



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**  
PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA  
INGENIERÍA QUÍMICA – BIOINGENIERÍA

ESTUDIO DE LA HOMOGENEIDAD EN EL MACROMEZCLADO CON UN  
IMPULSOR DE PROXIMIDAD DE UN POLVO COHESIVO ALIMENTARIO  
UTILIZANDO MICRO TRAZADORES

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

PRESENTA:  
I.Q. NADIA PÉREZ ALVARO

TUTOR  
ALBERTO TECANTE CORONEL  
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO  
FACULTAD DE QUÍMICA  
DEPARTAMENTO DE ALIMENTOS Y BIOTECNOLOGÍA

CIUDAD UNIVERSITARIA, CD. MX., DICIEMBRE, 2023



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.

# ÍNDICE

AGRADECIMIENTOS.....	v
ÍNDICE DE FIGURAS .....	vi
ÍNDICE DE TABLAS.....	vii
RESUMEN.....	viii
ABSTRACT.....	ix
INTRODUCCIÓN.....	1
OBJETIVOS.....	2
Objetivo principal.....	2
Objetivos específicos.....	3
HIPÓTESIS .....	3
CAPÍTULO 1 .....	4
GENERALIDADES.....	4
1.1. Los polvos .....	4
1.1.1. Densidad a granel .....	4
1.1.2. Tamaño y forma de la partícula.....	5
1.1.3. Densidad de la partícula .....	7
1.1.4. Fuerzas cohesivas en los polvos .....	7
1.1.5. Puentes líquidos y sólidos.....	7
1.1.6. Las fuerzas electrostáticas y de van der Waals.....	8
1.2. Mezclado de partículas .....	8
1.2.1. Mecanismo convectivo, dispersivo, cortante y segregación.....	9
1.3. Trazadores .....	10
1.3.1. Micro trazadores .....	11
1.4. Caracterización estadística de una mezcla.....	12

1.4.1. Desviación estándar .....	13
1.4.2. Coeficiente de variación .....	13
1.4.3. Coeficiente de variación de la distribución de Poisson .....	13
1.4.4. Probabilidad de chi cuadrada y grados de libertad .....	15
1.4.5. Muestreo en mezclado de polvos .....	18
CAPÍTULO 2 ESTUDIOS PREVIOS .....	19
CAPÍTULO 3 MATERIALES Y MÉTODOS .....	26
3.1 Materiales .....	26
3.2. Sistema de mezclado .....	26
3.3. Sistema de recuperación de los micro trazadores .....	28
3.4. Diseño experimental .....	28
3.5. Experimentos de mezclado .....	29
3.6. Muestreo .....	30
3.7. Tratamiento de las muestras tomadas del mezclador .....	31
3.8. Análisis de resultados .....	32
3.9. Consumo de potencia.....	32
3.10. Caracterización del tamaño de partícula de los micro trazadores .....	33
CAPÍTULO 4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	34
4.1. Calidad de mezclado respecto al tiempo .....	34
4.2. Distribución de las partículas en el mezclador .....	40
4.3 Análisis estadístico de la calidad de mezclado .....	42
4.4. Consumo de potencia.....	45
CONCLUSIONES.....	47
REFERENCIAS .....	48

ANEXO 1 DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑOS DE PARTÍCULA DE LOS MICRO TRAZADORES.....	52
ANEXO 2 PROPIEDADES FÍSICAS DEL AZÚCAR GLAS .....	54
ANEXO 3 CÁLCULOS PARA EL ANÁLISIS DE SIGNIFICANCIA ESTADÍSTICA EN LOS CONTEOS DE MICRO TRAZADORES COLOCADOS EN DIFERENTES UBICACIONES DEL MEZCLADOR.....	57

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco al Consejo Nacional de Humanidades Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT) por la beca otorgada (CVU 974713).

Al programa de Apoyo a la Investigación y el Posgrado de la Facultad de Química (PAIP-FQ) por los recursos proporcionados para el desarrollo de este proyecto.

Al Dr. Alberto Tecante Coronel por sus enseñanzas, por el apoyo y por el tiempo que le dedico a mi formación.

A la Ing. Mariana Ramírez Gilly por su atención y disposición para ayudarme en la realización de este trabajo.

Al profesor José Alberto Nuncio Esquivel de la Universidad Autónoma de Coahuila por ayudarme a entender sobre los análisis estadísticos.

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1. Definición del diámetro de esfera equivalente (Adaptada de Powder properties in food production systems. En: Handbook of Food Powders. (p. 290), de Fitzpatrick, 2013, Woodhead Publishing. Copyright 2013 de Elsevier Science & Technology Journals. (Adaptada con permiso).....	5
Figura 1. 2. Distribución de probabilidad de chi cuadrada para 6 grados de libertad (Minitab 17 Statistical Software, 2010).....	17
Figura 3.1. Sistema de mezclado: (1) mezclador, (2) motor, (3) variador de rapidez, (4) torquímetro. ....	27
Figura 3.2. Fotografía del impulsor.....	27
Figura 3.3. Detector rotacional con el cajón en donde se recibe el polvo sin trazadores. a) cono invertido donde se vierten las muestras, b) imán rotatorio cubierto con papel filtro donde son retenidos los MTs y cajón recolector de polvo sin MTs.....	28
Figura 3.7. Escaneo del papel filtro con los puntos del colorante de los micro trazadores..	32
Figura 4.1. Conteo promedio por posición de muestreo de los experimentos con 100 rpm, 10 min y 600 g. ....	35
Figura 4.2. Conteo promedio por posición de muestreo de los experimentos con 100 rpm, 20 min y 600 g. ....	35
Figura 4.3. Conteo promedio por posición de muestreo de los experimentos con 100 rpm, 30 min y 600 g. ....	36
Figura 4.4. Conteo promedio por posición de muestreo de los experimentos con 100 rpm, 10 min y 500 g. ....	37
Figura 4.5. Conteo promedio por posición de muestreo de los experimentos con 100 rpm, 30 min y 500 g. ....	37
Figura 4.6. Compartimentación del mezclador para el cálculo de la distribución de partículas. ....	40
Figura 4.7. Mecanismos de mezclado: a) convección, b) dispersión (Adaptada de Mixing of solids (p. 8) de Weineötter & Gericke, 2000, Kluwer Academic Publishers. Copyright 2000 de Springer. (Adaptada con permiso).....	44
Figura 4.8. Efecto de la rapidez de rotación sobre el torque. ....	45
Figura 4.9. Efecto de la rapidez de rotación sobre la potencia. ....	46

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 3.1. Dimensiones del sistema de mezclado (Gijón-Arreortúa, 2016). .....	27
Tabla 3.2. Niveles del tiempo de mezclado y rapidez de rotación.....	29
Tabla 4.1. Datos de entrada en el análisis de regresión de Poisson. ....	39
Tabla 4.2. Resultados del análisis de regresión de Poisson y la prueba de bondad de ajuste de Pearson. ....	40
Tabla 4.3. Experimentos con el mismo número de revoluciones totales. ....	42
Tabla 4.4. Probabilidades de chi cuadrada para las partículas con una carga de 600 g. ....	42
Tabla 4.5. Probabilidades de chi cuadrada para las partículas con una carga de 500 g. ....	43
Tabla 4.6. Gasto de energía de experimentos con una carga de 500 g.....	46
Tabla 4.7. Gasto de energía de experimentos con una carga de 600 g.....	46

## RESUMEN

En esta investigación se evaluó el macro mezclado del polvo cohesivo azúcar glas, en un mezclador horizontal equipado con un impulsor de listón curvo segmentado, para comprender la cinemática que conduce al alcance de la homogeneidad. Como condiciones de operación que la afectan se consideraron el tiempo de mezclado, la rapidez de giro del impulsor y la carga de polvo para mezclar. Se usaron micro partículas comerciales a base de limaduras de hierro cubiertas de colorante como trazadores de mezclado.

El uso de micro partículas trazadoras permite definir el grado de uniformidad de manera precisa y cuantitativa. Para tal propósito se diseñaron experimentos en los cuales se variaron las condiciones de operación ya mencionadas en tres niveles, con excepción de la carga para el cual se consideraron dos niveles. Las micro partículas están cubiertas de colorante rojo o azul soluble en una disolución acuosa con  $50 \text{ cm}^3/100 \text{ cm}^3$  de etanol. Las micro partículas fueron colocadas en el fondo de la tina de mezclado y en la superficie de la cama de polvo. Una vez que se ajustó la rapidez de giro del impulsor, se registró el tiempo de mezclado y se concluyó la prueba. Posteriormente, se tomaron ocho muestras en diferentes posiciones espaciales de la tina de mezclado. Las micropartículas fueron separadas por medio de un imán para su posterior análisis, el cual incluyó un conteo de partículas por cada muestra. El indicador de uniformidad utilizado fue la distribución de probabilidad de chi cuadrada ( $\chi^2$ ).

En los niveles de variación estudiados para el tiempo de operación, la uniformidad de la mezcla mejoró conforme aumentó la duración del mezclado. Además, el fondo de la tina de mezclado es la mejor ubicación para añadir un micro ingrediente. Se demostró que las partículas en el interior de la tina de mezclado se mueven principalmente a lo alto y ancho de esta. El desplazamiento a lo largo o axial ocurre de manera secundaria, debido al diseño del impulsor. Todos los experimentos llevados a cabo tuvieron una calidad satisfactoria de mezclado de acuerdo con el indicador usado. Además, se concluyó que, para los experimentos en los que el impulsor realizó la misma cantidad de revoluciones totales, para diferentes rapidezces de giro, los procesos lentos condujeron a una uniformidad favorable.

## ABSTRACT

This research evaluated the macromixing of the cohesive food powder icing sugar in a horizontal mixer equipped with a segmented curved ribbon impeller to understand the kinematics that lead to homogeneity. Factors that affect it, like mixing time, impeller rotation speed, and powder load to be mixed, were considered. Commercial dye-coated iron ferromagnetic micro-particles were used as mixing tracers.

Micro-particles allow the degree of uniformity to be defined precisely and quantitatively. For this purpose, experiments were designed in which the factors mentioned above were varied at three levels, except for the load, for which two levels were considered. The micro-particles are covered with red or blue dye soluble in 50 cm<sup>3</sup>/100 cm<sup>3</sup> ethanol aqueous solution. The micro-particles were placed at the bottom of the mixing trough and on the surface of the powder bed. Once the speed of the impeller was adjusted, the mixing time was recorded, and the test was concluded. Subsequently, eight samples were taken at different spatial positions in the mixing trough. A magnet separated the micro-particles for subsequent analysis, including a particle count for each sample. The uniformity indicator used was the chi-square probability distribution ( $\chi^2$ ).

At the levels of variation studied for the operating time, the mixture uniformity improved as the mixing duration increased. Also, the bottom of the mixing trough was considered the best location to add a micro-ingredient. It was shown that the particles inside the mixing vessel move mainly up and down the trough. Axial displacement occurs secondarily due to impeller design. All the experiments carried out had a satisfactory mixing quality according to the indicator used. Furthermore, it could be concluded that in the experiments where the impeller rotated the same number of total revolutions with different rotation speeds, the slow processes favorably achieved uniformity for experiments with the same number of total revolutions.

## INTRODUCCIÓN

En la industria alimentaria, los productos sólidos o líquidos son convertidos en polvos para facilitar su manejo, transporte, procesado y mantener la calidad de los alimentos. La leche en polvo, las harinas, el ajo en polvo, el café y los colorantes son ejemplos de este tipo de productos (Bhandari, 2013).

Dadas las propiedades y ventajas que ofrecen los alimentos en polvo, su procesado debe ser el adecuado para asegurar la calidad correcta del producto final. En la industria alimentaria, el mezclado de partículas es utilizado para homogeneizar propiedades de la mezcla como concentración, color, textura y sabor. El nivel de uniformidad varía según los requerimientos, sin embargo, en general se requieren mezclas con valores nutrimentales balanceados y mezclas agradables al gusto (Barbosa-Cánovas et al., 2005). El mezclado de los polvos se ve afectado por el diseño del impulsor, su rapidez de giro, el tamaño, la forma y la geometría de la tina de mezclado y del impulsor, así como los tipos de polvos que se mezclan.

Los polvos alimentarios pueden ser muy diferentes entre sí, puesto que sus propiedades varían según el polvo en cuestión. Algunas de las propiedades físicas de los polvos son la cohesión, fluidez, densidad y compresibilidad. Los polvos cohesivos son aquellos en los que las fuerzas de atracción entre partículas son mayores que el peso de tales partículas. La atracción puede conducir a la agregación de las partículas, es decir, la atracción conduce a la formación de conjuntos de partículas, lo que altera la fluidez del material. La naturaleza de los polvos cohesivos representa un problema para su mezclado, en oposición a los polvos no cohesivos que tienen mejor fluidez y, por ende, favorecen y facilitan su mezclado.

Cuando la etapa de mezclado no ha sido diseñada correctamente puede haber pérdidas económicas que usualmente suceden de dos maneras: la calidad del mezclado es mala y, por ello, se termina afectando la calidad del producto, o la calidad del mezclado es satisfactoria pero el sistema ha pasado más tiempo del debido en la tina de mezclado (Merkus, 2016). Un sistema de mezclado que no esté funcionando correctamente puede ser corregido si se evalúan variables como el tiempo de mezclado, el tamaño de los lotes o la ubicación en la que se añaden los ingredientes. Todas las evaluaciones de mezclado requieren de marcadores o trazadores. Estas partículas son añadidas a la tina de mezclado antes de iniciar la mezcla, como se hace usualmente con los

ingredientes comunes. Después de la operación se toman muestras y se analiza la concentración del marcador y finalmente se interpretan los resultados obtenidos (Eisenberg & Eisenberg, 1992).

En esta investigación se plantea evaluar el macro mezclado del polvo cohesivo azúcar glas, en un mezclador horizontal equipado con un impulsor de listón curvo segmentado, para comprender la cinemática que conduce al alcance de la homogeneidad. Para ello, los factores son el tiempo de mezclado, la rapidez de rotación del impulsor y la carga de material en la tina de mezclado. El trazador de mezclado está formado por micro partículas a base de hierro. El objetivo de esta investigación fue desarrollar una metodología para determinar la distribución de micro partículas trazadoras y el análisis estadístico para establecer un estándar de la calidad del mezclado y calificar así la homogeneidad de la mezcla.

En el primer capítulo se presentan los conceptos teóricos propios del presente trabajo. En el segundo capítulo se revisan los estudios previos en los cuales también se evaluaron diferentes equipos de mezclado utilizando trazadores. En el tercer capítulo se explica el diseño de experimentos, su realización y la metodología para el análisis de resultados. El cuarto capítulo contiene los resultados del análisis de la calidad de mezclado con respecto al tiempo, así como cuál fue la distribución espacial de las partículas en la tina de mezclado. Igualmente, se discute la calidad de mezclado como una función de las condiciones de operación que participan en él.

## **OBJETIVOS**

### **Objetivo principal**

Evaluar el macro mezclado del polvo cohesivo azúcar glas en un mezclador horizontal equipado con un impulsor de listón curvo segmentado, variando el tiempo de mezclado, la rapidez de giro del impulsor y la carga en la tina de mezclado, empleando un trazador de mezclado de micro partículas comerciales fabricado a base de limaduras de hierro cubiertas con un colorante. para comprender la cinemática que conduce al alcance de la homogeneidad

## **Objetivos específicos**

1. Desarrollar una metodología para determinar la distribución de micro partículas trazadoras y el análisis estadístico para establecer un estándar de la calidad del mezclado y calificar así la homogeneidad de la mezcla.
2. Analizar el desempeño del mezclado como función de la rapidez de giro del impulsor, la carga y el tiempo de mezclado, para caracterizar su funcionamiento con el polvo cohesivo.
3. Identificar el movimiento de los polvos dentro del sistema, mediante el uso de micro partículas trazadoras, para comprender el mecanismo predominante de mezclado del impulsor.
4. Definir la distribución del polvo en el espacio dado por las dimensiones de la tina de mezclado del mezclador, es decir, alto, largo y ancho, mediante la comparación de las partículas encontradas en las diferentes ubicaciones de las muestras para conocer la dirección del desplazamiento de los materiales en la tina de mezclado.

## **HIPÓTESIS**

El uso de micro partículas trazadoras permitirá definir el grado de uniformidad, de manera precisa en el mezclado de un polvo cohesivo, como función de la rapidez de rotación, tiempo de mezclado y carga, a través de un análisis estadístico basado en una función de probabilidad. Además, se podrá conocer la dirección del movimiento de las partículas dentro del mezclador.

# CAPÍTULO 1

## GENERALIDADES

### 1.1. Los polvos

Los polvos forman parte de los sólidos particulados, también llamados sólidos granulados, que incluyen a una amplia variedad de materiales sólidos, que van desde los polvos finos hasta las rocas agregadas (Peleg, 2005) En la industria de alimentos, los productos sólidos o líquidos son convertidos en polvos para facilitar su manejo, su procesamiento y mantener la calidad de los alimentos. Actualmente, muchos de los productos alimenticios se comercializan como polvos. Existen muchos términos que se usan para designar a los sólidos granulados, por ejemplo, gránulos y harinas, aunque estos materiales pueden ser clasificados simplemente como polvos. La designación o clasificación depende del tamaño de partícula o de su origen. Los productos granulados tienen tamaños milimétricos, mientras que los polvos finos tienen en promedio un tamaño menor de 100  $\mu\text{m}$  (Bhandari, 2013).

#### 1.1.1. Densidad a granel

La densidad a granel es una propiedad física usada como un criterio importante cuando se empaqueta o se transporta un producto, porque determina el tamaño del envase en el que este se guarda y distribuye. Asimismo, es un indicador de la calidad final del producto pues ofrece información sobre el tamaño de partícula y su contenido de humedad (Ermiş, 2021). La densidad a granel está determinada por la densidad de la partícula, la que, a su vez, depende de la densidad del sólido y la porosidad interna del mismo. Otro factor que influye en la determinación de la densidad a granel es el acomodo físico de las partículas dentro del recipiente en el que son vertidas (Peleg, 2005). Por ello, la densidad a granel se clasifica en tres tipos: aireada, vertida y comprimida.

La densidad aireada corresponde a un acomodo de partículas separadas por una película de aire que evita el contacto entre ellas. La densidad vertida es la relación masa sobre volumen de una cantidad de muestra vertida simplemente en un recipiente de volumen conocido. La determinación de la densidad vertida no está estandarizada y el procedimiento para determinarla varía de una

empresa a otra, y de las condiciones que cada una defina. La densidad comprimida es la que resulta después de que el polvo se ha acomodado de manera más compacta debido a que se le ha aplicado algún tipo de vibración (Ermiş, 2021).

### 1.1.2. Tamaño y forma de la partícula

Una partícula es llamada polvo cuando su mediana es menor de 1 mm, es decir, la mitad de la muestra tiene un tamaño menor a la mediana. Aunque comúnmente se les clasifique como polvos finos o polvos gruesos, la mayoría de los polvos alimenticios son considerados granos finos (Ermiş, 2021). El tamaño de la partícula es una de las propiedades más importantes de un polvo, ya que, define muchos aspectos del comportamiento del polvo a granel; por ejemplo, la fluidez y la compresibilidad (Fitzpatrick, 2013). Los polvos pueden presentar diferentes geometrías; múltiples caras y aristas, por lo que, definir el tamaño de una partícula tan irregular puede representar un problema. Por ello, se usa el concepto de diámetro esférico equivalente, que es un acercamiento de la partícula irregular a una esfera. Para definir a una esfera que ocupa un espacio tridimensional únicamente se requiere especificar su diámetro, que es un parámetro unidimensional. El diámetro esférico equivalente es el diámetro de una esfera que contenga el mismo valor de cualquier propiedad que la partícula en cuestión, por ejemplo, el mismo volumen o área superficial proyectada (Ermiş, 2021). La Figura 1.1 muestra el ejemplo de un diámetro equivalente.

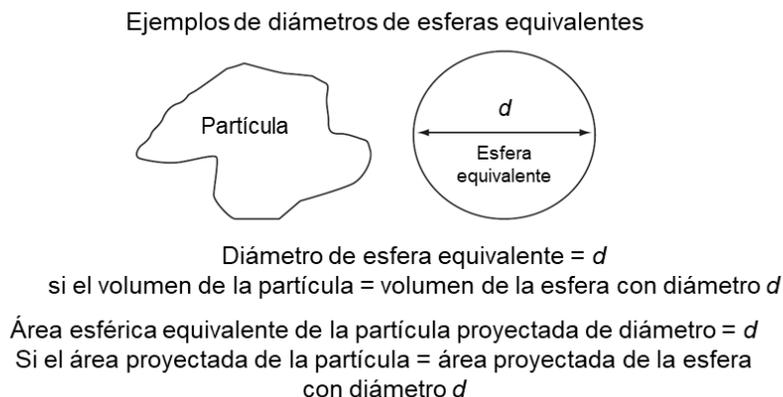


Figura 1.1. Definición del diámetro de esfera equivalente (Adaptada de Powder properties in food production systems. En: Handbook of Food Powders. (p. 290), de Fitzpatrick, 2013, Woodhead Publishing. Copyright 2013 de Elsevier Science & Technology Journals. (Adaptada con permiso).

La caracterización del tamaño de partícula se puede llevar a cabo con diferentes técnicas, y por ello se obtienen diferentes parámetros que son usados con distintos propósitos. Por ejemplo, el diámetro de Stokes es usado para calcular la velocidad de sedimentación o de flotación de la partícula. El diámetro volumétrico y el diámetro de superficie son otros parámetros posibles. El diámetro volumétrico es usado para definir el tamaño del empaque del producto y el diámetro de superficie es usado en estudios de investigación sobre el mecanismo de adsorción gas-sólido. En la industria de alimentos usualmente no se determinan todos los parámetros mencionados anteriormente, porque hacerlo aumentaría el trabajo y costos destinados a la caracterización del polvo (Ermiş, 2021).

Las partículas de una muestra de polvo normalmente no tienen el mismo tamaño y, por ello, es más adecuado determinar la distribución de tamaños para describir la talla de las partículas de la muestra. Las distribuciones de tamaño de partícula pueden ser representadas gráficamente por medio de un histograma (Fitzpatrick, 2013). Aunque hay muchas maneras de determinar la distribución de tamaños de partícula, las más usadas son el análisis de tamizado, la observación en microscopio, la sedimentación y la difracción láser (Ermiş, 2021).

Las principales propiedades para caracterizar una partícula de polvo son el tamaño, la forma, la superficie, la densidad y la dureza. La forma de las partículas puede afectar el contacto entre ellas, por lo tanto, influye en su fluidez y en el desempeño de las operaciones unitarias ocupadas para su manejo. Definir la forma de las partículas tridimensionales puede ser muy complicado debido a su compleja forma irregular. De manera global, existen tres clasificaciones para las formas de la partícula: esférica, aguja y placa. Esta nomenclatura se usa solamente cuando se manejan partículas suficientemente regulares para poder clasificarlas dentro de estos tres tipos de forma. Generalmente, los polvos alimentarios son composiciones químicas orgánicas, lo que los hace más irregulares de partícula a partícula (Ermiş, 2021). La mayoría de las técnicas para determinar la forma de la partícula utilizan tecnología de dos dimensiones para tomar imágenes de las partículas. Otros métodos involucran la relación entre el largo y el ancho de la partícula, sin embargo, partículas con dimensiones diferentes pueden tener la misma relación (Fitzpatrick, 2013).

### **1.1.3. Densidad de la partícula**

La densidad de la partícula es calculada dividiendo la masa total de la partícula entre su volumen total. Los polvos pueden tener diferentes densidades, como la densidad de partícula y la densidad a granel. Para poder entender el concepto de densidad de una partícula de polvo, es importante mencionar que un polvo es una mezcla de un gas y el sólido que forma la partícula. Al analizar una muestra de polvo se puede observar que hay espacios entre las partículas; además, muchos polvos son porosos, con poros abiertos o cerrados, estos huecos y vacíos, son ocupados por el gas en cuestión. Existen tres tipos de densidad de partícula; real, aparente y efectiva, o aerodinámica (Fitzpatrick, 2013). La densidad real es la densidad del sólido que se calcula como la masa de la partícula entre su volumen excluyendo a los poros abiertos y cerrados. La densidad aparente es la masa de la partícula entre su volumen, considerando a los poros cerrados y excluyendo a los poros abiertos. La densidad efectiva, o aerodinámica, es la masa de la partícula dividida entre su volumen y en este caso se consideran todos los tipos de poros (Gijón-Arreortúa, 2016).

### **1.1.4. Fuerzas cohesivas en los polvos**

Muchas de las propiedades de los polvos dependen de las interacciones entre las partículas que los forman. El comportamiento cohesivo y la fluidez están fuertemente influenciados por las fuerzas de cohesión. La energía de las interacciones entre las partículas depende del tipo de material, humedad, tamaño, forma y campo eléctrico externo. La cohesión es significativa en polvos finos que además contienen humedad. Como regla general, el tamaño de partícula en el cual la cohesión es importante incluso para materiales secos es de 100  $\mu\text{m}$  (Gijón-Arreortúa, 2016). En el caso de los polvos gruesos la cohesión no es importante ya que la fuerza de gravedad es mayor que las fuerzas de atracción intermolecular (Bhandari, 2013).

### **1.1.5. Puentes líquidos y sólidos**

Los puentes líquidos se deben a la liberación de componentes líquidos a través de la superficie de la partícula. La liberación del líquido puede ocurrir por derretimiento, mojado o disolución. Una vez que haya sucedido la salida del líquido a la superficie de la partícula, este puede secarse o

cristalizarse, uniendo a la partícula en cuestión a otra partícula; entonces, se dice que el puente líquido se endurece y forma un puente sólido. La dureza de un puente sólido depende del área de contacto entre partículas, pueden formarse puentes sólidos tan duros que sean difíciles de romper. La presencia de puentes líquidos puede afectar la fluidez, la capacidad de humectar y el tamaño de partícula, lo que puede complicar su transporte y manejo en las operaciones unitarias, ya que el polvo no se mueve libremente (Bhandari, 2013).

#### **1.1.6. Las fuerzas electrostáticas y de van der Waals**

Las fuerzas electrostáticas se presentan entre partículas cargadas eléctricamente. Las fuerzas de van der Waals son interacciones entre dipolo inducido-dipolo inducido y son las responsables de la cohesión entre partículas finas a distancias cortas ( $10^{-7}$  m) (Gijón-Arreortúa, 2016). Este tipo de atracción es común en nanopartículas debido al pequeño espacio que existe entre ellas. Las fuerzas de van der Waals junto con las fuerzas electrostáticas son predominantes en partículas pequeñas. En las partículas grandes, la fuerza de gravedad es la predominante, ya que las fuerzas electrostáticas y de van der Waals son pequeñas (Bhandari, 2013).

### **1.2. Mezclado de partículas**

El mezclado de sólidos es una operación en la que las partículas de diferentes materiales son homogeneizadas. Al comenzar el mezclado, una partícula específica tiene una posición inicial ( $x_1, y_1, z_1$ ) dentro del mezclador. Después de ser distribuida aleatoriamente, la partícula tendrá una posición final ( $x_2, y_2, z_2$ ) en el mezclador. El mezclado también es utilizado para uniformar polvos del mismo material (Merkus, 2016). Esta operación es ampliamente utilizada en las industrias cerámica, metalúrgica, química, alimentaria, cosmética, carbonera, plástica y farmacéutica (Gijón-Arreortúa, 2016). En la industria de alimentos, el mezclado es particularmente utilizado para homogeneizar propiedades de la mezcla, como concentración, color, textura y sabor. El nivel de uniformidad varía según los requerimientos; sin embargo, en general se requieren mezclas con valores nutrimentales balanceados y mezclas agradables al gusto. Por ello, la existencia de una mezcla satisfactoria es crucial para esta industria, porque le permite asegurarse de que el producto poseerá constantemente las mismas propiedades (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

Cuando la etapa de mezclado no ha sido diseñada correctamente puede haber pérdidas financieras, las cuales suceden normalmente de dos maneras: la calidad del mezclado es mala y esto termina afectando la calidad del producto, o la calidad del mezclado es satisfactoria pero el sistema ha pasado más tiempo del debido en el mezclador (Merkus, 2016). El mezclado de polvos se ve afectado por el diseño del mezclador, el tamaño, la forma, la geometría, la rapidez de rotación del impulsor y los tipos de polvos que se mezclan.

Las combinaciones líquido-líquido o sólido-líquido son las más frecuentes y, por lo tanto, son las más estudiadas en el mezclado de materiales. Además, las mezclas líquido-líquido son capaces de mantenerse homogéneas después de vibraciones como las provocadas por la transportación, esto incluso puede favorecer la uniformidad. Por el contrario, en mezclas de partículas, esto puede llegar a revertir el esfuerzo de mezclado por un fenómeno llamado segregación. Debido a las complicaciones, que implican evaluar el mezclado de sólidos, las personas involucradas en estas operaciones confían en su experiencia acumulada para explicar el mezclado de los polvos. Esto convierte a la explicación y el entendimiento del mezclado como algo mucho más empírico que teórico, por lo que se puede decir que es todavía más un arte que una ciencia (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

A pesar de que el mezclado de sólidos es una operación muy importante para muchas industrias, se han publicado pocos trabajos realmente importantes. Es debido a todos estos factores que afectan el nivel de homogeneización de un sistema, que el mezclado debe entenderse como un conjunto de mecanismos (Kaye, 1997). Se han reconocido tres mecanismos en el mezclado de sólidos: convectivo, dispersivo y cortante. Otro mecanismo que afecta el nivel de mezclado es la segregación (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

### **1.2.1. Mecanismo convectivo, dispersivo, cortante y segregación**

Para el mezclado de partículas existen tres mecanismos: el convectivo, el dispersivo y el cortante. En el mezclado convectivo, grupos de partículas, que son una fracción de la masa total, se transfieren de una posición a otra, mientras que en el mezclado dispersivo las partículas individuales tienen un movimiento aleatorio en el sistema de mezcla. En el mezclado cortante, los polvos son distribuidos por la formación de capas en la mezcla que se deslizan dentro del mezclador. El mezclado cortante, a veces, es considerado parte del mecanismo convectivo.

El mezclado convectivo es normalmente causado por el movimiento de giro del impulsor o móvil de mezclado. Este movimiento contribuye a un mezclado macroscópico, es decir, de toda la masa del sistema (Barbosa-Cánovas et al., 2005). En este mecanismo, la masa y, por ende, el volumen del sistema es constantemente dividido en partes que después intercambian lugares. El tamaño que tienen estas secciones depende del efecto de división que tengan los impulsores.

El mecanismo de dispersión es análogo al mecanismo de difusión en las mezclas líquidas. Por esta razón, algunas veces se le denomina difusivo. Sin embargo, esta denominación no es conveniente, porque, en un mecanismo difusivo, el gradiente de concentración es el que impulsa el movimiento, mientras que en el mecanismo dispersivo esta condición no es suficiente y se requiere movimiento para iniciarlo (Merkus, 2016). A diferencia del mezclado convectivo, el mezclado dispersivo es lento. Este tipo de mezclado contribuye al mezclado microscópico (Barbosa-Cánovas et al., 2005). En el mecanismo cortante, el sistema se divide en placas que se deslizan una sobre otra, creando un gradiente de velocidades, con lo que se extiende el área de contacto entre partículas y, de esta manera, rompe con las partículas agregadas (Bridgwater, 2012).

Si los componentes de una mezcla sólida tienen una ruta selectiva de movimiento individual, el esfuerzo de mezclado puede ser revertido. Cuando los polvos mezclados son muy diferentes en propiedades como la densidad, el tamaño de partícula, las propiedades superficiales y el contenido de humedad, hay una tendencia a la segregación (Ortega-Rivas, 2012a). Sin embargo, la propiedad determinante es la diferencia en tamaños de partícula (Merkus, 2016), porque al mezclar polvos finos con polvos gruesos, las partículas finas pueden pasar entre los huecos que separan a las partículas gruesas y de esta manera descender entre ellos (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

### **1.3. Trazadores**

El mezclado de partículas es una operación muy importante en muchas industrias. Si una unidad de mezclado no es diseñada apropiadamente, la operación puede causar pérdidas financieras de dos maneras; por ejemplo, si el mezclado es detenido antes de alcanzar el nivel de mezcla esperado, el producto no cumpliría con las concentraciones deseadas. Otro error en el mezclado sería un tiempo de residencia excedido, en donde después de alcanzar el nivel de homogeneidad deseado, se continúe mezclando y, de esta manera, se desperdicie energía y trabajo humano (Merkus, 2016).

Un sistema de mezclado que no esté funcionando correctamente puede ser corregido si se cambian los tiempos de mezclado, los tamaños de los lotes o la localización en la que se añaden los ingredientes. Para asegurarse de que la mezcla cumple con el nivel de homogeneidad deseado, se recomienda hacer evaluaciones periódicas. Todas las evaluaciones de mezclado conllevan el uso de marcadores o trazadores. Estos son añadidos al contenedor antes de iniciar la mezcla, como se hace usualmente con los ingredientes comunes; después de la operación, se toman muestras y se analiza la concentración del marcador, posteriormente se interpretan los resultados obtenidos (Eisenberg & Eisenberg, 1992).

Existen muchos tipos de marcadores y son clasificados de acuerdo con varios criterios, como su origen, sus propiedades físicas, químicas y sus interacciones con otros componentes. En esta última clasificación se distinguen dos tipos de trazadores; pasivos o activos. Los marcadores pasivos no reaccionan con los componentes del sistema por evaluar. Los marcadores activos se usan con el propósito de que reaccionen al menos con un componente del sistema.

La selección del trazador adecuado depende de tres características principales: deben ser medibles, representativos y conservativos. Además, sus propiedades fisicoquímicas, como la densidad y el tamaño de partícula, deben idealmente ser similares al sistema por ser mezclado. El criterio de trazadores conservativos se refiere a que no deben modificar el comportamiento del sistema ni su fluidez. Además de ser conservativos, no pueden modificarse ni reaccionar con las paredes del contenedor y no deben cambiar de color, forma o tamaño durante el mezclado. Los trazadores tienen que ser medibles, es decir, deben ser distinguidos del resto de los componentes utilizados en la mezcla. La distinción será observable según el método de análisis que se haya elegido, por ejemplo, resonancia magnética nuclear (RMN), radiación infrarroja cercana (RIC) y análisis de imagen (Hernández & García, 2018).

### **1.3.1. Micro trazadores**

Los micro trazadores son utilizados para evaluar el nivel de homogeneidad que tienen los micro ingredientes de un sistema. En otras palabras, los micro trazadores imitan la distribución de un micro ingrediente en la mezcla. Los micro ingredientes son compuestos o nutrientes que se adicionan a un sistema en una proporción menor de 0.5 g/100 g (5 mg/g). Estos micro ingredientes pueden ser vitaminas, minerales, enzimas o incluso fármacos (Froetschner, 2007). Este tipo de

nutrientes se llaman micro nutrientes debido a que son requeridos en pequeñas cantidades dentro de las dietas alimentarias (Eisenberg, 1987). Durante la fabricación de alimentos, los micro ingredientes suelen ser añadidos erróneamente en exceso en comparación con los niveles recomendados para asegurar que los productos tendrán al menos la cantidad de micro nutrientes mínima requerida. Esta práctica es un desperdicio de ingredientes, que además puede derivar en que el producto exceda los límites de micro nutrientes requeridos o permitidos. Por ello, conocer la distribución de los micro ingredientes en mezclas, es realmente necesario. Sin embargo, detectar micro ingredientes sigue siendo hoy un procedimiento que toma mucho tiempo y muy costoso, como ya lo era hace más de sesenta años (Creger, 1957). Los trabajos publicados sobre micro trazadores particulados alimentarios están restringidos a los alimentos veterinarios; es decir, piensos para animales como la patente publicada por Eisenberg (1987), en la cual se presenta un micro trazador particulado. Este micro trazador es usado para asegurar que los alimentos veterinarios no excedan los límites de selenio, propuestos por la Administración de Fármacos y Alimentos (FDA, por sus siglas en inglés). A partir de esta patente, las publicaciones concernientes a micro trazadores en polvos alimenticios se han restringido a evaluar el producto de la compañía estadounidense Micro-Tracers Inc., que se ha especializado en alimentos veterinarios; piensos y forrajes.

#### **1.4. Caracterización estadística de una mezcla**

El mezclado de sólidos y su caracterización son estadísticos por naturaleza. Un requisito previo para la determinación de la calidad de una mezcla es el desarrollo de una medida confiable de esta, típicamente, se seleccionan concentraciones de compuestos presentes en la mezcla. Para ello, es necesario tomar muestras en regiones específicas, que sean representativas del estado final de la operación (Paul et al., 2004). Una vez tomadas las muestras, se analizan las concentraciones y con los resultados de estas medidas, se pueden calcular parámetros estadísticos para estimar la uniformidad de la mezcla total, por ejemplo, la desviación estándar (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

### 1.4.1. Desviación estándar

La desviación estándar es una medida de variación que indica cuanta dispersión tiene un conjunto de datos con respecto a la media. Entre mayor sea su valor, mayor será la variación de los datos. En esta investigación, una interpretación posible es que mientras mayor es la desviación estándar menor es la calidad del mezclado. La ecuación para calcular la desviación estándar de las muestras es:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^N (x_j - \bar{x})^2}{N-1}}, \quad (1.1)$$

en donde  $s$  es la desviación estándar de las muestras,  $N$  es el número de datos,  $\bar{x}$  es la media,  $x_j$  es el  $j$ -ésimo dato del conjunto de las muestras. Las unidades de la desviación estándar son las mismas que las de los datos, ya sea que se trate de mediciones o conteos (King & Eckersey, 2019).

### 1.4.2. Coeficiente de variación

Este parámetro es una medida de la dispersión de un conjunto de datos relativa a la media. El coeficiente de variación (CV) no tiene unidades y es gracias a esto que se pueden comparar los CV de diferentes conjuntos de datos que difieren en unidades o en el valor de su media. De la misma manera que la desviación estándar, su interpretación en esta investigación es que, a mayor CV, menor es la uniformidad de la mezcla (Brase & Brase, 2009). La ecuación para calcular este estadístico es:

$$CV(\%) = \frac{s}{\bar{x}} \times 100. \quad (1.2)$$

### 1.4.3. Coeficiente de variación de la distribución de Poisson

Para que una mezcla se considere completa, el conteo de micropartículas trazadoras debe tener la variabilidad de la distribución de Poisson, o menor (Bernotas, 2012). La distribución de Poisson comúnmente se define como la distribución de la probabilidad de que algún evento ocurra un cierto número de veces en un intervalo de tiempo o espacio (Everitt & Skronidal, 2010). Otra definición

podría ser: es la distribución de la probabilidad de que algún evento pueda ser contabilizado en un intervalo de tiempo, espacio, incluso un intervalo de volumen, área, distancia, entre otras (Brase & Brase, 2009). La función de esta distribución de probabilidades es:

$$f(x) = \frac{(\bar{x})^x}{x!} e^{-\bar{x}}, \quad (1.3)$$

para  $x = 0, 1, 2, \dots$  y  $\bar{x}$  es la media.

Esta distribución es la más apropiada para definir la naturaleza de la operación de mezclado reportada en esta tesis, porque los datos que se obtienen son un conteo de partículas, conteo de eventos, en una muestra determinada, intervalo de espacio o tiempo. Por lo tanto, los resultados del conteo se comparan con una distribución de probabilidades de tipo Poisson, debido a que esta distribución representa la manera más aleatoria en la que se pueden distribuir las partículas en las muestras.

La distribución de probabilidades de Poisson se caracteriza por su parámetro  $\lambda$  el cual es el número promedio de eventos que ocurren en un periodo de tiempo o espacio (Brase & Brase, 2009). Esta distribución tiene la propiedad de que la media y la varianza son iguales a  $\lambda$  (Hogg et al., 2015). Entonces, la desviación estándar de la distribución de probabilidades de Poisson es  $\lambda^{1/2}$  y su coeficiente de variación es  $\lambda^{-1/2}$  (Forbes et al., 2011). Esta distribución es discreta porque describe el número de eventos que ocurren en un determinado tiempo o espacio, para registrar estos eventos se realiza un conteo. Por otro lado, hay distribuciones de probabilidades que son continuas, por ejemplo, la distribución normal, dado que la variable que esta distribución describe puede tener decimales y para registrarla se hacen mediciones. La diferencia entre la distribución de Poisson y la normal es que la primera describe variables que no tienen unidades mientras que las variables que describe la segunda sí las tienen. Por esta razón el coeficiente de variación de la distribución de Poisson es  $\lambda^{-1/2}$  sin tener conflicto con sus unidades.

Cuando  $\lambda$  es suficientemente grande, por ejemplo, mayor de 15, la distribución de Poisson se aproxima a la distribución normal (Johnson et al., 2005). Para valores menores ( $\lambda \approx 10$ ) la distribución de Poisson se puede aproximar a la normal con algunos ajustes llamados Correcciones de Yates (Bernotas, 2012).

Para calificar a un mezclado como completo, su variabilidad debe ser igual o menor que aquella de la distribución de Poisson (Bernotas, 2012). Esta condición se puede determinar comparando el

CV de Poisson; i.e., CV teórico, con el CV real resultante de la mezcla. Sin embargo, reducir el CV real no es lo realmente importante al evaluar un mezclado, sino que los datos sigan una distribución de Poisson (Bernotas, 2012). Es por esto, que para tener mayor seguridad sobre la conclusión del estado final del mezclado también se realiza la prueba de chi cuadrada (Sakhno et al., 2020).

#### 1.4.4. Probabilidad de chi cuadrada y grados de libertad

La distribución de Poisson representa la manera más aleatoria en la que se pueden distribuir las partículas dentro de un mezclador. La prueba de chi cuadrada se lleva a cabo para analizar si las partículas siguen una distribución de Poisson. El procedimiento se muestra en esta sección.

La distribución de probabilidades de chi cuadrada ( $\chi^2$ ) es utilizada para determinar la significancia de la diferencia entre frecuencias teóricamente esperadas y frecuencias observadas. Al interpretar la probabilidad resultante se puede determinar si se acepta o se rechaza la hipótesis nula (Illowsky & Dean, 2018). En esta investigación, la hipótesis nula es que el estado final de la mezcla es satisfactorio, es decir, que el mezclado es completo. Para este tipo de prueba se establece un nivel de significancia ( $\alpha$ ) que usualmente es de 0.05. La probabilidad de  $\chi^2$  es función del estadístico  $\chi^2$  y de los grados de libertad ( $\nu$ ). La ecuación para determinar  $\chi^2$  es:

$$\chi^2 = \frac{\sum(O_i - E_i)^2}{E_i}, \quad (1.4)$$

en donde  $O_i$  son los datos observados y  $E_i$  son los datos esperados. La definición de los datos esperados depende de la hipótesis que se esté probando (Siegel & Wagner, 2022). En este caso, el valor de  $\chi^2$  se calcula de la siguiente manera:

$$\chi^2 = \frac{\sigma^2 n}{\bar{x}}, \quad (1.5)$$

en donde  $\sigma^2$  es la varianza calculada con la ecuación para la población usando los valores de muestras,  $n$  es el número de datos, y  $\bar{x}$  es la media. La ecuación de la varianza poblacional es

$$\sigma^2 = \frac{\sum(x_i - \mu)^2}{n}, \quad (1.6)$$

en donde  $x_i$  es el  $i$ -ésimo dato y  $\mu$  es la media poblacional. Al sustituir la ecuación (1.6) en la ecuación (1.5), se obtiene:

$$\chi^2 = \frac{\sum(x_i - \mu)^2}{\bar{x}}. \quad (1.7)$$

Sin embargo, como no se conoce  $\mu$ , se utiliza  $\bar{x}$  en su lugar, con lo cual:

$$\chi^2 = \frac{\sum(x_i - \bar{x})^2}{\bar{x}} \quad (1.8)$$

Esta ecuación es de la misma forma que la ecuación (1.4), en la cual el dato esperado es la media de las muestras y el dato observado es el conteo de partículas en cada muestra.

Los grados de libertad,  $\nu$ , de la probabilidad se calculan como  $n - 2$ , en donde  $n$  es el número de datos o muestras. En esta investigación,  $n = 8$ , porque se tomaron muestras en ocho puntos en la tina de mezclado para el análisis de cada experimento. La cifra 2 es el número de parámetros previos necesarios para calcular la probabilidad, que en esta investigación son la media,  $\bar{x}$ , y chi cuadrada,  $\chi^2$ . En consecuencia, los grados de libertad son  $8 - 2 = 6$ .

La función de probabilidad de la distribución  $\chi^2$  está dada por (Forbes et al., 2011):

$$\text{Probabilidad de } \chi^2 = \frac{x^{\frac{(\nu-2)}{2}} e^{-\frac{x}{2}}}{2^{\frac{\nu}{2}} \Gamma(\frac{\nu}{2})}, \quad (1.9)$$

en donde  $x$  es la variable de la distribución, que es sustituida por  $\chi^2$ ,  $\nu$  son los grados de libertad y  $\Gamma$  es la función gama dada por

$$\Gamma(z) = \int_0^{\infty} t^{z-1} e^{-t} dt \quad (1.10)$$

y cuyos valores están disponibles en la literatura (Davis, 1965). En el numerador de la ecuación (1.8) está la diferencia entre los datos observados y los esperados. En este trabajo se busca reducir dicha diferencia y, en consecuencia, se reduciría el valor de  $\chi^2$ .

Dado que, en los experimentos se tienen seis grados de libertad y  $\alpha = 0.05$ , el valor crítico de  $\chi^2$  para estas condiciones de acuerdo con la ecuación (1.9) es 12.59. Se le llama valor crítico porque representa el valor de  $\chi^2$  en el que la probabilidad acumulada debajo de la curva del lado derecho es de 5 %, como se muestra en la Figura 1.2. Por lo tanto, si se obtiene un  $\chi^2$  real menor al  $\chi^2$  crítico, la probabilidad debajo de la cola derecha es mayor al 5 %. Por el contrario, si el  $\chi^2$  real es mayor al  $\chi^2$  crítico, la probabilidad debajo de la cola derecha es menor al 5 %.

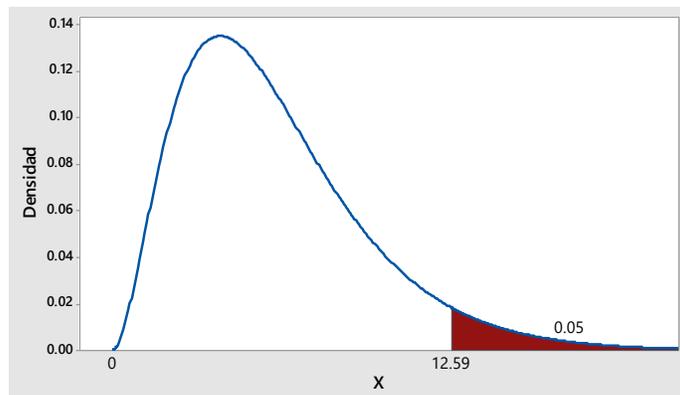


Figura 1. 2. Distribución de probabilidad de chi cuadrada para 6 grados de libertad (Minitab 17 Statistical Software, 2010)<sup>1</sup>.

Una probabilidad mayor de 5 % por debajo de la cola derecha, indica un mezclado satisfactorio, debido a que hay suficiente evidencia de que la distribución de las partículas se alinea con la distribución de Poisson. Una probabilidad por debajo de la cola derecha de 1 a 5 % indica que el mezclado es marginal. Una probabilidad por debajo de la cola derecha menor de 1 % indica un mezclado no satisfactorio, ya que la distribución de las partículas dentro del mezclador aún no se alinea con la distribución de Poisson (GMP+ International, 2021).

---

<sup>1</sup> Partes de la información que contiene esta publicación o libro se incluyeron con el permiso de Minitab, LLC. Todo ese material sigue siendo propiedad exclusiva de Minitab, LLC., que es el titular de los derechos de autor. All rights reserved.

#### **1.4.5. Muestreo en mezclado de polvos**

El propósito de tomar muestras es recopilar la información de todo el material mezclado en una fracción del sistema total. Esta acción es difícil en sólidos particulados, ya que las mezclas industriales están formadas por una distribución de tamaños de partícula, forma y densidad (Merkus, 2016). El muestreo es muy importante en las operaciones que involucran mezclado, pues es la manera de revisar su calidad. La confianza en los análisis que se obtienen de un muestreo depende de varios aspectos como el método de muestro, el número de muestras, el tamaño de las muestras y la localización de toma de muestra. Si el muestreo no se hace cuidadosamente, los resultados pueden ser dudosos y podrían no ser representativos.

El número de muestras depende de varios factores como la masa mezclada, el método y el costo del análisis. En general, un número óptimo de muestras es de 20 a 50, pero eso depende claramente del tamaño del sistema de mezclado. El tamaño de la muestra también es un criterio importante por definir, y se debe decidir por un tamaño adecuado que no sea tan pequeño como para no contener la variedad de polvos o tamaños de partícula, ni tan grande que no sea factible su análisis (Ortega-Rivas, 2012b).

Lo más recomendable es hacer el muestreo de una franja o corriente de polvo a la salida del mezclador. Existen técnicas para tomar las muestras en contenedores. Una manera de hacerlo es usar un dispositivo de cubierta corrediza que se introduce en la mezcla, se cierra la cubierta para evitar el mezclado de esta y posteriormente se retira (Barbosa-Cánovas et al., 2005). El muestreo se debe realizar de tal manera que todas las partículas del sistema tengan la misma probabilidad de ser seleccionadas (Gijón-Arreortúa, 2016).

## CAPÍTULO 2

### ESTUDIOS PREVIOS

En este capítulo se revisan estudios previos en los cuales se usaron micro trazadores para evaluar la calidad de mezclado de sólidos particulados. Las aplicaciones de estos estudios están dirigidas a piensos, es decir, formulaciones sólidas destinadas para la alimentación de animales como pollos de engorda (McCoy et al., 1993), cerdos (Corrigan et al., 1994), ganado y aves de corral (Barashkov et al., 2016), perros y gatos (Shakno et al., 2020). La búsqueda de bibliografía previa en la que se reporte una aplicación final en alimentos para humanos no produjo resultados.

Djuragic et al. (2009) examinaron un grupo de cinco piensos con una distribución de tamaño de partícula no uniforme y un segundo grupo de cinco piensos con una distribución de tamaño de partícula uniforme. De esta manera, analizaron el efecto de la distribución de tamaño de partícula de la materia prima sobre su calidad de mezclado. Su metodología incluyó el análisis granulométrico de sus piensos, con el método de tamizado estándar ISO 1591-1 1988 (E). La homogeneidad de las mezclas se determinó usando micro trazadores que fueron añadidos en una relación de 50 g por 1 ton de mezcla. Con base en esta relación, se esperaban 125 partículas de micro trazadores por cada 100 g de muestra. Se tomaron diez muestras directamente del mezclador.

Los piensos fueron mezclados en un mezclador horizontal equipado con un impulsor de listón en un tiempo de 5 min. Los micro trazadores fueron separados usando un imán rotacional que separa por atracción magnética las partículas de micro trazador de la muestra. Las partículas de micro trazador separadas se esparcieron sobre un papel filtro y fueron rociadas con una disolución 50 % etanol para disolver el pigmento que las recubre y así obtener puntos coloreados de los micro trazadores en el papel filtro y poder contarlos.

El tamaño de las muestras fue de 100 a 150 g y después de haberlas analizado todos los conteos fueron estandarizados para un tamaño de muestra de 100 g. A partir de los conteos en cada muestra, de un conjunto de estas, se calculó la probabilidad de chi cuadrada para usarla como indicador de homogeneidad. Este estadístico también fue usado en el presente trabajo como criterio de homogeneidad. Para calcular la probabilidad de chi cuadrada, Djuragic et al. (2009) usaron el programa estadístico Poisson Statistics. Los detalles sobre el cálculo de la probabilidad de chi cuadrada se muestran en la Sección 1.4.4. Según estos investigadores, si la probabilidad de chi

cuadrada es menor de 1 % la mezcla no es homogénea, cuando la probabilidad es mayor de 5 % la mezcla es homogénea y si la probabilidad es mayor de 1 pero menor de 5 %, el mezclado es marginal.

Sus resultados mostraron que la uniformidad del tamaño de partícula favorece la homogeneidad de la mezcla porque cuando se mezcló con los piensos con una distribución de tamaño de partícula uniforme, se obtuvieron probabilidades de 16.11 a 79.83 %, lo que se interpreta como mezclas satisfactorias, mientras que, en los piensos con una distribución de tamaño de partícula no uniforme, las probabilidades obtenidas fueron de 0.00 a 0.45 %, es decir, mezclas no satisfactorias. Su interpretación es que las partículas de menor tamaño pueden moverse hacia abajo a través de los espacios huecos que hay entre partículas de mayor tamaño, lo que produce segregación de los componentes de la mezcla. Es importante conocer las propiedades físicas de los polvos como su tamaño, densidad de partícula y su fluidez, ya que estos factores pueden afectar la uniformidad de la mezcla.

Zawiślak et al. (2011) experimentaron con cuatro mezcladores horizontales y un mezclador vertical de tipo planetario. En cada experimento se tomaron diez muestras de 80 g cada una. Los micro trazadores se agregaron a la mezcla en una relación de 50 g por tonelada métrica de mezcla (50 mg/kg). Se usaron mezclas minerales identificadas como A, B y F. Se presentan las propiedades físicas, específicamente el ángulo de reposo, el cual es un parámetro usado para definir la fluidez de un sólido particulado. Este parámetro es el ángulo interno de una pila vertida sobre una superficie horizontal (ver Figura A.2.1). A mayor ángulo de reposo, menor es la fluidez del material. Por ejemplo, sólidos particulados con un ángulo de reposo de 25 a 30° son materiales que fluyen libremente y sólidos particulados con ángulo de reposo mayor a 55° son materiales muy cohesivos (Merkus, 2016). El ángulo de reposo de las mezclas minerales A, B y F fueron de 38, 37 y 30°, respectivamente, lo que califica a las mezclas A y B como polvos de una fluidez regular y F como un polvo de fluidez excelente. El CV fue usado como criterio de calidad de la mezcla. Con la mezcla A se usaron tiempos de mezclado de 4, 5 y 7 min, siendo el mejor tiempo de mezclado 5 min. Para las mezclas con la formulación B se usaron los mismos tiempos de mezclado, el mejor fue 7 min. Para el polvo F, los tiempos de mezclado fueron 5, 6, 7, 8 y 10 min, y la mejor calidad se obtuvo con 8 min.

Thiex et al. (2019) investigaron el uso de micro trazadores como herramienta para el control de calidad en el proceso de manufactura de las muestras para las pruebas de competencia. Estas

pruebas permiten a diferentes laboratorios comparar resultados entre sí. Para realizar estas pruebas, se divide una cantidad grande de material en cierto número de muestras, las cuales se reparten en los laboratorios participantes para su análisis.

Los equipos usados incluyeron un molino de martillos con criba Mikro Bantam® (Hosokawa Micron Powder Systems, Japan) y un separador de muestras rotatorio (Sepor, Inc, Wilmington, CA). Se examinaron seis piensos, identificados como A, B, C, D, E y F. Los piensos A, C, D y E, fueron alimentos para aves, alimento para ganado con medicamentos, alimento porcino con medicamentos y alimento vacuno, respectivamente, y están compuestos por el mismo material que forma la base del pienso y uno o más aditivos en menores cantidades. Para el análisis de estos cuatro piensos se premezclaron 3 g de micro trazadores rojos y 3 g de micro trazadores azules con uno de los aditivos. Después, esta premezcla se incorporó al material base usando el separador rotatorio. Posteriormente, la mezcla fue triturada en el molino de martillos con criba. El material molido fue dividido nuevamente en el separador rotatorio para producir las muestras por analizar.

El material B, un sustituto de leche, fue mezclado con aditivos y micro trazadores rojos y azules usando igualmente el separador rotatorio. Esta mezcla no fue molida, porque no se consideró necesario.

Para generar el material F, que fue un alimento para aves, se premezclaron los micro trazadores de ambos colores con 0.5 kg del material base, después la premezcla se agregó al resto del alimento, la masa completa fue procesada en el separador de muestras rotatorio dos veces, recombinando las divisiones en cada ocasión y después se separaron las muestras finales. El material F no requirió molienda.

Finalmente, las muestras fueron transferidas a bolsas etiquetadas y selladas con calor. Durante las últimas separaciones de los seis piensos se tomaron aleatoriamente doce muestras, estas se enviaron a la empresa Micro Tracers, Inc. (San Francisco California) donde se realizó el procedimiento usado por Djuragic et al. (2009) para la separación y el conteo de partículas de trazador por muestra.

El análisis de resultados se hizo expresando los conteos como concentración, es decir, número de partículas por masa de muestra. La desviación estándar relativa de la distribución de Poisson (DER) y la probabilidad de  $\chi^2$  de Pearson fueron usadas como indicadores de homogeneidad. La ecuación usada por estos investigadores para determinar el valor de  $\chi^2$  coincide con la Ecuación (1.8) de este trabajo. El valor crítico de la DER fue el límite máximo de la DER de un intervalo de

confianza con un nivel de 95 % considerando doce muestras. Este límite máximo de DER depende de la concentración de partículas promedio para cada conjunto de muestras. Los valores de la probabilidad de  $\chi^2$  se interpretaron de la misma manera que Djuragic et al (2009). Los investigadores también estudiaron la suma de los conteos de ambos colores, ya que, de acuerdo con la distribución de Poisson, esto aumenta la confianza de los conteos.

Se encontró que el uso de micro trazadores puede ser útil para formular conclusiones acerca de la eficiencia de la operación de separación. Las partículas rojas muestran que todas las mezclas fueron uniformemente separadas de acuerdo con el criterio de la DER. Por el contrario, cuando se usó la probabilidad de  $\chi^2$  como criterio las mezclas A y D no cumplieron con el estándar y se consideraron marginalmente divididas y la mezcla B no fue satisfactoriamente dividida. Este resultado se atribuye a la distribución no uniforme de partículas de este pienso. El análisis de las partículas azules mostró que todas las mezclas fueron uniformemente separadas considerando los dos criterios de homogeneidad. La suma de las concentraciones de los dos colores de partícula, mostró que las mezclas A y B no se consideran marginalmente repartidas con el criterio de la probabilidad de  $\chi^2$ , mientras que con el criterio de la DER todas las mezclas fueron satisfactoriamente repartidas.

A diferencia del presente trabajo, los investigadores usaron la suma de las concentraciones de partículas por muestra debido a que no trabajaron con un equipo mezclador en el que las zonas en donde se añadan los ingredientes puede ser un factor en la uniformidad del mezclado. Además, en todas las mezclas los micro trazadores azules y rojos fueron añadidos en la misma etapa del proceso. En caso de que los micro trazadores de diferentes colores fuesen añadidos en diferentes puntos del proceso, el análisis por separado de cada color sería interesante porque se podría examinar si hay fallas en algún punto del proceso.

El coeficiente de variación y la probabilidad de  $\chi^2$  han sido usados como indicadores de la uniformidad del mezclado de alimentos para mascotas, perros y gatos, en un equipo de molienda mecánica Mikro Bantam® molino de martillos con criba (Hosokawa Micron Powder Systems, Japan). La homogeneidad fue determinada cuando el tiempo de operación aumentó de 3 a 4 min con micro trazadores ferromagnéticos (Micro-Tracers, Inc., San Francisco, USA) recubiertos con un colorante rojo y un colorante azul (Sakhno et al., 2020). No se proporciona el procedimiento de toma de muestra, pero se indica que se tomaron 20 muestras para cada tiempo de mezclado, con 150 g de muestra y 20 g de micro trazadores por cada tonelada métrica de pienso. De esta forma,

la concentración esperada de partículas micro trazadoras fue de 3 mg en cada muestra de 150 g, lo que representó 75 partículas micro trazadoras en cada muestra. El número real de partículas micro trazadoras fue determinado haciendo pasar cada muestra por un imán giratorio que atrajo a las partículas y las separó del alimento para mascotas.

En el ensayo con un tiempo de mezclado de 3 min, los resultados reportados por Sakhno et al. (2020) con ambos indicadores, azul y rojo se interpretaron como un mezclado incompleto debido a que el coeficiente de variación obtenido (15.84 %) fue mayor que el coeficiente de variación que tendría la media de esos datos en una distribución de Poisson (11.77 %) y la probabilidad con base en la distribución chi cuadrada fue menor de 5 %. Por otro lado, para un tiempo de mezclado de 4 min, el coeficiente de variación fue 13.67 % y el coeficiente de variación de Poisson 11.23 %. Sin embargo, la probabilidad de  $\chi^2$  fue mayor de 5 %. Por ello, esta condición de operación fue calificada como de uniformidad satisfactoria, es decir, de mezclado completo. No obstante, los autores afirman que el coeficiente de variación puede ser un indicador impreciso, a diferencia de la probabilidad de  $\chi^2$ . Este estudio (Sakhno et al., 2020) únicamente consideró al tiempo de mezclado como el único factor de calidad de mezclado y no incluyó otras condiciones de operación como la rapidez de mezclado.

Krzaczek et al. (2020) examinaron el desempeño de cinco mezcladores. En tres de ellos usaron partículas micro trazadoras para evaluar la homogeneidad del mezclado. En los otros dos usaron sal y elementos como azufre, potasio, fósforo y silicio como trazadores. Aquí solo se comentan los experimentos con los micro trazadores.

Krzaczek et al. (2020) usaron un mezclador, denominado A, con una capacidad nominal de 0.5 m<sup>3</sup> y cuyo propósito es el mezclado con la calidad de los productos finales con tiempos de mezclado recomendados por el fabricante de 300 a 480 s. El mezclador B se describe como un mezclador de un solo impulsor con dos palas, 1.5 m<sup>3</sup> de capacidad nominal, la rapidez de rotación del impulsor era de 36 rpm; y tiempos máximos de premezclado de 180 s. El tercer equipo, denominado C, era un mezclador de cono vertical con una capacidad de carga de 500 kg, tiempo de descarga cercano a 70 s, tiempos recomendados de mezclado próximos a 420 s y usado para la mezcla de un producto final. En ningún caso se proporcionan detalles de los fabricantes de los equipos.

El estudio de Krzaczek et al. (2020) proporciona las propiedades físicas de los materiales de las mezclas, pero no se indica su composición y origen con excepción del alimento de maíz. El alimento de maíz tiene un ángulo de reposo de 40°, lo que se interpreta como un polvo de fluidez

regular, es decir, que fluye con vibración. El resto de los materiales tienen ángulos de reposo de 22 a 32°, lo que significa que son polvos con buena fluidez.

Los micro trazadores fueron añadidos en una relación de 50 g por tonelada métrica de pienso (50 mg/kg). Se tomaron diez muestras de 80 g en cada experimento y se realizaron tres réplicas. El coeficiente de variación (CV) fue usado como criterio para definir la homogeneidad. Para los mezcladores A y C que se usan para generar un producto final el CV crítico fue 15 %, es decir, para que una mezcla se considere satisfactoria el contenido de micro trazadores de las muestras debe tener un CV menor o igual a 15 %. Para el mezclador B, que produce premezclas el CV crítico fue 10 %.

Los resultados de Krzaczek et al. (2020) demostraron que para el mezclador A con una carga de 750 kg la mezcla fue satisfactoria, es decir, el mezclado fue completo. Para el mezclador B, el tiempo de mezclado fue de 180 s. Los experimentos dieron como resultado mezclas insatisfactorias, lo que se atribuyó a las propiedades físicas del material y a la rapidez de rotación, que fue de 36 rpm. Ante estos resultados se aumentó la rapidez de rotación a 100 rpm. Este cambio produjo una mezcla satisfactoria. El mezclado fue satisfactorio para el mezclador C con un tiempo de mezclado de 420 s. Krzaczek et al. (2020) no ofrecen detalles sobre los impulsores de los mezcladores A y C. Tampoco indican las condiciones de operación usadas en cada experimento. Su conclusión es que el método en el que se utilizan micro trazadores no es el más eficiente de los comparados. No obstante, Zawislak et al. (2011) concluyen que es un buen método para mezcladores de dimensiones de planta, ya que, este método permite dar una conclusión rápida sobre la calidad del mezclado, lo que evita que lotes no homogéneos continúen a la siguiente etapa del proceso.

En los artículos revisados en este capítulo se usaron materiales con una fluidez de excelente a regular. No se encontraron reportes sobre polvos cohesivos, o con polvos clasificados como de mala fluidez como el azúcar que se examinó en esta investigación. Además, al no variar los niveles de diferentes condiciones de operación como el tiempo, la rapidez de rotación del impulsor y la carga, no se discute cuál es la interacción entre estos factores. Cabe señalar que tampoco se especifica el tipo de impulsor usado, lo que no permite conocer el efecto del diseño del mezclador en la dinámica de las partículas. Otro punto que no se discute en ninguna de las investigaciones anteriores es la ubicación en la cual se añadieron los micro trazadores. Este factor es importante en el estudio del mezclado de partículas (Eisenberg & Eisenberg, 1992). Lo encontrado en la bibliografía se limita al empleo de micro trazadores en mezclas de polvos con buena fluidez.

La presente investigación puede aportar conocimiento en el uso de micro trazadores para determinar la calidad de una mezcla con mala fluidez, además de los efectos de variar el tiempo de mezclado, la rapidez de rotación, la carga y la ubicación en la que se puede agregar un micro ingrediente. También es posible, a partir de la determinación de la dinámica que crea el impulsor, evaluar su desempeño. Hasta donde la autora de esta tesis reconoce, este aspecto no ha sido abordado en ningún reporte publicado.

## CAPÍTULO 3

### MATERIALES Y MÉTODOS

#### 3.1 Materiales

Se usaron micro trazadores (MTs) comerciales (Micro-Tracers, Inc., San Francisco, USA) formados por partículas de hierro recubiertas con pigmentos alimenticios rojo y azul, estabilizados con carbonato de sodio que, por su naturaleza, pueden ser separados del polvo alimenticio utilizando un imán. Según el fabricante, en 1 g de MTs hay en promedio 25 000 partículas en el intervalo de 22 000 a 32 000 partículas. El 95 % de las partículas pasan por malla 35 (500  $\mu\text{m}$ ) y el 95 % quedan retenidas en la malla 120 (125  $\mu\text{m}$ ), es decir, de acuerdo con el fabricante la mayoría de las partículas tienen un tamaño de partícula de 125  $\mu\text{m}$  a 500  $\mu\text{m}$ . En el Anexo 1 se presentan las distribuciones de tamaños de los MTs determinadas en este trabajo por tamizado. El polvo alimenticio fue azúcar glas (Distribuidores Arenas, México). Las distintas propiedades físicas de este polvo, determinadas en un estudio previo (Gijón-Arreortúa, 2016), se muestran en el Anexo 2.

#### 3.2. Sistema de mezclado

El sistema de mezclado consta de un impulsor de listón curvo segmentado (SCR) acoplado a una tina de sección transversal en forma de U, como se muestra en la Figura 3.1. El impulsor SCR tiene un total de 4 listones segmentados, dos en cada lado del eje, con un ángulo de torsión de 180°. El eje del impulsor está acoplado a un motor de corriente directa (Control Techniques Worldwide, San José, USA), cuya rapidez rotacional es controlada con un variador de frecuencia (Boston Gear, México) que permite tener una rapidez variable controlada. El eje del agitador está acoplado a un torquímetro (S. Himmelstein & Co., modelo MCRT 28000TB (5-1)-NFNN, Illinois, USA) con un torque máximo detectable de 2.82 N·m. Las dimensiones del sistema de mezclado se presentan en la Tabla 3.1 y se señalan en la Figura 3.2.

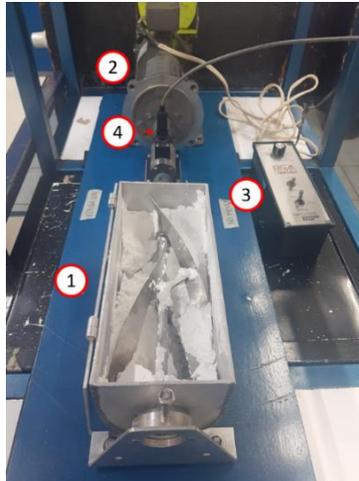


Figura 3.1. Sistema de mezclado: (1) mezclador, (2) motor, (3) variador de rapidez, (4) torquímetro.

Tabla 3.1. Dimensiones del sistema de mezclado (Gijón-Arreortúa, 2016).

Dimensión	Tamaño (cm)
Ancho interno de la tina ( $D_T$ )	10.4
Longitud de la tina ( $L_T$ )	24.7
Ancho del listón ( $w_0$ )	2.0
Altura máxima interna ( $H_{max}$ )	10.5
Diámetro del impulsor ( $D_0$ )	10.0
Paso del listón ( $p_0$ )	10.5

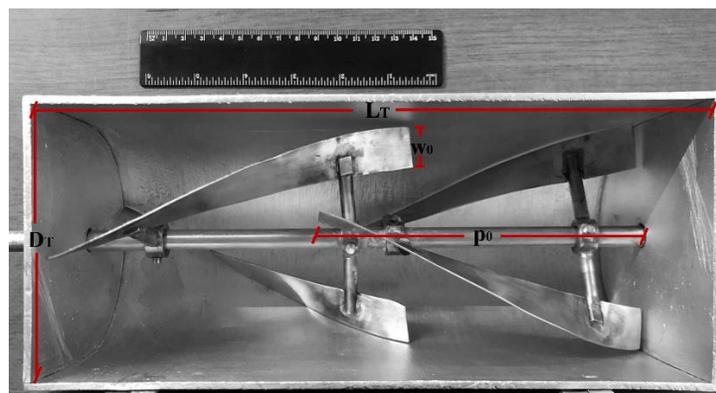


Figura 3.2. Fotografía del impulsor.

### 3.3. Sistema de recuperación de los micro trazadores

Este sistema incluye el detector rotacional de acero inoxidable formado por un cono invertido en el cual se vierte la muestra en pequeñas cantidades. Su geometría permite que, al deslizarse el polvo se deshagan los posibles grumos. El polvo cae sobre un papel filtro colocado sobre un imán giratorio. De esta manera, los micro trazadores son retenidos en el papel debido a la atracción magnética. Posteriormente, el polvo libre de MTs cae en un cajón (Figura 3.3).

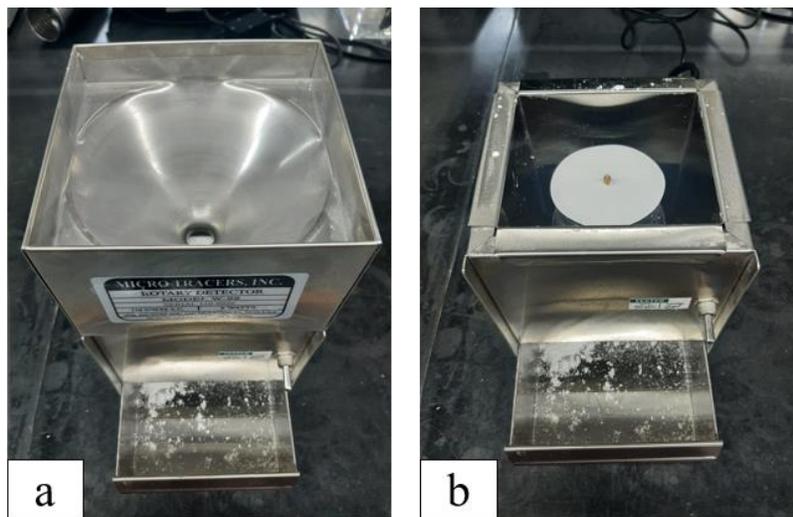


Figura 3.3. Detector rotacional con el cajón en donde se recibe el polvo sin trazadores. a) como invertido donde se vierten las muestras, b) imán rotatorio cubierto con papel filtro donde son retenidos los MTs y cajón recolector de polvo sin MTs.

### 3.4. Diseño experimental

Para el diseño experimental se consideraron tres condiciones de operación: la rapidez de rotación del impulsor, el tiempo de mezclado y la carga de polvo. Los niveles de variación fueron, respectivamente, 50, 75 y 100 rpm; 10, 20 y 30 min (Tabla 3.2); 500 y 600 g. El orden en el que se llevaron a cabo los experimentos fue aleatorio. Se realizaron tres réplicas. Se hizo un diseño experimental para una carga de 500 g y otro diseño experimental para una carga de 600 g.

Tabla 3.2. Niveles del tiempo de mezclado y rapidez de rotación.

Tiempo de mezclado (min)	Rapidez de rotación (rpm)
10	50
	75
	100
20	50
	75
	100
30	50
	75
	100

### 3.5. Experimentos de mezclado

Los experimentos se hicieron con tres réplicas. En cada réplica se tomaron ocho muestras con la metodología que se detalla en la Sección 3.6 a continuación. Las muestras se tomaron en las ubicaciones mostradas en la Figura 3.4, donde H, Z y R son la altura, el largo y la mitad del ancho de la tina de mezclado, respectivamente.

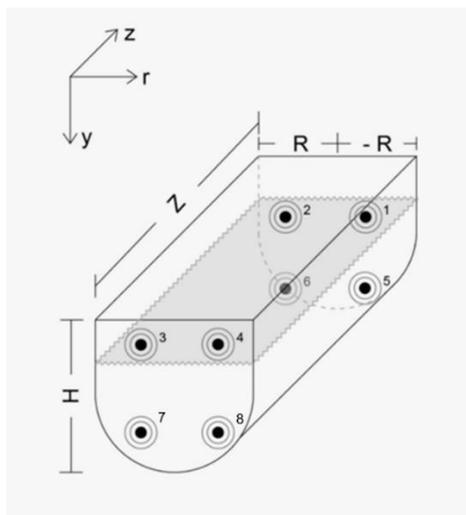


Figura 3.4. Diagrama de las ubicaciones de donde fueron tomadas las muestras.

Una vez definidas las variables y las condiciones de operación, se pesó la cantidad de azúcar en polvo por mezclar. Posteriormente, se pesó la cantidad de micro trazadores que se añadieron al azúcar en polvo. Se usó una masa de 60 mg para todos los experimentos. Se consideró esta cantidad porque el proveedor recomienda un conteo promedio de 100 partículas de cada color en las muestras. Los micro trazadores se agregaron en forma de una premezcla de acuerdo con lo recomendado por el proveedor. Por lo tanto, de la masa total de azúcar en polvo se tomaron 40 g, de los cuales 20 g se usaron para pre mezclar con los micro trazadores rojos y 20 g para pre mezclar con los micro trazadores azules. Primero se introdujeron los 20 g de premezcla de los micro trazadores correspondientes sobre la dirección axial a lo largo del fondo de la tina de mezclado. Después, se agregó la cantidad correspondiente de azúcar en polvo. Enseguida se agregaron los 20 g de premezcla de los micro trazadores restantes sobre la dirección axial a lo largo de la superficie del azúcar en polvo. En la Figura 3.5 se presenta el orden en el que los polvos fueron introducidos en la tina de mezclado. Una vez que se tuvo toda la mezcla dentro de la tina de mezclado se ajustó la rapidez del motor por medio del controlador de rapidez para obtener las revoluciones por minuto deseadas. Se registró el tiempo de mezclado y se concluyó la prueba según el nivel correspondiente del experimento en cuestión.

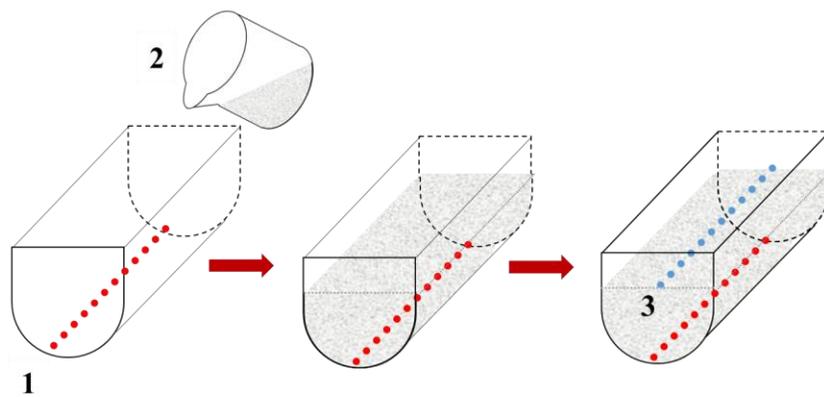


Figura 3.5. Orden en el que se introdujeron los materiales: (1) premezcla de MTs colocados en el fondo, (2) azúcar en polvo, (3) premezcla de MT colocados en la superficie.

### 3.6. Muestreo

Una vez finalizado el tiempo de mezclado, se tomaron ocho muestras de 30 g cada una para el experimento con una carga total de 600 g. En el experimento con una carga total de 500 g se

tomaron ocho muestras de 20 g. Se consideró esta cantidad porque la cantidad de mezclado y la geometría del impulsor dificultan la toma de muestras de mayor tamaño. El muestreador consistió en dos medias esferas huecas (Figura 3.6). Una de las medias esferas puede girar y la otra es fija. El muestreador se introdujo abierto (Fig. 3.6a) y, una vez en el polvo, se cerró (Fig. 3.6b) girando la esfera móvil de tal forma que el polvo quedó contenido en la cavidad formada por ambas medias esferas.

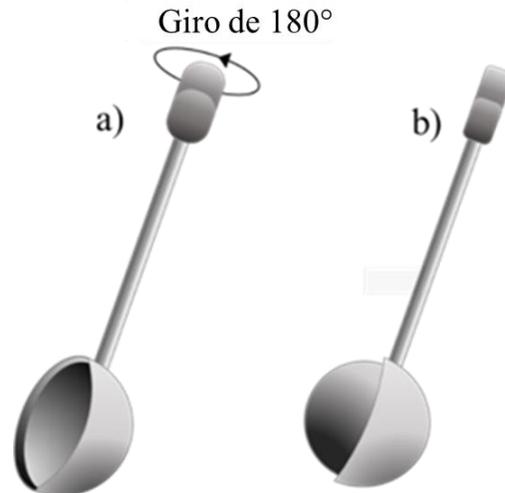


Figura 3.6. Imagen del muestreador de dos medias esferas, a) abierto, b) cerrado.

### 3.7. Tratamiento de las muestras tomadas del mezclador

Para contar el número de partículas en cada muestra, se analizó el polvo recolectado, en el detector rotacional como se indica en la Sección 3.3. Una vez que las partículas de los micro trazadores fueron retenidas en el papel filtro por la atracción magnética, se procedió a desmagnetizarlas y vaciarlas en un papel filtro con un diámetro de 18 cm. Los micro trazadores fueron distribuidos de manera que quedaran separados para poder identificarlos en el barrido o escaneo. Después el papel filtro se roció con una disolución acuosa con 50 % volumen de etanol para disolver el recubrimiento de las partículas micro trazadoras y dejar puntos de aproximadamente 1 mm de diámetro sobre el papel filtro. El resultado de este tratamiento se muestra en la Figura 3.7.

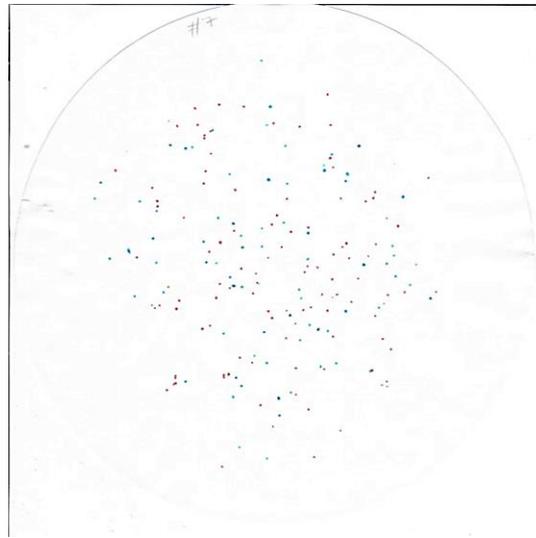


Figura 3.4. Escaneo del papel filtro con los puntos del colorante de los micro trazadores.

### 3.8. Análisis de resultados

Los papeles filtro correspondientes a cada muestra fueron introducidos en un escáner y la imagen se capturó con un software de análisis de imagen llamado Micro-Tracers Spot Counting Software, que realizó el conteo de partículas para cada color, el proveedor fue Micro-Tracers, Inc. (San Francisco, USA). La versión utilizada de este software fue la 2.5.1. De esta manera, se contaron los micro trazadores contenidos en las ocho muestras de cada experimento. El análisis de la calidad de mezclado se hizo en una hoja de cálculo proporcionada por el proveedor de los micro trazadores en la que se presenta la desviación estándar, el coeficiente de variación (CV) y el coeficiente de variación de Poisson. Con estos datos estadísticos se realizó la prueba chi cuadrada y un análisis de la distribución espacial de las partículas dentro de la tina de mezclado. La probabilidad de  $\chi^2$  se seleccionó como variable de respuesta y su interpretación ya se ha explicado en la Sección 1.4.4.

### 3.9. Consumo de potencia

El consumo de potencia se calculó a partir del torque usando la ecuación  $P = 2\pi NT$ , donde N es la rapidez de rotación del impulsor y T es el torque. Las rapideces de rotación para las cuales se calculó la potencia fueron de 50, 75 y 100 rpm. El torque se calculó como  $T = T_T - T_R$ , donde,  $T_T$

es el torque medido y  $T_R$  es el torque residual. Este último fue medido operando el mezclador sin carga de polvo. De esta manera se mide el torque causado por la fricción del eje giratorio generada por los acoplamientos, sellos mecánicos y rodamientos. El torque resultante,  $T$ , es el necesario para mover el azúcar en polvo dentro de la tina de mezclado. Las mediciones de torque se hicieron con el torquímetro mencionado en la Sección 3.2.

### **3.10. Caracterización del tamaño de partícula de los micro trazadores**

La distribución de tamaño de partícula de los MTs se determinó por tamizado en mallas 40, 60, 80 y 100, con aperturas de 425, 250, 180 y 150  $\mu\text{m}$ , respectivamente. Los tamices fueron apilados según la apertura de la malla en orden descendente. Se analizó el total de las partículas de los micro trazadores; 1008.66 g de azules y 1037.96 g de rojos. La muestra se vertió sobre el primer tamiz y el tamizador se operó durante 30 min según el método reportado por Jillavenkatesa et al. (2001). Después de este tiempo, se pesó la cantidad retenida en cada tamiz y el fondo. Posteriormente, se calcularon los porcentajes que estas cantidades representan con respecto a la masa inicial. Se obtuvo un porcentaje correspondiente al tamaño de la apertura del tamiz y, con estos resultados, se realizó un histograma de la distribución de tamaño para cada color de los micro trazadores. Los resultados se muestran en el Anexo 1.

## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 4.1. Calidad de mezclado respecto al tiempo

Las Figuras 4.1 a 4.3 muestran la evolución del mezclado de los experimentos con una carga de 600 g, rapidez de mezclado de 100 rpm y tiempos de mezclado de 10, 20 y 30 min, respectivamente. Las barras verdes son el promedio del conteo de las tres repeticiones de los micro trazadores (MT) colocados en el fondo de la cama de polvo y las barras amarillas el promedio del conteo de las tres repeticiones de los MT colocados en la superficie de la cama de polvo. Las líneas negras verticales sobre cada barra son la desviación estándar (S) de los conteos en las ocho posiciones de muestreo. A medida que aumentó el tiempo de mezclado, el número de partículas entre las muestras tendió a converger. Se observa en la Figura 4.1, que los conteos de partículas colocadas en la superficie se encuentran en un intervalo de 90 a 127 partículas con una diferencia de 37 partículas. Los conteos de partículas colocadas en el fondo están en el intervalo de 114 a 97 con una diferencia de 17 partículas. Por otro lado, se observa en la Figura 4.3, que los conteos de partículas colocadas en la superficie se encuentran en un intervalo de 101 a 114 partículas con una diferencia de 13 partículas, en tanto que los conteos de partículas colocadas en el fondo están en el intervalo de 91 a 100 con una diferencia de 9 partículas. Los últimos intervalos son relativamente pequeños, lo que indica un buen mezclado. Lo anterior también se puede apreciar en la reducción de las líneas de la desviación estándar. En el experimento con la carga y la rapidez mencionadas previamente, con un tiempo de operación de 10 min, se tuvo una desviación estándar de 11 partículas para los MTs colocados sobre la superficie. Para esta misma colocación de los MTs, la desviación estándar disminuyó a 6 partículas cuando el tiempo de mezclado se llevó a 20 min. Finalmente, para un tiempo de mezclado de 30 min, la desviación estándar fue de 5 partículas. En relación con los MTs colocados en el fondo, cuando se operó durante 10 min, la desviación estándar fue de 6 partículas y, al aumentar el tiempo de mezclado a 20 min, el estadístico se redujo a 4 partículas. Con un tiempo de 30 min de operación, la desviación estándar se redujo a 3 partículas.

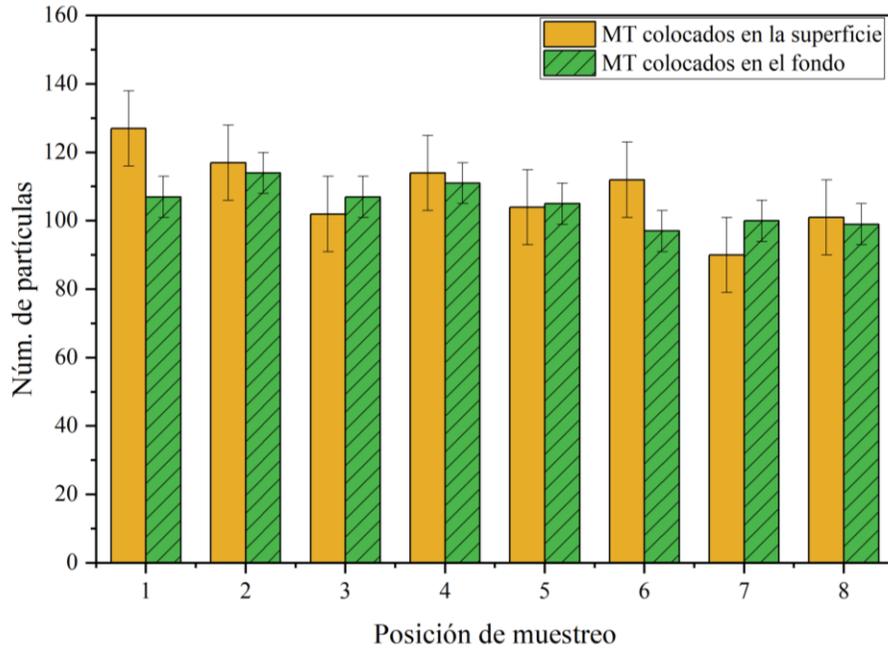


Figura 4.1. Conteo promedio por posición de muestreo de los experimentos con 100 rpm, 10 min y 600 g.

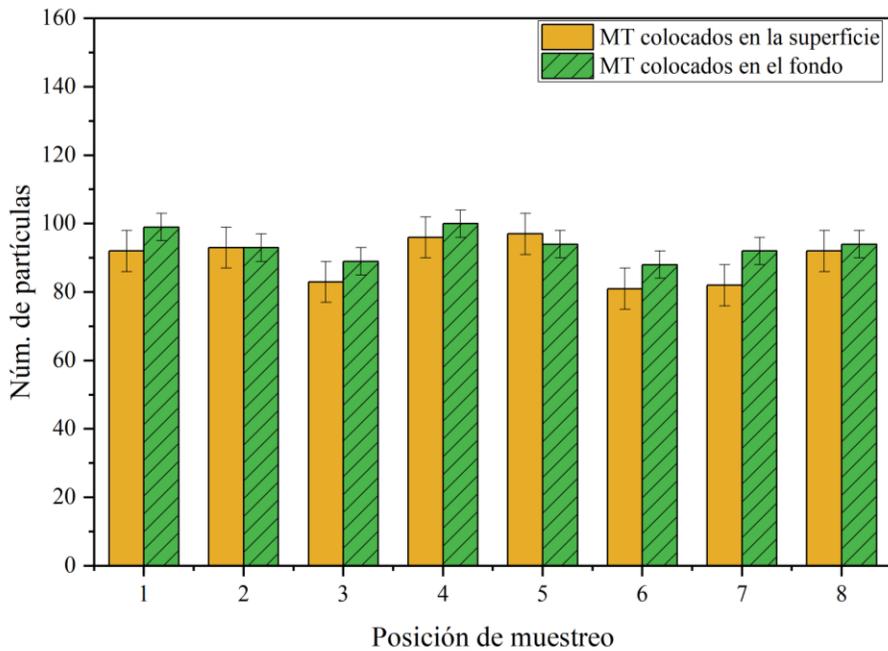


Figura 4.2. Conteo promedio por posición de muestreo de los experimentos con 100 rpm, 20 min y 600 g.

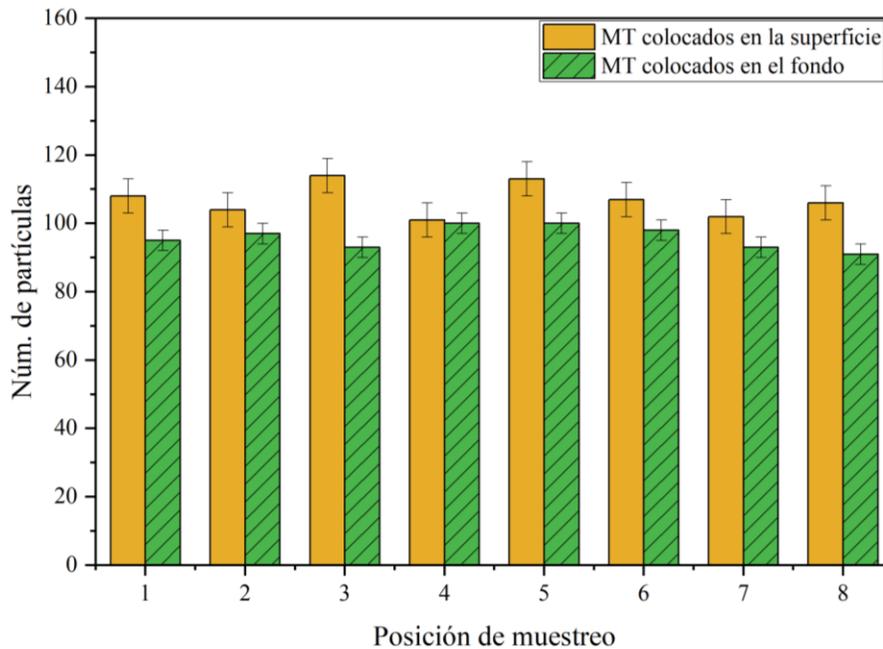


Figura 4.3. Conteo promedio por posición de muestreo de los experimentos con 100 rpm, 30 min y 600 g.

Cabe mencionar que en las Figuras 4.1 a 4.3, los intervalos más angostos corresponden a los MTs colocados en el fondo, lo que también se observó al comparar la desviación estándar. Esto indica una mejor mezcla de los MTs colocados en esta parte del mezclador que los colocados sobre la superficie del polvo. Esta conclusión se sustenta con los resultados reportados en la Sección 4.3. Con base en los resultados observados en las Figuras 4.1 a 4.3, se determinó si hay diferencia estadísticamente significativa entre los conteos de las partículas colocadas en la superficie y las colocadas en el fondo (ver Anexo 3). Se usó la prueba  $\chi^2$  con un nivel de significancia de 0.05. Se consideraron 7 grados de libertad, debido a que se tuvieron 8 datos a los que se les restó un parámetro previo necesario, que en este caso es el estadístico  $\chi^2$ . En ningún caso existe diferencia estadísticamente significativa entre el conteo de las partículas colocadas en la superficie y las partículas colocadas en el fondo.

Las Figuras 4.4 y 4.5 muestran la evolución del mezclado de los experimentos con una carga de 500 g, rapidez de mezclado de 100 rpm y tiempos de mezclado de 10 y 30 min, respectivamente. La altura de estas barras tiende a converger conforme aumentó el tiempo de mezclado, lo que se interpreta como una mejora en la uniformidad de la mezcla como sucede para la carga de 600 g.

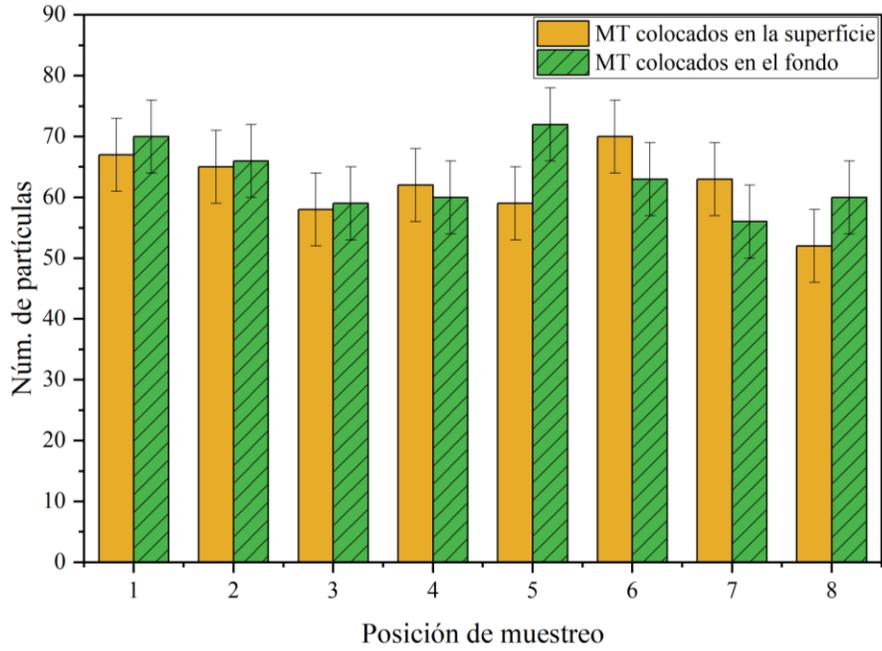


Figura 4.4. Conteo promedio por posición de muestreo de los experimentos con 100 rpm, 10 min y 500 g.

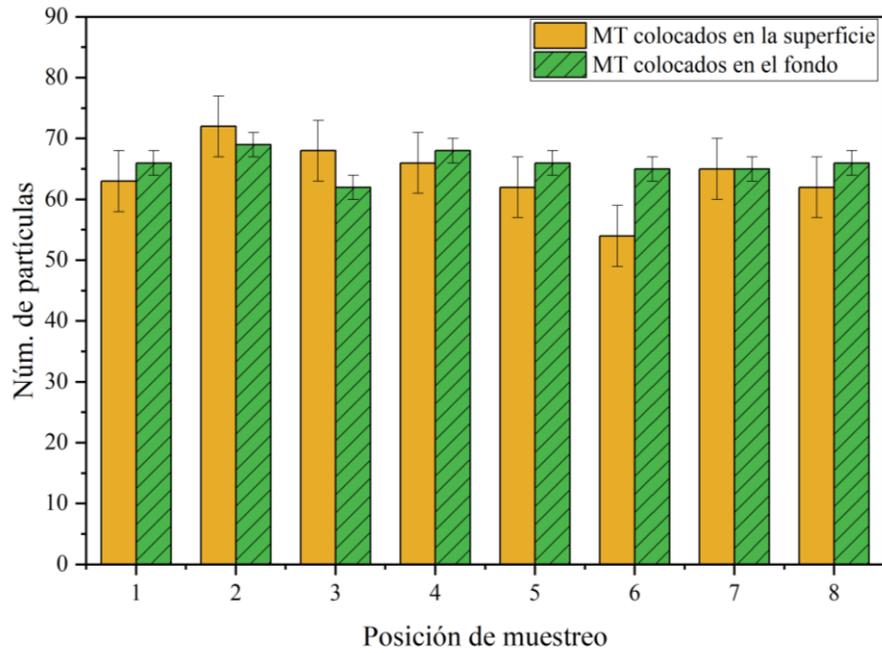


Figura 4.5. Conteo promedio por posición de muestreo de los experimentos con 100 rpm, 30 min y 500 g.

En la Figura 4.4, el intervalo de los conteos de las partículas colocadas en la superficie es de 52 a 70, con una diferencia de 18 partículas. El intervalo de los conteos de las partículas colocadas en el fondo es de 56 a 72, con una diferencia de 16 partículas. En la Figura 4.5, el intervalo de los conteos de las partículas colocadas en la superficie es de 54 a 72 con una diferencia de 18 partículas. El intervalo de los conteos de las partículas colocadas en el fondo es 62 a 69 con una diferencia de 7 partículas. Al comparar los intervalos de las dos figuras se tiene una diferencia igual para los MTs colocados en la superficie. Al analizar los intervalos de los MTs colocados en el fondo se observa una reducción de las diferencias cuando se aumentó el tiempo de mezclado.

En cuanto a la evolución de la desviación estándar, en la Figura 4.4, este estadístico tiene un valor de 6 partículas para los MTs introducidos en la superficie, mientras que, en la Figura 4.5, el valor es de 5 partículas. Para los MTs colocados en el fondo en la Figura 4.4 la desviación estándar es de 6 partículas y, al aumentar el tiempo de mezclado a 30 min, este estadístico se reduce a 2 partículas. Este último valor fue la desviación más baja en todo el análisis y corresponde a los experimentos con una carga de 500 g, tiempo de mezclado de 30 min y una rapidez de rotación del impulsor de 100 rpm. Los conteos de los experimentos con una carga de 600 g son mayores que aquellos para una carga de 500 g. Este resultado se puede deber al tamaño de muestra que se tomó en cada diseño experimental, puesto que en los experimentos con una carga de 600 g se tomaron muestras de 30 g y en los experimentos de 500 g se tomaron muestras de 20 g. Al tener un mayor tamaño de muestra, mayor es el número de partículas contenidas en esta.

Para analizar la significancia estadística del tiempo de mezclado sobre la desviación estándar como indicador de uniformidad en la mezcla, se realizó un análisis de regresión de Poisson en el software de estadística Minitab®. El análisis de regresión de Poisson se puede utilizar para estudiar la asociación de múltiples factores que tengan como respuesta conteos de eventos (Hayat & Higgins, 2014).

Se consideró como factor el tiempo de mezclado con tres niveles, 10, 20 y 30 min y como respuesta, la desviación estándar de los conteos de las ocho posiciones de muestreo de cada réplica. Los datos utilizados corresponden a los experimentos en los que se operó con una rapidez de rotación de 100 rpm. Se analizaron las cargas de 500 g y de 600 g.

Los datos de entrada para este análisis, es decir, los niveles del tiempo de mezclado y la desviación estándar respuesta se presentan en la Tabla 4.1. El nivel de significancia empleado en este análisis fue del 0.05.

Tabla 4.1. Datos de entrada en el análisis de regresión de Poisson.

Tiempo de mezclado (min)	Experimentos con 600 g		Experimentos con 500 g	
	Desviación estándar de las partículas colocadas en la superficie	Desviación estándar de las partículas colocadas en el fondo	Desviación estándar de las partículas colocadas en la superficie	Desviación estándar de las partículas colocadas en el fondo
10	12.8841	7.8876	12.0446	5.0427
10	12.1655	10.2922	3.8914	8.7790
10	27.6944	18.0297	13.0247	6.5411
20	8.3281	11.2218	10.1691	11.6251
20	11.4385	6.3118	9.0198	5.1944
20	15.5081	16.6712	10.3363	7.5297
30	8.2115	7.4054	9.7898	5.7554
30	8.2104	11.4362	16.6385	5.5291
30	8.7902	7.6333	7.2309	6.5846

El resultado de la regresión de Poisson es un valor  $p$ , que se compara con el nivel de significancia para su interpretación. En caso de que el valor  $p$  sea menor o igual al nivel de significancia se puede concluir que la asociación entre el factor y la respuesta es estadísticamente significativa. De lo contrario, no se puede concluir que hay asociación estadísticamente significativa entre el factor y la respuesta.

Para revisar que la regresión de Poisson es el método correcto para el análisis del conjunto de datos, se puede realizar la prueba de bondad de ajuste de Pearson. Esta prueba también tiene como resultado un valor  $p$ , el cual si es menor que el nivel de significancia se rechaza que la distribución de Poisson se ajusta a los datos. Si el valor  $p$  es mayor que el nivel de significancia, el modelo de Poisson ajusta adecuadamente los datos de la variable de respuesta (Hayat & Higgins, 2014).

El análisis de regresión de Poisson para los MTs colocados en la superficie en un experimento con una carga de 600 g produjo  $p = 0.001$ , lo que se interpreta como que el efecto del tiempo de mezclado sobre la desviación estándar de los conteos en las ocho posiciones de muestreo es estadísticamente significativo (Tabla 4.2). Esto significa que el aumento del tiempo de mezclado mejora la uniformidad de la mezcla en estos experimentos. El resto de los experimentos tuvieron un valor  $p > 0.05$  en el análisis de regresión de Poisson, por lo que no se puede concluir que el efecto del tiempo de mezclado sea estadísticamente significativo sobre la desviación estándar de los conteos.

Los valores p de la prueba de bondad de ajuste de Pearson fueron todos mayores de 0.05, por lo que se puede concluir que el modelo de Poisson ajusta adecuadamente los datos de desviación estándar.

Tabla 4.2. Resultados del análisis de regresión de Poisson y la prueba de bondad de ajuste de Pearson.

	Experimentos con 600 g		Experimentos con 500 g	
	MTs colocados en la superficie	MTs colocados en el fondo	MTs colocados en la superficie	MTs colocados en el fondo
Valor p del análisis de regresión de Poisson	0.001	0.225	0.549	0.699
Valor p de la prueba de bondad de ajuste Pearson	0.138	0.144	0.202	0.661

#### 4.2. Distribución de las partículas en el mezclador

Para este análisis se evaluaron las tres coordenadas del mezclador (Figura 4.6) categorizando las muestras de acuerdo con su ubicación.

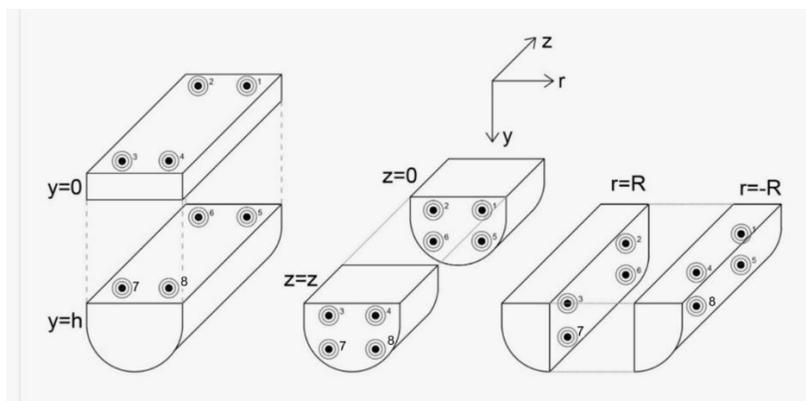


Figura 4.6. Compartimentación del mezclador para el cálculo de la distribución de partículas.

Para fines de este análisis, la tina se consideró formada por dos partes creadas por el corte a la mitad del eje que se evalúa. Para cada ubicación de muestreo se calculó el promedio de conteo de las tres réplicas. Este cálculo se realizó para los MTs colocados en el fondo y para los MTs

colocados en la superficie. A partir de esta consideración, se promedió el conteo de las partículas en las muestras tomadas en  $y = 0$  que incluye a las posiciones de muestreo 1, 2, 3 y 4, y de las muestras tomadas en  $y = h$ , que incluye a las posiciones 5, 6, 7 y 8. De este modo, se comparó la cantidad de partículas en la parte superior ( $y = 0$ ) con la cantidad de partículas en la parte inferior ( $y = h$ ); es decir, de las partículas que se colocaron en la superficie y en el fondo. Este procedimiento se realizó para las otras dos coordenadas, i.e.,  $r$ ,  $z$ . El análisis reveló que la homogeneidad se alcanza más rápidamente en la dirección  $y$ , después en  $r$ . En  $z$  no se observa que se llegue al punto en el que haya el mismo conteo de partículas en las dos partes a lo largo de la tina de mezclado. En esta coordenada, se encontraron diferencias mayores entre las dos secciones, es decir, en los niveles considerados para las condiciones de operación de los experimentos en los cuales se observó que el acercamiento a la homogeneidad ocurrió de manera más lenta.

En las muestras tomadas en  $z = 0$ , de los experimentos con una carga de 600 g, se encontró una mayor cantidad de las partículas del color que fueron colocadas en la superficie. Es probable que el mezclado en la dirección  $y$  sea acompañado por un movimiento en la dirección  $z$ . Para comprobar esta última observación, se realizó un experimento en el cual se colocaron los dos colores de micro trazadores en la superficie de la cama del azúcar en polvo: del lado derecho se colocaron los azules y del lado izquierdo los rojos. Se utilizaron 600 g de carga y se mezcló durante 20 min con una rapidez de rotación de 75 rpm. Se tomaron únicamente 4 muestras en las posiciones 1, 3, 6 y 8 (Figura 3.4). Estos resultados confirman que hay un desplazamiento del polvo en dirección  $z$ , puesto que se encontraron partículas de ambos colores en todas las muestras, es decir, que, aunque el flujo en dirección  $z$ , sea lento definitivamente ocurre en la tina de mezclado (Figura 4.6). El análisis de la coordenada  $y$  mostró que las partículas colocadas en la superficie ( $y = 0$ ) son mayormente encontradas en las muestras tomadas en esta misma parte de la tina de mezclado.

Algunas pruebas tienen el mismo número de revoluciones totales. La Tabla 4.3 presenta los niveles para cada condición de operación y el número de revoluciones totales de estos experimentos. Se observa una mayor diferencia de conteo entre las secciones de la tina de mezclado para los procesos rápidos, i.e., aquellos con altas rapidez de rotación, como los experimentos 1 y 3. Es probable que el mezclado lento favorezca la homogeneidad. Estos resultados se confirman en la próxima sección.

Tabla 4.3. Experimentos con el mismo número de revoluciones totales.

Experimento	Rapidez de rotación (rpm)	Tiempo (min)	Número de revoluciones totales
1	100	10	1000
2	50	20	1000
3	75	20	1500
4	50	30	1500

### 4.3 Análisis estadístico de la calidad de mezclado

La Tabla 4.4 muestra las probabilidades promedio ( $n = 3$ ) de chi cuadrada resultantes de los experimentos con una carga de 600 g para los MTs colocados en la superficie y en el fondo. En este caso, se analizó el efecto de las ubicaciones de colocación de los MTs mediante la probabilidad de  $\chi^2$ . Las probabilidades son mayores para las partículas colocadas en el fondo, es decir, a pesar de tener un menor conteo de estas partículas en las muestras la variación entre las muestras es menor. Como se mencionó en la Sección 4.1, el fondo es la mejor ubicación para agregar los micro ingredientes y esto se confirma al observar las probabilidades resultantes.

Tabla 4.4. Probabilidades de chi cuadrada para las partículas con una carga de 600 g.

	P(X > x) (%), 6 grados de libertad					
	Tiempo de mezclado (min)					
	10		20		30	
Rapidez (rpm)	superficie	fondo	superficie	fondo	superficie	fondo
50	34.84	20.59	20.97 (2)*	37.31 (2)*	30.41 (4)*	37.26 (4)*
75	14.11	38.01	13.02 (3)*	13.19 (3)*	11.81	49.61
100	6.29 (1)*	31.62 (1)*	22.57	35.17	59.16	47.22

\*El número entre paréntesis hace alusión al experimento mostrado en la Tabla 4.3

Al analizar la Tabla 4.5 se encontró que, igualmente, las probabilidades promedio ( $n = 3$ ) más grandes corresponden a las partículas introducidas en el fondo del mezclador. Esto significa que aumentar o disminuir la carga del mezclador no modifica la mejor ubicación para agregar un micro

ingrediente. Las probabilidades más altas se obtuvieron en los experimentos con una carga de 500 g. Cabe mencionar que en todos los experimentos se tuvo una probabilidad mayor de 5 %, lo que indica que en una operación de mezclado con los niveles establecidos de los factores se obtienen mezclas con una uniformidad satisfactoria, es decir, el mezclado se considera completo. Estos resultados coinciden con los encontrados por Gijón-Arreortúa (2016), quien, al trabajar con las mismas rapidezces de rotación del impulsor, encontró que la concentración de sacarosa, usada como trazador químico en mezclas con almidón de maíz normal, de las muestras a partir de los 10 min de mezclado fue homogénea para el mismo impulsor usado aquí.

Tabla 4.5. Probabilidades de chi cuadrada para las partículas con una carga de 500 g.

	P(X > x) (%), 6 grados de libertad					
	Tiempo de mezclado (min)					
	10		20		30	
Rapidez (rpm)	superficie	fondo	superficie	fondo	superficie	fondo
50	23.98	24.00	38.42 (2)*	48.69 (2)*	23.39 (4)*	34.95 (4)*
75	12.75	32.62	15.47 (3)*	15.12 (3)*	26.34	14.21
100	38.75 (1)*	40.69 (1)*	19.46	32.02	32.83	49.92

\*El número entre paréntesis hace alusión al experimento mostrado en la Tabla 4.3

El comportamiento de la variable de respuesta, probabilidad de chi cuadrada, es no lineal respecto a los niveles de las condiciones de operación. Este comportamiento se puede atribuir a la naturaleza cohesiva del azúcar glas. La uniformidad depende ampliamente de las propiedades físicas del sólido particulado (Krzaczek, 2020). Por lo tanto, se altera la variabilidad de las muestras. Sin embargo, en el nivel más alto de la rapidez de mezclado, 100 rpm, sí hay un aumento en la variable de respuesta conforme se incrementa el tiempo de mezclado, según se observa en la Tabla 4.4 para los MTs colocados en la superficie y el fondo.

Como se mencionó en la sección anterior, se realizaron experimentos con la misma cantidad de revoluciones totales. La calidad del mezclado se ve favorecida por procesos lentos, ya que, al comparar los experimentos con las mismas revoluciones, presentados en la Tabla 4.3, se observa una menor probabilidad en los procesos rápidos. Al comparar los resultados del experimento 1, 100 rpm, 10 min, con el experimento 2, 50 rpm, 20 min en la Tabla 4.4, se confirma que hay mejor

mezclado en el experimento 2. La misma comparación con los experimentos 3 y 4 muestra que las probabilidades más altas están en el experimento 4.

En cuanto a los experimentos con una carga de 500 g, en la Tabla 4.5 los experimentos 1 y 2 tienen probabilidades similares; alrededor de 39 % y 44 % para la superficie y el fondo, respectivamente. Por otro lado, al comparar los experimentos 3 y 4, se observa una mayor probabilidad para el experimento 4 para los MTs en el fondo. Este resultado se puede atribuir a la fuerza centrífuga que causa que los objetos que están en un movimiento circular aceleren en una dirección contraria al centro de su trayectoria (Braid, 2012). La fuerza centrífuga es directamente proporcional a la velocidad rotacional,  $F = mv^2/r$  (Szyk, 2022), en donde  $m$  es la masa del cuerpo,  $v$  es la velocidad rotacional y  $r$  es el radio de la circunferencia. Por lo tanto, la fuerza centrífuga es mayor en los experimentos 1 y 3. La presencia de esta fuerza en el sistema usado en esta investigación, evita que el polvo que ha sido elevado por el impulsor caiga por gravedad en dirección a su eje. De esta manera, el mecanismo de mezclado principal es el convectivo, dejando a la dispersión como un mecanismo secundario. Ambos mecanismos se representan de manera esquemática en la Figura 4.7.

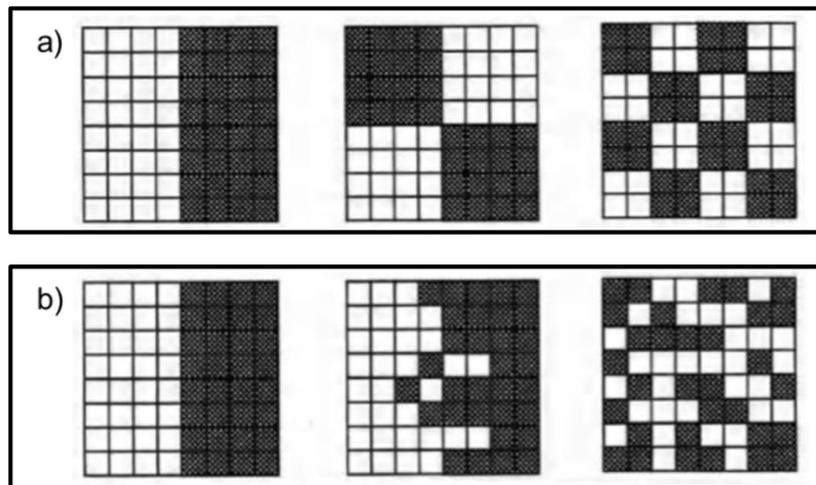


Figura 4.7. Mecanismos de mezclado: a) convección, b) dispersión (Adaptada de Mixing of solids (p. 8) de Weineötter & Gericke, 2000, Kluwer Academic Publishers. Copyright 2000 de Springer. (Adaptada con permiso).

#### 4.4. Consumo de potencia

En la Figura 4.8 se presenta el efecto de la rapidez de rotación sobre el torque para las dos cargas de 500 g y 600 g. El torque residual no se modifica con el aumento de la rapidez de rotación. La carga de 500 g muestra un comportamiento no lineal que coincide con los resultados encontrados por Gijón-Arreortúa (2016).

En la Figura 4.9 se presenta el efecto de la rapidez de rotación sobre la potencia de mezclado. En este caso la potencia aumenta de manera proporcional a la rapidez de rotación. También se observa que al aumentar la masa de polvo se incrementa la potencia.

Se compararon las probabilidades de los experimentos con las dos cargas en aquellos casos en los que se tuvo un gasto total de energía similar. Los niveles y las probabilidades se presentan en las Tablas 4.6 y 4.7. A pesar de haber consumido cantidades similares de energía, la probabilidad de  $\chi^2$ , que es el indicador de uniformidad, es más alta para los experimentos con una menor carga. Este resultado se puede deber a que es más fácil distribuir una cantidad de partículas a menor volumen de la mezcla.

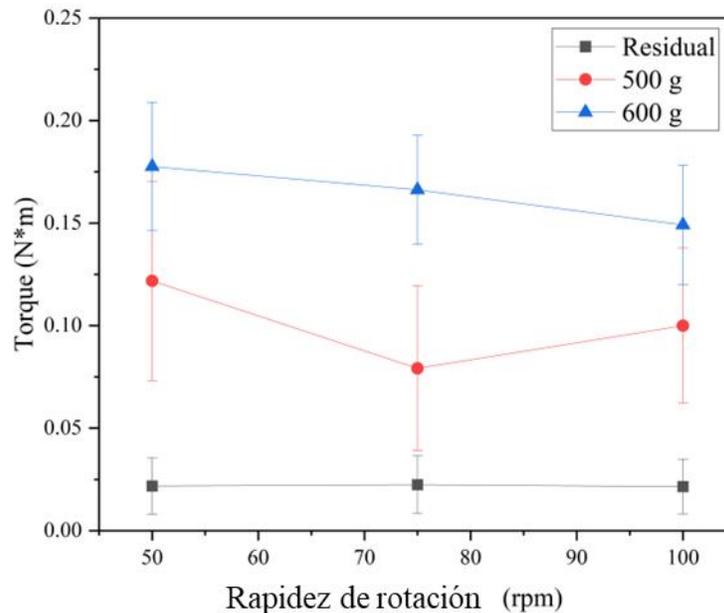


Figura 4.8. Efecto de la rapidez de rotación sobre el torque.

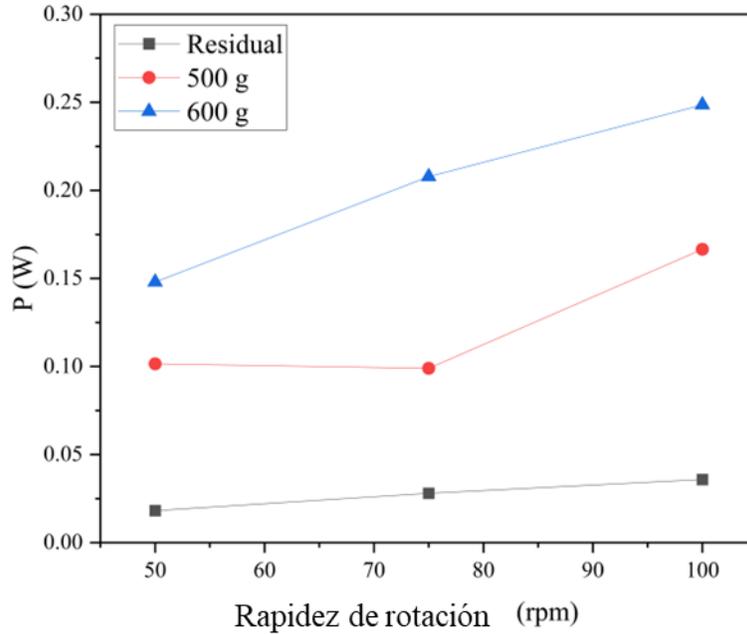


Figura 4.9. Efecto de la rapidez de rotación sobre la potencia.

Tabla 4.6. Gasto de energía de experimentos con una carga de 500 g.

			Probabilidades (%)	
Tiempo (min)	Rapidez de rotación (rpm)	Energía (J)	Superficie	Fondo
30	100	299.86	32.83	49.92
20	50	121.81	38.42	48.69
30	50	182.71	23.39	34.95

Tabla 4.7. Gasto de energía de experimentos con una carga de 600 g.

			Probabilidades (%)	
Tiempo (min)	Rapidez de rotación (rpm)	Energía (J)	Superficie	Fondo
20	100	298.31	22.57	35.17
10	75	124.67	14.11	38.01
20	50	177.57	20.97	37.31

## CONCLUSIONES

La dinámica de los micro trazadores muestra que la mejor ubicación para colocar ingredientes en este tipo de mezclador es en el fondo de la cama de polvo. Esta situación es así porque, al introducir en esta parte del mezclador los micro trazadores, los conteos de partículas en las muestras tuvieron las desviaciones estándar más bajas. Además, también fueron los micro trazadores con un mayor indicador de uniformidad que en este caso fue la probabilidad de  $\chi^2$ .

La uniformidad se alcanza más rápidamente en la dirección y, y después en la dirección r. Por otro lado, en la dirección z no se observa el alcance de un punto en el que haya el mismo conteo de partículas en las dos partes a lo largo del mezclador. Sin embargo, se concluye que sí hay desplazamiento de las partículas en esta dirección. Este comportamiento se atribuye al diseño del impulsor y en este sentido el uso de los micro trazadores puede ser de gran utilidad para mejorar este aspecto.

El comportamiento no lineal de la variable de respuesta, probabilidad de chi cuadrada, respecto al aumento en los niveles de los factores tiempo de mezclado y rapidez de mezclado, puede deberse a la naturaleza cohesiva del polvo usado aquí como medio de soporte de los micro trazadores, es decir, la azúcar en polvo.

Los experimentos con la misma cantidad de revoluciones totales muestran que la calidad de mezclado se ve favorecida por mezclados lentos, es decir, con rapidez de mezclado menores. En los experimentos con menor carga, que en esta investigación fue de 500 g, se tuvieron los mejores niveles para los indicadores de uniformidad que para los experimentos con una carga de 600 g, por lo que se concluye que se alcanza la uniformidad más rápidamente en experimentos de menor carga, debido a la facilidad de distribuir una cantidad de partículas en un menor volumen que en uno mayor.

El uso de los micro trazadores en escala pequeña como la de este trabajo, mostró ser una herramienta útil para la comprensión de la dinámica inducida por el impulsor y la evaluación de la calidad del mezclado. Por lo tanto, estas partículas no solo serían de utilidad práctica en la evaluación del macro mezclado de equipos industriales, como lo afirma el fabricante de las micropartículas, sino también en el estudio de esta operación con fines de investigación.

## REFERENCIAS

- Barashkov, N.N, Pisarenko, P.V., Krikunov, V.Y., Sakhno, T.V., & Krikunov, O.A. (2016). Ферромагнитные микротрейсеры как индикаторы качества однородности комбикормов для живодноводства и птицеводства (Micro trazadores ferromagnéticos como indicadores de la calidad de uniformidad de alimentos compuestos para ganado y aves de corral). *Зернові продукти і комбікорми* 63, I.3, 34-40.
- Barbosa-Cánovas, G.V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P. & Yan, H. (2005). *Food Powders*. Nueva York: Kluwer Academic.
- Bernotas, D. (2012). On the use of particulate distributions for determining the degree of homogeneity in feed mixtures. University of California, San Diego. <https://microtracers.com/wp-content/uploads/2020/04/B-1-Statistical-Verification-of-Micro-Tracers-Methods-2012-4-26-12-ZE.pdf>
- Bhandari, B. (2013). Introduction to food powders. In *Handbook of Food Powders*. Bhandari, B., Bansal, N., Zhang, M., & Schuck, P. (eds.) Australia: Woodhead Publishing, pp. 1-25.
- Braid, C. (2012) Why is the centrifugal force talked about so much if it's not real? [En línea] disponible en: [www.wtamu.edu/~cbaird/sq/mobile/2012/12/15/why-is-the-centrifugal-force-talked-about-so-much-if-its-not-real/](http://www.wtamu.edu/~cbaird/sq/mobile/2012/12/15/why-is-the-centrifugal-force-talked-about-so-much-if-its-not-real/) [Último acceso: 15 noviembre 2022].
- Brase, C.H. & Brase, C.P. (2009). *Understandable statistics*. 9<sup>th</sup> ed. Boston: Houghton Mifflin Company.
- Bridgwater, J. (2012). Mixing of powders and granular materials by mechanical means - A perspective. *Particuology* 10(4), 397-427.
- Corrigan, O.I., Wilkinson, M.L., Ryan, J., Harte, K., & Corrigan, O.F. (1994). The use of Microtracers® in a medicated premix to determine the presence of tiamulin in final feed. *Drug Development and Industrial Pharmacy* 20(8), 1503-1509.
- Creger, C. (1957). A study of distribution of micro-ingredients in mixed feeds. Master of Science Thesis. Kansas: Kansas State College of Agriculture and Applied Science.
- Danaei, M., Dehghankhold, M., Ataei, S., Davarani, F. H., Javanmard, R., Dokhani, A., Khorasani, S., & Mozafari, M. R. (2018). Impact of particle size and polydispersity index on the clinical applications of lipidic nanocarrier systems. *Pharmaceutics*, 10(2), 57.

- Davis, P. (1965). Gamma functions and related functions. In Abramowitz, M., & Stegun, I.A. (eds.) USA: Handbook of Mathematical Functions. National Bureau of Standards, pp. 253.
- Djuragic, O., Levic, J., Sredanovic, S., & Lević, L. (2009). Evaluation of homogeneity in feed by method of microtracers®. *Archiva Zootechnica* 12(4), 85-91.
- Eisenberg, S. & Eisenberg, D. (1992). Closer to perfection. San Francisco: Feed Management, 8-20. <https://microtracers.com/wp-content/uploads/2020/04/B-7-Closer-to-Perfection-1992-7-18-13-ZE.pdf>
- Eisenberg, S. (1987). Microingredient containing tracer (USA Patent No. 4654165).
- Ermış, E. (2021). *Food Powders Properties and Characterization*. Cham: Springer.
- Everitt, B.S., & Skrondal, A. (2010). *The Cambridge Dictionary of Statistics*. 4<sup>th</sup> ed. Cambridge: Cambridge University Press, USA.
- Fitzpatrick, J. (2013). Powder properties in food production systems. In: *Handbook of Food Powders*. Ireland: Woodhead Publishing, pp. 299-323.
- Forbes, C., Evans, M., Hastings, N., & Peacock, B. (2011). *Statistical Distributions*, 4th ed. USA: John Wiley & Sons, Inc., USA.
- Froetschner, J. R. (2007). Micro-ingredient application and equipment: Issues and advances. *Animal Feed Manufacturer's Association* 16(2), 12-19.
- Gijón-Arreortúa, I. (2016). Estudio del macromezclado mecánico de polvos cohesivos alimentarios con dos diferentes impulsores. Tesis de Doctorado. Posgrado en Ingeniería: Universidad Nacional Autónoma de México.
- GMP+ International (2021). S 9.14 – Examples of methods for measuring carry-over and homogeneity. [www.gmpplus.org](http://www.gmpplus.org)
- Hayat, M. J., & Higgins, M. (2014). Understanding Poisson regression. *Journal of Nursing Education*, 53(4), 207–215.
- Hernández, L.G., García Pérez, J., & Gaytán-Martínez, M. (2018). Tracers used in granular systems: Review. *Powder Technology* 340, 274-289. DOI: 10.1016/j.powtec.2018.09.025
- Hogg, R.V., Tanis, E.A. & Zimmerman, D.L. (2015). *Probability and Statistical Inference*. 9<sup>th</sup> ed. New York: Pearson Education, Inc.
- Illowsky, B. & Dean, S.L. (2018). Hypothesis Testing with One Sample. In *Introductory Statistics*. Houston: Open Stax. Chapter 9: pp. 505-565.

- Jillavenkatesa, A., Dapkunas, S. J., & Lum, L.-S. H. (2001). Particle Size Characterization National Institute of Standards and Technology. Special Publication 960-1. Washington. <https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/Legacy/SP/nistspecialpublication960-1.pdf>
- Johnson, N. L., Kemp, A. W., & Kotz, S. (2005). Univariate Discrete Distributions. 3<sup>rd</sup> ed. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.
- Kaye, B.H. (1997). Mixing of Powders. In: Handbook of Powder Science and Technology. Fayed, M.E., & Otten, L. (eds.). Boston: Springer, pp. 568-585.
- King, A.P. & Eckersey, R.J. (2019). Descriptive Statistics I: Univariate Statistics. In Statistics for Biomedical Engineering and Statistics. Academic Press, 1-21. DOI: 10.1016/B978-0-08-102939-8.00002-5
- Krzaczek, P., Sobczak, P., Stamirowska-Krzaczek, E., Zawislak, K., Maj, G., Żukiewicz-Sobczak, W., Piekarski, W., & Królczyk, J. (2020). Assessment of reliability of mixing process in diverse mixers. *Tehnički Vjesnik* 27(4), 1181-1185. DOI: 10.17559/TV-20190404100149
- McCoy, R.A., Behnke, K.C., Hancock, J.D., & McEllhiney, R.R. (1993). Effect of mixing uniformity on broiler chick performance. *Poultry Science* 73, 443-451.
- Merkus, H.G. (2016). Production, Handling and Characterization of Particulate Materials. Switzerland: Springer International Publishing AG. DOI: 10.1007/978-3-319-20949-4
- Meyerhof, G. (1956). Penetration tests and bearing capacity of cohesionless soils. *Journal of Soils Mechanics and Foundation Division ASCE*, 82(SM1)
- Minitab 17 Statistical Software (2010). [Computer software]. State College, PA: Minitab, Inc. ([www.minitab.com](http://www.minitab.com))
- Ortega-Rivas, E. (2012a). 'Mixing and Emulsification' en Barbosa-Cánovas, G.V., (ed.) Non-thermal Food Engineering Operations. Washington: Springer Science & Business Media, pp. 105-130.
- Ortega-Rivas, E. (2012b). 'Bulk Solids: Properties and Characterization' en Unit Operations of Particulate Solids. Florida: Taylor & Francis Group, pp. 31-97.
- Paul, E.L., Atiemo-Obeng, V.A. & Kresta, S.M. (2004). 'Solids Mixing' en Handbook of Industrial mixing. Hoboken: Wiley-Interscience, pp. 887-923.
- Peleg, M. (2005). Physical properties of food powders. In: G.V. Barbosa-Cánovas (ed.). Food Engineering: Encyclopedia of Life Support Systems. UNESCO Publishing, 105-115.

- Sakhno, T., Semenov, A., & Barashkov, N. (2020). Assessing the quality of homogeneity of pet food using ferromagnetic micro tracers. *Grain Products and Mixed Fodder's*, 20, I.2(78), 32-37.
- Siegel, A.F., & Wagner, M.R. (2022). Chi-Squared Analysis: Testing for Patterns in Qualitative Data. In: *Practical Business Statistics*. Siegel, A.F., & Wagner, M.R. (eds.). Seattle: Academic Press, pp. 531-547.
- Szyk, B. (2022). Centrifugal Force Calculator. [En línea] Available at: <https://www.omnicalculator.com/physics/centrifugal-force> [Última consulta: 10 octubre 2022].
- Thiex, N., Carlson, M., Kieffer, R., Kieffer, A., Eisenberg, D., Barashkov, N., Ramsey, C. (2019). Evaluation of the use of Microtracers<sup>TM</sup> in a proficiency testing program. *Journal of AOAC International* 102, 1-9. DOI: 10.5740/jaoacint.18-0354
- Weineötter, R., & Gericke, H. (2000). *Mixing of solids*. Regensdorf, Zurich, Switzerland: Kluwer Academic Publishers.
- Zawislak, K., Grochowicz, J., & Sobczak, P. (2011). The analysis of mixing degree of granular products with the use of microtracers. *Teka Komisji Motoryzacji I Energetyki Rolnictwa. OL PAN*, 11c, 335-342.

## ANEXO 1

### DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑOS DE PARTÍCULA DE LOS MICRO TRAZADORES

Las Figuras A.1.1 y A.1.2 muestran las distribuciones de los tamaños de partícula para los micro trazadores azul y rojo, respectivamente.

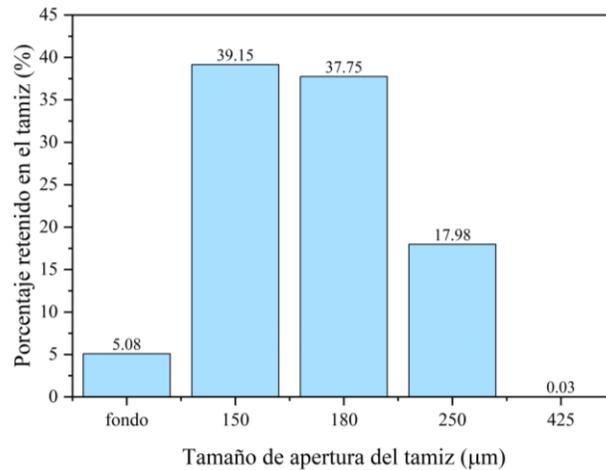


Figura A.1.1. Histograma de la distribución de los tamaños de partícula para los micro trazadores azules.

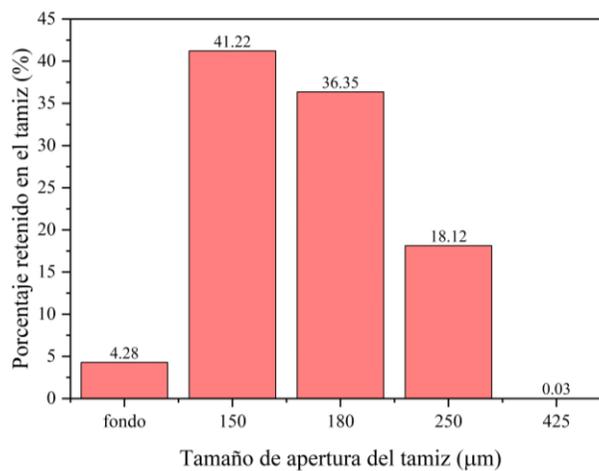


Figura A.1.2. Histograma de la distribución de los tamaños de partícula para los micro trazadores rojos.

Ambas distribuciones son muy similares entre sí. Los percentiles 10,  $D(0.1)$ , y 90,  $D(0.9)$ , de los tamaños de partícula son los mismos para ambos colores; 154 y 305  $\mu\text{m}$ , respectivamente. Esto significa que el 10 % de las partículas, de ambos colores, tienen un tamaño menor de 154  $\mu\text{m}$  y que el 90 % de las partículas, de ambos colores, tienen un tamaño menor de 305  $\mu\text{m}$ . Por otro lado, el diámetro mediano,  $D(0.5)$ , de los micro trazadores azules fue 187  $\mu\text{m}$  y el de los micro trazadores rojos 185  $\mu\text{m}$ . Esto quiere decir que 50 % de las azules tiene un tamaño menor y 50 % un tamaño mayor de 187  $\mu\text{m}$ . En el caso de las rojas el tamaño es 305  $\mu\text{m}$ . En ninguno de los dos casos, las pérdidas de los micro trazadores representaron más de 2 %, lo que significa que los resultados son representativos de la población de los MTs. Zawislak et al. (2010) reportaron que las partículas más grandes de los MTs azules tienen en promedio un tamaño de 348.23  $\mu\text{m}$  y de 260.68  $\mu\text{m}$  para las partículas rojas.

## ANEXO 2

### PROPIEDADES FÍSICAS DEL AZÚCAR GLAS

#### Humedad

El contenido de humedad se determinó en una termobalanza. Para ello se colocó 1 g de muestra y se calentó a 100 °C durante 10 min. La humedad resultante fue  $0.99 \pm 0.03$  (g/100 g).

#### Densidades

La densidad a granel ( $\rho_b$ ) se midió de acuerdo con el método descrito por Moreyra & Peleg (1980). La densidad de la partícula ( $\rho_P$ ) se determinó por el método del picnómetro líquido. La porosidad se calculó como:

$$e = \left( \frac{\rho_P - \rho_b}{\rho_P} \right) 100.$$

La densidad compactada se determinó en un instrumento en el que se levanta una probeta que contiene el polvo a una altura de 15 mm, y se deja caer de manera repetida hasta que se reacomodan las partículas (Tabla A.2.1).

Tabla A.2.1. Densidades del azúcar glas (Gijón-Arreortúa, 2016).

$\rho_b$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\rho_P$ (kg/m <sup>3</sup> )	e (%)	$\rho_T$ (kg/m <sup>3</sup> )
$463 \pm 14$	$1406 \pm 86$	67.06	$624 \pm 13$

#### Tamaño de partícula y distribución de tamaños

El tamaño de partícula y la distribución de los tamaños de partícula del azúcar en polvo se determinó en un equipo de difracción de rayo láser. El diámetro mediano,  $D[0.5]$  fue de  $20.98 \pm 0.28$   $\mu\text{m}$ , con un CV de 1.33y el índice de polidispersidad (PDI) fue de  $3.62 \pm 0.03$

con un CV de 0.73. El término de polidispersidad es usado para describir el grado de no uniformidad que tiene una distribución de tamaños de partícula (Danaei et al., 2018).

### Propiedades de flujo

El índice de compresibilidad (CI) se calculó usando el volumen inicial ( $V_0$ ) y el volumen final ( $V_f$ ) después de la medición de la densidad compactada mediante la ecuación:

$$CI = \left( \frac{V_0 - V_f}{V_0} \right) 100.$$

El CI es  $16.50 \pm 2.0 \%$  (Gijón-Arreortúa, 2016) lo que se interpreta como un polvo con una fluidez regular, que requiere de vibración para fluir.

El ángulo de reposo se consideró como aquel formado entre la horizontal y la pendiente de un montículo del polvo como se presenta en la Figura A.2.1. El ángulo de reposo fue  $55.14 \pm 0.04^\circ$ .

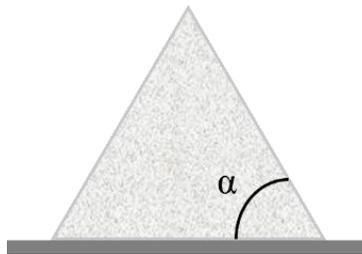


Figura A.2.1. Ángulo de reposo.

### Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas fueron evaluadas en una celda de corte (celda de Jenike) con un área transversal de  $360 \text{ mm}^2$ . Se aplicaron diferentes esfuerzos normales ( $\sigma$ ) a la parte superior de la celda y se generó el gráfico de fluencia ajustando los datos a una línea recta correspondiente al modelo de Mohr-Coulomb. El ángulo de fricción interna ( $\phi_i$ ) fue  $35.55^\circ$  (Gijón-Arreortúa, 2016), que cataloga al azúcar en polvo como un material con un acomodo de partículas de suelto a compacto (Meyerhoff, 1956). La cohesión o coeficiente de cohesión

(C) fue 2.01 kPa (Gijón-Arreortúa, 2016), lo que se interpreta como un polvo cohesivo (Barbosa-Cánovas et al., 2005). La relación entre el esfuerzo de corte ( $\tau$ ) y el esfuerzo normal está dada por la relación (Gijón-Arreortúa, 2016) con  $r = 0.9995$ :

$$\tau = \tan(\varphi_i)\sigma + C.$$

### ANEXO 3

#### **CÁLCULOS PARA EL ANÁLISIS DE SIGNIFICANCIA ESTADÍSTICA EN LOS CONTEOS DE MICRO TRAZADORES COLOCADOS EN DIFERENTES UBICACIONES DEL MEZCLADOR**

Los cálculos presentados en las Tabla A.3.1 a A.3.5 se realizaron usando la Ecuación 1.4. Los grados de libertad se calcularon considerando ocho muestras y un solo parámetro previo necesario ( $\chi^2$ ), de lo cual se tiene la resta  $8 - 1 = 7$ , es decir, 7 grados de libertad. En este caso, los conteos de las partículas de micro trazadores colocados en la superficie son los datos esperados y los conteos de los micro trazadores colocados en el fondo son los datos observados. Estos conteos son el promedio por ubicación de muestreo, de las tres réplicas por cada experimento. La hipótesis nula fue que no hay diferencia entre los conteos. Se planteo esta hipótesis porque es de interés conocer si el menor conteo en las partículas colocadas en el fondo se debe a una zona muerta en esta área del mezclador.

Se consideraron las partículas colocadas en la superficie como los datos esperados debido a que el menor conteo fue el de las partículas colocadas en el fondo, lo que podría representar irregularidades. El nivel de significancia fue de 0.05.

El propósito de este análisis es revisar si la diferencia entre los conteos de las partículas colocadas en las diferentes ubicaciones es estadísticamente significativa. Esto implica que se conozcan los conjuntos de datos esperados y observados, de manera que no se requiera de la media como parámetro previo necesario, en contraste con el cálculo realizado para analizar la calidad de mezclado, en donde sí se involucra la media (véase la Ecuación 1.8). En este tipo de análisis la media es requerida porque se analiza la uniformidad de los conteos con respecto a su promedio. Esto hace que los grados de libertad se calculen como el número de datos menos 2 parámetros previos necesarios, es decir, el estadístico  $\chi^2$  y la media.

Ninguna diferencia fue estadísticamente significativa debido a que en ningún caso la probabilidad por debajo de la cola izquierda fue mayor de 95 %, el valor crítico de  $\chi^2$  es de 14.07, es decir, la probabilidad por debajo de la cola izquierda de 14.07 es de 95 %.

En la Ecuación (1.4), usada para calcular el valor de  $\chi^2$ , el numerador es la resta entre los valores observados y los esperados, por lo que, a mayor diferencia entre estos, mayor será el valor del estadístico  $\chi^2$ . El propósito de estos cálculos es analizar si el valor de  $\chi^2$  real supera

el valor crítico de  $\chi^2$ , ya que esto representaría una diferencia estadísticamente significativa entre el conteo de los MTs colocados en la superficie y en el fondo. Esta prueba también se puede realizar observando si la probabilidad por debajo de la cola izquierda es mayor de 95 %. De ser así, habría diferencia estadísticamente significativa entre los conteos de las partículas colocadas en diferentes ubicaciones.

Tabla A.3.1. Cálculos para determinar la significancia estadística entre las ubicaciones de introducción los MTs, con una carga de 600 g, una rapidez de rotación de 100 rpm y un tiempo de mezclado de 30 min.

	Esperados	Observados		
Posición de muestreo	MTs colocados en la superficie	MTs colocados en el fondo	$(O_i - E_i)^2$	$((O_i - E_i)^2)/E_i$
1	108	95	169	1.565
2	104	97	49	0.471
3	114	93	441	3.868
4	101	100	1	0.010
5	113	100	169	1.496
6	107	98	81	0.757
7	102	93	81	0.794
8	106	91	225	2.123
			Chi cuadrada	11.084
			Probabilidad por debajo de la cola izquierda $P(X < x)$ (%)	86.499

Tabla A.3.2. Cálculos para determinar la significancia estadística entre las ubicaciones de introducción los MTs, con una carga de 600 g, una rapidez de rotación de 100 rpm y un tiempo de mezclado de 20 min.

	Esperados	Observados		
Posición de muestreo	MTs colocados en la superficie	MTs colocados en el fondo	$(O_i - E_i)^2$	$((O_i - E_i)^2)/E_i$
1	92	99	49	0.533
2	93	93	0	0.000
3	83	89	36	0.434
4	96	100	16	0.167
5	97	94	9	0.093
6	81	88	49	0.605
7	82	92	100	1.220
8	92	94	4	0.043
			Chi cuadrada	3.094
			Probabilidad por debajo de la cola izquierda $P(X < x)$ (%)	12.380

Tabla A.3.3. Cálculos para determinar la significancia estadística entre las ubicaciones de introducción los MTs, con una carga de 600 g, una rapidez de rotación de 100 rpm y un tiempo de mezclado de 10 min.

Posición de muestreo	Esperados	Observados	$(O_i - E_i)^2$	$((O_i - E_i)^2 / E_i)$
	MTs colocados en la superficie	MTs colocados en el fondo		
1	127	107	400	3.150
2	117	114	9	0.077
3	102	107	25	0.245
4	114	111	9	0.079
5	104	105	1	0.010
6	112	97	225	2.009
7	90	100	100	1.111
8	101	99	4	0.040
			Chi cuadrada	6.720
			Probabilidad por debajo de la cola izquierda $P(X < x)$ (%)	54.138

Tabla A.3.4. Cálculos para determinar la significancia estadística entre las ubicaciones de introducción los MTs, con una carga de 500g, una rapidez de rotación de 100 rpm y un tiempo de mezclado de 30 min.

Posición de muestreo	Esperados	Observados	$(O_i - E_i)^2$	$((O_i - E_i)^2 / E_i)$
	MTs colocados en la superficie	MTs colocados en el fondo		
1	63	66	9	0.143
2	72	69	9	0.125
3	68	62	36	0.529
4	66	68	4	0.061
5	62	66	16	0.258
6	54	65	121	2.241
7	65	65	0	0.000
8	62	66	16	0.258
			Chi cuadrada	3.615
			Probabilidad por debajo de la cola izquierda $P(X < x)$ (%)	17.707

Tabla A.3.5. Cálculos para determinar la significancia estadística entre las ubicaciones de introducción los MTs, con una carga de 500 g, una rapidez de rotación de 100 rpm y un tiempo de mezclado de 10 min.

Posición de muestreo	Esperados	Observados	$(O_i - E_i)^2$	$((O_i - E_i)^2) / E_i$
	MTs colocados en la superficie	MTs colocados en el fondo		
1	67	70	9	0.134
2	65	66	1	0.015
3	58	59	1	0.017
4	62	60	4	0.065
5	59	72	169	2.864
6	70	63	49	0.700
7	63	56	49	0.778
8	52	60	64	1.231
			Chi cuadrada	5.804
			Probabilidad por debajo de la cola izquierda $P(X < x)$ (%)	43.724