



Universidad Nacional Autónoma de México

Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán

"Comparación entre molienda tradicional y criomolienda de canela a partir del consumo de potencia, distribución de tamaños, color y pérdida de componentes volátiles"

Tesis que para obtener el título de
Ingeniera en alimentos presenta
María Rebeca Plata León

Asesora : I.A. Laura Margarita Cortazar Figueroa
Coasesor : Dr. José Luis Arjona Román

Cuautitlán Izcalli, Estado de México, 2016.



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
UNIDAD DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTO APROBATORIO

M. en C. JORGE ALFREDO CUÉLLAR ORDAZ
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLÁN
PRESENTE

ATN: M. EN A. ISMAEL HERNÁNDEZ MAURICIO
Jefe del Departamento de Exámenes Profesionales
de la FES Cuautitlán.

Con base en el Reglamento General de Exámenes, y la Dirección de la Facultad, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el: Trabajo Tesis

Comparación entre molienda tradicional y criomolienda de canela a partir del consumo de potencia, distribución de Tamaños, color y pérdida de componentes volátiles

Que presenta la pasante: María Rebeca Plata León

Con número de cuenta: 305840710 para obtener el Título de la carrera: Ingeniería en Alimentos.

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

ATENTAMENTE

"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 03 de Noviembre de 2015.

PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO

	NOMBRE	FIRMA
PRESIDENTE	M. en C. Rosalía Meléndez Pérez	
VOCAL	I.A. Laura Margarita Cortazar Figueroa	
SECRETARIO	Dra. Carolina Moreno Ramos	
1er. SUPLENTE	M. en C. Araceli Ulloa Saavedra	
2do. SUPLENTE	I.A. Maritza Rocandio Pineda	

NOTA: los sinodales suplentes están obligados a presentarse el día y hora del Examen Profesional (art. 127).

IHM/cga*

Dedicatoria

La vida se encuentra llena de retos y uno de ellos es la universidad, tras haber culminado esta etapa en mi vida, no la puedo cerrar sin antes dedicársela a las personas que siempre estuvieron conmigo durante este ciclo.

Esta tesis se la quiero dedicar a mi padres por su amor, sacrificio y trabajo en todos estos años, gracias a ustedes he logrado llegar hasta aquí y convertirme en lo que soy. A mi madre que sigue siendo mi ejemplo y mi pilar, que sin sus consejos no podría ser tan fuerte y tan alegre como soy y a mi padre en especial que aunque no está conmigo, siempre siento su apoyo y fortaleza en cada paso de mi vida, definitivamente yo no sería la misma persona si no hubiera tenido el mejor padre del mundo.

Quiero agradecerle a mi hermana el apoyo que me dio durante todos estos años, y decirle que ella es un gran regalo de la vida, nunca cambiaría cada momento que he compartido a su lado y que es mi orgullo y mi ejemplo a seguir, también dedicarle este momento a mi sobrino, el cual me cambió la forma de ver la vida y es la luz más hermosa en vida.

A cada uno de los miembros de la familia Castro porque sin ustedes tal vez hubiera claudicado.

A mi pareja le agradezco haber estado a mi lado durante todo este recorrido que aunque alguna vez pensamos que sería imposible terminarlo, gracias al apoyo mutuo que nos tenemos fue posible, y estamos listos para emprender nuevos proyectos en la vida.

A mis suegros y a sus familias por todo el amor cariño y comprensión que siempre me han tenido.

A mi asesora que antes de ser mí maestra fue una gran amiga, que me apoyó en los momentos más difíciles de mi vida y no sabe cómo lo agradezco, usted guarda un lugar muy especial en mi corazón.

Y a mi familia quiero que sepan que todo esfuerzo en mi vida es motivado por ustedes, para ser mejor, para ser más felices y para vivir tranquilos, ustedes son mi razón de ser.

LOS AMO

ÍNDICE

1. Introducción.....	11
1.1. Molienda.....	13
1.2. Tipos de Molienda.....	15
1.3. Tipo de Fuerza.....	16
1.4. Equipos de Molienda.....	18
1.4.1. Molino de Martillos.....	19
1.5. Energía y potencia de la desintegración.....	21
1.6. Molienda Criogénica.....	23
1.7. Análisis Granulométrico.....	24
1.7.1. Diagramas Granulométricos.....	25
1.7.1.1. Diagrama de distribución diferencial	25
1.7.1.2. Diagrama acumulativo.....	26
1.8. Canela.....	26
1.8.1. Descripción.....	27
1.8.2. Compuestos Volátiles de la canela.....	28
2. Metodología Experimental.....	30
2.1. Determinación del diámetro promedio	31
2.2. Determinación del contenido de humedad en canela.....	31
2.3. Determinación del contenido de compuestos volátiles en la canela	31
2.4. Diseño Estadístico.....	32
2.5. Molienda.....	32
2.6. Determinación del consumo de potencia	33
2.7. Tamizado.....	34
2.8. Color.....	34
2.9. Extracción de compuestos volátiles	35
3. Resultados y discusión	36
3.1. Determinación del diámetro promedio.....	36
3.2. Determinación del contenido de humedad en canela.....	38
3.3. Determinación del contenido de compuestos volátiles.....	38

3.4. Consumo de potencia.....	39
3.5. Distribución de tamaños.....	43
3.6. Color.....	50
3.7. Compuestos Volátiles.....	53
4. Conclusiones.....	58
Bibliografía.....	60

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Tipos de Fuerza	16
Figura 2. Buje y martillos.....	19
Figura 3. Ejemplo de un gráfico diferencial obtenido de una molienda de arroz en un molino de martillos.....	25
Figura 4. Ejemplo de un gráfico acumulativo obtenido de una molienda de arroz en un molino de martillos.....	26
Figura 5. Molino IKA serie A11 Basic junto con sus elementos molientes de impacto y cizalla.....	33
Figura 6. Trozos de canela utilizados para la determinación del diámetro promedio.....	36
Figura 7. Gráfico de efectos principales para consumo de potencia.....	40
Figura 8. Gráfico de consumo de potencia de las diferentes corridas empleadas en la experimentación.....	41
Figura 9. Grafica de interacción para tipo de elemento moliente en el consumo de potencia.....	42
Figura 10. Gráfica de interacción para tiempo de molienda en el consumo de potencia.....	42
Figura 11. Gráfica de interacción para volumen de alimentación en el consumo de potencia	43
Figura 12. Gráfico de distribución de tamaños.....	44
Figura 13. Gráfico de distribución diferencial para impacto.....	45
Figura 14. Gráfico acumulativo para el elemento moliente de cizalla.....	46
Figura 15. Gráfico acumulativo para el elemento moliente de impacto.....	46
Figura 16. Gráfico de efectos principales para rendimiento en malla 20.....	47
Figura 17. Gráfico de interacciones para tiempo de molienda en el rendimiento para la malla 20.....	48
Figura 18. Gráfico de interacciones para volumen de alimentación en el rendimiento para la malla 20.....	49
Figura 19. Gráfico de interacciones para tipo de elemento moliente en el rendimiento para la malla 20	49
Figura 20. Gráfico de efectos principales para color.....	50

Figura 21. Gráfico de interacciones para tiempo de molienda en ΔE	51
Figura 22. Gráfico de interacciones para tipo de elemento moliente en ΔE	52
Figura 23. Gráfico de interacciones para volumen de alimentación en ΔE	52
Figura 24. Comparación de porcentajes de extracto de compuestos volátiles de acuerdo al tipo de elemento moliente utilizado.....	53
Figura 25. Comparación de molienda criogénica y tradicional con respecto al porcentaje de compuestos volátiles para el elemento moliente de impacto.....	54
Figura 26. Gráfico de efectos principales para compuestos volátiles	55
Figura 27. Gráfico de interacción para tipo de elemento moliente en compuestos volátiles.....	56
Figura 28. Gráfico de interacción para volumen de alimentación en compuestos volátiles.....	56
Figura 27. Gráfico de interacción para tiempo de molienda en compuestos volátiles.....	57

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Comparación entre molienda húmeda y molienda seca.....	15
Tabla 2. Propiedades del Nitrógeno.....	23
Tabla 3. Comparación entre molienda criogénica y molienda tradicional.....	24
Tabla 4. Composición química de la canela.....	28
Tabla 5. Contenido de compuestos volátiles de la corteza de <i>C. Zeylanicum</i> (Canela).....	29
Tabla 6. Arreglo estadístico para la experimentación de la molienda de Canela.....	32
Tabla 7. Valores medio de diámetro y longitud de la canela.....	37
Tabla 8. Relación de reducción de cada corrida experimental.....	37
Tabla 9. Porcentaje de humedad en la canela.....	38
Tabla 10. Contenido de compuestos volátiles en canela comercial.....	38
Tabla 11. Consumo de potencia durante la molienda.....	39
Tabla 12. Resultados de rendimiento de moliendas.....	47
Tabla 13. Valores de ΔE	50
Tabla 14. Porcentaje de compuestos volátiles.....	53

RESUMEN

En este trabajo se realizó la comparación de la molienda tradicional y la criomolienda de canela, a partir del consumo de potencia, distribución de tamaños, color, rendimiento para la malla 20 (0.028 in), y cantidad de componentes volátiles.

Para ello se utilizó un molino IKA A11 basic con dos elementos de molienda (impacto y cizalla), variando también el tiempo de molienda (20 y 30 segundos) y la cantidad de muestra (5 y 7 gramos). Se utilizó nitrógeno líquido como medio de congelación, para lo que se sumergió la canela durante 30 segundos.

Para la determinación del consumo de potencia se utilizó un multímetro de gancho determinando el voltaje y la intensidad durante la operación. Se realizó el tamizado y se elaboraron los gráficos diferencial y acumulativo a partir de los cuales se determinó el rendimiento, y el comportamiento de los tamaños de partícula.

Para el color se utilizó un colorímetro Minolta 300 C utilizando el espacio de color L a*b* y se determinó el ΔE utilizando como patrón de referencia canela comercial. Los resultados mostraron que en todos los casos la variable de mayor importancia fue el elemento moliente.

Para consumo de potencia se obtuvieron valores menores con el elemento de cizalla (137.45-143.04 watts) en contraste con el elemento moliente de impacto (145.55-158.31 watts), sin embargo para rendimiento hubo mayores porcentajes con el de impacto (82.33-92.33%) a diferencia de los valores de cizalla (35.67-52.33%).

En el caso de color la diferencia más grande entre la canela comercial y los productos molidos se encontró en las corridas que utilizaron el elemento moliente de cizalla (cizalla: 5.87-10.38, impacto: 3.71-4.64). De los compuestos volátiles se encontró que la combinación de impacto y molienda criogénica obtuvieron el mayor porcentaje de éstos (1.39%).

En conclusión se encontró que el uso de la molienda criogénica garantiza la mejor conservación de las propiedades organolépticas y gracias a que el producto se volvió friable el impacto fue la fuerza de fractura más favorable obteniendo un mayor rendimiento para la malla 20, sin embargo, en estas

condiciones el consumo de potencia fue mayor en comparación con el de cizalla debido al tiempo establecido de molienda, generando una mayor cantidad de finos.

1. INTRODUCCIÓN

Los alimentos son por naturaleza perecederos, es decir, su vida útil es muy corta. Por esta razón es necesario acudir a métodos de preservación que permitan aumentar su duración. La aplicación de frío es uno de los métodos más usados en la conservación de alimentos, de esta forma, se han diseñado varios sistemas de refrigeración, que son del conocimiento de la mayoría del público. No obstante, uno de los métodos más efectivos para la preservación en frío no es tan conocido: la criogenia.

Esta técnica ha llamado la atención en los últimos años, debido a que se pueden lograr temperaturas extremadamente bajas y para ello se hace uso de un líquido criogénico como el nitrógeno líquido, el cual es un poderoso refrigerante; el efecto del nitrógeno líquido es tal que congela muy rápido, con lo que se producen cristales de hielo muy pequeños, lo que evita daños en los alimentos congelados. La elección del gas licuado se hace en función del producto con que se trabaje, la técnica a emplearse y de la temperatura a la cual se quiere llegar (Castells ,2010).

La criogenia es una de las ramas que proporciona mejoras a la industria de los alimentos, tal vez la más importante es el beneficio que otorga en la operación de pulverización de alimentos, debido a que la mayoría de éstos son sensibles a la temperatura y producen un cambio en la materia prima.

Por lo general las especias son molidas para darle su aspecto característico que les permite ser aplicadas a los alimentos de forma mesurada. Cuando son molidas muchas de sus propiedades como el color y compuestos aromáticos, entre otros se pierden a causa del aumento de temperatura durante la molienda. Las especias son sensibles a la temperatura y el calor generado por la molienda tradicional, puede causar pérdida de sus aceites esenciales, distorsionar su aroma y sabor, y alterar su color, todo lo cual reduce su calidad. Además, si las especias no se procesan a una temperatura suficientemente

baja, los aceites y grasas en los condimentos pueden causar aglomeración y obstruir el molino. (Magne, 2001).

Mediante la aplicación de nitrógeno líquido antes de la trituración mecánica, el oxígeno es expulsado de la atmósfera de procesamiento, lo que elimina el potencial de oxidación, además la materia prima se vuelve quebradiza sin embargo, si la temperatura de transición vítrea se excede, la partícula se vuelve elástica, parte de la energía de la colisión es absorbida, y la reducción del tamaño óptimo no se produce. Mediante el control de la temperatura del material entrante con un refrigerante, se puede mantener por debajo de su temperatura de transición vítrea (Fellows, 2000; Geankoplis, 1993).

Al eliminar este calor de la molienda, existen consecuencias positivas como el aumento de homogeneidad en la granulometría, además el equipo es mucho más fácil de limpiar ya que el material al ser congelado no se adhiere a las paredes, por lo que también se reducen las pérdidas de la materia producida (Cinca y Hurtado, 2011). La criomolienda permite optimizar la finura de las partículas, y por la rápida aplicación del líquido criogénico y la temperatura del mismo (-198.5 ° C) aumenta la calidad microbiológica del alimento.

Es por eso que este proyecto tiene la finalidad de comprobar que la molienda criogénica es una opción para sustituir la molienda tradicional en la canela, para disminuir la cantidad de componentes volátiles que se pierden en éste proceso, disminuir el consumo de potencia y además aumentar el rendimiento de la materia prima.

1.1. MOLIENDA

El término reducción de tamaño se aplica a todas las formas en las que las partículas de sólidos se pueden cortar o romper en piezas más pequeñas. En los procesos industriales la reducción de tamaño de sólidos se lleva a cabo por distintos métodos y con fines diferentes. La reducción de partículas aumenta también la reactividad de los sólidos, permite la separación por métodos mecánicos de ingredientes no deseados y reduce el tamaño de un material fibroso para su más fácil tratamiento. Los sólidos pueden romperse de muy diferentes formas, pero solamente cuatro de ellas se utilizan habitualmente en los equipos de reducción de tamaño: compresión, impacto, frotación y corte (Mc. Cabe y Smith, 1976).

La molienda es una operación unitaria que tiene como objetivo reducir el volumen promedio de las partículas de una muestra sólida, existiendo así transferencia de movimiento exclusivo de los sólidos. A pesar de que solo debería implicar una transformación física de la materia sin alterar su naturaleza, puede alterar las propiedades organolépticas del alimento y es de suma importancia en diversos procesos industriales, ya que el tamaño de las partículas representa en forma indirecta áreas, que a su vez afectan las magnitudes de los fenómenos de transferencia entre otras. Considerando lo anterior, el conocimiento de la granulometría para determinado material es de suma importancia (Geankoplis, 1993).

La reducción se lleva a cabo dividiendo o fraccionando la muestra por medios mecánicos hasta el tamaño deseado. Si el sólido tiene mucha humedad, en lugar de reducir el tamaño, se forma una pasta. Mientras más fina es la molienda, el costo del proceso es mucho mayor. Finalmente, de ser necesario, las partículas son separadas por tamaños por medio de un tamizado.

Esta operación unitaria provoca cambio en las características organolépticas de la mayoría de los alimentos, ya que con el aumento de la temperatura durante el proceso existen pérdidas de componentes volátiles y por la ruptura celular el

contacto entre enzimas y sustratos mejora por lo que las alteraciones del color, aroma y sabor se aceleran.

La importancia de la operación de reducción de tamaño o desintegración de trozos, no consiste solamente en obtener pedazos pequeños a partir de los grandes, sino que también se persigue tener un producto que posea determinado tamaño granular comprendido entre límites pre-establecidos; porque se da el caso de que un sólido con un intervalo de tamaño satisfactorio para una operación determinada, pueda resultar inconveniente para otra operación, aunque se trate de la misma sustancia.

Los fines de la reducción de tamaño son muy importantes en la industria por las siguientes razones:

1. Facilita la extracción de un constituyente deseado que se encuentre dentro de la estructura del sólido, como la obtención de harina a partir de granos y jarabe a partir de caña de azúcar.
2. Se pueden obtener partículas de tamaño determinado cumpliendo con un requerimiento específico del alimento.
3. Aumento de la relación superficie-volumen incrementando, la velocidad de calentamiento o de enfriamiento, la velocidad de extracción de un soluto deseado, etc.

Siendo primero la trituración y quebrantación, la molienda es el último de los procesos mecánicos de reducción granulométrica en el que se producen partículas cuyo tamaño es inferior a 8 mm y permite alcanzar la mayor relación de reducción de tamaño entre la partícula inicial y final, suponiendo también el mayor consumo energético de los procesos de reducción granulométrica (Nogués, García-Galindo y Rezeau, 2010).

Debido al aumento de la temperatura durante el proceso, la molienda tradicional puede desencadenar cambios organolépticos en la materia prima, como por ejemplo la oxidación de las grasas en la molienda de cacao.

1.2. TIPOS DE MOLIENDA

La molienda se puede hacer a materiales secos (molienda seca) o a suspensiones de sólidos en líquido (agua), el cual sería el caso de la molienda húmeda. En la molienda húmeda el material a moler es mojado en el líquido elevando su humedad, favoreciéndose así el manejo y transporte de pulpas (Wanganoff,2007).

Tabla 1. Comparación entre molienda húmeda y molienda seca

MOLIENDA HÚMEDA	MOLIENDA SECA
Requiere menos potencia por tonelada tratada	Requiere más potencia por tonelada tratada
No requiere equipos adicionales para el tratamiento de polvos	Se requieren equipos adicionales para el tratamiento de polvos
Consume más revestimiento por corrosión.	Consume menos revestimiento

Fuente: Wanganoff; 2007

En muchos molinos la alimentación se reduce a partículas de tamaño satisfactorio pasándola una sola vez a través del molino. Cuando las partículas de tamaños más grandes no se hacen retornar a la máquina para su posterior reducción, se dice que el molino opera en **circuito abierto**. Esto puede dar lugar a un consumo excesivo de energía puesto que se pierde mucha energía en moler partículas que ya son suficientemente finas. Si se desea un producto de 50 mallas, evidentemente resulta un despilfarro continuar moliendo el material hasta 100 o 200 mallas. Por consiguiente, con frecuencia resulta económico retirar del molino el material parcialmente molido y hacerlo pasar a través de un dispositivo de separación de tamaños. Los tamaños finos se retiran como producto mientras que los gruesos se hacen retornar al molino. El dispositivo de separación está a veces situado en el interior del molino, como ocurre en el caso de molinos de ultrafinos, pero lo más frecuente es que tales dispositivos sean exteriores al molino. Operación en **circuito cerrado** es la denominación que se aplica a la sección de un molino y un separador

conectados de forma que las partículas gruesas retornan al molino. Para partículas gruesas el dispositivo de separación es un tamiz o rejilla, mientras que para polvos finos se utiliza alguna forma de clasificador (Mc Cabe y Smith,1976).

1.3. TIPO DE FUERZA

Magne (2000) explica que para que una partícula se fracture se requiere un esfuerzo lo suficientemente elevado como para exceder la resistencia a la fractura de la partícula. La manera en la cual ocurre esta fractura depende de la naturaleza de la partícula.

Existen diferentes mecanismos de fractura, principalmente los que se muestran en la figura 1:

- a) Compresión
- b) Impacto
- c) Frotación
- d) Cizalla

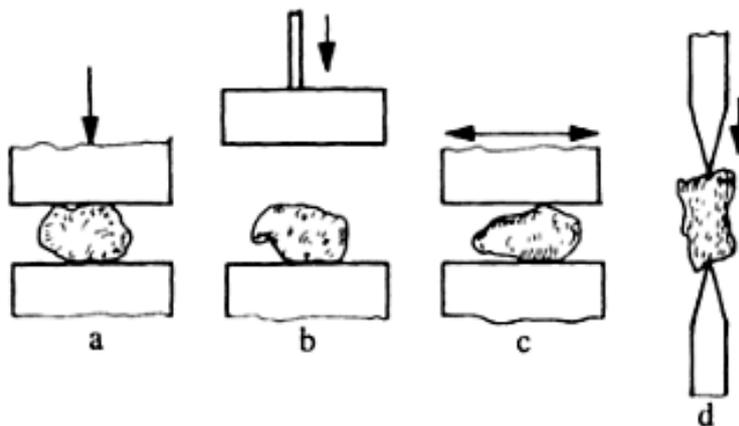


Figura 1. Tipos de Fuerza

Fuente: Hopp Vollrath; 2005

COMPRESIÓN. Se aplica la fuerza en forma perpendicular a la superficie del material. Estas fuerzas son muy eficientes en materiales secos, duros y friables, no son muy eficientes en materiales húmedos y prácticamente nulos en materiales elásticos a la compresión que son generalmente los fibrosos. Los materiales ofrecen cierta resistencia a las fuerzas aplicadas y su magnitud es propia del material en particular. Aumenta con la humedad ya que le confiere un carácter elástico al material. Cuando las fuerzas de compresión superan la resistencia del material, éste se fractura o rompe.

IMPACTO. Es la aplicación de esfuerzos compresivos a alta velocidad. De esta manera la partícula absorbe más energía de la necesaria para romperse. Una partícula que entra en la zona de molienda no puede salir sin ser golpeada por el martillo. Se rompe en pedazos, se proyecta contra la placa estacionaria situada dentro de la carcasa rompiéndose todavía en fragmentos más pequeños. Éstas a su vez son pulverizadas por el martillo. El producto, normalmente, es muy similar en forma y tamaño.

FROTACIÓN. Algunos productos tienen mayor dificultad en su reducción debido a su grado de dureza, en estos casos es apropiado buscar generar impacto entre las propias partículas. En los equipos de frotación o atrición, se aplican fuerzas de torsión o fuerzas que giran en sentido contrario. Son apropiadas para materiales friables como los cereales, y fibrosos como vegetales y carnes. Los esfuerzos aplicados son los llamados de torsión y la resistencia que ofrece el material igualmente recibe el nombre de resistencia a la torsión. Esta resistencia también depende de la textura del material y en algunos es mayor que la resistencia a la compresión.

CIZALLA. La cizalla ocurre como un esfuerzo secundario al aplicar esfuerzos de compresión e impacto. Las partículas de alimentación entran en la cámara, son cortadas varios centenares de veces por minuto y producen gran cantidad de finos.

1.4. EQUIPOS DE MOLIENDA

El equipo para la reducción de tamaño se divide en quebrantadores, molinos, molinos de ultrafinos y máquinas de corte. Los quebrantadores realizan el trabajo pesado de romper grandes piezas de sólidos en pequeños trozos. Un quebrantador primario opera con el material en bruto, aceptando todo el material tal como sale y rompiéndolo en trozos de 6 a 10 in (150 a 250 mm). Un quebrantador secundario reduce estos trozos a partículas quizás de 1/4 in (6 mm). Los molinos reducen el producto del quebrantador hasta formar un polvo. El producto procedente de un molino intermedio puede pasar a través de un tamiz de 40 mallas, mientras que la mayor parte del producto que sale de un molino fino pasa a través de un tamiz de 200 mallas. Un molino ultrafino acepta como alimentación partículas no superiores a 1/4 in (6 mm). Las cortadoras producen partículas de forma y tamaño definidos, con una longitud de 2 a 10 mm. A continuación se relacionan los principales tipos de máquinas para la reducción de tamaño.

A. Quebrantadores (gruesos y finos):

1. Quebrantadores de mandíbula.
2. Quebrantadores giratorios.
3. Quebrantadores de rodillos.

B. Molinos (intermedios y finos):

1. Molinos de martillos; impactores.
2. Molinos de rodadura-compresión.
 - a. Molinos de rulos.
 - b. Molinos de rodillos.
3. Molinos de frotación.
4. Molinos de volteo.
 - a. Molinos de barras
 - b. Molinos de bolas; molinos de guijarros.
 - c. Molinos de tubos; molinos de compartimentos.

C. Molinos ultrafinos.

1. Molinos de martillos con clasificación interna.
2. Molinos que utilizan la energía de un fluido.
3. Molinos agitados.

D. Máquinas de corte.

1. Cortadoras de cuchillas; cortadoras de cubos; cortadoras de tiras.

Estas máquinas realizan su trabajo en formas muy diferentes. La compresión es la acción característica de los quebrantadores. Los molinos utilizan impacto y frotación, a veces combinadas con compresión; los molinos de ultrafinos operan principalmente por frotación. El corte es, por supuesto, la acción característica de las máquinas cortadoras (Mc Cabe y Smith , 1976).

1.4.1. MOLINO DE MARTILLOS

Existen diferentes diseños de equipos para la reducción de tamaño, éste trabajo está orientado a un molino de martillos; a continuación se explica el principio de funcionamiento del mismo.

El molino de martillos consiste en un equipo rotativo de eje horizontal o vertical sobre el cual van unidos los martillos mediante un buje (Figura 2).



Figura 2. Buje y martillos

Este tipo de molino es ampliamente utilizado debido a que según Nikolov, Calka y Williams (2002) presenta:

- Alta relación de reducción de tamaño de partícula
- Flexibilidad en el material a moler
- Simplicidad en su diseño

En el molino de martillos la acción de rotura del material tiene lugar principalmente por el impacto de éste contra los martillos en rotación. Cuando la energía de impacto es lo suficientemente alta como para generar la fractura, los fragmentos resultantes pierden energía de deformación, ya que Austin (2004) dice que se convierte en tres acciones:

- Energía de generación de las nuevas superficies
- Daños internos en la partícula
- Generación de calor producido por relajación del estado de compresión.

Aunque el principal impacto es el ocasionado entre el martillo y la partícula, existen otros impactos dentro de la cámara que también generan fractura: impacto partícula-partícula e impacto partícula-pared (Djordjevic, Pax y Hocking ,2003).

Existen tres principales factores relacionados con el rendimiento de un molino de martillos:

a) Eje

El eje con el que giran solidariamente los martillos puede estar dispuesto horizontal o verticalmente. Nikolov, Calka y Williams (2002) mostraron que la energía de impacto por unidad de masa es menor para molinos de eje horizontal que los de eje vertical, produciendo éstos últimos una mayor cantidad de pequeñas partículas por lo que serían más adecuados en aplicaciones que requieren de una mayor reducción granulométrica.

b) Caudal de alimentación

El caudal de alimentación depende tanto de las variables de operación del molino como de las propiedades físicas iniciales y finales del material. Todos estos factores condicionan el tiempo de residencia de la partícula en el interior de la cámara de molienda. Las condiciones que aumentan el tiempo de residencia, provocan una recirculación interna del material en la cámara. Se entiende por recirculación interna cuando la partícula tras haber experimentado el impacto con el martillo rebota contra la pared y recircula a la zona de impacto. Dado que el molino puede soportar una concentración máxima de partículas en la cámara en función de los factores enunciados, un aumento de caudal de recirculación representa una disminución del caudal de alimentación de materia.

d) Contenido de humedad en la masa

El estudio realizado por Mani, Tabil y Sokhasanj (2004) en el que se ocupan dos lotes de recursos herbáceos con un contenido de humedad de 6 y 12% parecen confirmar la tendencia que asevera que el consumo energético de la molienda está en función del contenido de humedad del recurso molido. El agua contenida en el material realiza una acción de compactación contra la pared del molino, lo que conlleva a la disminución de la superficie que se traduce en un incremento del tiempo de residencia de las partículas, un descenso en el caudal de alimentación y por tanto un incremento del consumo energético de la molienda.

1.5. ENERGÍA Y POTENCIA EN LA DESINTEGRACIÓN

La energía requerida para la fractura depende del tipo de material, tamaño, dureza y otros factores. La magnitud de la fuerza mecánica aplicada, su duración y el tipo de fuerza (compresión, cizalla, impacto o frotación) afectan la eficiencia y alcance del proceso de reducción de tamaño.

El costo energético es el de mayor importancia en trituración y molienda, de forma que los factores que controlan este costo son de gran interés. Durante la reducción de tamaño, las partículas del material de alimentación son primeramente distorsionadas y forzadas. El trabajo necesario para forzarlas se almacena temporalmente en el sólido como energía mecánica de tensión.

Al aplicar una fuerza adicional a las partículas tensionadas, éstas se distorsionan más allá de su resistencia final y bruscamente se rompen en fragmentos, generándose nuevas superficies. Puesto que una unidad de área de sólido posee una cantidad definida de energía superficial, la creación de nuevas superficies requiere un trabajo, que es suministrado por la liberación de energía de tensión cuando la partícula se rompe. De acuerdo con el principio de conservación de la energía, toda la energía en exceso sobre la energía de la nueva superficie creada ha de aparecer en forma de calor.

Puesto que solamente una fracción muy pequeña de la energía comunicada al sólido se utiliza en crear nueva superficie, la mayor parte de la ella se convierte en calor, lo cual puede dar lugar a un importante aumento de la temperatura del sólido.

El sólido puede fundir, descomponerse o explotar si no se retira este calor. Por esta razón con frecuencia se hace circular agua fría o salmuera a través de serpentines o camisas incorporadas al molino. A veces se impulsa aire refrigerado a través del molino o se introduce dióxido de carbono sólido (nieve carbónica) con la alimentación. Con nitrógeno líquido todavía se alcanza una más drástica reducción de temperatura, pudiendo realizarse la molienda a temperaturas inferiores a $-75\text{ }^{\circ}\text{C}$.

La finalidad de temperaturas tan bajas es alterar las características de ruptura del sólido, haciéndolo en general más fácilmente triturable. De ésta forma, los productos se hacen suficientemente duros para ser tratados, a comparación de un molino tradicional, que se atasca a temperaturas ordinarias, aumentando su friabilidad y pudiéndose moler sin dificultad (Mc Cabe y Smith, 1976).

1.6. MOLIENDA CRIOGÉNICA

Se basa en la reducción de la energía de deformación con la temperatura. Ello permite rebajar la energía precisa para la fractura, disminuir el efecto del rebote en el interior del molino y reducir el desgaste por abrasión. Trabajando a una temperatura comprendida de -90°C y -170°C , se consigue un polvo más fino y con menos impurezas. Por lo general se emplea nitrógeno líquido, pero la elección del refrigerante viene determinada por sus características técnicas, su costo y su disponibilidad, además de su impacto ambiental y su seguridad. (Castells,2000).

En la Tabla 2, se presentan las propiedades del nitrógeno que en este caso se utilizó como líquido criogénico.

Tabla 2. Propiedades del Nitrógeno

PROPIEDAD	VALOR
Densidad (kg/m^3)	784
Calor específico ($\text{kJ}/\text{kg}^{\circ}\text{K}$)	1.04
Calor latente (kJ/kg)	358
Capacidad refrigerante total (kJ/kg)	690
Punto de ebullición ($^{\circ}\text{C}$)	-196
Conductividad Térmica ($\text{W}/\text{m}^{\circ}\text{K}$)	0.29

Fuente: Castells, 2000; Fellows,2000

Rojas y col. (2000) remarcan que la molienda criogénica posee varias características que la distinguen de la molienda convencional como se presenta a continuación en la Tabla 3, incluyendo además de esto su velocidad de deformación y el hecho que la molienda se desarrolla íntegramente a temperaturas donde los procesos dinámicos de recuperación y/o recristalización, no ocurren.

Tabla 3. Comparación entre molienda criogénica y molienda tradicional

MOLIENDA CRIOGÉNICA	MOLIENDA TRADICIONAL
Temperaturas por debajo de 0 °C en el interior del molino	El calor se desarrolla en el interior del molino
Mínima pérdida de componentes volátiles	Este calor, que se desarrolló durante la molienda, conduce por un lado a la evaporación de aceites esenciales y por otro lado a la oxidación de las grasas. Esto a su vez puede conducir a los elementos de molienda a cubrirse de residuos, obstruyendo o incluso bloqueando el equipo
Consumo de energía baja	Consumo de energía alta
Alto rendimiento	Bajo rendimiento
No hay riesgo de incendio	Riesgo de incendio
No se necesita alta capacidad en los motores	Se necesitan motores de alta capacidad para moler
Gran control en el tamaño de partícula de la muestra	Poco control en el tamaño de partícula

Fuente: Rojas y col, 2000

Hay productos que no pueden ser molidos dentro de un proceso continuo de producción, con el rendimiento y la granulometría deseada. Castells (2002) afirma la idea, basándose en que esto puede producirse debido a su alto contenido en grasa, por su plasticidad, o simplemente por su tenacidad a la molienda. En la molturación criogénica, el frío que aportan los gases criogénicos puede regularse hasta -196°C , dejando, si es necesario, los materiales frágiles y quebradizos.

1.7. ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO

De los distintos métodos existentes para realizar el análisis granulométrico, quizá el más utilizado sea el tamizado con mallas acoplados en cascada. Para realizarlo se coloca un juego de tamices en cascada, es decir, ordenados de arriba abajo por orden decreciente de luz o abertura de malla. El producto a analizar se añade sobre el primer tamiz, es decir aquel de abertura de malla mayor y se somete el conjunto a un movimiento vibratorio.

1.7.1. DIAGRAMAS GRANULOMÉTRICOS

Es frecuente expresar los resultados del análisis granulométrico representándolos gráficamente, los diagramas más utilizados son el de distribución diferencial y el acumulado.

Los datos que se requieren para determinar los valores que se grafican se obtienen de la tabla de análisis granulométrico.

1.7.1.1. DIAGRAMA DE DISTRIBUCIÓN DIFERENCIAL

Se obtiene en un eje de coordenadas las fracciones que quedan retenidos en cada tamiz frente a los diámetros medios (X_i vs D_{pi}), como lo muestra la figura 3. Estos diagramas son útiles para conocer el diámetro promedio de la población y que fracción tiene este diámetro.

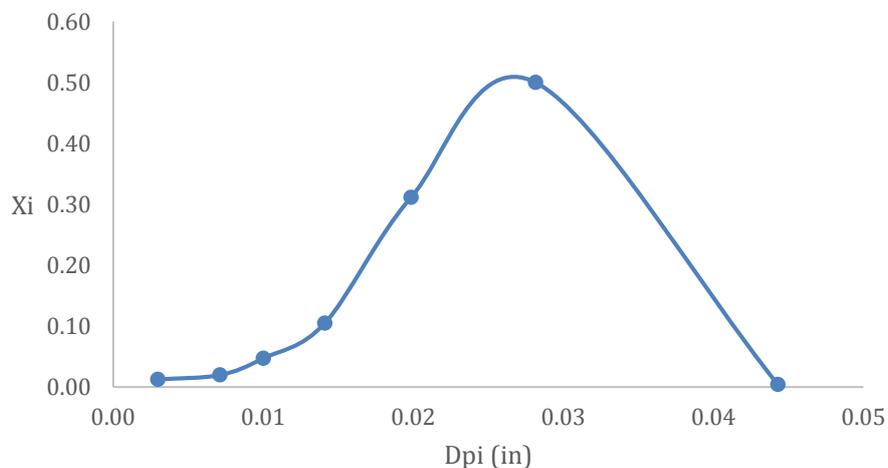


Figura 3. Ejemplo de un gráfico diferencial obtenido de una molienda de arroz en un molino de martillos

Donde:

X_i = masa retenida en cada tamiz/ sumatoria de las masas retenidas

D_{pi} (diámetro promedio) = (abertura de malla que pasa + apertura de malla que retiene) / 2

1.7.1.2. DIAGRAMA ACUMULATIVO

Éste diagrama se construye graficando las fracciones acumuladas pasadas o retenidas contra la abertura de la malla como lo muestra la figura 4, son diagramas que permiten conocer el porcentaje que corresponde a alguna especificación de tamaño, como se verá más adelante.

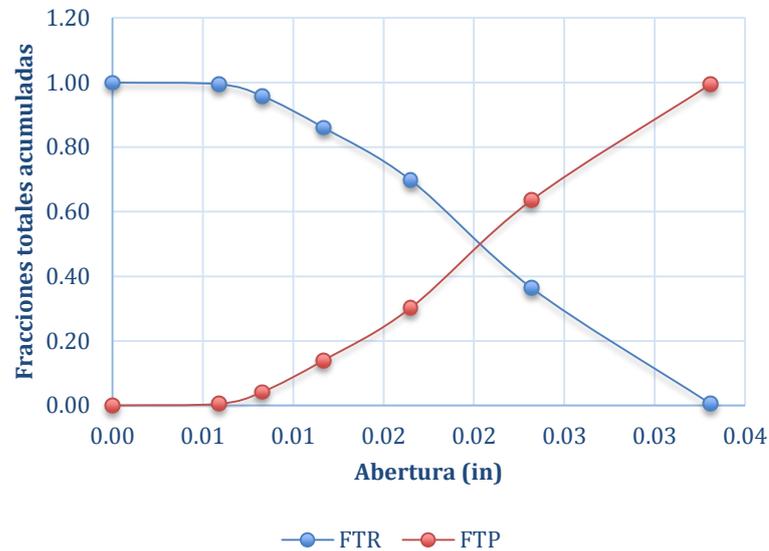


Figura 4. Ejemplo de un gráfico acumulativo obtenido de una molienda de arroz en un molino de martillos

Donde:

FTR: Sumatoria acumulativa de X_i

FTP: $1 - X_i$

1.8. CANELA

Las canelas son las cortezas de diversos vegetales de género *Cinnamomum*, de los cuales solo uno, el *Cinanamomum Zeylanicum* Nees, produce la verdadera canela o canela de Ceilán.

1.8.1. DESCRIPCIÓN

El género *Cinnamomum* pertenece a la familia de las Lauráceas que son árboles de hojas perennes, encierran en casi todos sus órganos aceites esenciales, pero sus esencias varían según el órgano donde se hallan y según la edad de éstos órganos. El *Cinnamomum Zeylanicum* Nees en estado salvaje es un árbol siempre verde, con mucho ramaje, de aspecto breñoso que alcanza de 10 a 15 m de altura. Su corteza es gruesa, rugosa y posee el olor y sabor característicos de la canela. Las cortezas comerciales provienen de las plantas cultivadas sometidas a un tratamiento especial. No las dejan convertirse en árboles: se les recorta severamente para que formen malezas de ramas delgadas, una especie de soto cuya altura no pasa de los 2.5m. Parthasarathy, Chempakam y Zachariah (2005).

La canela de Ceilán está formada por la parte interna de la corteza de los tallos del *Cinnamomum zeylanicum*. Maistre (2002) investigó que en esta zona se encuentran las células que contienen los aceites esenciales que dan su perfume a la especie; la parte externa tiene, por el contrario, un sabor ácido cuya presencia rebaja el sabor delicado de la corteza interna.

Su presentación es en forma de tubos o canutos, compuestos por láminas muy delgadas de corteza encajadas las unas con las otras. La cara exterior de estas hojas tiene un color leonado pálido uniforme, salpicado de vez en cuando de manchas redondas más claras que corresponden a la inserción de las hojas.

En la Tabla 4 se presenta la composición química de la canela, siendo los parámetros de agua y fibra los más influyentes en el proceso de molienda.

Tabla 4. Composición química de la canela

COMPUESTO	g/100 g
Agua	9.52 g
Proteína	3.89 g
Lípidos	3.18 g
Carbohidratos	79.85 g
De los cuales (fibra)	53.1 g
Calcio	1.23 g
Fosforo	61 mg
Sodio	26 mg
Potasio	500 mg
Hierro	38.07 mg
Tiamina	0.077 mg
Riboflavina	0.14 mg
Niacina	1.30 mg
Acido Ascórbico	28.46 mg
Vitamina A	26 RE

Fuente: Trainter y Grenis (2001)

1.8.2. COMPUESTOS VOLÁTILES DE LA CORTEZA

Las especias o hierbas aromáticas son ampliamente usadas en los productos alimenticios influyendo en el aroma y sabor característico de las diferentes comidas.

Las especias fueron seleccionadas por el hombre porque producen, en cantidades pequeñas, sabores y olores característicos cuando se añaden a los alimentos o a otros productos.

La mayoría de los compuestos químicos responsables de los efectos que las especias producen en los alimentos se encuentran en los aceites esenciales, éstos se conocen también como “aceites volátiles” y normalmente están compuestos de terpenoides y arilpropanoides, los cuales son sintetizados en las glándulas secretoras de los tricomas, que permanecerán intactos a menos que la especia sea sometida a algún tratamiento, como el secado, el troceado o la molienda (Madsen y Bertelsen ,2010).

La canela posee un delicado aroma picante, que es atribuido a sus compuestos volátiles. Los compuestos volátiles están presentes en todas las partes del árbol y se pueden clasificar en monoterpenos, sesquiterpenos y fenilpropenos. Según Parthasarathy, Chempakam y Zachariah (2005), el mayor componente de la hoja es el eugenol, mientras que en la corteza es el cinamaldehido. El contenido total de compuestos volátiles contenido en la corteza de la canela varía de 0.4 a 2.8 %.

Bernard y col. (1989) estudiaron la composición de los compuestos volátiles provenientes de la corteza del *C. Zeylanicum*, por dos métodos: destilación directa y extracción usando TTE (1,1,2-tricloro-1,2,2-trifluoroetano) seguido por una hidrodestilación. Ambos métodos fueron comparables, obteniendo de 0.98 a 1.1% de compuestos volátiles totales, en la Tabla 5, se puede observar el porcentaje de cada aceite que compone el extracto de la canela.

Tabla 5. Contenido de compuestos volátiles de la corteza de *C. Zeylanicum* (Canela)

Compuesto Volátil	Porcentaje (%)
Cinamaldehido	75
Ácetato de Cinamaldehido	3.3
Cariofileno	3.3
Linalool	2.2
Eugenol	2.2

Fuente: Senanayake, Lee y Wills (1978)

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Problema: Comparación de molienda criogénica y molienda tradicional; y su efecto en el consumo de potencia, la distribución de tamaños, pérdida de componentes volátiles y color en la canela durante el proceso.

Objetivo General: Estudio experimental de molienda criogénica y molienda tradicional en canela a partir de la evaluación del consumo de potencia, distribución de tamaños, la pérdida componentes volátiles y el color durante el proceso variando tipo de elemento moliente, tipo de molienda, volumen de alimentación y tiempo de molienda.

Objetivo Particular 1 .Realizar la molienda tradicional y molienda criogénica de canela y definir el tamaño de partícula de polvo de canela de cada proceso por el método de análisis granulométrico.

VARIABLES INDEPENDIENTES:

Tipo de molienda: Molienda tradicional / Molienda criogénica

Tipo de elemento moliente: Impacto / Cizalla

Tiempo de molienda: 20 segundos / 30 segundos

Volumen de alimentación: 5 gramos / 7 gramos

VARIABLES DE RESPUESTA:

Cantidad de componentes volátiles

Consumo de Potencia

Distribución de tamaño de partículas

Color

Se utilizó la especia canela (*Cinnamomum zeylanicum*) adquirida en un lote de 1 kilogramo en la Central de Abastos de Atizapán de Zaragoza, Estado de México.

2.1. Determinación del diámetro promedio

Se utilizó un vernier Digital Starret (USA) para determinar el diámetro a 50 trozos de canela previamente cortados de varas de 50 cm de largo aproximadamente a trozos de 5 cm.

A los resultados obtenidos se les determinó desviación estándar y coeficiente de variación. A partir de estos valores se definió el diámetro promedio equivalente, con la ecuación de Koichi, Gotoh y Higashitani (1991).

Cálculo de Deq (Diámetro promedio equivalente):

$$Deq = \frac{4b + 2a}{2a + 2b} \dots\dots\dots \text{(Ecuación 1)}$$

Deq = diámetro promedio equivalente[=]mm

a =mitad del diametro [=]mm

b =mitad de la longitud [=] mm

2.2. Determinación del contenido de humedad en la canela.

Se utilizó una termobalanza OHAUS MB 45, con un programa de 100 °C y una hora de duración. Se hicieron 3 repeticiones y se determinó promedio, desviación estándar y coeficiente variación.

2.3. Determinación del contenido de compuestos volátiles en la canela.

Se utilizó el método por destilación, descrito en las Técnicas de laboratorio para análisis de alimentos (Pearson, 1973), con el que se obtiene el extracto de aceites volátiles, teniendo como solvente éter dietílico y determinando por diferencia de peso el porcentaje de los mismos. Se hicieron 3 repeticiones y se determinó promedio, desviación estándar y coeficiente de variación.

2.4. Diseño Estadístico

Se utilizó un arreglo ortogonal L_82^7 en el software Minitab 13 con las siguientes interacciones:

AC: Tipo de molienda-Tiempo de molienda

AB: Tipo de molienda- Volumen de alimentación

AD: Tipo de molienda-Tipo de elemento moliente

La tabla 6 presenta el arreglo estadístico en base al arreglo ortogonal:

Tabla 6. Arreglo estadístico para la experimentación de la molienda de Canela

TIPO DE MOLIENDA	VOLUMEN DE ALIMENTACIÓN	TIEMPO DE MOLIENDA	TIPO DE FUERZA
Tradicional	5g	20 s	Cizalla
Tradicional	5g	30 s	Impacto
Criogénica	7g	20 s	Cizalla
Criogénica	7g	30 s	Impacto
Tradicional	7g	20 s	Impacto
Tradicional	7g	30 s	Cizalla
Criogénica	5g	20 s	Impacto
Criogénica	5g	30 s	cizalla

2.5. Molienda

Para la molienda tanto tradicional como criogénica se utilizó un equipo IKA serie A11 Basic, que cuenta con un depósito de 250 ml., tiene la posibilidad de intercambiar el elemento moliente en dos opciones, impacto y cizalla (Figura 5). En la molienda criogénica, la congelación de la canela se realizó por inmersión y después de ello se introdujo al molino, es decir, la molienda se realizó con la muestra congelada, después de ello no se mantuvo congelada la muestra.



Figura 5. Molino IKA serie A11 Basic junto con sus elementos molientes de impacto y cizalla.

2.6. Determinación del consumo de potencia

Para la determinación del consumo de potencia se utilizó un multímetro de gancho, midiendo el voltaje de la corriente eléctrica por medio del cable de conexión. Se hizo la medición de intensidad de corriente en amperes y por medio del voltaje se obtuvo el consumo de potencia, utilizando la ecuación 2. Se realizaron 3 repeticiones para cada condición.

$$P = V \cdot I \quad \dots\dots\dots(\text{Ecuación 2})$$

Donde:

P= Potencia [W]

V=Voltaje [V] 113 volts

I=Corriente [A]

Al producto de la molienda se le realizaron las siguientes pruebas:

2.7. Tamizado

El tamizado se efectuó en una serie no rigurosa de tamices US de 3 in de diámetro, utilizando siete mallas: 20,30,40,50,70,100 y 140. El tamizado fue realizado con 5 g de muestra. Se agitaron manualmente por 20 segundos en dirección horizontal y 20 segundos en dirección vertical.

Se realizó el análisis granulométrico y se elaboraron los gráficos diferenciales para determinar la distribución de tamaños y los gráficos acumulativos para definir la fracción total pasada para el cumplimiento de la Malla 20 de acuerdo a la norma NMX-F-249-1975, la cual menciona que mínimo el 90% del material debe pasar por esta malla.

Es importante mencionar que aunque la norma específica cumplir los requerimientos en la Malla 20, el tamizado en la experimentación no sólo se hizo para esto, también se realizó para determinar la eficiencia de la molienda en diferentes condiciones y con éste criterio se eligieron las mallas. Se realizaron 3 repeticiones de cada corrida.

2.8. Color

Se utilizó un colorímetro minolta 300 C con el accesorio de polvos, se depositó la muestra en la cápsula hasta que quedara completamente llena, después de ello se presionó el gatillo del sensor para obtener los valores L^* a^* y b^* para calcular ΔE contrastando con los valores de una canela comercial. Realizando 3 repeticiones de cada corrida.

Para calcular ΔE se utilizó la ecuación:

$$\Delta E = ((L_1 - L_2)^2 + (a^*_1 - a^*_2)^2 + (b^*_1 - b^*_2)^2)^{1/2} \dots\dots\dots(\text{Ecuación 3})$$

Dónde: L_1 , a^*_1 , b^*_1 , son los valores de la muestra de canela comercial
 L_2 , a^*_2 , b^*_2 , son los valores de cada corrida

2.9. Extracción de compuestos volátiles

Al igual que el inciso 2.2., se utilizó el método por destilación, descrito en las Técnicas de laboratorio para análisis de alimentos (Pearson, 1973). Se realizaron 3 repeticiones y se obtuvo el promedio, la desviación estándar y el coeficiente de variación.

3. Resultados y Discusión

Se presentan los resultados obtenidos tanto de las actividades preliminares como de las variables de respuesta, explicando la importancia de cada una de ellas y su comportamiento en diferentes condiciones durante la experimentación.

3.1. Determinación del diámetro promedio

En la figura 6 se puede observar los 50 trozos previamente cortados de una vara de canela, a los cuales se les dio una longitud aproximada de 5 cm.



Figura 6. Trozos de canela utilizados para la determinación del diámetro promedio

A continuación se presenta en la tabla 7 el resultado del diametro equivalente y los valores promedio que se utilizaron para determinarlo.

Tabla 7. Valores medios de diámetro y longitud de la canela

	DIÁMETRO (mm)	LONGITUD (mm)
MEDIA	11.33	51.12
D.S.	1.5427	1.3688
C.V.	0.1360	0.0267

$$D_{eq} = 1.8184 \text{ mm}$$

Se determinó el diametro promedio para conocer el tamaño inicial y poder definir la relación de reducción obtenida con la siguiente fórmula:

$$R. R = \frac{\text{Tamaño medio del material de partida}}{\text{Tamaño medio del producto}}$$

A continuación se presenta la tabla (Tabla 8) de la relación de reducción de las corridas experimentales.

Tabla 8. Relación de reducción de cada corrida experimental

Tradicional/5g/20seg/cizalla	2.56
Tradicional/5g/30seg/impacto	5.08
Criogénica/7g/20seg/cizalla	2.56
Criogénica/7g/30seg/impacto	2.56
Tradicional/7g/20seg/impacto	7.16
Tradicional/7g/30seg/cizalla	2.56
Criogénica/5g/20seg/impacto	7.16
Criogénica/5g/30seg/cizalla	2.56

3.2. Determinación del contenido de humedad en la canela

En seguida se presentan en la tabla 9 los valores promedio del contenido de humedad en la canela.

Tabla 9. Porcentaje de humedad

REPETICIONES	% HUMEDAD
1	10.27
2	10.4
3	10.36
PROMEDIO	10.34
D.S.	0.0666
C.V.	0.0064

Es importante determinar el porcentaje de humedad en la canela, ya que éste tiene relación con la efectividad de la criomolienda pues es el porcentaje de la muestra que en realidad se va a congelar, haciéndola más friable.

3.3. Determinación del contenido de compuestos volátiles en la canela.

En la tabla 10 se presenta el valor promedio del contenido de compuestos volátiles evaluados en la canela comercial.

Tabla 10. Contenido de compuestos volátiles en Canela Comercial

REPETICIONES	%
1	2.63
2	2.206
3	2.79
PROMEDIO	2.54
D.S.	0.3018
C.V.	0.1187

Es importante mencionar que cuando se evaluaron estas muestras, al final del proceso de extracción, el cartucho presentó una coloración, a comparación de las muestras obtenidas en la experimentación, por lo que podemos creer que a la canela comercial se le adicionan sustancias que no provienen de la materia prima al natural.

3.4. Consumo de potencia

Se presenta a continuación en la tabla 11 los valores de consumo de potencia para cada una de las corridas del arreglo ortogonal.

Tabla 11. Consumo de potencia durante la molienda

CORRIDA	POTENCIA (W)			MEDIA	C.V.
Tradicional/5g/20seg/cizalla	138.83	137.83	136.18	137.61	0.010
Tradicional/5g/30seg/impacto	147.21	145.55	143.88	145.55	0.011
Criogénica/7g/20seg/cizalla	138.63	137.17	136.54	137.45	0.008
Criogénica/7g/30seg/impacto	158.34	156.65	159.94	158.31	0.010
Tradicional/7g/20seg/impacto	145.48	148.21	158.08	150.59	0.044
Tradicional/7g/30seg/cizalla	145.51	143.94	139.67	143.04	0.021
Criogénica/5g/20seg/impacto	149.85	153.26	153.55	152.22	0.014
Criogénica/5g/30seg/cizalla	141.82	141.84	141.54	141.73	0.001

En la Figura 7, se presentan los resultados del análisis estadístico, se observa que la variable de mayor importancia para el consumo de potencia es el tipo de fuerza utilizada, siendo el impacto, el tipo de fuerza que consumió más potencia durante su uso.

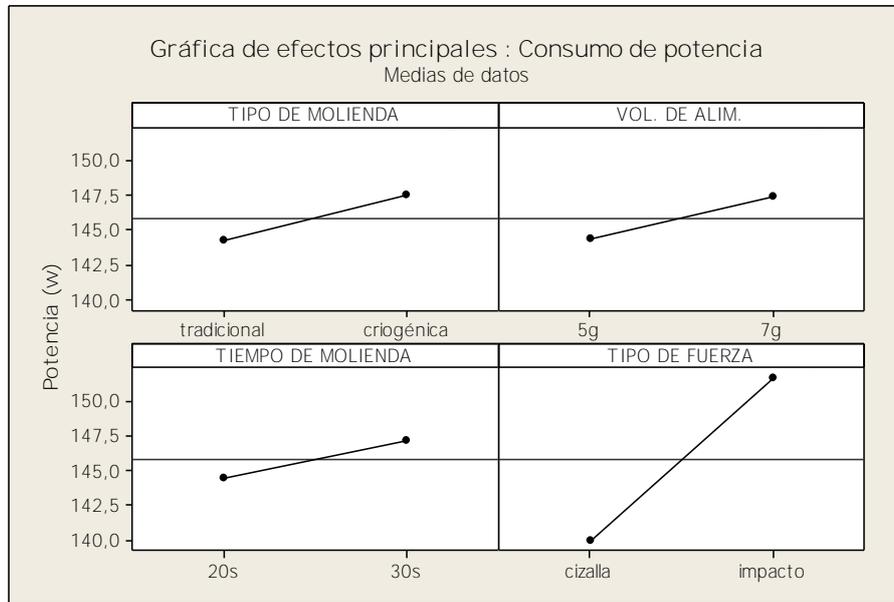


Figura 7. Gráfico de efectos principales para consumo de potencia

La figura 8 se realizó para determinar la importancia de cada una de las fuerzas utilizadas. En el gráfico se puede observar que las corridas que utilizaron como elemento moliente el impacto (presentadas en color negro) tuvieron un mayor consumo de potencia, a diferencia de las corridas con cizalla como elemento moliente (color rojo). Este resultado se atribuye a que como se verá más adelante, también se encontró un menor tamaño en estas condiciones.

CONSUMO DE POTENCIA

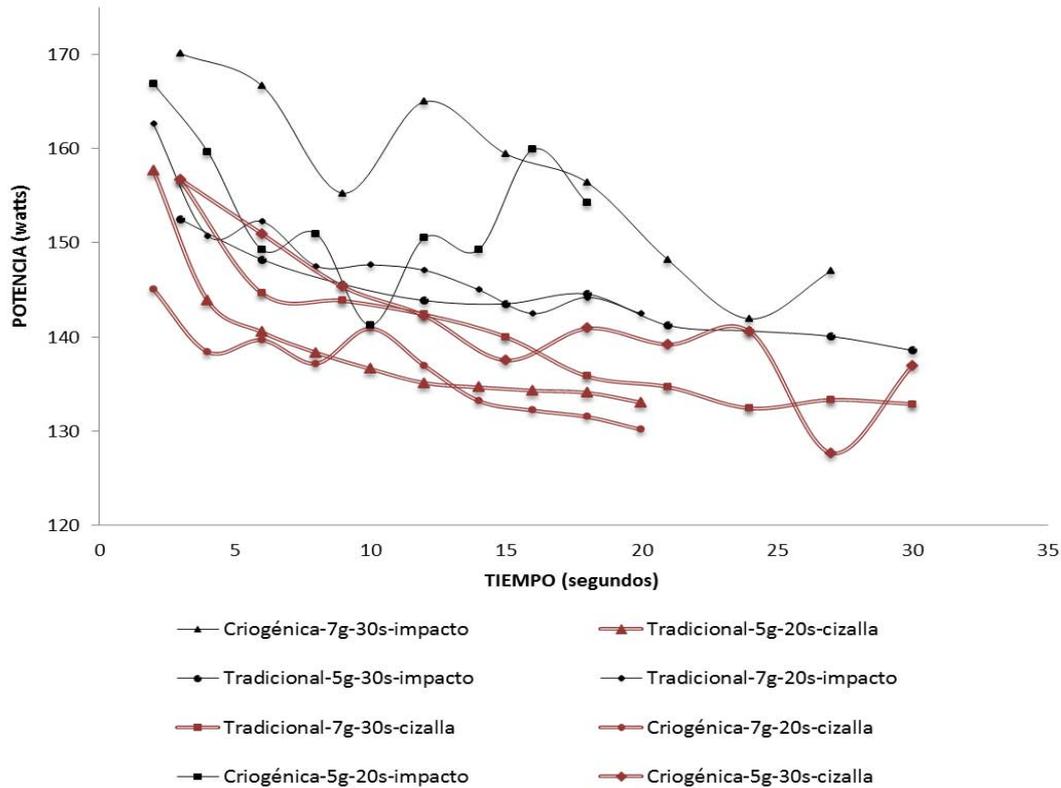


Figura 8. Gráfico de consumo de potencia de las diferentes corridas empleadas en la experimentación

Se observa en el gráfico de interacciones para medias (Figura 9) que cuando se utiliza la cizalla como tipo de fuerza, el consumo de potencia es mucho más bajo sin importar el tipo de molienda, pero al cambiar el tipo de elemento moliente a impacto el consumo de potencia se eleva siendo la molienda criogénica la que produce más gasto de energía. Esto se relaciona con el tamaño de partícula alcanzado ya que el tipo de elemento moliente que obtuvo un tamaño de partícula menor fue el impacto por lo que requirió un consumo de potencia mayor al de la cizalla. Esto es debido a la creación de nuevas superficies según lo reportado por Perry y Green (1997), por lo que las corridas que presentaron mayor consumo de potencia, es decir, las que usaron el elemento moliente de impacto obtuvieron como se presentará mas adelante un menor diámetro de partícula, requiriendo más energía para lograr estos tamaños.

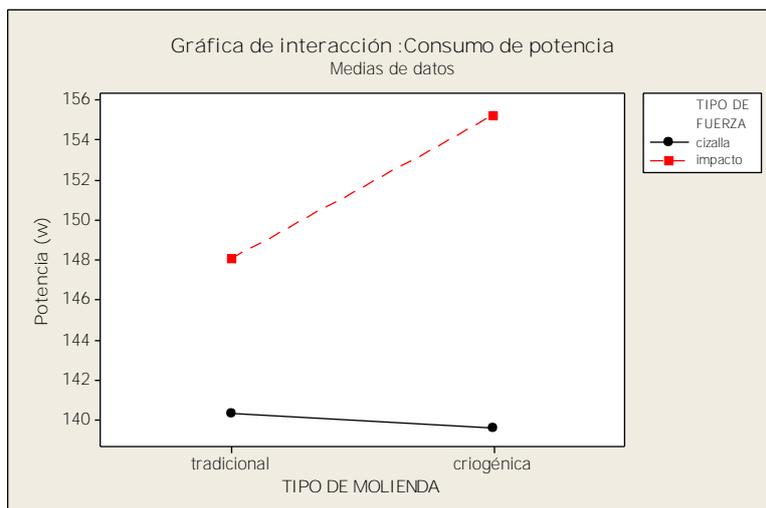


Figura 9. Gráfica de interacción para tipo de elemento moliente en el consumo de potencia

En el caso del análisis de la variable tiempo de molienda utilizado que fueron de 20 y 30 segundos en la Figura 10, se presenta el efecto sobre el consumo de potencia, el cual no se ve afectado por el incremento del tiempo en la molienda tradicional, pero en la molienda criogénica si es determinante, consumiendo más energía como era esperado en un tiempo más prolongado.

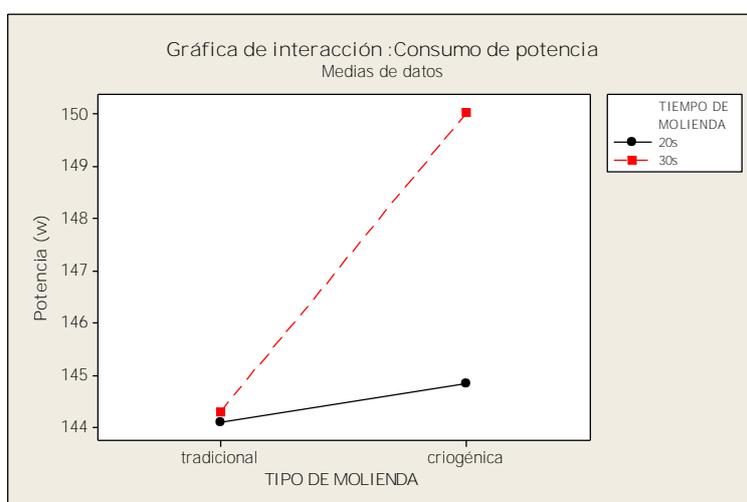


Figura 10. Gráfica de interacción para tiempo de molienda en el consumo de potencia

Para el volumen de alimentación en la Figura 11 se observa un cambio entre los tipos de molienda en el consumo de potencia, ya que cuando la molienda es criogénica el consumo de potencia no se ve afectado por el volumen del material que se quiere moler, en cambio cuando la molienda es tradicional, el aumento de volumen también implica un aumento de energía, que se traduce a un mayor consumo de potencia. Esto es debido a que en la molienda tradicional mientras mayor sea la alimentación mayor será el volumen de carga con el que trabaje el molino, pero en la molienda criogénica la molienda es mucho más efectiva por lo tanto al aumentar el volumen de alimentación el consumo de potencia no varía mucho.

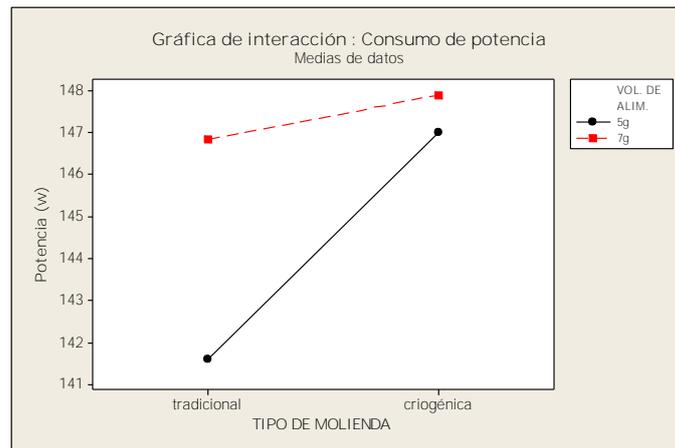


Figura 11. Gráfico de interacción para volumen de alimentación en el consumo de potencia

3.5. Distribución de tamaños

En la figura 12 se presenta el gráfico diferencial comparativo el cual nos muestra que al igual que en el consumo de potencia en los resultados de distribución de tamaños se puede observar la influencia del elemento moliente, relacionando así las corridas que tienen un menor Dpi con el mayor consumo de potencia que se presentan en color negro y son las corridas que ocuparon el impacto como elemento moliente, pero aunque estas corridas obtuvieron un menor diámetro promedio (Figura 12), también es muy heterogéneo, aunque esto no afecta ya que el criterio de la Norma es cumplir que el 90% de la población pase la malla 20 (0.0331 in) .

En éste sentido las corridas que consumieron menor energía serían las más aptas ya que aprobarían la Norma sin ningún problema, como se muestra en los resultados de rendimiento que están en el apartado.

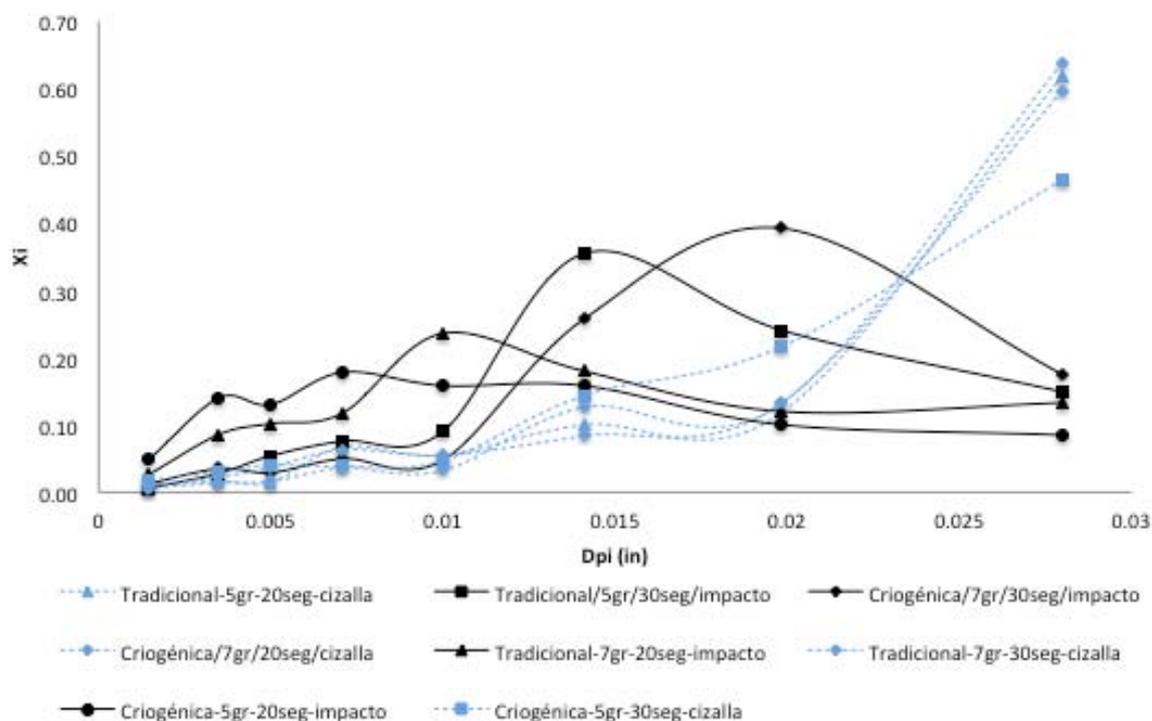


Figura 12. Gráfico de distribución de tamaños

La canela es un material fibroso (53.1%) por lo que en condiciones normales, al tener un elevado contenido en fibra, la fuerza de cizalla sería más apropiada, pero lo que sucede al congelarla, es que el material se vuelve tan friable que la fuerza de impacto tiene mejores resultados, recuérdese el contenido de humedad original (10%) y que fue congelado.

Es importante señalar que las fuerzas electrostáticas disminuyeron en la molienda criogénica, esto se pudo observar a simple vista ya que las paredes del molino presentaban una cantidad casi nula de canela molida, además de que en el producto no se adherían las partículas entre si, es decir, no se formaban grumos, por lo que la merma, que significa una pérdida económica, disminuye con ello.

En la Figura 13 se muestra que la influencia del tiempo de molienda fue determinante para la distribución de tamaños, ya que al moler por 20 segundos se obtiene una distribución de tamaños más homogénea y al comparar la molienda de 30 segundos la molienda tiene una muestra mayor ubicada en el área de gruesos.

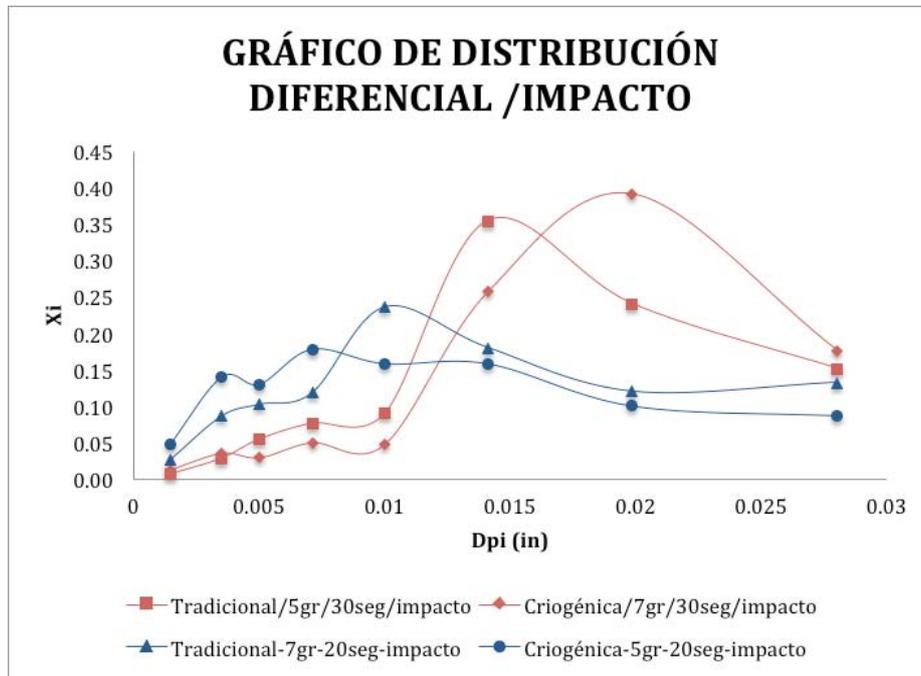


Figura 13. Grafico de distribución diferencial para impacto

En el gráfico acumulativo para cizalla (Figura 14), se puede observar un comportamiento similar en las fracciones de todas las moliendas, pero la molienda criogénica obtiene mayores fracciones en diámetros mayores, lo cual indica que al utilizar como elemento moliente la cizalla la molienda tradicional fue más efectiva ya que la cizalla muestra mejores resultados con materiales fibrosos, pero al momento de congelar la canela, ésta se vuelve mucho más friable siendo el impacto una mejor opción.

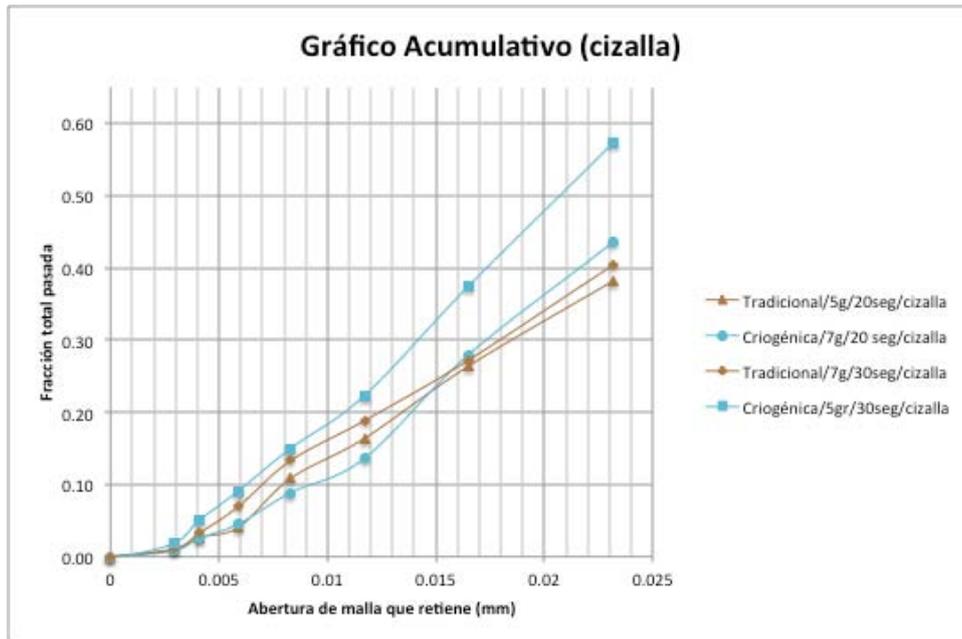


Figura 14. Gráfico acumulativo para el elemento moliente de cizalla

En el gráfico acumulativo de la Figura 15 para impacto se muestra que las corridas en donde se emplea la molienda criogénica se obtuvieron fracciones mayores en un diametro menor, lo cual significa que la molienda fue más satisfactoria al utilizar el elemento moliente de impacto junto con la muestra congelada.

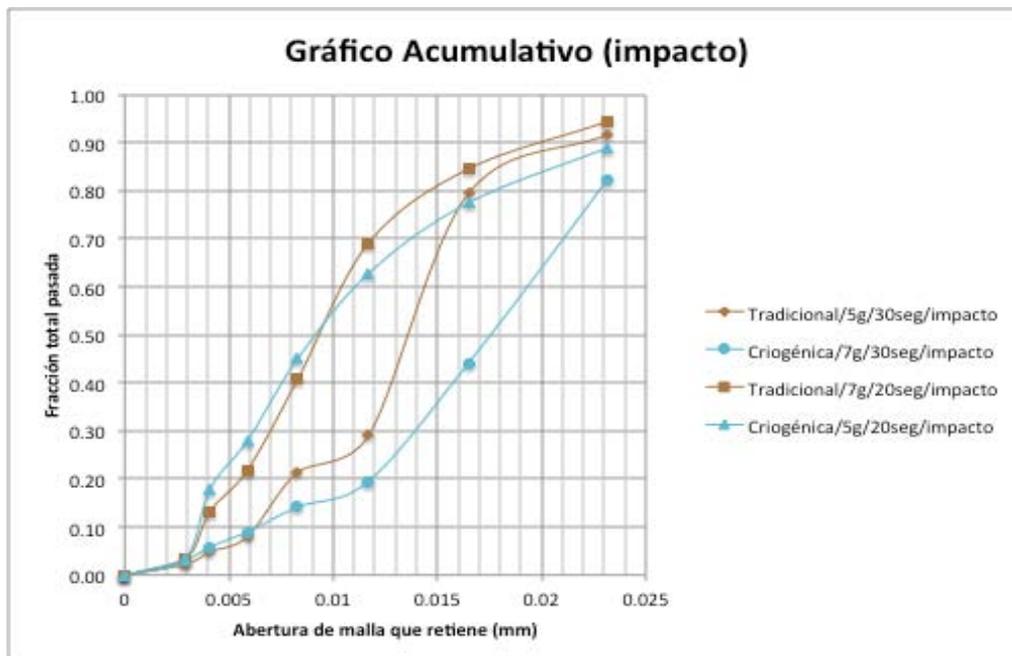


Figura 15. Gráfico acumulativo para el elemento moliente de impacto

En la tabla 12 se presentan los porcentajes de rendimiento obtenidos para cada corrida del arreglo ortogonal.

Tabla 12. Resultados de rendimiento de moliendas

RENDIMIENTO					
CORRIDA	%			MEDIA	C.V.
Tradicional/5g/20seg/cizalla	38	35	34	35.67	0.058
Tradicional/5g/30seg/impacto	92	95	85	90.67	0.057
Criogénica/7g/20seg/cizalla	32	44	36	37.33	0.164
Criogénica/7g/30seg/impacto	83	82	82	82.33	0.007
Tradicional/7g/20seg/impacto	87	94	96	92.33	0.051
Tradicional/7g/30seg/cizalla	49	65	40	51.33	0.247
Criogénica/5g/20seg/impacto	91	89	90	90.00	0.011
Criogénica/5g/30seg/cizalla	47	57	53	52.33	0.096

En el gráfico de efectos principales presentados en la Figura 16 se muestra como en la variable de respuesta antes analizada, que el elemento moliente utilizado durante la molienda sigue siendo el factor más influyente dentro del experimento, dejando con un efecto casi nulo para la variable de respuesta rendimiento al tipo de molienda, volumen de alimentación y tiempo de molienda, ésta variable se analiza más adelante.

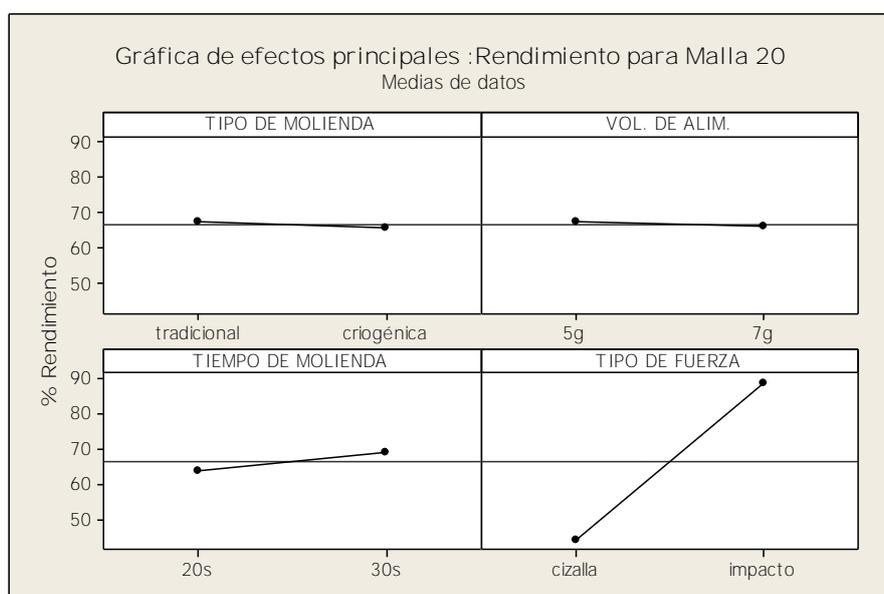


Figura 16. Gráfico de efectos principales para rendimiento en la Malla 20

A continuación se analizaron los efectos de cada una de éstas variables con los siguientes 3 gráficos de interacciones.

Al analizar el gráfico de interacciones para el tiempo de molienda (Figura. 17) observamos que al incrementar el tiempo de molienda se logra un mejor rendimiento para la Malla 20 ya que el material permaneció más tiempo dentro del molino le confirió un menor diámetro promedio, sin embargo también depende del tipo de molienda.

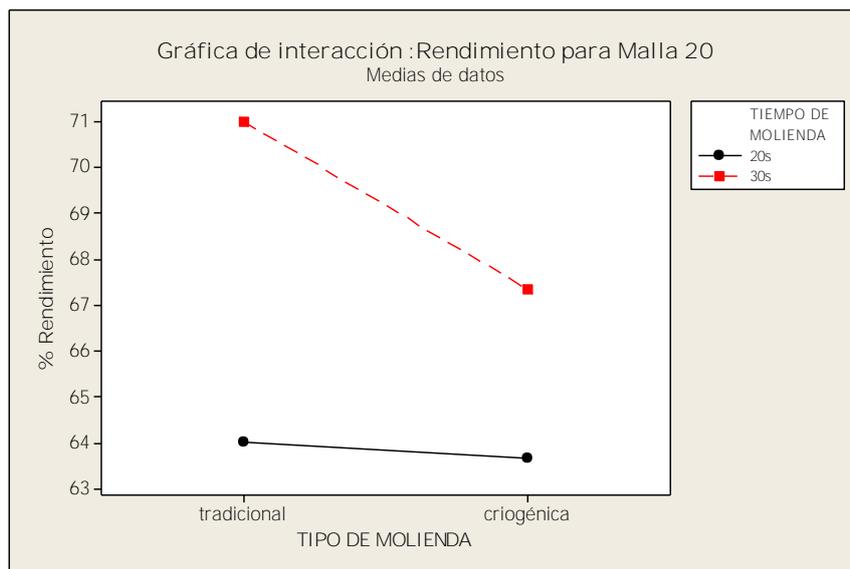


Figura 17. Gráfico de interacciones para tiempo de molienda en el rendimiento para la malla 20

En el volumen de alimentación (Figura 18), el gráfico nos muestra que al utilizar 2 combinaciones completamente diferentes, es decir molienda criogénica con 5 gramos y molienda tradicional con 7 gramos, la fracción de canela molida que cumple con la norma es similar. Según Goswami y Manish (2003), a un mayor volumen de alimentación las partículas más gruesas son expulsadas más rápido antes de seguir la trituración ya que la zona de molienda se comparte con mayor cantidad de materia, lo que provoca en la molienda criogénica resulte un polvo más heterogéneo con 7 gramos de alimentación y aumente su homogeneidad al disminuir el volumen a 5 gramos.

Mientras que con la molienda tradicional existe más homogeneidad al alimentar 7 gramos y menos al alimentar 5 gramos.

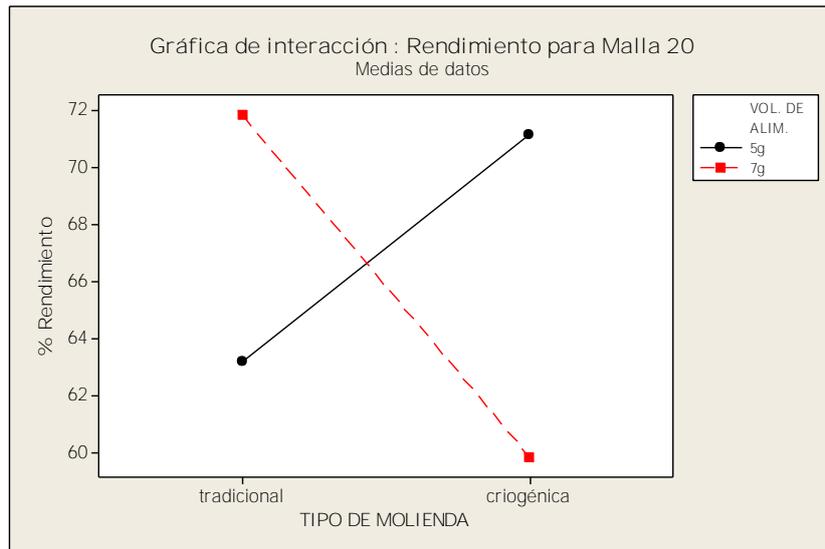


Figura 18. Gráfico de interacciones para volumen de alimentación en el rendimiento para la malla 20

En cambio los dos tipos de elemento moliente (cizalla e impacto) se comportan de la misma forma sin importar el tipo de molienda como se muestra en la Figura 19, aumentando la homogeneidad de la canela en polvo con el elemento moliente de impacto hasta un 90%.

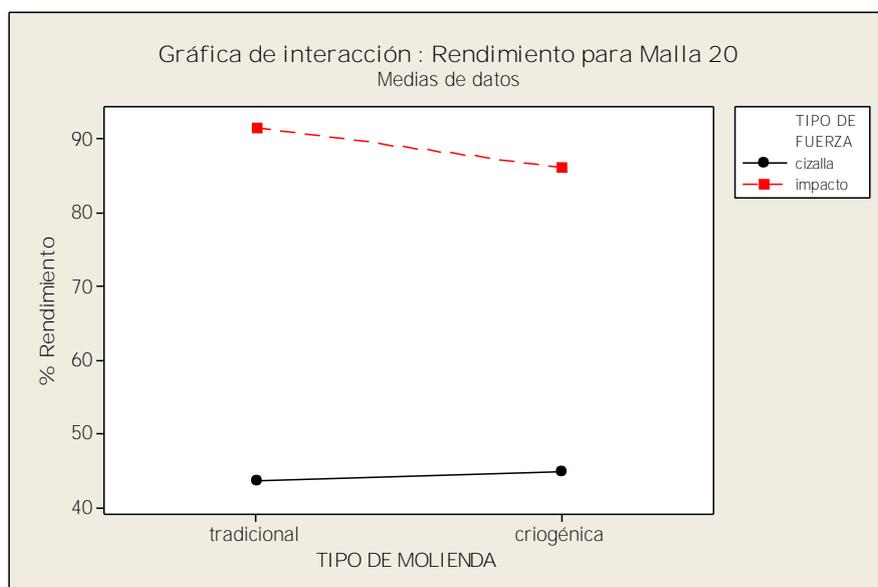


Figura 19. Gráfico de interacciones para el tipo de elemento moliente en el rendimiento para la malla 20

3.6. Color

En la tabla 13 se presentan los resultados del ΔE para las corridas del arreglo ortogonal.

Tabla 13. Valores de ΔE

COLOR					
CORRIDA	ΔE			MEDIA	C.V.
Tradicional/5g/20seg/cizalla	7.55	6.68	5.11	6.45	0.192
Tradicional/5g/30seg/impacto	4.78	4.92	4.22	4.64	0.080
Criogénica/7g/20seg/cizalla	7.38	9.75	11.12	9.42	0.201
Criogénica/7g/30seg/impacto	5.02	4.40	4.73	4.72	0.066
Tradicional/7g/20seg/impacto	3.72	3.76	3.66	3.71	0.014
Tradicional/7g/30seg/cizalla	9.80	9.89	11.44	10.38	0.089
Criogénica/5g/20seg/impacto	3.89	4.44	4.56	4.30	0.083
Criogénica/5g/30seg/cizalla	5.38	5.31	6.93	5.87	0.156

En el gráfico de efectos principales (Figura 20) se puede observar que para la variable de respuesta ΔE , el tipo de fuerza sigue siendo la variable que tuvo mayor influencia en la experimentación.

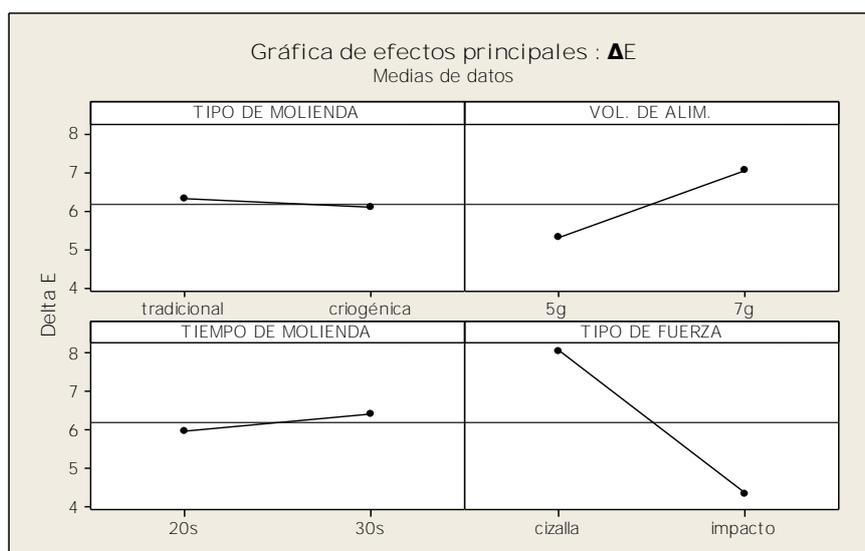


Figura 20. Grafico de efectos principales para color

El ΔE nos indica la diferencia de color entre dos muestras, en este caso la diferencia entre el color de la canela molida comercial y cada una de las corridas. En las gráficas de interacciones para ΔE (Figura 21) se puede observar que el diferencial aumenta conforme aumenta el tiempo en la molienda tradicional, pero en la molienda criogénica cuando el tiempo es menor el ΔE es mayor. En la molienda tradicional lo que sucede es que cuando incrementa el tiempo, el calor aumenta dentro del equipo, por lo que los componentes volátiles susceptibles al calor comienzan a oxidarse oscureciendo la muestra, pero en la molienda criogénica estos componentes se encuentran solidificados y a temperatura menor, por lo que la oxidación se retarda y la canela conserva su color real por lo que tiene el mayor ΔE , pero conforme se aumenta el tiempo de la molienda y el calor dentro del equipo, la canela comienza a descongelarse dando paso a la oxidación, que aunque siendo más lenta produce un color similar a la canela utilizada en la molienda tradicional, disminuyendo así el ΔE .

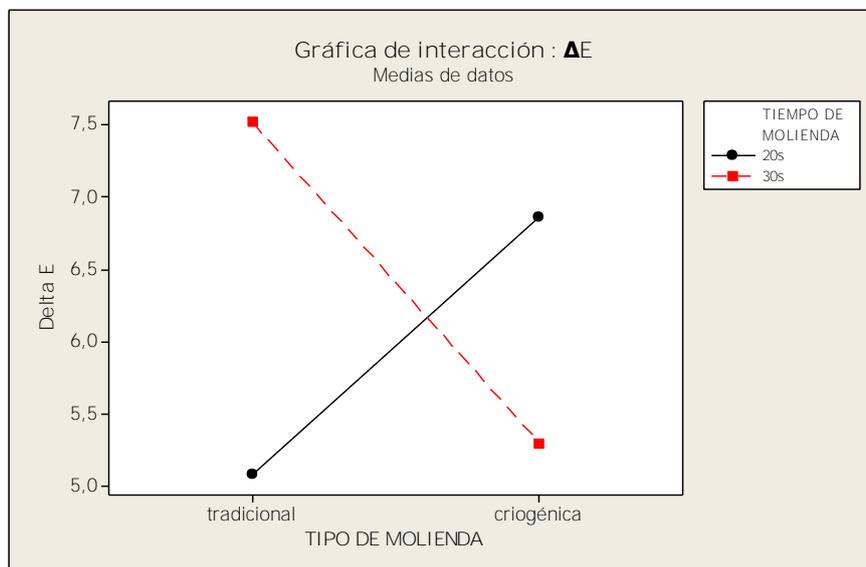


Figura 21. Gráfico de interacciones para tiempo de molienda en ΔE

En relación al tipo de elemento moliente (Figura 22), podemos observar que la cizalla produce un mayor ΔE y ésta respuesta es la que es más notoria visualmente en las muestras, ya que las muestras efectuadas con cizalla tienen un color diferente a las muestras de impacto.

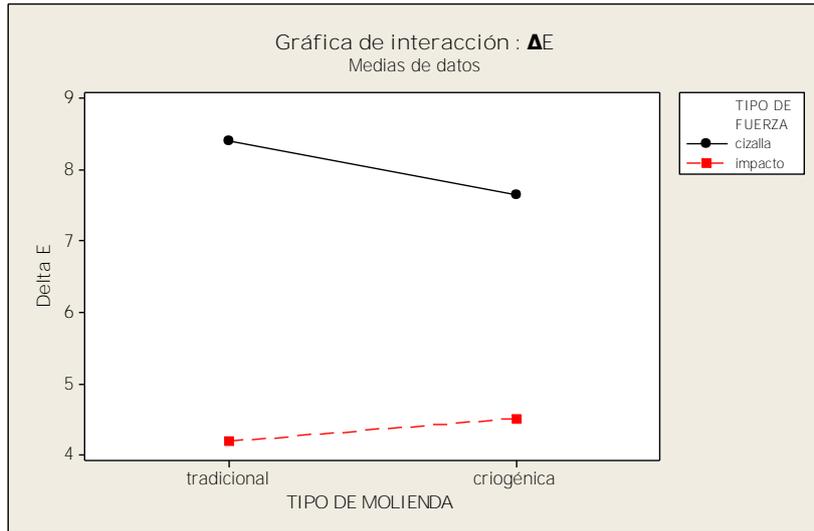


Figura 22. Gráfico de interacciones para tipo de elemento moliente en ΔE

El gráfico de volumen de alimentación (Figura 23) muestra que al elevar el volumen de alimentación el ΔE también se eleva, sin importar el tipo de molienda, esto se puede atribuir a que al aumentar el volumen de alimentación existe más fuerzas de fricción entre las partículas además del aumento de consumo de potencia que requiere el molino, lo que resulta en más energía que se utiliza para la generación de calor en la canela produciendo cambios de color (oxidación). Loncin (1979) estableció que solo 0.06-1% de la energía generada en la molienda se utiliza para crear nuevas superficies.

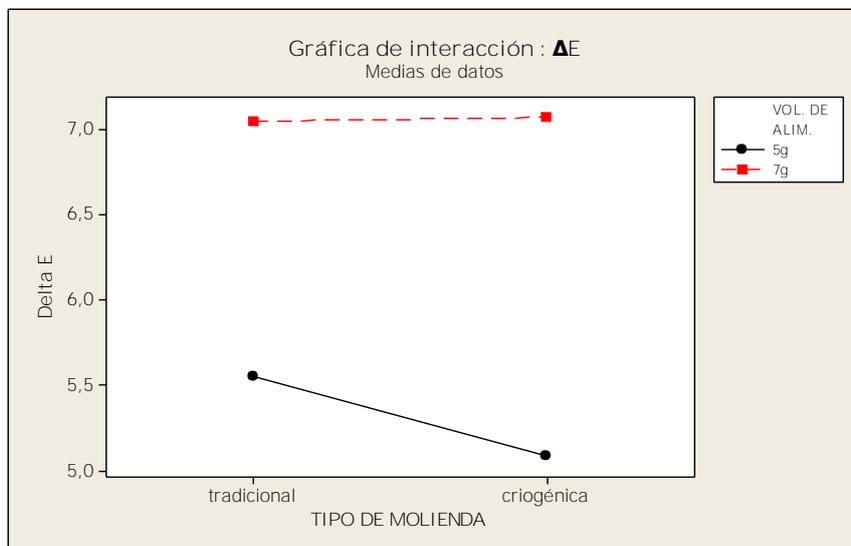


Figura 23. Gráfico de interacción para volumen de alimentación en ΔE

3.7. Compuestos Volátiles

En la tabla 14 se presentan los valores obtenidos en la experimentación del porcentaje de compuestos volátiles presentes en las diferentes corridas.

Tabla 14. Porcentaje de Compuestos Volátiles

EXTRACTO DE ACEITE VOLÁTIL (%)					
CORRIDA	%			MEDIA	C.V.
Tradicional/5g/20seg/cizalla	0.59	0.58	0.56	0.58	0.026
Tradicional/5gr/30seg/impacto	1.31	1.28	1.30	1.30	0.012
Criogénica/7g/20seg/cizalla	0.68	0.72	0.68	0.69	0.033
Criogénica/7g/30seg/impacto	1.40	1.37	1.39	1.39	0.011
Tradicional/7g/20seg/impacto	1.23	1.27	1.33	1.28	0.039
Tradicional/7g/30seg/cizalla	0.96	1.01	1.03	1.00	0.036
Criogénica/5g/20seg/impacto	1.33	1.32	1.34	1.33	0.008
Criogénica/5gr/30seg/cizalla	0.32	0.38	0.34	0.35	0.088

En la figura 24 se muestra que las corridas con elemento moliente de impacto obtuvieron mayor cantidad de compuestos volátiles (color negro), y al utilizar la molienda con el elemento moliente de cizalla la fracción de compuestos volátiles baja.

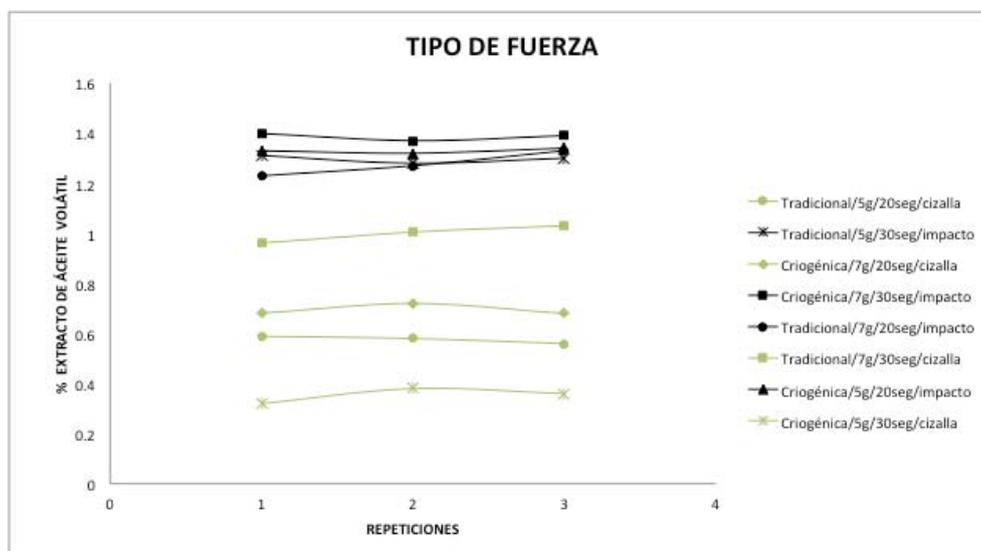


Figura 24. Comparación de porcentajes de extracto de compuestos volátiles de acuerdo al tipo de elemento moliente utilizado

En la Figura 25 se puede observar que al evaluar las corridas que tienen como elemento moliente impacto, en la molienda criogénica se obtiene un porcentaje mayor de extracto de compuestos volátiles, lo que significa que la pérdida de ellos durante el proceso de molienda es menor.

El porcentaje de compuestos volátiles en la molienda criogénica con elemento moliente de impacto se encuentra entre 1.4-1.32% mientras que en la molienda criogénica con elemento moliente de cizalla se encuentran entre 0.72-0.32%, se puede llegar a la conclusión que durante la molienda criogénica la pérdida de componentes volátiles es mínima ya que éstos se encuentran solidificados gracias a la inmersión en nitrógeno, además de que hace el material sumamente friable, por lo que al utilizar como fuerza el impacto, la molienda es mucho más satisfactoria.

Y aunque el porcentaje promedio de la canela comercial es 2.54% de compuestos volátiles, cabe mencionar como ya se había dicho anteriormente que al hacer la extracción de estos compuestos se observó la adición de sustancias que no provienen de la materia prima.

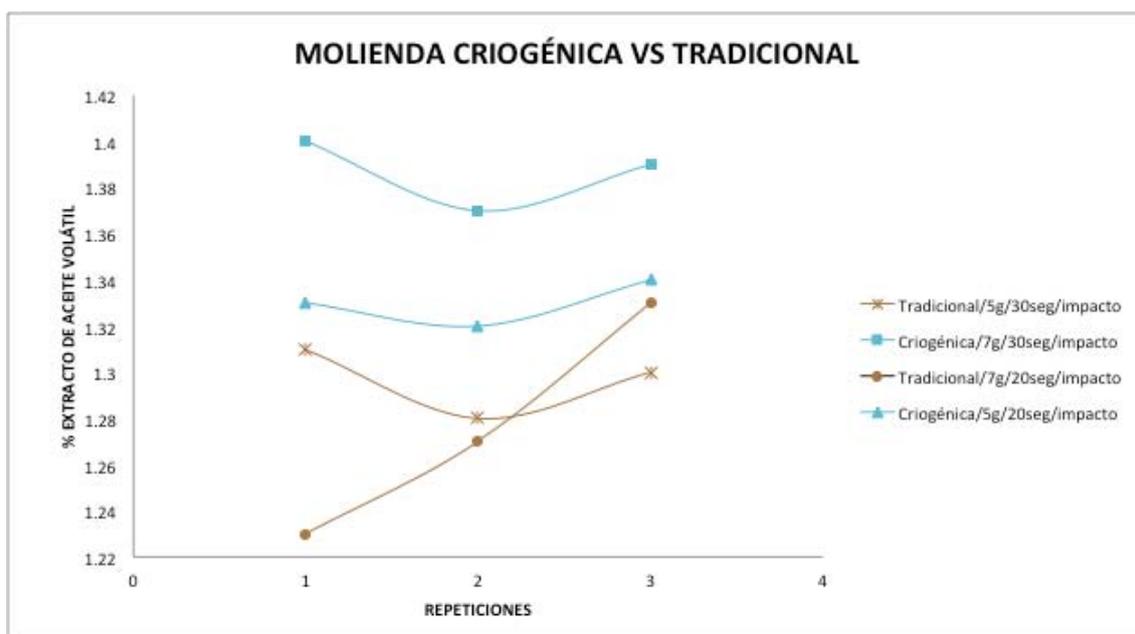


Figura 25. Comparación de molienda criogénica y tradicional con respecto al porcentaje de extracto de compuestos volátiles para el elemento moliente de impacto

A continuación se presenta la gráfica de efectos principales para la evaluación de extracto de componentes volátiles, siendo el elemento moliente la principal influencia del proceso. Como se puede observar (Figura 26) el tipo de elemento moliente sigue siendo el principal factor influyente dentro de la experimentación, esto se confirma con los valores presentados en la Tabla 14, en la cual también se puede observar que las corridas que presentan mayor porcentaje de extracto de compuestos volátiles son las que utilizaron como elemento moliente el impacto en una molienda criogénica.

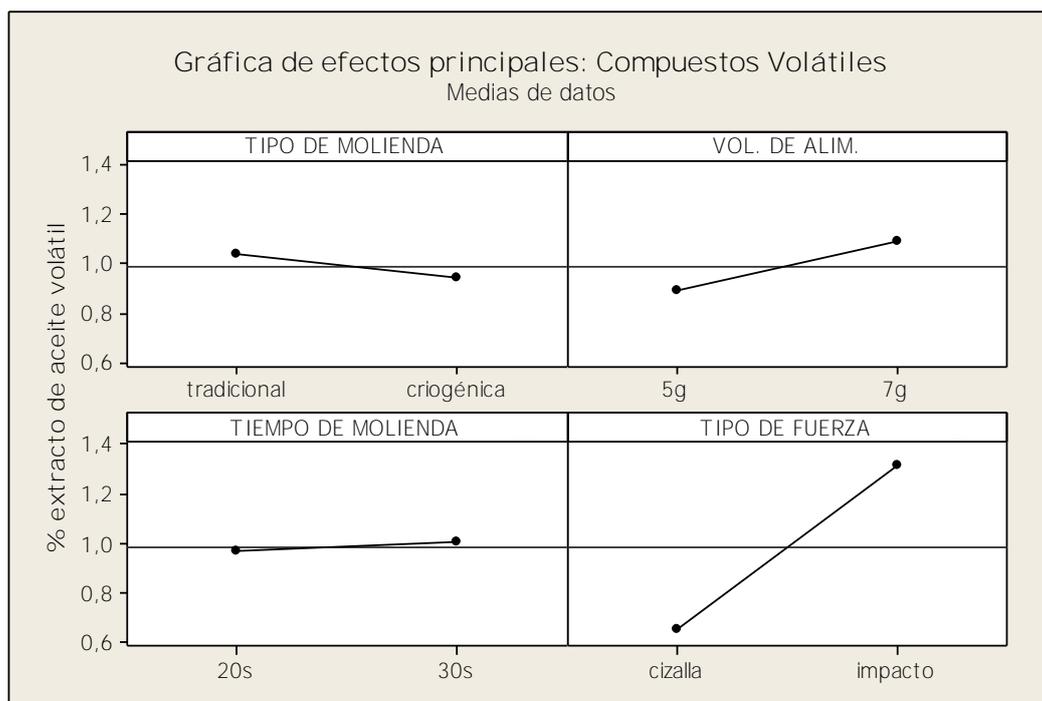


Figura 26. Gráfico de efectos principales para Compuestos volátiles

En la Figura 27 se muestra que al emplear como elemento moliente el impacto el porcentaje de compuestos volátiles es mucho mayor que al utilizar cizalla.

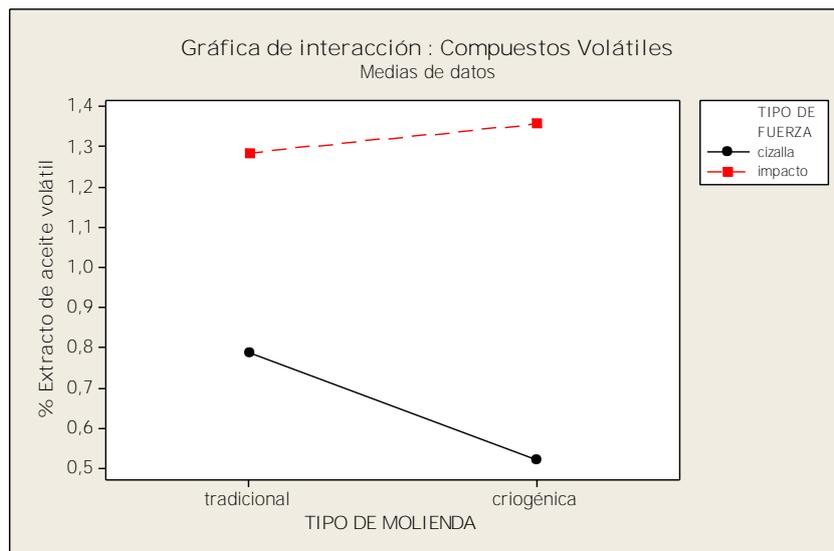


Figura 27. Gráfico de interacción para tipo de elemento moliente en compuestos volátiles

En el caso del volúmen de alimentación se observa en la figura 28 que la cantidad de compuestos volátiles en una muestra de 7 gramos es mayor que la de 5 gramos obviamente porque aumenta la cantidad de materia.

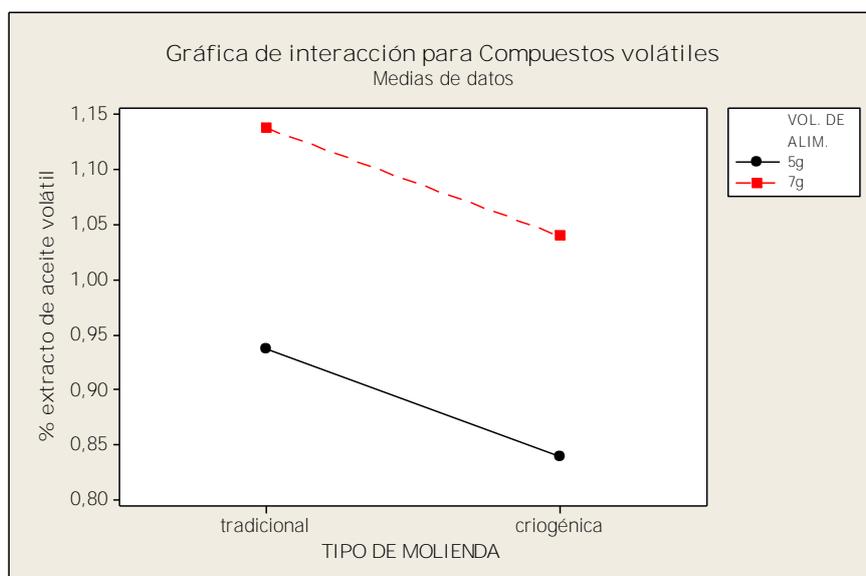


Figura 28. Gráfico de interacción para volumen de alimentación en compuestos volátiles

Como podemos observar (Figura 29) al utilizar un tiempo de 20 segundos de molienda, el comportamiento del proceso es el esperado ya que en la molienda tradicional se obtiene menos porcentaje de compuestos volátiles que en la molienda criogénica, esto es debido a que la baja temperatura causa que los aceites solidifiquen y así la canela se vuelve más quebradiza permitiendo que el proceso de molienda sea mejor y disminuyendo la pérdida de componentes volátiles (Li, Huang, Wang, Zhao, Pan, 1991), pero si elevamos el tiempo de molienda a 30 segundos el resultado se vuelve negativo para la molienda criogénica.

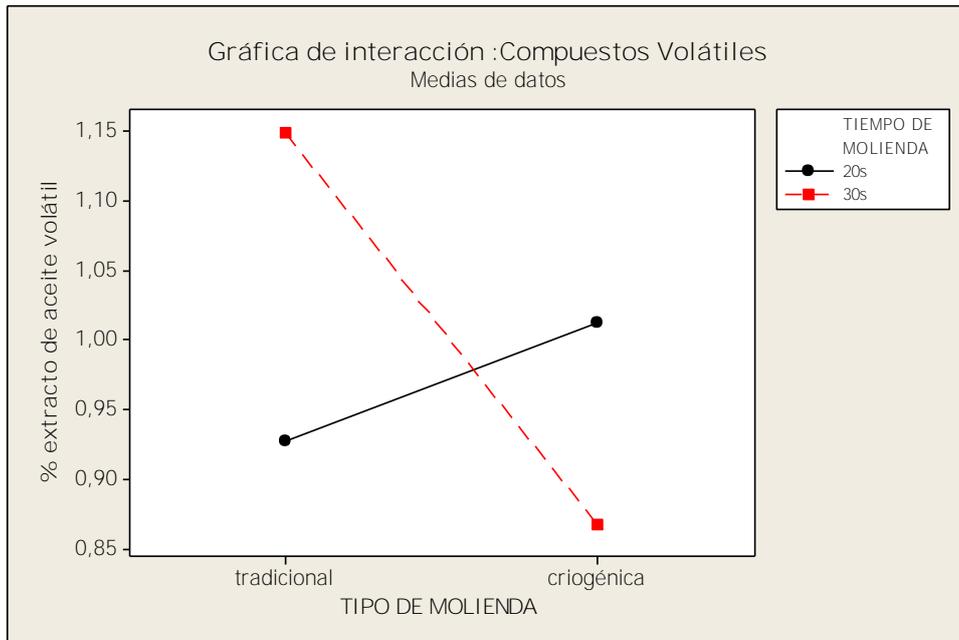


Figura 29. Gráfico de interacción para tiempo de molienda en compuestos volátiles

4. Conclusiones

- Como se puede observar en los resultados, el tipo de elemento moliente fue el que mayor influencia tuvo en las variables de respuesta; es importante mencionar que el hecho de que influenciara tanto en la experimentación también es debido al proceso de congelación ya que como se ha explicado la canela es un material fibroso con un contenido de humedad del 10%, por lo que al congelarse el agua se volvió un material muy friable, favoreciendo la molienda al utilizar el elemento moliente de impacto mientras que al cizallarlo actuó contrariamente.
- En el caso del consumo de potencia el elemento moliente de impacto fue el que tuvo mayor consumo de energía; sin embargo, al evaluar el rendimiento, la cantidad de componentes volátiles y el color la molienda con impacto favoreció éstas variables de respuesta.
- En el caso de distribución de tamaños el impacto generó tamaños de partícula menores que la cizalla, y la distribución de tamaños fue mayor, como esto fue evaluado por la Norma las corridas efectuadas con el elemento moliente de cizalla no cumplieron con el criterio del 90% que pase la Malla 20, siendo el impacto la mejor opción.
- Para la evaluación del ΔE , las corridas por impacto obtuvieron la menor diferencia con respecto a la canela comercial, éste resultado es debido a que al solidificar los aceites volátiles y al tener una temperatura baja durante el proceso de molienda la oxidación de éstos compuestos se lleva a cabo a una velocidad menor, además de ello al aumentar el volúmen de alimentación el ΔE también lo hace ya que la elevación de las fuerzas de fricción provoca más energía.

- En los resultados de los componentes volátiles pudimos observar que las corridas criogénicas con el elemento moliente de impacto fueron las que conservaron la mayor cantidad de éstos compuestos, y ya que las especias son evaluadas por el color y sabor, son las características que más interesa conservar durante el proceso de molienda.
- También es importante decir que el tiempo de molienda de 20 segundos tuvo un mejor resultado que una molienda de 30 segundos, aunque no hubo diferencia en el consumo de potencia.
- Además de esto la criogenia evitó el apelmazamiento de la muestra y la adherencia al molino facilitando la limpieza del mismo y reduciendo la merma del proceso.
- Se sugiere para próximos trabajos estudiar los tiempos de molienda para lograr consumos de energía menores utilizando el impacto y cumpliendo con la especificación de la NOM.

Bibliografía:

1. Andrés, C. (1979). "Grinding spices at cryogenic temperatures retains volatiles and oils". *Food Processing*, 37(9), pp.52-59.
2. Austin, L.G., (2004). "A preliminary simulation model for fine grinding in high speed hammer mills", *Powder Technology*, 143, pp.240-252.
3. Bernard, T., Perineau, F., Delmas, M., and Gaset A., (1989). "Extraction of essential oils by refining of plants materials, Processing of products in the dry state: *Illicium verum* Hooker (fruit) and *Cinnamomum zeylanicum* (bark). *Flavour and Fragrance Journal*, Vol. 4 , pp. 85-90.
4. Brennan, J. G., Cowell, N. D., Butters, J. R and Lilley, A. E. V. (1998). "Las operaciones de la ingeniería de alimentos". 3ª ed. Acribia, España.
5. Castells X. E., (2000). "Reciclaje de Residuos Industriales", Ed. Diaz de Santos, España.
6. Cinca, N., & Hurtado, E. (2011). Proceso de molturación mecánica en medio seco, húmedo y criogénico de polvo de hierro dúctil nanoestructurado, *Revista de Metalurgia*, Vol. 07, 197-204.
7. Djordjevic, N, Pax, R.A., and Hocking, R.J. (2003). "Non contact acoustics measurement and validation of SAG mill operation. Lorenzen and D.J. Bradshaw, *Proceedings of XXII International Mineral Processing Congress. IMPC 2003, Capetown, South Africa*, pp. 371-377.
8. Fellows Peter, (2000). "Tecnología del Procesamiento de los Alimentos". Editorial Acribia. España.
9. Geankopolis C. J., (1993). "Transport Processes and Unit Operations"(3rd Ed.), Prentice Hall.
10. Goswami T.K., Manish Singh, (2003). "Role of feed rate and temperature in attrition grinding of cumin". *Journal of Food Engineering*. 59 . pp. 285-290.
11. Hopp Vollrath (2005). "Fundamentos de tecnología química para formación profesional". Editorial Reverté.
12. Jaques Maistre, (2002). "Las plantas de Especias", Ed. Blume, Barcelona.

13. Koichi, I., Gotoh, K., Higashitani, Ko, (1991). Powder Technology Handbook. Marcel Dekker Inc., New York, 3-14.
14. Li, S., Ge, S., Huang, Z., Wang, Q., Zhao, H., and Pan, H. (1991). "Cryogenic grinding technology for traditional Chinese herbal medicine. Cryogenics, 31, 136-137.
15. Loncin, M. (1979). "Food engineering: principles and selected applications. New York: Academic Press.
16. Madsen H. Lindberg, Bertelsen, L.H G., 2010. "Spices, flavor chemistry and antioxidant properties", (Eds.: S.J. Risch, Chi-Tang Ho), American Chemical Society, Washington, pp. 176-187.
17. Magne L., 2000. "Técnicas experimentales en ingeniería metalúrgica", Ed. Forja. Chile.
18. Maistre J.. (2002). Las plantas de especias. Barcelona: Blume. P.p. 57-64.
19. Mani, S., Tabil, L.G., and Sokhasanj, S., (2004). "Grinding performance and physical properties of wheat and barley straws, corn stover and switchgrass. Biomass and Bioenergy, 27. (pp.339-352)
20. Matissek, Schnepel, Steiner; 1992, "Análisis de Alimentos", Ed. Acribia.
21. McCabe W. L., J. Smith, (1976). "Unit Operations of Chem. Engineering", McGraw-Hill.
22. Nikolov J.I., Calka A. and Williams J.S. (2002). "The effect of milling condition on micro/nanostructural transformations during milling of B and Si in nitriding environment. Nanostructured Mater 6. pp.401-404.
23. Nogués F.S., García-Galindo D., Rezeau A., (2010). "Energía de la biomasa", Volúmen 1. Universidad de Zaragoza. pp. 256.
24. Parthasarathy V.A., Chempakam B., Zachariah T.J., (2008). "Chemistry of Spices", Ed. Cabi, Londres.
25. Pearson, D.(1973). Laboratory techniques for food analysis. 3ra ed. London, Butterworths, pp.58-62.
26. Pérez, F.A., (2005). "Molturación Criogénica", Publica S.A., España.
27. Perry, R. Green D.W., "Chemical Engineering's Handbook", 7ª Edición, Editorial McGraw-Hill, 1997.

28. Rojas P.A., Álvarez M.P., Peñaloza A., Zuñiga A. and Ordoñez S. (2009). "Influencia de la atmósfera de control y tiempo de molienda sobre morfología y microestructura de polvos de cobre puro y cobre". *Revista de metalurgia*. Vol. 45. No. 3.
29. Senanayake U.M., Lee T.H. and Wills R.B.H. (1978). "Volatile constituents of cinnamon (*Cinnamomum zeylanicum*) oils". *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. Vol. 26. pp. 822-824.
30. Trainter D.R., Grenis A.T., "A food technology handbook". (2001). 2ª Ed. Editorial Wiley.
31. Wanganoff, (2007). "Tecnología de los aparatos de fragmentación y de clasificación dimensional". Ed. Alsina, Argentina.
32. Yildiz, Y., and Nalbant, M. (2008). "A review of cryogenic cooling in machining process". *Science Direct*. pp. 960-963.