

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERIA
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA



TÉSIS
FACTORES MECANICOS QUE AFECTAN LA HOMOGENEIDAD DE LA
FORITIFICACION DE AZUCAR CON VITAMINA "A". EVALUACION Y
MODELO EXPERIMENTAL

TÉSIS
PRESENTADA A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

OTTO FRANCISCO ALVARADO AGUILAR

AL CONFERIRSELE EL TÍTULO DE
INGENIERO QUIMICO

GUATEMALA, MAYO DE 1997

08

+(3945)

C. 4

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

Cumpliendo con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de tesis titulado:

FACTORES MECÁNICOS QUE AFECTAN LA HOMOGENEIDAD DE LA FORTIFICACIÓN DE AZÚCAR CON VITAMINA A, EVALUACIÓN Y MODELO EXPERIMENTAL

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química.



OTTO FRANCISCO ALVARADO AGUILAR



UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

MIEMBROS DE LA JUNTA DIRECTIVA

DECANO:	Ing. Herbert René Miranda Barrios.
Vocal 1o.	Ing. Miguel Ángel Sánchez Guerra
Vocal 2o.	Ing. Jack Douglas Ibarra Solórzano
Vocal 3o.	Ing. Juan Adolfo Echeverría Méndez
Vocal 4o.	Ing. Víctor Rafael Lobos Aldana
Vocal 5o.	Ing. Wagner Gustavo López Cáceres
SECRETARIO:	Inga. Gilda Marina Castellanos de Illescas

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO:	Ing. Julio Ismael González Podszueck
EXAMINADOR:	Ing. Williams Álvarez Mejía
EXAMINADOR:	Ing. Julio Chavez Montufar
EXAMINADOR:	Inga. Telma Cano Morales
SECRETARIO:	Ing. Francisco Javier González López

Guatemala, 18 de Enero de 1997.

Ingeniero
Julio Chávez Montúfar
Director Escuela Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Presente.

Estimado Ingeniero Chávez.

Para su consideración y revisión presento a usted el informe final de la tesis del Br. Otto Francisco Alvarado Aguilar, carnet 8511688, titulada: FACTORES MECANICOS QUE AFECTAN LA HOMOGENEIDAD DE LA FORTIFICACION DE AZUCAR CON VITAMINA "A". EVALUACION Y MODELO EXPERIMENTAL. Este trabajo fue realizado bajo mi supervisión.

Esperando que el informe enviado llene los requerimientos exigidos por su unidad académica para este tipo de trabajo.

Atentamente,


Dr. Victor Quiroa
Asesor.

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
Biblioteca Central



FACULTAD DE INGENIERIA

Escuelas de Ingeniería Civil, Ingeniería
Mecánica Industrial, Ingeniería Química,
Ingeniería Mecánica Eléctrica, Técnica
y Regional de Post-grado de Ingeniería
Sanitaria.

Ciudad Universitaria, zona 12
Guatemala, Centroamérica

Guatemala, 10 de abril de 1,997.

Ingeniero
Julio Chávez Montúfar
Director Escuela Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Presente.

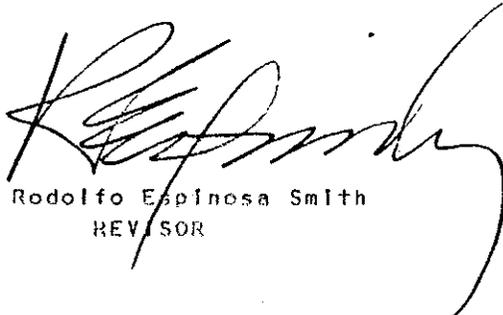
Estimado Ingeniero Chávez.

Por medio de la presente hago de su conocimiento, que he revisado el Informe Final de Tesis titulado: **FACTORES MECANICOS QUE AFECTAN LA HOMOGENEIDAD DE LA FORTIFICACION DE AZUCAR CON VITAMINA "A". EVALUACION Y MODELO EXPERIMENTAL**, del estudiante **Otto Francisco Alvarado Agullar**, de la cual dejo constancia de mi aprobación, para proceder a la autorización del respectivo trabajo.

Sin otro particular me suscribo de usted.

Atentamente,

ID Y ENSEÑAD A TODOS



Ing. Rodolfo Espinosa Smith
REVISOR



FACULTAD DE INGENIERIA

Escuelas de Ingeniería Civil, Ingeniería
Mecánica Industrial, Ingeniería Química,
Ingeniería Mecánica Eléctrica, Técnica
y Regional de Post-grado de Ingeniería
Sanitaria.

Ciudad Universitaria, zona 12
Guatemala, Centroamérica

El Director de la Escuela de Ingeniería Química, Ing. Julio Chávez Montúfar, después de conocer el dictamen del Asesor con el Visto Bueno del Jefe de Departamento, al trabajo de tesis del estudiante Otto Francisco Alvarado Aguilar, titulado: FACTORES MECANICOS QUE AFECTAN LA HOMOGENEIDAD DE LA FORTIFICACION DE AZUCAR CON VITAMINA "A". EVALUACION Y MODELO EXPERIMENTAL, procede a la autorización del mismo.

Ing. Julio Chávez Montúfar
DIRECTOR
ESCUELA INGENIERIA QUIMICA



Guatemala, 21 de mayo de 1,997.



FACULTAD DE INGENIERIA

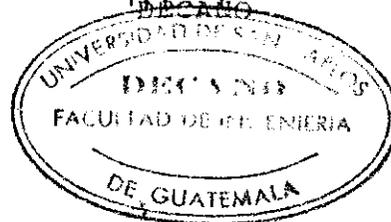
Escuelas de Ingeniería Civil, Ingeniería
Mecánica Industrial, Ingeniería Química,
Ingeniería Mecánica Eléctrica, Técnica
y Regional de Post-grado de Ingeniería
Sanitaria.

Ciudad Universitaria, zona 12
Guatemala, Centroamérica

El Decano de la Facultad de Ingeniería, luego de conocer la autorización por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al trabajo de Tesis titulado: **FACTORES MECANICOS QUE AFECTAN LA HOMOGENEIDAD DE LA FORIFICACION DE AZUCAR CON VITAMINA "A". EVALUACION Y MODELO EXPERIMENTAL** del estudiante **Otto Francisco Alvarado Aguilar** procede a la autorización para la impresión de la misma.

IMPRIMASE:


Ing. Herbert Miranda Barrios



Guatemala, 21 de mayo de 1,997.

DEDICATORIA

DEDICO EL PRESENTE TRABAJO A:

A mi abuelito:

Juan Francisco Alvarado Chimeno

Mis padres:

Joel Miguel Alvarado Melgar

Berta Aguilar González

A mis hermanos:

**Joel
Roberto
Mari-Ahn
Claudia**

A mis sobrinos:

**Olga
Paola
Roberto
Carlos
Joel**

AGRADECIMIENTOS

Agradezco el éxito del trabajo de tesis a los ingenieros químicos Víctor Quiroa e Irma Peláez, sin quienes no se hubiera terminado ésta tesis.

Eternamente agradecido.

A Juan Carlos Aguilar por ayudarme en la redacción y en la impresión de esta tesis.

INDICE

	Pagina
Resumen.....	i
Introducción.....	ii
Antecedentes.....	iii
Justificación.....	iv
Objetivos.....	v
Hipótesis.....	vi
1. Definición y caracterización de los sólidos.....	1
1.1 Porque la mezcla de sólidos.....	1
1.2 Constancia dinámica de un sólido.....	1
1.3 Efectos de la carga electrostática.....	2
1.4 Amplio tamaño de rangos.....	4
1.5 Importancia del efecto de superficie.....	5
1.6 Forma de fluir: Lubricación.....	6
1.7 El mecanismo de mezclado de sólidos.....	7
1.8 Ayuda de la acción al azar.....	7
1.9 Necesidad de una visión cerrada.....	8
1.10 Mecanismo de segregación.....	9
1.11 Para prevenir la falta de homogeneidad.....	13

1.12	Caracterización de una mezcla satisfactoria.....	12
1.13	La mezcla optima.....	13
1.14	Que se puede tolerar.....	14
1.15	limites de las mezclas teóricas.....	16
1.16	La cantidad critica.....	16
1.17	Reconocimiento de las partículas clave.....	18
1.18	Opciones para evitar la falta de homogeneidad.....	20
2.	Fortificación de azúcar con vitamina A.....	29
2.1	Definición.....	29
2.2	El fortificante y el vehículo de fortificación.....	29
2.3	Proceso de fortificación.....	30
2.4	Estabilidad del retinol.....	33
2.5	Precauciones.....	33
2.6	Producción de la premezcla.....	35
2.6.1	Preparación.....	36
2.6.2	Materiales.....	36
2.6.3	Procedimiento y formulación.....	36
2.6.4	Procedimiento.....	39
2.6.5	Control de calidad.....	41
2.7	Preparación de azúcar fortificada.....	41
2.7.1	Introducción.....	41

FRANCISCA

2.7.2 Método de agregado automático.....	42
2.7.3 Procedimiento.....	42
3. Resultados.....	49
3.1 Caracterización del azúcar.....	49
3.2 Premezcla (Mezclador tipo V).....	51
3.3 Dosificador.....	52
3.4 Trazador.....	53
4. Discusión de resultados.....	59
4.1 Dosificador.....	59
4.2 Premezcla (Mezclador tipo V).....	60
4.3 Trazador.....	62
Conclusiones.....	vii
Recomendaciones.....	viii
Bibliografía.....	ix
Apéndice.....	x
Glosario.....	xi
Determinación espectrofotométrica del palmitato de retinol	xii
en azúcar fortificada	
Unidades del sistema internacional.....	xiii
Tablas de valores experimentales	xiv
Tabla 1. Valores experimentales de la vitamina A.....	xiv
en el dosificador	

Tabla 2.a Valores experimentales de la vitamina A.....vx
en el mezclador tipo V e índices de mezclado

.Tabla 2.b Valores experimentales de la vitamina A.....xvi
en el mezclador tipo V e índices de mezclado

Tabla 2.c Valores experimentales de la vitamina A....xvii
En el mezclador tipo V e índices de mezclado

Tabla 3. Valores experimentales de partículasxviii
Coloreadas en el mezclador de tambor

Gráfica 1. Índice de mezcla del mezclador tipo Vxix
versus el tiempo(corrída 1)

Gráfica 2. Índice de mezcla del mezclador tipo V.....xx
versus el tiempo(corrída 2)

Gráfica 3. Índice de mezcla del mezclador tipo V.....xxi
versus el tiempo(corrída3)

Gráfica 4. Índice de mezcla del mezclador tipo V....xxii
versus el tiempo(corrída 4)

Gráfica 5. Resultados de azúcar fortificada en el ...xxiii
dosificador Test A

Gráfica 6. Resultados de azúcar fortificada en el...xxiv
dosificador test B

Gráfica 7. Resultados de azúcar fortificada en el. xxv
dosificador test C

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
BIBLIOTECA DE SAN CARLOS DE GUATEMALA

RESUMEN

El presente trabajo evalúa el proceso de mezclado en la dosificación de vitamina "A" en azúcar de consumo en Guatemala.

Se determinan los puntos en donde se lleva a cabo el mezclado en la industria azucarera, los cuales son, el dosificador, el mezclador gravitacional tipo "V" y un tercer experimento a nivel de laboratorio con un trazador coloreado.

Los modelos obtenidos permiten afirmar que la premezcla si es homogénea ya que el progreso de la mezcla sugiere un grado de uniformidad en la mezcla. El dosificador puede replicar correctamente el mecanismo de adición de la vitamina en el túnel de secado no se consigue una uniformidad de la mezcla, se puede esperar cualquier valor de concentración de vitamina "A", no pudiéndose establecer un modelo experimental, el hecho de que si se encuentra vitamina "A" en cualquier muestra tomada al azar se corrobora con los resultados del trazador coloreado observándose que cualquier muestra tomada contiene varias partículas de vitamina "A" pero en dosificaciones no reproductibles.

INTRODUCCIÓN

Grandes esfuerzos se han efectuado en Guatemala, para reducir la hipovitaminosis de vitamina "A", la industria azucarera ha conseguido establecer los métodos y el equipo necesario para efectuar la dosificación.

Sin embargo, muchos factores que influyen en el mezclado de partículas sólidas, no se pueden medir en el mezclador en sí, los resultados y las conclusiones se parten en tres análisis, uno en el mezclador gravitacional tipo "V" donde se efectúa la premezcla, el segundo se efectúa al final del proceso de la fabricación de azúcar, donde un túnel de secado sirve como mezclador, antecedido este por un dosificador que vierte la premezcla al azúcar cruda que viene de la fabricación de los cristales.

Se pudo encontrar un modelo experimental de mezclado en el mezclador gravitacional, no así, en el túnel de secado, que por conveniencia se llamará a lo largo de este trabajo como dosificador. Las concentraciones varían de punto en punto de la toma de muestras, que son completamente al azar, esperándose la misma posibilidad de encontrar vitamina "A" en cualquier quintal que salga de la fábrica, y que cuando el consumidor final tome una cucharadita de azúcar que encuentre ahí dicha vitamina.

Se puede decir que tal como está el proceso de dosificación, según los análisis reportados , no hay una uniformidad de la concentración, afirmándose que si existe vitamina en cualquier muestra; esto se corroboró con el trazador, donde se efectuó un conteo minucioso de partículas coloreadas, asumiéndose que en cada partícula se puede encontrar impregnada la vitamina "A".

Se sugieren al principio de la tesis, un marco teórico, para que el lector se familiarice con los diferentes temas y definiciones del mezclado, se puede observar los diferentes factores que intervienen en una mezcla, y que muchas de ellos no pueden medirse, sino que se suponen sus efectos en las mezclas.

En el presente trabajo, con el modelo utilizado, la vitamina "A" es la partícula clave del proceso, y la cantidad crítica se toma como parte del método. El tercer experimento, el trazador, por conteo se puede determinar que 17 partículas de azúcar (cristales) equivaldrían a aproximadamente 0.009 miligramos de vitamina "A" puesto que los cristales no son del mismo tamaño, el conteo pudo ilustrar el hecho que: los análisis espectrofotométricos tienen una validez limitada.

Si hay vitamina "A" en la mezcla pero no es uniforme y por el método actual , los factores mecánicos, tal como el diseño del mezclador y limitaciones

que éste tiene en la industria de mezclado, da un mezclado muy suave, los cristales de azúcar necesitan más energía para mezclarse homogéneamente.

iv

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE CHALCHULULA
Biblioteca 1271534

ANTECEDENTES

El proceso de fortificación de azúcar con vitamina "A" en Guatemala consta de dos etapas: la primera de 1975-77 y la segunda de 1988 al presente. Durante la primera etapa, se logra la emisión de la legislación y reglamentación necesaria (Decreto No. 56-74) con fecha 28 de Junio de 1974. Modificado por el decreto 145-87 y apoyado con el reglamento SP-6-105-74 que hacía mandatorio la fortificación del azúcar de Consumo Nacional con Vitamina "A" a concentraciones de 13-17 ppm. a partir de la zafra 93-94, a la actualidad los rangos de concentración de azúcar fortificado con vitamina "A" van de 10-20 ppm. según acuerdo gubernativo número 497-93 de fecha 24 de Septiembre de 1993.

La vitamina "A" seleccionada para la fortificación es palmitato de retinilo 250 CWS Cool Water Soluble (soluble en agua fría) preparado por Hoffman La Roche de Basilea, Suiza. Es un producto miscible en agua y es un microencapsulado que contiene gelatina y estabilizante.

La concentración de Vitamina "A" es de 250,000 UI por gramo.

En las tablas de composición de alimentos, la unidad de la vitamina "A" es generalmente la unidad internacional (UI). Sin embargo, los niveles de Vitamina "A" se expresan convencionalmente en microgramos (μg) de retinol.

En esencia, no existe riesgo de insuficiencia o de toxicidad de vitamina "A" cuando la ingesta de la dieta proveniente de los alimentos totaliza 10000 U.I. de vitamina A por día, Sin embargo, ingestas significativamente mas elevadas de retinol poco antes o inmediatamente después de la concepción pueden tener efectos teratogénicos.

Por esta razón la OMS (1982 y el IVAGG (1980) indican que se pueden suministrar complementos diarios de 3000 ER (10000 UI) de vitamina "A" sin efectos nocivos en cualquier etapa del embarazo. (Sin embargo, el suministro complementario de vitamina "A" durante el embarazo debe considerarse únicamente en el caso de mujeres que se sabe tienen una ingesta insuficiente).

La concentración de vitaminas que ha de utilizarse en el vehículo alimentario(azúcar en nuestro caso), debe basarse, en información sobre el consumo per cápita del alimento en los diferentes grupos sociales y económicos y en las distintas regiones ecológicas.

Desde 1974 la ley hace mandatorio la fortificación univerrsal del azúcar para consumo interno con palmitato de retinol, a 27.5 (u/g, equivalente en retinol a 15 ug/g aprox. 50 UI).

Este nivel fue calculado con base en el requerimiento diario de preescolares (300 ug aprox. o 10000 UI de retinol aproximadamente) y al consumo promedio de azúcar de este grupo poblacional en el área rural (20 g de azúcar de consumo diario por persona).

Estos datos revisten gran importancia puesto que el suministro de poca o escasa vitamina "A" determinará la ineficacia del programa, en tanto que el exceso no solamente es un desperdicio, sino que puede superar los máximos permisibles, provocando daños a la salud como fue indicado.

Durante las zafras 93/94 y 94/95 se determinaron las eficiencias de la dosificación de vitamina "A" en azúcar de consumo en Guatemala llegándose a la conclusión de que sí es posible fortificar azúcar con vitamina "A" en el rango de 10-20 ppm si se modificaba (Ref. 20, pp.28):

- a) Preparado de mezcla
- b) Dosificador con servomecanismo
- c) Control de fortificación
- d) Mejorar métodos de análisis.

La mezcla de sólidos es el proceso vital para la fortificación de azúcar con vitamina "A", es necesario que los profesionales de la ingeniería química profundicen y comprendan más sobre esta Operación Unitaria. Para ello se utilizan los parámetros obtenidos en la tesis: "Determinación del grado de eficiencia de la actual dosificación de vitamina "A" en el azúcar de consumo en Guatemala y, alternativas para su mejoramiento" en donde se plantean las siguientes situaciones: Mezcla no homogénea en premezcla y azúcar fortificada, y de ahí se plantea la situación de estudiar la no homogeneización de vitamina A con azúcar desde otro punto de vista.

JUSTIFICACIÓN

El proceso de fortificación del azúcar de consumo con vitamina "A", es un proceso de mezclado de partículas sólidas, controlada por leyes empíricas, obtenidas a base de la experiencia. Un tratamiento teórico de esta operación involucra un gran número de variables, tales como: a) tamaño; b) forma de la partícula; c) humedad del azúcar y d) parámetros asociados al tipo de mezclador utilizado.

El tratamiento del problema de mezcla involucra los siguientes tópicos:

1. El significado de la calidad de la mezcla de los componentes expresado en términos numéricos, llamado "Coeficiente de mezclado".
2. El conocimiento del valor mínimo de mezcla aceptable.
3. Propiedades físicas: la densidad, la forma y la distribución del tamaño de la partícula.

Así como una mezcla es un "sistema aleatorio", se esperaría que la definición de calidad de una mezcla no se más que la aplicación de la teoría estadística.

En la introducción se refirió a la homogeneidad de la mezcla y su medida, los cuales son, probablemente, uno de los factores de más controversia en el estudio de mezclado.

Según balance de materiales en los ingenios en estudio: Concepción, Pantaleón, Santa Ana, Madre Tierra, Santa Teresa e San Diego, la pérdida aparente de vitamina "A" oscila entre 66.2 y 18.7%, (Ref.20, pag. 25), se pudo determinar que el proceso de fortificación empieza a sufrir fallas durante la dilución de la premezcla con el azúcar sulfitado. Resultados que pueden explicarse por: mala elaboración de la premezcla y mala homogeneización de la premezcla azúcar-premezcla.

OBJETIVOS GENERALES

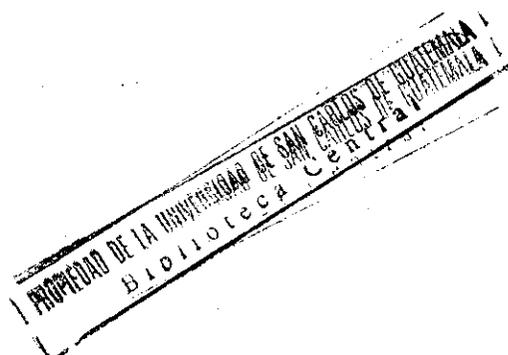
- Determinar los factores mecánicos que afectan la homogeneidad de la fortificación de vitamina "A".

ESPECIFICOS

a) Desarrollar un modelo para cada uno de los parámetros de la fortificación de azúcar.

b) Realizar un diagnóstico de la situación de fortificación, zafra 95/96.

c) Determinación de parámetros involucrados en el mezclado.



HIPÓTESIS

La fortificación de azúcar con vitamina "A" es un proceso exclusivamente físico; entonces es posible determinar el conjunto de factores mecánicos adecuados para el proceso homogéneo de fortificación.

1. DEFINICIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE LOS SÓLIDOS

1.1 MEZCLA DE SÓLIDOS

La operación de mezclado tiene siempre un papel importante en las artes caseras, ciencias domésticas y en la industria.

Algunas tendencias recientes tiene mas atención al mezclado como una operación química comercial.

1.2 CONSTANCIA DINÁMICA DE UN SÓLIDO

La constancia relativa de un sólido: el volumen y el tamaño pueden así adoptarse mediante un trabajo práctico característico de un partícula sólida.

Hay de pocas situaciones en la naturaleza en la cual esta constancia es absoluta. Los cambios pueden ocurrir . Algunos de estos cambios , como la expansión térmica y la concentración , tienen un significado en grandes masas , enlozas de concreto, por ejemplo. Otras como la adsorción de una mezcla tienden a tener mas pronunciados efectos en partículas pequeñas con grandes radios o superficies con respecto al volumen. El fenómeno natural que afecta a pequeñas partículas sólidas mas significativamente pueden ser enumeradas y algunos de sus efectos descritos. La "fuerza mecánica" puede quebrar una partícula. Es posible, en algunos

partícula. Es posible, en algunos casos, producir una multitud de partículas pequeñas. Mas frecuentemente, fuerzas mecánicas son puestas en acción cuando la acción es abrasiva o erosiva. Minúsculas piezas de material pequeños en el rango de las mismas partículas, son separados de la superficie, dependerá del tamaño de las partículas envueltas, su elasticidad, no friabilidad, y sus fuerzas mecánicas puestas en marcha.

Algunas veces, fuerzas mecánicas tienden a formar pequeñas partículas juntas y agrandarse. Las caras son forzadas a ligarse íntimamente dando una fuerza adhesiva esto puede ocurrir en la ausencia de otro material como un agente lazo. A altas temperaturas puede deformarse o tener la apariencia de un plástico.

La tendencia de ciertos materiales a unirse y aglomerarse a altas temperaturas, algunos termoplásticos o de apariencia termoplástica pueden presentar viscosidad en la superficie a altas temperaturas.

La densidad puede se aumentada o disminuida. La superficie de las partículas puede ser cubierta, usualmente, esto promueve adherencia a partículas adyacentes produciendo aglomeración, sin embargo, dependiendo de la naturaleza del efecto de cubrimiento, este efecto puede quitar el cubrimiento opuesto de adsorción algunas veces lubricando las partículas las cuales no se adhieren con sus vecinas.

1.3 EFECTOS DE LA CARGA ELECTROSTÁTICA

Efectos electrostáticos enmascarados en grandes masas, tienen una profunda influencia en el comportamiento de partículas pequeñas. Esto, además, es una consecuencia directa de una relativa cantidad de área de superficie presente comparada con la masa del material.

Es posible delinear una zona límite entre el fenómeno electrostático observado cuando las partículas son atraídas o repelidas por cargas a la atracción fundamental molecular que conducen al comportamiento de sólidos.

En el caso de partículas extremadamente pequeñas la misma deficiencia y exceso ocurren en áreas localizadas.

Actualmente éstas fuerzas no pueden ser medidas fácilmente pero su existencia es deducida de la observación de diferentes clases de partículas, las cuales proceden de numerosos estudios de laboratorio. Partículas pequeñas que flotan libremente en el aire responden a fuerzas electrostáticas, así se puede estudiar su comportamiento.

Materiales en polvo plástico, por ejemplo, que fluyen libremente en un estado sin carga pueden proporcionarles carga electrostática por agitación o mezclado mecánico. Este trabajo mecánico desordena el balance del estado de electrones en la superficie de las partículas. Inmediatamente, la masa del material cambia su naturaleza y cesa de fluir libremente. Las partículas son adheridas unas a las otras, y forman aglomerados.

Con el tiempo, en ausencia de un trabajo ulterior, las fuerzas de atracción que ganan los aglomerados juntos tienden a relajarse un poco. Cualquier factor que promueva el flujo de electrones, como humedad, se promovera la relajación de las fuerzas de atracción.

Partículas de dos diferentes materiales con cargas acumuladas del mismo signo puede producir una situación donde las fuerzas de segregación tienen una intensidad remarcable. Esto puede hacer virtualmente imposible mezclar partículas por medios mecánicos.

1.4 AMPLIO TAMAÑO DE RANGOS

El tamaño de partículas consideradas pertenecen a un rango que va desde aproximadamente un micrón hasta relativamente largas piezas de cristales. Más importante que el tamaño nominal de la partícula es el rango del tamaño de un "batch" o de un grupo. El tamaño de la distribución de las partículas puede influenciar el comportamiento de un grupo de partículas más profundamente.

Granos y pequeñas partículas tienden a segregarse ellas mismas todas las veces que ellas pasen o sufran agitación mecánica o movimiento de cualquier manera.

En la situación de flotación, las piezas largas ruedan a mayor distancia. En una situación de agitación, las partículas finas tienden a despolvorearse mientras que las

partículas grandes se colocan por gravedad.

En una mezcla de partículas finas y grandes con tamaños irregulares, las finas son capaces de soportar las partículas gruesas en el mezclado.

La densidad de partículas puede ser baja o alta. Pero su efecto es relativamente insignificante.

El factor más importante es la relación de la superficie a la masa.

1.5 IMPORTANCIA DEL EFECTO DE SUPERFICIE

La conductividad de la superficie de la partícula, es una propiedad que afecta profundamente el comportamiento entre partículas en un amplio rango de composiciones

Esta propiedad puede ser modificada de varias maneras, los buenos aisladores plásticos y otros compuestos orgánicos, tienden a ser acumuladores de carga. polvos mecánicos y gránulos de sal despliegan menos de esta tendencia, sin embargo, la naturaleza de las partículas y mezcla de partículas completamente neutras de carga, rara vez es encontrada en la práctica.

Pequeñas cargas pueden influenciar la movilidad y el comportamiento de pequeñas masas envueltas. Por esto, esta variable siempre queda como un problema que debe ser combatido.

1.6 FORMA DE FLUIR: LUBRICACIÓN

La lubricación de partículas pueden no ser definidos en términos precisos, algunos tipos de partículas pueden fluir mas rápidamente que otras bajo las mismas condiciones aunque sus formas, densidad, superficie aparente y tersura puedan ser iguales. Esta cualidad de fluibilidad en una masa de partículas sólidas corresponde rigidamente a la viscosidad del fluido.

Muchos materiales tienen mas fluidez, que algunos aglomerados en las partículas mezcladas.

Se torna demasiado dificultoso palpar los aglomerados mecánicos porque se encuentran su camino rápidamente al fondo del contenedor eludiendo contacto con muchos tipos de invenciones mecánicas diseñadas.

Materiales que aparentemente no pueden fluir pueden hacerse fluir, por suspension , en este estado son movibles.

1.7 EL MECANISMO DE MEZCLADO DE SÓLIDOS

La acción al azar es una herramienta y se utiliza en la mezcla de sólidos, debe considerarse la fuerza y el mecanismo que trabaja con la distribución al azar.

1.8 ACCIÓN AL AZAR

Acción al azar es la herramienta que ayuda a ejecutar una mezcla. En gases, la energía cinética, promueve mezclado. Los líquidos son mezclados por movimiento al azar e interacciones intramoleculares que son usualmente aceleradas por mezcladores mecánicos.

Para los sólidos el proceso es análogo, pero hay muchos factores trabajando que inhiben el flujo al azar.

El equipo de mezclado para sólidos cae dentro de dos clases generales. Un tipo empuja el material con paletas o segmentos. El otro usa gravedad para impulsar el fluido. Deflectores con frecuencia son incorporados dentro de los mezcladores gravitacionales incrementando en la complejidad de los caminos de flujo.

La teoría prevé que, muchos grupos de partículas sólidas son movidas al azar en la presencia de uno y otro, inevitablemente será imposible mantener el material segregado, las partículas tenderán a mezclarse.

Cuando la mezcla es completa, cada constituyente estara uniformemente distribuido mezclado con otro tipo de partícula. La teoría de la acción al azar usualmente trabaja en la práctica.

1.9 NECESIDAD DE UNA VISIÓN CERRADA

Se puede incrementar el estándar de excelencia en mezclado, sin embargo, esto obliga a tomar una visión cerrada de la perfección de las mezclas y poder ser ejecutada.

Un reconocimiento del movimiento al azar, no modificado por otro mecanismo fundamental, puede obtener una distribución al azar de partículas.

Pero una distribución al azar no es la misma teoría que una mezcla perfecta. Sin embargo, una mezcla perfecta, es poner cada partícula donde pertenece pieza por pieza en un esquema preestablecido.

La idea de poner una distribución al azar es basada en la asunción que otros ímpetus no son aplicados a las partículas. Esto raramente se consigue en la práctica. Casi siempre, otros factores afectan el trabajo, pueden promover segregación o mezcla. Cualquiera de estos mecanismos tienden a invalidar o a modificar, el movimiento al azar en la teoría de mezclado.

1.10 MECANISMOS DE SEGREGACIÓN

Los mecanismos de segregación que interfieren con el movimiento al azar de partículas operan en combinación. Los problemas industriales son resueltos minimizando uno de los mas importantes. Para propósitos de discusión, deben considerarse separadamente, bajo el pensamiento que rara vez son encontrados en alguna forma simple.

Partículas grandes y pequeñas mismo material tienden a segregarse cuando uno intenta mezclarlos con un movimiento al azar. Correspondientemente, el mismo fenómeno tiende a ocurrir cuando partículas grandes de un material pueden ser mezclados uniformemente con partículas pequeñas de otro material.

Porque las partículas grandes ganan su movilidad rotando y fluyendo sobre uno y otro y las partículas pequeñas ejecutan sus movimientos más por suspensión airada, las partículas finas muchas veces tienden a espolvorearse.

Un remedio teórico puede ser que la mezcla se haga al vacío para que soporte a las finas.

Otras formas de combatir esta forma de segregación es usualmente al retardar el movimiento al azar inducido por el mezclador. Con una rotación retardada en el mezclador o el tratamiento de las aspas con menos fuerza. Se puede evitar el

resquebrajamiento.

Otra situación es la tendencia de las pequeñas partículas a cubrir a las grandes, otra vez, la distribución al azar es trastornado, pero puede ser de beneficio.

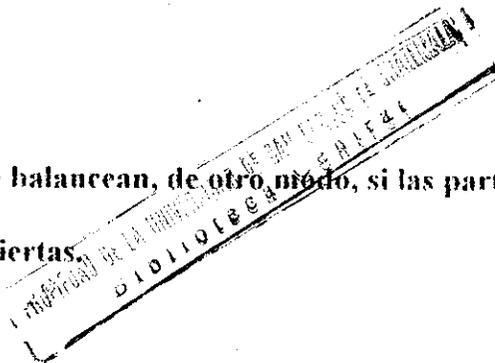
Se puede ejecutar una buena mezcla vía recubrimiento dependiendo de la proporción de los ingredientes. Los ingredientes recubiertos de tamaño uniforme de partícula, con mas superficie por libra; tenderán a ser mas recubiertos.

Los materiales que están mezclados tiene una natural atracción por los otros, sin embargo, en muchos casos semejante atracción puede ser aumentada introduciendo dentro de la mezcla un aditivo que no tendrá un deteriorador que afecte el proceso o el producto final.

Diferencias de densidad entre partículas de en esencia el mismo tamaño tiende a promover segregación.

Las partículas más pesadas tienden a asentarse en el fondo de la mezcla. Esta acción es agrabada en las partículas frescas que acaban de ser recubiertas y las partículas que son las más finas.

Diferencia de tamaño y de densidad se balancean, de otro modo, si las partículas finas son más densas que las partículas recubiertas.



Mientras el rango de las partículas densas puede ser de 10 a 1 a partícula - tamaño rango pueden ir de 100 a 1 , o de 1000 a 1. sin embargo, el radio de partícula-superficie a masa puede ajustarse fácilmente, si el tamaño de la partícula puede ser controlada.

Un "promontorio pegajoso" de partículas es un tema descriptivo que puede trastornar el camino de una distribución al azar en una operación de mezclado.

Razones para este comportamiento probablemente incluye el fenómeno de las cargas estáticas que promueve un apretado empacamiento y la extrema fineza de las partículas envueltas.

Frecuentemente, la pulverización, acción de golpeo, u otros materiales envueltos en la operación de mezclado sirve para quebrar aglomerados de constituyentes pegajosos.

Añadiendo un agente surfactante puede eliminar completamente el caracter pegajoso del material.

Sin embargo, la medición probará muchas veces el poco éxito.

Cargas electrostáticas en la superficie de las partículas constituyen la más poderosa fuerza de todos los mecanismos que trabajan en contra de la distribución de partículas en la mezcla sólida.

Mucho de los logros tradicionales de mezclado pueden ser derivados de la experiencia de líquidos, manchas y pastas. La conductividad eléctrica de muchas mezclas es relativamente alta y la fuerza necesitada para introducir un movimiento al azar.

En agudo contraste, partículas sólidas en contacto con otras o más marcadamente cuando son suspendidas como polvo exhiben baja conductividad eléctrica en sus superficies.

Las fuerza que causan, a las partículas sólidas, a moverse son extremadamente pequeñas. La carga eléctrica relativamente pequeña que existe en las partículas sólidas, pueden producir drásticos efectos. Estos son los principales agentes responsables por el fenómeno conocido como falta de inhomogeneidad.

En una mezcla binaria, por ejemplo, si todas las partículas "A" atraen a las otras y repelen a las partículas "B", es posible una perfecta separación de las A's y las B's, al final de la operación de mezclado. Al final del contenedor contendrá cerca del 100% de partículas de A o B, si el caso se diera, este sería un caso extremo.

El movimiento al azar que una mezcla imparte a sus partículas, irónicamente suficiente, sirve para hacer una falta de homogeneidad. El mezclado excesivo da:

1. Los estados de los electrones en la superficie son desbalanceados por los efectos de fricción de las partículas como ellas se restriegan entre uno y otro. El movimiento continuo induce cargas electrostáticas.

2. Este mismo movimiento dá a las partículas suficiente movimiento para que sean libres de segregarse por ellos mismos.

Fuerza electrostáticas solas pueden también ser débiles causando un movimiento a larga escala, estas fuerza son superimpuestas en una fuerza dinámica al azar.

La combinación con las fuerzas estáticas fuertes dan un mecanismo de segregación efectivo.

1.11 PARA PREVENIR LA FALTA DE HOMOGENEIDAD

Para prevenir la falta de homogenidad se consigue por diferentes rutas. La mas simple es parar el mezclado cuando la mezcla ha sido conseguida.

Una vez que la distribución al azar ha sido alcanzada, un beneficio mayor no se consigue si se dá mas movimiento al azar. Si la mezcla es susceptible al no mezclado por acumulación de carga electrostática, movimiento ulterior deshacerá lo que se ha conseguido.

Segregación de los constituyentes en diferentes regiones de la mezcla se puede prevenir si se introduce lechos en vez de que las partículas estén completamente separadas. Entonces una vez que el mezclado arranca, se puede ir completando hasta su finalización.

Si el material con cargas estáticas interfiere con la propia mezcla es posible modificar la operación previa para obtener buena ventaja.

Algunos materiales pueden ser pulverizados en mojado, así son mezclados, procediéndose después al secado.

Otro remedio es introducir un surfactante dentro de la mezcla. Se pueden aprovechar las ventajas de éste, pero teniendo cuidado ya que el surfactante húmedo puede contactar cada partícula creando otro problema de segregación.

Quizá el paso más importante que se puede dar acerca del combate de la segregación causada por las fuerzas electrostáticas es reconocer el problema.

Las partículas son movidas dentro del mezclador de forma que ellas sean libres de venir a colocarse cerca una de la otra. Este movimiento libre es esencial para el proceso de mezclado.

1.12 CARACTERIZACIÓN DE UNA MEZCLA SATISFACTORIA

En términos de calidad, una buena mezcla puede no ser siempre una "mezcla perfecta" o un arreglo disperso de partículas.

Así como una mezcla es un "sistema aleatorio", se esperaría que la definición de calidad de una mezcla no sea más que la aplicación de la teoría estadística. De hecho, sin embargo, los tratamientos estadísticos propuestos hasta el momento no cumplen a cabalidad los requisitos que satisfagan el problema. El establecimiento de la calidad mínima de mezcla que ha de satisfacer los requerimientos prácticos es el problema en cuestión y no el relacionado con la teoría a usar.

Así por ejemplo: si la experiencia muestra que una mezcla es satisfactoria para un propósito determinado, cuando la desviación estándar de un número de muestras de tamaño específico de material conocido, entonces, todas las mezclas para las cuales la desviación estándar, basada en las condiciones especificadas es aplicable, la calidad será una función de ambas calidades.

1.13 LA MEZCLA ÓPTIMA

Una mezcla perfecta es lo óptimo de una operación de mezclado. Muchas veces alcanzar una mezcla satisfactoria es dificultoso.

La calidad de la mezcla puede ser juzgada de la necesidad del producto y a través del costo.

Es siempre una tentación poder ver todo el rango de la distribución al azar de las partículas para que una mezcla sea evaluada y juzgada.

1.14 LÍMITES DE LAS MEZCLAS TEÓRICAS

El ingeniero de proceso podrá tener un plan para combatir las limitaciones impuestas por el comportamiento de partículas pequeñas.

Un concepto que ayuda a evaluar el triunfo de cualquier mezcla es la idea de la "cantidad crítica" del material mezclado, reconociendo la limitación impuesta por la geometría y la proporción podrá evaluar su mezcla en una base y poder empezar con ella.

1.15 LA CANTIDAD CRÍTICA

La cantidad crítica es la pequeña cantidad discreta de material que afectará el uso del producto. Esta es la cantidad que gobierna el punto del tamaño de la muestra.

Muestras mas pequeñas y grandes que la cantidad critica pueden ser sometidas a test de control de calidad para determinar la efectividad de la mezcla.

La cantidad crítica es la cantidad más pequeña de material en la cual los efectos de segregación o imperfecciones pueden ser detectados en el producto final.

1.16 RECONOCIENDO LAS PARTÍCULAS CLAVE

Un material clave es a menudo envuelto en una mezcla , y la relación del tamaño de las partículas clave a la cantidad crítica es muy instructivo. Partículas clave pueden ser pensadas como los ingredientes activos.

Muchas veces la concentración de las partículas claves serán muy pequeñas 1-2% del "blend mismo". Serán controladas muy minuciosamente en su preparación por una cuidadosa medida o pesada cuando la mezcla deberá ser cargada. Al multiplicar esta carga deseada de concentración por el tamaño de la cantidad crítica da la cantidad del material clave deseada.

Para un conocimiento del tamaño aproximado de las partículas que constituyen el ingrediente clave , es posible calcular el numero actual de las partículas clave deseadas en la cantidad crítica de la mezcla.

Pero para los propósitos prácticos, cualquier mezcla que podrá requerir menos de 100 partículas clave en la cantidad crítica podrá ser vista con interés. En la gráfica de la siguiente página, se muestra en una manera cualitativa la relación entre los errores probables que podrán ser esperados en una distribución al azar y el número de partículas clave/cantidad crítica.

Esta curva sirve como una guía teórica solamente porque se admite "aleatoriedad". Otro factor que debe ser calculado es el número de partículas clave/cantidad crítica

de mezcla en la cantidad crítica misma. Esto es determinado por juicio y experiencia.

Si la cantidad crítica es pequeña comparado con los requerimientos verdaderos del producto entonces exigencias severas pueden ser impuestas al el proceso.

La cantidad crítica y la respectiva toma de muestras podrá ser fijado a un valor pequeño para así saber que esta pasando en la operación de mezclado.

Cuando en los requerimientos del proceso se encuentran menos partículas claves en la cantidad crítica se debe considerar:

1. Abandonar el proceso de mezclado e introducir el material clave en otra entrada. Una cuenta de partículas o inyección de partículas puede ser trabajada desde afuera acompañando a esta.
2. El mezclado puede probar si será factible en algunos casos si el elemento clave es introducido como una solución en un liquido en vez de partículas sólidas . Algunas veces será combinado químicamente con otros compuestos para obtener los mismos resultados .
3. Estados de mezcla y técnicas por tandas para resolver las dificultades inherentes en la dispersión de pequeñas cantidades de ingredientes activos.

1.17 MUESTREO Y EXAMEN DE LAS MEZCLAS

Tomando una mezcla para chequear varios propósitos puede ser muy complejo, es

una operación guiada por la estadística. Esto puede ser tan simple como sacar con una pala de mano un pedazo de material afuera del mezclador.

Un muestreo concienzudo es necesario siempre que el mezclador el mismo tienda a segregar la mezcla.

Un ejemplo sería que un mezclador sea diseñado tal que sus bolsas o "espacios muertos" donde el movimiento al azar no puede ocurrir.

Otra situación sería un mezclador diseñado para producir mezcla al azar en un plato pero se dá un pequeño movimiento o no se dá tal movimiento a lo largo del eje .

En los casos anteriores el propósito de muestreo puede tomar dos caminos:

- 1. Proveer información acerca de como el balance entre las fuerzas de mezclado y de no mezclado afectarán la mezcla.**
- 2. Proporcionar datos de alguna tendencia de segregación que puede caracterizar la unidad de mezclado que se está usando.**

Por esto el término "muestra" en estos casos no significa una muestra simple de material de la muestra. La palabra muestra es usada en el sentido estadístico para dar el significado del hecho de determinar el número de puntos de muestras retiradas al mismo tiempo de diferentes partículas del lote. Cada punto de muestra es una pequeña cantidad

de material que será analizada en algún lugar. El propósito de tomar muchos puntos de muestra es muy costoso y muy tardado, el procedimiento es rara vez justificado a menos de que se agregue cualquier beneficio.

No se puede remover muestras del interior de una mezcla sin perturbarlo, por lo que se hace necesario utilizar el método del número de las "muestras hurtadas".

Las tomas de muestras se pueden hacer con unos vástagos de muestras de prueba con comportamientos que pueden ser abiertos para recibir pequeños puntos de muestras, luego cerradas otra vez y después el "ladrón" se saca del mezclador.

Para muchas clases de investigaciones, el ladrón es usado ventajosamente, pero, hay casos en que el desorden que él crea dentro de la muestra y la contaminación de iones metálicos al abrir y cerrar cuando se introduce en el punto de muestreo puede crear un valor incierto.

1.18 NÚMERO DE MUESTRAS

Si el mezclador puede impartir un completo movimiento al azar de las partículas que están dentro de él, es solamente necesario tomar muestras para chequear tendencias de segregación de la mezcla misma.

En otro punto de vista, si el movimiento de la partícula no es completamente al azar pero afectado en algunos casos por la configuración del mezclador o diseño, entonces la técnica de muestreo debe tomar en cuenta la segregación característica del mezclador como una caracterización de la segregación de partículas.

El punto donde se toma la muestra deberá ser inferior a la cantidad crítica, la mas pequeña porción de la mezcla que tendrá un significado en uso, en ambos casos se deberá tomar una pequeña porción de material.

1.19 COMPROBACIÓN DE LA MUESTRA

La máxima precisión se obtiene al contar todas las partículas de cada punto en el punto de muestra . El tamaño de un punto de muestra puede ser pequeña con respecto al tamaño de la partícula para hacer esta operación de conteo posible. Hay otro método, usualmente visual , para distinguir un tipo de partícula de otra.

Sin una tendencia de conteo actual de partículas , es de mucha ayuda ver una porción de la mezcla a través de un microscopio, desde X20 a X100 de magnificación. Un examen superficial con la vista no debe de ser subestimada como una herramienta analítica. Grandes divergencias de una buena mezcla pueden ser observadas en muchos caos con solo remover una muestra de una mezcla.

Las técnicas de laboratorio para analizar mezclas solidas incluye disolver y

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
Biblioteca en la I

remover uno de los constituyentes y pesar el residuo o medirlo de alguna manera analítica.

Reacciones químicas selectivas, para determinar cuánto de cada constituyente está presente en el punto de toma de muestra.

1.20 USO DE LA ESTADÍSTICA

Se han propuesto técnicas para guiar el muestreo y análisis de muestras de mezclas, bajo esta consideración la imagen estadística da un movimiento al azar, muchas veces este punto de vista es justificado por los hechos.

El gran uso de la estadística deriva de valores de varianzas y desviaciones estándares, es que ellos proporcionan un camino honesto (estadísticamente honesto) de comparación de resultados de la muestra.

Las comparaciones pueden ser hechas de tiempo en tiempo en el progreso de la mezcla, o realizar pruebas de laboratorio para evaluar los efectos desde una escala desde el laboratorio a una mezcla a nivel industrial.

Un camino de hacer una comparación es siempre calcular la relación entre dos variables. Las tablas que están disponibles y que facilitan el uso para determinar sea que esta relación tenga un significado real o sea que el resultado particular pueda ser visto como una consecuencia de suerte.

Es necesario mantener en mente el que muchos métodos estadísticos son basados en suposiciones que pueden no ser justificados en un trabajo de mezcla práctica.

1.21 MEZCLA DE SÓLIDOS

Mezcla de sólidos es la operación en la cual dos o más materiales sólidos en una forma particular, son dispersados al azar en un mezclador entre uno y otro por un movimiento al azar de las partículas.

Sin embargo, la mezcla de sólidos ha sido desarrollada teóricamente y prácticamente menos comparado con otros procesos, la práctica de mezclado es un arte que domina en la operación y diseño del equipo de mezclado y en la valoración de la cantidad de la mezcla.

Los aspectos importantes de la mezcla de sólidos puede ser sumerizados así:

- 1.¿ Qué es una mezcla homogénea?**
- 2.¿ Qué puede decirse si una mezcla está bien mezclada?**
- 3.¿Cómo puede una mezcla homogénea ser preparada eficientemente y económicamente?**

Una mezcla de sólidos homogénea es una en la cual la composición de los constituyentes son uniformes en los puntos de la mezcla íntegra.

1.22 CONCEPTO DEL GRADO DE MEZCLA

Un arreglo de partículas completo y ordenado en una mezcla estará lejos de ser considerada como una mezcla perfecta, aunque los puntos de muestra tomados de esta mezcla ordenada puede dar la misma composición exacta, mezcla que no puede ser obtenida por medio de una operación de mezcla convencional.

Se reportaron que se puede obtener por otras técnicas, como poner manualmente los constituyentes individuales en un orden definido, o controlar un mezclador especial diseñado para tomar los constituyentes individuales.

Para muchas aplicaciones, una mezcla al azar estadísticamente se puede obtener. La definición más común de una mezcla al azar perfecta es aquella en la cual la probabilidad de encontrar una partícula de un constituyente de una mezcla es la misma para todos los puntos en la mezcla.

Usualmente, una mezcla obtenida de un proceso de mezcla no es completamente al azar, la composición de un punto de una mezcla sólida es diferente de otros. Para entender la homogeneidad de una mezcla de sólidos, se define el índice de una mezcla de sólidos, el índice de mezcla es generalmente usado para medir el grado de falta de homogeneidad.

El índice general es una característica específica de la mezcla final, es independiente del proceso de mezclado, y fácilmente determinado.

1.23 CRITERIO DEL GRADO DE FALTA DE HOMOGENEIDAD

Cerca de 30 diferentes criterios del grado de falta de homogeneidad las cuales fueron propuestas por muchos investigadores estudiando diferentes sistemas.

La diferencia de criterio revela la complejidad del proceso de mezclado, y la incertidumbre de varios conceptos y nociones en el campo de la mezcla de sólidos. Debido a la naturaleza al azar del proceso de mezclado, el análisis estadístico, ha sido el camino mas usado por todos los investigadores, el criterio es expresar en diferentes formas de la desviación estándar y de la varianza.

1.24 PARAMETROS DE MEZCLADO

El mezclado de sólidos es un proceso complejo en la cual las características de los sólidos y el equipo de mezclado y condiciones de operación pueden influir en la presencia o ausencia de mezclado. Por eso, el grado de falta de homogeneidad y el cociente de mezclado son funciones de muchas variables relacionadas a sus características y condiciones de operación. Estas variables puede ser agrupadas como sigue:

CARACTERÍSTICAS DE LOS SÓLIDOS

Distribución del tamaño de partículas

Forma de la partícula y características de superficie.

Densidad de la masa y de la partícula.

Contenido de la mezcla

Ángulo de reposo.

Coefficiente de fricción de las partículas

Friabilidad

Estado de aglomeración

Flotabilidad

CARACTERÍSTICAS DEL EQUIPO DE MEZCLADO

Dimensión del mezclador y geometría

Dimensión del agitador

Materiales de construcción y acabados de superficie.

Tipo, localización.

CONDICIONES DE OPERACIÓN

1. Peso de cada constituyente añadido.

2. Cociente del volumen de mezcla al del mezclador.

3. Método, secuencia, lugar y cociente de los constituyentes añadidos.

En el mezclado de sólidos, cada constituyente que será mezclado usualmente tienen

un rango de tamaño de partícula. Muchos de los resultados intervienen en un constituyente de tamaños inferiores o de 2 tamaños.

Ciborowski estudió la influencia del contenido de la mezcla de partículas mezcladas en cilindros horizontales, el autor dice que la relación de mezcla axial puede ser llevado , incrementando el contenido de la mezcla de las partículas proveyendo el mecanismo de mezcla de difusión. Partículas húmedas y pegajosas retardan el proceso de mezclado si se adhieren a las paredes de el mezclador o causan aglomeración.

Ángulo de reposo, coeficiente de fricción y flotabilidad están estrechamente relacionados. Las partículas sólidas que poseen pequeños ángulos de reposo exhiben buena flotabilidad y pequeños coeficientes de fricción. Buena flotabilidad no es necesaria en una ventaja de mezcla. La segregación puede ocurrir debido a un rápido movimiento.

1.25 MECANISMOS DE MEZCLADO Y ECUACIÓN DE RELACIÓN

Para mezclas difusivas, mezcla debida a un movimiento al azar de partículas sobre una superficie fresca, Lacey expresa que $(1-M)$, donde M es el grado falta de homogeneidad, debería ser independiente del tamaño de la muestra. Sin embargo, para el caso de mezcla convectiva, mezcla debida a la transferencia de grupos de partículas adyacentes desde un lugar en la mezcla a la otra, el índice depende del tamaño de la mezcla.

Hay tres mecanismos asumidos por Lacey:

Mezcla convectiva: transferencia de grupos de partículas adyacentes de un lugar a otro en la mezcla.

Mezcla difusiva: distribución de partículas sobre una superficie fresca desarrollada.

Mezcla cortante: fijación de planos deslizantes dentro de la mezcla.

2. FORTIFICACIÓN DE AZÚCAR CON VITAMINA "A"

2.1 DEFINICIÓN

Se entiende como "azúcar fortificada con vitamina A" al azúcar blanco de mesa , a la que se le añadido un compuesto especial de retinol (vitamina "A" preformada).

El retinol es la forma, de la vitamina "A" utilizada por las células humanas y animales. Este se encuentra en forma natural en los alimentos de origen animal como lo son el hígado, los huevos y la leche y sus derivados tal como la leche entera y el queso.

Además de los productos animales , la vitamina "A" se le encuentra en las plantas que producen compuestos caratenoides pro-vitamina "A", este compuesto es transformado en retinol para su utilización bioquímica y fisiológica como la vitamina "A".

2.2 EL FORTIFICANTE Y EL VEHÍCULO DE FORTIFICACIÓN

El fortificante es el nutriente que se agrega a un alimento para que este último sirva como el medio de suministro, es decir como **VEHÍCULO DE FORTIFICACIÓN**. Para nuestro caso el azúcar es el vehículo de fortificación para el retinol.

El compuesto que se utiliza como fortificante en el azúcar es una preparación especial de palmitato de retinol , que contiene otras sustancias que incrementan la estabilidad del retinol , protegiéndolo contra el efecto del oxígeno del aire y la luz ultravioleta , para tales resultados se utiliza la operación llamada "microencapsulado" la cual transforma su forma líquida y liposoluble a sólida e hidrodispersable. Por lo tanto con el microencapsulado se le hace una capa protectora y un vehículo para el manejo de la vitamina "A", las partículas se pueden considerar en pocos micrones de tamaño. La vitamina agregada es un microencapsulado que se denomina "250 CWS" (Cool water soluble, soluble en agua fría).

2.3 PROCESO DE FORTIFICACIÓN

El proceso de fortificación con retinol se puede tratar en tres etapas:

- 1. Elaboración de una premezcla**
- 2. Dosificación de la premezcla y**
- 3. Control de Calidad**

Durante la zafra 92-93, estaba vigente el decreto ley 56-74 con fecha 28 de junio de 1974, modificado por el decreto 145-87 y apoyado por el reglamento SP-6-105-74 que hacía mandatorio la fortificación del azúcar de Consumo Nacional con vitamina "A" a concentraciones de azúcar fortificado con vitamina "A", a partir de la zafra 93/94, los rangos de concentración de azúcar fortificado con vitamina "A" fueron cambiados al

rango (10-20 ppm) según acuerdo gubernativo número 497-93 de fecha 24 de septiembre de 1993. (Ref.).

El nivel de retinol en el azúcar en el momento de producción es de 15 ± 5 mg/g. El proceso de fortificación en la primera etapa se consigue al preparar una mezcla concentrada del fortificante en azúcar , se denomina la "premezcla". Esta tiene dos propósitos

- (a) obtener un producto que impida que el fortificante se agregue al azúcar (vitamina "A") y
- (b) diluir el compuesto fortificante para facilitar su dosificación y disminuir la probabilidad de variaciones en su agregado al azúcar.

La microcápsula que contiene el retinol se adhiere a los cristales de azúcar por medio de una capa de aceite vegetal. Con el propósito de reducir la oxidación del aceite , y por consiguiente su rancidez, se agrega al mismo tiempo un antioxidante apto para consumo humano. Este agregado se hace bajo una atmósfera inerte, generalmente burbujeando nitrógeno a la mezcla del aceite con el antioxidante. Se puede observar en la figura la forma en que las partículas de vitamina "A" se adhiere a los cristales de azúcar (NUtriview, Issue 4/1995).

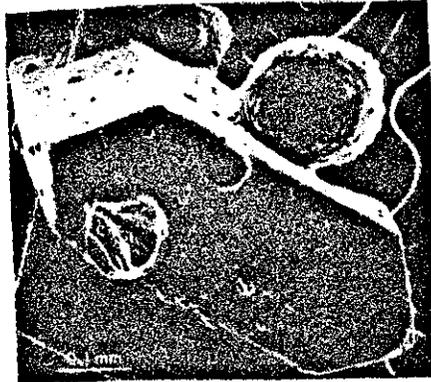


Fig. 2.1
Cristal de Azúcar
unida con perlas
de Vitamina A.

Una vez que la premezcla ha sido preparada en la planta productora, en el caso de Guatemala, hay una planta productora para dicho fin en Villanueva. Entonces se lleva la premezcla a los ingenios para su debida dosificación, la premezcla se agrega con un dosificador en forma mecánica. El propósito de ésta etapa es primordial y consiste en agregar la premezcla al azúcar en una proporción adecuada, así conseguir al final una concentración de vitamina "A" deseada.

Se consigue así una dilución 1:1000 de la premezcla, para obtener un nivel promedio de concentración final de retinol en el azúcar, más ó menos 15 ± 5 mg/g. El azúcar así fortificada es envasada, y está lista para su almacenamiento , distribución , expendio y consumo.

La parte analítica del control de calidad es importante y en el apéndice se da el último método de análisis de la vitamina "A".

2.4 ESTABILIDAD DEL RETINOL

El retinol se conserva en el azúcar fortificada sin pérdidas, cuando el azúcar es sometida por 10 minutos a 105 °C.(Ref.10). Ésta información es importante ya que generalmente la premezcla se agrega al azúcar antes de su pasó por las turbinas de secado, éstas sirven como un mezclador para la etapa final, considerando a esta turbina como un mezclador horizontal. Al considerar la temperatura que pudiera acarrear problemas con la vitamina "A" ya que es expuesta a un flujo de aire caliente con temperaturas de 65-70 °C. durante, aproximadamente, 5 minutos.

2.5 PRECAUCIONES

La premezcla contiene mil veces mas retinol que el azúcar fortificada, por lo que sus envases deben ir adecuadamente rotulados, indicando que el producto "NO ES APTO PARA CONSUMO DIRECTO", y que la gente que va a operar este producción tome muy en cuenta estas advertencias.

Para hacer notar estas precauciones se puede decir que la ingestión excesiva de retinol, especialmente durante el embarazo , puede ser peligrosa y causar malformaciones congénitas. La OMS y el IVACG que las mujeres embarazadas sean suplementadas con no más de 3000 mg/día (10,000 UI/día) de retinol. Por el hecho de que el azúcar contiene 15 mg de retinol por gramo, la probabilidad de alcanzar un consumo de 3000 mg es muy

remota; se requeriría el consumo de 200 g de azúcar por día.

A pesar que el compuesto de retinol utilizado en la fortificación del azúcar es altamente estable, tanto la premezcla como el azúcar fortificada deben manejarse adecuadamente para reducir al máximo la probabilidad de pérdida de potencia vitamínica. El almacenamiento de estos productos debe hacerse en locales bien ventilados, en temperaturas ambientes bajas a moderadas (preferiblemente menores de 25 °C.), y evitando exposición del sol, el calor, la luz directa y la humedad.

Es recomendable que la preparación de la premezcla se sincronice con la producción del azúcar fortificada, de tal forma que las cantidades de premezcla que están siendo preparadas sean utilizadas en los ingenios azucareros relativamente pronto, reduciendo al máximo tiempo de almacenamiento en bodegas. Debe asegurarse que la premezcla sea suministrada y utilizada en la secuencia en que ésta está siendo fabricada. Esto es, utilizar la regla "lo primero que es producido, es lo primero en ser utilizado"(1).

De sobrar retinol de una zafra a otra, es preferible que sea la materia prima (250 CWS) y no mezcla ya preparada, ya que la estabilidad de la primera es su envase original es muy buena. De todas formas, debe asegurarse que el fortificante sea utilizado dentro de la fecha de garantía indicada por el productor. Si se pasa esta fecha, el producto aun puede emplearse, pero su potencia vitamínica debe confirmarse analíticamente y hacerse las correcciones pertinentes. La premezcla sobrante de zafras anteriores podría utilizarse

confirmando previamente sus niveles de vitamina A y peróxidos, de tal manera que se encuentren dentro de los valores apropiados.

2.6 PRODUCCIÓN DE PREMEZCLA

La sección de producción debe acomodar a la mezcladora, las básculas, una balanza analítica, un baño de agua o estufa, y un cilindro de nitrógeno.

El envasado debe localizarse en la bodega. Debe estar instalada una báscula, una máquina selladora de los envases, un rotulador, un escritorio y un archivo para guardar los documentos de registro de producción, control de calidad y despachos.

2.6.1 Preparación

Equipo

a. Mezcladora de acero inoxidable, con una capacidad de 150 kg. En la (Fig. 2.1) se muestra el prototipo de la mezcladora y sus partes mas importantes (Fig.4.4).

b. Dos básculas con capacidad de 100 kg., una para pesar el azúcar con la que se fabricará la premezcla y la otra para pesar la premezcla durante su envasado.

Debe verificarse la calibración del equipo.

c. Balanza de laboratorio con sensibilidad en centigramos para pesar el antioxidante. Periódicamente debe verificarse su exactitud.

d. Baño de agua o estufa para calentar el aceite, preferiblemente con sistema de mezclado automático, y se incorpora un sistema de burbujeo de nitrógeno (Este

baño no se requerirá si se cuenta con la mezcladora prototipo).

e. Agitador eléctrico para mezclar el aceite y el antioxidante. (ésto no se requiere si se cuenta con el mezclador prototipo).

f. Cilindros de nitrógeno y sistema de burbujeo al recipiente para el calentamiento del aceite(esto no se requiere si se cuenta con el mezclador prototipo).

g. Dos carretillas acarreadoras con capacidad mínima de 125 kg para transportar la premezcla del sitio de producción al lugar de su envasado.

h. Máquina cosedora de las bolsas de envase.

i. Rotulador para identificar secuencialmente los envases de la premezcla.

2.6.2 MATERIALES

a. Erlenmeyer o balón de fondo plano de 2 litros para calentar

b. Probeta de 4000 ml. para medir aceite.

El aceite y el antioxidante (Este no se requiere si se utiliza la mezcladora prototipo).

c. Espátula para aplicar el antioxidante.

d. Bolsas negras de polietileno de 25 kg de capacidad y de grueso adecuado para evitar su ruptura durante el manejo de la premezcla.

e. Sacos de polipropileno de 25 kg de capacidad.

2.6.3 INGREDIENTES Y FORMULACIÓN

a. Debe ser azúcar de mesa.

- b. Palmitato de retinol 250 CWS.** El retinol para la fortificación del azúcar se encuentra en un microencapsulado que es fabricado por Hoffman-La Roche y BASF. EL prototipo es el compuesto conocido como 250 CWS, contiene 250,000 UI de retinol por gramo (75 mg/g) de donde deriva el 250 de su nombre. Las siglas CWS significan "Cold-Water-Soluble", es soluble en agua fría. El palmitato de retinol está dentro de la matriz de gelatina en combinación con antioxidantes (butil-hidroxi-anisol, BHA, y butil-hidroxi-tolueno, BHT) y otras sustancias que lo hacen hidrodispersable.
- c. Antioxidante.** El prototipo actualmente utilizado es el Ronoxán-A, producido por Hofman-La Roche, que está compuesto de di-a-tocoferol (50mg/g), palmitato de ascorbilo (250 mg/g) y lecitina (700 mg/g). El propósito de esta sustancia es reducir la velocidad de oxidación del aceite vegetal que se utiliza en la preparación de la premezcla. Debe mantenerse refrigerado ($<10^{\circ}\text{C}$), en el envase original hasta por 9 meses. Una vez abierto, el producto debe utilizarlo dentro de un mes.
- d. Aceite vegetal.** El aceite vegetal debe tener el contenido mas bajo posible de peróxidos. El nivel máximo de peróxidos especificaciones de 5 meq/kg, lo que debe confirmarse previo a su uso.
- e. Nitrógeno.** El gas inerte no es realidad un ingrediente de la premezcla, pero se requiere para reducir la oxidación del aceite vegetal.

Tabla. 2.1 Formulación para la premezcla (Nivel promedio de retinol de 16.5 mg/g).

PROPIEDAD DE LA UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
BIBLIOTECA Central

Ingredientes	% Peso	Cantidad
Azúcar	76.35	86.63
250 CWS	22.03	25.00
AntioxidANTE	0.008	0.009
Aceite vegetal	1.6	1.82
Total	100.00	113.459

TABLA # 2.2 Ingredientes y materiales necesarios para fabricación de 100,000 toneladas métricas de azúcar fortificada con vitamina "A" (Nivel promedio de retinol de 15 mg/g)

Ingredientes y materiales	Cantidad
Azúcar	76.35 kg.
250 CWS	22.03
Antioxidante	8.00
Aceite vegetal	2.0 l.
Nitrógeno	2 cilindros 100 lb.

La tabla 2.2 representa los ingredientes y los materiales consumibles para producir 100000 t (tonelada métrica) de azúcar fortificada.

Las cantidades de materiales para una cantidad dada de azúcar por fortificar

puede ser utilizada con los datos de esta tabla, empleando la siguiente ecuación:

$$\text{Cantidad de material} = Q \times \text{Producción (t)}$$

$$100,000$$

En donde Q es la cantidad de material o ingredientes que aparecen en la Tabla 2.1.

Si la producción se mide en quintales , la ecuación es

$$\text{Cantidad de material} = Q \times \text{Producción (millones qq)} \times 0.454$$

2.6.4 PROCEDIMIENTO

- a. Despejar, limpiar, organizar el área de trabajo para una mejor movilidad, seguridad y rapidez en la operación. La Fig. 1 muestra el equipo y el arreglo básico.
- b. Si la mezcladora tiene incorporado el depósito para el calentamiento, verificar que el espacio anular entre las paredes cilíndricas externa e interna del depósito este lleno con glicerina. Debido a la facilidad con que se evapora el agua, ésta no se debe usarse en lugar de glicerina.
- c. Agregar dentro de la mezcladora la cantidad adecuada de azúcar y fortificante. Se recomienda que los ingredientes se agreguen en forma de "emparedado" , es decir primero una parte de azúcar , luego el fortificante, y finalmente el resto de azúcar.

d. Mezclar por un período de 10 minutos.

e. Muestreo: tamaño de la muestra: 20 gramos

Número de muestras en cada instante de tiempo: 10

Lugares de la toma de muestra: la figura muestra los puntos para tomar la muestra (tomados al azar.) y el elemento de la toma de muestras.

f. Mientras ocurre la primera etapa de mezclado, medir con la probeta graduada la cantidad de aceite a utilizar y colocarlo en la cámara para calentamiento del aceite o en un balón de fondo plano dentro del baño de agua a 60 °C. El aceite debe burbujearse continuamente con nitrógeno.

g. Al aceite caliente agregar la cantidad necesaria de antioxidante (Ronoxán A).

Mientras se continúa el burbujeando con nitrógeno, mezclar el aceite con un agitador mecánico hasta lograr la disolución completa del antioxidante (aproximadamente 5 minutos).

h. Como la mezcladora tiene el depósito de aceite incorporado, se abre la válvula que comunica éste con la cámara de la mezcladora.

i. Continuar con la segunda etapa de mezclado.

j. Muestreo a los 5 minutos (15 minutos del proceso total de mezclado). Al igual que el inciso e.

k. Al parar la mezcla (20 minutos totales de mezclado) se vuelven a tomar muestras y se analizan igual que en el inciso e. La operación completa se lleva de 20 a 35 minutos por cada lote, no así el tiempo de mezclado.

2.6.5 ENVASADO, REGISTRO Y ENTIQUETADO

El envasado, registro y etiquetado se debe llevar a cabo recién se hace el mezclado para la posterior distribución a los ingenios.

2.6.6 CONTROL DE CALIDAD

El control de calidad utilizado para obtener la concentración de retinol en la premezcla es un análisis instrumental UV modificado que se encuentra en el apéndice. Dicha concentración de retinol se usará para los métodos estadísticos al azar de mezcla de sólidos.

2.7 PREPARACIÓN DE AZÚCAR FORTIFICADA

2.7.1 INTRODUCCIÓN

El agregado de la premezcla al azúcar es previo a las turbinas de secado. Ver Fig. 2.6.

La premezcla se agrega al azúcar en forma automática, que requiere de una máquina dosificadora que vierte la premezcla a una velocidad que corresponde a la cantidad de azúcar que pasa por el canal de conducción hasta las turbinas de secado.

2.7.2 MÉTODO DE AGREGADO AUTOMÁTICO

La Asociación de Azucareros de Guatemala (Asazgua) ha diseñado e introducido una maquina dosificadora , regulable electrónicamente (fig. 2.5) que permite ajustar la velocidad de aplicación de la premezcla a la cantidad de azúcar que pasa por el canal de conducción. Esta máquina consiste en un sistema de paletas en dirección vertical , que dosifica la premezcla en relación directa con la velocidad de rotación del mismo. Dentro del cuerpo de la mezcladora se ha colocado un ojo electrónico, que activa una luz y alarma cuando el nivel de la premezcla se encuentra por debajo de un nivel crítico dentro del cuerpo de la mezcladora. La precisión de la dosificación con este equipo es muy buena , y por la orientación vertical del tornillo se previene que la premezcla se aglomere y detenga su flujo. Sin embargo, debido a que el peso del azúcar en las fajas o canales transportadores no es siempre uniforme han surgido problemas para sincronizar la cantidad de premezcla que se agrega, lo que tiende a reducir la uniformidad de la concentración final de retinol. Por lo tanto, todavía no se ha logrado la óptima distribución de vitamina A en el azúcar. No obstante se están considerando opciones para solucionar este problema de sincronización. Una de ellas es la colocación de uno o varios "ojos" electrónicos sobre el canal de conducción, a una altura tal que el rayo entre el emisor y el receptor sensible sólo pase cuando la capa de masa de azúcar sobre la faja esté por debajo de un nivel crítico, indicando que no está pasando suficiente cantidad de azúcar por la faja. Al bloquearse el rayo, el dosificador recibe una señal que

acciona su funcionamiento , y viceversa. Otra opción es un sistema electrónico que responda al paso del azúcar que pasa por la faja transportadora.

Mientras se encuentra la solución ideal, se recomienda que los dosificadores, tengan un sistema de alarma que alerte cuando el nivel de premezcla en la tolva esté por agotarse. Debe designarse un operario específicamente adiestrado para vigilar (a) que el flujo de la premezcla del dosificador sea regular, (b) que la salida del dosificador no se obstruya cuando está pasando azúcar por la banda de conducción y (c) que efectivamente la dosificación de la premezcla se interrumpa cuando no esté pasando azúcar.

2.7.3 PROCEDIMIENTO

La toma de muestras de azúcar fortificada se hace completamente al azar y se hace del número de muestras llegadas al laboratorio, para hacer un análisis estadístico se toman las muestras de 1 quintal de azúcar y se hacen varios juegos de muestras y se analizan en conjunto con los procedimientos descritos en el siguiente capítulo.

Figura 2.2
VISTA GENERAL DEL SISTEMA DE PRODUCCIÓN DE PREMEZCLA

Máquina mezcladora **a**. Baño para calentar el aceite **b**.
Balanza para pesar el antioxidante **d**. Báscula para pesar el azúcar
Carretilla acarreadora **f**. Bolsa de polipropileno en donde se forma
el "sandwich" azúcar-retinol **g**. Polea para trasladar el sandwich a la
entrada de la mezcladora **h**. Probeta para medir el aceite **i**. Cilindro
de nitrógeno.

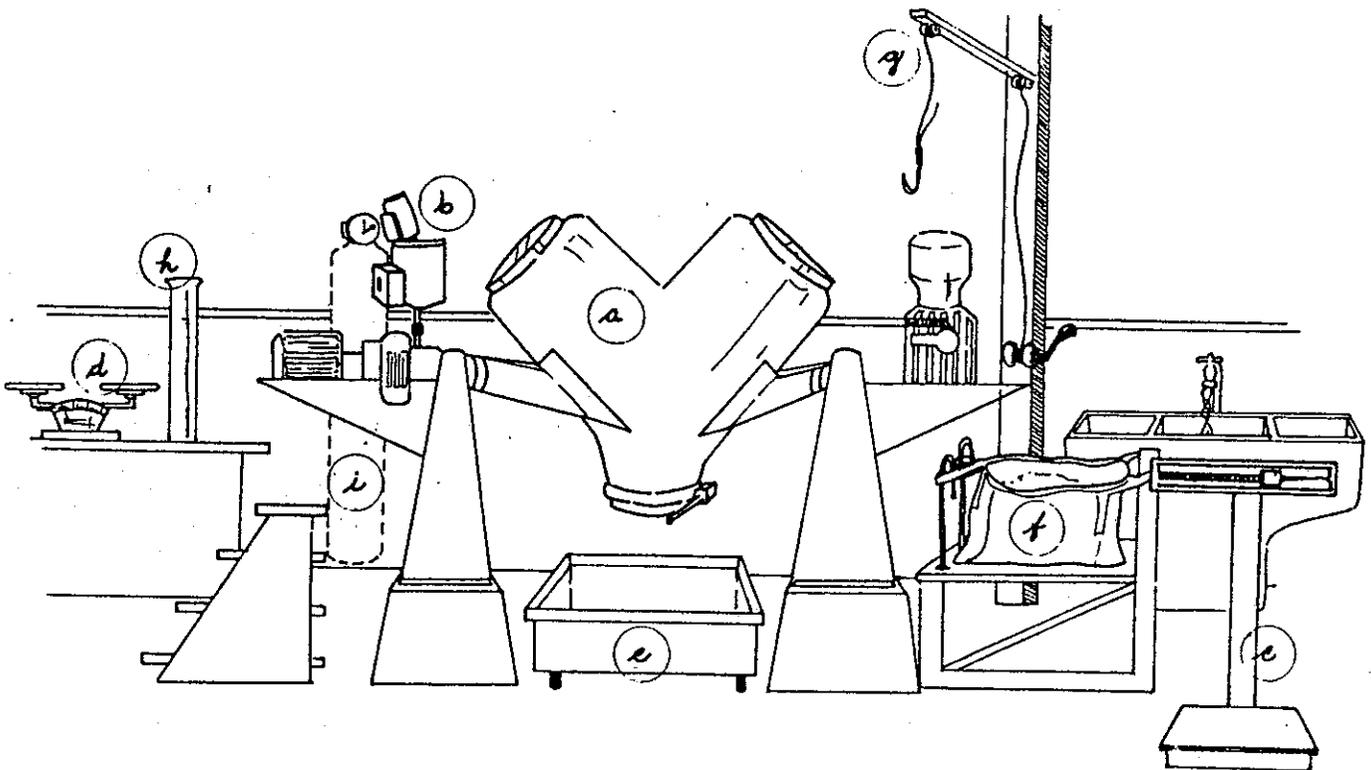


Figura 2.3
PROTOTIPO DE MEZCLADORA PARA PRODUCIR PREMEZCLAS
DE AZÚCAR-VITAMINA A

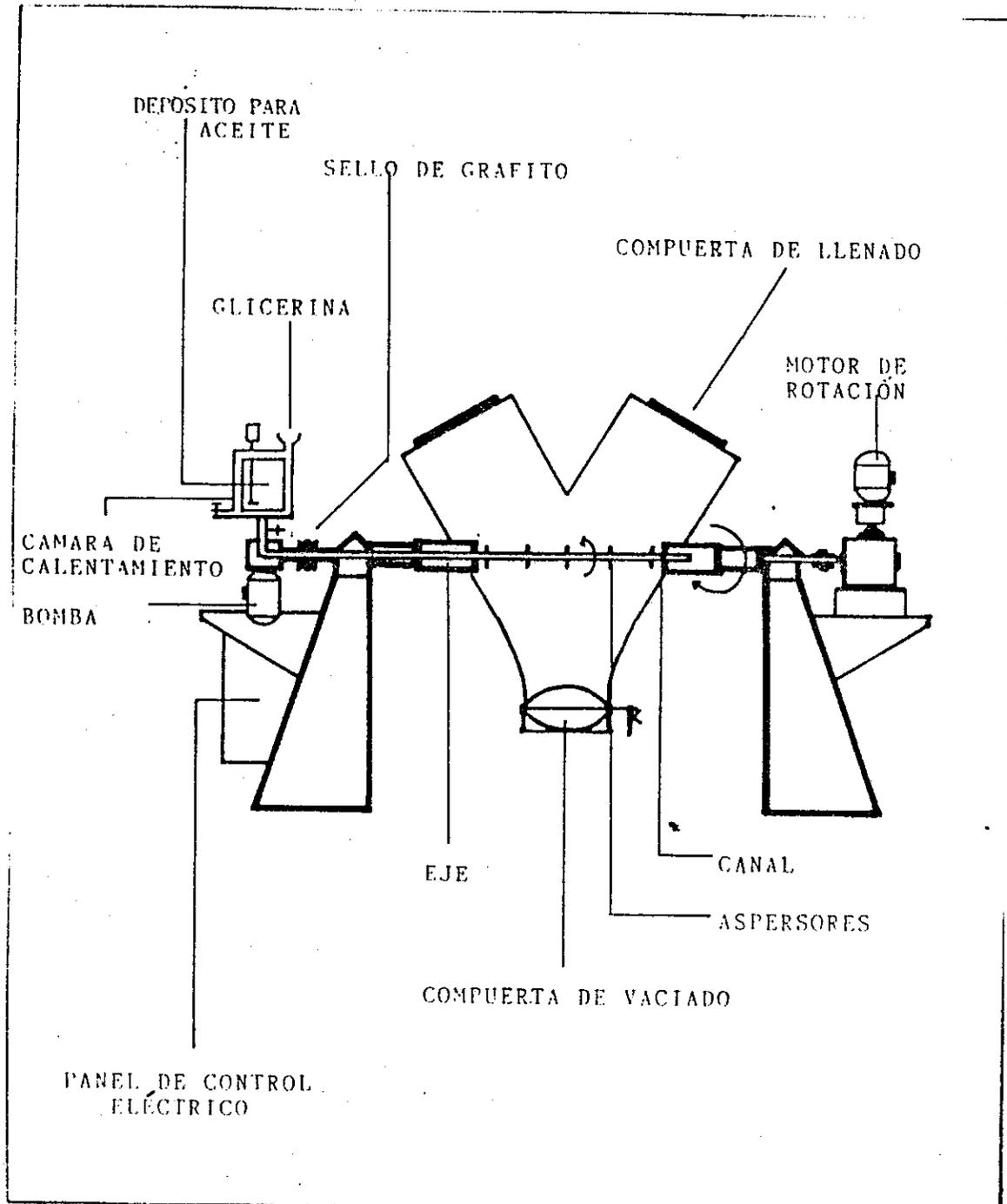


Figura 4.4

DETALLE DEL DEPÓSITO PARA EL ACEITE

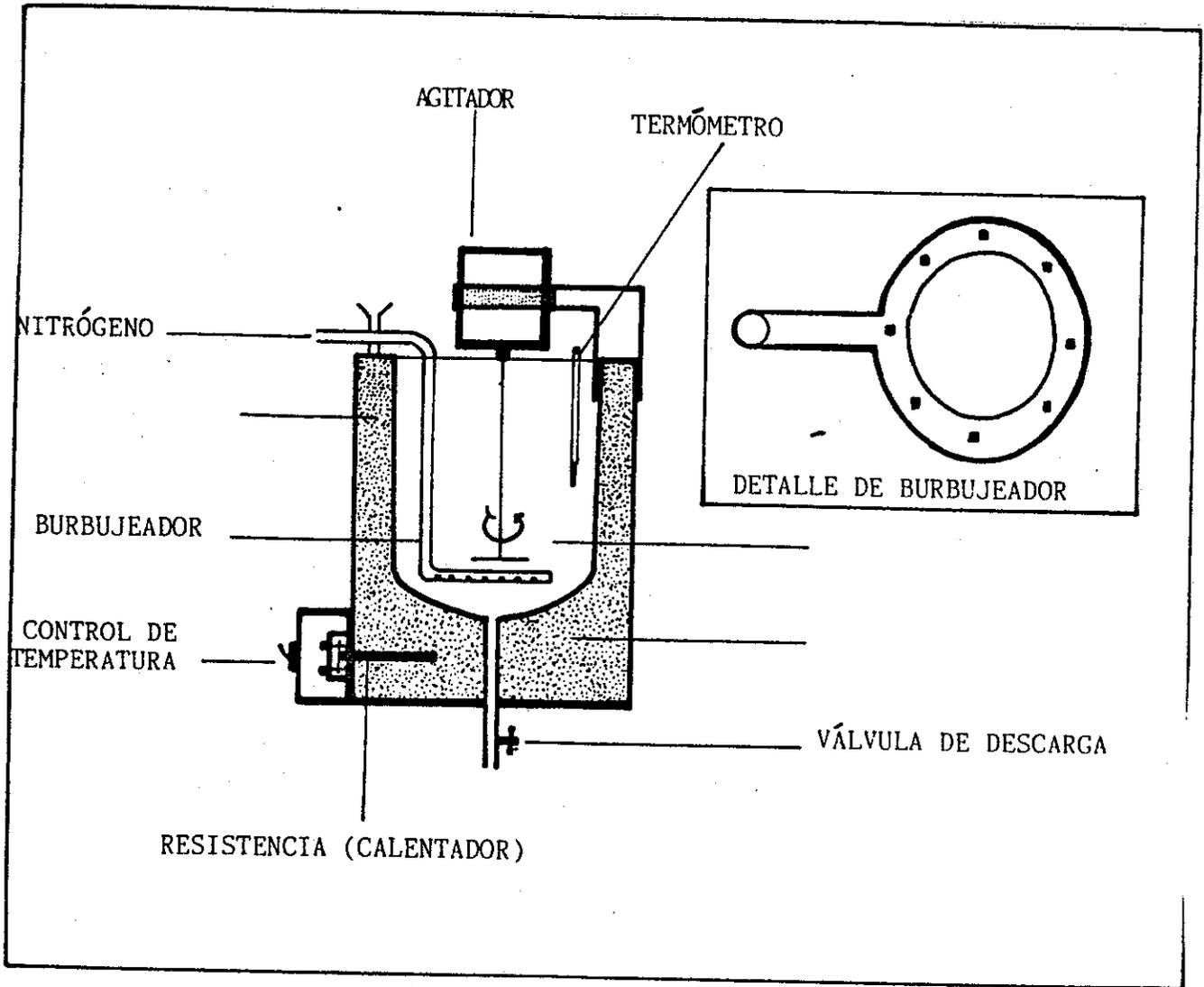


Figura 2.5 ·
DIAGRAMA DE LOS PUNTOS POSIBLES DE AGREGADO
DE LA PREMEZCLA EN LA PRODUCCIÓN DE AZÚCAR

Dentro de las centrifugas

En el canal de conducción entre las centrifugas y las turbinas de secado.

En el canal de la conducción entre las turbinas y las tolvas de envasado.

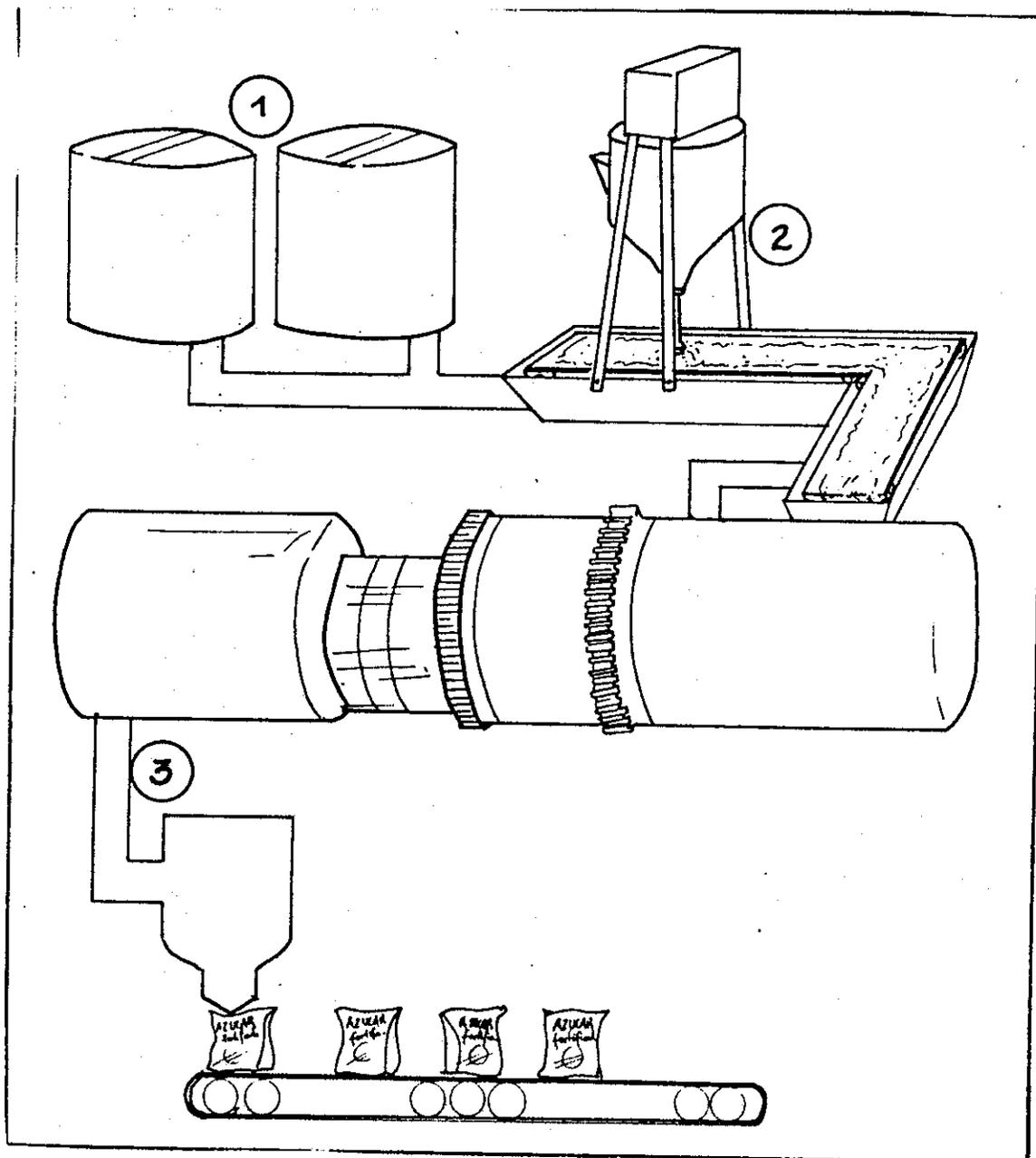
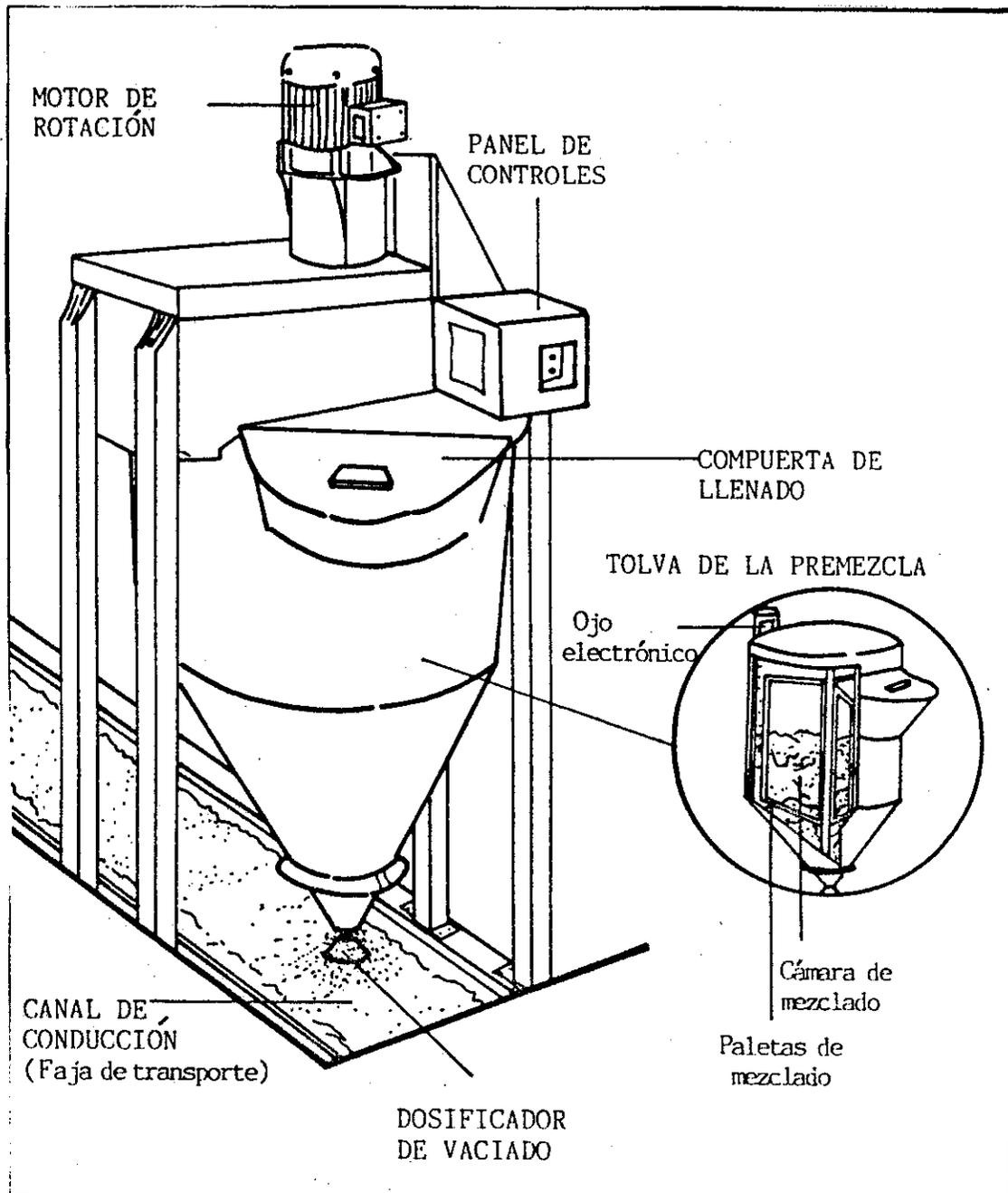


Figura 2.6
EJEMPLO DE MÁQUINA DOSIFICADORA CON CONTROL ELECTRÓNICO



3. RESULTADOS

3.1 CARACTERIZACIÓN DEL AZÚCAR

En el capítulo 1 se mencionaron las características que describen un sólido y que son importantes desde el punto de vista de la operación de mezclado.

A continuación se describe la forma en que se mide cada una de las características de un material sólido, en este caso cristales de azúcar, otras características se encuentran en la bibliografía (Ref. 5).

A partir de la granulometría se calcula el diámetro medio de la partícula (D_s) y el volumen de la partícula.

La forma del gránulo es el tipo cristal (Ver Fig. 2.1).

El tamaño de la partícula fue medido por el método de tamizado, con este método se obtiene la distribución del tamaño de partícula del azúcar granular, usando un tamizador Cenco y los tálices estándar número 16, 30, 50, 100 y 200. Se grafica el porcentaje de masa vrs. tamaño de partícula (μm) donde C partículas muy finas y ultrafinas , NC partículas gruesas.

A partir de la distribución de partícula se calcula el diámetro promedio volumen

$$\text{superficie } D_s = 6 / I_s A_w (p) \quad (3.1)$$

y

$$A_w = (6 I (s (p) ((/ D_n) \quad (3.2)$$

Sustituyendo A_w en la ec. 4.1, se tiene:

$$D_s = 1 / (((n / D_n) \quad (3.3)$$

El volumen de la partícula (V_p) se calcula sumiéndola una esfera así:

$$V_p = 1 / 6 (D_s)^3 \quad (3.4)$$

Tabla 3.1 CARACTERIZACIÓN DEL AZÚCAR GRANULAR

Característica	Azúcar
Pureza	97 %
Forma	Cristales cúbicos
Tamaño de partícula	
Retenido Malla 16	0.4
Malla 30	48.65
Malla 50	47.65
Malla 100	2.9
Malla 200	0.36
Pasa Malla 200	0.01
Diámetro promedio	566 μm .
Volumen promedio	9.49 E-2
Densidad aparente g/ml.	0.8621
Conductividad superficial	Leve
Friabilidad	Poco
Aglomeración de partículas	No hay
Contenido de humedad	0.1 %
Ángulo de reposo	± 29
Cohesividad	No cohesivo

3.2 RESULTADOS DE MEZCLADO

Se tienen tres análisis de mezclado de sólidos, un primer análisis es para el mezclador tipo V (Fig. 2.3) para el cual se analiza el progreso de mezclado. El segundo

análisis es de las propiedades estadísticas de la premezcla y el azúcar granular.

Un tercer análisis es un análisis estadístico utilizando un trazador para observar las partículas coloreadas al final de la mezcla.

3.2.1 MEZCLADOR TIPO V

El análisis del progreso de mezclado, la relación en la cual el grado de mezclado cambia con el tiempo, el método de describir esto es la variabilidad de la concentración de vitamina A ($\mu\text{g/g}$) de azúcar en las muestras tomadas de diferentes lugares en el mezclador (Ver Fig. 2.5).

La verdad es que la "mezcla perfecta" no se consigue. 99.73% de las muestras de una distribución normal caen entre 3δ de la media.

Así esta mezcla perfecta da $3\delta\alpha = 1.38$ y así $\delta\alpha = 0.4655$.

En las páginas siguientes se muestran las tablas 3 y 4 en las cuales se observan los resultados de las concentraciones del componente sobre el cual se efectuaron los ensayos analíticos y concentración de vitamina "A", para cada una de las diez muestras tomadas del mezclador a los diferentes instantes de tiempo 10, 15 y 20 minutos.

En la tabla se señala los valores promedio (\bar{X}) y la desviación estándar (s) de las diez muestras obtenidas a un tiempo dado.

Al final de la tabla, aparecen los valores de los tres índices de mezcla: M1, M2 y M3 (ver Apéndice). A partir de los valores e índices de mezcla, se procedió a elaborar las gráficas 10, 11 y 12 en donde se puede observar la evolución del mezclado con respecto al tiempo, para dichas gráficas se utiliza M3.

3.2.2 DOSIFICADOR

El criterio para juzgar la calidad de la mezcla es medir la aproximación a una idealidad estadística.

Decisión versus hipótesis pueden ser representadas gráficamente por el siguiente diagrama:

Hipótesis alterna

Decisión	H ₀ : Mezclado	H ₁ : No mezclado
Mezclado	No hay error	Tipo II
No mezclado	Tipo I	No hay error

Estos errores no son completamente eliminados, pero puede ser llevados cerca de cero si se incrementa el tamaño de la muestra.

Los intervalos de confianza y límites de tolerancia son descritos en la bibliografía (Ref. 7), y casi siempre son análisis de error tipo I y no es mayor del 5 y del 10%. El error tipo II nunca se considera, o sea el control de la aleatoriedad de una condición de inhomogeneidad aunque a través de los análisis de las muestras indican una condición de mezclado. Este aspecto de la mezcla de sólidos no se describe en la bibliografía.

Una expresión cuantitativa de la variación de la media de la población se da matemáticamente a través de la varianza, definida como la desviación cuadrada de la media.

Las variables al azar C_i , son puestas dentro de la relación S_p^2/δ^2 la cual tiene una distribución de frecuencias aproximada de $\chi^2/(m-1)$ con $(m-1)$ grados de libertad. El valor esperado de este cociente es la unidad cuando el sistema está perfectamente mezclado.

En la bibliografía se encuentra δ^2 para sólidos que forman una mezcla binomial, siendo imposible medir esta variable en el caso de la vitamina A, se tratará de hacer un análisis estadístico de las medias y de las desviaciones de 7 tests de muestras. A a G, para la concentración de vitamina A en el azúcar, observándose que la vitamina A es el material crítico.

Cualquier mezcla tendrá alguna proporción especificada en algún punto. Esta proporción puede tomarse como el promedio verdadero de la población. Así este test de hipótesis puede considerarse como el siguiente: la media del sistema iguala la media precalculada vrs. la media alternativa (hipótesis nula); la media del sistema se desvía de la media precalculada por una cantidad tolerable.

Admitiendo un porcentaje intolerable que está entre C_1 y C_2 , donde C es el blanco precalculado, o la concentración ficticia, y $C_1 < C < C_2$.

En el caso usual $|C - C_2| = |C - C_1|$.

Además, la aproximación normal puede ser usada sin introducir un error serio.

Entonces

$$|t_\alpha| + |t_\beta| \cong Ca - C / \sigma$$

donde

t = fracción de acumulación normal

α y β = frecuencias al azar del error tipo I y II.

Ca = cualquiera de las medias intolerables del sistema.

σ = desviación estándar de c_1 dado que el sistema está completamente mezclado.

El sistema se carga con $15 \pm 5 \mu\text{g} / \text{g}$ de vitamina A / g de azúcar.

Admitiendo C_1 y C_2 como 11 y 19 $\mu\text{g} / \text{g}$ respectivamente, y proveyendo la frecuencia al azar de los errores tipo I y tipo II a un valor de 0.02.

Los valores críticos de C_c por un ensayo simple, C_c , en el cual,

$$\alpha = \text{probabilidad} \{ C < C_{c2} \text{ ó } C > C_{c1} \text{ dado } E(C) = c \} < 0.02$$

$$\beta = \text{PROBABILIDAD} \{ C < C_{c1} \text{ ó } C > C_{c2}, \text{ dado } E(C) = C_1 \text{ o } C_2 \} < 0.02$$

Puesto que el test de hipótesis toma 2 posibilidades, entonces se puede escribir α como

$$\alpha/2 = \text{probabilidad} \{ C > C_{c2}, E(C) = C \} \leq 0.01$$

y

$$\alpha/2 = \text{probabilidad} \{ C < C_{c1}, E(C) = C \} \leq 0.01$$

Entonces,

$$t_{\alpha/2} + t_{\beta} = \left| \frac{C_a - C}{\sigma} \right| \dots\dots$$

De los valores tabulados de los centiles de la función de la distribución normal se tiene $t_{\alpha} = 2.33$ y $t_{\beta} = 2.06$, arreglando la ecuación anterior y sustituyendo

$$\sigma = 19 - 11 / 4.39 = 2; \sigma^2 = 4$$

Los valores críticos C_{c1} y C_{c2} son basados en lo siguiente:

$$C_{c1} = C - (t_{\alpha/2})\sigma = 15 - 2.33 \times 2 = 10.3 \mu\text{g/g de azúcar}$$

$$C_{c2} = C + (t_{\alpha/2})\sigma = 15 + 2.33 \times 2 = 19.66 \mu\text{g/g de azúcar.}$$

Si el sistema está completamente mezclado si la varianza real iguala σ^2 .

En el curso del experimento, los resultados que serán discutidos en las siguientes secciones, las varianzas varían de acuerdo a los promedios obtenidos, se pueden observar en la Tabla 1 (Apéndice).

TEST A

La varianza $\sigma^2 = 1.86$ muy cercana a $\sigma^2 = 2$ y el promedio cae dentro de $10.3 < 17.54 < 19.66$

TEST B

La varianza $\sigma^2 = 5.2$ entonces $\sigma^2 = 2$, se puede observar que $C = 5.08 < 10.3$ se sale del rango.

TEST C

La varianza se iguala a 0.70 , se puede observar que es la mitad de la varianza teórica, el promedio 4.2 se sale del rango menor.

TEST D

La varianza es 2 veces la varianza teórica , el promedio 9.95 es menor que 10.3 , se cumple que no hay error, no hay mezclado satisfactorio.

TEST E

Al igual que el test D, no hay error , los ingredientes no se mezclaron.

3.2.3 TRAZADOR

Se efectuó un tercer experimento de mezclado , para tal efecto se utilizó un

mezclador cilíndrico, simulando el movimiento y la geometría del secador rotativo, que se utiliza después del dosificador, y podría tomarse como un mezclador para la premezcla y el azúcar que viene de las centrifugas.

Se nombra como "trazador" ya que se utiliza un trazador coloreado para ver la homogeneidad de las partículas.

El trazador es el mismo azúcar, al cual se le impregnó un color rojo de tipo vegetal.

En este caso al obtener las muestras después del mezclado, el método de análisis se lleva a cabo por conteo de partículas coloreadas en 5 g. de muestra. Se supone mezcla al azar y se utilizan las variables estadísticas anteriores.

Al pesar 0.009 g aprox. (0.01 g) de partículas de azúcar, se pueden contar aproximadamente 17 cristales de azúcar o partículas.

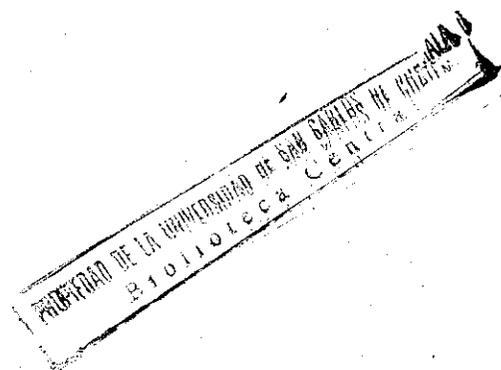
Se admite que una partícula equivale a 1 mg., considerando entonces una partícula de partícula clave igual a una partícula coloreada y como una cantidad crítica 5 gramos de muestra.

Se hizo la proporción para 15 libras de azúcar, la cantidad de vitamina requerida; o sea a un promedio de 15 $\mu\text{g}/\text{g}$ de vitamina A / g de azúcar.

Al final del mezclado, 15 minutos, que es el tiempo en que tarda una partícula en el túnel de secado.

Se muestran los resultados obtenidos en la tabla 3, del apéndice. También se

muestra la gráfica No. 11 en la cual se puede observar el número de partículas coloreadas versus el número de muestras.



4. DISCUSION DE RESULTADOS

4.1 MEZCLADOR TIPO V

Se puede observar que el índice M3 (Ver en el apéndice Análisis del Progreso de Mezclado) es muy apropiado para describir esta mezcla, además M2 y M3 muestran valores muy grandes de M. Esto se debe a los valores casi iguales de δ_0 y δ_m esto debido al porcentaje de la vitamina "A" y la mezcla rápida. En otras circunstancias M1 y M2 podrían ser buenos índices. Las Figuras 10, 11 y 12 muestran en índice de mezcla a través del tiempo. Se puede observar que M3 tiene una relación del tipo $M = \exp(-k(m))$ o $\ln M = -km$ (, el cual sugiere que el dá una buena descripción del proceso de mezcla y también ayuda a una interpolación y extrapolación de los datos a otros tiempos de mezcla. Se observa que no hay irregularidades en gráfica, esto indica que el sistema de mezclado no sufre anomalías en el proceso de mezcla. Los datos mostrados en las gráficas 10, 11 y 12 es típica en la operación de mezclado de polvos.

El mezclador en "V", en el cual la carga de partículas es partida y depositada durante cada ciclo conduce a un mezclado rápido. Este mezclado es referido como convectivo porque el envuelve movimientos de grupos de partículas de una posición a otra. En contraste con este, la mezcla difusional toma lugar como un movimiento al azar de partículas individuales sólidas después de una y otra en la zona de un gradiente constante en la mezcla por la acción de la caída de la mezcla.

4.2 DOSIFICADOR

El azúcar puede considerarse como una partícula no cohesiva, y posee muchas de las propiedades de un líquido: ejerce presión sobre las paredes de un contenedor, fluye a través de un orificio o desciende por una tolva. Sin embargo, es diferente en los líquidos en que:

Las partículas se entrecruzan por efecto de la presión.

Las partículas se adhieren por efecto de la presión resisten permanentemente la distorsión cuando se someten a una fuerza distorsionante moderada.

Cuando la fuerza es lo suficientemente grande se produce la rotura y una capa de partículas se desliza una sobre otra.

Esto conduce a que en el azúcar:

La presión no es la misma en todas direcciones, si se genera una presión en una dirección entonces se genera una presión en otra dirección pero mas pequeña.

Un esfuerzo cortante aplicado en la superficie de una masa se transfiere a través de toda una masa estática de partículas mientras no se produzca una rotura.

La densidad de una masa puede variar, dependiendo del empaquetamiento de los granos .

En forma individual la densidad es función exclusiva de la presión y la temperatura: no

ocurre lo mismo con la densidad global y aparente .

Como resultado de ello , la densidad global es mínima cuando la masa está suelta, que es muy raro en la masa de partículas de azúcar y alcanza un máximo cuando cuando la masa se somete a vibración o aprisionamiento. La densidad máxima en el proceso de fortificación ocurre en el dosificador; ya que ocurren los dos factores antes mencionados cuando la premezcla viene bajando en la tolva (para que no ocurra segregación se colocó un vibrador).

Las partículas de la premezcla son vertidas al azúcar granular en la faja transportadora y son puestas en la superficie entonces el mezclado real se verifica en el tunel de secado (Ver Fig. 2.7).

Al girar el túnel de secado el cristal de azúcar se adhiere a la pared y son llevados hasta cerca de la parte superior, donde despegan de la pared y caen al fondo para ser de nuevo elevadas.

Al analizar el túnel de secado se puede afirmar lo siguiente:

El túnel de secado consiste en una carcasa cilíndrica giratoria, ligeramente inclinada

hacia la salida. Al girar la carcasa , unas pestañas levantan los sólidos para caer después en

forma de lluvia al interior de la carcasa. La alimentación entra por un extremo y el producto se descarga por el otro.

Otro factor importante es que el azúcar está húmedo y se va a sacar con la vitamina "A".

En la Fig. 4.2 se puede apreciar el túnel de secado con aire caliente en contracorriente. El ventilador está situado en la descarga con lo cual aspira el aire a través del secadero y mantiene el sistema con un ligero vacío. Esto resulta útil cuando el material tiende a formar polvos, se puede observar que hay una pérdida de polvos, que son recolectados en una tolva.

Este mezclador de tambor, con un eje horizontal de rotación en el centro del tambor carece de un buen flujo cruzado a través del eje; favoreciendo un flujo divergente de partículas, es decir, que el mezclado se produce en zonas estratificadas.

Usualmente el mezclador de tambor con baffles o platos helicoidales se utiliza para mejorar el flujo cruzado.

El movimiento y el mezclado de partículas es muy suave en el túnel de secado y las concentraciones de vitamina "A" varían en un rango entre 5 y 20 (g-g de azúcar, con este sistema de mezclado no se consigue una homogeneidad aceptable.

4.3 TRAZADOR

La variación de concentraciones de vitamina "A", no es controlable con el túnel de secado, en un tercer experimento. A nivel de laboratorio se simuló un mezclador de tambor.

Se colorearon los cristales, para una rápida visualización. Se admite que la vitamina "A" esta adherida al azúcar y por lo tanto que el peso del cristal constituye el cristal más vitamina "A"; en proporción de 8 gramos para un quintal de azúcar.

Al finalizar el mezclado, se observa segregación en 2 puntos, se humedeció al azúcar con el propósito de simular azúcar que llega húmeda al túnel de secado.

En la tabla 3 y en la gráfica No. 14 se pueden observar que las partículas coloreadas no pasan de 15, y siempre hay partículas coloreadas, al menos 3 partículas.

En este test sí se alcanzó un promedio entre 7.56 y 7.86 partículas tanto en la parte de abajo, en medio y arriba del mezclador de tambor.

El número de muestras fue de 30, sacándose aproximadamente 100 muestras por batch.

Como se puede observar la variación de partículas coloreadas y la variación de

concentración de vitamina "A" , al presentar la misma variación en la mezcla.

CONCLUSIONES

1. A pesar de que la análisis de las muestras de azúcar con vitamina "A" sea reproducible no es posible determinar la concentración final de la mezcla dada la falta de homogeneidad de la mezcla. Un dato no es fiable dada la desviación que se encuentra en la mezcla misma.
2. En teoría se puede concluir que la concentración de palmitato de retinol es de 15 (g/ kg. de azúcar si la concentración cae en un rango de 10.3 y 19.6 $\mu\text{g} / \text{kg}$ de azúcar, afuera de este rango , puede decirse que no esta mezclado el palmitato de retinol en el azúcar.
3. Dado que los promedios obtenidos de la concentración de vitamina "A" en el azúcar se salen de los rangos teóricos establecidos, el actual mezclador de tambor no es capaz de homogeneizar la mezcla.

RECOMENDACIONES

- 1. Hacer un estudio de la pérdida de polvos en el túnel de secado.**
- 2. Instalar un muestreador automático de línea, ya que el muestreo manual es poco confiable desde el punto de vista estadístico.**
- 3. El tamaño de la boquilla del muestreador debe de ser de 2 a 3 veces el diámetro de la partícula mayor. Para cristales de azúcar, basándose en el porcentaje de partículas de mayor tamaño entre el 40 y 60% de 450 micrómetros.**
- 4. Se recomienda que este estudio estadístico de la mezcla de sólidos se efectúe a otros alimentos que se dosifican en el país, y que presentan problemas de dosificación.**

REFERENCIAS

1. Arroyave, G.; Aguilar, J.R.; Flores, M.; y Guzmán, M.A. Evaluación del Programa Nacional de Fortificación de Azúcar con Vitamina "A". Estados Unidos: Publicación No. 384 de la Organización Panamericana de la Salud (OPS), 84 pp.
2. Arroyave G.; Funes, C. (1974). Enriquecimiento de Azúcar con Vitamina A. Método para la determinación cuantitativa de Retinol en Azúcar blanca de mesa. Guatemala: Arch. Latinoamer. Nutr., 147-153 pp..
3. Bourne, J. R. The Mixing of powders, pastes and non-newtonian fluids. U.S.A.: Industrial Research Fellow Report No.2. The Chemical Engineer, 1964, 202-205 pp.
4. Cahn, D.S.; Healy, T. W.; Fuerstenau, D. W. Blender Geometry in the Mixing of Solids. U.S.A: I (E C Process Desig and Development, Vol 4 No., 3 July 1965, 318-322 pp.

5. Dary, Omar, Arroyave, Guillermo, Manual Para la fortificación de azúcar con vitamina A , Parte 2, Guía técnico operativa para la preparación de la premezcla y del azúcar fortificada con vitamina A. Guatemala: Office of Health and Nutrition, Marzo 1996. 41 pags.

6. Diaz Chinchilla, V. E. Detrminación de la disminución de potencia que sufre la vitamina A durante el proceso de secado del azúcar. (tesis: Facultad de CC.QQ. y Farmacia, Universidad de San Carlos de Guatemala) Guatemala: 1990. 88 pp.

7. Dunnington, Donald L., Wilson, David H.; To avoid feeding problems. U.S.A.: Chemical Engineering, August 1991, 73-80 pp.

8. Fan, L. T., Chen, S. J., Watson, C. A.; Solids Mixig. U.S.A.: Industrial and Engineering Chemistry, Vol 62 No., 7 July 1960, 53 pp.

9. Fisher, John J., Solid-solid blending. U.S.A: Chemical Engineer , August 8, 1960, 109-130 pp.

10. Fisher, John J., Solid-Solid Blending. U.S.A.: Chemical Engineer, August 8, 1960, 109-130 pp.

11. Gray, J. B., Dry solids mixing equipment. U.S.A.: Chemical Engineers Progress, (Vol. 53, No.1), January 1957, 25j - 32j pp.

12. Greathead, J. A. A., Simmonds, W. H. C., Mixing patterns in helical Flight dry'solids mixers. U.S.A.: Chemical Engineers. Progress, (Vol. 53, No.4), April 1957, 194- 198 pp..

13. Fortification of Sugar With Vitamin A in Central América and Panamá. Instituto de Nutrición de Centro América y Panamá. Guatemala: Publicación v-36, 1974, 34 pp.

14. Kaufman, Arnold; Mixing of solids. U.S.A.: I (E C Fundamentals, Vol.1 No. 2 May 1962, pp104-106.

15. Kun Sup Hyun, Marc de Chazal, L. E., Statistical Definition of Perfect Mixtures of solids of different sizes. U.S.A.: I (E C Product Research and Development, Vol. 5 No. 2, April 1966, pp 105 - 110.

16. McCabe , Smith. Unit operations of chemical engineering. 3a. dición. Estados Unidos: McGraw-Hill publicaiions, 1972.



17. Nash, J. H., Leiter, G. G., Johnson; Effects of divided antigglomerant agents of physical properties of finely solids. U.S:A: I (E C Product Research and Development, Vol. 4 No. 2. , June 1965, 140-145 pp.
18. Nutriview, A quartely Update on Micronutrients, Nutrition and Health, Issue 4/1995 , 8 pp.
19. Omni Update, Especial Vitamin Edition, March 1966
20. Peláez Sanchez, Irma Odette y , Fortificación de Vitamina "A" en el Azúcar de Consumo de Guatemala Alternativas para su mejoramiento. (Tesis: Facultad de Ingeniería , Universidad de San carlos de Guatemala.) Guatemala: 1996. 88 p.
21. Pineda O. Fortificación de azúcar con vitamina A, Manual de Operaciones. Guatemala: Instituto de Nutrición de Centro América y Panamá, 1989. 23 pp.
22. Pinillos Brocke de Rivera, Miriram del Carmen. Disminución de escala (scale down) de una mezcladora de fertilizantes para ensayos de laboratorio. (Tesis: Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala) Guatemala: 1991, 121 pp.

23. Rise H.E., Robinson D.J. The application of the Digital Computer to the Study of some problems in the mixing of powders. Simposio N.10. Instituto de Ingenieros Químicos; Londres. 1965.

24. Rose, H. E., The application of the digital computer to the study of some problems in the mixing of powders, A.I.C.H.E. I. Chem E. Symposium Series No. 10, 1965 (London Instn chem. Engrs), pp 10-61 - 10-70.

25. Suazo Jiménez, Pablo Enrique. Estudio de la eficiencia de mezclado para sistemas de polvos cohesivos, no cohesivos y cohesivos con no cohesivos en un mezclador gravitacional en forma de "V". (Tesis:Facultad de Ingeniería, Universidad De San Carlos de Guatemala) Guatemala: 1991. 121 pp.

26. Vance, Frank, Statical properties of dry blends, Industrial and Engineering Chemistry, (Vol. 58 No. 6). U.S.A.:ChemicalEngineering, June 1966. 37 pp.

27. Vásquez Antillón, Jose Oscar. Estudio de comparación entre el mezclado físico de solidos granulares y la simulación del proceso en un acomputadora personal. (Tesis:Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala) Guatemala: 1990. 48 pp.

APENDICE

- 1 .Glosario**
- 2 .Determinación espectrofotométrica del palmitato de retinol en azúcar fortificada**
- 3 .Análisis del progreso de mezclado**
- 4 .Unidades del Sistema Intenacional**
- 5. Tablas de valores experimentales**
- 6 Gráficas de valores experimentales**

1. GLOSARIO

AIREACIÓN: mezcla de partículas con el aire para que tiendan a fluir sin tocarse uno con otro, y después tender a fluir libremente.

ABSORCIÓN O ADSORCIÓN: absorción o adsorción de fluidos que pueden estar presentes en el ambiente de las partículas , pueden crear serias clases de cambios sin cruzar la identidad de las partículas en una pieza de material sólido.

AGLOMERADO: acumular en racimos. Un racimo de granó de partículas que

se adhieren unas a las otras.

CANTIDAD CRÍTICA: la más pequeña cantidad de un material mezclado en la cual la exactitud de la mezcla será significativa durante el uso o procesamiento adicional o ulterior.

CARGA ELECTROSTÁTICA: distribución desbalanceada de electrones en la superficie de las partículas que influencia su atracción o repulsión de otras partículas.

CWS: cool water soluble (soluble en agua fría)

DESVIACIÓN ESTÁNDAR: medición estadística de como la concentración de un constituyente en una toma de muestra desde la concentración verdadera que caracteriza la mezcla entera. Es matemáticamente proporcional a la media.

DISTRIBUCIÓN AL AZAR: arreglo de partículas en una mezcla para que la posibilidad de una partícula sencilla sea en cualquier lugar tan grande como que se encontrará en otro lugar.

ESTADO DE MEZCLA: mezclado del ingrediente con una porción

de otro ingrediente ; entonces introduciendo éste en mas o en otro ingrediente progresivamente por etapas.

FALTA DE HOMOGENEIDAD: segregación de partículas que da contenidos de partículas parcialmente mezcladas.

FLUJO: el movimiento de partículas que ocurre cuando se mueven una detrás de otra.

GRÁNULO: una aglomeración de partículas que se gobierna el solo como una partícula. Usualmente, formada por mezcla con un líquidos con pequeñas partículas que sirven como agentes adhesivos.

GRAVEDAD ESPECÍFICA: peso por unidad de volumen de una partícula expresada como un cociente referente a la densidad del agua.

HOMOGENEIDAD: mezcla homogénea de dos o más productos.

LOTE MAESTRO: una mezcla de todos los ingredientes menores que van dentro de los componentes del volumen.

MATERIAL CLAVE: en una mezcla de dos o mas materiales sólidos , el material clave es un constituyente usualmente presente en una pequeña proporción , cuya dispersión uniforme a través de la mezcla es muy importante en el éxito de la operación.

MEZCLA PERFECTA: arreglar partículas en una mezcla para que las partículas individuales de cada clase es distribuida con exactitud uniforme espaciando la cantidad total de las otras partículas.

MOVIMIENTO AL AZAR: movimiento de partículas que pasan una cerca de la otra en la mezcla por la fuerza de gravedad, empuje mecánico o combinación de ambas.

MUESTRA: no es una simple cantidad de material, sino un numero de sitios de muestras tomadas de un lote a un mismo tiempo.

PARTÍCULAS CLAVE: partículas del material clave en la mezcla.

PARTÍCULA SÓLIDA: una pieza de material usualmente pequeña que tiene forma y tamaño el cual se mantiene relativamente sin cambio en la ausencia de una acción física o química.

PREMEZCLA: una mezcla del ingrediente clave con una porción de otro material , preparado con anticipación de una ulterior mezcla con mas del mismo material.

PROCESO POR LOTES: manejo o procesamiento de una cantidad de material a un tiempo, en contraste con el tratamiento como parte de un flujo continuo.

SEGREGACIÓN: separación de constituyentes de una mezcla durante el manejo, transportación, mezclado o procesamiento.

SOBREMEXCLADO: continuación del mezclado después de un valor critico que conduce generalmente en mezcla de solidos secos a cargas eletrostáticas por exceso de trabajo mecánico de las partículas en la mezcla.

SUSPENSIÓN: el flujo libre, flujo de partículas sólidas en el aire.

TAMAÑO DE DENSIDAD: peso por unidad de volumen de una cantidad de partículas sólidas . Usualmente expresada en lbs/pie cúbico. La magnitud de la densidad no es una constante . Puede ser aumentada por la aireación, incrementada por vibración o empuje mecánico.

2. DETERMINACIÓN ESPECTROFOTOMÉTRICA DEL PALMITATO DE RETINOL EN AZÚCAR FORTIFICADA

a. REFERENCIAS

Arroyave G. y Funes c. de (1974) Enriquecimiento de azúcar con vitamina A. Método para la determinación cuantitativa de retinol en azúcar blanca de mesa. Arch. Latinoamer. Nutr. 24:147-153.

b. PRINCIPIO

Este método es una adaptación del propuesto por Arroyave y Funes (1974). El procedimiento como está escrito aquí utiliza 5-10 veces menos cantidad de reactivos que el original, tiene una exactitud y recuperación semejante, y su precisión, aunque un poco menor, es muy satisfactoria (menos 3%). Consiste en la extracción del palmitato de retinol en hexano. La concentración de retinol es determinada por su absorbancia a 325 nm. El método usualmente no requiere la destrucción del retinol por irradiación con luz ultravioleta, porque la absorbancia a 325 nm. del extracto orgánico es debida esencialmente al retinol presente en el azúcar.

c. EQUIPO Y MATERIALES

Agitador tipo vortex

Baño de agua (50-60 (C)

Espectrofotómetro UV/Vis

Balones volumétricos o probetas de 100 ml.

Celdas para espectrofotómetro

Pipetas graduadas serológicas

Pipetas volumétricas

Pipetas Pasteur

Tubo de ensayo de 20 ml., con tapón esmerilado o de rosca

Varillas de vidrio

Vasos de precipitar (beaker) de 200-250 ml.

Bulbos de aspiración para pipetas Pasteur

Espátulas de pesada

Tela negra

d. Reactivos

Etol absoluto p.a. (C₂H₅OH), pureza=99.8%

PM=46.07, d=0.79 g/ml., por ejemplo Merck Art. 983)

Hexano p.a. (C₆H₁₄), pureza=99%, PM=86.18, d=0.66 g/ml, por ejemplo Sigma II-9379)

Hidróxido de sodio 0.1 N. Disuelva 4 g de hidróxido de sodio (NaOH,

pureza=97%, PM=

40.00, por ejemplo Sigma S0899) en 1 litro de agua destilada. Guarde en botella de polietileno o polipropileno.

e. PROCEDIMIENTO

A. Homogenice la muestra mezclándolo varias veces.

B. Pese aproximadamente 20 g de azúcar , registrando en peso exacto a miligramos, y disuelva con 60-80 ml. De NaOH 0.1 N. en un vaso de precipitar de 200-250 ml. Mezcle con una varilla de vidrio para disolver completamente.

C. Incube en baño de agua a 50-60° C por 15 min. Deje en reposo a temperatura ambiente hasta que las soluciones se enfríen.

D. Transfiera cuantitativamente a un balón volumétrico de 100 ml. Lave varias veces el vaso de precipitar con pequeñas porciones de NaOH 0.1 N. y transfiera los lavados al balón. Afore a 100 ml. NaOH-0.1 N. Mezcle.

E. Transfiera 4 mL de la solución preparada en el paso (D) a cada uno de los tres tubos de vidrio de 20 ml. con tapón esmerilado o de rosca con el proposito de analizar cada solución por triplicado. Prepare en triplicado un blanco de reactivos solamente con agua destilada y llevándolo a través de los mismos pasos del procedimiento que las muestras.

F. Agregue 4 ml de etanol absoluto a cada tubo. Mezcle en agitador tipo vortex por 5 segundos.



G. Mida 5 ml de hexano y agregue a cada uno de los pasos del paso (f). Tape cada tubo inmediatamente y agite con suficiente intensidad en el agitador tipo Vortex por 30 segundos, para asegurar la extracción completa del palmitato de retinol. Destape ligeramente los tubos para aliviar la presión de los gases.

H. Permita la separación de fases. La fase orgánica es la superior. A la mayor brevedad posible, transfiera con una pipeta Pasteur la fase orgánica a una celda de espectrofotómetro de 1 cm de paso de luz, y leer su absorbancia a 235 nm.

f. CÁLCULOS

La concentración de retinol en las muestras de azúcar se calcula según la ecuación siguiente:

Palmitato de retinol (ug/ g) = $\frac{Abs_{correctada} \times V_h \times V_i \times F_c}{E \times p}$ esp

$$\frac{Abs_{correctada} \times V_h \times V_i \times F_c}{E \times p}$$

En donde:

Abs_{correctada} = Abs_{muestra} - Abs_{blanco} (20.050)

Los parámetros de la ecuación son los siguientes:

E = coeficiente de absortividad del palmitato de retinol en hexano ($\mu\text{g}^{-1} \text{cm}^{-1} \text{ml}$) = 0.092

V_h = Volumen de la fase orgánica (ml) = 5.0

Vaz= Volumen de la alícuota analizada de la solución de azúcar (ml) = 4.0

Vi= Volumen de la solución inicial de la muestra (ml)=100.

P= Peso de la muestra (etapa b) = dato de pesada

Fcesp= Factor de corrección del espectrofotómetro= 1

Con el uso de estos parámetros, y expresando los resultados como retinol no esterificado (multiplicando por la relación de pesos moleculares retinol/palmitato de retinol, $286.46/524.84 = 0.546$), la ecuación anterior se simplifica a:

$$\text{Retinol} = \text{abscorr} * 37.09 * \text{Fcesp}$$

3. ESPECTRO DEL RETINOL CON UN ESPECTROFOTÓMETRO UV/VIS

Se puede observar el espectro del retinol en una serie de premezclas, se puede observar toda la banda y la máxima absorción a 325 nm (nanómetros).

4. ANALISIS DEL PROGRESO DE MEZCLADO

La desviación estándar del volumen fraccional de un componente de las muestras tomadas del sistema, azúcar más vitamina "A" cuando está completamente sin mezclar δ_0 será:

$$\delta o = \{v1(1-v1)\wedge 0.5 \quad (A.1)$$

v1=promedio del volumen fraccional de la vitamina "A" en la mezcla (22.03% en peso), entonces

$$\delta o = 0.4055$$

La desviación estándar del volumen fraccional tomando n muestras en un tiempo dado, por definición:

$$Sm^2= (Ci^2 - (\Sigma Ci)^2 / m$$

(A.2)

$$m - 1$$

$$\delta m = \sqrt{Sm} \quad (A.3)$$

donde Ci = concentración observada en las muestras de vitamina "A" (µg/ g de azúcar)

$$i = 1,2,n$$

m = número de muestras

Sm = varianza

δm = desviación estándar

El azúcar y la vitamina "A" se mezclan juntas en un mezclador tipo "V" , para predecir el tiempo requerido y aceptar un grado de uniformidad de la mezcla se van a utilizar el índice de mezcla (M) que es usado como la

TABLA No. 1
RESUMEN DE RESULTADOS EN EL DOSIFICADOR

MUESTRA	TEST A	TEST B	TEST C	TEST D	TEST E
	PPM VIT. A				
1	16	4.05	3	7.5	7.04
2	17.88	9	5.67	13.18	10.47
3	19.75	4.75	4.34	13.11	7.08
4	17	3.02	5	7.62	7.35
5	16.15	6.43	3.28	7.82	8.34
6	17.83	3.25	3.75	13	9.39
7	19.24		3.029	13.25	10.4
8	19		3.14	7.88	10.11
9	16.25		4.35	8.88	9.99
10	16.4		5.02	8.10	8.82
11	16.5		4.35	8.92	7.89
12			4.38	7.72	13.89
13			4.2	10.2	13.66
14			4.8	10.26	13.45
15			3.68	7.78	13.66
16			3.99	7.79	8.35
17			4.02	8	8.48
18			5.69	11.25	7.35
19			5.48	11.25	7.5
20			3.32	12.2	7.99
21			3.15	12.2	8.24
22			3.76		9.28
23			3.67		7.06
24			4.54		7.4
25			4		7.53
26			4.23		8.75
27			4.89		
28			5.55		
29			5.6		
PROMEDIO	17.42	5.083	4.27	9.99	
VARIANZA	1.86	5.19	0.704	4.90	

NOTA: Los datos son los obtenidos de un quintal de azúcar, el muestreo es completamente al azar, el control de calidad utilizado para obtener la concentración de retinol es un análisis instrumental UV modificado. (Ver en el comienzo del apéndice Determinación espectrofotométrica del palmitato de retinol en azúcar fortificada. Fuente de datos encontrados en el dosificador, datos experimentales.

TABLA No. 2A
VALORES EXPERIMENTALES DE LA VITAMINA "A"
E ÍNDICES DE MEZCLADO
MEZCLADOR GRAVITACIONAL TIPO "V"

CARGA:

MATERIAL 1: azúcar 76.350 kg

MATERIAL 2: 250 CWS 22.030 kg

MATERIAL 3: antioxidante(Romoxán) 8 kg

MATERIAL 4: aceite vegetal 2 litros

CORRIDA 1	MINUTOS	MINUTOS	MINUTOS
MUESTRA No.	10	15	20
1	47.3	17.05	20.34
2	43.89	17.05	20.34
3	32.77	14.64	16.53
4	41.67	16.49	15.32
5	46.06	15.77	18.23
6	20	14.63	16.01
7	15.36	10.93	14.99
8	51.01	13.89	17.85
9	15.77	15.39	15.632
10	16	12	15
PROMEDIO	30.016	14.77	17.11
VARIANZA	195.37	2.89	3.049
DESVIACIÓN	13.54	1055.24	0.62
M1	-4666.9	-66.423	-67.832
M2	-454.23	-58.23	-36.235
M3	-31.186	-12.002	-12.092

Los valores se dan en partes por millón de vitamina A.

TABLA No. 2B
VALORES EXPERIMENTALES DE LA VITAMINA "A"
E ÍNDICES DE MEZCLADO
MEZCLADOR GRAVITACIONAL TIPO "V"

CARGA:

MATERIAL 1: azúcar 76.350 kg

MATERIAL 2: 250 CWS 22.030 kg

MATERIAL 3: antioxidante(Ronoxán) 8 kg

MATERIAL 4: aceite vegetal 2 litros

CORRIDA 2	MINUTOS	MINUTOS	MINUTOS
MUESTRA No.	10	15	20
1	47.3	17.05	20.34
2	43.89	17.05	20.34
3	32.77	14.64	16.53
4	41.67	16.49	15.32
5	46.06	15.77	18.23
6	20	14.63	16.01
7	15.36	10.93	14.99
8	51.01	13.89	17.85
9	15.77	15.39	15.632
10	16	12	15
PROMEDIO	30.016	14.77	17.11
VARIANZA	195.37	2.89	3.049
DESVIACIÓN	13.54	1055.24	0.62
M1	-4666.9	-66.423	-67.832
M2	-454.23	-58.23	-36.235
M3	-31.186	-12.002	-12.092

Los valores se dan en partes por millón de vitamina A.

TABLA No. 2C
VALORES EXPERIMENTALES DE LA VITAMINA "A"
E ÍNDICES DE MEZCLADO
MEZCLADOR GRAVITACIONAL EN "V"

CARGA:

MATERIAL 1: azúcar 76.350 kg

MATERIAL 2: 250 CWS 22.030 kg

MATERIAL 3: antioxidante(Ronoxán) 8 kg

MATERIAL 4: aceite vegetal 2 litros

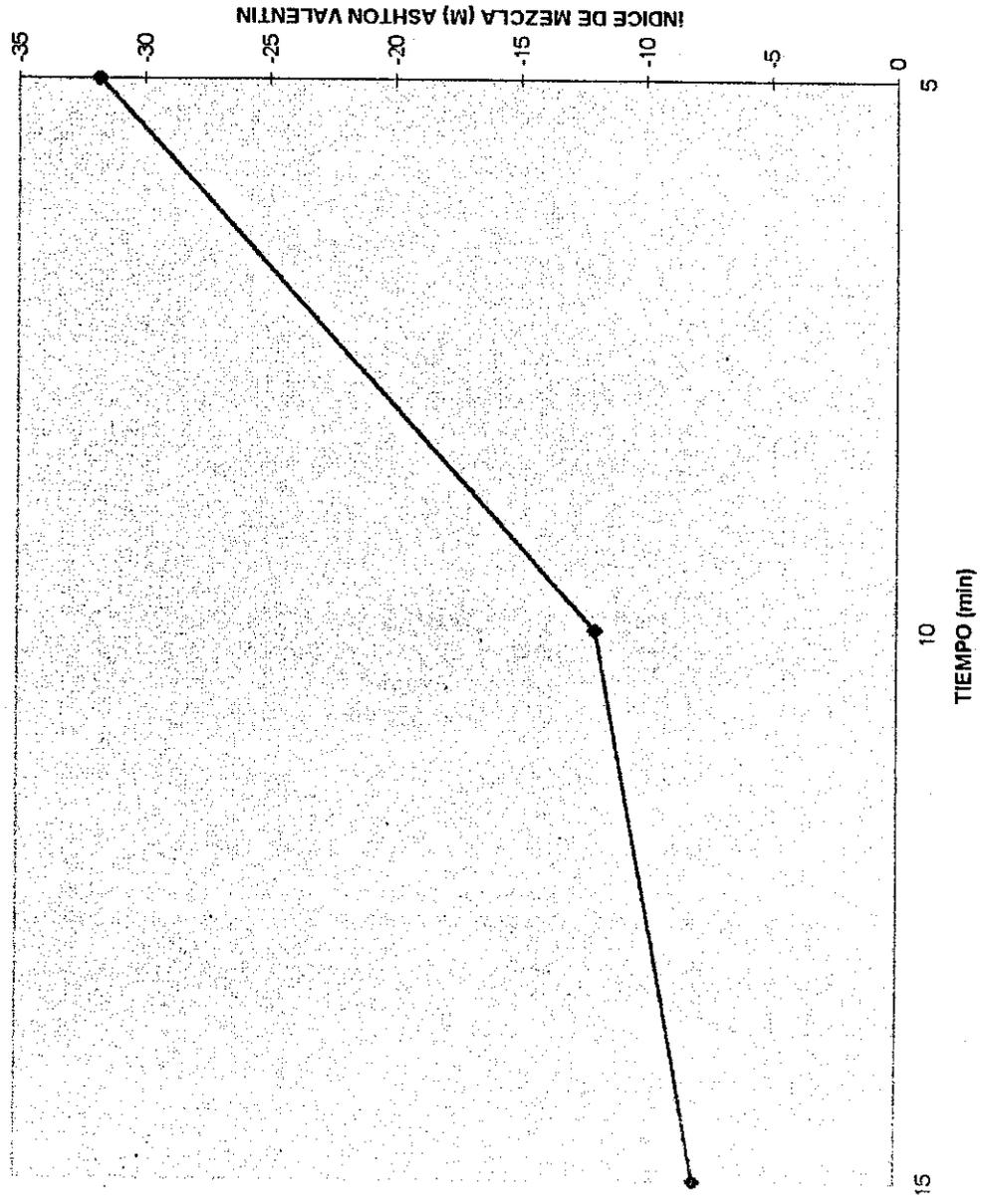
CORRIDA 3	MINUTOS	MINUTOS	MINUTOS
Muestra No.	10	15	20
1	47.3	17.05	20.34
2	43.89	17.05	20.34
3	32.77	14.64	16.53
4	41.67	16.49	15.32
5	46.06	15.77	18.23
6	20	14.63	16.01
7	15.36	10.93	14.99
8	51.01	13.89	17.85
9	15.77	15.39	15.632
10	16	12	15
PROMEDIO	30.016	14.77	17.11
VARIANZA	195.37	2.89	3.049
DESVIACIÓN	13.54	1055.24	0.62
M1	-4666.9	-66.423	-67.832
M2	-454.23	-58.23	-36.235
M3	-31.186	-12.002	-12.092

Los valores se dan en partes por millón de vitamina A.

TABLA No. 3
NÚMERO DE PARTÍCULAS COLOREADAS EN 5 GRAMOS
DE MUESTRA DE AZÚCAR
MEZCLADOR DE TAMBOR DE 30 LIBRAS.

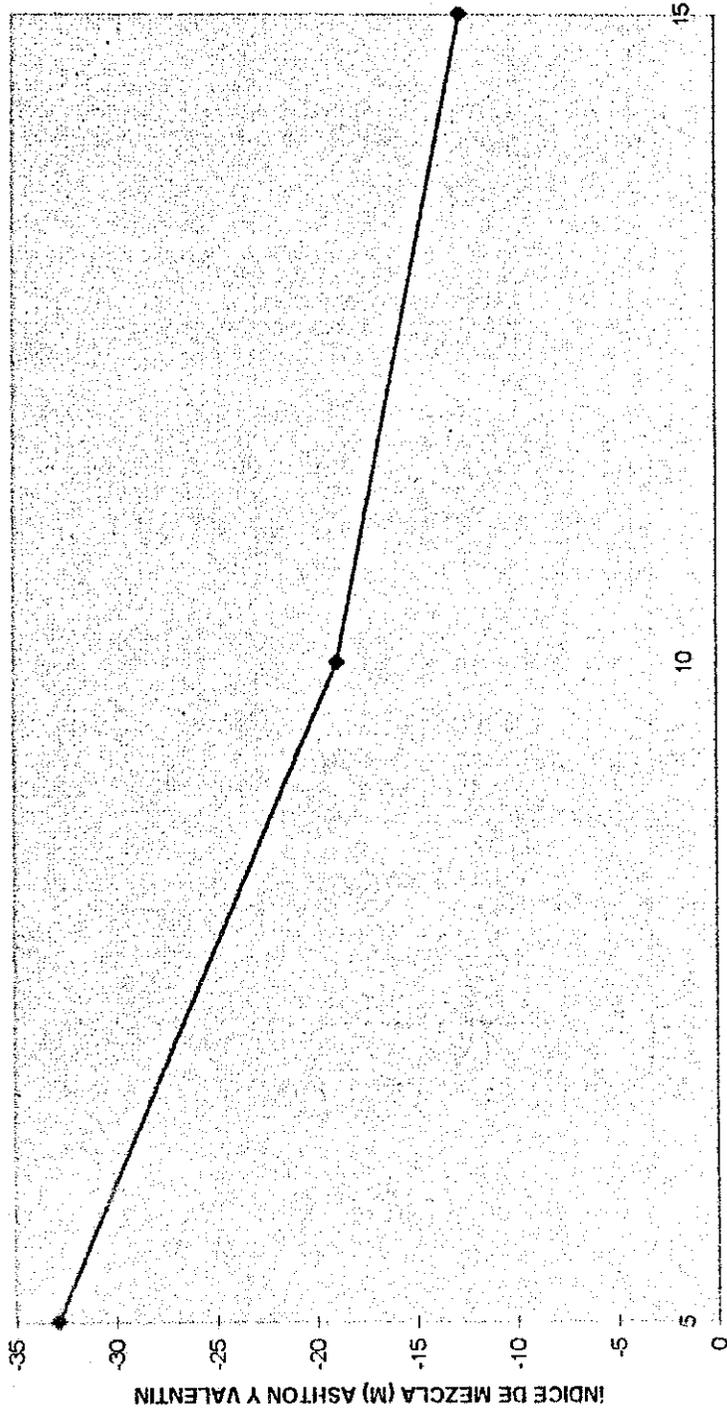
MUESTRA No.	BAJO	MEDIO	ALTO
1	7	10	12
2	3	5	12
3	5	7	13
4	12	4	7
5	13	6	5
6	4	8	4
7	8	10	5
8	7	8	7
9	9	7	8
10	10	8	9
11	5	5	5
12	2	4	10
13	4	6	9
14	12	7	8
15	15	8	5
16	9	10	6
17	8	15	8
18	5	12	8
19	8	5	9
20	7	6	8
21	6	7	7
22	4	8	8
23	8	9	8
24	4	10	9
25	12	6	10
26	12	6	10
27	13	8	5
28	15	5	6
29	8	8	7
30	6	7	7
PROMEDIO	7.86	7.56	7.76
VARIANZA	12.60	5.70	4.89
DESVIACIÓN	3.49	2.34	2.17

GRÁFICA No. 1 ÍNDICE DE MEZCLA DEL MEZCLADOR TIPO V vs. el TIEMPO



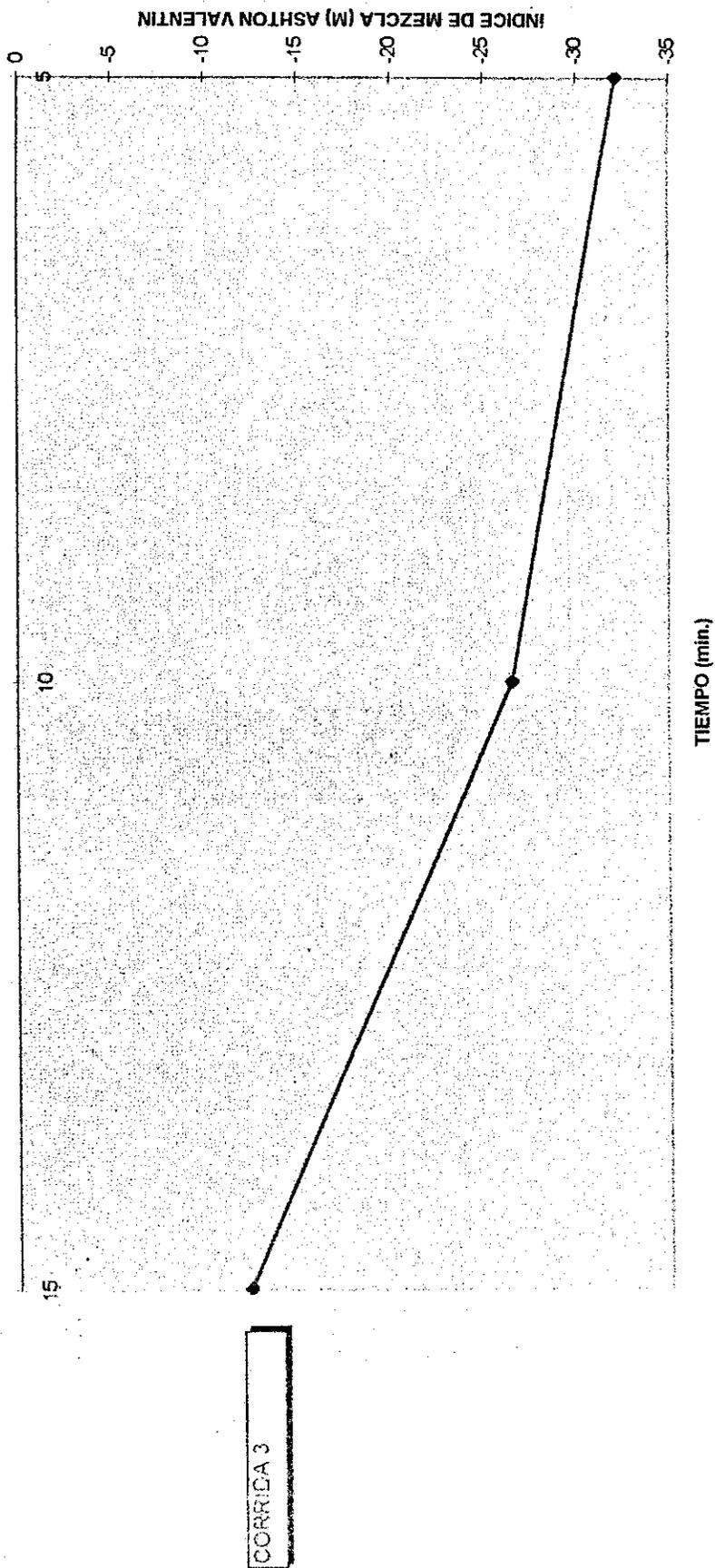
CORRIDA 1

GRÁFICA No. 2 ÍNDICE DE MEZCLA DEL MEZCLADOR TIPO V vs. EL TIEMPO

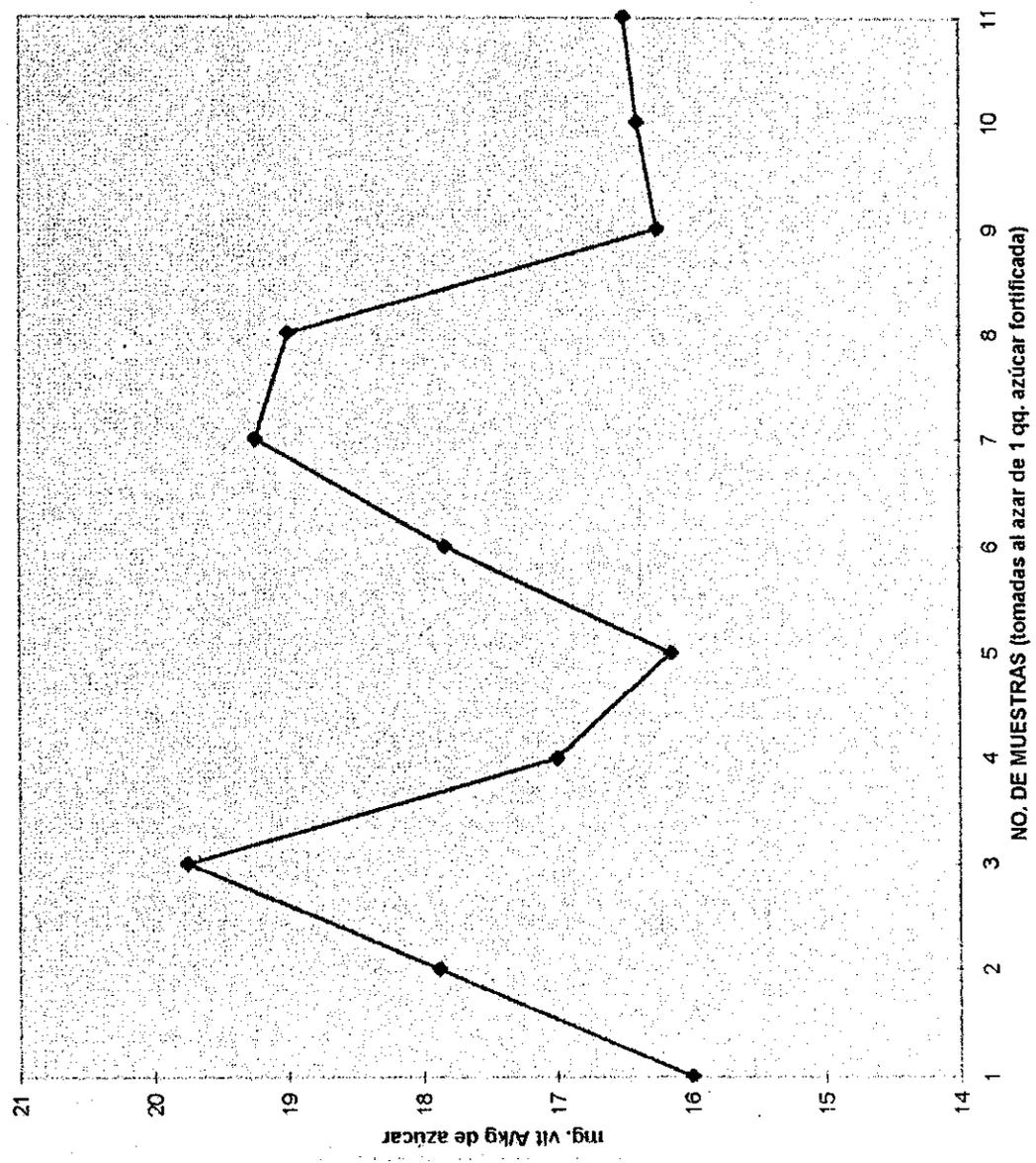


TIEMPO (min.)

GRÁFICA No. 3 ÍNDICE DE MEZCLA DEL MEZCLADOR TIPO V vs. EL TIEMPO

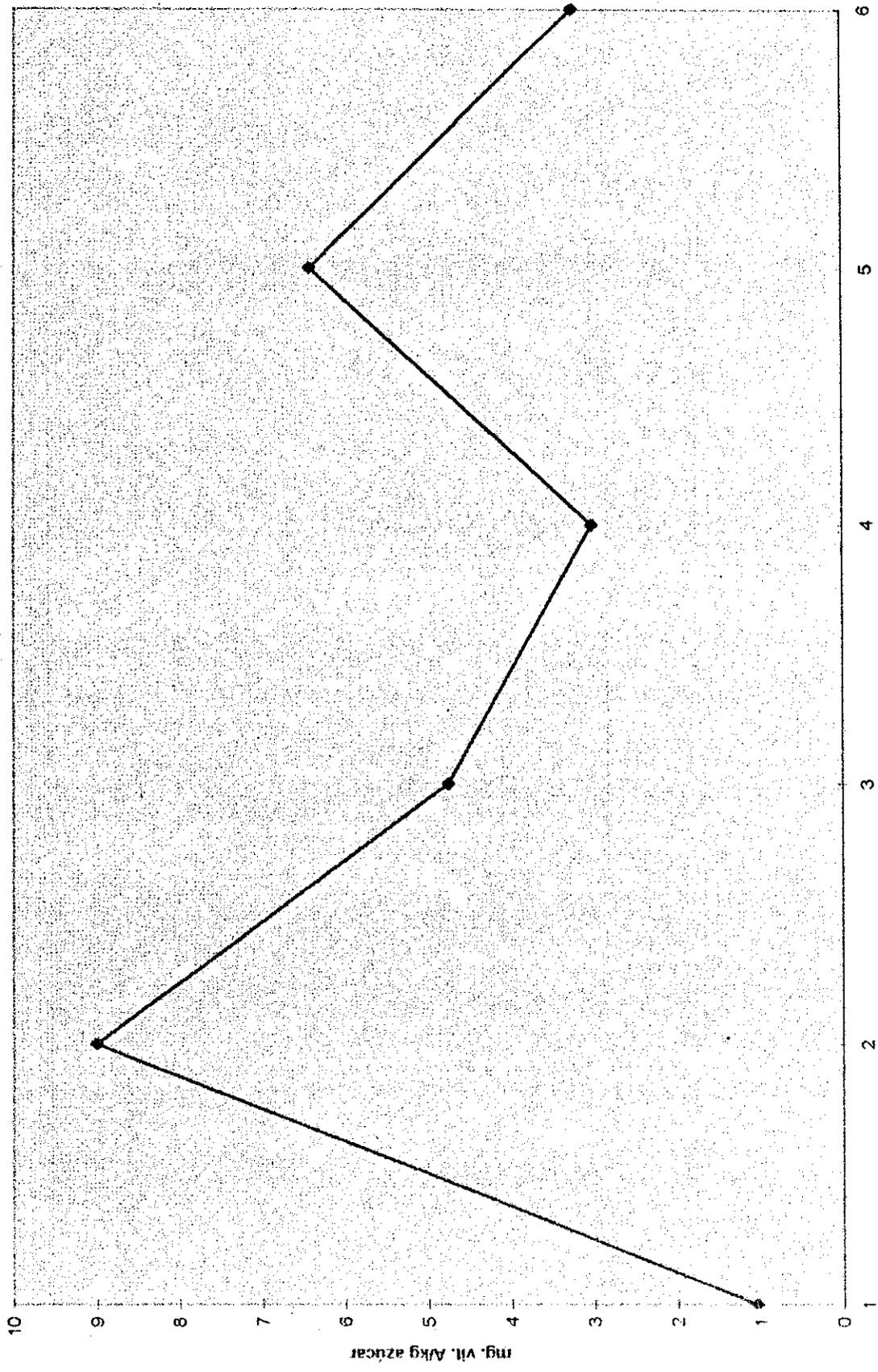


GRÁFICA No.4 RESULTADOS DE AZÚCAR FORTIFICADA EN EL DOSIFICADOR



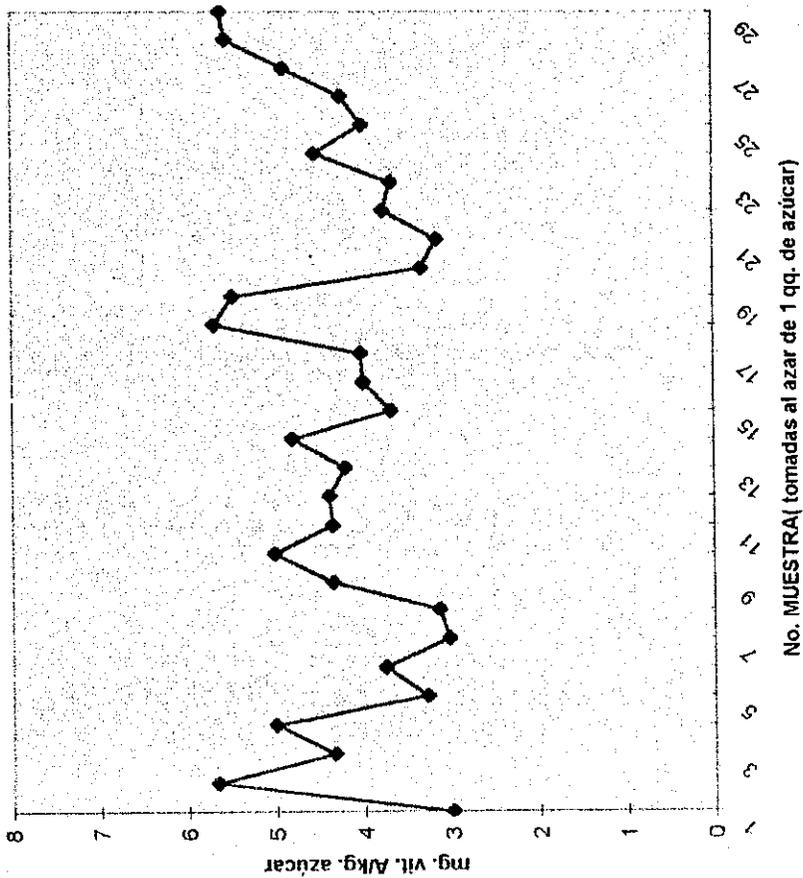
INSTITUTO VENEZOLANO DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS
LABORATORIO DE QUÍMICA ANALÍTICA
CAROLINA GARCÍA
1974

GRÁFICA No. 5 RESULTADOS DE AZÚCAR FORTIFICADA EN EL DOSIFICADOR

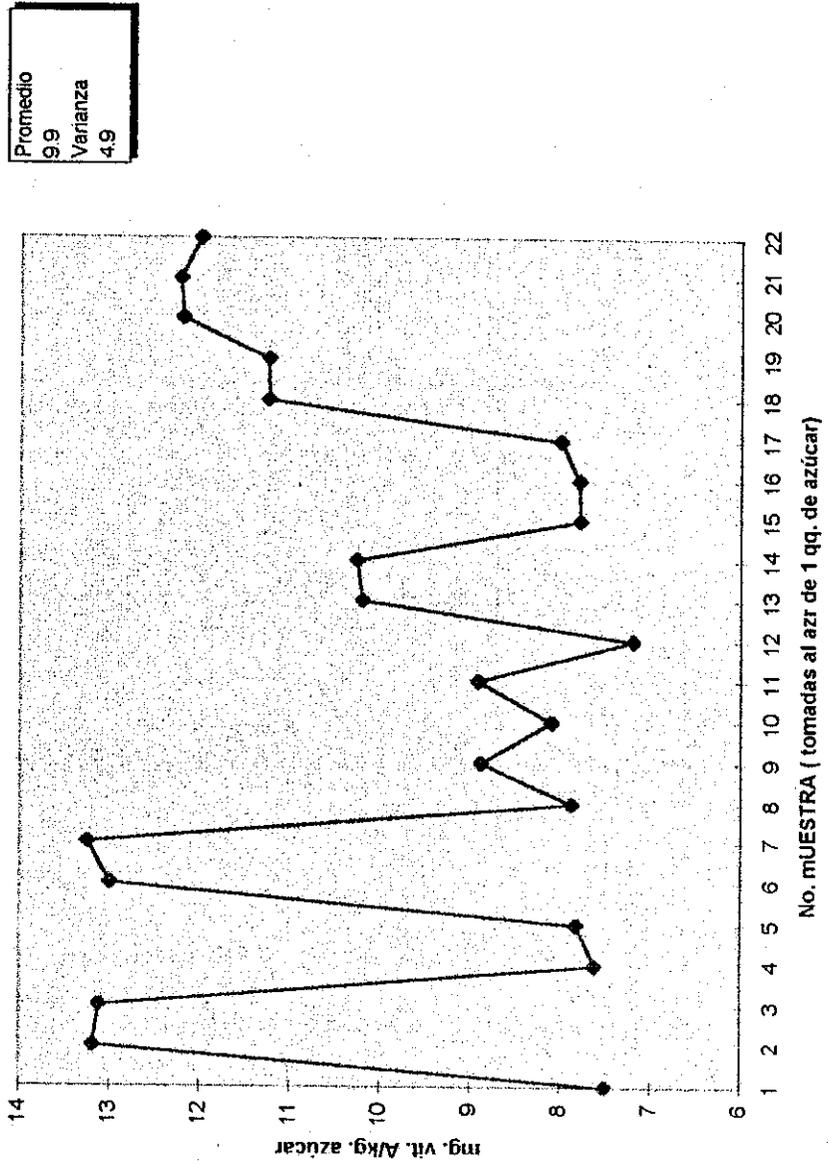


GRÁFICA NO. 6 RESULTADOS DE AZÚCAR FORTIFICADA EN EL DOSIFICADOR

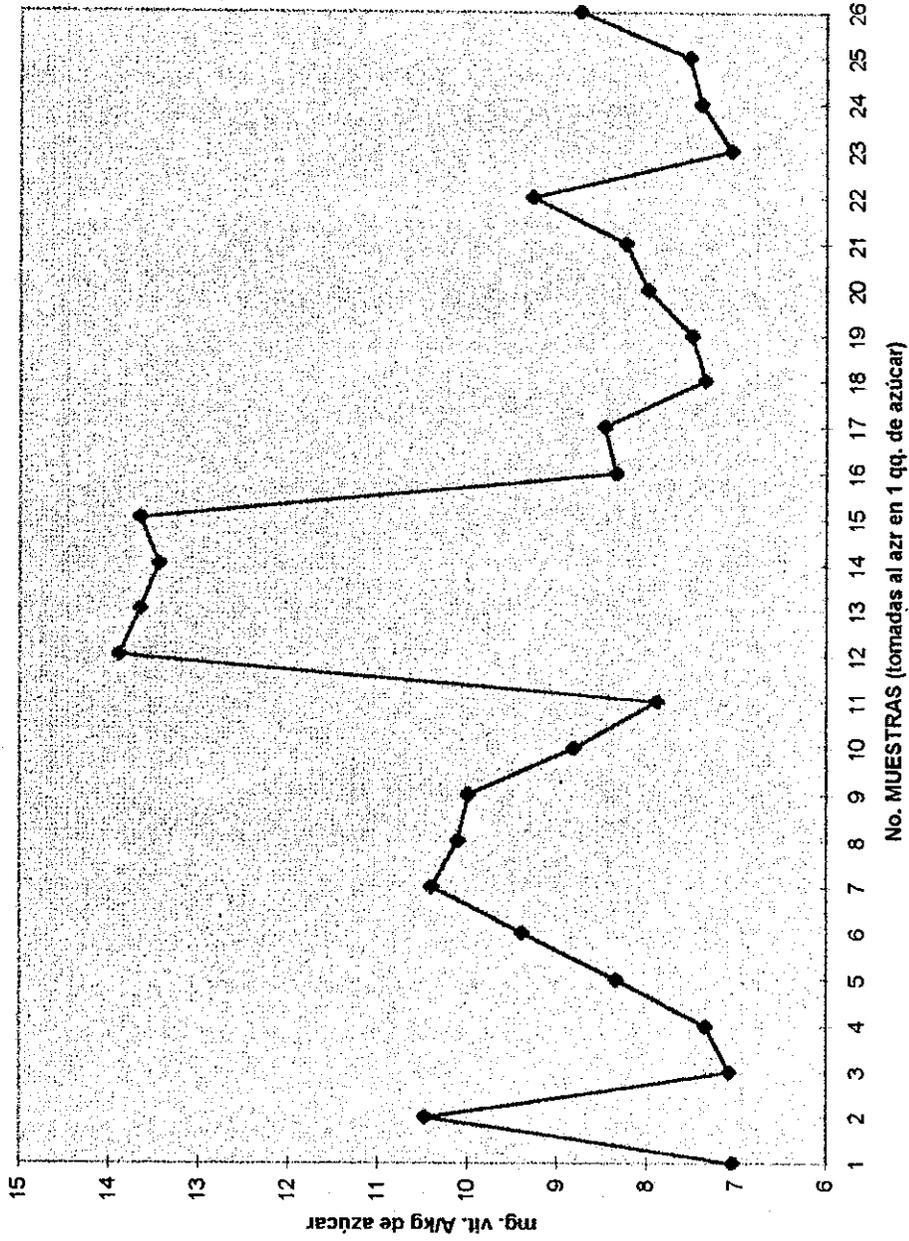
Promedio
4.7
Varianza
0.704



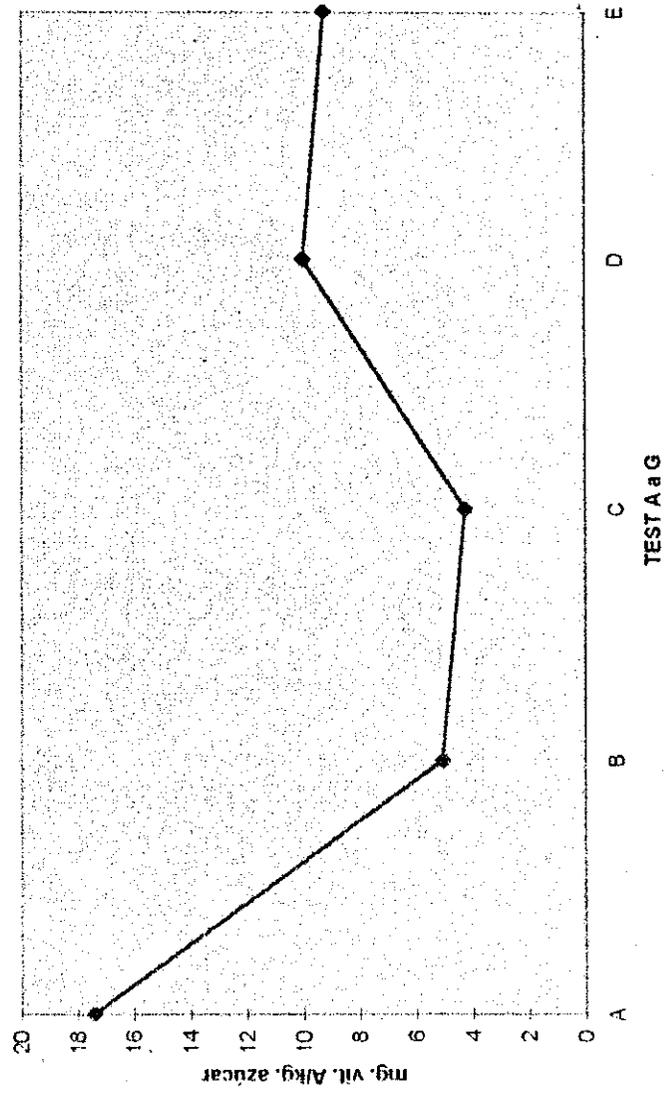
GRÁFICA No. 7 RESULTADOS DE AZÚCAR FORTIFICADA EN EL DOSIFICADOR



GRÁFICA No. 8 RESULTADOS DE AZÚCAR FORTIFICADA EN EL DOSIFICADOR



GRÁFICA No. 9 PROMEDIOS OBTENIDOS DE LA FORTIFICACION



GRÁFICA No. 11 NÚMERO DE CRISTALES VERSUS No. DE MUESTRAS

