento de $N_{Ce}.$

ABSTRACT

The mixing time and power consumption of a helical double-ribbon impeller (HDR) and a segmented curved ribbon impeller (SCR) during blending of normal corn starch and icing sugar were evaluated. The physical properties, flow properties, and frictional properties of individual components and a 50:50 (w:w) blend were measured. Frictional properties of food powders were determined in a strain controlled direct shear test equipment. Tests showed the powders to be cohesive, hyperfine/superfine, with fair to good flow properties and a different internal friction coefficient. The mixing time, t_M, was reduced 3.4, 2.6 y 2.5 times at 25, 50 y 75 rpm, respectively, by the motion of HDR, compared with SCR. The coefficient of mixing rate, φ , at 75 rpm was greater than the corresponding ones at 50 and 25 rpm for the SCR and for the HDR. The product t_M and φ was the same for 25, 50 75 rpm, its value is close to 1.6 and 2.0 for the SCR and for the HDR at the end of mixing.

Power consumption data were correlated with relevant powder physical properties; bulk density (ρ_b) and friction coefficient (μ_i) , system dimensions; impeller volume (V_I) and length (L₁), and operating conditions; load ratio (f) and impeller speed (N), by the relationship P = $0.21[(\rho_b\mu_i)(V_IL_I)(fN)g]$ for HDR and P = $0.91[(\rho_b\mu_i)(V_IL_I)(fN)g]^{0.93}$ for SCR. A dimensional analysis was made considering the cohesive force as the variable that affects the power requirements for mixing cohesive powders. The group $P/\rho_b D_o^5 N^3$ is the power number, N_p, and the group $\rho_b D_o^4 N^2/F_c$ is the cohesion number, N_C, so the relationship between the power number and the cohesion number is of the form N_p = $K_p(N_C)^{-a}$ for each load ratio f. The dependence of K_p with f could be approximated by a linear relationship. In order to obtain a generalized dimensionless power curve, an effective cohesion number, $(N_{Ce} = [\rho_b D_o^4 N^2 / F_C] [K_p(f)/f])$, was obtained. This procedure results in a unique straight line and fits quite well the dependence of power number with the effective cohesion number. Therefore, this method allows a generalized correlation to be obtained. The relationship between the power number and the effective cohesion number is given by $N_p = K_{pe}(N_{Ce})^{-1.01}$, and $N_p = K_{pe}(N_{Ce})^{-1.03}$, in which the effective impeller constant $K_{Pe} =$ 2.47, and $K_{Pe} = 13.52$ for load ratios of 0.17-0.50, and 0.25-0.50 for SCR and HDR respectively. N_P decreased with increasing N_{Ce} .

INTRODUCCIÓN

El mezclado de partículas sólidas es una operación muy común en la industria de alimentos. Aunque rara vez se emplea como una operación independiente en un proceso dado, es sin duda una de las etapas más importantes que determinan la calidad física, sensorial, organoléptica y nutricional del producto final al reducir la heterogeneidad y los gradientes en concentración, color, textura o sabor entre las diferentes partes de la mezcla (Barbosa-Cánovas et al., 2005; Smith, 2007; Singha & Panda, 2012). El volumen y el tipo de producción de polvos están aumentando día a día, ya que es una forma estable de los alimentos fácil de usar, empacar, distribuir y manipular (Cuq et al., 2013). Existe teoría básica escasa para sustentar el funcionamiento práctico de mezcladores de tamaño industrial y muy poca literatura que describa los resultados experimentales del mezclado de sólidos o la información del diseño de mezcladores basados en los materiales alimenticios (Smith, 2007). Contrario a los polvos modelo, por ejemplo, las camas de vidrio hechas de partículas homogéneas, esféricas, mono dispersas e inertes, los polvos alimentarios muestran gran heterogeneidad en tamaño forma y estructura, por lo que su mezclado es complicado (Cuq et al., 2013). Además, se sabe que la mayoría de estos materiales son cohesivos, lo que significa que las fuerzas entre sus partículas son significativamente altas en relación con su propio peso (Peleg, 1983). Como regla general, el tamaño de partícula por debajo del cual los efectos cohesivos son importantes para materiales secos puede ser tomado como 100 µm (Rao & Nott, 2008).

La evaluación de la calidad de mezclado parece ser una preocupación constante para la industria, la cual necesita asegurar un control muy preciso sobre sus procesos de mezclado (Cuq et al., 2013). La calidad de mezclado es afectada por varios factores como el tipo y diseño del mezclador, incluyendo tamaño, forma y geometría del agitador, velocidad de giro, tiempo de mezclado y también por el tipo de polvo que se mezcla. La industria de alimentos demanda diseños de mezcladores de fácil limpieza, de menor gasto de energía y un funcionamiento flexible (Singha & Panda, 2012). Una amplia variedad de alimentos, los procesos de mezclado se llevan a cabo aún frecuentemente en lotes, debido a la gran flexibilidad y bajo costo de operación de este sistema en comparación con el proceso

continuo (Barbosa-Cánovas et al., 2005). La práctica del mezclado para las aplicaciones en alimentos está basada aún en una combinación de experiencia y ciencia. El conocimiento disponible no es suficiente para determinar la calidad y la estabilidad de las mezclas como función de las propiedades de los polvos en el proceso de mezclado (Cuq et al., 2013). Por lo tanto, se debe hacer énfasis en la necesidad de comprender la dinámica de los fenómenos que ocurren dentro de un tanque agitado.

Los métodos de predicción de las características del rendimiento del equipo de mezclado implican las correlaciones entre grupos adimensionales y la relación de modelos (Uhl & Gray, 1966). Una consideración importante en el diseño de un sistema agitado es el requerimiento de potencia para mover el impulsor. Se han publicado pocas correlaciones del consumo de potencia del impulsor con características del equipo, condiciones de operación y propiedades físicas de los sólidos para sistemas de partículas en comparación con los fluidos.

Los objetivos de este trabajo fueron: 1) determinar el desempeño de un impulsor de doble listón helicoidal y uno de listón curvo segmentado durante el mezclado de almidón nativo de maíz y azúcar en polvo; 2) correlacionar los datos de consumo de potencia con propiedades físicas relevantes de los polvos, dimensiones del sistema y condiciones de operación mediante análisis dimensional. Los resultados presentados aquí contribuyen a entender las propiedades físicas importantes para el mezclado y una correlación útil para predecir los requerimientos de energía para el proceso de agitación de polvos cohesivos alimentarios en estos mezcladores en particular, que puede ser utilizada como una herramienta de ingeniería en el diseño de procesos de mezclado.

OBJETIVOS

General

Determinar el comportamiento del mezclado de polvos cohesivos alimentarios en términos del consumo de potencia tomando en cuenta las propiedades físicas y de fricción de las partículas sólidas, las variables geométricas del sistema y las condiciones de operación, mediante el análisis dimensional, para predecir los requerimientos de energía en el proceso de mezclado.

Particulares

- Determinar las características de operación de dos diferentes impulsores para lograr la homogeneidad de mezclas de polvos alimentarios cohesivos.
- Caracterizar las propiedades del almidón nativo y del azúcar en polvo por medio de pruebas físicas, de flujo y friccionales, para evaluar cualitativa y cuantitativamente su comportamiento.
- Evaluar el rendimiento de dos diferentes impulsores durante el mezclado de polvos cohesivos alimentarios, mediante el tiempo de mezclado y el coeficiente de velocidad a diferentes condiciones de operación, para caracterizar de manera cuantitativa su desempeño.
- 4. Correlacionar el consumo de potencia con las condiciones de operación, las propiedades del polvo y las dimensiones del mezclador, mediante los datos experimentales, para describir el comportamiento del mezclado de polvos cohesivos alimentarios.
- Determinar los requerimientos de potencia del mezclador, con la relación del número de cohesión efectiva, N_{Ce}, y el número de la potencia, N_P, para la obtención de una correlación adimensional.

HIPÓTESIS

Debido a que las partículas sólidas necesitan el suministro de energía de un impulsor para moverse y su respuesta depende de sus fuerzas de contacto, la inclusión de la cohesión en el análisis dimensional de consumo de potencia, permitirá proponer un modelo de comportamiento mecánico de polvos cohesivos en la operación de mezclado.

CAPÍTULO 1 GENERALIDADES

1.1. Material granular

Los polvos alimenticios son materiales granulares. Un material granular es un conjunto de componentes discretos dispersados en un fluido, de manera que sus constituyentes están sustancialmente en contacto con sus vecinos. Sin embargo, esta definición es muy general y dependiendo de sus constituyentes, pueden ser clasificados de acuerdo a las características resumidas en la Tabla 1 (Brown & Richards, 1970).

1001	a 1: Clusificación del materia	i bolido:
Intervalo del tamaño de partícula	Nombre del material	Nombre del componente individual
$0.1 \ \mu m - 1.0 \ \mu m$	Polvo hiperfino/ultrafino	Partícula ultrafina
$1.0\ \mu m - 10\ \mu m$	Polvo superfino	Partícula superfina
$10\ \mu m-100\ \mu m$	Polvo granular	Partícula granular
$100\ \mu m-3.0\ mm$	Sólido granular	Gránulo
3.0 mm - 10 mm	Sólido discontinuo	Gránulo discontinuo

Tabla 1. Clasificación del material sólido.

Fuente: Nedderman, 1992.

Un material granular es llamado seco si el fluido en los intersticios entre los granos es aire. Por otro lado, si el espacio vacío está completamente lleno con agua, el material es llamado un material granular saturado. Si hay agua en algunos de los espacios vacíos y el resto de los espacios son llenados con aire se dice que el material está parcialmente saturado.

Cuando los materiales granulares están en reposo o en movimiento, exhiben muchas características que no pueden ser anticipadas sobre la base de la experiencia con fluidos y sólidos. A diferencia de los líquidos, los materiales granulares son compresibles en el sentido que el espacio que hay entre las partículas a menudo cambia durante el desplazamiento. Por ejemplo, si las partículas están muy apretadas tienden a distanciarse cuando fluyen. Similar a los sólidos, los materiales granulares pueden sostener el esfuerzo de cizalla en reposo, como en el caso de una pila de polvo. Si se intenta mezclar líquidos se puede lograr una composición uniforme, pero hacerlo con partículas sólidas de diversos tamaños o materiales frecuentemente conduce a la segregación o separación de los constituyentes.

En algunos casos, particularmente cuando se trata con sólidos granulares, el efecto del fluido intersticial puede ser ignorado. En otros casos, como el flujo de materiales granulares finos, la interacción fluido-partícula afecta fuertemente el flujo de las partículas (Rao & Nott, 2008). Las propiedades de un material granular están determinadas por las de sus componentes individuales y por la manera en la cual estos interactúan unos con otros y por las propiedades del fluido intersticial entre las partículas. Por ejemplo, la densidad a granel, depende del tamaño y la forma de sus componentes y de la manera en la cual estas pueden ensamblarse juntas (Brown & Richards, 1970).

1.2. Fuerzas entre partículas

Las fuerzas son generalmente clasificadas en fuerzas de cuerpo o en fuerzas de contacto. Las fuerzas de cuerpo actúan por lo común en todas las partículas que forman el flujo. Las fuerzas de contacto, en cambio, actúan sólo cuando las partículas están en contacto con un límite o una frontera.

1.2.1. Fuerzas electrostáticas y de van der Waals

Las fuerzas electrostáticas son las que se presentan entre partículas cargadas eléctricamente, como se muestra en la Figura 1. Las fuerzas de van der Waals son interacciones entre dipolo inducido-dipolo inducido. Estas actúan entre las moléculas de la superficie de la partícula, en una distancia muy corta; 10⁻⁷ m (Villafuerte-Robles, 1999). Cuando dos partículas están hechas del mismo material las fuerzas electrostáticas y de van der Waals son atractivas. Las cargas eléctricas acumuladas en las partículas sólidas pueden causar la adhesión de una capa de polvo en las paredes del equipo de proceso (Bhandari, 2013).

1.2.2. Puentes líquidos o fuerzas capilares

Un puente de líquido es una capa de líquido que conecta dos partículas, se debe a la presión capilar formada por la adhesión del líquido en los huecos entre las partículas y la tensión interfacial generada por la interacción del líquido contra las superficies de las partículas (Villafuerte-Robles, 1999). Se produce por la liberación de componentes líquidos móviles de las partículas. La fuerza capilar y la tensión superficial del líquido gobiernan el flujo entre las partículas adyacentes y el puente. El secado o cristalización del líquido después de

la formación de un puente convierte a este en un puente sólido, como se muestra en la Figura 1. La conversión de líquido a sólido hace más fuerte el enlace. Este tipo de enlace entre las partículas es aún frágil debido a la estrechez del puente. Los puentes líquidos usualmente hacen que la fluidez de una cama de polvo, el transporte neumático y el mezclado se dificulten ya que las partículas no se mueven de forma independiente (Bhandari, 2013).

Fuerzas de van der Waals





Figura 1. Fuerzas entre partículas (Jürgen, 2007).

1.2.3. Fuerzas de contacto

La cohesión y la fricción son fuerzas de contacto que surgen de las interacciones electromagnéticas entre las partículas y se han evaluado tradicionalmente usando modelos fenomenológicos. La cohesión es la tendencia de las partículas a mantenerse unidas debido al efecto de las fuerzas entre partículas como: fuerzas de van der Waals, puentes líquidos o sólidos y fuerzas electrostáticas. Supongamos que dos cuerpos hechos del mismo material

están en contacto a través de una interface, un material se asume como cohesivo si fuerzas netas son aplicadas en dirección normal a la interface. Contrariamente, un material sin cohesión es aquel incapaz de soportar esfuerzos de tensión. La cantidad y tipo de fluido intersticial pueden influir en el carácter cohesivo de un material. La cohesión es importante para partículas finas y para materiales granulares húmedos. Como regla general, el tamaño de partícula, debajo del cual los efectos cohesivos son importantes para materiales secos, puede tomarse como 100 μ m. Las partículas grandes forman materiales no cohesivos debido a que su peso individual supera las fuerzas de atracción.

La fricción es la resistencia al desplazamiento relativo en dirección tangencial entre dos cuerpos que comparten una interface. La resistencia puede aumentar por las asperezas o rugosidades sobre la superficie de un cuerpo que se adhiere para formar uniones (Rao & Nott, 2008).

1.3. Mezclado de polvos

El mezclado de sólidos es una operación en la cual dos o más materiales en forma de partículas son distribuidos aleatoriamente de una posición inicial x_0 , y_0 y z_0 a una posición final x_1 , y_1 y z_1 , independientemente del punto de partida inicial, en un mezclador (Fan et al., 1970; Kaye, 1997). Esta operación ha sido ampliamente utilizada por las industrias cerámica, metalúrgica, química, alimentos, cosméticos, carbón, plásticos y farmacéutica (Muzzio et al., 2004). Sin embargo, la comprensión de los fundamentos teóricos y prácticos de la operación se ha desarrollado menos en comparación con otros procesos (Bridgwater, 2010), por ejemplo, el mezclado de fluidos o de sólidos en líquidos. Una de las razones de la falta de información es que el número de factores que interactúan durante el mezclado de sólidos varía y es tan complejo que se hace difícil la descripción cuantitativa (Kaye, 1997). Además, los resultados obtenidos para un sistema de partículas pueden no ser aplicables a otro. Otra razón es que las personas involucradas en el tema confían en su experiencia acumulada para explicar cómo los materiales son mezclados (Clump, 1967). Esto aporta una gran componente empírica de tal forma que el mezclado de sólidos es todavía más un arte que una ciencia.

El objetivo del mezclado de sólidos es obtener una mezcla tan uniforme como sea posible. Para satisfacer este requerimiento es necesario entender el proceso elemental que actúa durante esta operación. La principal pregunta es: ¿cómo, a qué velocidad y cuál es el grado de mezclado alcanzado? para responderla es necesario conocer, entre otros, el mecanismo y la cinética del proceso. El mecanismo puede ser considerado como una característica cualitativa que gobierna la manera en la que los componentes se mezclan. En el caso de que diferentes mecanismos actúen simultáneamente, es importante asegurar su contribución relativa al resultado global de la operación. Los mecanismos influyen significativamente en la velocidad del proceso y en la factibilidad de alcanzar la homogeneidad (Gyenis, 1999).

En el mezclado de sólidos las características de las partículas, equipo de mezclado y las condiciones de operación pueden influir en la tendencia a mezclar o a segregar, por lo tanto el grado y la velocidad de mezclado son función de estas variables (Fan et al., 1970).

El mezclado de sólidos es usado particularmente en la industria de alimentos con el objetivo principal de reducir la falta de uniformidad y los gradientes de concentración, color, textura y sabor entre las diferentes partes de un sistema. El grado de uniformidad puede variar un poco, pero la mayoría de las veces es importante proporcionar una mezcla de sabor agradable y nutricionalmente balanceada y de color uniforme. Esta industria depende en gran medida de esta operación para garantizar la entrega de un producto con propiedades constantes. Un procesos de mezclado satisfactorio debe producir una mezcla uniforme en el mínimo de tiempo con un mínimo de costo en gastos generales, potencia y mano de obra (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

Los polvos en reposo presentan el efecto de fuerzas cohesivas y de la gravedad, por lo que permanecerán inmóviles, si no se suministra una cantidad de energía que permita a las partículas distribuirse en todo el recipiente que las contiene. Esta transmisión de energía se realiza por medios mecánicos. Para esto se somete a tensión la masa de polvos, aplicando una presión. La tensión generada en la masa de polvos puede ser por compresión, por estiramiento o por corte. La aplicación de estos tipos de tensión sobre las partículas iniciará el movimiento de las mismas. Una característica básica para el mezclado de polvos es la resistencia presentada por el conjunto de partículas para fluir. Esta resistencia al flujo de las

partículas se define como la condición crítica en la cual se inicia el flujo desde un estado estacionario. La fricción y la fuerza de cohesión son las variables que impiden el flujo del sistema de partículas. Estas variables dan lugar a dos tipos de resistencia al flujo, la resistencia a la tensión y la resistencia al corte. Estas resistencias al flujo están estrechamente relacionadas con el arreglo espacial de las partículas, a través del grado de interconexión de las mismas. Las fuerzas entre partículas, en los puntos de contacto, son el origen fundamental de las fuerzas de resistencia al movimiento entre dos partículas y son el modelo fundamental de la resistencia del conjunto. La velocidad de mezclado es una función de la fuerza de fricción entre las partículas (Villafuerte-Robles, 1999).

1.3.1. Mecanismos de mezclado

Para mezclar Lacey (Lacey, 1954) asumió, en analogía con los fluidos, que el movimiento transmitido a las partículas debe contener tres tipos de mezclado básicos: 1) el mezclado convectivo que involucra el transporte de un grupo grande de partículas de una locación a otra; este movimiento se puede inducir por la inversión de una capa de polvo por medio de un agitador, y contribuye a un mezclado macroscópico, 2) el mezclado dispersivo es causado por un movimiento aleatorio de las partículas, dentro de una capa de polvo, que se refiere a la redistribución de las partículas de unas con respecto a otras; este movimiento se presenta en las regiones de composición diferente que están sujetas al movimiento de corte, su velocidad de mezclado comparada con la del mezclado convectivo es más lenta, pero es esencial para la homogeneización microscópica y 3) el mezclado de cizalla o corte que es el cambio en la distribución de los componentes generado por la formación de planos de deslizamiento en la mezcla.

El mezclado convectivo no puede ser separado totalmente del mezclado dispersivo. La convección especialmente en partículas densas, siempre causa cierta cizalla entre el movimiento de regiones adyacentes a diferentes velocidades y viceversa: y la cizalla no existe sin un desplazamiento relativo, esto es, la convección. Naturalmente la relación entre ellas depende de las propiedades del material. Por lo tanto, es más adecuado hablar de la relación convección-cizalla en vez de pura convección o cizalla. El mezclado dispersivo de partículas es análogo a la difusión molecular, toma lugar en los fluidos, con respecto al choque de las partículas al azar, esta analogía no es perfecta, ya que existen grandes

diferencias entre el tamaño y las propiedades físicas, la diferencia crucial es la difusión molecular que se lleva acabo espontáneamente, mientras en el mezclado difusivo las partículas deben ser energizadas para moverse. Los mecanismos de mezclado dispersivo y convectivo-cizalla pueden actuar simultáneamente en regiones dadas de un mezclador o a través de todo el material a granel (Gyenis, 1999; Miyanami, 2006; Villafuerte-Robles, 1999).

1.4. Caracterización de mezclas

En el mezclado de sólidos las partículas de un material son colocadas entre las partículas de otro, de tal manera que la distribución de la masa de polvo muestre que la presencia de cada uno de los componentes en cada muestra que se tome sea homogénea. Por ello la microestructura de las partículas juega un papel importante debido a la afinidad que pueda existir entre los componentes del producto (Barbosa-Cánovas et al., 1997).

1.4.1. Mezcla de flujo libre

Un polvo no cohesivo es aquél cuyas partículas no presentan ningún tipo de interacción entre sí, lo que permite el flujo libre del polvo. La formación de mezclas que involucran solamente este tipo de partículas, se considera un proceso estadístico. Si estas partículas son idénticas en todos los aspectos excepto en el color, entonces se puede obtener una mezcla completamente aleatoria. En este caso, la probabilidad de encontrar uno de los ingredientes de la mezcla viene dado por su fracción. Cuando las partículas no son idénticas se genera una mezcla parcialmente aleatoria debido a un mezclado incompleto o a la segregación. Una mezcla de este tipo presenta una distribución asimétrica de partículas individuales que conduce a un bajo grado de homogeneidad (Fan et al., 1990; Barbosa-Cánovas et al., 1997).

1.4.2. Mezcla cohesiva

Esta mezcla contiene uno o más constituyentes cohesivos, su estado final está determinado principalmente por las fuerzas entre las partículas. El término mezcla ordenada se ha acuñado para describir a las mezclas formadas por partículas cohesivas o interactivas, como comparación con las mezclas aleatorias formadas por partículas de flujo libre. Así, el término mezcla ordenada debe ser aplicado solo a los sistemas en los cuales la adhesión de

componentes finos a la superficie de partículas gruesas, es el mecanismo principal de formación. Entonces, la adhesión imparte cierto grado de orden al sistema (Fan et al., 1990).

La distribución de los componentes de una mezcla de sólidos es cuantificada por un índice de mezclado. En la literatura existen reportadas varias definiciones, lo cual muestra la dificultad para describir la naturaleza compleja del proceso. La mayoría de las definiciones están basadas sobre la varianza de la concentración de cierto componente en las muestras puntuales (Fan et al., 1990).

1.5. Grado de mezclado

El análisis estadístico es utilizado para definir el grado de mezclado o grado de homogeneidad en una mezcla de polvos. Si $x_{i(i = 1, 2, ..., N)}$ es la composición del componente clave en la *i*-enésima muestra de N muestras puntuales tomadas aleatoriamente de una mezcla de polvos binaria, la media de la muestra, X_s , está dada por:

$$\mathbf{x}_{s} = \sum_{i=1}^{N} \frac{\mathbf{x}_{i}}{N} \tag{1}$$

La varianza de la muestra σ^2 es definida de la siguiente manera:

$$\sigma_{s}^{2} = \sum_{i=1}^{N} \frac{(x_{i} - x_{s})^{2}}{N - 1}$$
(2)

Una curva de mezclado que caracteriza la operación es el grafico de la desviación estándar, en una escala logarítmica, contra el tiempo de mezclado, t, en una escala lineal. El tiempo de mezclado es aquel medido desde el inicio del mezclado en una operación por lote. Esta curva es utilizada para evaluar el rendimiento del mezclador (Miyanami, 2006). El logaritmo de la desviación estándar cambia linealmente con el tiempo en el periodo inicial. Se considera que el mezclado termina cuando la desviación estándar alcanza un mínimo (Kuakpetton et al., 2001).

1.6. Muestreo

El objetivo fundamental del muestreo es obtener una cantidad manejable de material que sea representativa del total de la masa de donde fue tomada. En términos estadísticos, todas

las partículas del universo total de polvo deben tener la misma probabilidad de ser incluidas en la muestra. La mejor manera de lograr esto es tomando muchas muestras pequeñas de todas partes, las cuales al combinarse, representen el total con un grado aceptable de exactitud (Ortega-Rivas, 2012). A menudo los instrumentos utilizados para muestrear pueden crear segregación, lo cual causaría errores en la evaluación de la operación. El método de muestreo, la localización, el tamaño y el número de muestras, contribuyen a que se reflejen las condiciones reales de la mezcla (Villafuerte-Robles, 1999).

1.7. Propiedades de los polvos

Las propiedades de un polvo dependen de las partículas individuales y del conjunto de ellas en el material a granel, estos niveles se relacionan a través de factores externos tales como la geometría del sistema y el historial mecánico. Cuando se estudian los cambios en las características de las partículas podemos anticipar gran parte de los cambios globales, tales como la densidad y la cohesividad, pero no necesariamente predecir la magnitud del cambio (Barbosa-Cánovas et al., 1997).

1.7.1. Tamaño y forma de las partículas

El comportamiento y las propiedades de las partículas dependen en gran medida de su morfología, i.e. forma y textura, tamaño y distribución de tamaños. Por lo tanto, una medición adecuada es fundamental para la compresión de su manipulación y uso final (Allen, 2003). El tamaño y forma de las partículas no pueden ser definidos con un valor específico, pero sí por intervalos. La forma de la partícula puede influir en las propiedades a granel de los polvos y en el rendimiento de las operaciones unitarias. Por ejemplo, la forma puede afectar el comportamiento del empaquetamiento de las partículas, lo cual influye en la densidad a granel y en la capacidad de almacenamiento (Fitzpatrick, 2013). Los polvos alimenticios en su mayoría son de origen biológico. La estructura molecular de las partículas que los forman será más compleja que las correspondientes a los polvos inertes. Las formas de los polvos alimenticios son diversas, incluyendo desde las complejas, especias molidas, pasando por las cristalinas, sal y azúcar granulada, hasta las relativamente esféricas, almidón. La Tabla 2 muestra definiciones generales de la forma de la partícula. Sin embargo, estos términos son ambiguos en la definición de factores de forma (Barbosa-Cánovas et al., 2005). Aunque es una propiedad importante existen pocos

trabajos publicados que cuantifiquen la influencia de la forma de la partícula (Fitzpatrick, 2013).

El tamaño de una partícula irregular puede representarse por el diámetro equivalente, que se designa como el diámetro de una esfera que tiene la misma propiedad; ya sea el volumen, el perímetro proyectado o el área superficial, que una partícula irregular. Esto significa que diferentes diámetros equivalentes, pueden representar a una particular irregular dependiendo de la propiedad considerada (Dodds, 2013). La Tabla 3 describe algunos de los diámetros equivalentes utilizados. Existen varias técnicas para medir el tamaño de las partículas, la Tabla 4 muestra algunas. Una de las más utilizadas es la difracción laser, la cual mide la distribución de tamaños de las partículas al medir la variación angular de la intensidad de la dispersión de luz. Un haz laser pasa a través de una muestra de partículas dispersas, las partículas grandes dispersan en ángulos grandes. Los datos de la intensidad de la dispersión de luz. El tamaño de partícula es reportado como el diámetro de una esfera que tiene el mismo volumen (Malvern Instruments, 2015).

Nombre	Descripción
Angular	Forma poliédrica
Cristalina	Forma geométrica definida
Dentrítica	Forma cristalina ramificada
Fibrosa	Forma filamentosa regular o irregular
Hojueleada	Forma plana circular u ovoide
Granular	Forma irregular aproximadamente equidimensional
Irregular	Sin forma definida
Modular	Forma irregular redondeada
Esférica	Forma de globo

Tabla 2. Definiciones de formas de partículas.

Fuente: Ortega-Rivas, 2012.

Símbolo	Nombre	Propiedad Equivalente de una esfera		
X_V	Diámetro volumétrico	Volumen		
X _s	Diámetro superficial	Superficie		
\mathbf{X}_{SV}	Diámetro superficie-volumen	Relación superficie a volumen		
X_d	Diámetro de arrastre	Resistencia al movimiento en el mismo fluido a la misma velocidad		
X_{f}	Diámetro de caída libre	Velocidad de caída libre en el mismo líquido o la misma densidad de partícula.		
X _{st}	Diámetro de Stokes	Velocidad de caída libre usando la Ley de Stokes ($\text{Re} < 0.2$)		
X _A	Diámetro de tamiz	Paso a través de la misma apertura cuadrada		
Events: Ortage Bives 2012				

Tabla 3. Definiciones de diámetros de esfera equivalente.

Fuente: Ortega-Rivas, 2012.

Tabla 4. Técnicas analíticas de determinación del tamaño de las partículas.

Principio y método	Intervalo aproximado (µm)	Tipo de diámetro	Tipo de distribución
Tamizado	20-5000	X _A	Por masa
Sedimentación	0.5-100	\mathbf{X}_{st}	Por masa
Centrifugación	0.01-30	\mathbf{X}_{st}	Por masa
Difracción laser	0.1-2000	X_{v}	Por volumen

Fuente: Ortega-Rivas, 2012; O'Hagan et al., 2005.

1.7.2. Densidad de partícula

La densidad de una partícula se define como su masa total dividida entre su volumen. Es una propiedad relevante para determinar la estructura de las partículas. Dependiendo de cómo se mide el volumen, pueden considerarse diferentes definiciones de densidades: la densidad real, la densidad aparente, y la densidad efectiva o aerodinámica. Las partículas contienen normalmente fisuras, irregularidades, o poros, tanto abiertos como cerrados, por lo que todas estas definiciones resultan prácticamente distintas. La densidad real representa la masa de la partícula dividida por su volumen, excluyendo los poros abiertos y cerrados, y es la densidad del material sólido del cual se forman las partículas. La mayoría de los materiales inertes consisten de partículas rígidas, mientras que las sustancias biológicas se constituyen de partículas suaves y porosas, la densidad real de muchos polvos alimenticios es, considerablemente menor que la de polvos minerales. La densidad aparente se define como la masa de la partícula dividida por su volumen excluyendo sólo los poros abiertos, se puede medir por el método de desplazamiento de líquido o gas, conocido como picnometría. La densidad efectiva se refiere a la masa de la partícula dividida por su volumen incluyendo poros, cerrados y abiertos (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

1.7.2.1. Densidad a granel y porosidad

La determinación de la densidad a granel es importante para el cálculo del volumen de los recipientes para almacenar, mezclar o transportar una determinada cantidad de polvo. La densidad a granel en control de calidad en la industria de alimentos ayuda a determinar, por ejemplo, si una materia prima puede ser mezclada o un producto final puede ser empacado en un determinado contenedor. La densidad a granel se encuentra relacionada con la porosidad y con la densidad de partícula por medio de la siguiente ecuación:

$$\rho_{\rm b} = \rho_{\rm p} (1 - \varepsilon) + \rho_{\rm a} \varepsilon \tag{3}$$

En la ecuación (3) ρ_b es la densidad a granel, ρ_p es la densidad de partícula, ϵ es la porosidad, y ρ_a es la densidad del aire. La densidad del aire es muy pequeña comparada con la del polvo, puede despreciarse y la porosidad puede representarse por:

$$\varepsilon = \frac{\rho_p - \rho_b}{\rho_p} \tag{4}$$

La densidad a granel es clasificada dependiendo del método de medición en: aireada, vertida y comprimida. Cada una depende de la forma en la que la muestra ha sido manipulada, las definiciones y determinaciones de estas densidades son sumamente relativas, en consecuencia, la literatura es confusa respecto a estos términos. Algunos consideran a la densidad "vertida" como densidad a granel "suelta o floja", mientras que otros se refieren a ella como "densidad aparente". El significado de densidad aireada es también muy confuso. Para muchos polvos alimenticios, que probablemente sean cohesivos, los términos más comúnmente usados para expresar densidad a granel son densidad suelta, al referirse a la densidad vertida y densidad compactada, para el caso de materiales después de someterlos a vibración. La densidad a granel aireada es, en términos prácticos, la densidad cuando el polvo se encuentra "empacado de la forma más suelta posible". La densidad vertida es ampliamente usada, pero su medición se adecua a las condiciones específicas de una compañía o industria particular. En algunos casos el volumen ocupado por una masa específica de polvo se puede medir convenientemente, pero

es difícil eliminar el error experimental. La densidad compactada, como su nombre lo indica, es la densidad a granel de un polvo después de haber sido sometido a algún tipo de vibración. En la vibración mecánica se establecen y programan lapsos y frecuencias, con la finalidad de minimizar el error de medición. Las diferencias entre la densidad de partícula y la densidad a granel para el mismo polvo alimenticio, indican que las partículas de los polvos poseen estructuras más porosas (Ortega-Rivas, 2012).

1.8. Propiedades de flujo

El flujo de polvos se define como el movimiento relativo de un conjunto de partículas entre sus partículas vecinas o a lo largo de la superficie de la pared del recipiente que lo contiene. El objetivo de las investigaciones de la fluidez de los sólidos es proporcionar conocimiento cualitativo y cuantitativo de su comportamiento, el cual puede usarse en el diseño de equipos y en la predicción de la eficiencia del equipo (Barbosa-Cánovas et al., 2005). Los polvos pueden dividirse, de acuerdo a su capacidad para fluir, en materiales cohesivos y no cohesivos. Los materiales de flujo libre tienden a fluir de manera continua, es decir, fluyen de manera estable y uniforme como partículas individuales. Un material cohesivo, al contrario, tiende a fluir en aglomerados de partículas o en forma de una masa. El movimiento de las partículas en una masa de polvo consta de un movimiento primario generado por la eliminación del estado de equilibrio y la acción de la gravedad y de un movimiento secundario relativo de una partícula con respecto a las otras, el cual depende de la forma y de la superficie de las mismas. Las fuerzas de cohesión son opuestas al movimiento o flujo de los polvos, dependen de la forma, la superficie y la distribución de las partículas así como de la porosidad de la masa de las partículas (Villafuerte-Robles, 1999). Por lo tanto, es difícil contar con una teoría general de aplicación para cualquier polvo en cualquier condición. Los problemas de flujo se presentan con polvos cohesivos de cualquier naturaleza, pero son más serios con polvos alimenticios, ya que pueden humectarse o liberar sustancias pegajosas, por efecto de la presión, la temperatura o la humedad relativa (Barbosa-Cánovas et al., 2005). El índice de compresibilidad es una medida de la tendencia de un polvo a consolidarse. Entre más compresible sea un material, fluirá menos. La compresibilidad se ha calculado a partir de las determinaciones de densidad compactada (Amidon et al., 2009; Villafuerte-Robles, 1999). Por otro lado, el ángulo de reposo es una característica que relaciona la resistencia al movimiento entre las

partículas, se considera como el ángulo interno formado entre la horizontal y la pendiente de una pila de polvo. Existen diferentes métodos para su determinación, como se muestra en la Figura 2, que generan diferentes valores, dependiendo del método que se utilice para medirlo (Villafuerte-Robles, 1999).



Figura 2. Métodos para la determinación del ángulo de reposo; vertido (a), drenado (b) y dinámico (c) (McGlinchey, 2004).

Para formar la pila de polvo existe la posibilidad de dejar caer desde una altura determinada el material contenido en un recipiente, por ejemplo, un embudo. Se debe considerar que el ángulo formado depende de la manera en la cual se forma la pila de polvo. Las mediciones pueden ser repetibles cuando se utilizan polvos homogéneos y de flujo libre. Los materiales que son una mezcla de componentes y tienen una amplia distribución de tamaños darán ángulos que serán difíciles de medir y tienen baja repetibilidad (McGlinchey, 2004). A pesar de sus limitaciones el ángulo de reposo es comúnmente utilizado para determinar el índice de flujo. La Tabla 5 muestra la relación de diferentes cualidades de flujo, relacionadas con el ángulo de reposo y el índice de compresibilidad.

1.9. Propiedades de fricción

La resistencia al corte de un sistema de partículas ocurre a lo largo de planos paralelos a la fuerza de ruptura. Esta resistencia se deriva de la fricción y de la interconexión entre las partículas, además de la cohesión, entre las partículas (Villafuerte-Robles, 1999). El esfuerzo de corte, τ , es una función del esfuerzo normal, σ , y está dado, para un polvo en general, por la ecuación:

$$\tau = \tan(\phi_i)\sigma + C \tag{5}$$

En esta ecuación, ϕ_i es el ángulo de fricción interno y C es la cohesión.

El método de ensayo de corte directo ha sido utilizado extensamente por los ingenieros de suelos para caracterizar el esfuerzo de cizalla de los materiales granulares como la arena y la arcilla, sin embargo, su potencial en la caracterización de los polvos alimentarios no se ha utilizado mucho. Este método involucra una consolidación previa usando un esfuerzo normal predeterminado y una cizalla subsecuente, permitiendo la determinación de los efectos de las condiciones del polvo sobre sus propiedades de cizalla (Juliano et al., 2006).

Fluidez	Índice de compresibilidad (%)	Ángulo de reposo (°)
Excelente	≤ 10	25-30
No forma arcos o cúpulas		
Buena	11-15	31–35
No forma arcos		
Regular	16-20	36–40
Fluye con vibración		
Pasable	21-25	41–45
Material en el límite, puede formar arcos		
Mala	26-31	46–55
Usar vibración y agitación		
Muy mala	32-37	56–65
Usar mayor agitación		
Muy, muy mala	> 38	> 66
Sistemas especiales de alimentación		

Tabla 5. Comportamiento del flujo de los polvos.

Fuente: Amidon et al., 2009; Villafuerte-Robles, 1999.

1.9.1. Teoría de falla

Los polvos fluirán si se vencen las fuerzas que los mantienen estables, es decir, los polvos deben sufrir fallas en su estructura para derrumbarse. La resistencia al esfuerzo cortante de un material es el valor máximo, o límite, de la resistencia al corte inducido dentro de su masa antes de que ceda. Bajo ciertas condiciones, la movilidad de las partículas conducirá a la formación de una superficie de deslizamiento por corte, sobre la cual tiene lugar una cantidad apreciable de movimiento. La fuerza transmitida por dos cuerpos en contacto estático puede resolverse en dos componentes: la componente normal, perpendicular a la

superficie de deslizamiento y la componente tangencial, paralela a la misma. El valor límite del esfuerzo cortante está influido por la magnitud y la velocidad de deformación, así como por la historia de esfuerzos del material. La Mecánica de Suelos ha estudiado las condiciones de esfuerzo límite causantes de la falla de los suelos por fractura o por flujo plástico a través de la teoría de Mohr-Coulomb, en la cual la resistencia de un material se mide por el esfuerzo cortante máximo que puede soportar ese material y es función del esfuerzo normal que actúa en el plano en el que ocurre la falla. Puede establecerse el momento de la falla estudiando la curva de esfuerzos cortantes contra las deformaciones angulares.

En la teoría de Coulomb un material falla cuando el esfuerzo cortante que actúa en un plano alcanza un valor límite máximo. El esfuerzo cortante máximo depende del esfuerzo normal que actúa en el plano de falla y existe una ley de variación lineal entre ambos tipos de esfuerzos. La máxima resistencia al corte τ , en el plano de falla está dada por la fricción y la cohesión. La teoría de Mohr establece que un material falla debido a una combinación crítica de esfuerzo normal y de esfuerzo cortante y no solo por la presencia de un esfuerzo máximo normal o bien de un esfuerzo máximo cortante. Esta relación es una función del acomodo y forma de las partículas y del coeficiente de fricción entre ellas. La envolvente de falla definida por esta relación es una línea curva. Actualmente se utiliza el criterio de falla de Mohr-Coulomb, en el cual se emplea la Ecuación (5) como representación matemática (Pérez- Cuevas, 2006; Sampablo-Contreras, 2005; Braja, M., 2015).

1.9.2. Ensayo de corte directo

Este ensayo tiene como finalidad determinar la resistencia de un material, sometido a una deformación. Para conocer esta resistencia en el laboratorio se utiliza el aparato de corte directo (Ver Anexo 1), que consta de una caja de sección cuadrada dividida horizontalmente en dos mitades. Dentro de ella se coloca la muestra de material a examinar, se aplica una carga vertical de confinamiento y luego una carga horizontal creciente que origina el desplazamiento de la mitad móvil de la caja originando el corte de la muestra. El ensayo induce la falla a través de un plano determinado. Sobre este plano de falla actúan dos esfuerzos: un esfuerzo normal, σ , aplicado externamente debido a la carga vertical y un esfuerzo cortante, τ , debido a la aplicación de la carga horizontal. Estos esfuerzos se
calculan dividiendo las respectivas fuerzas por el área de la caja de corte y deberán satisfacer la Ecuación (5). Al aplicar la fuerza horizontal, se miden las deformaciones y con estos valores es posible graficar τ , en función de la deformación, ε , (Ver Anexo 2). De la gráfica se toma el punto máximo de τ como la resistencia al corte de la muestra. Los valores τ_{max} se grafican en función de σ , obteniendo una recta como la mostrada en la Figura 3, donde τ es la ordenada y σ es la abscisa. El ángulo que forma esta recta con el eje horizontal es el ángulo de fricción, ϕ_i , y la intersección con el eje τ es la cohesión. El ensayo de corte directo se clasifica según la existencia de consolidación en la muestra, por lo tanto los valores de C y μ_i dependen esencialmente de la velocidad del ensayo. Las pruebas realizadas en este trabajo emplearon una consolidación previa mínima del material. Empleamos un ensayo de deformación controlada, es decir, la mitad móvil de la caja se desplaza a una velocidad determinada, los esfuerzos horizontales se miden con un anillo dinamométrico conectado en serie con la fuerza horizontal (Juárez y Rodríguez, 2005).



Figura 3. Esfuerzo de cizalla vs esfuerzo normal.

1.10. Clasificación del equipo de mezclado

Las partículas sólidas están sometidas a varias fuerzas interactivas por lo que deberán ser puestas en movimiento por fuerzas externas, como la agitación mecánica (Miyanami, 2006). La Tabla 6 muestra una clasificación de varios mezcladores de polvos, basada en la manera en la cual los polvos son puestos en movimiento. En el mezclador de listón helicoidal, el impulsor transporta un grupo de partículas de una locación a otra dentro del conjunto de la mezcla en un recipiente estático, generando el movimiento convectivo. Este movimiento también genera planos de deslizamiento, los cuales a menudo resultan en un mezclado de cizalla. Durante su operación un juego de listones helicoidales transportan el material en direcciones opuestas, el listón exterior transporta el material hacia el centro del

recipiente mientras que el listón interior transporta el material hacia el final de este (Muzzio et al., 2004). Esto permite una menor segregación cuando se manipulan partículas de diferentes tamaños, el movimiento de los listones desarrolla grandes esfuerzos de cizalla, los cuales son ideales para mezclar polvos cohesivos (Muzzio et al., 2008). El mezclado en la industria de alimentos es en gran medida realizado en operaciones por lotes debido a su gran flexibilidad y bajo costo de instalación en comparación con los procesos continuos, con el mezclador de listón probablemente como el equipo de polvos más utilizado (Barbosa-Cánovas et al., 2005). Aunque no necesariamente es el más eficaz para todo tipo de mezclas, es lo suficientemente versátil para permitir la producción con éxito de diferentes tipos de mezclas (Dickey, 2009). Una amplia variedad de alimentos en polvo como harina, azúcar, sal, aditivos secos, leche en polvo, hortalizas y frutas deshidratadas, jugos en polvo entre muchos otros, son comúnmente mezclados en este equipo (Cuq, 2013).

Clasificación		Mezclador	
Recipiente rotatorio	Eje horizontal de rotación	Cilindro horiz Doble cono Cúbico Tipo V	zontal
	Multi axial	Turbula®	
Recipiente fijo	Eje horizontal de rotación	Listón	
		Hojas	Sigma
			Arado
	Eje vertical de rotación	Listón	
		Cónico de tor	millo orbitante
		Alta velocida	d
		Planetario	
	Vibración	Molino vibrat	torio
		Tamiz	
	Flujo de gas	Lecho fluidiz	ado
	Gravedad	Estático con c	leflectores
Complejo	Flujo de gas y agitación mecánica		
	Vibración y agitación mecánica		

Tabla 6. Clasificación de los mezcladores de polvos.

Fuente: Miyanami, 2006.

1.11. Requerimientos de potencia para el mezclado

En un sistema de mezclado de tanque agitado, quizá la medición más fundamental que puede hacerse es el consumo de potencia del sistema, ya que muchas reglas de escalamiento dependen en gran medida de la entrada de energía específica (Brown et al., 2004). Los factores que deben ser considerados en la estimación de los requerimientos de potencia para un mezclador que opera en estado estacionario son: (1) la energía neta para mantener los polvos en el mezclador con un movimiento constante, (2) la energía neta para mantener la rotación del impulsor, y (3) la energía compensatoria por la pérdida de fricción del sistema impulsor. La energía neta es influenciada por la estructura mecánica del mezclador, las propiedades del polvo y las condiciones de operación (Miyanami, 2006). El consumo de potencia se ha empleado como una medida de la economía de la operación de mezclado. El estudio de este indicador se ha hecho utilizando diferentes aproximaciones las cuales pueden agruparse en tres grupos: análisis dimensional, analogías de flujo y la dinámica de fluidos computacional. El análisis dimensional es una de las metodologías más empleadas debido a la flexibilidad y la relativa sencillez con la que se describe el desempeño de un mezclador con un número mínimo de variables. Esta reducción permite manejar un menor número de variables experimentales, por lo que frecuentemente constituye una de las mejores aproximaciones experimentales para el estudio del consumo de potencia (Espinosa-Solares, 1998).

CAPÍTULO 2

ESTUDIOS PREVIOS

El equipo utilizado en el mezclado de líquidos se dimensiona y se escala a través del análisis dimensional para deducir relaciones que implican el número de Reynolds, el de Froude y el de Potencia. Se han publicado pocas correlaciones para sistemas de partículas y se han construido en analogía a los líquidos, excepto que en el caso de los polvos el número de Reynolds ha sido reemplazado por parámetros que dependen de los sólidos.

Makishima y Shirai (1968) evaluaron los requerimientos de potencia de un mezclador vertical de hojas para agitar camas de arena, alúmina, hematita, catalizador de craqueo catalítico, esferas de vidrio, mijo y poliestireno en un sistema por lotes. Estos investigadores encontraron que el torque generado durante la agitación de estas partículas varía en función del ángulo de fricción interna, así que propusieron un modelo en el cual el balance de fuerzas en la agitación mecánica de una cama de partículas sólidas consiste en la fuerza de inercia, el esfuerzo de cizalla generado por la fricción interna de las partículas y la fuerza de gravedad. El esfuerzo de cizalla de acuerdo a este modelo fue calculado de acuerdo a la ley de Coulomb considerando el caso de partículas sin cohesión. El esfuerzo normal ejercido sobre las hojas de rotación por las partículas sólidas fue calculado de acuerdo al modelo de las cuñas móviles utilizado en la mecánica de suelos por la rotación de las hojas cuyo esfuerzo normal está en el estado pasivo de Rankine, es decir, una masa semi-infinita es una masa homogénea limitada por un plano horizontal y que se extiende hasta el infinito en sentido hacia abajo y en toda dirección horizontal. El peso específico del material, γ , es el producto de la densidad a granel y la gravedad. Se establece en cada punto de la masa un estado de ruptura plástica sometiéndola a un proceso de deformación paralelo a un plano normal a la superficie de la masa. Cada sección vertical, a través de la masa, presenta un plano de simetría de la masa total. Por ello las tensiones tangenciales sobre la sección vertical y horizontal son nulas. La Figura 4 representa un elemento prismático de esta masa, de ancho unitario. Puesto que las tensiones tangenciales sobre las caras verticales del prisma son nulas, el esfuerzo normal, σ_v , sobre la base del prisma, es un esfuerzo principal de valor igual a

$$\sigma_{\rm v} = \gamma z \tag{6}$$

En 1857 Rankine estudió los estados de tensiones que se pueden generar al interior de una masa semi-infinita cuando esta se relaja o se comprime en el plano horizontal, con el propósito de definir las condiciones límite que puede desarrollar el material al momento de alcanzar el estado de ruptura. La condición de ruptura así definida por Rankine, implica que toda la masa de suelo se encuentra en estado de plastificación o en estado de equilibrio plástico. Una masa se encuentra en estado de equilibrio plástico si todos sus puntos están al borde de falla. El estado inicial de equilibrio elástico de la masa, de la cual el prisma es un elemento, puede cambiarse a un estado de equilibrio plástico mediante dos operaciones distintas. En una de ellas se extiende uniformemente el total de la masa en una dirección horizontal y en la otra se comprime uniformemente en la misma dirección. Cuando el material es comprimido en la dirección horizontal, la presión sobre las caras verticales aumenta mientras que la presión sobre la base permanece invariable. Como la compresión lateral del material es resistida por el peso del material, la ruptura subsiguiente por el deslizamiento plástico se llama ruptura pasiva. La transición entre el estado de equilibrio plástico y el de deslizamiento plástico representa la ruptura de la masa. La transición implica una ruptura incipiente por corte según dos conjuntos de superficies de deslizamiento de acuerdo a la Figura 4. La determinación de los esfuerzos que corresponden a los estados de equilibrio plástico en una masa semi-infinita y la orientación de las superficies de deslizamiento se resuelve mientras la masa se halla en su estado original de equilibrio elástico, intermedio entre los estados Rankine activo y pasivo, la relación entre los esfuerzos principales horizontal y vertical es igual al coeficiente de empuje al reposo K₀, que es la relación σ_h/σ_v , y la tensión principal horizontal es (Terzaghi, 2001)

$$\sigma_{\rm h} = K_0 \gamma z \tag{7}$$



Figura 4. Masa semi-infinita, sin cohesión, con superficie horizontal: tensiones y límites de un elemento prismático (izquierda) y diagrama de corte para el estado pasivo (derecha).

El valor del esfuerzo normal calculado con el modelo anterior permite calcular el esfuerzo de cizalla generado por el impulsor. La relación de las fuerzas de inercia y el esfuerzo de cizalla por la fricción interna de las partículas, representada por N_M, con el número de la potencia, N_P, ambos términos adimensionales, fueron muy importantes para estimar los requerimientos de potencia. Ellos pueden ser correlacionados por la siguiente ecuación:

$$N_{\rm P} = K_1 N_{\rm M}^{-1} + K_2 \tag{8}$$

La cual es similar a la utilizada para la agitación de líquidos. Los valores de las constantes obtenidos por Makishima y Shirai (1968) fueron $K_1 = 20$ y $K_2 = 50$ sobre un intervalo de diámetros de tanques (0.08 – 0.34 m), formas de la hoja y velocidades rotacionales.

.

Sato et al. (1977a), evaluaron la relación entre las condiciones de operación, las propiedades de los polvos, las dimensiones del mezclador y el torque de un mezclador horizontal. Encontraron que el torque aumenta con la relación de carga, f, la densidad a granel, ρ_a , el factor de fricción interno de los polvos, μ_i , y las dimensiones del mezclador en camas de hierro en polvo, arena de zircón, arena de Toyoura, vidrio y polivinil. Las fuerzas de cizalla fueron un factor dominante en el requerimiento total de potencia. Los datos de potencia fueron correlacionados con las condiciones experimentales por la siguiente relación:

$$Pg_{c} = 1.3\mu_{i}\rho_{a}gf(\pi D_{o}^{2}L)d_{e}N_{s}$$
⁽⁹⁾

En la ecuación (9), D_o es el diámetro del listón helicoidal exterior, L es la longitud, g la aceleración debida a la gravedad, N_s es la velocidad de rotación, y d_e es la longitud del listón.

Sato et al. (1977b), analizaron los requerimientos de potencia para la agitación de una cama de polvo de hierro, arena de zircón, arena de Toyoura, vidrio y polivinil, en un mezclador vertical, por la introducción del modelo utilizado por Makishima y Shirai (1968), el cual estima el movimiento de un listón helicoidal. La fuerza total ejercida sobre la cuchilla por la cama de polvos fue asumida como la suma de la fuerza de presión por la cama de polvos en el estado pasivo de Rankine, las fuerzas de cizalla que actúan sobre la superficie

cilíndrica circunscrita alrededor del listón y la fuerza de inercia para la aceleración de la masa de los polvos. La fuerza de cizalla fue dominante. Su suposición los condujo a la siguiente ecuación:

$$N_{\rm P} = K_0 N_{\rm M}^{-1} + K_3 \tag{10}$$

Se calculó el número de potencia, así como la relación entre la fuerza de inercia y la fuerza de cizalla, N_M. Los coeficientes, K₀ y K₃ obtenidos fueron: $K_0 = 1.8$ y K₃ = 0.025.

Knight et al. (2001), investigaron los factores que determinan el torque, T, de dos diferentes impulsores en un mezclador de alta velocidad o alta cizalla de eje vertical comercial, el cual contiene sólidos granulares de baja cohesión; arena. El estudio fue llevado a cabo mediante la técnica de rastreo de partículas de emisión de positrón (positron emission particle tracking, PEPT) para investigar el flujo del material en el mezclador. Los efectos de la masa de polvo, M, y el radio del tazón, R, fueron representados por un torque adimensional, $\hat{T} = T/MgR$, sobre la velocidad rotacional del impulsor de disco. La velocidad del impulsor de tres hojas con un ángulo de inclinación de 90°, mostró una dependencia con el torque, estos investigadores propusieron representar la velocidad rotacional del impulsor por el número de Froude, $Fr_I = (\omega_I^2 R/g)^{0.5}$, en el cual ω es la velocidad angular y g la aceleración debida a la gravedad. Relacionaron teóricamente \hat{T} con el número de Froude del impulsor con la ecuación:

$$\widehat{\mathbf{T}} = \overline{\mathbf{T}_0} + \mathbf{k} \mathbf{F} \mathbf{r}_{\mathbf{I}}^{0.5} \tag{11}$$

Utilizaron la mecánica de sólidos para calcular el torque ejercido por la rotación de la masa de polvo en el recipiente y el torque requerido para hacer girar el impulsor dentro de la masa. El polvo fue modelado como un material sin cohesión de acuerdo a la teoría de Coulomb. Ellos consideraron que el polvo gira como un cuerpo rígido a una velocidad angular constante, la fuerza por unidad de área resultante del esfuerzo y los efectos gravitacionales fueron igualados al producto de la masa por unidad de volumen y la aceleración. Del análisis dimensional realizado el torque ejercido por el polvo sobre el lado de la pared es:

$$\bar{\mathbf{T}}_{\mathbf{B},\mathbf{g}} = \mu_{\mathbf{w},\mathbf{B}} \frac{\omega_{\mathbf{p}}^2 \mathbf{R}}{\mathbf{g}}$$
(12)

El torque del polvo sobre la base del tazón es:

$$\overline{\mathbf{T}_{\mathbf{B},\mathbf{b}}} = \frac{7}{9} \mu_{\mathbf{w},\mathbf{B}} \left(1 - \frac{\mathbf{n}\mathbf{w}}{2\pi\mathbf{R}} \right)$$
(13)

En estas ecuaciones μ_w es el coeficiente de fricción de la pared para la superficie del tazón, n es el número de hojas, w es el ancho de la hoja. En el análisis del torque ejercido sobre el polvo por el impulsor de hojas consideraron el estado pasivo de Rankin, el torque para hacer girar el impulsor de n hojas fue considerado como:

$$\overline{\mathbf{T}_{\mathrm{I,f}}} = \mathbf{F}_{\mathrm{I}} \mathbf{n} \frac{\mathbf{h}_{\mathrm{eff}}}{\mathbf{R}} \tag{14}$$

En la ecuación (14) h_{eff} es la altura efectiva de la hoja, F_I es el coeficiente de proporcionalidad.

André et al. (2012), investigaron la homogeneización de materiales granulares de flujo libre; coruscos y semolina, en un mezclador planetario Triaxe[®], en el cual se combinan dos movimientos: giratorio, dado por la revolución del impulsor alrededor del eje vertical y rotativo, dado por la revolución del agitador alrededor del eje horizontal, para estudiar el efecto de la relación (N_R/N_G) entre velocidad de rotación, N_R, y la velocidad de giro del impulsor, N_G, en la operación de mezclado. Establecieron una velocidad característica, u_{ch} en ms⁻¹, la cual considera la contribución de las dos velocidades, N_R y N_G, y representa la máxima velocidad alcanzada por el mezclador planetario. La u_{ch} depende de N_R/N_G y se calcula como:

$$N_R d_s / N_G D \ge 1: u_{ch} = (N_R D + N_G d_s)$$
(15)

$$N_R d_s / N_G D < 1: u_{ch} = \sqrt{(N_R^2 + N_G^2)(d_s^2 + D^2)}$$
 (16)

En estas ecuaciones d_s es el diámetro de la parte horizontal del mezclador en m, D es el diámetro de la turbina en m.

Cuando u_{ch} fue introducida en el número de Froude generalizado, $Fr_{M} = u_{ch}^{2}/(gd_{s})$, y en el número del tiempo de mezclado, $\Theta_{M} = t_{m}u_{ch}/d_{s}$ se redujo consideradamente la influencia de N_R/N_G sobre los valores de Θ_{M} , el cual fue casi constante, 150, obteniendo una curva única de mezclado. Así, dedujeron que el tiempo de mezclado en este equipo es:

$$N_R d_g / N_G D < 1: t_m = \frac{150 \cdot d_g}{\sqrt{(N_R^2 + N_G^2)(d_g^2 + D^2)}}$$
 (17)

$$N_R d_s / N_G D \ge 1 : t_m = \frac{150 \cdot d_s}{(N_R D + N_G d_s)}$$
(18)

donde t_M es el tiempo de mezclado. Del análisis dimensional obtuvieron $N_{pM} = P/\rho u_{ch}^3 d_s^2$ y Fr_M. Los resultados experimentales fueron descritos por la relación:

$$N_{pM} = 15 F r_M^{-1}$$
(19)

En esta ecuación N_{pM} es el número de potencia generalizado en base a la velocidad del impulsor.

André et al. (2014) aplicaron el análisis dimensional realizado con lactosa granulada y encontraron que:

 $N_{pM} = 1.8 Fr_M^{-1.5}$

CAPÍTULO 3 MATERIALES Y MÉTODOS

En este capítulo se presenta la información detallada acerca de la parte experimental de este trabajo.

3.1. Materias primas

Almidón de maíz nativo, AN, (Globe AA de CPIngredientes, México), y azúcar en polvo, AP, (Arenas distribución, México). Estos componentes fueron elegidos porque el almidón nativo no es soluble en agua fría, mientras que el azúcar en polvo es completamente soluble. Por lo tanto, el progreso del mezclado con el tiempo puede ser examinado mediante la determinación de la concentración de azúcar en la fase acuosa como se describe más adelante.

3.2. Equipo de mezclado

Los experimentos se realizaron en un recipiente en cuya sección transversal tiene forma de U, provisto de un impulsor de doble listón helicoidal (HDR) y de uno de listón curvo segmentado (SCR), como se muestra en las Figuras 5 y 6. Las dimensiones de cada arreglo se presentan en la Tabla 7. El impulsor SCR tiene dos listones curvos por cada lado del mezclador y al girar éste los listones rotan en direcciones opuestas, las hojas tienen un ángulo de distorsión de 180°. El impulsor HDR posee un listón interior y uno exterior que giran en sentidos opuestos. En cada arreglo, el impulsor está acoplado de manera concéntrica a una caja de engranes, la cual a su vez, está acoplada por su eje principal, a un medidor de torque (S. Himmelstein & Co., modelo 2801T (25-0)). La señal de salida de la medición de torque se amplifica mediante una unidad modular 6-201 y la lectura es mostrada por el sistema principal 66032, ambos de S. Himmelstein & Co (ver Anexo 3). La velocidad de rotación de la flecha del motor se midió con un tacómetro de contacto (Cole-Parmer, model 08204-80, USA).

Tabla 7. Dimensiones (m) del equipo de mezclado; $n_0 y n_i$ son adimensionales.

	D_{T}	L _T	Do	Lo	p_{o}	no	Wo	D_i	Li	p_i	Wi	ni
SCR	0.104	0.247	0.100	0.242	0.105	2	0.020	-	-	-	-	-
HDR	0.106	0.318	0.102	0.312	0.102	3	0.014	0.077	0.292	0.073	0.0104	4



Figura 5. Impulsor de doble listón helicoidal (HDR).



Figura 6. Impulsor de listón curvo segmentado (SCR).

3.3. Propiedades de los polvos

3.3.1. Pruebas físicas

3.3.1.1. Humedad

El contenido de humedad del almidón nativo y de la azúcar en polvo se determinó en una termobalanza (OHAUS, MB45, Suiza). Se pesó 1 g de muestra en una charola, se colocó en el instrumento a 100 °C durante 10 min y se obtuvieron lecturas directas como porcentaje de humedad.

3.3.1.2. Densidad a granel (ρ_b)

Esta densidad se define como la relación de la masa de una cama de polvo contenida en un recipiente entre su volumen, e incluye los espacios entre las partículas. Se determinó por el

método descrito por Moreyra & Peleg (1980). El polvo fue vaciado en un contenedor cilíndrico, eliminando el exceso para rasar el polvo y se dividió el peso neto de la muestra por el volumen del recipiente. Los ensayos se hicieron en una celda metálica de 3.4 cm de profundidad con un diámetro interno de 4.9 cm.

3.3.1.3. Densidad de partícula (pp)

Esta propiedad es definida como la masa de la partícula dividida por su volumen e incluye los poros cerrados interiores. Se determinó por el método del picnómetro de líquido. Una porción de masa de polvo se pesa exactamente, en el picnómetro, enseguida se agrega un líquido capaz de mojar la superficie, pero no disolver el polvo. Se midieron las masas siguientes: picnómetro vacío, m₀, picnómetro con líquido, m_l, picnómetro incluyendo las partículas de la muestra y el líquido, m_{sl}. La densidad de la partícula ρ_p está dada por:

$$\rho_{\rm p} = \frac{\rho_{\rm l} (m_{\rm s} - m_{\rm o})}{(m_{\rm l} - m_{\rm o}) - (m_{\rm sl} - m_{\rm s})}$$
(20)

En esta ecuación ρ_1 es la densidad del líquido (Barbosa-Cánovas et al., 2005). Para este método se empleó agua destilada a 20 °C ($\rho_1 \approx 1000 \text{ kg/m}^3$) como líquido en el cual las partículas de almidón nativo fueron insolubles y para las partículas de azúcar en polvo se utilizó aceite de parafina a 20 °C ($\rho_1 = 847.2 \text{ kg/m}^3$).

3.3.1.4. Porosidad

La porosidad, e, expresada en porcentaje fue calculada con la ecuación 21:

$$e = \left(\frac{\rho_P - \rho_b}{\rho_P}\right) \times 100 \tag{21}$$

3.3.1.5. Densidad compactada

Esta densidad es la relación de la masa del material dividida por el volumen ocupado después de sedimentar el polvo, por medios mecánicos, hasta un volumen constante. Se usó un determinador de densidad compactada (Erweka, SVM 22, Alemania) capaz de levantar

una probeta a una determinada altura, para dejarla caer, provocando el reacomodo de las partículas y con esto una densificación de su empaquetamiento, por un periodo de tiempo definido (Amidon et al., 2009, Villafuerte-Robles, 1999). El equipo se operó a 300 golpes por minuto, desde una altura de 15 mm y el polvo se colocó en una probeta de 100 mL. La densidad compactada se calculó con la ecuación 22:

$$\rho_{\rm c} = \frac{M}{V_{\rm f}} \tag{22}$$

En esta ecuación, M es la masa de polvo y V_f es el volumen ocupado después de sedimentar el polvo (Amidon et al., 2009).

3.3.1.6. Distribución del tamaño de partícula

La distribución de tamaños de partícula se determinó a temperatura ambiente (25 °C) en un equipo de difracción de rayo láser (Malvern Master SizerS 2000, Malvern Instruments, Ltd). Los resultados se expresan como el diámetro mediano D[v,0.5], cuyo valor indica que 50% del volumen de la población es mayor y 50% es menor de dicho diámetro.

3.3.1.7. Microscopía electrónica de barrido

Con la finalidad de conocer la forma de las partículas, estas se observaron en un microscopio electrónico de barrido (JEOL, 5900 LV, USA), con los objetivos 1000 y 2500x.Voltaje 10 kV. Las muestras fueron rociadas con oro.

3.3.2. Propiedades de flujo

3.3.2.1. Índice de compresibilidad

El índice de compresibilidad se calculó a partir de la densidad compactada (Amidon et al., 2009) como:

$$CI(\%) = 100 \cdot \frac{(V_0 - V_f)}{V_0}$$
 (23)

En esta ecuación, V₀ es el volumen de polvo colocado inicialmente en la probeta.

3.3.2.2. Ángulo de reposo

El ángulo de reposo se consideró como aquel formado entre la horizontal y la pendiente de una pila de polvo de altura h y radio r, como se muestra en la Figura 7. Fue calculado como (Amidon et al., 2009):



Figura 7. Ángulo de reposo.

3.3.3. Propiedades de fricción

Las propiedades de fricción de los polvos fueron determinadas en un aparato de corte directo de deformación controlada, provisto de una caja de corte cuadrada de 60 mm de longitud (Soil-Test Products Division, D-110AY, USA), cuyo esquema se muestra en la Figura 8. Se estableció un esfuerzo de consolidación mínimo que permitió el uso correcto de la caja de corte; este esfuerzo correspondió a una porosidad máxima (Schweiger & Zimmermann, 1999), emax, de 47.2, 29.4 y 39.4% para almidón nativo, azúcar en polvo y su mezcla 50:50 (w:w), respectivamente. Para determinar el coeficiente de fricción interna, μ_i , la muestra se colocó en la sección media inferior y superior de la caja de corte. La cama de polvo fue deslizada por aplicación de una fuerza tangencial a la sección media superior de la caja por medio de un motor a través de engranes a una velocidad constante de deformación. La velocidad horizontal fue medida con un micrómetro de carátula y la resistencia a la fuerza cortante del material correspondiente a cualquiera de los desplazamientos, se midió con un anillo de carga. El cambio de altura de la muestra, y el cambio de volumen, durante la prueba fue obtenido de lecturas a través de otro cuadrante de desplazamientos verticales, con un micrómetro de carátula, que midió los movimientos verticales (Sampablo-Contreras, 2005). El equipo de corte directo es mostrado en el Anexo 1. El ensayo se realizó a una velocidad de 1 mm/min. El esfuerzo de cizalla necesario para causar la falla a través de la cama de polvo está relacionado con el esfuerzo normal aplicado a la superficie superior del plano de falla. El esfuerzo de cizalla fue determinado para cuatro cargas normales; 9.5, 19, 38 y 60.8 kPa. Al aplicar la fuerza horizontal, se midieron las deformaciones y con estos valores fue posible graficar el esfuerzo de cizalla, τ , en función de la deformación, γ . De la gráfica se tomó el punto máximo de esfuerzo de corte, τ_{max} , como la resistencia al corte de la muestra, según se muestra en el Anexo 2. Los valores τ se graficaron contra el esfuerzo normal, σ , con τ en la ordenada y σ en la abscisa. Los datos experimentales fueron ajustados a una línea recta correspondientes al modelo lineal de Mohr-Coulomb:

$$\tau = \tan(\phi_i)\sigma + C \tag{25}$$

En esta ecuación, ϕ_i es el ángulo de fricción interno y C es la cohesión.



Figura 8. Caja de corte directo.

3.4. Fuerza de cohesión

La fuerza de cohesión, $F_C = 10.85$ N, fue obtenida como el producto de la cohesión, C, de la mezcla (4203 N/m²) por el área de la superficie de la celda de corte; 2.6 x 10⁻³ m².

3.5. Técnica de muestreo

Para recolectar la muestra se utilizó un dispositivo de cubierta corrediza de sección triangular de 5 mm de ancho y 110 mm de largo, como se muestra en la Figura 9. El procedimiento de muestreo se hizo de acuerdo al método descrito por Susana et al. (2011), el cual consiste en insertar la base del dispositivo en la cama de polvo, hasta alcanzar el fondo del tanque, enseguida el dispositivo es cerrado con la cubierta corrediza recuperando una columna casi intacta de material de la tina de mezclado. El artefacto causó una perturbación mínima de la cama de polvo. Después de que el impulsor se hizo girar a una cierta velocidad, se detuvo después de un intervalo de tiempo determinado previamente. Para asegurar una adecuada caracterización, se extrajeron ocho muestras puntuales de 0.1 g cada una, de ocho diferentes locaciones a lo largo del fondo del mezclador como se muestra en la Figura 11. Esta técnica de muestreo empleó 120, 64 y 64 muestras puntuales

correspondientes a 25, 50 y 75 rpm con el HDR y 216, 168 y 144 muestras puntuales para 25, 50 y 75 rpm, respectivamente, con el SCR.

3.6. Análisis de la muestra

La distribución en tiempo y espacio de azúcar en polvo dentro del mezclador fue usada para determinar la composición de la mezcla con 50% masa de almidón de maíz nativo y azúcar en polvo. Se dispersó una masa de 0.1 g de muestra en 1 mL de agua destilada y la suspensión fue centrifugada (Hermle Labortechnik, Z 200A, Germany) a 2500 rpm por 5 min para separar el almidón de maíz nativo. El contenido de sólidos solubles en el sobrenadante, dado por el azúcar en polvo, fue medido en un refractómetro manual cuya escala proporciona directamente la concentración en grados Brix, °Bx (ATAGO, Modelo MASTER-M, Brix 0-33%, Japón). El almidón nativo no es soluble en agua, pero el azúcar en polvo es completamente soluble. La concentración en °Bx varía con la cantidad de azúcar en polvo en la muestra y fue determinada mediante una curva de referencia en la cual se graficaron los °Bx contra la concentración de azúcar en un intervalo de 0.02 a 0.1 g/mL de agua destilada (Ver Anexo 4).



Figura 9. Dispositivo de muestreo.

3.7. Relación de carga

La relación de carga fue calculada como (Sato et al., 1977a):

$$f = \frac{W}{\rho_b V}$$
(26)

donde:

$$\mathbf{V} = \left(\frac{\pi + 4}{8}\right) \mathbf{D}_{\mathrm{T}}^{2} \mathbf{L}_{\mathrm{T}}$$
(27)

En la ecuación (26) W es la masa de polvo y ρ_b e la densidad a granel. El volumen del tanque, V, fue calculado como la suma del volumen de la mitad de un cilindro, V_{hc}, de diámetro D_T y longitud L_T y el volumen de un prisma rectangular, V_{rt}, colocado axialmente sobre la parte superior del medio cilindro de longitud L_T, ancho D_T y altura D_T/2, conforme a la Figura 10. Para la mitad del cilindro tenemos

$$V_{\rm hc} = \frac{1}{2} \left(\frac{\pi D_{\rm T}^2 L_{\rm T}}{4} \right) \tag{28}$$

y para el prisma rectangular la expresión es

$$V_{\rm rt} = D_{\rm T} \left(\frac{D_{\rm T}}{2}\right) L_{\rm T} = \frac{D_{\rm T}^2 L_{\rm T}}{2}$$
(29)

Por lo tanto, la adición de estas dos expresiones produce la ecuación (27).

$$V = \frac{1}{2} \left(\frac{\pi D_{\rm T}^2 L_{\rm T}}{4} \right) + \frac{D_{\rm T}^2 L_{\rm T}}{2}$$
(30)

 $\mathbf{V} = \mathbf{D}_{\mathrm{T}}^{2} \mathbf{L}_{\mathrm{T}} \left(\frac{\pi}{8} + \frac{1}{2} \right) \tag{31}$



Figura 10. Esquema del tanque mezclador.

3.8. Condiciones de carga

Una masa de 0.2 kg de almidón nativo y azúcar en polvo fue cernida y depositada cuidadosamente en el mezclador en forma de capas contiguas, como se muestra en la Figura 11, en una relación 1:1 (m/m) para las determinaciones de tiempo de mezclado. Las mediciones de torque se hicieron a diferentes relaciones de carga; f = 0.08 (0.1 kg), 0.17 (0.2 kg), 0.25 (0.3 kg), 0.33 (0.4 kg), 0.42 (0.5 kg). 0.50 (0.6 kg) y 0.58 (0.7 kg) en el mezclador SCR y f = 0.08 (0.135 kg), 0.17 (0.275 kg), 0.25 (0.400 kg), 0.33 (0.525 kg), 0.42 (0.675 kg), 0.50 (0.800 kg) en el mezclador HDR.



Figura 11. Representación esquemática del tanque de mezclado; vista superior de los puntos de muestreo (izquierda) y vista lateral del tanque mostrando el método de carga con almidón nativo y azúcar en polvo acomodados como capas contiguas (derecho).

3.9. Grado de mezclado

La concentración de azúcar en polvo en la mezcla fue determinada como función del tiempo de mezclado, t_M , y la posición de muestreo. El criterio adoptado para definir el t_M se basó en la homogeneidad de la concentración instantánea de azúcar en polvo durante el mezclado (Miyanami, 2006). Para tal fin se utilizó la desviación estándar de la concentración medida, calculada de acuerdo a la ecuación (31):

$$\sigma_{s} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{N_{s}} (x_{i} - x_{s})^{2}}{N_{s} - 1}}$$
(31)

En la curva de mezclado, el logaritmo de la desviación estándar, σ_s , cambia linealmente con el tiempo en el periodo inicial (Figuras 12-16). Se consideró que el mezclado terminó cuando la desviación estándar fue independiente del tiempo, por ejemplo, cuando alcanzó un valor mínimo. La curva de mezclado fue expresada por (Yano et al., 1960):

$$\log \sigma = \log \sigma_0 - \varphi t \tag{33}$$

Las mediciones se hicieron en ambos mezcladores con f = 0.33 con tres diferentes velocidades del impulsor; 25, 50 y 75 rpm. El coeficiente de velocidad, φ , en min⁻¹ fue utilizado para establecer las condiciones que condujeron a la homogeneidad de la muestra en un mínimo de tiempo.



Figura 12. Curva de mezclado a 25 rpm y f = 0.33 en el SCR.



Figura 13. Curva de mezclado a 50 rpm y f = 0.33 en el SCR.



Figura 14. Curva de mezclado a 75 rpm y f = 0.33 en el SCR.



Figura 15. Curva de mezclado a 25 rpm y f = 0.33 en el HDR.



Figura 17. Curva de mezclado a 75 rpm y f = 0.33 en el HDR.

3.10. Consumo de potencia

Las mediciones de torque se llevaron a cabo a 15, 25, 50, 75, 100 rpm. La determinación de torque residual, T_R , se hizo con el tanque de mezclado sin polvos, con variaciones ascendentes de la velocidad de giro; 15, 25, 45, 60, 75, 100 y 130 rpm. El torque residual sin polvo debido al rodamiento del sistema y al propio impulsor puede representar hasta 70% de la fuente de alimentación total, así que debe ser considerado en tanques a escala laboratorio (Ascanio et al., 2004). Las mediciones de potencia en ausencia de polvo para ambos impulsores son mostradas en el Anexo 5. El torque promedio, T_T , se midió con polvos en el tanque, y el torque neto de mezclado, T, se calculó como (Tecante y Choplin, 1993):

$$T = T_{T} - T_{R}$$
(34)

El consumo de potencia fue calculado con ecuación (35):

$$\mathbf{P} = 2\pi \mathbf{N} \mathbf{T} \tag{35}$$

3.11. Análisis estadístico

Las mediciones de consumo de potencia se hicieron por triplicado y las determinaciones de tiempo de mezclado por duplicado. Una prueba de ANOVA de una vía y una prueba t de Student de dos muestras asumiendo varianzas iguales fue realizado usando Excel 2010. Para determinar si existió diferencia estadística se hizo una prueba de diferencia mínima significativa de Fisher, con un nivel de probabilidad de 0.05. Los intervalos de confianza fueron calculados con un nivel de confianza de 90% (Miyanami, 2006):

$$x_i \pm \frac{1.64\sigma_s}{\sqrt{N_s}} \tag{36}$$

CAPÍTULO 4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Propiedades de los polvos

4.1.1. Propiedades físicas

Las propiedades del conjunto de los polvos finos, siempre interdependientes, son determinadas por la composición y el contenido de humedad del material, la geometría, el tamaño y la superficie de la partícula individual y la historia del sistema como un todo (Peleg, 1983). En la Tabla 8 se observa que el almidón nativo fue un material con bajo contenido de humedad, mientras el azúcar en polvo fue prácticamente un polvo seco. La humedad de la mezcla medida al final de los experimentos fue aproximadamente el promedio del contenido de humedad de los dos polvos individuales. Rennie et al. (1999) observaron que un incremento en el contenido de humedad, particularmente por arriba del 6% (base seca), incrementa la cohesión de leche entera en polvo, por la formación de puentes líquidos o la plastificación del polvo. Fitzpatrick et al. (2007) encontraron que un contenido de humedad de 4.7-10% en productos lácteos tiende a hacer los polvos más cohesivos, aunque a cierto nivel, 2-4.7%, la humedad actúa como lubricante, mejorando el flujo. Fitzpatrick et al. (2004) determinaron las propiedades físicas y de flujo de trece alimentos en polvo, entre ellos azúcar en polvo y almidón de maíz con una humedad de 0.06 y 10%, respectivamente. El azúcar en polvo fue más cohesivo que el almidón de maíz a pesar de ser un polvo seco. El contenido de humedad afecta la flotabilidad, sin embargo, no hay una relación sólida para tratar de relacionar la flotabilidad de los alimentos en polvo basados solamente en las propiedades físicas (Fitzpatrick et al. 2004). A pesar de las humedad similares a las de Fitzpatrick et al. (2004), en esta tesis se observó un incremento de la cohesión del almidón nativo, AN, y la mezcla, AN/AP, con la humedad. Esta diferencia puede atribuirse al método utilizado para medir la cohesión.

	Tabla 9. Resultados del analisis de numedad $(n - 0 - y +)$.						
_	Partícula	artícula Contenido de humedad (%)					
-	AN*	10.16 ± 0.30^a	2.92				
	AP	0.99 ± 0.03^{b}	2.53				
	AN/AP	$5.43\pm0.10^{\rm c}$	1.84				

Tabla 8. Resultados del análisis de humedad ($n = 6^* y 4$).

Letras diferentes representan diferencia significativa (p < 0.005).

La Tabla 9 muestra la densidad a granel, ρ_b , la del almidón fue aproximadamente 10 y 13% mayor que las densidades de la mezcla y el azúcar en polvo, respectivamente, la mezcla presentó un valor intermedio entre los componentes individuales, el azúcar en polvo no mostró una diferencia significativa con respecto a la mezcla. Una densidad a granel baja puede ser atribuida a grandes valores de porosidad de cada componente y su mezcla. Se espera que el azúcar en polvo, tuviera mayor p_b debido a que es un polvo seco y las partículas ocupan la mayoría del espacio geométrico disponible (Scoville & Peleg 1981). Sin embargo, la ρ_b de los alimentos depende de los efectos combinados de factores interrelacionados como la intensidad de la fuerza atractiva entre las partículas, el tamaño de partícula y el número de puntos de contacto (Peleg, 1983). La ρ_b obtenida presenta un valor similar a los reportados por Onwulata (2005) para el almidón nativo de 550 kg/m³ y para el azúcar en polvo de 480 kg/m³. La densidad de la partícula, $\rho_{p},$ de los componentes individuales y de su mezcla no fue significativamente diferente, pero fueron casi tres veces mayores que sus correspondientes densidades a granel, por lo tanto, estos valores indican también altos valores de porosidad. La pP del almidón nativo mostró un valor parecido 1478 kg/m³ reportado por Rowe et al. (2009), sin embargo, un valor menor al mostrado por Fitzpatrick et al. (2004) de 1610 y 1510 kg/m³, para azúcar en polvo y almidón nativo respectivamente. Lo anterior demuestra que ρ_P depende de diversos factores, pero principalmente del método utilizado para su determinación.

Partícula	$ ρ_b (kg/m^3) $	C. V. (%)	$\rho_{\mathbf{P}}(kg/m^3)$	C. V. (%)	e (%)
AN*	533 ± 12^a	2.44	$1484 \pm 18^{\rm c}$	1.22	64.08
AP	463 ± 14^b	3.00	1406 ± 86^c	6.16	67.06
AN/AP	482 ± 21^b	4.35	1322 ± 84^c	6.35	64.00

Tabla 9. Densidad a granel (n = 15* y 3), de la partícula (n = 3) y porosidad.

Letras diferentes representan diferencia significativa (p < 0.005).

La Tabla 10 muestra la densidad compactada, ρ_T , el almidón nativo tuvo un valor menor que el azúcar en polvo pero no mostró diferencia significativa respecto a la mezcla. Por lo tanto, el almidón nativo y la mezcla son polvos más compactados que el azúcar en polvo. La ρ_T para el almidón nativo y el azúcar en polvo presentan un valor menor en comparación con valores de 690–770 kg/m³ y de 820 kg/m³, respectivamente, reportados por Rowe et al. (2009).

Γ abla 10. Densidad compactada (n = 6)					
-	Partícula	$\rho_T (kg/m^3)$	C. V. (%)		
	AN	600 ± 5^{a}	0.91		
	AP	624 ± 13^{b}	2.10		
	AN/AP	$605\pm18^{\rm a}$	2.96		

Letras diferentes representan diferencia significativa (p < 0.005).

Como se muestra en la Tabla 11, el diámetro medio en volumen fue 15.809 y 20.977 μ m para el almidón nativo y el azúcar en polvo, respectivamente. El almidón nativo puede ser considerado como un polvo superfino (Nedderman, 1992) y el azúcar en polvo como una mezcla de dos poblaciones; una fracción volumen baja con un tipo de aproximadamente 1 μ m constituido por un polvo ultra/superfino y una fracción volumen alta con un tipo aproximadamente de 40 μ m compuesto de un polvo granular (Nedderman, 1992), de acuerdo a la Figura 18 y 19, respectivamente.

Tabla 11. Distribución de tamaño de partícula (n = 3).

Partícula	D[v,0.5]	C.V. (%)	Polidispersidad	C.V. (%)
AN	15.81 ± 0.12^{a}	0.74	0.98 ± 0.001	0.06
AP	20.98 ± 0.28^{b}	1.33	3.62 ± 0.03	0.73

Letras diferentes representan diferencia significativa (p < 0.005).

Los polvos pueden tener diferentes tipos de forma especialmente cuando son de naturaleza orgánica. La morfología de la partícula afecta la densidad a granel, el flujo, la compactación y la granulación (Svarovsky, 1987; McGlinchey, 2004). Las micrografías de las partículas de almidón nativo y azúcar en polvo son mostradas en la Figura 20. Las partículas de almidón fueron redondas, suaves y tienen una alta esfericidad. Las partículas de azúcar en polvo fueron angulares y tienen una baja esfericidad, debido al proceso de fragmentación. Formas irregulares generan más espacios vacíos, ocasionando mayor porosidad, por lo tanto menor densidad a granel. Aunque el azúcar en polvo presentó una forma angular la diferencia respecto a la ρ_b del almidón nativo fue de 13%.



Figura 18. Distribución de tamaño de partícula de almidón de maíz nativo.



Figura 19. Distribución de tamaño de partícula de azúcar en polvo.



Figura 20. Micrografía de partículas de almidón de maíz nativo (arriba) y azúcar en polvo (abajo), objetivo 1000x (izquierda) y 2500x (derecha). La barra de escala es de 10 μm.

4.1.2. Propiedades de flujo

La Tabla 12 muestra los resultados de las propiedades de flujo para los polvos. Aunque el almidón nativo fue menos compresible, el intervalo de compresibilidad indica que la fluidez de estos polvos puede ser considerada de buena a regular (Amidon et al., 2009). El ángulo de reposo fue significativamente diferente; así que para la mezcla fue intermedio entre el almidón nativo y el azúcar en polvo los cuales fueron el más bajo y alto respectivamente. Estos ángulos de reposo de $42.9 \pm 0.9^{\circ}$ para almidón, el cual es 3% diferente del mostrado en la Tabla 12, ha sido reportado por Azubuike et al., 2011. Lo anteriormente expuesto parece una contradicción, pero puede ser explicado ya que la fluidez es evaluada sobre la base de la técnica utilizada para determinarla. Así, distintas técnicas pueden resultar en diferentes clasificaciones. El índice de compresibilidad fue calculado utilizando los valores de densidad a granel y compactada, esto representa la propiedad de flujo para un polvo que ha sido compactado por golpeteo. Por el otro lado el ángulo de reposo está sujeto a las condiciones de prueba; esta magnitud depende de la

manera en la cual la pila de polvo es formada. Por lo tanto, el ángulo de reposo no es independiente del método de medición. Además, materiales cohesivos darán ángulos que serán difíciles de medir y tienen baja repetibilidad (McGlinchey, 2004). Como consecuencia, pueden presentarse diferencias en las evaluaciones como en el caso de los polvos usados en esta tesis. A pesar de estas dificultades el ángulo de reposo puede ser una herramienta útil para clasificar a los polvos.

Tuota 12.							
Partícula	•CI (%)	C. V. (%)	*α(°)	C. V. (%)			
AN	11.5 ± 1.3^{a}	11.9	$44.38\pm2.17^{\text{c}}$	4.91			
AP	$16.5\pm2.0^{\text{b}}$	12.5	55.14 ± 0.04^{d}	1.54			
AN/AP	$8.5\ \pm 1.3^{b}$	8.3	$49.69\pm1.52^{\rm e}$	3.06			

Tabla 12. Propiedades de flujo de los polvos ($n = 6^{\circ}$ y $n = 9^{*}$).

Letras diferentes representan diferencia significativa (p < 0.005).

4.1.3. Propiedades de fricción

La fricción es la tendencia de la interface a resistir el movimiento relativo de dos cuerpos en contacto en cualquier dirección tangencial a ella. La resistencia puede aumentar por las asperezas o rugosidades sobre la superficie de un cuerpo que se adhiere para formar uniones (Rao & Nott, 2008). Existen muchos parámetros que influyen en la obtención de las propiedades de fricción como; las propiedades intrínsecas de los polvos, del esfuerzo de consolidación y de las condiciones de la prueba. Por lo tanto, una comparación entre los resultados es difícil.

La Tabla 13 muestra las propiedades de fricción de los polvos. El almidón nativo, en contraste, mostró mayor ϕ_i y μ_i entre las muestras, incluso cuando las partículas presentaron una superficie suave. Esto puede atribuirse solamente a la porosidad máxima, e_{max} , utilizada en la prueba la cual correspondió al valor más grande. El ángulo de fricción, ϕ_i , del almidón nativo fue superior a 36.2° para almidón de maíz (Peleg et al. 1973) y a 32.01° para almidón de garbanzo (Emami & Tabil, 2007). El ϕ_i del azúcar en polvo está por debajo de 40.9° (Peleg et al., 1973) para sacarosa pulverizada y por arriba de 34.1° (Juliano et al., 2006) para azúcar. Para polvos cohesivos el ángulo de reposo es mayor que el coeficiente de fricción (Rietema, 1991), esto se cumple para los componentes individuales. El almidón de

Tabla 13. Propiedades de friccion de los polvos.						
Material	μ _i (-)	$\phi_{i}(^{\circ})$	C (kPa)	R		
AN	0.86	40.86	3.59	0.9997		
AP	0.71	35.55	2.01	0.9995		
AN/AP	0.68	34.21	4.20	0.9994		

garbanzo, 0.63 (Emami & Tabil, 2007). El μ_i del azúcar en polvo es inferior a 0.86 para sacarosa en polvo (Peleg et al., 1973) y supera a 0.67 para el azúcar (Juliano et al., 2006).

En la Figura 21 se observa la relación entre σ y τ para los componentes individuales y su mezcla. La Ecuación (25), ajusta los datos muy bien como se ve en la Tabla 13, y se confirmó una relación lineal entre el esfuerzo de cizalla y el esfuerzo normal con el coeficiente de fricción interna como la pendiente y la cohesión como la intersección con la ordenada. Schweiger & Zimmermann (1999) observaron una relación inversa entre la porosidad y la cohesión. Por lo tanto, la mezcla almidón/azúcar en polvo fue más cohesiva respecto a las otras muestras.



Figura 21. Relación entre el esfuerzo de cizalla y el esfuerzo normal para almidón de maíz, azúcar en polvo y su mezcla.

Es importante advertir que la caracterización individual de los diferentes componentes de una mezcla no es suficiente para predecir la evolución de sus propiedades de fricción. Estas puede ser muy diferentes a la de sus ingredientes (Cuq et al., 2013). La cohesión depende de las fuerzas entre las partículas así como de las condiciones de consolidación del esfuerzo (Juliano et al., 2006). El almidón nativo fue más cohesivo que el azúcar en polvo debido a un contenido de humedad más alto. La cohesión del azúcar en polvo aumentó respecto a 1.2 kPa para sacarosa en polvo (Peleg et al., 1973) y a 1.0 kPa para azúcar (Juliano et al., 2006). La cohesión del almidón nativo fue menor que 7.1 kPa para almidón de garbanzo (Emami & Tabil, 2007) y fue superior a 0.45 kPa para azúcar (Emami & Tabil, 2007). Los resultados de esta tesis mostraron que los materiales utilizados son cohesivos con una fricción interna no despreciable y con propiedades de flujo entre malas y buenas. Las diferencias entre las propiedades del almidón nativo y el azúcar en polvo pueden ser atribuidas principalmente a diferencias en el contenido de humedad, al tamaño y distribución de partícula, a la densidad de la partícula y a su forma.

4.2. Tiempo de mezclado

La Figura 22 presenta los cambios de concentración de azúcar en polvo durante la determinación del t_M, cuando el SCR operó a 25 rpm, con una f = 0.33. El recuadro muestra una ampliación de la zona por debajo de 20 min. Las concentraciones de los puntos de muestreo centrales (3, 4, 5 y 6) alcanzan la homogeneidad en un menor tiempo, es decir, la región que se encuentra en los lados extremos del tanque, requiere mayor tiempo para obtener el mismo grado de mezclado. Se observó que el impulsor de listón curvo segmentado agita la masa de partículas por un movimiento de rotación de un punto a otro a lo largo del recipiente creando un mezclado por cizalla, así la dispersión de los polvos ocurre entre los listones curvos y el fondo del contenedor. El método de carga adoptado requirió que las partículas fueran mezcladas a lo largo de la dirección axial y radial de la carcasa. No hay variación radial entre las posiciones 1 y 2, 3 y 4, 5 y 6, 7 y 8. La línea negra horizontal discontinua en la Figura 22 indica la concentración objetivo, 0.48 g/g para una mezcla en un estado óptimo de mezclado. El límite inferior y superior, mostrado por la línea gris discontinua en la Fig. 22, fueron calculados con la Ec. (36).



Figura 22. Cambios en la concentración de azúcar a 25 rpm y f = 0.33 en el SCR.

Los cambios de concentración de azúcar en polvo durante la determinación del t_M , en el HDR a 25 rpm, con una f = 0.33 son mostrados en la Figura 23; estos exhibieron un comportamiento semejante al SCR bajo las mismas condiciones de operación. No obstante, el t_M se redujo respecto a SCR (Tabla 14) debido a que el impulsor de doble listón helicoidal mezcla los polvos por un movimiento de rotación en contraflujo entre los dos listones helicoidales. En consecuencia, las partículas se mueven en sentidos opuestos y son empujadas unas contra otras a lo largo del tanque. El listón helicoidal ejerce una fuerza de cizalla, la cual actúa repetidamente sobre las partículas.

Las pruebas a 50 y 75 rpm para el SCR y HDR, Figuras 24, 25 y 26, 27 respectivamente, mostraron una conducta similar que aquella a 25 rpm; sin embargo, los t_M fueron menores en relación con 25 rpm. Al aumentar la velocidad de giro de los impulsores de 25 a 75 rpm la homogeneización de la mezcla se alcanzó en un menor tiempo, el t_M se redujo 3.4 veces en el SCR y 2.5 veces en el HDR. El movimiento de agitación del HDR disminuyó el t_M en 3.4, 2.6 y 2.5 veces a 25, 50 y 75 rpm, respectivamente, en comparación con el SCR.

En ambos agitadores el coeficiente de velocidad de mezclado, φ , a 75 rpm (Tabla 14) fue mayor que sus correspondientes a 50 y 25 rpm, lo cual confirma que la mayor velocidad de mezclado se obtiene con altas velocidades del impulsor. El producto del φ y el t_M al final del mezclado fue el mismo para 25, 50 y 75 rpm, su valor se aproxima a 1.6 y 2.0 en el SCR y en el HDR.



Figura 23. Cambios en la concentración de azúcar a 25 rpm y f = 0.33 en el HDR.

	S	CR	H	DR
N (rpm)	t _M (min)	ϕ (min ⁻¹)	t_{M} (min)	ϕ (min ⁻¹)
25	17	0.095	5	0.410
50	8	0.210	3	0.690
75	5	0.320	2	1.000

Tabla 14. Características de mezclado del impulsor SCR y HDR.



Figura 24. Cambios en la concentración de azúcar a 50 rpm y f = 0.33 en el SCR.



Figura 25. Cambios en la concentración de azúcar a 50 rpm y f = 0.33 en el HDR.



Figura 26. Cambios en la concentración de azúcar a 75 rpm y f = 0.33 en el SCR.



Figura 27. Cambios en la concentración de azúcar a 75 rpm y f = 0.33 en el HDR.

4.3. Consumo de potencia

4.3.1. Comportamiento de la velocidad del torque

El efecto de la velocidad de agitación sobre el comportamiento del torque del SCR y el HDR se muestra en la Figuras 28 y 29, respectivamente. Los valores de torque requeridos por el SCR fueron independientes de la velocidad del impulsor solamente para f = 0.08, mayores valores de f muestran un coeficiente de variación de (CV) de 5.9 a 15.1%, conforme la velocidad aumenta, para una misma carga. También podemos observar que la desviación estándar del torque medido respecto a cada velocidad fue mayor en el impulsor SCR. Para este sistema, el movimiento del impulsor parcialmente inmerso en la cama de polvo causa una diferencia en la cantidad de polvo tomada por los listones curvos. El polvo es movido por rotar y descender y por rodar y deslizarse a lo largo de la superficie de las hojas, lo que genera un movimiento giratorio de diferentes cantidades de masa de sólidos que podría explicar las variaciones en las lecturas de torque. Para el HDR al aumentar la f el torque requerido aumentó y los valores del CV se modifican de 7.6 a 27.2% que son mayores que los presentados por el SCR. La disposición en capas contiguas del almidón nativo y azúcar en polvo en el fondo del tanque al inicio del mezclado resulta en algunas dificultades en el funcionamiento del HDR para mezclar los polvos cuando la relación de carga se incrementa, esto podría explicar los cambios en el CV. Por lo tanto, variaciones en el torque podrían ser utilizadas para determinar las condiciones en las cuales la sobrecarga del impulsor puede ocurrir.

4.3.2. Relación de potencia

El efecto de la velocidad del impulsor sobre el comportamiento de la potencia del SCR y del HDR es descrito por la relación $\mathbf{P} \propto \mathbf{N^m}$, como se muestra en las Figuras 30 y 31, respectivamente. Con m en el intervalo de 0.93-1.05 y de 0.70-0.93 cuando f se incrementa y R es muy cercano a 1 para f = 0.08, 0.17, 0.33 y 0.45 y f = 0.17 y 0.33 pertenecientes al SCR y al HDR, respectivamente.



Figura 28. Efecto de N sobre T para diferentes f en SCR.



Figura 29. Efecto de N sobre T para diferentes f en HDR.


Figura 30. Efecto de la velocidad del SCR en el consumo de potencia a diferentes relaciones de carga.



Figura 31. Efecto de la velocidad del HDR en el consumo de potencia a diferentes relaciones de carga.

Las Figuras 32 y 33 muestran la relación entre las propiedades físicas de los polvos, densidad a granel, ρ_b , y coeficiente de fricción, μ_i , las dimensiones del impulsor, volumen, V_I, y longitud, L_I, las condiciones de operación, relación de carga, f, y velocidad de agitación, N, y aceleración debida a la gravedad, g, sobre el consumo de potencia para el impulsor de listón curvo segmentado y el de doble listón helicoidal, con R = 0.9508 y R = 0.9595, respectivamente, para todos los datos experimentales. La potencia se incrementa con N y f. El consumo de potencia del SCR fue relacionado con los datos experimentales por:

$$\mathbf{P} = 0.21(\rho_b \mu_i)(\mathbf{V}_I \mathbf{L}_I)(\mathbf{f} \mathbf{N})\mathbf{g}$$
(37)

y para el HDR por:

$$P = 1.03[(\rho_b \mu_i)(V_I L_I)(fN)g]^{0.93}$$
(38)

Esta relación considera la longitud del impulsor, L_I, la cual se calculó por medio de la ecuación (Sato et al., 1977a)

$$L_{I} = \sqrt{p_{o}^{2} + (\pi D_{o})^{2}}$$
(39)

donde po es el paso del listón exterior y Do diámetro listón exterior.



Figura 32. Efecto de ρ_b , μ_i , V_I , L_I y N sobre el consumo de potencia para diferentes relaciones de carga en el SCR.



Figura 33. Efecto de ρ_b , μ_i , V_I , L_I , y N sobre el consumo de potencia para diferentes relaciones de carga en el HDR.

4.3.3. Análisis dimensional

Las partículas necesitan movilidad para ser mezcladas. Al contrario de los fluidos, la difusión molecular espontánea no tiene lugar en partículas sólidas, así que ellas necesitan un suministro externo de energía para moverse. Esto se consigue normalmente por medio de una cuchilla que pasa dentro de la masa, por un tambor giratorio, por la gravedad, o mediante una combinación de cualquiera de estas. La respuesta de los polvos a estos métodos depende de sus características mecánicas, tales como la fricción entre las partículas y la cohesión (Cuq et al., 2013). Un análisis dimensional (Ver Anexo 3) fue realizado considerando la fuerza de cohesión como la variable que afecta los requerimientos de potencia para el mezclado de polvos cohesivos. Puede esperarse que la potencia necesaria para girar el impulsor a través del lecho de polvo sea alguna función de las siguientes: a) dimensiones del sistema: D_o , D_T , C_b , p_o , L_I , w_o , n; b) propiedades físicas de los polvos: ρ_b , μ_i , F_C ; c) condiciones de operación: f y d) cantidades cinemáticas y dinámicas: N, g. La relación global es:

$$P = \Phi_1(D_o, D_T, C_b, p_o, L_I, w_o, \rho_b, \mu_i, F_C, N, g, n, f)$$
(40)

Después del análisis dimensional toma la forma:

$$\frac{P}{\rho_{b}D_{o}^{5}N^{3}} = \Phi_{2}\left[\left(\frac{\rho_{b}D_{o}^{4}N^{2}}{F_{c}}\right), \left(\frac{D_{o}N^{2}}{g}\right), \left(\frac{D_{T}}{D_{o}}\right), \left(\frac{D_{b}}{D_{o}}\right), \left(\frac{p_{o}}{D_{o}}\right), \left(\frac{L_{I}}{D_{o}}\right), \left(\frac{w_{o}}{D_{o}}\right), n, \mu_{i}, f\right]$$
(41)

El grupo $P/\rho_b D_o^5 N^3$ es el número de la potencia, N_p , y los grupos $\rho_b D_o^4 N^2/F_c y D_o N^2/g$ son el número de cohesión, N_c , y el número del Froude, F_R , respectivamente. El resto de los términos en los paréntesis y n son dimensiones del sistema; todos ellos se mantuvieron constantes en nuestros experimentos y por lo tanto no fueron considerados. El número del Froude fue despreciable ya que no es un mezclador de volteo y por lo tanto la ecuación (41) se simplifica a:

$$\frac{P}{\rho_{b}D_{o}^{5}N^{3}} = \Phi_{3}\left[\left(\frac{\rho_{b}D_{o}^{4}N^{2}}{F_{c}}\right)\right]$$
(42)

Las Figuras 34 y 35 muestran la relación entre N_P y N_C, para el listón curvo segmentado y el doble listón helicoidal, respectivamente, para las diferentes relaciones de carga. La fuerza de cohesión, F_C, fue obtenida como el producto de C de la mezcla por el área de superficie de la celda de corte (ver 3.3.3). Como puede observarse, hay una relación linealmente inversa entre el número de Potencia y el número de Cohesión de la forma N_p = $K_p(N_C)^{-a}$ para cada relación de carga f. El exponente *a*, el cual es la pendiente de la regresión lineal, mostrado en las Figuras 23 y 24, varia de -0.98 a -1.03 y de -0.99 a -1.08 y Kp de 0.63 a 1.22 y de 0.54 a 1.51 para las diferentes relaciones de carga en el SCR y en el HDR, respectivamente. Entonces, la ecuación (42) puede escribirse como

$$\frac{P}{\rho_{\rm b} D_{\rm o}^5 N^3} = K_{\rm p} \left[\left(\frac{\rho_{\rm b} D_{\rm o}^4 N^2}{F_{\rm c}} \right) \right]^{-1}$$
(43)

donde *a* fue redondeado a -1 y K_p depende de la relación de carga. La dependencia de K_p con f podría ser aproximada por una relación lineal (R = 0.9230 y R = 0.9268 para el SCR y el HDR, respectivamente) de la forma:

para el SCR
$$K_p(f) = 1.884(f) + 0.324$$
 (44)

para el HDR
$$K_p(f) = 4.261 - 0.267(f)$$
 (45)

Con el fin de obtener una curva de potencia adimensional generalizada, se definió un número de cohesión efectivo, N_{Ce} :

$$\mathbf{N}_{C_{e}} = \left(\frac{\rho_{b} D_{o}^{4} \mathbf{N}^{2}}{F_{C}}\right) \left(\frac{\mathbf{K}_{p}(\mathbf{f})}{\mathbf{f}}\right)$$
(46)



Figura 34. Curva de potencia para diferentes relaciones de carga del SCR.



Figura 35. Curva de potencia para diferentes relaciones de carga del HDR.

Los datos fueron recalculados utilizando la ecuación (46) y los resultados son mostrados en las Figuras 36 y 37 para SCR y el HDR, respectivamente. Es evidente que este procedimiento da como resultado una línea recta única que ajusta bastante bien (R = 0.9946 y R = 0.9965, en SCR y HDR, respectivamente) la dependencia del número de Potencia con el número efectivo de Cohesión. Por lo tanto, el producto del número de Cohesión en la ecuación (46) permitió obtener una correlación generalizada.

La relación entre el número de Potencia y el número efectivo de Cohesión está dada por N_p = $K_{pe}(N_{Ce})^{-1.01}$ y N_p = $K_{pe}(N_{Ce})^{-1.04}$, en la cual la constante efectiva del impulsor K_{Pe} = 2.54 para relaciones de carga de 0.17-0.50 y K_{pe} = 13.52 para relaciones de carga 0.25-0.50 en el SCR y HDR, respectivamente. Nótese que el K_{Pe} incluye el efecto de las diferentes relaciones de carga en la representación generalizada que se muestra en la Fig. 36 y 37. Aunque se utilizaron relaciones de carga similares en ambos mezcladores, las dimensiones del equipo prevalecieron generando un mayor K_{Pe} en el HDR.

André et al. (2012) reportaron $N_{pG} = 76.256(F_R)^{-1.009}$ ($R^2 = 0.9994$) y $N_{pM} = 14.96(F_R)^{-0.988}$ ($R^2 = 0.9993$), para mezclar couscous con sémola, en las cuales el número de Potencia y el número de Froude son función de la velocidad de giro y el valor máximo de velocidad de la punta del agitador, respectivamente, de un mezclador planetario. André et al. (2014) obtuvieron $N_{pG} = 7.14(F_R)^{-1.417}$ ($R^2 = 0.9961$) y $N_{pM} = 1.80(F_R)^{-1.467}$ ($R^2 = 0.9852$) para lactosa granulada 140. Makishima & Shirai (1968) reportaron $N_P = 20(N_M)^{-1} + 50$, en el cual el número de Potencia fue correlacionado al "número M", N_M , que representa la relación de la inercia y el esfuerzo de cizalla, para un impulsor vertical de hojas con partículas rígidas sólidas. Estas relaciones muestran una dependencia inversa del número de Potencia en función algunos números adimensionales que incluyen una longitud característica del impulsor, normalmente el diámetro, y su velocidad. En esta tesis, tal número está dado por el número efectivo de Cohesión, el cual incluye la fuerza de cohesión.

El uso de N_C o N_{Ce} en una situación práctica dependerá de si la relación entre los números adimensionales depende de f, en el caso que se trabaje con diferentes relaciones de carga. Si eso ocurre N_{Ce} sería un mejor número para utilizar, cuando el efecto de f es tomado en cuenta. Si esta relación no depende de f, es decir, si una sola línea puede ajustar tal función para todos los valores obtenidos, N_C es el número que se debe utilizar. No es posible generalizar diciendo que K_p siempre será una función de f, o al contrario que K_p nunca será una función de f, esto deberá ser investigado para el sistema específico estudiado.

Al hacer el análisis dimensional con las variables que intervienen en el mezclado de líquidos, se ha encontrado que el número de potencia es una función del número de Reynolds, el número de Froude y diversas relaciones geométricas. En este trabajo el análisis dimensional mostró que el número de potencia es una función del número efectivo de Cohesión y que la relación entre ambos es similar a la que existe entre el número de potencia y el de Reynolds para el mezclado de líquidos. Este resultado conduce a señalar que a pesar de que los líquidos y los sólidos son muy diferentes pueden ser caracterizados hidrodinámicamente considerando el consumo de potencia de forma análoga.





Número efectivo de cohesión $N_{Ce} = [\rho_b D_o^4 N^2 / F_c] [K_P(f)/f]$ Figura37. Curva de consumo de potencia adimensional generalizada para el SCR.

CONCLUSIONES

El azúcar en polvo y el almidón nativo de maíz son polvos cohesivos con propiedades de flujo de regulares a buenas y coeficiente de fricción interna relativamente alto. El menor tiempo de mezclado y el mayor coeficiente de velocidad de mezclado fueron obtenidos para una velocidad del impulsor de 75 rpm y una relación de carga de 0.33. El torque incrementó con la relación de carga y la velocidad del impulsor, pero este último induce sustancialmente una variación en el torque, en ambos impulsores. El movimiento generado por el impulsor HDR para mezclar los polvos produjo un t_M menor respecto al movimiento inducido por el SCR. El producto del coeficiente de velocidad y tiempo de mezclado fue constante para las diferentes velocidades del impulsor. El comportamiento del mezclado de polvos cohesivos fue descrito en términos del consumo de potencia tomando en cuenta las propiedades físicas y de fricción de las partículas sólidas, las variables geométricas del sistema y las condiciones de operación. La potencia generada por dos diferentes tipos de impulsores podría estar correlacionada en ambos casos con variables representativas del proceso de mezclado. Un análisis dimensional permitió una correlación entre el número de Potencia y el número de Cohesión. Se obtuvo una representación adimensional y única de los datos de potencia que toman en cuenta la dependencia de la constante del impulsor, K_p, con la relación de carga. Se puede decir que el SCR es una buena opción en el mezclado de polvos alimentarios, debido a que su diseño permite una adecuada limpieza. Los resultados presentados en este trabajo puden proporcionar una información útil y una correlación para predecir la energía necesaria para mezclar polvos cohesivos alimentarios en un mezclador de listones curvos segmentado y en un mezclador de doble listón helicoidal y puede ser utilizada como una herramienta de ingeniería en los procesos de diseño. N_P disminuyó al aumentar N_{Ce}: el desempeño del mezclador de HDR es superior al del SCR

REFERENCIAS

- André, C., Demeyre, J.F., Gatumel, C., Berthiaux, H., & Delaplace, G. (2012). Dimensional analysis of a planetary mixer for homogenizing of free flowing powder mixing time and power consumption. *Chemical Engineering Journal*, 198-199, 371-378.
- André, C., Demeyre, J.F., Gatumel, C., Berthiaux, H., & Delaplace, G. (2014). Derivation of dimensionless relationships for the agitation of powders of different flow behaviours in a planetary mixer. *Powder Technology*, 256,33–38.
- Amidon, G. E., Secreast, P. J. & Mudie, D. (2009). Particle, powder, and compact characterization. In Y. Ohu, Y. Chen, G.G. Zhang (Eds.), *Developing Solid Oral Dosage Forms* (pp. 163-170). Academic Press, New York.
- Allen, T. (2003). *Powder Sampling and Particle Size Determination* (pp. 142). Elsevier B.V, Amsterdam, The Netherlands
- Ascanio, G., Castro B., & Galindo, E. (2004). Measurement of power consumption in stirred vessels - a review. *Chemical Engineering Research and Design*, 82, 1282– 1290.
- Azubuike, C., Okhamafe, A., & Falodun, A. (2011). Some pharmacopoeial and diluent-binder properties of maize cob-derived from α-cellulose in selected tablet formulations. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 3, 481-488.
- Bhandari, B. (2013). Introduction to food powders: In B. Bhandari, N. Bansal, M. Zhang, P. Schuck (Eds.), *Handbook of Food Powders* (pp.200-227). Woodhead Publishing Limited, Philadelphia.
- Barbosa-Cánovas, G. V., Ortega-Rivas, E., & Vega-Mercado, H. (1997). Caracterización de alimentos en polvo. En J. Aguilera (Ed.), *Temas en Tecnología de Alimentos* (pp. 289-316). Instituto Politécnico Nacional, México.
- Barbosa-Cánovas, G. V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P., & Yan, H. (2005). Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality (pp.221-244). DorDrecht, Kluwer Academic, Plenum Publishers, New York.
- Braja, M. (2015). Fundamentos de Ingeniería Geotécnica (pp. 207-209). Cuarta Edición. Cengage Learning, México.

- Bridgwater, J. (2010). Mixing of particles and powders: Where next?. *Particuology* 8, 563–567.
- Brown, R. L. & Richards, J. C. (1970). Principles of Powder Mechanics (pp. 4-13).
 Pergamon, Oxford, Reino Unido.
- Brown, D., Jones, P., Middleton, J., Papadopoulos, G., & Arik, E. (2004). Experimental methods. En E. Paul, V. Atiemo-Obeng & S. Kresta (Eds), *Handbook* of Industrial Mixing: Science and Practice (pp. 161-164). John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey.
- Clump. C. W. (1967). Mixing of solids. In V. Uhl, & J. Gray (Eds.), *Mixing: Theory* and Practice (pp. 264-286). Academic, New York.
- Cortés-Patiño, J.M. (2015). Caracterización de arenas secas mal y bien graduadas bajo pruebas de corte directo. Tesis Licenciatura. Facultad de Ingeniería-UNAM. México.
- Cuq, B., Berthiaux, H., & Gatumel, C. (2013). Powder mixing in the production of food powders: In B. Bhandari, N. Bansal, M. Zhang, P. Schuck (Eds.), *Handbook of Food Powders* (pp.200-227). Woodhead Publishing Limited, Philadelphia.
- Dickey, D. (2009). Mixing scale-up: In P.J. Cullen (Ed.), *Food Mixing: Principles and Applications* (pp.90-104). Blackwell Publishing, Oxford, Reino Unido.
- Dodds, J. (2013). Techniques to analyse particle size of food powders: In B. Bhandari, N. Bansal, M. Zhang, P. Schuck (Eds.), *Handbook of Food Powders* (pp.200-227). Woodhead Publishing Limited, Philadelphia.
- Emami, S., & Tabil, L.G. (2007). Friction and compression characteristics of chickpea flour and components. *Powder Technology*, 182, 119–126.
- Espinosa-Solares, T. (1998). Caracterización hidrodinámica de sistemas de agitación duales. Tesis Doctorado. Facultad de Química-UNAM. México.
- Fan, L. T., Chen, S. J., & Watson, C. A. (1970). Solid Mixing. Industrial and Engineering Chemistry, 62, 53-69.
- Fan, L. T., & Chen, Y. (1990). Recent developments in solid mixing. , *Powder Technology*, 61, 255-287.

- Fitzpatrick, J. (2013). Powder properties in food production systems: In B. Bhandari, N. Bansal, M. Zhang, P. Schuck (Eds.), *Handbook of Food Powders* (pp.285-307). Woodhead Publishing Limited, Philadelphia.
- Fitzpatrick, J.,Barringer, S., & Iqbal, T. (2004). Flow property measurement of food powders and sensitivity of Jenike's hopper design methodology to the measured values. *Journal of Food Engineering*, 61, 399–405.
- Fitzpatrick, J., Barry, K., Cerqueira, P., Iqbal, T., O'Neill, J., & Roos, Y. (2007). Effect of composition and storage conditions on the flowability of dairy powders. *International Dairy Journal*, 17, 383–392.
- Gyenis, J. (1999). Assessment of mixing mechanism on the basis of concentration pattern. *Chemical Engineering and Processing* 38 (4), 665–674.
- Juárez, B. y Rodríguez, R. (2005). *Mecánica de Suelos, Tomo I* (pp. 376-377). Limusa, México.
- Juliano, P., Muhunthan B., & Barbosa-Cánovas G. V. (2006). Flow and shear descriptors of preconsolidated food powders. *Journal of Food Engineering*, 72, 157–166.
- Jürgen, T. (2007). Adhesion of ultrafine particles: A micromechanical approach. Chemical Engineering Science, 62, 1997–2010.
- Kaye, B. H. (1997). Mixing of powders. In M. Fayed, & L. Otten (Eds.), *Handbook* of Powder Science and Technology (pp. 568-585). 2^a Ed., Chapman & Hall, New York.
- Knight, P. C., Seville, J. P. K., Wellm, A. B., & Instone, T. (2001). Prediction of impeller torque in high shear powder mixers. *Chemical Engineering Science*, 56, 4457–4471.
- Kuakpetoon, D., Flores, R. A., & Milliken, G. A. (2001). Dry mixing of wheat flours: effect of particle properties and blending ratio. *LWT- Food Science and Technology*, 34, 183-193.
- Marvel Instruments Ltd. (2015). Laser diffraction: particle size distributions from nanometers to millimeters. [En línea] (Actualizado al 11 de septiembre de 2015). Disponible en:

http://www.malvern.com/en/products/technology/laser-diffraction/default.aspx [Último acceso el 22 de abril de 2016]

- Makishima, S., & Shirai, T. (1968). Experimental study on the requirements for agitating beds of solid particles, and proposal of new model. *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 1, 168-174.
- McGlinchey, D. (2004). Bulk property characterisation: In D. McGlinchey (Ed.), *Characterisation of Bulk Solids* (pp. 48-83). Blackwell Publishing Ltd, Boca Raton, Florida.
- Miyanami, K. (2006). Mixing. In H. Masuda, K. Higashitani, & H. Yoshida (Eds.), *Powder Technology: Handling and Operations, Process Instrumentation, and Working Hazards* (pp. 49-50). Taylor & Francis Group, Boca Raton, Florida.
- Moreyra, R., & Peleg, M. (1980). Compressive deformation patterns of selected food powders. *Journal of Food Science*, 45, 864-868.
- Muzzio, F. J., Alexander, A., Goodridge, C., Shen, E., & Shinbrot, T. (2004). Solid mixing. In E. Paul, V. Atiemo-Obeng & S. Kresta (Eds), *Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice* (pp. 887-923). John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, New Jersey.
- Muzzio, F. J., Llusa, M., Goodridge, C. L., Duong, N., Shen, E. (2008). Evaluating the mixing performance of a ribbon blender. *Powder Technology*, 186, 247–254.
- Nedderman, R.M. (1992). *Statics and kinematics of Granular Materials* (pp. 1-7). Cambridge University Press, New York.
- O'Hagan, P., Hasapidis, K., Coder A., Helsing, H., & Pokrajac, G. (2005). Particle size analysis of food powders: In C. Onwulata (Ed.), *Encapsulated and Powdered Foods* (pp.215-243).). Taylor & Francis Group, Boca Raton, Florida.
- Ortega-Rivas, E. (2012). Unit Operations of Particulate Solids: Theory and Practice (pp. 3-29). Taylor & Francis Group, Boca Raton, Florida.
- Onwulata, C. (2005). *Encapsulated and Powdered Foods* (pp. 42). Taylor & Francis Group, LLC, Boca Raton, Florida.
- Peleg, M., Mannheim, C.H., & Passy, N. (1973). Flow properties of some food powders. *Journal of Food Science*, 8, 959-964.

- Peleg, M. (1983). Physical characteristics of food powders. In M. Peleg, E.B. Bagley (Eds.), *Physical Properties of Foods* (pp. 293-323). The AVI Publishing Co., Westport.
- Perez-Cuevas, J. (2006). Caracterización de suelos granulares uniformes en estado denso. Tesis Licenciatura. Facultad de Ingeniería-UNAM. México.
- Rao, K. K. & Nott, P.R. (2008). An Introduction to Granular Flow (pp. 17-18). Cambridge University Press, New York.
- Rennie, P., Dong-Chen, X., Hargreaves, C, & Mackereth, A. (1999). A study of the cohesion of dairy powders. *Journal of Food Engineering*, 39, 277-284.
- Rietema, K. (1991). The Dynamics of Fine Powders (pp. 1-10). Elsevier Science Publishers L TD, England.
- Rowe, R., Sheskey, J. & Quinn, E. (2009). Handbook of Pharmaceutical Excipients (pp. 687-704). 6° Ed., Pharmaceutical Press, Italia.
- Sampablo-Contreras, A. (2005). Estudio comparativo de la resistencia al esfuerzo cortante en un suelo granular bien y mal granulado. Tesis Licenciatura. Facultad de Ingeniería. México.
- Sato, M., Abe, Y., Ishii, K. & Yano, T. (1977a). Power requirement of horizontal ribbon mixer. *Journal of the Research Association of Powder Technology, Japan*, 14(8), 5-11.
- Sato, M., Abe, Y., Ishii, K. & Yano, T. (1977b). An Analysis of power requirement of vertical ribbon mixer. *Journal of the Research Association of Powder Technology, Japan*, 14, (8), 18-23.
- Svarovsky, L. (1987). Powder Testing, Guide: Methods of Measuring the Physical Properties of Bulk Powders (pp. 11-29). Elsevier Science Publishers LTD, England.
- Schweiger, A., & Zimmermann, I. (1999). A new approach for the measurement of the tensile strength of powders. *Powder Technology*, 101, 7–15.
- Scoville, E. & Peleg M. (1981). Evaluation of the effects of liquid bridges on the bulk properties of model powders. *Journal of Food Science*, 46, 174-177.
- Singha, S. & Panda, T. (2012). Mixing and agitation design. In J. Ahmed, M. S. Rahman (Eds.), *Handbook of Food Process Design* (pp. 834-868). Blackwell Publishing Ltd, Oxford, Reino Unido.

- Smith, P. G. (2007). Applications of Fluidization to Food Processing (pp. 64).
 Blackwell Science, Oxford, Reino Unido.
- Susana, L., Canu, P. & Santomaso A.C. (2011). Development and characterization of a new thief sampling device for cohesive powders. *International Journal of Pharmaceutics*, 416, 260-267.
- Tecante, A., & Chopin, L. (1993). Gas-liquid mass transfer in non-Newtonian fluids in a tank stirred with helical ribbon screw impeller. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 71, 859-865.
- Terzaghi, K. (2001). *Theoretical Soil Mechanics* (pp. 26-42). John Wiley & Sons, Inc., New York.
- Uhl, V. & Gray, J.B. (1966). *Mixing: Theory and Practice*. Vol. 1 (pp. 111-130). Academic Press, New York.
- Villafuerte-Robles, L. (1999). Productos Farmacéuticos Sólidos: Operaciones Unitarias Farmacéuticas (pp. 65-102), Instituto Politécnico Nacional, México.
- Yano, T., Sano, Y., Shirakawa, U., & Tominaga, T. (1960). On the mixing of solid particles by a ribbon-type mixer. *Journal of the Research Association of Powder Technology, Japan*, 14(8), 219-226.

ANEXO 1. EQUIPO CORTE DIRECTO



Figura 38. Equipo de corte directo, Laboratorio de Geotecnia "Francisco Zamora Millán", Facultad de Ingeniería, UNAM (Cortés-Patiño, 2015).

ANEXO 2. PRUEBA DE CORTE DIRECTO



Figura 39. τ en función de γ para diferentes cargas normales para almidón de maíz.



Figura 40. τ en función de γ para diferentes cargas normales para azúcar en polvo.



Figura 41. τ en función de para γ a diferentes cargas normales para la mezcla.

ANEXO 3. MONTAJE EXPERIMENTAL



Figura 43. Montaje Experimental

Torquímetro

Marca: S. HIMMELSTEIN AND COMPANY

Modelo: 2801T (25-01)

Velocidad de rotación: 0 a 15000 RPM, bidireccional

Torque máximo: 2.82 N·m (25 Lb·in)

Precisión: 0.07% en la medición de torque

Requerimientos de energía: 105-130 VOLT 50/60 Hz 75VA

Sensibilidad: 0.1mV/ V máximo

Amplificador de señal

Marca: S. HIMMELSTEIN AND COMPANY

Modelo: 66032

ANEXO 4. CURVA DE REFERENCIA



Figura 42. Curva de calibración del refractómetro Brix.

ANEXO 5. MEDICIONES DE POTENCIA



Figura 45. Mediciones de potencia para el SCR

Las Figuras 44 y 45 muestran las mediciones de potencia para el impulsor HDR y SCR, respectivamente. La Figura 44 muestra que para el impulsor HDR la potencia en ausencia de polvo (líneas grises) fue mayor para la f = 0.08, por lo que esta relación de carga no fue considerada en el análisis adimensional de este impulsor.

ANEXO 5. ANÁLISIS DIMENSIONAL

	$ ho_b$	Do	Ν	Р	F _C	$\mathbf{D}_{\mathbf{T}}$	C _b	po	$\mathbf{L}_{\mathbf{I}}$	Wo	μ_{i}	G	Ν	f
Μ	1	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
L	-3	1	0	2	1	1	1	1	1	1	0	1	0	0
Т	0	0	-1	-3	-2	0	0	0	0	0	0	-2	0	0
				I										
	ĥ	_b I	D _o N	P	F _C	D _T	C _b	po	L _I	Wo	μ_{i}	G	Ν	f
]	M	1 (0 0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3M+	L	0 2	1 0	5	4	1	1	1	1	1	0	1	0	0
-	·T	0 0	0 1	3	2	0	0	0	0	0	0	2	0	0
				Í										

 $P = \Phi_1(D_o, D_T, C_b, p_o, L_I, w_o, \rho_b, \mu_i, F_C, N, g, n, f)$

 $\frac{P}{\rho_{\rm b}D_{\rm o}^{\rm s}N^{\rm s}} = \Phi_2\left[\left(\frac{\rho_{\rm b}D_{\rm o}^{\rm s}N^{\rm 2}}{F_{\rm c}}\right), \left(\frac{D_{\rm o}N^{\rm 2}}{g}\right), \left(\frac{D_{\rm T}}{D_{\rm o}}\right), \left(\frac{D_{\rm b}}{D_{\rm o}}\right), \left(\frac{p_{\rm o}}{D_{\rm o}}\right), \left(\frac{L_{\rm I}}{D_{\rm o}}\right), \left(\frac{w_{\rm o}}{D_{\rm o}}\right), n, \mu_{\rm i}, f\right]$

ANEXO 4

Journal of Food Engineering 149 (2015) 144–152 Contents lists available at ScienceDirect Journal of Food Engineering journal homepage: www.elsevier.com/locate/jfoodeng

Mixing time and power consumption during blending of cohesive food powders with a horizontal helical double-ribbon impeller



Ixchel Gijón-Arreortúa, Alberto Tecante

Departamento de Alimentos y Biotecnología, Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria, México, D.F. 04510, Mexico

article info

Article history: Received 3 July 2014 Received in revised form 8 September 2014 Accepted 11 October 2014 Available online 18 October 2014

Keywords: Solids mixing Cohesive solids Ribbon impellers Starch Sugar

abstract

The mixing time and power consumption of a helical double-ribbon impeller during blending of normal corn starch and icing sugar were studied. The approach took into account representative physical, flow and frictional properties of individual components and a 50:50 (w:w) blend, operating conditions and impeller characteristic dimensions. Physical tests showed the powders to be cohesive, hyperfine/superfine, with fair to good flow properties and different internal friction coefficient. Operating conditions played an important role in mixing time. Power consumption data were correlated with relevant powder physical properties; bulk density (Q_0) and friction coefficient (1), system dimensions; impeller volume

 (V_l) and length (L_l) , and operating conditions; load ratio (f) and impeller speed (N), by the relationship $P=0.21[(q_bl)(V_{L1})(fN)g]$. A dimensionless correlation between the power number $(N_P=P/q_bD_o, N)$ and the effective cohesion number $(N_{Ce}=[q_bD_o, N'/F_C][K_p(f)/f])$ was obtained for the impeller; N_P decreased with increasing N_{Ce} .

© 2014 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

Food powders are common format of food materials. The volume and types of powder production is increasing day-by-day as this is a stable form of the food that is easy to use, pack, distribute and handle (Cug et al., 2013). In the food industry, the main objective of mixing is to reduce non-uniformities and gradients in concentration, color, texture, or taste between different parts of the mixture (Barbosa-Cánovas et al., 2005). The diverse characteristics of food powders make their mixing a complicated operation. Contrary to model powders, e.g. glass beads, which are made up of homogeneous, spherical, mono-disperse and inert particles, food powders display a huge heterogeneity in size, shape, and structure (Cuq et al., 2013). In addition, most food powders are known to be cohesive, which means that their attractive interparticle forces are significantly high relative to the particle's own weight (Peleg, 1983). As a rule of thumb, the particle size below which cohesive effects are important for dry materials can be taken as 100 lm (Rao and Nott, 2008).

The evaluation of powder mixture quality seems to be a constant preoccupation for industries that need to ensure very precise control over their mixing process (Cuq et al., 2013). The degree of mixing required is determined by end use (Bridgwater, 2012).

http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2014.10.013 0260-8774/© 2014 Elsevier Ltd. All rights reserved. Mixing quality is mainly affected by the mixer type and design, including size, shape and paddle geometry, rotational speed, mixing time, and also by the types of powder being mixed. A wide variety of food powders are commonly mixed in horizontal ribbon mixers. In food industries, mixing processes are still largely conducted in batches, due to the greater flexibility and lower installation costs of this system in comparison to continuous processes (Barbosa-Cánovas et al., 2005). Mixing practice for food applications is still based on a combination of "know-how" and science. The available knowledge is not enough to determine how the quality and stability of mixtures depend on powder properties and mixing processes (Cuq et al., 2013). Therefore, emphasis should be placed on the need to understand the dynamics of the phenomena that occur in the stirred vessel.

Methods of predicting the process performance characteristics of mixing equipment involve correlations of dimensionless groups and model relationships (Uhl and Gray, 1966). An important consideration in the design of an agitated system is the power required to drive the impeller. A few correlations of power consumption of the impeller, with geometric and equipment operating variables, and physical properties of solids have been published for particulate systems in comparison with fluids. Among research works in this field are those of Makishima and Shirai (1968) who derived the ratio of inertia force to shearing stress, and the power number from experiments with various powders in a vertical blade mixer. Sato et al. (1977) studied the relation between torque in horizontal

Corresponding author. Tel.: +52 55 5622 5307; fax: +52 55 5622 5309.
E-mail address: tecante@unam.mx (A. Tecante).

Notatio	n		
C C	cohesion (kPa)	р _о Р	pitch of outer ribbon (m)
CI	compressibility index (%)	r	radius of powder pile
	5] median diameter of food powder particles (lm)	R	regression coefficient
D:	diameter of inner ribbon (m)	t	time (min)
D_0	diameter of outer ribbon (m)	tм	mixing time (min)
DT	vessel diameter (m)	T	net mixing torque (Nm)
e	porosity (%)	T_R	residual torque (Nm)
e _{max}	maximum porosity (%)	TT	average torque with powders in the vessel (Nm)
f	load ratio (dimensionless)	V	vessel volume (m ³)
F _C	cohesive force (N)	VI	volume of helical double-ribbon impeller (m ³)
g	acceleration due to gravity (m/s ²)	\mathbf{W}_{i}	width of inner ribbon (m)
h	height of powder pile (m)	Wo	width of outer ribbon (m)
K_P	impeller constant	W	powder mass (kg)
L	length of helical double-ribbon impeller (m)	\mathbf{x}_{i}	experimentally determined average concentration
L_i	axial length of inner ribbon of the helical double-ribbon impeller (m)	$\mathbf{X}_{\mathbf{S}}$	sample concentration
L	axial length of outer ribbon of the helical double-ribbon	Greek	letters
	impeller (m)	а	angle of repose of food powders (0)
L _T	vessel length (m)	/i	angle of internal friction (0)
n	number of pitches (dimensionless)	u	coefficient of mixing rate (min ⁻¹)
n _i	number of pitches of inner ribbon (dimensionless)	l_i	friction coefficient (dimensionless)
n _o	number of pitches of outer ribbon (dimensionless)	q_{b}	bulk density (kg/m ³)
Ν	rotational speed (rpm)	q _p	bulk particle density (kg/m ³)
N_{C}	cohesion number (dimensionless)	q _T	bulk tapped density (kg/m ³)
N _{Ce}	effective cohesion number (dimensionless)	ŕ	normal stress (kPa)
N_s	total number of samples in Eq. (4)	rs	relative standard deviation
N_P	power number	\mathbf{r}_0	intercept in Eq. (5)
\mathbf{p}_{i}	pitch of inner ribbon (m)	s	shear stress (kPa)

mixers and operating conditions, physical properties of powders, and dimension of the mixer. Masiuk (1987) studied the effect of the rotation speed, load ratio and moisture content of one type of sand on power consumption. Knight et al. (2001) investigated the effects of the mass of powder, and the bowl radius on the torque drawn by an impeller of vertical axis in high speed mixers handling granular solids of low cohesion; their data were satisfactorily represented by a dimensionless torque group. André et al. (2012) used dimensional analysis to study mixing time and power consumption of a planetary mixer for blending food powders, and correlated the Power number with the Froude number.

The aims of this study were: (1) to determine the mixing performance of a helical double-ribbon impeller during mixing of normal corn starch and icing sugar; (2) to correlate power consumption data with relevant physical properties of powders, system dimensions and operating conditions by means of dimensional analysis. The results presented here provide an understanding of the powder physical properties important to mixing and a useful correlation to predict the energy required for the agitation process of cohesive food powders in this particular mixer, to be used as an engineering tool in process design of solids mixing.

1. Materials and methods

1.1. Raw materials

Food powders included normal corn starch provided by Globe AA (CPIngredients, México) and icing sugar from Arenas Distribución (México). These components were chosen because normal corn starch is not soluble in cold water, while icing sugar is completely soluble and can be used to trace the homogeneity within the mixing vessel.

1.2. Mixing equipment

The experiments were performed in a custom-made U-shaped stainless steel trough equipped with a helical double-ribbon impeller as shown in Fig. 1. The dimensions of the equipment are shown in Table 1. The impeller has one inner and one outer ribbon that rotate in opposite directions. The shaft of the impeller was coupled concentrically to the bearings of the vessel allowing the main axis to be aligned and properly coupled to a torquemeter (S. Himmelstein & Co., model 2801 T (25-0), USA). The torquemeter was coupled to a DC motor (Control Techniques Worldwide, USA) provided with a variable speed control box (Boston Gear, USA). The out signal of the measured torque was amplified and displayed in a modular readout unit (6-201, 66032, S. Himmelstein & Co., USA). The rotational speed of the motor shaft was measured with a contact tachometer (Cole-Parmer, model 08204-80, USA).

145

1.3. Powder properties

1.3.1. Physical properties

Moisture content of the powders was measured in a thermobalance (OHAUS, MB45, Switzerland). Bulk density, q_b , was



Fig. 1. Helical double-ribbon impeller

I. Gijón-Arreortúa, A. Tecante/Journal of Food Engineering 149 (2015) 144-152

D	imensions (m) of mixing equipment; n_o and n_i are dimensionless.											
	DT	LT	Do	Lo	po	no	Wo	Di	Li	pi	wi	\mathbf{n}_{i}
	0.106	0.318	0.102	0.312	0.102	3	0.014	0.077	0.292	0.073	0.0104	4

determined using the method described by Moreyra and Peleg (1980). Particle density, q_p , was determined with a glass pycnometer. Porosity, e, was calculated as $[(q_p - q_b)/q_p]100$. Tapped density, q_T , was determined in a tapped density tester (Erweka, SVM 22, Germany), at 300 beats per minute from a height of 15 mm. Particle size distribution was determined by laser diffraction (Malvern Master Sizer S 2000, Malvern Instruments, Ltd.) and the results expressed as the median diameter D [V, 0.5]. The shape of the particles was observed in a scanning electron microscope (JEOL, LV 5900, USA) at 1000x and 2500x.

1.1.1. Flow properties

Table 1

The compressibility index, CI, was calculated as $[(q_T - q_b)/q_T]100$ (Amidon et al., 2009). The angle of repose, a, taken as the angle formed between the horizontal and the slope of a pile of powder of height h and radius r, was calculated as $\tan a = h/r$ as shown in Fig. 2.

1.1.2. Frictional properties

Frictional properties of food powders were determined in a direct shear test equipment provided with a square shear box 60 mm in length (Soil-Test Products Division, D-110AY, USA) schematically shown in Fig. 3. The minimum consolidation stress that allowed a correct use of the shear box was determined. This stress corresponds to a maximum porosity (Schweiger and Zimmermann, 1999). The corresponding porosity, $e_{max},$ was 47.2%, 29.4% and 39.4% for normal corn starch, icing sugar and their 50:50 (w:w) blend, respectively. The coefficient of internal friction, l_i , between sample particles, was measured filling with sample the lower and upper half sections of the shear box. The bed of powder was split by a tangential force applied to the upper half section of the box. Shearing was done at a rate of 1 mm/min. The shear stress, s, needed to cause the bed to yield is related to the normal stress, r, applied to the upper surface of the powder. The shear stress was determined at four normal loads; 9.5, 19, 38 and 60.8 kPa. Different combinations of r and s were plotted to obtain a curve called experimental yield locus that represents failure of the powder upon shear. Cohesion, C, of the sample was obtained by extrapolation of yield locus to the shear stress axis. The experimental yield locus was adjusted to a straight line corresponding to the Mohr-Coulomb linear model:

s ¼ tanð/iÞr þ C

where $/_i$ is the angle of internal friction.



Fig. 2. Angle of repose.



Fig. 3. Direct shear test cell.

1.2. Sampling technique

A sliding cover sampler of triangular cross section 5 mm in side and 110 mm in length was used to withdraw samples from the trough. The sampling procedure was performed according to the method described by Susana et al. (2011). The procedure consisted in inserting first the slide into the powder bed until it reached the predetermined sampling depth and then closing the sampler with the sliding cover to isolate the core from the bulk. The device caused minimal disruption to the powder bed. After the helical double-ribbon was rotated at a certain speed, it was stopped at each predetermined time interval. Then eight spot samples, 0.1 g each, were withdrawn from eight different locations along the bottom of the trough as shown in Fig. 1. This sampling method employed 120 spot samples for 25 rpm and, 64 spot samples for 50 and 75 rpm.

1.3. Sample analysis

The time and space distribution of icing sugar within the vessel was used to determine the composition of the normal corn starchicing sugar mixture. A mass of 0.1 g of sample was dispersed in 1 mL of distilled water, and the suspension centrifuged (Hermle Labortechnik, Z 200A, Germany) at 2500 rpm for 5 min to settle normal corn starch. The soluble solids content in the supernatant, given by icing sugar, was measured in a Brix refractometer (ATAGO, ModelMASTER-M, 0–33% Brix, Japan). The normal corn starch is not soluble in cold water, but the icing sugar is completely soluble. Concentration in Brix degrees (OBx) vary with the amount of icing sugar in the sample and was determined from a reference curve in which OBx was plotted against icing sugar concentration in the range of 0.02–0.1 g/mL of distilled water.

1.4. Load ratio

XX/

The load ratio was calculated as (Sato et al., 1977):

with

ð1Þ

$$V \frac{p p_4}{8} D_T^2 L_T$$
 ő3k

The vessel volume, V, was calculated as the sum of the volume of a half cylinder of diameter D_T and length L_T and the volume of a rect- angular trough, axially on the top of the half cylinder, of length L_T , width D_T and height $D_T/2$. The volume of the half cylinder and the rectangular trough are given by $(pD^2 L_{T,T}/8)$ and $(D^2 L_{T,T}/2)$, respectively. Addition of these two expressions yields Eq. (3).

1.1. Load conditions

An equal mass of 0.2 kg of normal corn starch and icing sugar powders were carefully loaded in the mixing vessel as contiguous layers, as shown in Fig. 4, in a 1:1 (w/w) ratio for mixing time determinations. Torque measurements were taken for different load ratios; f = 0.08 (0.135 kg), 0.17 (0.275 kg), 0.25 (0.400 kg), 0.33 (0.525 kg), 0.42 (0.675 kg), 0.50 (0.800 kg).

1.2. Mixing time

The concentration of icing sugar in mixture samples was determined as a function of the mixing time, t_M , and sampling position. The criterion adopted to define t_M was based on the homogeneity of the instantaneous concentration of icing sugar during mixing (Miyanami, 2006). For this purpose the standard deviation of the measured concentration calculated according to Eq. (4) was used:

In the mixing curve, the logarithm of the standard deviation changes linearly with time in the initial period. Mixing was considered finished when the standard deviation became independent of time, i.e. reached the lowest or minimum value. The mixing curve was expressed by (Yano et al., 1960):

$$\log r_s \frac{1}{2} \log r_0 - u_t$$
 ð5Þ

Measurements were performed with f=0.33 and 25, 50 and 75 rpm. The coefficient of mixing rate, u, was used to establish the operating conditions conducive to homogeneity of the mixture of the solid particles with a minimum mixing time.

2.9. Power consumption

Torque measurements were performed at 15, 25, 50, 75 and 100 rpm. The residual torque, T_R , was determined without powders in the vessel, by increasing the rotational speed. The average torque with powders in the vessel, T_T , was measured and the net mixing torque was calculated as (Tecante and Chopin, 1993):

$$T \frac{1}{4} T_{T} - T_{R}$$

Power consumption was calculated with Eq. (7):

2.10. Statistical analysis

Measurements of physical, flow properties and power consumption were performed in triplicate and mixing time tests in duplicate. A one-way ANOVA and t-Test: two samples assuming equal variances, were performed using Excel 2010. Differences between treatment means were separated by Fisher's protected least significant difference test at the 0.05 probability level. The confidence interval was calculated with a reliability of 90% (Miyanami, 2006):

$$x_i \pm \frac{1:64\Gamma_S}{n_i^{\text{mmm}}}$$

2. Results and discussion

2.1. Powder properties

2.1.1. Physical properties

The bulk properties of fine powders, always interdependent, are determined by both the physicochemical properties of the materials and the history of the system as a whole (Peleg, 1983). Table 2 shows the physical properties of powders. Normal corn starch was a low moisture material, while icing sugar was practically a dry powder. The bulk density of normal corn starch was about 10% and 13% higher than normal corn starch/icing sugar and icing sugar densities, respectively, and the mixture density was intermediate to that of separate components. The bulk density of icing sugar was not significantly different from that of normal corn starch/icing sugar. The relatively low bulk density can be attributed to the relatively high porosity of each component and their mixture.

Icing sugar is expected to have a relatively high q_b because it is a dry powder and particles occupy most of the geometrically available space (Scoville and Peleg, 1981). However, qb of food powders depends on the combined effects of interrelated factors, the intensity of attractive forces between particles, particle size, and the number of contact points. The particle density of individual components and their 50% mixture were not significantly different, but they were almost three times higher than the corresponding bulk densities, and therefore these values indicate also that powders have high porosity. The tapped density of normal corn starch was lower than icing sugar but not significantly different from the mixture. So, normal corn starch and the 50% mixture are more compact powders than icing sugar. The particle size distributions (not shown) were monomodal with a polydispersity of 0.92 for normal corn starch and bimodal with a polydispersity of 3.62 for icing sugar. As shown in Table 2, the volume median diameters were 15.809 and 20.977 lm for normal corn starch and icing sugar, respectively. Normal corn starch can be considered as a granular superfine powder (Nedderman, 1992) and icing sugar as a blend of two populations; a low volume fraction with a mode of about 1 lm constituted of hyperfine/superfine granular powder and a high volume fraction with a mode of approximately 40 lm made up of granular superfine powder (Nedderman, 1992). Micrographs of normal corn starch and icing sugar particles are shown in Fig. 5. Normal corn starch particles were rounded, smooth and had high sphericity. Icing sugar particles were angular less homogenous and had low sphericity.

3.1.2. Flow properties

Table 3 shows the flow properties of the powders. The compressibility index of icing sugar was not significantly different from that of normal corn starch/icing sugar. Although normal corn starch was less compressible, the range of CI indicates that fluidity of these powders can be considered good to fair (Amidon et al.,



ð6Þ

Fig. 4. Schematic representation of the mixing vessel; top view of sampling spots (left) and side view of the vessel showing the loading method with the normal starch and icing sugar powders accommodated as contiguous layers (right).

Journal of Food Engineering 149 (2015) 144-152 I. Gijón-Arreortúa, A. Tecante

Table 2 Physical properties of powder

Particle	Moisture content (%)	q ь (kg/m ³)	$q_{\rm P} ({\rm kg/m}^3)$	$q_{\rm T} (kg/m^3)$	D [V,0.5] (lm)	e (%)
NS	10.16 ± 0.30^{a}	533 ± 12 ^c	$1484 \pm 18^{\rm e}$	$600 \pm 5^{\rm f}$	15.81 ± 0.12^{h}	64.08
IS	0.99 ± 0.03^{b}	463 ± 14^{d}	$1406 \pm 86^{\circ}$	624 ± 13^{g}	$20.98 \pm 0.28^{\circ}$	67.06
NS/IS	_	482 ± 21^{d}	$1322 \pm 84^{\circ}$	605 ± 18^{f}	_	64.00

Same superscript letters in a column indicate values without significant difference (p > 0.05).



Fig. 5. Micrograph of native corn starch (top) and icing sugar (bottom) at 1000x (left) and 2500x (right). The scale bar is 10 lm.

able 3 ow properties of po	wders.	
Particle	CI (%)	a (0)
NS	11.5 ± 1.3^{a}	$44.38 \pm 2.17^{\circ}$
IS	16.5 ± 2.0^{b}	55.14 ± 0.04
NS/IS	16.5 ± 1.3^{b}	$49.69 \pm 1.52^{\circ}$

Same superscript letters in a column indicate values without significant difference (p>0.05).

2009). The angles of repose were significantly different; that for the blend was intermediate to normal corn starch and icing sugar which exhibited the lowest and highest, respectively. Such angles of repose indicate acceptable to bad flow properties (Amidon et al., 2009). An angle of repose of 42.9 ± 0.90 for starch, which is 3% different of that shown in Table 3, has been reported elsewhere (Azubuike et al., 2011).

3.1.2. Frictional properties

Friction is the tendency of the interface to resist relative motion of the bodies in contact in any direction tangential to the interface.

Table 4 Frictional properties of powders.

Material	1 _i (-)	/i (0)	C (kPa)	R
NS	0.86 0.9997	40.86	3.59	
IS	0.71	35.55	2.01	0.9995
NS/IS	0.68	34.21	4.20	

The resistance can arise by the asperities or roughness on the surfaces of the bodies adhered to form junctions (Rao and Nott, 2008). Table 4 shows the frictional properties of the powders. Normal corn starch showed the highest l_i and l_i among samples. There are many parameters influencing the obtained frictional properties, e.g., intrinsic powder properties, consolidation stress and, test conditions. Therefore, comparison is difficult. Normal corn starch, in contrast, had the highest $/_i$ and l_i among samples, even when particles were smooth. This can be attributed solely to emax used in tests which corresponds to the highest values. The /i of normal corn starch was higher than 36.20 for corn starch (Peleg et al., 1973) and 32.010 for chickpea starch (Emami and Tabil, 2007). The /i of icing sugar was below 40.90 for powder sucrose (Peleg et al., 1973) and is above 34.10 for sugar (Juliano et al., 2006). Normal corn starch had the highest l_i than corn starch, 0.73 (Peleg et al., 1973) and, chickpea starch. 0.63 (Emami and Tabil, 2007). The l_i of icing sugar is below 0.80 for powder sucrose (Peleg et al., 1973) and is above 0.67 for sugar (Juliano et al., 2006). Fig. 6 shows the relationship between s and r for individual components and their blend. Eq. (1), fitted the data very well as seen in Table 4, and confirmed the linear relationship between shear stress and normal stress with the coefficient of internal friction as the slope and cohesion as the intercept. Schweiger and Zimmermann

(1999) observed an inverse relationship between the porosity and cohesion. Therefore, the normal corn starch/icing sugar blend had the highest cohesion among all samples. It is important to note that characterizing the different components of a mixture separately is not enough to predict the evolution of its friction



Fig. 6. Relationship between shear stress and normal stress for normal corn starch, icing sugar and blend.

properties. This can be quite different from that of its ingredients (Cuq et al., 2013). Normal corn starch was more cohesive than icing sugar because its moisture content was higher. Cohesion of icing sugar was greater than 1.2 kPa for powder sucrose (Peleg et al., 1973) and 1.0 kPa for sugar (Juliano et al., 2006). Cohesion of normal corn starch was lower than 7.1 kPa for chickpea starch (Emami and Tabil, 2007) and greater than 0.45 kPa for corn starch (Peleg et al., 1973). Our results show normal corn starch, icing sugar and normal corn starch/icing sugar powders to be cohesive with non-negligible internal friction and fair to good flowing properties. Differences between normal corn starch and icing sugar properties can be attributed mainly to differences in moisture content, particle size and distribution, particle density and shape.

3.2. Mixing time

Fig. 7 shows the changes in concentration of icing sugar with time during determination of t_M at 25 rpm and f = 0.33. The inset shows an enlargement of the zone below 5 min. The concentrations in the central sampling points (3, 4, 5 and 6) reached the level of desired homogeneity in a short time, that is, the regions at the end sides of the vessel, took longer time to achieve the same degree of mixing. The helical double-ribbon stirrer mixed powders by counter rotating motion between the two helical ribbons. Thus, particles moved in opposite directions and were pushed against each other along the vessel. The loading method adopted required particles to be mixed along axial and radial directions in the vessel. There was no radial variation between positions 1 and 2, 3 and 4, 5 and 6, 7 and 8. The discontinuous horizontal line in Fig. 7 indicates the target concentration, 0.48 g/g for a well-mixed mixture. The lower and upper limits, shown by the grey discontinuous lines in Fig. 4, were calculated with Eq. (8). The tests at 50 and 75 rpm showed similar results to those at 25 rpm; however, t_{M^0s} were lower than those at 25 rpm. By increasing the agitation speed of the impeller from 25 to 75 rpm, the homogeneity of the mixture was achieved in less time; t_M was reduced 2.5 times. The coefficient of mixing rate, u, at 75 rpm (Table 5) was greater than the corresponding ones at 50 and 25 rpm, which confirms the greater mixing rate achieved at higher impeller speeds.



Fig. 7. Change in icing sugar concentration at 25 rpm and f = 0.33. Inset shows the zone below 10 min. The horizontal broken lines below and above the target represent 90% confidence limits

Table 5	5			
Mixing	characteristics	of the	HDR	impeller

т

N (rpm)	t _M (min)	u (min ⁻¹)
25	5	0.41
50	3	0.69
75	2	1.00



Fig. 8. Effect of agitation speed on torque behavior for different load conditions.

3.3. Power consumption

3.3.1. Torque-speed behavior

The effect of agitation speed on torque behavior is shown in Fig. 8. When f was increased, the required torque increased and coefficient of variation (CV) values varied from 7.6% to 27.2%. Sideby-side disposition of normal corn starch and icing sugar in the bottom of the vessel at the beginning of mixing resulted in some difficulty for the impeller to mix the powders as the load ratio increased and this could explain such variations. Therefore, torque variations could be used to determine conditions for which overloading of the impeller could occur. In our experiments overloading conditions, i.e. impossibility of the impeller to move powders, were not observed for the range of f examined.

3.2.1. Power relationship

Fig. 9 shows the effect of impeller speed on the behavior of the power drawn by the impeller, which is of the form $P \neq N^m$, with m in the range of 0.70–0.93 as f increased, and R closest to 1 for f = 0.17 and 0.33.

Fig. 10 shows the relationship between the physical properties of the powders (bulk density, q_b , and friction coefficient, l_i), impeller dimensions (volume, V_{I_i} , and length, L_i), operating conditions (load ratio, f, and stirring speed, N) and acceleration due to gravity (g) on power consumption for the helical double-ribbon impeller, with R = 0.9595 for all experimental data. The power increased with N and f and the power consumption of the impeller was related to the experimental data by:

This relationship considers. The length of the impeller, L_I , was calculated by means of the equation (Sato et al., 1977)

3.2.2. Dimensional analysis

Particles need mobility to be mixed. Contrary to fluids, spontaneous molecular diffusion does not take place in particulate solids, so particles need an external supply of energy to move. This is usually achieved by means of a blade passing into the bulk, a rotating drum to drive particles, gravity, or through a combination of any of these. The response of powders to these methods depends on their mechanical characteristics, such as friction between particles and cohesion (Cuq et al., 2013). A dimensional analysis was made considering the cohesive force as the variable that affects the power requirements for mixing cohesive powders. The power required



Fig. 9. Effect of stirrer speed on impeller power for different load conditions.



Fig. 10. Effect of $q_{b},\ l_{i},\ V_{I},\ L_{I}$ and N on power consumption for different load conditions.

to rotate the impeller through the powder bed may be expected to be some function of the following: (a) system dimensions: D_o , D_T , C_b , p_o , L_i , w_o , n; (b) powder physical properties: q_b , l_i , F_C ; (c) operating conditions: f and (d) kinematic and dynamic quantities: N, g. The overall relationship is thus:

P ¼ U₁ðD₀; D_T; C_b; p₀; L₁; w₀; q_b;
$$l_i$$
; F_C; N; g; n; f Þ ð11 Þ

which after dimensional analysis takes the form:

$$\frac{P}{q_{b}D_{o}^{3}N^{4}} \frac{P}{F_{C}} \frac{P}{P} \frac{P}{P$$

 $T_{he_2}^{A}$ group $P=q_b D_{2^o}^{3^{-4}}$ is the power number, N_p , and the groups $q_b D_o N = F_C$ and $D_o N / g$ are the cohesion number, N_C , and the Froude number, F_R , respectively. The rest of the terms in parenthesis and n are system dimensions; all of them were kept constant in our experiments and therefore they were not taken into account. The Froude number was negligible and therefore Eq. (12) simplifies to:

$$\frac{P}{a_{c}D^{3}N^{4}} \frac{\gamma_{c}U_{a}}{\gamma_{c}U_{a}} \frac{q_{b}D^{4}N_{2}!}{F_{c}} = \delta_{13}P$$

Fig. 11 shows the relationship between N_P, and N_C, for the helical double-ribbon impeller, for different load ratios. The cohesion force, F_C, was obtained as the product of C by the surface area of the shear cell (see Section 2.3.3). As can be seen, there is an inverse linear relationship between the power number and the cohesion number of the form N_p = K_p(N_C)^a for each load ratio f. The exponent a, which is the slope of the regression straight lines shown in Fig. 11, varies from -0.996 to -1.08 and K_p from 0.72 to 1.74 for the different load ratios. Then, Eq. (13) can be written as

$$\frac{P}{q_{b}D_{0}^{3}N^{4}} \sqrt[4]{K_{p}} \frac{q D^{4}N^{2}}{F_{c}} \delta 14P$$

1#

where a was rounded up to -1 and K_p depends on the load ratio. The dependence of K_p with f could be approximated by a linear relationship (R = 0.9268) of the form: ð15Þ



1

Fig. 11. Power curve for different load conditions.

In order to obtain a generalized dimensionless power curve, an effective cohesion number, N_{Ce}, was defined as:

$$N_{C_c} \ \frac{q_b D_o N}{F_c} - \frac{K_p \delta f^b}{f} = \delta 16 P$$

Data were recalculated using Eq. (16) and the results are shown in Fig. 12. It is apparent that this procedure results in a unique straight line and fits quite well (R = 0.9926) the dependence of power number with the effective cohesion number. Therefore, the function multiplying the cohesion number in Eq. (16) allows a generalized correlation to be obtained. The relationship between the power number and the effective cohesion number is given by $N_p = K_{pc}(N_{Cc})^{-1.03}$, in which the effective impeller constant $K_{Pe} = 14.4$ for load ratios of 0.25–0.50. Note that K_{Pe} encompasses the effect of the different load ratios into the generalized representation shown in Fig. 12.



Fig. 12. Generalized dimensionless power consumption curve.

André et al. (2012) reported $N_P = 76.256(F_R)^{-1.009}$ ($R^2 = 0.9999$), where the power and Froude numbers were based on the gyrational speed of the agitator of a planetary mixer used to mix couscous with semolina. Makishima and Shirai (1968) reported $N_P = 20(N_M)^{-1} + 50$, where the power number was correlated to the ''M number'', $N_{\mbox{\scriptsize M}}$, which is the ratio of inertia to shearing stress, for a vertical blade impeller with different rigid solid particles. These relationships show an inverse dependence of the power number with some dimensionless number that includes a characteristic length of the impeller, normally its diameter, and its speed. In our case, such number is given by the effective cohesion number, which also includes de cohesion force.

1. Conclusions

The helical double-ribbon impeller proved to be suitable for mixing normal corn starch and icing sugar which are cohesive powders with fair to good flowing properties and relatively high internal friction. The lowest mixing time and highest coefficient of mixing rate were obtained for an impeller speed of 75 rpm and a load ratio of 0.33. The torque increased with the load ratio and impeller speed, but the latter induced substantial torque variability attributed to greater mass of solids. The mixing behavior of the cohesive powders was successfully described in terms of power consumption taking into account the physical properties of solid particles, geometric variables of the mixing system and operating conditions. The power drawn by the helical double-ribbon impeller could be correlated with variables representative of the mixing

process. Dimensional analysis allowed a correlation between the power number and the cohesion number and the impeller constant to be determined. A dimensionless and unique representation of the power draw data was obtained that takes into account the dependence of the impeller constant, $K_{\mbox{\tiny p}},$ with the load ratio f. The result presented here could provide useful information and a correlation to predict the energy necessary to mix cohesive food powders in a horizontal helical ribbon mixer and could be used as an engineering tool in process design.

Acknowledgements

Financial support (Grant IN114312-3) from PAPIIT-UNAM is gratefully acknowledged. Ixchel Gijón-Arreortúa acknowledges CONACyT (Grant 221948) for Ph.D. scholarship and Programa de Posgrado en Ingeniería-UNAM for additional support. Thanks are also due to Professor María del Socorro Alpízar Ramos for her support with flow tests, Héctor Legorreta Cuevas (B.Sc. Eng.) and Juan Luis Umaña (M.Sc. Eng.) for technical assistance and some laboratory facilities for powder shear tests, and Ing. Mariano García del Gállego of CDMIT-FI-UNAM for drawing the helical impeller shown in Fig. 1.

References

- André, C., Demeyre, J.F., Gatumel, C., Berthiaux, H., Delaplace, G., 2012. Dimensional analysis of a planetary mixer for homogenizing of free flowing po time and power consumption. Chem. Eng. J. 198–199, 371–378. der: mixing
- Amidon, G.E., Scereast, P.J., Mudie, D., 2009. Particle, powder, and compact characterization. In: Ohu, Y., Chen, Y., Zhang, G.G. (Eds.), Developing Solid Oral Dosage Forms. Academic Press, New York, pp. 163–170. Azubuike, C., Okhamafe, A., Falodun, A., 2011. Some pharmacopoeial and diluent-
- binder properties of maize cob-derived from a-cellulose in selected tablet formulations. J. Chem. Pharmaceut. Res. 3, 481-488.
- Barbosa-Cánovas, G.V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P., Yan, H., 2005. Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality. Kluwer Academic, Plenum Publishers, DorDrecht, New York, pp. 221-244. Bridgwater, J., 2012. Mixing of powders and gra
- ular materials by mechanical means - a perspective. Particuology 10, 397-427.

Ixchel Gijón-Arreortúa Alberto Tecante

Departamento de Alimentos y Biotecnología, Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria, D.F., México.

Mixing Performance of a Curved-Ribbon Impeller during Blending of Food Powders

The performance of a horizontal segmented curved-ribbon impeller was evaluated in terms of mixing time and power consumption during blending of two cohesive food powders, namely normal corn starch and icing sugar. Power consumption data were correlated with bulk density and friction coefficient of the powders, impeller volume and length as well as load ratio and rotational speed by a defined relationship. Also, a dimensionless correlation between the power number and the effective cohesion number was obtained. A single generalized dimensionless power curve representing power data is provided that is able to predict the energy required for the agitation process of cohesive food powders in this particular mixer, and also may serve as an engineering tool in process design of solids mixing.

Keywords: Food powder, Impeller, Mixing performance, Solids mixing Received: November 13, 2014; revised: January 13, 2015; accepted: February 05, 2015 DOI: 10.1002/ceat.201400682

1 Introduction

Mixing of particulate solids is one of the most common of all operations in the food industry [1]. Although it rarely serves as a stand-alone operation in a given process, it is unquestionably one of the most important stages that determine the sensory, organoleptic, and nutritional quality of the end product [2]. Unfortunately, there is relatively little basic theory to underpin the practical operation of industrially sized mixers, and rare literature which either describes experimental results from the mixing of food solids or gives design information for mixers based on food materials [1].

Food products encompass a variety of solids, e.g., free-flowing solids such as salt, or cohesive solids like icing sugar [2]. As a rule of thumb, the particle size below which cohesive effects are important for dry materials can be taken as 100 mm [3]. A basic feature for mixing of powders is the resistance of the particles to flow together. This resistance to flow by a set of particles is defined as the critical condition where the flow starts from a steady state. Two of the variables that impede the flow of the particle system are friction and cohesive strength [4].

The food industry demands cleaner mixer designs, power economy, and flexible operation. Selection of an appropriate mixer requires an understanding of the mechanism of mixing [2]. An empirical correlation between power and other variables of a system permits a fairly accurate prediction of the power consumed by a given impeller. A relationship between the power number, N_{p} , and the effective cohesion number, N_{Ce} ,

of the type $N_p = 14.4(N_{Ce})^{-1.03}$ has been presented in a previous paper for mixing of normal starch and icing sugar with a horizontal helical double-ribbon impeller [5].

Communication Chemical Engineering

Technology

The aims of the present work are to determine the mixing performance of a segmented curved-ribbon impeller during blending of normal corn starch with icing sugar and to correlate power consumption data with physical properties of the powders, system dimensions, and operating conditions by means of dimensional analysis. The results presented here provide a single generalized dimensionless power curve representing power data that can be used to predict the energy required for the agitation process of cohesive food powders in this particular mixer, and also as an engineering tool in process design of solids mixing.

2 Materials and Methods

2.1 Raw Materials

A 50 wt% blend of food powders, i.e., normal corn starch (Globe AA; CPIngredients, México) and icing sugar (Arenas Distribución, México) was used. These components were chosen because normal corn starch is insoluble in cold water, while icing sugar is completely soluble. Therefore, the progress of mixing with time can be monitored by determining the sugar concentration in the aqueous phase as described ahead.

2.2 Mixing Equipment

Experiments were run in a custom-made U-shaped stainlesssteel trough equipped with a segmented curved-ribbon impeller as shown in Fig. 1. The dimensions of the equipment are given in Tab. 1. The impeller has two curved ribbons per blender side

Correspondence: Prof. Alberto Tecante (tecante@unam.mx), Departamento de Alimentos y Biotecnología, Facultad de Química, Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad Universitaria, D.F., México 04510, México.



Figure 1. Segmented curved-ribbon impeller.

Table 1. Dimensions (m) of mixing equipment; n_{o} is dimensionless.

D _T	L_{T}	Do	L_{o}	\mathbf{p}_{o}	n。	Wo
0.104	0.247	0.100	0.242	0.105	2	0.020

that rotate in opposite directions. The shaft of the impeller was coupled to a torquemeter (S. Himmelstein & Co., model 2801 T (25-0), USA) which in turn was coupled to a DC motor provided with a variable speed control box. The output signal of the measured torque was amplified and displayed in a modular readout unit (6-201, 66032, S. Himmelstein & Co., USA). The rotational speed of the motor shaft was measured with a contact tachometer (Cole-Parmer, model 08204-80, USA).

2.1 Powder Properties

2.1.1 Physical Properties

Particle density, r_p^{1} , was measured in a glass pycnometer. Bulk density, r_b , was determined using a reported method [6]. Porosity, e, was calculated as $[(r_p-r_b)/r_p]100$. Particle size distribution was measured by laser diffraction (Malvern Master Sizer S 2000, Malvern Instruments, Ltd.) and the results expressed as the median diameter D[v, 0.5] as documented in Tab.2.

Table 2. Physical properties of powders.

Particle	$r_{b}[kgm^{\!-3}]$	r _p [kgm ⁻³]	D[v,0.5] [mm]	e [%]
NS	533 ± 12^{c}	1484 ± 18^{e}	15.81 ± 0.12^{h}	64.08
IS	463 ± 14^d	1406 ± 86^{e}	20.98 ± 0.28^i	67.06

NS/	IS ^d 4	82 ± 21	e	1322	±84	_		64.00	
NC	normal	0010	atorob:	10	ioina	ougor	Somo	ouporcorint	

letters in a column indicate values without significant difference (p > 0.05).

 List of symbols at the end of the paper.

2.1.2 Frictional Properties

Frictional properties of the blend were determined using a direct shear test equipment provided with a square box 60 mm in length (Soil-Test Products Division, D-110AY, USA). The minimum consolidation stress that permitted a correct use of the shear box was determined. This stress corresponds to a maximum porosity [7]. The corresponding porosity, e_{max} , of the 50 wt % blend was 39.4 %. Shearing was done at a rate of 1 mm min⁻¹. The shear stress, t, required for the bed to yield is related to the normal stress, s, applied to the upper surface of the powder. The shear stress was determined at four normal loads, i.e., 9.5, 19, 38, and 60.8 kPa. The experimental yield locus curve was obtained by plotting t vs s. Cohesion, C, of the shear stress axis. The experimental yield locus was adjusted to a straight line corresponding to the Mohr-Coulomb linear model:

$$t = tan(f_i)s + C$$
(1)

where f_i is the angle of internal friction; see Tab. 3.

Table 3. Frictional properties of powders.

Material	m _i [–]	C [kPa]	R
NS	0.86	3.59	0.9997
IS	0.71	2.01	0.9995
NS/IS	0.68	4.20	0.9994

2.2 Sampling Technique

A sliding cover sampler of triangular cross section was used to withdraw samples from the trough. The sampling procedure was done according to a reported method [5, 8]. Briefly, the slide was inserted into the powder bed until it reached the predetermined sampling depth, and the sampler was closed with the sliding cover to isolate the core from the bulk. After the segmented curved-ribbon impeller was rotated at a certain speed, it was stopped at each predetermined time interval. Eight spot samples, 0.1 g each, were withdrawn from eight different locations along the bottom of the trough as indicated in Fig. 2. This sampling method employed 216, 168, and 144 spot samples for 25, 50, and 75 rpm, respectively.

2.3 Sample analysis

A sample portion of 0.1 g was dispersed in 1 mL of distilled water, and the suspension centrifuged (Hermle Labortechnik, Z 200A, Germany) at 2500 rpm for 5 min to settle normal corn starch. The soluble solids content in the supernatant, given by icing sugar, was measured in a Brix refractometer (ATAGO, Model MASTER-M, 0–33 % Brix, Japan) and sugar concentration was determined by reference to a plot with OBx vs. sugar concentration.



Figure 2. Mixing curve at 75 rpm and f = 0.33.

2.1 Load Ratio

The load ratio was calculated as [9]:

$$f \frac{W}{r^{b}V}$$
(2)

$$\bigvee_{\frac{p}{4}}^{\frac{p}{4}} \frac{p}{8} \int_{T}^{2} \frac{p}{T}$$
(3)

The vessel volume, V, was determined as the sum of the volume of a half cylinder and a rectangular trough given by $(pD_T^2L_T/8)$ and $(D_T^2L_T/2)$, respectively.

2.2 Load Conditions

An identical mass of 0.2 kg of normal corn starch (NS) and icing sugar (IS) powders were loaded in the mixing vessel as contiguous layers, in a 1:1 (w/w) ratio for mixing time determinations. Torque measurements were taken for different load ratios; f = 0.08 (0.1 kg), 0.17 (0.275 kg), 0.25 (0.3 kg), 0.33 (0.4 kg), 0.42 (0.5 kg), 0.50 (0.6 kg), 0.58 (0.7 kg).

2.3 Mixing Time

.07020202022222222222222222

The criterion adopted to define t_M was based on the homogeneity of the instantaneous concentration of icing sugar during mixing [10]. The standard deviation of the measured concentration was calculated according to Eq. (4):

 $\begin{array}{c}
\mathbf{\hat{y}}_{\mathrm{B}} \\
\mathbf{\hat{y}}_{\mathrm{S}} \\
\mathbf{\hat{y}}_{\mathrm{S}}$

The logarithm of the standard deviation varies linearly with time in the initial period (Fig. 2). Mixing was considered finished when the standard deviation reached the lowest or minimum value. The mixing curve was expressed by [11]:

$$\log s_{\rm S} = \log s_0 - jt \tag{5}$$

Measurements were performed with f = 0.33 and 25, 50, and 75 rpm. The coefficient of mixing rate, j, was used to set up the operating conditions conducive to homogeneity of the mixture of the solid particles with a minimum mixing time.

2.4 Power Consumption

Torque measurements were carried out at 15, 25, 50, 75, and 100 rpm. The residual torque, T_R , was determined without powders in the vessel. The average torque with powders in the vessel, T_T , was measured and the net mixing torque was calculated as [12]:

$$T = T_T - T_R \tag{6}$$

Power consumption was calculated with Eq. (7):

$$\mathsf{P} = 2\mathsf{p}\mathsf{N}\mathsf{T} \tag{7}$$

2.5 Statistical Analysis

Measurements of physical and power consumption were performed in triplicate and mixing time tests in duplicate. A oneway ANOVA and t-test with two samples assuming equal variances were performed using Excel 2010. Differences between treatment means were separated by Fisher's protected least significant difference test at the 0.05 probability level. The lower and upper limits were calculated with a reliability of 10%.

3 Results and Discussion

3.2 Mixing Time

The segmented curved-ribbon impeller moves the mass of particles by rotation and descending motion from one point to another along the vessel creating mixing by shear. Fig. 3 illustrates the changes in concentration of icing sugar with time during determination of t_M at 75 rpm and f = 0.33. The loading method used required particles to be mixed along the axial and radial directions in the vessel. Thus, the concentrations in the central sampling points (3, 4, 5, and 6) reached the level of desired homogeneity in a short time. Therefore, there was no radial variation between positions 1 and 2, 3 and 4, 5 and 6, 7 and 8. The discontinuous horizontal line in Fig. 3 indicates the target concentration, 0.48 g g⁻¹ for a well-mixed mixture. Tests at 25 and 50 rpm showed similar results to those at 75 rpm; however, t_M were higher than those at 75 rpm. By increasing the agitation speed of the impeller from 25 to 75 rpm, the homogeneity of the mixture was achieved in less time; t_M was reduced by 3.4 times. The coefficient of mixing rate, j, at 75 rpm (Tab. 4)

was lower than the corresponding ones at 50 and 25 rpm.



Figure 3. Change in icing sugar concentration at 75 rpm and $f\!=\!0.33.$

Table 4. Mixing characteristics of the segmented curved ribbon impeller.

N [rpm]	t _M [min]	j [min ⁻¹]
25	17	0.01
50	8	0.21
75	5	0.32

3.2 Power Consumption

3.2.1 Torque-Speed Behavior

The effect of agitation speed on torque behavior is demonstrated in Fig. 4 a. The torque values were independent of impeller speed only for f = 0.08, greater f values showed a coefficient of variation (CV) of 5.9% to 15.1%. For the system studied here, the movement of the impeller partially immersed in the powder bed caused a difference in the quantity of powder taken by the curved ribbons. The powder is moved by rotation and descends by rolling and sliding along the blades' surface, resulting in a revolving motion of different amounts of solid mass which could explain the variations in torque readings. Therefore, torque variations could be used to determine conditions for which overloading of the impeller could occur. This means that the charge ratio, f, is such that the agitator is excessively covered with powder, so mixing cannot be carried out properly.

3.2.2 Power Relationship

Fig. 4b illustrates the effect of stirrer speed on the behavior of the power drawn by the impeller, which is of the form PaN^m ,

Figure 4. (a) Effect of agitation speed on torque behavior for different load conditions. (b) Effect of stirrer speed on impeller power for different load conditions.

with m in the range of 1.05 to 0.93 as f increased, and R closest to 1 for f = 0.08, 0.17, 0.33, and 0.45.

Fig. 5 shows the relationship between the physical properties of the powders (r_b and m_i), impeller dimensions (V_I and L_I), operating conditions (f and N), and acceleration due to gravity (g) on power consumption for the impeller, with R = 0.9508 for all experimental data. The power increased with N and f, and the power consumption of the impeller was related to the experimental data by:

$$P = 1.03 \left[(r_b m_i) \left(V_I L_I \right) (f N) g \right]^{0.93}$$
(8)

where L_I was calculated by means of Eq. (9) as:

Figure 5. Effect of $r_b,\,m_i,\,V_l,\,L_l,$ and N on power consumption for different load conditions.

$$L_{I} \ \% \quad p_{o}^{2} \not\models \ddot{0} p_{o} \not\models^{2}$$
(9)

3.2.1 Dimensional Analysis

A basic feature of powder mixing is the resistance of the particles to flow together. This resistance to flow of a set of particles is defined as the critical condition where the flow starts from a steady state. Two of the variables that impede the flow of the particle system are friction and cohesive strength [4]. In a previous paper, a dimensionless correlation between the power number ($N_p = P/r_b D_o^3 N^5$) and the effective cohesion number ($N_{Ce} = [r_b D_o^4 N^2/F_C] [K_p(f)/f]$) was obtained for a helical double-ribbon impeller during mixing of the same powders reported here. In the present report, this has been extended to a segmented curved-ribbon impeller.

The cohesion force, $F_{\rm C}$, was calculated as the product of C by the surface area of the shear cell; see Sect. 2.3.3. Fig. 6 indicates an inverse linear relationship between the power number and the cohesion number $N_{\rm C}=r_{\rm b}D_{\rm o}$ N / $F_{\rm C}$ of the form $N_p=K_p(N_{\rm C})^{-a}$ for each load ratio f. The exponent a, which is the slope of the regression straight lines in Fig. 6, varies from –0.98 to –1.03 and K_p from 0.61 to 1.20 for the different load ratios. So, this relationship can be written as:

$$\frac{\mathsf{P}}{r_b \mathsf{D}_o^3 \mathsf{N}^4} \, \mathop{}^{\mathcal{H}}_{\mathsf{P}} \, \mathbf{L} \, \frac{\mathsf{D}_b \mathsf{D}_b^4 \mathsf{N}^2}{\mathsf{F}_C} \, (10)$$

where a was rounded up to -1 and K_p depends on the load ratio. The dependence of K_p with f could be approximated by a linear relationship (R = 0.9230) of the form:

$$K_{p}(f) = 1.884(f) + 0.324 \tag{11}$$

In order to obtain a single generalized dimensionless power curve, the effective cohesion number, N_{Ce} was calculated as:

Figure 6. Power curve for different load conditions.

$$N_{C_e} \, \mathcal{X} = \frac{r_b D_o N}{F_C}^4 \frac{\lambda}{f} \frac{K_p \delta f \, \flat}{f}$$
(12)

Data were recalculated using Eq. (12) and the results are presented in Fig. 6. This procedure results in a unique straight line and fits quite well (R = 0.9956) the dependence of power number with the effective cohesion number. Therefore, a generalized correlation was obtained. The relationship between the power number and the effective cohesion number is given by $N_p = K_{pe}(N_{Ce})^{-0.96}$, in which the effective impeller constant $K_{pe} = 2.59$ for load ratios of 0.17 to 0.50. Note that K_{pe} encompasses the effect of the different load ratios into the generalized representation displayed in Fig. 7.

Figure 7. Generalized dimensionless power consumption curve.
The application of N_C or N_{Ce} in a practical situation depends on whether the relationship between the dimensionless numbers depends on f. If it does, N_{Ce} would be a better number to use as the effect of f is taken into account. If this relationship does not depend on f, i.e., if a single line can fit such function for all f values, N_{Ce} becomes N_C . It is not possible to generalize by saying that K_p will always be a function of f, or conversely that K_p will never be a function of f, this has to be investigated for the specific system studied.

4 Conclusions

The highest coefficient of mixing rate and lowest mixing time was obtained for an impeller speed of 75 rpm and a load ratio of 0.33. The torque increased with the load ratio and impeller speed, but the latter induced substantially torque variability. An empirical correlation for predicting power consumption was achieved taking into account the physical properties of solid particles, geometric variables of the mixing system, and operating conditions. A dimensionless and unique representation of the power draw data was obtained that takes into account the dependence of the impeller constant, K_p, with the load ratio f. The results presented here provide a correlation to predict the energy necessary to mix cohesive food powders in a horizontal mixer and which could be applied as an engineering tool in process design.

Acknowledgment

Financial support from PAPIIT-UNAM (Grant IN114312-3) is appreciated. Ixchel Gijón-Arreortúa expresses her gratitude to CONACyT (Grant 221948) for Ph. D. scholarship and Programa de Posgrado en Ingeniería (UNAM) for additional support. Thanks are also given to María del Socorro Alpízar Ramos for her support with flow tests, Héctor Legorreta Cuevas (B. Sc. Eng.) and Juan Luis Umaña (M. Sc. Eng.) for technical assistance and facilities for shear tests.

The authors have declared no conflict of interest.

Symbols used

С	[Pa]	cohesion
Cb	[m]	bottom clearance
CI	[%]	compressibility index
D[v, 0.5]	[mm]	median diameter of food powder particles
Do	[m]	diameter of ribbon
DT	[m]	vessel diameter
е	[%]	porosity
e _{max}	[%]	maximum porosity
f	[-]	load ratio
Fc	[N]	cohesion force
g	$[m s^{-2}]$	acceleration due to gravity
h	[m]	height of powder pile
Kp	[-]	impeller constant

LI	[m]	length of helical double-ribbon impeller
Lo	[m]	axial length of ribbon
L _T	[m]	vessel length
n	[-]	number of pitches
n。	[-]	number of pitches of ribbon
N	[rpm]	rotational speed
N _C	[-]	cohesion number
N _{Ce}	[-]	effective cohesion number
Ns	[-]	total number of samples in Eq. (4)
Np	[-]	power number
po	[m]	pitch of ribbon
Р	[W]	mixing power
R	[-]	regression coefficient
t	[min]	time
t _M	[min]	mixing time
Т	[N m]	net mixing torque
T _R	[N m]	residual torque
Tт	[N m]	average torque with powders in the vessel
V	$[m^3]$	vessel volume
VI	[m ³]	volume of helical double-ribbon impeller
Wo	[m]	width of ribbon
W	[kg]	powder mass
Xi	$[gg^{-1}]$	experimentally determined average
		concentration
Xs	$[g g^{-1}]$	sample concentration

Greek letters

a	[0]	angle of repose of food powders
f_i	[0]	angle of internal friction
j	$[min^{-1}]$	coefficient of mixing rate
mi	[-]	friction coefficient
r _b	[kg m ⁻³]	bulk density
rp	$[\text{kg m}^{-3}]$	bulk particle density
s	[Pa]	normal stress
Ss	[-]	relative standard deviation
s ₀	[-]	intercept in Eq. (5)
t	[kPa]	shear stress

References

- P. G. Smith, Applications of Fluidization to Food Processing, Blackwell Science, Oxford 2007.
- [2] S. Singha, T. Panda, in Handbook of Food Process Design (Eds: J. Ahmed, M. S. Rahman), Blackwell Publishing Ltd, Oxford 2012. Ch. 30.
- [3] K. K. Rao, P. R. Nott, An Introduction to Granular Flow, Cambridge University Press, New York 2008.
- [4] L. Villafuerte-Robles, Productos Farmacéuticos Sálidos: Operaciones Unitarias Farmacéuticas, Instituto Politécnico Nacional, México 1999.
- [5] I. Gijón-Arreortúa, A. Tecante, J. Food Eng. 2015, 149, 144–152. DOI: 10.1016/j.jfoodeng.2014.10.013
- [6] R. Moreyra, M. Peleg, J. Food Sci. 1980, 45 (4), 864–868.
 DOI: 10.1111_j.1365-2621.1980
- [7] A. Schweiger, I. Zimmermann, Powder Technol. 1999, 101 (1), 7–15. DOI: 10.1016_s0032-5910