

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA  
Facultad de Ingeniería



Determinación del coeficiente de variación en el proceso de fabricación de productos alimenticios tipo mezclas para bebidas fortificadas, avenas y cereales, que utilizan pre mezclas vitamínicas

Trabajo de graduación en modalidad de trabajo profesional presentado por  
Kimberly Yesenia Rodas Muñoz  
para optar al grado académico de Licenciada en Ingeniería Química.

Guatemala,  
2017







Determinación del coeficiente de variación en el proceso de fabricación de productos alimenticios tipo mezclas para bebidas fortificadas, avenas y cereales, que utilizan pre mezclas vitamínicas



UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA  
Facultad de Ingeniería



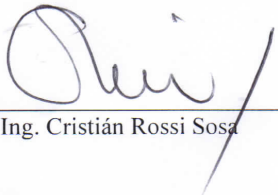
Determinación del coeficiente de variación en el proceso de fabricación de productos alimenticios tipo mezclas para bebidas fortificadas, avenas y cereales, que utilizan pre mezclas vitamínicas

Trabajo de graduación en modalidad de trabajo profesional presentado por  
Kimberly Yesenia Rodas Muñoz  
para optar al grado académico de Licenciada en Ingeniería Química.

Guatemala,  
2017

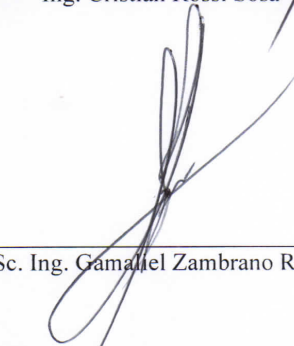


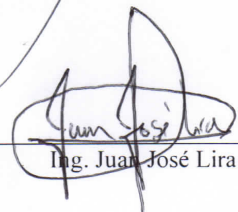
Vo. Bo.

(f.)   
Ing. Cristián Rossi Sosa

Tribunal Examinador

(f.)   
Ing. Cristián Rossi Sosa

(f.)   
MSc. Ing. Gamaliel Zambrano Ruano

(f.)   
Ing. Juan José Lira

Fecha de aprobación: Guatemala 4 de diciembre de 2017



## AGRADECIMIENTOS

Al finalizar mi trabajo de graduación, quiero agradecer a las personas que estuvieron conmigo y fueron parte vital durante esta etapa y me ayudaron a lograrlo, quiero iniciar agradeciéndole a Dios por permitirme dar un paso más para ser una profesional; también quiero agradecer a las personas más importantes de mi vida, a mis papás, por ser un ejemplo para mí, por confiar siempre en mí, por darme todo su apoyo en todo momento y por enseñarme que con perseverancia todo es posible, son mi más grande admiración, los adoro.

Quiero expresar también mi agradecimiento a mis hermanas, por su apoyo y cariño, por tener fe en mí y en todas las cosas que decido hacer, por animarme a seguir adelante siempre y alcanzar mis objetivos. También, quiero agradecer de forma especial a mi novio, por estar conmigo durante esta etapa, por animarme y darme su cariño en cada momento difícil y por estar en mis momentos de triunfo, es un gusto para mí cumplir mis metas junto a una persona tan especial, lo amo.

Por último, quiero darle mi más sincero agradecimiento a mi asesor, Cristán Rossi, por su guía indispensable en este trabajo y en mi vida estudiantil, por su disponibilidad y apoyo en todo momento y por no dudar en ningún momento de mis capacidades.



# ÍNDICE

Listado de cuadros .....	ix
Listado de figuras.....	xi
Listado de gráficas .....	xiii
Resumen.....	xv
I. Introducción .....	1
II. Objetivos .....	3
A. General .....	3
B. Específicos.....	3
IV. Justificación.....	5
VI. Marco teórico .....	7
A. Propiedades características de los sólidos .....	7
B. Mezclado de sólidos .....	7
1. Mezclas perfectas.....	8
2. Mezclas positivas.....	8
3. Mezclas negativas.....	8
4. Mezclas neutras .....	8
C. Mecanismos de mezclado .....	8
1. Mezclado convectivo .....	9
2. Mezclado por dispersión.....	9
3. Mezclado por cizalla.....	9
D. Propiedades que afectan el mezclado de sólidos .....	9
1. Forma y tamaño de las partículas.....	10
2. Densidad.....	10
3. Proporción de los componentes de la mezcla.....	10
4. Formación de cargas eléctricas.....	11
E. Mecanismos de segregación .....	11
1. Segregación por aglomeración .....	11
2. Segregación por flotación .....	12
3. Segregación por percolación.....	12
4. Segregación por trayectoria .....	13
F. Mezcladores.....	13
1. Mezcladora de tipo pantalón.....	13
2. Mezcladora de cinta.....	14
G. Funcionamiento de los mezcladores.....	14
H. Grado de mezcla.....	16
I. Importancia del mezclado en una industria .....	18
J. Método de análisis por espectrofotometría uv/visible .....	18
1. Ley de beer .....	19
VII. Antecedentes.....	21

VIII.	Metodología.....	25
A.	Determinación de hierro realizada en las instalaciones de la empresa alimenticia .....	26
B.	Puntos críticos a considerar .....	29
C.	Determinación del tiempo de mezclado adecuado .....	29
D.	Coeficiente de variación .....	30
E.	Análisis granulométrico de las materias primas realizado en el laboratorio de operaciones unitarias de la universidad del valle de guatemala.....	31
IX.	Resultados .....	33
X.	Análisis de resultados.....	39
XI.	Conclusiones .....	45
XII.	Recomendaciones .....	47
XIII.	Bibliografía.....	49
XIV.	Anexos .....	51
A.	Datos de placa.....	51
B.	Ecuaciones y reacciones .....	52
C.	Datos originales .....	54
D.	Cálculos .....	66
1.	Concentración de hierro en la solución madre .....	66
2.	Concentración de hierro en la solución secundaria .....	66
3.	Concentración de hierro en las muestras .....	66
4.	Coeficiente de variación .....	67
E.	Datos calculados.....	68
F.	Metodologías de análisis .....	82
1.	Método oficial para determinación de hierro en harinas (aoac 944.02) .....	82

## LISTADO DE CUADROS

Cuadro 1. Tipo de mezcladora utilizada en cada proceso para cada producto .....	21
Cuadro 2. Tamaño del lote, en kg, para cada mezclado de cada producto .....	21
Cuadro 3. Masa total agregada de cada componente al mezclado del premix de la bebida fortificada .....	21
Cuadro 4. Masa total agregada de cada componente al mezclado intermedio de la bebida fortificada .....	22
Cuadro 5. Masa total agregada de cada componente al mezclado del premix del cereal .....	22
Cuadro 6. Masa total agregada de cada componente al mezclado intermedio del cereal .....	22
Cuadro 7. Masa total agregada de cada componente al mezclado del premix de la avena .....	22
Cuadro 8. Masa total agregada de cada componente al mezclado intermedio de la avena .....	23
Cuadro 9. Volumen de solución estándar secundaria empleada para preparar soluciones de diferentes concentraciones. ....	27
Cuadro 10. Tamaño de partícula según mesh utilizado .....	31
Cuadro 11. Concentración promedio obtenidas para la pre mezcla, mezcla intermedia y producto final de bebida fortificada, cereal y avena. ....	33
Cuadro 12. Coeficientes de variación de las mezclas .....	33
Cuadro 13. Coeficientes de variación de la pre mezcla para la bebida fortificada en diferentes tiempos de mezclado .....	33
Cuadro 14. Tamaño de partícula de las componentes del premix de la bebida fortificada .....	35
Cuadro 15. Mejoras propuestas para disminuir el coeficiente de variación del mezclado de las diferentes mezcladoras. ....	36
Cuadro 16. Especificaciones de los equipos utilizados para la realización del presente trabajo .....	51
Cuadro 17. Datos para la preparación de las muestras de la pre mezcla utilizada para la bebida fortificada .....	54
Cuadro 18. Datos para la preparación de las muestras del mezclado intermedio para la fabricación de la bebida fortificada. ....	54
Cuadro 19. Datos para la preparación de las muestras del mezclado final para obtener la bebida fortificada .....	55
Cuadro 20. Datos para la preparación de las muestras de la pre mezcla utilizada para el cereal .....	55
Cuadro 21. Datos para la preparación de las muestras del mezclado intermedio para la fabricación del cereal .....	56
Cuadro 22. Datos para la preparación de las muestras del mezclado final para obtener el cereal .....	56
Cuadro 23. Datos para la preparación de las muestras de la pre mezcla utilizada para la avena .....	57
Cuadro 24. Datos para la preparación de las muestras del mezclado final para obtener la avena .....	57
Cuadro 25. Datos obtenidos para la curva de calibración 1 .....	58
Cuadro 26. Datos obtenidos para la curva de calibración 2 .....	58
Cuadro 27. Datos obtenidos para la curva de calibración 3 .....	58
Cuadro 28. Datos obtenidos para la curva de calibración 4 .....	59
Cuadro 29. Datos obtenidos para la curva de calibración 5 .....	59
Cuadro 30. Datos obtenidos para la curva de calibración 6 .....	59
Cuadro 31. Datos obtenidos para la curva de calibración 7 .....	60
Cuadro 32. Datos obtenidos para la curva de calibración 8 .....	60
Cuadro 33. Datos obtenidos para la curva de calibración 9 .....	60
Cuadro 34. Análisis granulométrico del componente 1 del premix de la bebida fortificada (análisis 1) .....	61
Cuadro 35. Análisis granulométrico del componente 1 del premix de la bebida fortificada (análisis 2) .....	61
Cuadro 36. Análisis granulométrico del componente 1 del premix de la bebida fortificada (análisis 3) .....	62
Cuadro 37. Análisis granulométrico del componente 2 del premix de la bebida fortificada (análisis 1) .....	62
Cuadro 38. Análisis granulométrico del componente 2 del premix de la bebida fortificada (análisis 2) .....	63
Cuadro 39. Análisis granulométrico del componente 2 del premix de la bebida fortificada (análisis 3) .....	63
Cuadro 40. Análisis granulométrico del componente 3 del premix de la bebida fortificada (análisis 1) .....	64

Cuadro 41. Análisis granulométrico del componente 3 del premix de la bebida fortificada (análisis 2).....	64
Cuadro 42. Análisis granulométrico del componente 3 del premix de la bebida fortificada (análisis 3).....	65
Cuadro 43. Estandarización del volumen del recipiente utilizado para medir la densidad de bulto de la pre mezcla de la bebida forificada.....	65
Cuadro 44. Datos para la preparación de las soluciones primarias y secundarias partiendo de hierro amoniacal sulfato Ferroso .....	68
Cuadro 45. Concentraciones de hierro en la pre mezcla obtenidas para las 10 diferentes muestras .....	68
Cuadro 46. Concentraciones de hierro en el mezclado intermedio obtenidas para las 10 diferentes muestras.....	69
Cuadro 47. Concentraciones de hierro en el producto terminado obtenidas para las 10 diferentes muestras .....	69
Cuadro 48. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras de la pre mezcla de la bebida fortificada .....	74
Cuadro 49. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras del mezclado intermedio de la bebida fortificada.....	75
Cuadro 50. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras del mezclado final de la bebida fortificada .....	75
Cuadro 51. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras de la pre mezcla del cereal .....	76
Cuadro 52. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras del mezclado intermedio del cereal .....	76
Cuadro 53. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras del mezclado final del cereal .....	77
Cuadro 54. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras de la pre mezcla de la avena .....	77
Cuadro 55. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras del mezclado final de la avena .....	78
Cuadro 56. Volumen definido para el recipiente utilizado para medir la densidad de bulto.....	80
Cuadro 57. Densidad de bulto obtenidas para las muestras de la pre mezcla de bebida fortificada utilizando un tiempo de .....	80
Cuadro 58. Densidad de bulto obtenidas para las muestras de la pre mezcla de bebida fortificada utilizando un tiempo de mezclado de 9 minutos .....	80
Cuadro 59. Densidad de bulto obtenidas para las muestras de la pre mezcla de bebida fortificada utilizando un tiempo de mezclado de 10 minutos .....	81
Cuadro 60. Densidad de bulto obtenidas para las muestras de la pre mezcla de bebida fortificada utilizando un tiempo de mezclado de 11 minutos .....	81

## LISTADO DE FIGURAS

Figura 1. Mecanismos de mezclado.....	8
Figura 2. Segregación por aglomeración .....	11
Figura 3. Segregación por flotación.....	12
Figura 4. Segregación por percolación .....	12
Figura 5. Segregación por trayectoria.....	13
Figura 6. Mezcladora de tipo pantalón .....	13
Figura 7. Mezcladora de cintas helicoidales .....	14
Figura 8. Influencia del tamaño de muestra en el grado de mezcla (varianza).....	17
Figura 9. Medida de la absorción de radiación UV/Vis utilizando un espectrofotómetro UV/vis de haz simple .....	19
Figura 10 . Proceso de mezclado para una bebida fortificada .....	23
Figura 11 . Proceso de mezclado para la producción de un cereal rico en vitaminas.....	23
Figura 12. Proceso de mezclado para una avena .....	24



## LISTADO DE GRÁFICAS

Gráfica 1. Distribución de tamaño de las partículas del componente 1 de la pre mezcla de la bebida fortificada .....	34
Gráfica 2. Distribución de tamaño de las partículas del componente 2 de la pre mezcla de la bebida fortificada .....	34
Gráfica 3. Distribución de tamaño de las partículas del componente 3 de la pre mezcla de la bebida fortificada .....	35
Gráfica 4. Curva de coeficiente de variación según tiempo de mezclado para la determinación del tiempo adecuado de mezcla.....	37
Gráfica 5. Curva de calibración 1 (Premix bebida fortificada).....	70
Gráfica 6. Curva de calibración 2 (Mezcla intermedia bebida fortificada) .....	70
Gráfica 7. Curva de calibración 3 (Producto final bebida fortificada) .....	71
Gráfica 8. Curva de calibración 4 (Premix cereal) .....	71
Gráfica 9. Curva de calibración 5 (mezcla intermedia cereal).....	72
Gráfica 10. Curva de calibración 6 (Producto terminado cereal) .....	72
Gráfica 11. Curva de calibración 7 (Premix avena).....	73
Gráfica 12. Curva de calibración 8 (Producto terminado avena).....	73
Gráfica 13. Curva de calibración 9 (Producto terminado avena).....	74
Gráfica 14. Porcentaje acumulado del tamaño de partícula para el componente 1 de la pre mezcla de la bebida fortificada.....	78
Gráfica 15. Porcentaje acumulado del tamaño de partícula para el componente 2 de la pre mezcla de la bebida fortificada.....	79
Gráfica 16. Porcentaje acumulado del tamaño de partícula para el componente 3 de la pre mezcla de la bebida fortificada.....	79



## RESUMEN

El objetivo principal del presente trabajo fue determinar el coeficiente de variación en el mezclado de tres productos alimenticios en polvo (bebida fortificada, cereal y avena), realizando análisis químicos para obtener la concentración de hierro. Se realizó un sondeo general del proceso de mezclado para identificar variables que pudieran estar afectándolo y así recomendar posibles cambios para mejorar la homogeneidad de los productos. Se hizo la determinación de hierro en las muestras, utilizando el método de la AOAC 944.02 por espectrofotometría UV/VIS. A este se le hicieron ciertas modificaciones que se indicaron en la metodología. Para la realización de los análisis se tomó 10 muestras de las mezclas en diferentes tiempos de descarga. Además, se realizó análisis de granulometría a las materias primas para determinar el tamaño de partícula y la forma correcta y orden en que deberían agregarse los componentes a la mezcla. Se obtuvieron coeficientes de variación altos para todos los mezclados. El mezclado más homogéneo que se determinó fue el de la pre mezcla de la bebida fortificada con un coeficiente de variación de 6.08% y el más alto para el producto terminado de avena con un valor de 96.67%. El principal problema de mezcla determinado es la segregación por percolación debido a la gran diferencia en el tamaño de las partículas. Se recomienda que las materias primas se almacenen en lugares con condiciones controladas para evitar que estas presenten mucha humedad y esto provoque aglomeración, aumento de partículas, heterogeneidad y segregación. La primordial recomendación es que se realicen análisis de tiempo de mezclado para verificar que este sea adecuado en todas las mezcladoras tal como se realizó para el premix de la bebida fortificada, obteniendo como resultado que el tiempo de mezclado adecuado es de 11 minutos con un coeficiente de variación de 3.2%.



# I. INTRODUCCIÓN

El mezclado de sólidos es una operación unitaria que tiene como objetivo integrar diferentes materias primas, sólidas y líquidas para una distribución homogénea de las mismas. Los factores que intervienen para que el mezclado sea adecuado son el tamaño de partículas, forma, rugosidad de las mismas, densidad, proporción y cantidad de los componentes de la mezcla y, la formación de cargas estáticas por el roce.

La industria alimenticia dispone de diversos equipos para mezclar que se adaptan a las diferentes etapas de fabricación, un ejemplo de ello es las mezclas que se realizan para producir bebidas fortificadas, cereales, “snacks”, entre otros. En el caso de la producción de cereales, el mezclado esta dividido en tres fases: pre mezclas vitamínicas (alta concentración en vitaminas y minerales), mezclado intermedio y mezclado final (el cuál se dirige a el área de empaque para obtener el producto terminado).

En el proceso analizado, el mezclado que se realiza en los equipos no cuenta con un previo análisis para la determinación del tiempo de mezclado adecuado y, por lo tanto, de cálculo de los coeficientes de variación de estos procesos. Debido a lo anterior, se tuvo como objetivo general el establecer la eficiencia y determinar si el tiempos de mezclado que utilizan es el adecuado. Para ello se realizaron determinaciones de concentración de hierro, densidad de bulto y granulometría en los productos alimenticios seleccionados, en diferentes partes del proceso, con el fin de establecer la homogeneidad de las mezclas y por ende, el estándar de calidad del producto. Es importante determinar la homogeneidad del mezclado para verificar si el tiempo de mezclado es el adecuado y hacer correcciones en el proceso para contar con una mayor eficiencia. Se obtuvieron coeficientes de variación de: 6.08%, 48.62%, 29.82% (pre mezcla), 37.94%, 17.45%, (mezclado intermedio) y 16.14%, 14.97%, 96.67% (producto terminado) para la bebida fortificada, el cereal y la avena respectivamente, los cuales se consideran altos e indican que la mezcla no era homogénea. Además, se obtuvo que el tiempo de mezclado adecuado para el premix de la bebida fortificada es de 11 minutos debido a que este presentó el coeficiente de variación más bajo, siendo este 3.2%. Se recomienda a la empresa tamizar las materias primas que ingresen a cada una de las mezcladoras para evitar que ingresen aglomerados y así aumentar la eficiencia de las mismas.

En el siguiente documento se detallan los objetivos del trabajo, la metodología que se utilizó paso a paso, diagramas del proceso y características del actual proceso, datos medidos en cada uno de los mezclados y resultados obtenidos para los coeficientes de variación y granulometría. También se presenta una sección de cálculos de muestra y una interpretación de los resultados y análisis general del proceso que se elaboró.



## II. OBJETIVOS

### A. General

Establecer la eficiencia de mezclado en términos de coeficiente de variación, realizando determinaciones de hierro y granulometría en bebidas fortificadas, avenas y cereales, que utilizan pre mezclas vitamínicas, con el fin de establecer factores que estén afectando la homogeneidad del producto.

### B. Específicos

Determinar el coeficiente de variación del mezclado de un premix vitamínico usando la concentración de hierro como referencia, con muestreos significativos en cada una de las etapas del proceso.

Cuantificar la cantidad de hierro presente en las muestras de productos alimenticios usando el método de espectrofotometría UV/VIS 944.02 establecido por la AOAC.

Realizar análisis granulométricos de las materias primas utilizadas para la pre mezcla con el fin de establecer el orden en que se deben añadir los componentes para mejorar la homogeneidad del producto.

Obtener la densidad de ocho muestras de la pre mezcla aplicando cuatro diferentes tiempos de mezclado para determinar si el tiempo de mezclado actual deberá ser corregido para mejorar la homogeneidad del producto.

Proponer mejoras en el proceso de mezclado, de acuerdo a los resultados obtenidos, y al rango de coeficiente de variación aceptado para aumentar la eficiencia del equipo y la homogeneidad del producto.



## IV. JUSTIFICACIÓN

El mezclado es una operación unitaria por la cual se consigue una distribución uniforme de dos o varios componentes y el rendimiento de un mezclador es juzgado por el tiempo de mezclado requerido, la potencia empleada y las propiedades del producto. Es importante determinar si el tiempo de mezclado que utilizan es el adecuado ya que la homogeneidad no aumenta indefinidamente con el tiempo, al contrario, durante el proceso de la mezcla compiten mecanismos de mezclado y desmezclado o segregación de los componentes. Actualmente, la empresa no cuenta con algún método para la determinación de los tiempos de mezclado requeridos para los productos y por ello, se debe realizar un estudio de homogeneidad del producto y conocer el coeficiente de variación del mismo para determinar el tiempo de mezclado adecuado de la pre mezcla y las demás mezclas del proceso. Esto garantizaría una buena calidad de los productos ya que el mezclado tiene un efecto en las propiedades funcionales de los mismos y en sus características sensoriales. También serviría para verificar que se esté cumpliendo con la información que se proporciona en la tabla nutricional de los distintos productos que distribuyen y para definir el consumo energético requerido para el mezclado adecuado.

La industria alimenticia fabrica una gran variedad de productos en estado sólido, entre ellos mezclas para bebidas fortificadas, avenas y cereales, que utilizan una pre mezcla vitamínica con un contenido significativo de hierro. La premezcla es distribuida a los diferentes procesos para la fabricación de productos, con una participación de mercado del 54%; se debe de asegurar que los componentes se encuentren homogéneamente distribuidos para garantizar un producto de buena calidad.

Actualmente, la empresa tiene una producción anual de premezclas de 120 t para bebida fortificada y 90 t para la avena, los cuales se utilizan en porcentajes de 5.5% m/m y 2.12% m/m respectivamente. También se produce el “supercereal” que es un producto licitado que se caracteriza por tener un alto contenido en vitaminas y minerales para la buena nutrición del consumidor. Este se produce de tres a cuatro veces al año y el volumen de producción depende de la licitación, sacan lotes de 454 kg. La pre mezcla y la mezcla intermedia se lleva a cabo en una mezcladora de citas helicoidales y mezcladora de pantalón para el mezclado del premix de avena. Es importante verificar que la premezcla sea homogénea, usando como referencia la distribución de hierro, y el tiempo requerido para este proceso sea el adecuado con una distribución que no afecte las operaciones posteriores. Sin embargo, también se debe verificar que todas las mezcladoras del proceso esten operando adecuadamente para obtener un producto terminado que cumpla con el estándar de calidad.



## VI. MARCO TEÓRICO

### A. PROPIEDADES CARACTERÍSTICAS DE LOS SÓLIDOS

Las partículas sólidas individuales se caracterizan por su tamaño, forma y densidad. Es importante mencionar que las partículas de sólidos que se encuentran en una mezcla homogénea mantienen la densidad del material original. Los sólidos presentan las siguientes propiedades distintivas (Perry, 1984):

1. Presión. En el caso general, cuando se le aplica una presión en una dirección a un sólido, este crea cierta presión en otras direcciones, siendo esta menor que la presión inicial aplicada. En una masa homogénea, existe una relación entre la presión normal y la presión aplicada (constante  $K'$ ), ésta es característica para cada material y depende de la forma y de las tendencias de entrelazamiento de las partículas, de la adhesividad y de qué tan ajustadamente se encuentre empacado el material. La constante casi no depende del tamaño de partícula hasta que el material se vuelve muy pequeño y ya no fluye libremente (Perry, 1984).

2. Esfuerzo cortante. Cuando se aplica un esfuerzo cortante en la superficie de una masa, este se transmite a través de toda una masa estática de partículas mientras no se produzca rotura (Perry, 1984).

3. Densidad de la masa. La densidad de las partículas individuales de un sólido son dependientes de la temperatura y presión, sin embargo, no ocurre lo mismo con la densidad global o aparente. La densidad global es mínima cuando la masa se encuentra “floja” y alcanza un máximo cuando la masa se somete a una vibración o apisonamiento (Perry, 1984).

Dependiendo de sus propiedades, los sólidos se pueden dividir en dos clases: cohesivos y no cohesivos. Los materiales no cohesivos presentan un  $K'$  entre 0.35 y 0.6, los sólidos cohesivos se caracterizan por su dificultad al fluir a través de orificios, para ellos  $K'$  es aproximadamente cero (Perry, 1984).

### B. MEZCLADO DE SÓLIDOS

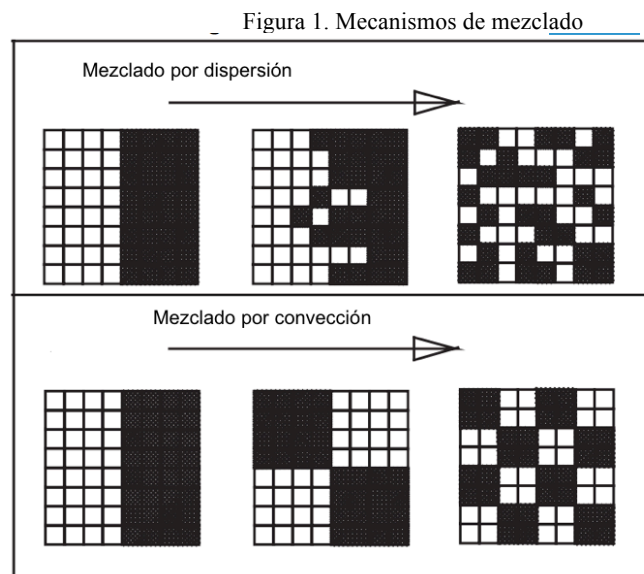
Una mezcla es un sistema formado por dos o más componentes que no se encuentran combinadas químicamente. En una mezcla no se da ninguna reacción química y cada uno de los componentes mantiene su identidad y propiedades químicas. Las mezclas se clasifican en homogéneas y heterogéneas. En una mezcla de polvos, el producto frecuentemente consta de dos o más fases que se pueden identificar con facilidad y cada una de las cuales puede contener partículas de tamaño considerable. Para un producto bien mezclado de este tipo, pequeñas muestras al azar van a diferir significativamente en la composición, de

hecho, muestras de cualquier mezcla semejante debe ser mayor que un tamaño crítico si los resultados son significativos. Las mezclas se puede clasificar como (Vincent, 1967):

1. Mezclas perfectas. Se considera una mezcla perfecta el estado en el que cada partícula se encuentra junto a una partícula del otro componente, lo cual indicaría que los componentes se han distribuido de la forma más homogéneamente posible (Vincent, 1967).
2. Mezclas positivas. Este tipo de mezclas están formadas por componentes como gases o líquidos inmiscibles, estos se mezclan de forma espontánea e irreversible y se asemejan mucho a las mezclas perfectas (Vincent, 1967).
3. Mezclas negativas. En este tipo de mezcla los componentes tienden a separarse, en este caso, es necesario un aporte de energía para que la dispersión adecuada entre ellos se mantenga.
4. Mezclas neutras. Presentan un comportamiento estático, sus componentes no se mezclan de forma espontánea, sin embargo, tampoco se segregan una vez lograda la mezcla (Vincent, 1967).

## C. MECANISMOS DE MEZCLADO

El proceso de mezclado se puede dar por como una superposición de dispersión y convección, ambos mecanismos se presentan en la siguiente Figura 1.



Fuente: Perry, 2006

1. Mezclado convectivo. Este mecanismo implica un movimiento de masas relativamente grande, consiste en la inversión del lecho completo. Se da cuando un grupo de partículas de un componente se traslada en bloque a regiones ocupadas por otro, todo el volumen de material se divide continuamente y luego se mezcla nuevamente después de que las porciones hayan cambiado de lugar tal como se observa en la Figura 1. Además, la convección favorece a los procesos de intercambio de mezcla dispersiva. Una masa de material se divide o se mezcla por convección cuando existe una corriente de material en un mezclador de gravedad estática o por dispositivos giratorios en el mezclador, este tipo de mezclado se puede dar mediante mezcladores de volteo y por arrastre de una hélice o un tornillo helicoidal (Kresisch, 2016).

2. Mezclado por dispersión. Ocurre cuando se produce la transferencia de partículas aisladas de un componente a regiones ocupadas por otro, es un movimiento aleatorio individual de las partículas. La dispersión es un efecto local, es decir, ocurre un micro mezclado, este tiene lugar en el caso de sistemas en los que una serie de partículas de diferentes ingredientes están en proximidad, que ocasiona una mezcla fina localizada en áreas muy pequeñas. En el caso de que los ingredientes se separen espacialmente al principio del proceso, se necesitarán tiempos largos de mezclado para que se dé una homogeneidad solo por dispersión (Kresisch, 2016).

3. Mezclado por cizalla. En el mezclado por cizalla existen planos de deslizamiento en la masa del polvo en el interior del mezclador. Se utilizan impulsores o cuchillas de alta velocidad en el mezclador para crear fuerzas de cizallamiento, esto es importante en para romper aglomerados (Kresisch, 2016).

## D. PROPIEDADES QUE AFECTAN EL MEZCLADO DE SÓLIDOS

La diferencia entre propiedades tales como la distribución del tamaño de partícula, densidad, forma, características superficiales y carga electrostática, puede ocasionar que el mezclado resulte muy difícil. La observación de ciertas propiedades de los ingredientes a mezclar es el primer paso en la selección del equipo mezclador. Las características de los sólidos que se presentan con mayor frecuencia son (McCabe, Warren, Smith, J. y P. Harriott, 2007):

- Distribución del tamaño de la partícula
- Densidad a granel: se puede reducir con aireación o incrementar por vibración.
- Densidad real
- Forma de las partículas.
- Características superficiales: en este caso se incluye el área superficial y la tendencia a retener carga estática.
- Características de flujo (ángulo de reposo y la fluidez)

- Friabilidad, es decir, la tendencia que tiene el material a dividirse en tamaños menores durante el manejo.
- Estudio de aglomeración, que establece si las partículas existen independientemente o se adhieren unas a otras en grupos.
- Humedad
- Densidad, viscosidad y tensión superficial
- Limitaciones térmicas de los ingredientes.

A continuación se presentan con mayor detalle las principales propiedades que afectan el mezclado de sólidos:

1. Forma y tamaño de las partículas. El tamaño, la forma y rugosidad de las partículas es un factor importante a considerar al realizar un mezclado. La principal influencia de la forma y rugosidad en el proceso de mezcla es en la capacidad para transmitir la energía cinética proporcionada por los componentes del mezclador o de otra partículas, para esto se debe considerar la esfericidad y la dimensión fractal. La forma esférica de las partículas y la superficie lisa son dos propiedades ideales para obtener una mezcla homogénea, si no se tienen estas pautas no significa que no se puedan obtener buenas mezclas, pero para ello, se deben modificar las condiciones a las cuales se realiza la mezcla para poder lograrlo; por ejemplo, se debe modificar el tiempo de mezclado y la velocidad del proceso. También, para obtener un buen mezclado, las sustancias que se desean mezclar deben presentar grados de movilidad similares, de lo contrario, se favorece la segregación de los componentes de la mezcla; por ello, para obtener una mezcla homogénea, se debe de trabajar con componentes que tengan un tamaño de partícula parecido (Kresisch, 2016).

2. Densidad. Cuando las densidades de los sólidos presentan una diferencia considerable, tras cierto tiempo se produce una marcada deshomogeneización entre ellos debido a que por acción de la gravedad se producirá una movilidad diferencial de las partículas, lo cual puede provocar la segregación de los componentes de la mezcla, por ello, la diferencia de densidad de los componentes disminuye la estabilidad de las mezclas (Kresisch, 2016).

3. Proporción de los componentes de la mezcla. La homogeneidad es difícil de conseguir cuanto más diferentes son las cantidades de los componentes. Cuando hay un componente en menor proporción que los demás, se recomienda, en primer lugar, mezclar este con el componente con el que guarde mayor afinidad y seguidamente añadir el resto de los componentes (Kresisch, 2016).

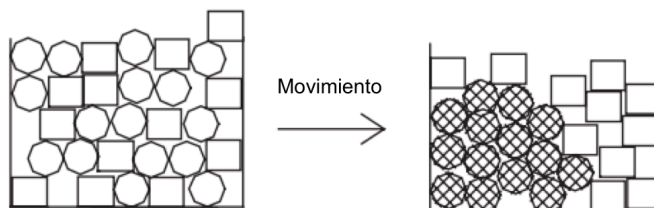
4. Formación de cargas eléctricas. Cuando existen cargas eléctricas se dificulta la obtención de una mezcla homogénea debido a que esto provoca la agrupación de las partículas. Esto puede evitarse utilizando tensoactivos, lo cual provoca que la superficie de las partículas sean más conductoras, lo que anula la formación de cargas; también se puede aumentar el contenido de humedad en la mezcla. Las cargas eléctricas hacen que se repelan las partículas unas a otras, cuando existe un mezclado continuo, se pueden acumular estas cargas, por ello es importante determinar el tiempo preciso de mezclado que se requiere y no mezclar en exceso los ingredientes (Kresisch, 2016).

## E. MECANISMOS DE SEGREGACIÓN

Cuando los ingredientes de una mezcla presentan un comportamiento selectivo individual, la calidad de la mezcla puede reducirse como resultado de la segregación, ésta se ve influenciada por las propiedades de las partículas tales como tamaño, forma, densidad, rugosidad superficial, fuerzas de atracción y fricción. Sin embargo, se debe mencionar que el tamaño de la partícula es la mayor influencia en la segregación. Si las mezclas se almacenan o transportan de manera inadecuada, estas tenderán a separarse de acuerdo con el tamaño de la partícula y, por ende se segregarán. A continuación se presentan los principales mecanismos de segregación (Kaye, 1996):

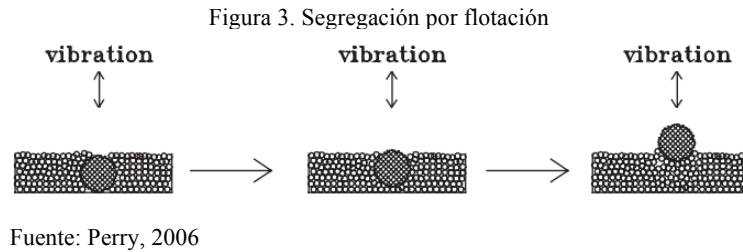
1. Segregación por aglomeración. Se presenta a través de la auto aglomeración preferencial de un componente presente en una mezcla, estos se forman cuando hay fuertes fuerzas interparticulares, para que estas fuerzas tengan un efecto, las partículas deben estar en contacto cercano, estas se pegan entre sí tal como se muestra en la Figura 2, un ejemplo de ellos es el puente de líquidos que se forma en los sólidos, es decir, si existe una pequeña cantidad de humedad u otro fluido las fuerzas electrostáticas y de van der Waals inducen a la cohesión de los aglomerados. Sin embargo, los aglomerados en algunos casos pueden ser positivo; cuando se tienen un ingrediente muy fino, estas partículas finas recubren las más gruesas y se produce una mezcla ordenada que es estabilizada por las fuerzas de van der Waals y por lo tanto se protege de la segregación (Perry, 2006).

Figura 2. Segregación por aglomeración



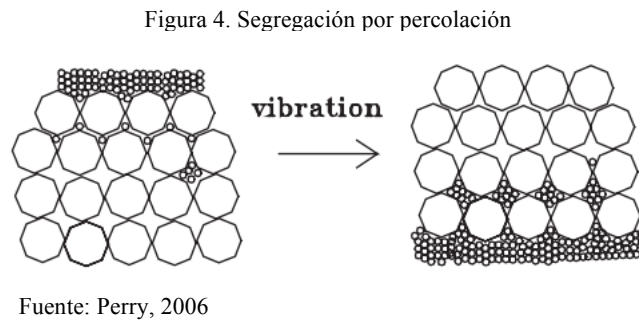
Fuente: Perry, 2006

2. Segregación por flotación. Este tipo de segregación puede ocurrir cuando la mezcla se encuentra en presencia de una vibración, las partículas más gruesas tienden a flotar contra la fuerza de gravedad y se acumulan cerca de la superficie, tal como se observa en la Figura 3. Durante la vibración, las partículas de menor tamaño fluyen en el espacio vacío creado debajo de las partículas grandes, impidiendo así que la partícula grande vuelva a su posición original. Además, si la partícula grande tiene mayor densidad que las partículas finas, ésta compactará los finos, reduciendo su movilidad y la capacidad de la partícula grande de hundirse (Perry, 2006).



\*Indica el movimiento por vibración, las partículas tienden a flotar.

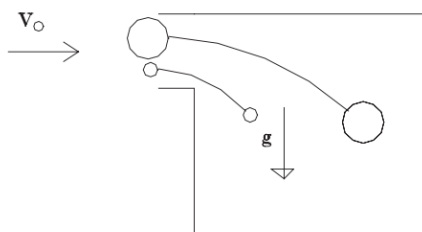
3. Segregación por percolación. Este es el mecanismo de segregación más importante, se da cuando las partículas de menor tamaño (más finas) se deslizan por los intersticios entre las partículas más grandes (Figura 4). Estos intersticios funcionan como un tamiz, si se mueve una mezcla de sólidos, se abren pequeñas brechas permitiendo que las partículas finas pasen selectivamente a través del lecho de partículas. Una sola capa presenta un bajo grado de separación, sin embargo, un lecho de polvo consiste en muchas capas que puede producir una división significativa entre granos finos y gruesos. Además, la percolación puede ocurrir incluso con una pequeña diferencia de tamaño de las partículas (Perry, 2006).



\*Indica que por la vibración, las partículas más pequeñas van a tender a descender en medio de las grandes.

4. Segregación por trayectoria: Se produce con la contribución de un gas, este tipo de segregación se da en ciclones o en el transporte en donde las partículas siguen trayectorias individuales y en la fluidización. Durante la fluidización, las partículas son expuestas a fuerzas de resistencia, lo cual induce a una segregación. Las distancias recorridas por las partículas son proporcionales al tamaño de las mismas. Cuanto más grande son estas, mayor es la distancia a la que se descargan (Perry, 2006).

Figura 5. Segregación por trayectoria



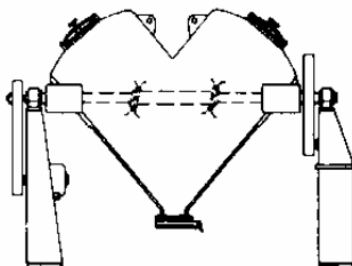
Fuente: Perry, 2006

## F. MEZCLADORES

Existen diversos equipos para realizar el mezclado de sólidos, estos utilizan diferentes mecanismos para realizar la homogenización de los ingredientes. En algunos equipos, el recipiente se mueve, mientras que en otros existe un dispositivo que gira dentro del recipiente estacionario. También, existen equipos que cuentan con una combinación de un recipiente giratorio y un dispositivo interno que rota (McCabe *et al.*, 2007).

1. Mezcladora de tipo pantalón. Esta mezcladora consiste de una etapa rápida convectiva, impulsada por la velocidad de las partículas; seguidamente se da una etapa dispersiva, la cual es causada por las variaciones de velocidad debida a los arreglos de las partículas individuales (McCabe *et al.*, 2007).

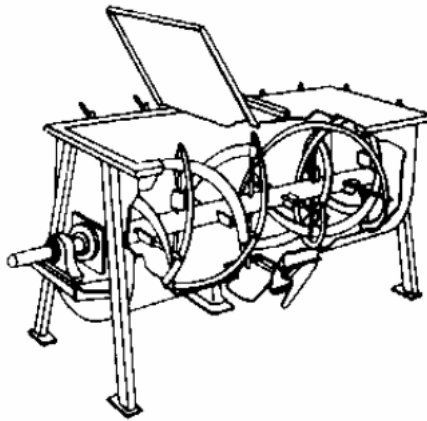
Figura 6. Mezcladora de tipo pantalón



Fuente: Perry, 1984

2. Mezcladora de cinta: Es altamente eficiente y precisa en procesos de mezcla con un alto requerimiento de uniformidad en materiales como polvo o masa para la manufactura de productos farmacéuticos, alimenticios, químicos, pesticidas, colorantes plásticos, entre otros (Kresisch, 2016). El equipo es indicado para la mezcla de materiales con alta viscosidad, también es ideal para el mezclado de sólidos secos, pulverulentos gruesos y granulados. Esta mezcladora está compuesta de un tanque de mezclado cuyo interior contiene láminas helicoidales que generan la operación de mezclado, estas giran y empujan los materiales en sentidos opuestos unificando así las materias primas que se encuentran entre los extremos y el centro, lo cual garantiza que se está dando una mezcla convectiva, los listones pueden ser continuos o interrumpidos, algunos listones son muy grandes y pueden contener hasta  $34 \text{ m}^3$  de material (McCabe *et al.*, 2007)

Figura 7. Mezcladora de cintas helicoidales



Fuente: Perry, 1984

## G. FUNCIONAMIENTO DE LOS MEZCLADORES

Antes de seleccionar un equipo para la mezcla de sólidos, es importante que se realice un estudio de las características del funcionamiento u operación del mismo, se deben considerar los siguientes factores:

1. Uniformidad y tiempo de mezclado. Se debe escoger el equipo adecuado para asegurar que se obtendrá el grado de homogeneidad deseado, existen literaturas que proporcionan datos sobre las capacidades de algunos equipos para combinar distintos tipos de materiales, es elemental determinar el tiempo de mezclado, puesto que, en algunos casos, un mezclado muy prolongado daría como resultado una mezcla peor. Por ello, es preciso que se realice una gráfica del grado de mezcla en función del tiempo, esto servirá para seleccionar cuantitativamente el tiempo apropiado de mezcla. Comúnmente, el tiempo de mezcla es menor a 15 minutos si se ha seleccionado el equipo y la capacidad de trabajo adecuada (Kaye, 1996).

2. Carga y descarga. Se debe tomar en cuenta todo el sistema de manejo para contar con condiciones adecuadas de carga y descarga, esto puede incluir el pre mezclado de los ingredientes en menor cantidad y la buena ubicación de las compuertas de descarga. Los sólidos pueden descargarse por cualquier abertura que se encuentre cerca del fondo de un depósito, sin embargo, estos se descargan mejor a través de una abertura situada en el fondo. Cuando se abre una abertura situada en el fondo de un depósito que contienen sólidos que fluyen libremente, el material situado inmediatamente encima de la abertura comienza a fluir. El flujo depende de la inclinación de las paredes en la sección inferior del depósito y del coeficiente de fricción entre los sólidos y las paredes del depósito. La abertura de descarga debe ser suficientemente pequeña para cerrarse con facilidad cuando los sólidos estén fluyendo, pero no tan pequeña para causar un atascamiento (Perry, 1984).

3. Potencia. Por lo general, los requisitos de potencia no son primordiales al momento de seleccionar un equipo, sin embargo este es un factor que debe considerarse debido a que es preciso proporcionar una potencia lo suficientemente capaz para cubrir las necesidades máximas de mezclado (Perry, 2006).

4. Limpieza y rompimiento de aglomerados. Un elemento crucial es el rompimiento de aglomerados, los métodos mayormente utilizados para esto son: la acción de cizallamiento y compresión y la rotura por impacto. Otro factor que debe considerarse es la facilidad de limpieza, en los casos en que deban mezclarse lotes incompatibles en el mismo equipo, las principales zonas que presentan dificultades de limpieza son (Perry, 2006):

- Sellos o las cajas prensaestopas
- Grietas en los soportes de los desviadores
- Rincones
- Dispositivos de descarga.

5. Carga electrostática. Algunos materiales tienden a acumular una carga, en algunos casos la carga electrostática puede ocasionar un recubrimiento de los componentes internos del mezclador, lo cual puede causar un problema de limpieza. Las medidas que pueden tomarse para evitar la formación de carga electrostática son (Perry, 2006):

- a. Adición de materiales sólidos especiales que tengan razones muy elevadas de área superficial a peso.
- b. Adición de líquidos
- c. Elección adecuada del material de construcción del mezclador
- d. Control de humedad
- e. Preparación de los ingredientes del lote para minimizar la carga acumulada.

## H. GRADO DE MEZCLA

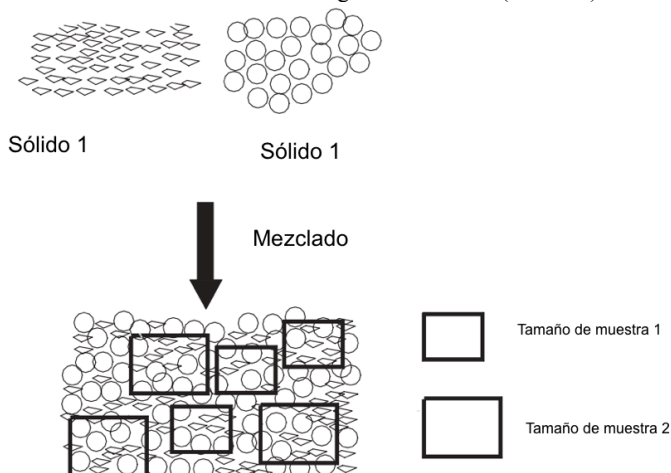
Para llevar a cabo la cuantificación del grado adecuado de mezclado se recurre al empleo de expresiones estadísticas, tales como la varianza, el coeficiente de variación y la desviación estándar. Con estos datos obtenidos de la práctica y experimentación con cada equipo y cada producto, se pueden elaborar gráficas estadísticas frente al tiempo de mezclado. A partir de esto, es posible deducir el tiempo adecuado de mezclado, lo que corresponde al tiempo en el cual se alcanza una homogeneidad completa de la mezcla (Weinekötter, 2000).

Para evaluar el funcionamiento de los mezcladores con procedimientos estadísticos, se realizan estudios se basan en el análisis de muestras tomadas a partir de mezclas en varios tiempos. Una mezcla en la que un componente es distribuido al azar a través de otro se dice que está completamente mezclada. Principalmente se debe definir qué propiedad caracteriza una mezcla, por ejemplo, la composición, el tamaño de partícula y temperatura. En algunos casos, una buena mezcla requiere la uniformidad de varias propiedades (Weinekötter, 2000).

En el caso de sólidos no cohesivos granulares, se utilizan múltiples muestras pequeñas que contienen aproximadamente el mismo número de partículas. Cuando se tiene una mezcla de A y B componentes de la cual se obtienen N muestras que contienen n cantidad de partículas, las muestras son analizadas y con los resultados se puede calcular la desviación estándar (Weinekötter, 2000).

Aun cuando los componentes son completamente mezclados, el valor de  $x_i$  en varias muestras puntuales pueden no ser el mismo, siempre puede existir la probabilidad de que la muestra extraída a partir de una mezcla al azar contenga mayor o menor proporción de un tipo de partículas que la población a partir de la que se tomó, sin embargo, cuanto más pequeñas sean las fluctuaciones en la concentración de las muestras, mejor será la calidad del mezclado. Es importante mencionar que el material muestreado, el tamaño de la muestra y la ubicación en donde estas se toman, son elementos esenciales en la evaluación de una mezcla de sólidos, se puede observar en la Figura 8 que una muestra más pequeña representará mayor varianza o grado de mezcla (Perry, 2006).

Figura 8. Influencia del tamaño de muestra en el grado de mezcla (varianza)



Fuente: Perry, 2006

Existen mezclas ideal cuando la concentración en cualquier punto que se seleccione aleatoriamente, tomando una muestra de cualquier tamaño, sea la misma que la concentración global. En este caso, la varianza tiene un valor de 0, sin embargo, esto es posible solo con gases y líquidos que pueden ser mezclados molecularmente. Cuando se habla de sólidos, se debe de tomar en cuenta el tamaño de partícula en comparación con el tamaño de la muestra, existen dos condiciones que limitan la máxima homogeneidad, lo cual es un equivalente a una variación mínima: una mezcla ordenada y una mezcla aleatoria (Kaye, 1996).

1. Mezclas ordenadas. Se alinean según un patrón definido, un componente es adsorbido al otro, este tipo de mezclas pueden ser estables, sin embargo, también puede ocurrir segregación por diferentes causas como portador de diferente tamaño, desplazamiento por competición o saturación (Kaye, 1996).

2. Mezclas aleatorias. Se da cuando las partículas dentro de una mezcla de sólidos sufre un movimiento diferencial, los distintos componentes tienden a agruparse, es por esto que se da la segregación. Este tipo de mezclas puede darse por la diferencia de tamaño, forma o densidad de la partículas, además, también puede ocurrir por campos eléctricos o magnéticos creados durante la manipulación del producto. Se dice que es una mezcla aleatoria cuando la probabilidad de encontrar un componente de la mezcla en cualquier subsección de la zona examinada es igual a la de cualquier otro punto en el tiempo para todas las subsecciones del mismo tamaño (Kaye, 1996).

## I. IMPORTANCIA DEL MEZCLADO EN UNA INDUSTRIA

El diseño y buen funcionamiento del mezclador tiene una importante influencia en la calidad del producto, pero las etapas del proceso de manipulación del material antes del mezclado, tales como alimentación, tamizado, pesaje y transporte determinan también la calidad del producto. Además, también se debe considerar todos los procesos luego del mezclado, pues estos también intervienen en la calidad del producto debido a que en estos procesos puede ocurrir segregación. Existen múltiples equipos de mezclado, sin embargo, los procesos de mezcla no siempre están diseñados con el cuidado apropiado y esto provoca pérdidas financieras significativas, estas surgen de dos maneras (Perry, 1984):

- En el caso de que la mezcla de cómo resultado un producto final, la deficiencia en el mezclado se evidenciaría inmediatamente en la inspección de la calidad del producto, sin embargo, con frecuencia el mezclado es solo un paso en una serie de etapas de procesamiento adicionales.
- En ocasiones se obtiene una homogeneidad satisfactoria, pero el esfuerzo que se emplea es demasiado grande, es decir, ocurre un sobre mezclado. Esto conduce a una mayor tensión en la mezcla, lo que puede tener un efecto sobre la calidad de los productos sensibles, además, en estos casos suelen utilizarse equipos más grandes o en mayor cantidad de los que serían necesarios en el caso de contar con un proceso de mezcla adecuado (Perry, 1984).

El error relativo se conoce como coeficiente de variación y es un indicador que indica que tan confiables son las estimaciones de las variables que se están investigando. Según el coeficiente de variación obtenido se puede deducir lo siguiente (Sierra, Isable; S. Gómez; D. Pérez y S. Morante, 2009):

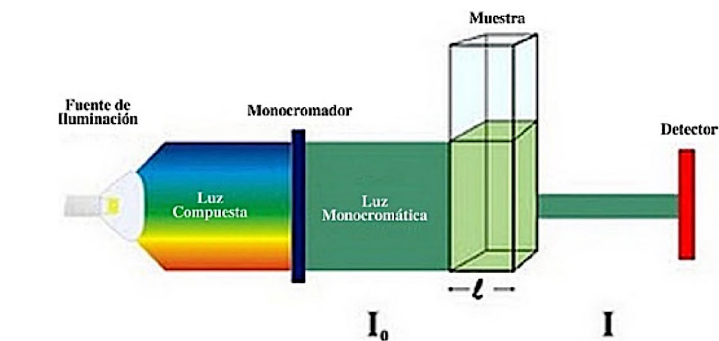
- Coeficiente de variación abajo del 5%: Precisión excelente
- Coeficiente de variación entre 6% - 10%: Precisión buena
- Coeficiente de variación abajo del 11% - 20%: Precisión aceptable
- Coeficiente de variación mayor de 20%: Precisión no confiable.

## J. MÉTODO DE ANÁLISIS POR ESPECTROFOTOMETRÍA UV/VISIBLE

« La espectroscopia de absorción UV-Visible es una técnica instrumental que se basa en la absorción de radiación electromagnética por parte de los analitos en la zona ultravioleta y visible del espectro (Gallego, Alejandrina; R. Martínez y J. Ortega, 2015) ».

La absorción selectiva de radiación para específicas longitudes de onda por parte de un analito o compuesto permite conseguir el espectro de absorción característico del mismo. Esto permite conocer información sobre la composición y estructura del analito debido a que dos moléculas distintas presentarán espectros de absorción diferentes. Para obtener la medida de absorción de la radiación por parte de un compuesto presente en una disolución, se utiliza un equipo llamado espectrofotómetro, uno de los más simples llamado “haz simple”, llamado así porque utiliza un único haz de luz. La radiación es procedente de una fuente continua y pasa a través de un monocromador, este actúa como filtro óptico transmitiendo un haz de luz de longitud de onda fija. Después, la radiación atraviesa la disolución de la muestra situada en el interior de una cubeta que puede ser de plástico, vidrio o cuarzo. La distancia  $b$ , la intensidad de radiación emergente no absorbida,  $I$ , se mide empleando un detector, el cual proporciona la medida en unidades de absorbancia con la ayuda de un transductor (Gallego, *et al.*, 2015).

Figura 9. Medida de la absorción de radiación UV/Vis utilizando un espectrofotómetro UV/vis de haz simple



φ

Fuente: Gallego, *et al.*, 2015

1. Ley de Beer. El enunciado de la ley de Beer dice: “la intensidad de un haz de luz monocromática, que incide perpendicular sobre una muestra, decrece exponencialmente con la concentración de la muestra” (Hernández y González. 2002). Según esta ley:

$$A = kC$$

En donde:

A: Absorbancia de la muestra

k: es una constante que depende de la longitud de onda, la sustancia de análisis y del espesor de la celda usada.

C: concentración de la muestra

A partir de esto se puede deducir que la ecuación puede considerarse como la ecuación de una recta, en donde  $k$  es la pendiente de la misma (Hernández y González. 2002).



## VII. ANTECEDENTES

En la empresa se realizan unas pre mezclas a las cuales se les denomina “premix”, en la actualidad se cuenta con dos mezcladoras para premix, una de tipo pantalón y otra de cintas helicoidales. La mezcladora de cintas helicoidales lleva a cabo la producción de 42 premixes, destinado al área de producción de bebidas fortificadas, avenas y celerales en polvo, estos en su mayoría contienen una mezcla de vitaminas, la cual también tiene una adición de hierro y otros minerales. Los premixes se diferencian por la proporción en que se agregan los diferentes componentes.

Para la obtención del producto terminado, los premixes se mezclan con otros componentes y esto se lleva a cabo en dos mezcladoras más en el caso del cereal y la bebida fortificada, mientras que la avena únicamente pasa por un mezclado más, tal como se presenta en las figuras 10, 11 y 12. La empresa actualmente no cuenta con hojas técnicas de las materias primas para la obtención del premix, en las que se proporcione la granulometría de las mismas y tampoco se realiza este análisis internamente. En los siguientes cuadros se presentan los datos para cada mezclado de cada producto:

Cuadro 1. Tipo de mezcladora utilizada en cada proceso para cada producto

Mezclado	Bebida fortificada	Cereal	Avena
Pre mezcla	Cinta helicoidal	Cinta helicoidal	Tipo pantalón
Mezcla intermedia	Cinta helicoidal	Cinta helicoidal	desconocido
Mezclado final	Cinta helicoidal	Cinta helicoidal	-

\*La avena solo pasa por dos procesos de mezclados que involucran el premix vitamínico

Cuadro 2. Tamaño del lote, en kg, para cada mezclado de cada producto

Mezclado	Bebida fortificada	Cereal	Avena
Pre mezcla	15	50	75
Mezcla intermedia	1000	454	2197

Cuadro 3. Masa total agregada de cada componente al mezclado del premix de la bebida fortificada

Componente	Cantidad (kg)
1	9.53
2*	5.45
3	0.03

\*Este componente representa a la vitamina

Cuadro 4. Masa total agregada de cada componente al mezclado intermedio de la bebida fortificada

Componente	Cantidad (kg)
1	16.65
2	300.00
3*	5.51
4	677.84

\*Este componente representa la cantidad de premix

Cuadro 5. Masa total agregada de cada componente al mezclado del premix del cereal

Componente	Cantidad (kg)
1	3.67
2	16.75
3*	3.00
4	26.57

\*Este componente representa a la vitamina

Cuadro 6. Masa total agregada de cada componente al mezclado intermedio del cereal

Componente	Cantidad (kg)
1	78.00
2	25.00
3	256.83
4	41.00
5	11.50
6*	16.67
7	25.00

\*Este componente representa la cantidad de premix

Cuadro 7. Masa total agregada de cada componente al mezclado del premix de la avena

Componente	Cantidad (kg)
1	28.31
2*	3.44
3	43.25

\*Este componente representa a la vitamina

Cuadro 8. Masa total agregada de cada componente al mezclado intermedio de la avena

Componente	Cantidad (kg)
1	2229.45
2*	48.33

\*Este componente representa la cantidad de premix

Figura 10 . Proceso de mezclado para una bebida fortificada

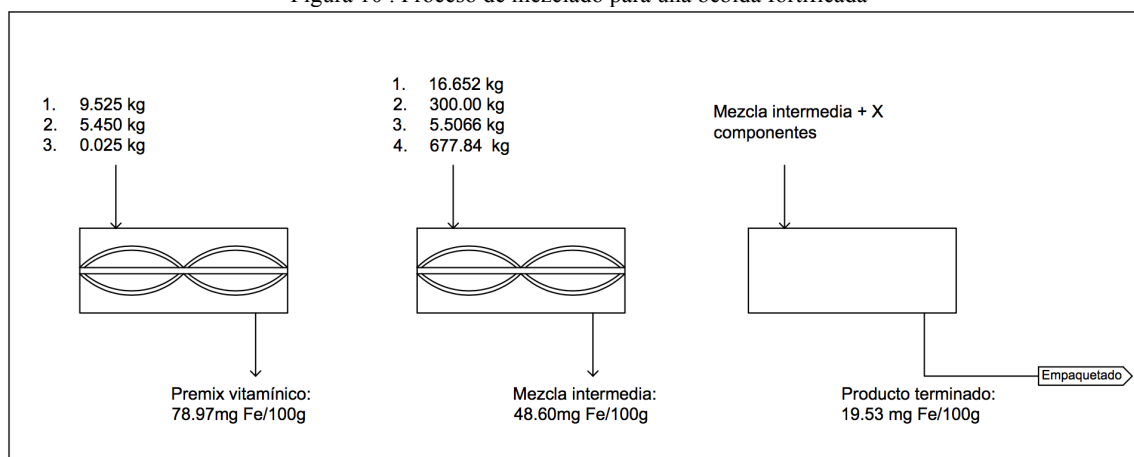


Figura 11 . Proceso de mezclado para la producción de un cereal rico en vitaminas

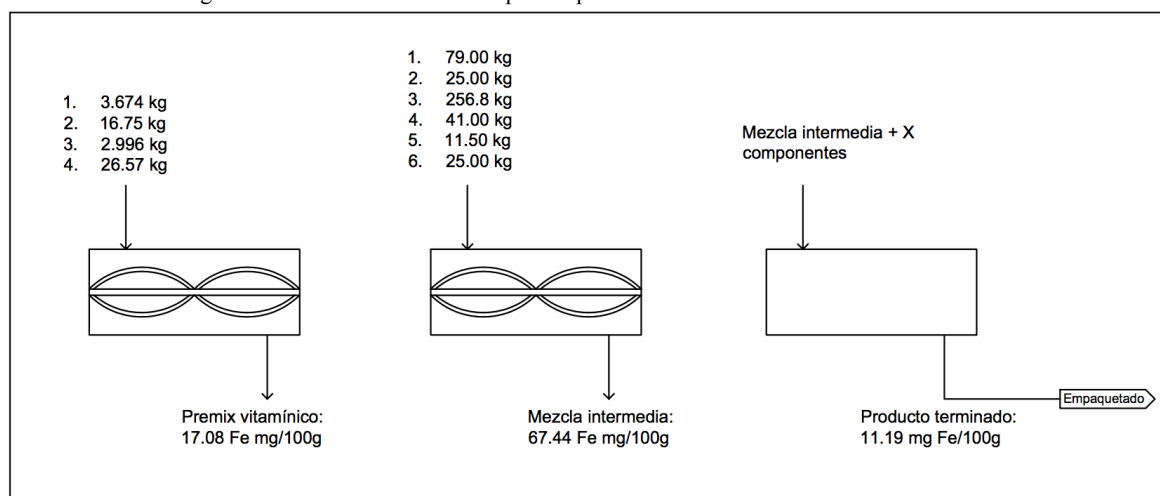
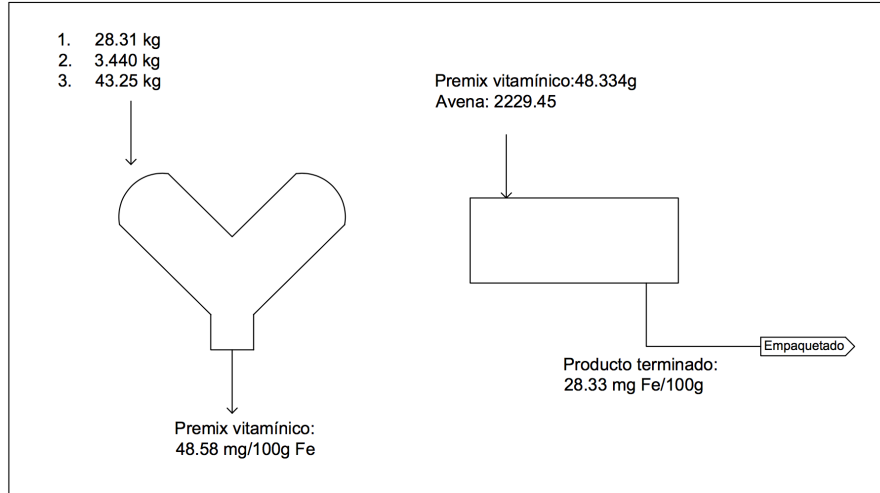


Figura 12. Proceso de mezclado para una avena



## VIII. METODOLOGÍA

### LISTADO DE EQUIPO:

- Estufa con control de temperatura
- Espectrofotómetro UV/VIS
- Mufla
- Horno
- Balanza digital
- Balanza analítica
- Equipo de tamizaje

\*Ver anexo B para conocer datos de placa de los equipos.

### LISTADO DE REACTIVOS Y ESPECIFICACIONES:

- Ácido clorhídrico (HCl):
  - Pureza: 37%
  - Peso molecular: 36.46 g/mol
  - Densidad: 1.19 g/mL
  - Contenido de hierro: Fe < 28 μg/mL
- Acetato de sodio trihidratado (CH<sub>3</sub>COONa 3H<sub>2</sub>O):
  - Pureza: 99%
  - Peso molecular: 136.08 g/mol
  - Contenido de hierro: Fe < 200 μg/mL
- 1,10 – fenantrolina monohidratada:
  - Peso molecular: 198.23 g/mol
- Cloruro de hidroxilamonio (NH<sub>2</sub>OH.HCl):
  - Peso molecular: 69.49g/mol
- Ácido acético (CH<sub>3</sub>COOH):
  - Peso molecular: 60.05g/mol
- Soluciones estándar para hierro amoniacal sulfato ferroso (Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O)
  - Peso molecular: 392.14g/mol

\*La determinación de hierro se basó en la metodología dada por la AOAC 944.02.

## A. DETERMINACIÓN DE HIERRO REALIZADA EN LAS INSTALACIONES DE LA EMPRESA ALIMENTICIA

1. Toma de muestras
  - a. Se tomó 10 muestras de 100g del producto que se estaba analizando (bebida fortificada, cereal o avena) en intervalos regulares de tiempo durante la descarga de cada una de las mezcladoras, las muestras se obtuvieron del orificio de descarga utilizando una pala para sólidos.
  - b. Las muestras fueron rotuladas debidamente, identificando en que parte del proceso se estaba dando el mezclado y enumerando cada una de ellas.
  
2. Preparación de soluciones con base a la metodología AOAC 944.02
  - a. Solución de 1,10-fenantrolina H<sub>2</sub>O: se disolvió 0.1 g de 1,10 – fenantrolina.H<sub>2</sub>O en agua desmineraliza a temperatura de 80°C para permitir que el sólido se disolviera, se dejó enfriar hasta temperatura ambiente y se diluyó hasta 100 mL en un balón aforado. La solución se almacenó en una botella color ambar en refrigeración. (Se debe descartar si la solución se torna ligeramente rosada, indicando que se ha contaminado con hierro).
  - b. Buffer de Acetato 2M: En un beaker de 500 mL se agregó 68 g de acetato de sodio trihidratado y se disolvió en 100 mL de agua desionizada. Se agregó 60 mL de ácido acético glacial y se diluyó la solución con agua desionizada hasta 500 mL. Se verificó que el pH se encontrara entre 5-6, de no ser así, se le añadió más acetato de sodio trihidratado para aumentarle el pH o más ácido acético glacial para disminuirlo. La solución se transfirió a un frasco de vidrio con cierre hermético.
  - c. Cloruro de hidroxilamonio al 10%: Se añadió 10 g de cloruro de hidroxilamonio en un beaker y disolvió en 100 mL de agua desionizada con la ayuda de una varilla de vidrio para asegurar que todo el sólido se encontrara disuelto. La solución se transfirió a un frasco de vidrio con cierre hermético.
  
3. Preparación de soluciones estándar
  - a. Solución estándar primaria de hierro (concentración: 1000mg/L): Se disolvió 3.512 g de Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.H<sub>2</sub>O en agua destilada y se le añadió 3 gotas de HCl concentrado. Seguidamente, se diluyó a 500 mL en balón aforado.
  - b. Solución estándar secundaria de hierro (concentración: 10 mg/L): En un balón aforado de 500 mL se agregaron 5 mL de la solución estándar primaria de hierro (con pipeta volumétrica). Se añadió 2 mL de HCl concentrado y se aforó con agua destilada.
  - c. Soluciones estándar para la curva de calibración: Las soluciones para la curva de calibración con las concentraciones de hierro de 0.0, 0.5, 1.0 , 2.0 , 2.5 y 5.0 mg/L se prepararon

empleando balones de 100 mL y con una pipeta volumétrica se agregan los mL de la solución estándar secundaria que se indican en el Cuadro 9 que se presenta a continuación:

Cuadro 9. Volumen de solución estándar secundaria empleada para preparar soluciones de diferentes concentraciones.

Concentración Hierro (mg/L)	Volumen (mL) de la solución estándar secundaria
0.5	5.0
1.0	10.0
2.0	20.0
2.5	25.0
5.0	50.0

- d. Las soluciones se transfirieron a botellas de plástico de 250 mL y se rotularon adecuadamente, estas soluciones se almacenaron en un ambiente fresco y seco. Estas son estables por aproximadamente 6 meses.

#### 4. Digestión seca

\*\*La preparación de las soluciones se realizó dentro de una campana, utilizando guantes y lentes de protección debido a que se trata con reactivos tóxicos y corrosivos.

- Se colocó 10 crisoles de porcelana de 50 mL vacíos sin tapadera dentro de un horno a 110°C por 2 horas para asegurarse de que estos se encontraran completamente secos, luego se dejó enfriar en una desecadora.
- Los crisoles se numeraron de 1 a 10, utilizando un lápiz de resina No 2.
- Por diferencia de masa, se midió 1g de cada una de las muestras directamente en los crisoles utilizando una balanza analítica y se registró la misma.
- Los crisoles se colocaron en la mufla y se esperó a que esta alcanzara una temperatura constante de 550 °C y se calentó por 8 horas. Luego de este tiempo, se apagó la mufla y se esperó a que la temperatura descendiera hasta temperatura ambiente.
- La digestión está completa cuando se obtienen cenizas de color blanco o grisáceo.

#### 5. Preparación de las soluciones de ceniza

- Se añadió 5mL de HCl concentrado a cada uno de los crisoles que contenían las muestras del producto que se estaba analizando procurando que el mismo entrara en contacto con las paredes internas del crisol.

- b. El ácido se evaporó calentando los crisoles en una estufa a 230°C durante 30 minutos, se monitoreó el calentamiento para evitar que la solución se evaporara por completo y se secarán las muestras.
  - c. Con una pipeta volumétrica se añadió 2 mL de HCl concentrado a cada uno de los crisoles y nuevamente se calentó en una estufa eléctrica con control de temperatura durante un tiempo de 10 minutos a 200 °C, cuidando que el ácido no se derramara por encima del crisol.
  - d. Se dejó que los crisoles se enfriaran, se le añadió agua y con una varilla de vidrio se agitó para que todas las partículas estuviera suspendidas, se decantó cada una de las muestras en balones aforados de 50 mL.
  - e. Nuevamente, con agua destilada se realizó lavados al crisol y raspó las paredes con ayuda de la varilla de vidrio para asegurarse que toda la muestra fuera transferida.
  - f. Se aforó los balones a 50 mL con agua destilada.
- 
6. Determinación de hierro por espectrofotometría UV/VIS
    - a. Con una pipeta volumétrica se midió 20 mL de cada una de las soluciones preparadas anteriormente y transferirieron a balones aforados de 50 mL. Usando una pipeta volumétrica, se añadió 4.0 mL de solución de cloruro de hidroxilamonio a cada una de las soluciones y se agitó, se dejaron reposar las muestras por 5 minutos.
    - b. Se agregó 5.0 mL del buffer de acetatos y 4.0 mL de 1,10-fenantrolina a cada balón, empleando una pipeta volumétrica para ambos volúmenes, se agitó bien y el color empezó a tornarse anaranjado. Se dejó reposar por 30 minutos y luego se aforó con agua desionizada.
    - c. Se realizó el mismo procedimiento para preparar un blanco (utilizando una muestra únicamente de agua destilada) y para la preparación de las soluciones estándar.
    - d. Se aseguró que el espectrofotómetro, estuviera encendido 15-20 minutos antes de ser utilizado.
    - e. Se ajustó la longitud de onda a 500 nm y se colocó el selector del espectrofotómetro en modo de “absorbancia”.
    - f. Utilizando agua desionizada, se ajustó el espectrofotómetro a absorbancia 0, leyendo la absorbancia de la misma.
    - g. Se leyó la absorbancia del blanco (0.0 mg/L) y se registró.
    - h. Se obtuvieron las absorbancias de las soluciones estándar y de las muestras, se realizaron 3 lecturas de cada muestra en el espectrofotómetro para obtener una media (Se realizó 3 lavados de la celda con agua destilada entre cada muestra)

\*Si la intensidad de color de las muestras era mayor que la intensidad de color de la solución patrón más concentrada, se realizó diluciones de las soluciones y se registraron las absorbancias nuevamente.

## B. PUNTOS CRÍTICOS A CONSIDERAR

- a. La cristalería fue correctamente lavada, iniciando con un lavado general y seguidamente con lavados utilizando ácido clorhídrico al 5% (v/v), asegurándose que este entrara en contacto con toda la superficie.
- b. Se realizaron tres lavados con agua destilada para eliminar todo el ácido clorhídrico.
- c. La cristalería se puso a secar colocandola boca a abajo.
- d. Se almacenó la cristalería cubriendola con un trozo de plástico, procurando cubrir bien la boca de la misma para que esta no se contaminara.

## C. DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DE MEZCLADO ADECUADO

1. Toma de muestras
  - a. Se agregó los componentes de la mezcla (Cuadros 3 - 8) a la mezcladora y con un cronómetro, se midió un tiempo de 8 minutos.
  - b. Se tomó una muestra de 100 g en 4 diferentes puntos del mezclador.
  - c. Se tomó cuatro muestras más correspondientes a tiempos de mezclado de 9, 10, 11, 12 minutos (20 muestras en total).
2. Tiempo de mezclado por análisis de hierro
  - a. Se determinó la concentración de hierro de cada una de las muestras y obtuvo el coeficiente de variación de cada uno de los tiempos de mezclado (el procedimiento se describe en el inciso D).
3. Tiempo de mezclado por análisis de densidad realizado en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad del Valle de Guatemala
  - a. Se calibró un recipiente con forma cilíndrica agregando volúmenes de agua con una pipeta volumétrica de 10 mL.
  - b. Cuando el volumen restante fue mínimo, se utilizó una pipeta graduada para agregar mililitro por mililitro hasta llenar el recipiente.
  - c. Se repitió la medición de volumen 10 veces y se determinó la media de estos volúmenes utilizando la ecuación 4.
  - d. Para la determinación de la densidad se tamizó la muestra con un tamiz de mesh 45 para evitar los aglomerados.
  - e. Se midió la masa del recipiente vacío y se registró en una hoja de excel.
  - f. Empleando una espátula, se agregó el material al recipiente hasta que este rebalsara el borde.
  - g. Con ayuda de la espátula, se retiró el excedente y se procedió a medir la masa utilizando una balanza analítica.

- h. Se repitió el mismo procedimiento para todas las muestras y se utilizó la ecuación 6 para obtener la densidad del sólido.
- i. Se limpió correctamente el recipiente entre cada prueba para evitar tener restantes de la muestra anterior.
- j. Utilizando la metodología para determinar el coeficiente de variación se calculó el mismo y se realizó una gráfica colocando en el eje x el tiempo de mezclado y en el eje y el coeficiente de variación.

## D. COEFICIENTE DE VARIACIÓN

1. Curva de calibración
  - a. Se obtuvo un promedio de las absorbancias obtenidas para cada uno de los estándares preparados y el blanco.
  - b. Al promedio de las absorbancias de los estándares se le restó el promedio de las absorbancias del blanco.
  - c. Se hizo una curva graficando en el eje "x" la concentración de hierro y en el eje "y" la absorbancia. Se obtuvo la ecuación de la recta utilizando la función de ecuación de la recta de excel.
2. Concentraciones de hierro en las muestras
  - a. Al promedio de las absorbancias de las muestras se les restó el promedio de las absorbancias del blanco.
  - b. Utilizando la ecuación de la recta de la curva de calibración, se despejó para x y se evaluó el promedio de cada una de las absorbancias en la variable y, utilizando la ecuación 1 en anexo C.
  - c. Si las muestras habían sido diluidas debido a que la absorbancia se encontraba fuera del rango de lectura, se multiplicó la concentración por el factor de dilución, utilizar la ecuación 2 del anexo C.
3. Coeficiente de variación
  - a. Se determinó la desviación estándar de la concentración de las muestras utilizando la ecuación 3 del anexo C.
  - b. Se obtuvo el coeficiente de variación con la ecuación 5.

## E. ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO DE LAS MATERIAS PRIMAS REALIZADO EN EL LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS DE LA UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

### 1. Toma de muestras

- a. Se tomó una muestra representativa (5-10% de la cantidad de material que se agregó a la mezcladora del premix) de los tres componentes. Ver Cuadro 3 para conocer la cantidad de cada componente que se agrega a la mezcladora.
- b. Se midió una masa de 200 g del componente 1 del premix de la bebida fortificada y se ingresó en el plato superior de la tamizadora.
- c. Se procedió a tamizar la muestra durante un tiempo de 20 min.
- d. Al finalizar el tiempo, se empleó una balanza para medir la masa de muestra retenida en cada uno de los platos con diferente mesh (20, 30, 45, 60, 80, 100).
- e. Previamente se midió la masa de cada plato vacío para obtener la cantidad de masa de la muestra retenida en cada plato, esto se obtuvo por diferencia de masa.
- f. Se determinó el porcentaje del componente retenido en cada plato y realizando un análisis de porcentaje acumulado se determinó el tamaño de partícula de cada componente (cuando el porcentaje acumulado llega al 80%).
- g. Se realizó el mismo procedimiento para conocer el tamaño de partícula de los demás componentes y se hizo en triplicado para obtener resultados más confiables.

\*Porcentaje acumulado: es la suma de la fracción de masa que se encuentre presente en cada uno de los tamices, el porcentaje acumulado en el último tamiz debe ser 100%.

Cuadro 10. Tamaño de partícula según mesh utilizado

Mesh	Tamaño de partícula ( $\mu\text{m}$ )
20	850
30	600
45	355
60	250
80	180
100	150

\*Datos específicos para el equipo utilizado.



## IX. RESULTADOS

Cuadro 11. Concentración promedio obtenidas para la pre mezcla, mezcla intermedia y producto final de bebida fortificada, cereal y avena.

	Bebida fortificada		Cereal		Avena	
	Media	DS	Media	DS	Media	DS
Pre mezcla	78.9700	4.8017	17.0845	8.3062	48.5853	14.4897
Mezcla intermedia	48.6019	18.4402	67.4433	11.7708	-	-
Producto final	19.5350	3.1528	11.1991	1.6767	29.3300	28.9310

\*DS: desviación estándar, los datos originales se presentan en los cuadros 45, 46 y 47 la avena no tiene un mezclado intermedio y por ello no se presentan datos en esa final. La concentración está dada en mg Fe / 100g

Cuadro 12. Coeficientes de variación de las mezclas

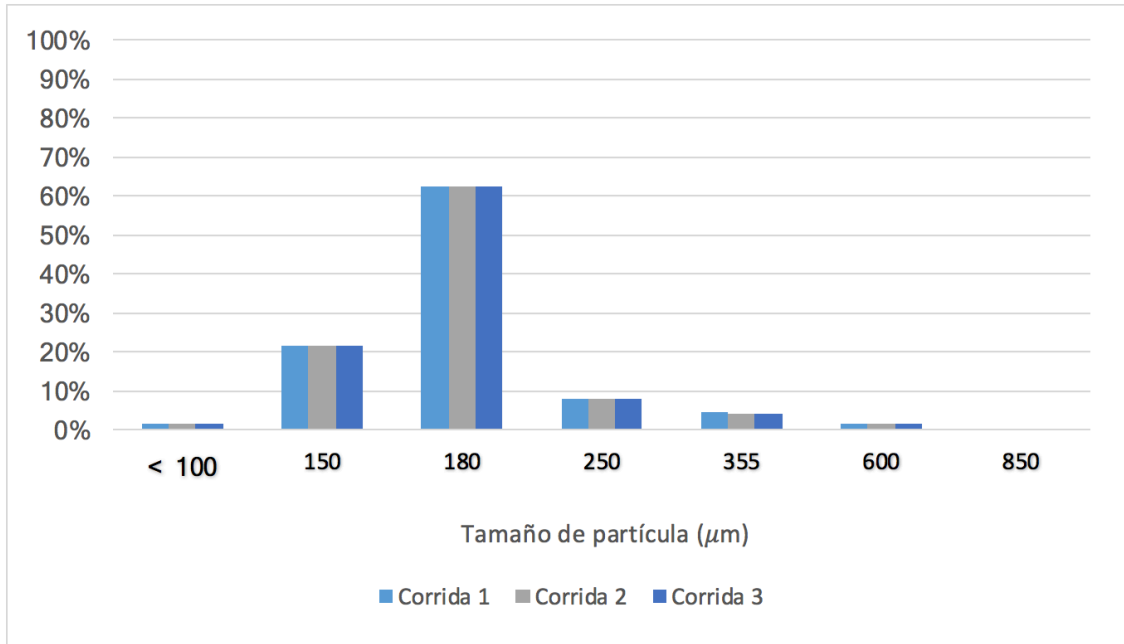
	Bebida fortificada	Cereal	Avena
Pre mezcla	6.08%	48.62%	29.82%
Mezcla intermedia	37.94%	17.45%	-
Producto terminado	16.14%	14.97%	96.67%

Cuadro 13. Coeficientes de variación de la pre mezcla para la bebida fortificada en diferentes tiempos de mezclado

Tiempos de mezclado (minutos)	Coeficiente de variación
8	4.8%
9	5.1%
10	6.5%
11	3.2%

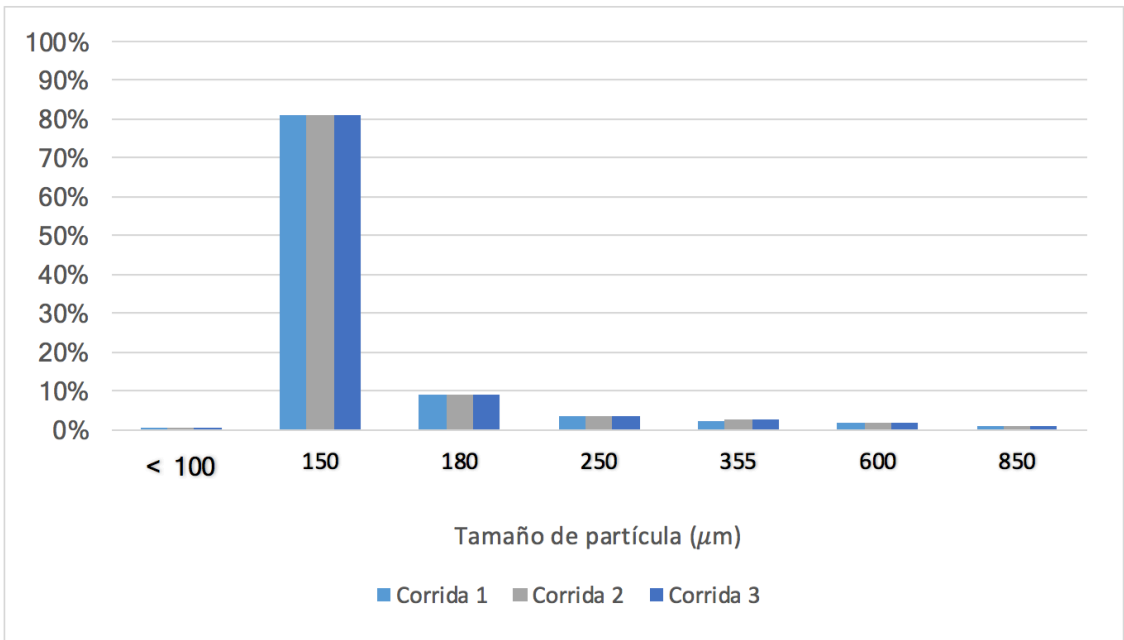
\*Datos obtenidos por análisis de densidad a una temperatura de 26.5°C, ver gráfica 16

Gráfica 1. Distribución de tamaño de las partículas del componente 1 de la pre mezcla de la bebida fortificada



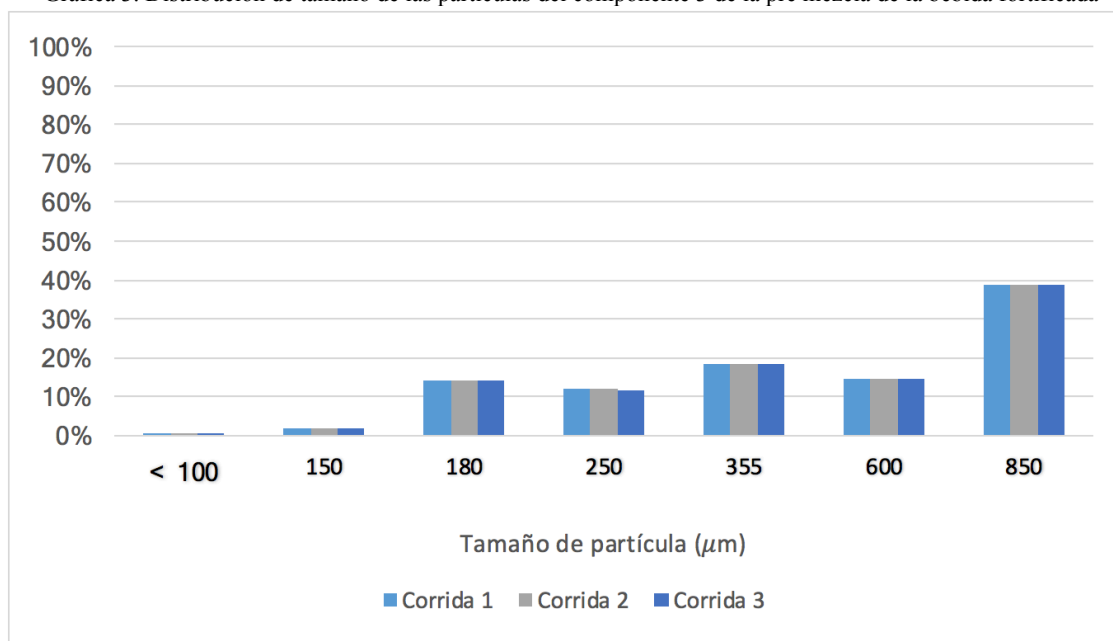
\*Datos de cuadros 36, 37 y 38

Gráfica 2. Distribución de tamaño de las partículas del componente 2 de la pre mezcla de la bebida fortificada



\*Datos de cuadros 42, 43 y 44

Gráfica 3. Distribución de tamaño de las partículas del componente 3 de la pre mezcla de la bebida fortificada



\*Datos de cuadros 39, 40 y 41

Cuadro 14. Tamaño promedio de partícula de las componentes del premix de la bebida fortificada obtenidos de las curvas de granulometría.

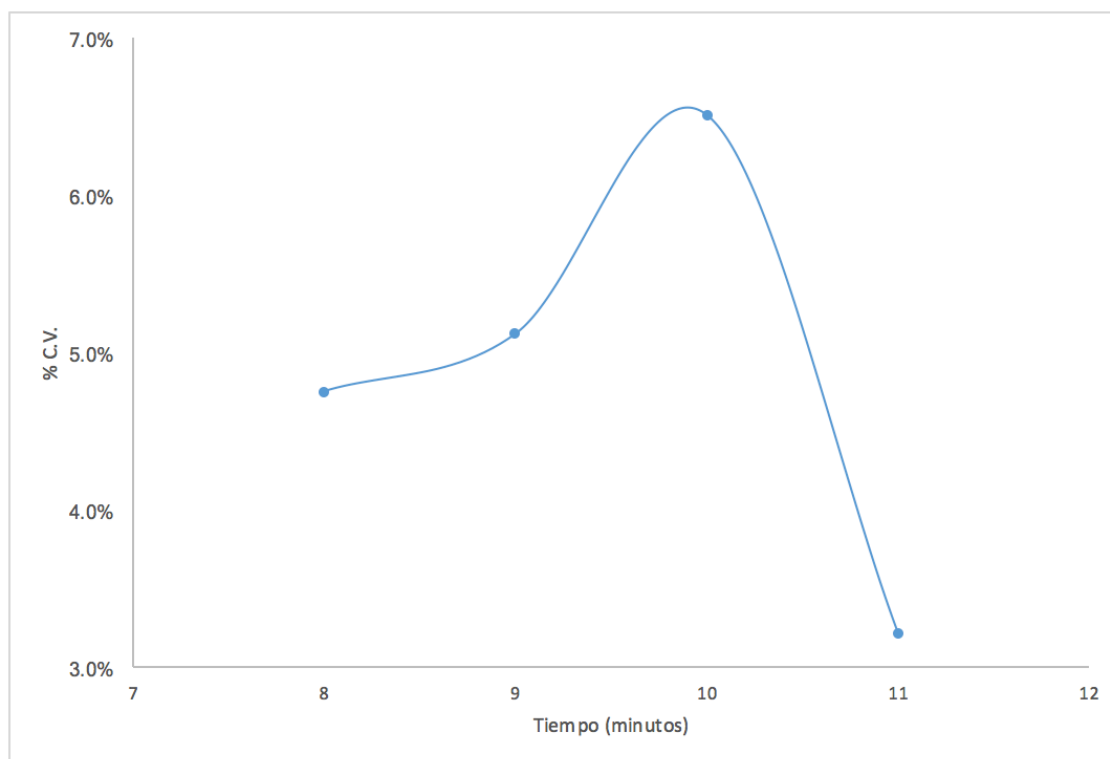
Componente	Tamaño de partícula ( $\mu\text{m}$ )
1	150
2	150
3	250

\*Ver análisis granulométricos en cuadros 34 – 42 y gráficas 1 – 3

Cuadro 15. Mejoras propuestas para disminuir el coeficiente de variación del mezclado de las diferentes mezcladoras.

Generales	<p>Realizar un análisis del tiempo de mezclado para cada producto y para cada etapa del proceso para verificar que el tiempo que se está utilizando sea el adecuado considerando las propiedades de los componentes y características del equipo. (metodología, apartado C).</p>
	<p>Verificar que el nivel de llenado de la mezcladora sea el adecuado considerando el tipo de mezcladoras, los componentes de la mezcla y sus propiedades, y factores técnicos del equipo.</p>
	<p>Realizar controles de humedad constantes en el cuarto en que se realiza el mezclado y de la bodega de almacenamiento de las materias primas para evitar que estas se encuentren muy húmedas y ocurra segregación por aglomeración.</p>
	<p>El orden en que las materias primas se deben mezclar es de modo que el tamaño de partícula entre los componentes sea similar.</p>
Específicas	<p>Utilizar un cronómetro para medir el tiempo de mezclado de cada producto o implementar un temporizador.</p>
	<p>En el mezclado del premix de la bebida fortificada iniciar agregando la mitad del componente 1 y encima de este agregar los componentes 2 y 3, mezcla por unos segundos y añadir el resto del componente 1.</p>
	<p>Realizar el tamizaje de las materias primas de las pre mezclas vitamínicas y productos con un tamiz de mesh 20 antes de verterlas a cualquiera de las mezcladoras para evitar que estas tengan aglomerados que afecten en el mezclado.</p>
	<p>Aumentar el tiempo de mezclado del premix de la bebida fortificada a 11 minutos para obtener un coeficiente de variación menor y mejorar la homogeneidad del mezclado según la Gráfico 4</p>

Gráfica 4. Curva de coeficiente de variación según tiempo de mezclado para la determinación del tiempo adecuado de mezcla





## X. ANÁLISIS DE RESULTADOS

El objetivo del presente trabajo era determinar el coeficiente de variación del mezclado en el proceso de fabricación de tres productos alimenticios con el fin de proponer mejoras para el mismo, para ello, se realizó un método en el cual se debía cuantificar la cantidad presente de uno de los componentes de la mezcla, todos los productos tienen la característica de mezclarse con un premezcla de micronutrientes entre los cuales se pueden mencionar las vitaminas A, D, complejo B como la tiamina, niacina y riboflavina; y minerales como calcio, zinc y hierro en diferente composición para cada producto.

Al momento de realizar la toma de muestras se hicieron las siguientes observaciones: los operarios no siempre medían el tiempo de mezclado con un cronómetro sino con un reloj de pared, por ello se realizó la corrección y se utilizó un cronómetro para medir el tiempo de mezclado en el análisis para determinar el tiempo de mezclado adecuado; luego de terminado el tiempo de mezcla, la mezcladora continuaba funcionando para facilitar la descarga; en algunas mezclas se pudo observar aglomerados durante la descarga y en las muestras analizadas, esto se debe a que el componente que contiene los micronutrientes es muy adhesivo y húmedo; y la empresa no contaba con los datos de los tamaños de partículas de los componentes para respaldar el orden de agregar los mismos, por ello se consideró en el presente trabajo realizar un análisis granulométrico para determinarlos. También, se debe mencionar que las muestras se tomaron en diferentes tiempos de la descarga para asegurarse que las mismas eran representativas de toda la mezcla.

Se decidió trabajar con el análisis de hierro principalmente por la estabilidad del mismo en comparación con los otros micronutrientes. Las vitaminas se pueden dañar durante el proceso en menor o mayor grado por una variedad de factores tales como calor, luz, oxígeno, ácido, álcali, agentes reductores, agentes oxidantes, iones metálicos, entre otros. Además, se trabajó con hierro debido a que este es un componente importante en el producto y la empresa tenía interés en conocer las concentraciones del mismo en cada etapa del proceso.

Para la preparación de las soluciones se tomaron en cuenta diferentes factores. El hierro es un elemento metálico que se encuentra presente en la naturaleza en dos estados de oxidación, los cuales son: ferroso (2+) y férrico (3+), el hierro (II) forma un complejo color rojo cuando se le añade una solución de 1,10 – fenantrona según la reacción 2 que se presenta en el anexo C, este complejo puede ser detectado realizando un análisis de espectrofotometría. Principalmente se debe realizar una digestión seca con el fin de que se de la combustión de todos los materiales orgánicos en la muestra, este proceso también transforma todo el hierro presente en su forma férrica para luego obtener su forma ferrosa añadiendo un

compuesto reductor el cual en este caso fue cloruro de hidroxilamina. El pH es un factor que afecta mucho en el análisis de hierro debido a que la formación del complejo hierro (II) con fenantrolina se da en un intervalo de pH entre 2 y 9, por ello, se debe agregar el buffer de acetatos con el objetivo de reducir la competencia de los iones hidronios para el ligando. Se utilizó agua destilada para realizar los análisis debido a que se requería que el pH fuera neutro para que esto no afectara la formación del complejo.

Las muestras se analizaron de 10 en 10 debido a que la capacidad de la mufla solo permitía el ingreso de 10 crisoles, además se realizaron tres lecturas de cada absorbancia para cada solución para asegurarse de tener datos confiables, sin embargo, en algunas mediciones las absorbancias presentaban una variación significativa presentando desviaciones estándar entre 0.0010 y 0.0060, ésta última ya representa un error analítico debido a que las absorbancias leídas cuentan con tres cifras significativas. Por otro lado, cada vez que se realizó un análisis se construyó una curva de calibración, esto debido a que las características del agua utilizada para preparar las soluciones y las condiciones ambientales podrían influir en los resultados, como se puede observar, la curva de calibración 9 no presentó una tendencia lineal, esto pudo deberse a que las soluciones estándar (madre y secundaria) pudieron haberse encontrado contaminadas por el tiempo que se encontraron almacenadas y esto pudo alterar la absorbancia leída, por ello, para obtener la concentración de las muestras que correspondían a esa curva de calibración se utilizó la curva 8 la cual había sido realizada el día anterior, esto podrí.

Como se mencionaba anteriormente, la solución al entrar en contacto con la fenantrolina vira a un color anaranjado fuerte, lo cual indica la presencia de hierro en la muestra, sin embargo, en algunas muestras de la avena, la solución no cambió de color y la lectura de absorbancia fue mínima por lo que se repitió el análisis para las muestras que no viraron, sin embargo estas muestras no volvieron a presentar cambio, lo cual indica que el mezclado no era completamente homogéneo debido a que ciertas partes del producto presentaban concentraciones de hierro muy bajas como 1.28, 0.89 y 6.21 mg Fe/100g en comparación a otras muestras que presentaban concentraciones de 41.15 y 90.40 mg Fe/100g (ver Cuadro 47).

Se obtuvo la concentración de hierro en cada una de las mezclas del proceso de los tres productos (ver Cuadros 45, 46 y 47), a partir de ello se obtuvo los coeficientes de variación utilizando como referencia la concentración media de cada mezcla (Cuadro 11), en el Cuadro 13 se presentan los resultados de esto, se puede observar que para la pre mezcla, el producto que indica un mejor coeficiente de variación es la bebida fortificada (6.08%), esto indica que la mezcla es más homogénea que las otras dos, por lo que presenta concentraciones similares en diferentes puntos de la mezcla tal como se puede observar en los resultados. De la misma forma, se puede observar los coeficientes de variación para cada una de las mezclas, siendo el producto que presenta mayor variación es su presentación final la avena (96.67%). Debido a esto, se debe mencionar que la forma de las partículas es en hojuelas y por ello es más complicado lograr una homogeneización debido a la diferencia en el tamaño de las mismas. Un mezclado

debería presentar coeficientes de variación menores o iguales a 5% para que la mezcla se considere homogénea, valores mayores a este implicaría que se deben realizar mejoras en el proceso como lo son en este caso, 7 de las 8 mezclas presentan un coeficiente de variación mayor al 10%.

La homogeneidad de la mezcla puede verse afectada por diferentes factores que ya se explicaron anteriormente, principalmente el tiempo de mezcla, el tamaño de partícula, la cohesión y adhesión del material entre otros. En este trabajo se realizó un análisis granulométrico como ejemplo para una de las mezcladoras, esto se hizo con el fin de demostrar a la empresa la forma en que se debe determinar el tamaño de la partícula y la forma en que se deben agregar los componentes a la mezcladora según los resultados. Se realizó el análisis de granulometría para la pre mezcla de la bebida fortificada (Cuadros del 34 al 42), para ello se tomaron muestras representativas de cada materia prima y se determinó que el tamaño promedio de partícula para cada uno de los componentes fue de 150 (1), 150 (2) y 250 (3) según la enumeración que presentan en el Cuadro 4 en antecedentes, es importante mencionar que el tamaño de partícula no es lo único que define el orden en que se agregan las materias primas, también se debe considerar la cantidad de cada uno de ellos, por ello se llegó a la conclusión de que el orden adecuado de agregar los componentes es el que se presenta en el Cuadro 14 en la sección de resultados.

Además, es importante explicar que el tamaño de partícula se determina considerando el punto en el que el porcentaje acumulado (proporción de material retenido en cada tamiz) alcanza el 80% de la muestra, el cual representa en donde se encuentran distribuidas la mayor cantidad de partículas. Se pueden observar las gráficas de la distribución de partícula y porcentaje acumulado en el anexo F, en el caso de los resultados obtenidos para la granulometría de los componentes 1 y 2 (Gráficas 11 y 15), se pueden observar que estos presentan un cambio significativo en el porcentaje acumulado entre el mesh 80 y 100, lo cual indicaría que el tamaño de partícula es intermedio a estos, por ello, es recomendable que se utilice un mesh intermedio para determinar con mayor exactitud el tamaño de partícula de las materias primas, sin embargo, esto no se realizó en el presente trabajo debido a que no se contaba con un no. de mesh entre estos valores en el laboratorio que se trabajó.

Cuando se realizó el análisis granulométrico se pudo observar que la materia prima que contenía las vitaminas tendía a adherirse a las paredes internas de los platos y a formar grumos en los orificios, esto pudo deberse a la humedad que la mezcla presentaba y a las cargas del material. Además, también se pudo observar que este polvo se dispersaba con facilidad en el ambiente por lo que podían existir muchas pérdidas, por ello es importante utilizar un cubre bocas para evitar la inhalación de dicho polvo. En los resultados de los análisis se puede observar que la sumatoria de los porcentajes en ocasiones no alcanza el 100%, esto debido a lo que se menciono anteriormente, mientras que otros componentes, excediendo el 100% lo cual pudo deberse a que no se hayan limpiado correctamente los platos entre cada prueba, para

evitar esto es importante limpiar cuidadosamente los tamices con una brocha y de ser muy necesario, puede utilizarse una fuente que proporcione aire a presión para terminar de quitar las partículas del polvo.

Comúnmente, un mezclado es más eficiente si se inicia con los componentes que se encuentren en menor cantidad (y cantidades similares) en una mezcladora aparte, para que con la suma de las cantidades de estos dos componentes se pueda obtener una cantidad mayor y cercana a la cantidad de un tercer componente con tamaño de partícula similar y continuar con el procedimiento hasta completar la mezcla de todos los componentes. Sin embargo, un mezclado no homogéneo también puede ser causado por un tiempo inadecuado de mezclado, por ello, se deben realizar análisis de tiempo de mezcla para todas las mezcladoras y asegurarse de que el tiempo no es mayor ni menor al requerido, debido a que un sobremezclado no siempre es bueno, en ocasiones también puede inducir a la segregación o aglomeración de partículas, además que esto representaría un consumo energético innecesario para la empresa.

Además, una forma más rápida y sencilla de verificar la homogeneidad del mezclado puede ser por medio de densidades, si una mezcla está correctamente mezclada, esta debería presentar una densidad igual o similar en cualquier punto de la misma, sin embargo, para realizar este análisis se debe contar con un método correctamente elaborado, este debería poder ser repetitivo para que proporcionara resultados confiables. Es importante que el volumen del recipiente utilizando estuviera estandarizado con por lo menos 10 mediciones para obtener un dato adecuado. Antes de realizar el análisis de densidad de las muestras, estas se tamizaron para evitar partículas aglomeradas, en este procedimiento se encontraron grumos de uno de los materiales, es decir, este no se había homogenizado con el resto de los componentes, por ello es importante tamizar las materias primas antes de ingresarlas a la mezcladora para mejorar la eficiencia de la misma y evitar que este tipo de grumos puedan presentarse en el producto terminado.

Con el análisis de densidad se pudo construir una curva de tiempo de coeficiente de variación en función del tiempo de mezclado (Gráfica 16), se puede observar el tiempo de mezclado que presentó un mejor coeficiente de variación fue el de 11 minutos con un coeficiente de variación de 3.2%, la curva tiene una tendencia a aumentar el coeficiente de variación a partir del minuto 8 y al llegar al 11, disminuir nuevamente, esta tendencia puede ser característica del tipo de mezcla, por lo que se tendrían que realizar más análisis para comprobarla y esta tendencia debería determinarse para el resto de productos. También, se deberían comprobar estos resultados realizando un análisis de hierro, el cual es más confiable y a partir de esto se podría encontrar una correlación y facilitar a la empresa el método de análisis para determinar si el mezclado es homogéneo, esto ahorraría tiempo e implicaría un ahorro en análisis más complejos como el de hierro.

Para todos los análisis realizados se debía tomar en cuenta la temperatura y la humedad del ambiente debido a que si la humedad y temperatura variaban mucho entre cada análisis, los resultados podrían ser

diferentes y esto implicaría que no fueran resultados comparables. Además, la humedad también es un factor importante en el momento de hacer los mezclados debido a que algunas vitaminas, además de átomos de carbono e hidrógeno, tienen átomos electronegativos como oxígeno y nitrógeno, los cuales pueden formar puentes de hidrógeno con el agua, por lo tanto tienden a absorber humedad y por ende se formarán aglomerados.

La avena en hojuelas fue el producto que presentó el mayor coeficiente de variación, esto pudo deberse a la diferencia en el tamaño de partículas, sin embargo este resultado pudo deberse a un error en el análisis debido a que las hojuelas y el premix presentan una diferencia significativa en el tamaño de partículas, el premix va a tender a segregarse por un mecanismo de percolación al mantener las muestras almacenadas, por ello, antes de tomar la muestra que se ingresará a la mufla, es recomendable agitar bien la muestra y molerla completa, luego la cantidad necesaria para hacer el análisis y de esta forma se estaría asegurando que el premix no se encuentre al fondo del empaque del producto terminado.

Para realizar los análisis, es importante tomar en cuenta que las partículas pueden segregarse por diferentes mecanismos y por ello, al igual que con la avena, las muestras deben agitarse bien antes de analizarse si estas ya han pasado algún tiempo almacenadas. Este pudo ser una fuente de error en los análisis, algunas muestras se almacenaron por mucho tiempo y esto pudo provocar la segregación de las mismas y pudo ser que la agitación antes de realizar el análisis no haya sido suficiente y por ello pudo existir una variación muy grande en las concentraciones. Además, debe tomarse en cuenta las condiciones a las que se almacenan las muestras, se deben almacenar en lugares que no se encuentren muy húmedos y no por un tiempo prolongado debido a que estas podrían alterar sus características. Las muestras no deben estar en contacto con otras muestras de diferentes productos para evitar que haya contaminación cruzada.

Por otro lado, como se mencionó anteriormente, debido a que las mezcladoras que se utilizan son de cintas helicoidales, los operarios continuaban mezclando para que la descarga fuera completa, sin embargo, este es un factor que pudo haber afectado la homogeneidad de la mezcla debido a que ciertas partes de la misma tuvieron un mayor tiempo de mezclado que otras, variando así la concentración de hierro en cada una de las muestras. Además, otro punto que debe tomarse en cuenta para tener una mejor eficiencia en el mezclado es el llenado del equipo, si la mezcladora se encuentra sobrellenada se puede dar segregación por flotación y esto disminuiría la eficiencia del equipo, todas las mezcladoras tienen un volumen adecuado de llenado, el cual se debe respetar. Lo mismo aplica para la mezcladora tipo pantalón, estas necesitan un volumen vacío para que el mezclado por volteo pueda darse adecuadamente, para este tipo de mezcladoras es recomendable que se llenen en un 50% para que se lleve a cabo la difusión de las partículas.

Como recomendaciones al proceso, se deben controlar bien las condiciones a las que se realizan los análisis, de no obtener resultados confiables, se debe repetir el análisis, las muestras de los sólidos se deben

agitar antes de analizar al igual que las soluciones, el pH es un factor muy importante en las soluciones por lo que se debe verificar que todas las soluciones se encuentren en el rango siempore. Para la toma de muestras, se deben obtener de diferentes puntos de la mezcladora o en diferentes tiempos de la descarga para asegurar que la muestra represente toda la mezcla, las muestras se deben almacenar en condiciones adecuadas y, por último, es importante realizar análisis como de densidad, granulometría y tiempo de mezclado para poder obtener resultados que puedan indicar la forma adecuada en la que se debe realizar la mezcla.

## XI. CONCLUSIONES

Se determinó la concentración de hierro para la pre mezcla de la bebida fortificada obteniendo un coeficiente de variación de 6.08%, siendo éste el que presentó mayor homogeneidad.

El coeficiente de variación según el análisis de hierro realizado para la mezcla intermedia de la bebida fortificada presentó un valor de 48.62%.

Con la determinación de la concentración de hierro en el producto final de la bebida fortificada se obtuvo un coeficiente de variación de 29.82%.

La determinación de las concentraciones de hierro del cereal presentó como resultado un coeficientes de variación de 48.62% para la pre mezcla.

El coeficiente de variación obtenido a partir de la determinación de concentración de hierro para la mezcla intermedia del cereal fue de 17.45%.

Se obtuvo un coeficiente de variación de 14.97% para el producto terminado del cereal, lo que indica que el producto no se encuentra homogéneo y se deben considerar las recomendaciones dadas en el presente trabajo.

Se determinó que la avena fue el producto con mayor coeficiente de variación en su mezclado final, siendo este de 96.67%, causado principalmente por la diferencia en el tamaño de las partículas que se agregan a la mezcla (la avena se encuentra en hojuelas y se la pre mezcla es un polvo fino). También se obtuvo un coeficiente de variación de 28.82% para la pre mezcla.

El tamaño de partícula promedio de las materias primas que se utilizaron para la pre mezcla de la bebida fortificada fue de 150, 150 y 250  $\mu\text{m}$  para el componente 1, 2 y 3 respectivamente de acuerdo a las curvas de granulometría que se realizó para cada una de las materias primas y conociendo el tamaño de partícula para cada tamiz utilizado.

La principal recomendación al proceso es que se realicen análisis para la determinación de los tiempos de mezclado debido a que los coeficientes de variación que se obtuvieron son muy elevados, por lo que es probable que este sea el principal factor; además, se recomienda hacer análisis granulométricos y controlar las condiciones a las que se almacenan las materias primas para evitar segregación por aglomeración.

El mejor coeficiente de variación para los cuatro diferentes tiempos de mezclado analizados por densidad de bulto fue el de 11 minutos, presentando este un valor de 3.2 %, por lo que se recomienda aumentar el tiempo de mezclado del premix de la bebida fortificada.

## XII. RECOMENDACIONES

Medir el tiempo de descarga y determinar los intervalos de tiempo adecuados en los que debería tomarse cada muestra de cada lote para asegurarse de muestrear correctamente todo el lote e implementar temporizadores automáticos para medir el tiempo de mezclado.

Realizar más repeticiones para la determinación del coeficiente de variación para asegurarse de que el análisis haya sido correcto.

Obtener el coeficiente de variación por análisis de densidad de más mezcladoras y realizar una comparación con el obtenido por análisis de hierro.

Hacerle un análisis granulométrico empleando tamices con diferentes tamaños de partícula a todos los componentes de todas las mezclas para conocer su tamaño de partícula y en base a eso determinar la forma adecuada en que deben mezclarse, tal como se hizo para el premix la bebida fortificada.

Utilizar un tamiz de mesh 90 y 95 para determinar el tamaño de partícula del componente 2 agregado a la pre mezcla de la bebida fortificada y obtener resultados más exactos.



### XIII. BIBLIOGRAFÍA

- AIChe Standard Testing Procedure for Solids Mixing Equipment, American Institute of Chemical Engineers, USA: New York. 40 págs.
- Barrios K. 2012. *Evaluación de la homogeneidad del mezclado de polvos en un cilindro rotatorio bajo los regímenes rodante y cascada*. Universidad de Cartagena. 83 págs.
- Gallego, Alejandrina; R. Martínez y J. Ortega. 2015. *Experimentación en química analítica*. Madrid, España: Editorial UNED. 26 págs.
- Hernández, Lucas; C. González. 2002. *Introducción al análisis instrumental*. Barcelona, España: Grupo planeta. 464 págs.
- Irezabal L. *Mezclado de Alimentos*:  
[http://sgpwe.izt.uam.mx/files/users/uami/mlci/file/mezclado\\_solidos.pdf](http://sgpwe.izt.uam.mx/files/users/uami/mlci/file/mezclado_solidos.pdf). [05/06/2017]
- Kaye, Brian H. 1996. *Handbook of powder science: mixing of powders*. Chapmanand & Hall. London. págs 568 – 585.
- Kresisch T. 2016. *Mezclas y grumos*. Ediciones Paraninfo, SA. Madrid España. 75 págs.
- Kresisch T. 2015. *Mezclador de Cintas, Planos de conjunto y detalles para fabricación*. Ediciones Mundi-Prensa. Madrid, España. 71 págs.
- McCabe, Warren, Smith, J. y P. Harriott. 2007. *Operaciones Unitarias en Ingeniería Química*. 7ª edición. México, México D.F., McGraw-Hill. 1189 págs.
- Muhammed, Fayed; L. Otten. 2013. *Handbook of powder Science & Technology*. Springer Science & Business Media. 898 págs.

Perry, Robert H. 1984. *Perry manual del Ingeniero químico*. 6ª edición. Estados Unidos. Editorial McGraw-Hill. US. Tomo V. 2577 págs.

Perry, Robert H. 2008. *Perry manual del Ingeniero químico*. 8ª edición. Estados Unidos. Editorial McGraw-Hill. US. 2655 págs.

Sinnot, R. 2005. *Chemical Engineering design: Chemical Engineering, Vol 6*. 4ª edición. Editorial Elsevier. 1055 págs.

Sierra, Isable; S. Gómez; D. Pérez y S. Morante. 2009. *Análisis instrumental*. Netbiblo. 256 págs.

Vincent, W. UHL. 1967. *Mixing, theory and practice*. Academic Press INC. USA: New York. 338 págs.

Weinekötter, Ralf y H. 2000. Gericke. *Mixing of solids, particle technology series*. Springer Science & Business Media. .Germany. 156 págs.

## XIV. ANEXOS

### A. DATOS DE PLACA

Cuadro 16. Especificaciones de los equipos utilizados para la realización del presente trabajo

Balanza analítica	Marca: Mettler Toledo Serie: AB205-5 Rango: 0.01 – 220 g Precisión: 0.0001 g
Balanza analítica	Marca: Boeco Germany Rango: 0 – 220 g Incertidumbre: $\pm 0.0001$ g
Balanza digital	Marca: OHAUS Modelo: Valor 3000 xtreme Rango: 0 – 220 g Incertidumbre: $\pm 0.1$ g
Estufa eléctrica	Marca: Thermo Scientific Modelo: Cimarec Rango temperatura: 0 – 540°C Rango agitación: 0 – 1500 rpm
Espectrofotómetro UV/VIS	Modelo: Nova 60 Rango de absorbancia: -0.300 – 3.200 Longitud de onda: 340; 410; 445; 500; 525; 550; 565; 605; 620; 665; 690; 820nm Modos de medición: Absorbancia, concentración y transmisión. Cubeta: $\varnothing 16$ mm
Mufla	Rango: 0 – 1150°C
Horno	Marca: Selecta Rango: 40 – 250°C

## B. ECUACIONES Y REACCIONES

### 1. Ecuaciones

- a. Concentración de hierro a partir de la ecuación de la recta de las curvas de calibración

$$x = \frac{y-b}{m} \quad [1]$$

En donde:

x: concentración de hierro la solución

b: intercepto de la curva

m: pendiente de la curva

- b. Concentración de hierro en la muestra considerando los factores de dilución

$$[\text{Fe}^{2+}] = \frac{5 \cdot F \cdot x}{m} \quad [2]$$

En donde:

$[\text{Fe}^{2+}]$ : Concentración de hierro en la muestra de 1 gramo

F: factor de dilución

x: concentración de hierro en la solución

m: masa de la muestra que se ingresó a la mufla

- c. Desviación estándar

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad [3]$$

En donde:

n: es el número de muestras

$\bar{x}$ : es la media y se calcula con la siguiente

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad [4]$$

d. Coeficiente de variación

$$\% \text{ C. V} = \frac{s}{\bar{x}} \quad [5]$$

e. Densidad de bulto

$$\rho = \frac{m_t - m_r}{V_r} \quad [6]$$

En donde:

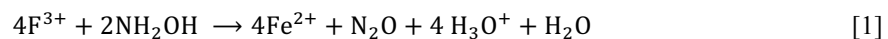
$m_t$ : masa total (recipiente + sólido)

$m_r$ : masa únicamente del recipiente

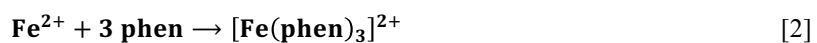
$V_r$ : Volumen estandarizado para el recipiente

## 2. Reacciones

a. Reacción principal al añadir cloruro de hidroxilamina como agente reductor



b. Reacción de formación del complejo de hierro



## C. DATOS ORIGINALES

Cuadro 17. Datos para la preparación de las muestras de la pre mezcla utilizada para la bebida fortificada

Muestra (pre)	Masa ( $\pm 0.0001$ g)	Absorbancia $\pm 0.001$			Factor de dilución
		A	B	C	
1	1.0051	0.326	0.330	0.331	4
2	1.0015	0.272	0.277	0.283	4
3	1.0095	0.331	0.329	0.331	4
4	1.0050	0.263	0.269	0.272	5
5	1.0052	0.258	0.264	0.263	5
6	1.0013	0.269	0.271	0.271	5
7	1.0045	0.255	0.258	0.255	5
8	1.0023	0.316	0.314	0.32	4
9	1.0070	0.331	0.333	0.335	4
10	1.0047	0.334	0.333	0.326	4

Cuadro 18. Datos para la preparación de las muestras del mezclado intermedio para la fabricación de la bebida fortificada

Muestra (Int)	Masa ( $\pm 0.0001$ g)	Absorbancia $\pm 0.001$			Factor de dilución
		A	B	C	
1	1.0055	0.330	0.331	0.334	2
2	1.0052	0.347	0.345	0.349	2
3	1.0068	0.171	0.171	0.173	2
4	1.0025	0.338	0.338	0.341	2
5	1.0053	0.218	0.219	0.218	4
6	1.0026	0.155	0.154	0.156	4
7	1.0066	0.268	0.267	0.267	4
8	1.0010	0.391	0.393	0.395	2
9	1.0010	0.33	0.331	0.333	4
10	1.0007	0.328	0.33	0.329	4

Cuadro 19. Datos para la preparación de las muestras del mezclado final para obtener la bebida fortificada

Muestra (Fn)	Masa ( $\pm 0.0001$ g)	Absorbancia $\pm 0.001$			Factor de dilución
		A	B	C	
1	1.0016	0.318	0.320	0.321	1
2	1.0058	0.311	0.310	0.313	1
3	1.0021	0.336	0.338	0.336	1
4	1.0005	0.352	0.352	0.353	1
5	1.0056	0.343	0.343	0.343	1
6	1.0017	0.223	0.224	0.227	1
7	1.0049	0.350	0.352	0.348	1
8	1.0053	0.405	0.401	0.401	1
9	1.0031	0.341	0.341	0.343	1
10	1.0066	0.393	0.390	0.390	1

Cuadro 20. Datos para la preparación de las muestras de la pre mezcla utilizada para el cereal

Muestra (pre)	Masa ( $\pm 0.0001$ g)	Absorbancia $\pm 0.001$			Factor de dilución
		A	B	C	
1	1.0044	0.231	0.231	0.231	1
2	1.0032	0.344	0.348	0.348	1
3	1.0024	0.239	0.24	0.242	1
4	1.0039	0.095	0.095	0.093	4
5	1.0034	0.154	0.156	0.152	4
6	1.0027	0.307	0.307	0.306	1
7	1.0048	0.175	0.178	0.177	4
8	1.0032	0.159	0.158	0.161	1
9	1.0047	0.311	0.311	0.311	1
10	1.0050	0.204	0.203	0.202	1

Cuadro 21. Datos para la preparación de las muestras del mezclado intermedio para la fabricación del cereal

Muestra (Int)	Masa ( $\pm 0.0001$ g)	Absorbancia $\pm 0.001$			Factor de dilución
		A	B	C	
1	1.0043	0.241	0.241	0.244	5
2	1.0036	0.359	0.357	0.358	4
3	1.0056	0.309	0.311	0.311	4
4	1.0017	0.308	0.306	0.309	4
5	1.0043	0.34	0.339	0.339	4
6	1.0053	0.17	0.169	0.17	5
7	1.0016	0.277	0.276	0.277	4
8	1.0033	0.33	0.329	0.328	4
9	1.0037	0.314	0.316	0.312	4
10	1.0047	0.331	0.333	0.334	4

Cuadro 22. Datos para la preparación de las muestras del mezclado final para obtener el cereal

Muestra (Fn)	Masa ( $\pm 0.0001$ g)	Absorbancia $\pm 0.001$			Factor de dilución
		A	B	C	
1	1.0029	0.219	0.219	0.217	1
2	1.0043	0.215	0.214	0.215	1
3	1.0046	0.228	0.227	0.229	1
4	1.0054	0.215	0.213	0.213	1
5	1.0033	0.223	0.224	0.223	1
6	1.0056	0.233	0.233	0.233	1
7	1.0030	0.247	0.246	0.248	1
8	1.0022	0.229	0.227	0.229	1
9	1.0052	0.151	0.152	0.151	1
10	1.0033	0.225	0.226	0.226	1

Cuadro 23. Datos para la preparación de las muestras de la pre mezcla utilizada para la avena

Muestra (pre)	Masa ( $\pm 0.0001$ g)	Absorbancia $\pm 0.001$			Factor de dilución
		A	B	C	
1	1.0003	0.233	0.234	0.234	5
2	1.0048	0.180	0.181	0.183	4
3	1.0031	0.419	0.422	0.418	1
4	1.0062	0.234	0.236	0.234	5
5	1.0016	0.235	0.236	0.238	5
6	1.0037	0.231	0.232	0.231	5
7	1.002	0.198	0.199	0.196	4
8	1.0015	0.228	0.230	0.23	5
9	1.0058	0.174	0.172	0.174	1
10	1.0048	0.293	0.294	0.296	4

Cuadro 24. Datos para la preparación de las muestras del mezclado final para obtener la avena

Muestra (Fn)	Masa ( $\pm 0.0001$ g)	Absorbancia $\pm 0.001$			Factor de dilución
		A	B	C	
1	1.0020	0.292	0.293	0.293	1
2	1.0020	0.194	0.193	0.195	5
3	1.0021	0.158	0.159	0.16	1
4	1.0012	0.068	0.065	0.067	1
5	1.0067	0.191	0.191	0.191	5
6	1.0065	0.445	0.446	0.444	4
7	1.0039	0.264	0.265	0.262	1
8	1.0028	0.179	0.18	0.182	4
9	1.0064	0.074	0.075	0.072	1
10	1.0026	0.171	0.173	0.172	5

Cuadro 25. Datos obtenidos para la curva de calibración 1

Concentración. (mg Fe <sup>2+</sup> /L)	Absorbancia $\pm 0.001$		
	A	B	C
0.000	0.039	0.042	0.040
0.5012	0.078	0.075	0.075
1.0025	0.109	0.110	0.109
2.0050	0.181	0.185	0.183
2.5062	0.218	0.216	0.219
5.0125	0.391	0.397	0.394

Cuadro 26. Datos obtenidos para la curva de calibración 2

Concentración. (mg Fe <sup>2+</sup> /L)	Absorbancia $\pm 0.001$		
	A	B	C
0.000	0.049	0.046	0.046
0.5012	0.076	0.078	0.081
1.0025	0.112	0.113	0.116
2.0050	0.183	0.184	0.184
2.5062	0.219	0.224	0.223
5.0125	0.398	0.394	0.398

Cuadro 27. Datos obtenidos para la curva de calibración 3

Concentración. (mg Fe <sup>2+</sup> /L)	Absorbancia $\pm 0.001$		
	A	B	C
0.000	0.041	0.041	0.043
0.5012	0.077	0.075	0.079
1.0025	0.117	0.117	0.118
2.0050	0.183	0.182	0.184
2.5062	0.233	0.232	0.231
5.0125	0.418	0.420	0.420

Cuadro 28. Datos obtenidos para la curva de calibración 4

Concentración. (mg Fe <sup>2+</sup> /L)	Absorbancia $\pm 0.001$		
	A	B	C
0.000	0.047	0.045	0.044
0.5012	0.079	0.078	0.076
1.0025	0.120	0.119	0.120
2.0050	0.185	0.184	0.183
2.5062	0.235	0.235	0.233
5.0125	0.421	0.421	0.423

Cuadro 29. Datos obtenidos para la curva de calibración 5

Concentración. (mg Fe <sup>2+</sup> /L)	Absorbancia $\pm 0.001$		
	A	B	C
0.000	0.046	0.046	0.045
0.5012	0.083	0.083	0.086
1.0025	0.121	0.125	0.125
2.0050	0.200	0.198	0.197
2.5062	0.240	0.241	0.241
5.0125	0.423	0.427	0.425

Cuadro 30. Datos obtenidos para la curva de calibración 6

Concentración. (mg Fe <sup>2+</sup> /L)	Absorbancia $\pm 0.001$		
	A	B	C
0.000	0.052	0.049	0.050
0.5012	0.090	0.089	0.090
1.0025	0.127	0.127	0.125
2.0050	0.201	0.202	0.201
2.5062	0.241	0.240	0.241
5.0125	0.427	0.427	0.429

Cuadro 31. Datos obtenidos para la curva de calibración 7

Concentración. (mg Fe <sup>2+</sup> /L)	Absorbancia $\pm 0.001$		
	A	B	C
0.000	0.044	0.043	0.045
0.5012	0.085	0.085	0.085
1.0025	0.124	0.126	0.124
2.0050	0.196	0.197	0.197
2.5062	0.242	0.243	0.241
5.0125	0.427	0.427	0.427

Cuadro 32. Datos obtenidos para la curva de calibración 8

Concentración. (mg Fe <sup>2+</sup> /L)	Absorbancia $\pm 0.001$		
	A	B	C
0.000	0.050	0.048	0.049
0.5012	0.088	0.088	0.088
1.0025	0.126	0.128	0.127
2.0050	0.200	0.198	0.196
2.5062	0.243	0.242	0.242
5.0125	0.450	0.452	0.451

Cuadro 33. Datos obtenidos para la curva de calibración 9

Concentración. (mg Fe <sup>2+</sup> /L)	Absorbancia $\pm 0.001$		
	A	B	C
0.000	0.057	0.056	0.056
0.5012	0.097	0.097	0.097
1.0025	0.134	0.134	0.133
2.0050	0.205	0.208	0.206
2.5062	0.293	0.292	0.294
5.0125	0.480	0.480	0.482

Cuadro 34. Análisis granulométrico del componente 1 del premix de la bebida fortificada (análisis 1)

No Mesh	Masa tamiz ( $\pm 0.1$ g)	Masa total ( $\pm 0.1$ g)	Masa ( $\pm 0.1$ g)	Porcentaje	Acumulado
20	382.8	383.0	0.2	0.12%	0.12%
30	369.3	372.3	3.0	1.50%	1.62%
45	331.4	340.4	9.0	4.49%	6.11%
60	329.9	345.6	15.7	7.86%	13.98%
80	338.3	463.1	124.8	62.39%	76.37%
100	323.8	367.2	43.4	21.71%	98.08%
< 100	463.5	467.0	3.5	1.75%	99.83%

\*El porcentaje acumulado se obtiene de sumar el porcentaje correspondiente a la misma fila y el de la fila de arriba, para obtener estos datos se siguió la metodología para análisis granulométrico.

Cuadro 35. Análisis granulométrico del componente 1 del premix de la bebida fortificada (análisis 2)

No Mesh	Masa tamiz ( $\pm 0.1$ g)	Masa total ( $\pm 0.1$ g)	Masa ( $\pm 0.1$ g)	Porcentaje	Acumulado
20	382.8	383.1	0.3	0.15%	0.15%
30	369.3	372.3	3.0	1.50%	1.65%
45	331.4	340.3	8.9	4.44%	6.09%
60	329.9	345.6	15.7	7.85%	13.94%
80	338.3	463.1	124.8	62.39%	76.33%
100	323.8	367.3	43.5	21.74%	98.07%
< 100	463.5	467.1	3.6	1.80%	99.87%

\*El porcentaje acumulado se obtiene de sumar el porcentaje correspondiente a la misma fila y el de la fila de arriba, para obtener estos datos se siguió la metodología para análisis granulométrico.

Cuadro 36. Análisis granulométrico del componente 1 del premix de la bebida fortificada (análisis 3)

No Mesh	Masa tamiz ( $\pm 0.1$ g)	Masa total ( $\pm 0.1$ g)	Masa ( $\pm 0.1$ g)	Porcentaje	Acumulado
20	382.8	383.7	0.9	0.45%	0.4%
30	369.3	372.4	3.1	1.55%	2.0%
45	331.4	340.2	8.8	4.40%	6.4%
60	329.9	345.6	15.7	7.85%	14.2%
80	338.3	463.3	125.0	62.47%	76.7%
100	323.8	367.1	43.3	21.64%	98.4%
< 100	463.5	466.9	3.4	1.70%	100.0%

\*El porcentaje acumulado se obtiene de sumar el porcentaje correspondiente a la misma fila y el de la fila de arriba, para obtener estos datos se siguió la metodología para análisis granulométrico.

Cuadro 37. Análisis granulométrico del componente 2 del premix de la bebida fortificada (análisis 1)

No Mesh	Masa tamiz ( $\pm 0.1$ g)	Masa total ( $\pm 0.1$ g)	Masa ( $\pm 0.1$ g)	Porcentaje	Acumulado
20	382.8	384.8	2.0	1.00%	1.0%
30	369.3	372.5	3.2	1.62%	2.6%
45	331.4	336.1	4.7	2.37%	5.0%
60	329.9	336.9	7.0	3.49%	8.5%
80	338.3	356.5	18.2	9.09%	17.6%
100	323.8	486.1	162.3	81.09%	98.7%
< 100	463.5	464.5	1.0	0.50%	99.2%

\*El porcentaje acumulado se obtiene de sumar el porcentaje correspondiente a la misma fila y el de la fila de arriba, para obtener estos datos se siguió la metodología para análisis granulométrico.

Cuadro 38. Análisis granulométrico del componente 2 del premix de la bebida fortificada (análisis 2)

No Mesh	Masa tamiz ( $\pm 0.1g$ )	Masa total ( $\pm 0.1g$ )	Masa ( $\pm 0.1g$ )	Porcentaje	Acumulado
20	382.8	384.9	2.1	1.05%	1.0%
30	369.3	372.4	3.1	1.55%	2.6%
45	331.4	336.2	4.8	2.40%	5.0%
60	329.9	337.0	7.1	3.55%	8.5%
80	338.3	356.4	18.1	9.04%	17.6%
100	323.8	486.2	162.4	81.12%	98.7%
< 100	463.5	464.6	1.1	0.55%	99.3%

\*El porcentaje acumulado se obtiene de sumar el porcentaje correspondiente a la misma fila y el de la fila de arriba, para obtener estos datos se siguió la metodología para análisis granulométrico.

Cuadro 39. Análisis granulométrico del componente 2 del premix de la bebida fortificada (análisis 3)

No Mesh	Masa tamiz ( $\pm 0.1g$ )	Masa total ( $\pm 0.1g$ )	Masa ( $\pm 0.1g$ )	Porcentaje	Acumulado
20	382.8	384.8	2.0	1.00%	1.0%
30	369.3	372.4	3.1	1.55%	2.5%
45	331.4	336.3	4.9	2.45%	5.0%
60	329.9	336.7	6.8	3.40%	8.4%
80	338.3	356.6	18.3	9.14%	17.5%
100	323.8	486.0	162.2	81.02%	98.6%
< 100	463.5	464.6	1.1	0.55%	99.1%

\*El porcentaje acumulado se obtiene de sumar el porcentaje correspondiente a la misma fila y el de la fila de arriba, para obtener estos datos se siguió la metodología para análisis granulométrico.

Cuadro 40. Análisis granulométrico del componente 3 del premix de la bebida fortificada (análisis 1)

No Mesh	Masa tamiz ( $\pm 0.1$ g)	Masa total ( $\pm 0.1$ g)	Masa ( $\pm 0.1$ g)	Porcentaje	Acumulado
20	383.1	460.9	77.8	38.89%	38.9%
30	369.6	398.7	29.1	14.55%	53.4%
45	331.5	368.5	37.0	18.52%	72.0%
60	329.9	353.7	23.8	11.90%	83.9%
80	338.3	366.9	28.6	14.29%	98.1%
100	323.8	327.5	3.7	1.85%	100.0%
< 100	463.5	464.6	1.1	0.53%	100.5%

\*El porcentaje acumulado se obtiene de sumar el porcentaje correspondiente a la misma fila y el de la fila de arriba, para obtener estos datos se siguió la metodología para análisis granulométrico.

Cuadro 41. Análisis granulométrico del componente 3 del premix de la bebida fortificada (análisis 2)

No Mesh	Masa tamiz ( $\pm 0.1$ g)	Masa total ( $\pm 0.1$ g)	Masa ( $\pm 0.1$ g)	Porcentaje	Acumulado
20	383.1	460.7	77.6	38.80%	38.8%
30	369.6	398.7	29.1	14.55%	53.4%
45	331.5	368.5	37	18.50%	71.9%
60	329.9	353.6	23.7	11.85%	83.7%
80	338.3	366.8	28.5	14.25%	98.0%
100	323.8	327.6	3.8	1.90%	99.9%
< 100	463.5	464.7	1.2	0.60%	100.5%

\*El porcentaje acumulado se obtiene de sumar el porcentaje correspondiente a la misma fila y el de la fila de arriba, para obtener estos datos se siguió la metodología para análisis granulométrico.

Cuadro 42. Análisis granulométrico del componente 3 del premix de la bebida fortificada (análisis 3)

No Mesh	Masa tamiz ( $\pm 0.1$ g)	Masa total ( $\pm 0.1$ g)	Masa ( $\pm 0.1$ g)	Porcentaje	Acumulado
20	383.1	460.5	77.4	38.70%	38.7%
30	369.6	398.6	29	14.50%	53.2%
45	331.5	368.5	37	18.50%	71.7%
60	329.9	353	23.1	11.55%	83.3%
80	338.3	366.7	28.4	14.20%	97.5%
100	323.8	327.6	3.8	1.90%	99.4%
< 100	463.5	464.5	1	0.50%	99.9%

\*El porcentaje acumulado se obtiene de sumar el porcentaje correspondiente a la misma fila y el de la fila de arriba, para obtener estos datos se siguió la metodología para análisis granulométrico.

Cuadro 43. Estandarización del volumen del recipiente utilizado para medir la densidad de bulto de la pre mezcla de la bebida forificada

Prueba	Volumen ( $\pm 0.03$ mL)
1	46.9
2	46.1
3	47.4
4	46.7
5	46.9
6	46.8
7	46.5
8	47.1
9	46.7
10	46.6

\*Datos obtenidos siguiendo el procedimiento de estandarización descrito en metodología

## D. CÁLCULOS

### 1. Concentración de hierro en la solución madre

$$n_{Fe^{2+}} = 1.7597g \pm 0.0001 Fe(NH_4)_2 \cdot 6H_2O * \frac{1 \text{ mol } Fe(NH_4)_2 \cdot 6H_2O}{392.14 \text{ g } Fe(NH_4)_2 \cdot 6H_2O} * \frac{1 \text{ mol } Fe^{2+}}{1 \text{ mol } Fe(NH_4)_2 \cdot 6H_2O}$$

$$n_{Fe^{2+}} = 4.4874 \times 10^{-3} \text{ mol } Fe^{2+}$$

$$C_{m,Fe^{2+}} = 4.4874 \times 10^{-3} \text{ mol } Fe^{2+} * \frac{55.85 \text{ g } Fe^{2+}}{1 \text{ mol } Fe^{2+}} * \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} * \frac{1}{250 \text{ mL}} * \frac{1000 \text{ mL}}{1 \text{ L}}$$

$$C_{m,Fe^{2+}} = 1002.48 \text{ mg } Fe^{2+} / L$$

### 2. Concentración de hierro en la solución secundaria

$$C_{m,Fe^{2+}} V_m = C_{s,Fe^{2+}} V_s$$

$$C_{s,Fe^{2+}} = \frac{\left( \frac{1002.48 \text{ mg } Fe^{2+}}{L} \right) (5 \text{ mL})}{500 \text{ mL}} = 10.02 \text{ mg } Fe^{2+} / L$$

\*Se realiza el mismo cálculo para obtener las concentraciones de hierro en las soluciones estándar preparadas considerando el volumen de solución secundaria que se utiliza para la preparación de cada una de las mismas.

### 3. Concentración de hierro en las muestras

De la curva de calibración en el gráfica 1 se obtuvieron los siguientes datos:

Pendiente	0.0706
Intercepto eje x	-0.0002
Coef. Correlación	0.9999

Para las absorbancias de la muestra Pre1 (cuadro 19) de la bebida fortificada se determina la media (Ec. 4) y se le resta la absorbancia del blanco.

$$\bar{y}_{\text{abs}} = \frac{(0.326 + 0.330 + 0.331) \pm 0.001}{3} = 0.329 \pm 0.002$$

$$A = 0.329 \pm 0.002 - 0.040 \pm 0.001 = 0.280 \pm 0.002$$

Para obtener la concentración de hierro en la solución preparada se utiliza la ecuación 1

$$x_{\text{pre1}} = \frac{0.280 - (-0.00021)}{0.07067} = 4.097 \pm 0.02 \text{ mg/L}$$

Para determinar la concentración de hierro en la muestra total se emplea la ecuación 2 considerando un factor de dilución de 4.

$$C_{\text{pre1}} = \frac{5 * 4 * 4.097 \pm 0.02 \text{ mg/L}}{1.0051 \pm 0.0001 \text{ g}} = \frac{81.33 \text{ mg}}{\text{L}} \text{ por cada gramo de mezcla}$$

\*\*Se realiza el mismo procedimiento para determinar la concentración de todas las muestras analizadas.

#### 4. Coeficiente de variación

Se utilizó la ecuación 4 para determinar la media de las muestras de la pre mezcla utilizada para la bebida fortificada

$$\bar{C}_{\text{pre}} = 78.9699 \pm 4.8017 \text{ mg Fe}^{2+} / 100 \text{ g producto}$$

Con la ecuación 3 se obtiene la desviación estándar de las mismas muestras

$$S = 4.8016$$

Finalmente, se calcula el coeficiente de variación evaluando los datos en la ecuación 5

$$\% \text{ C. V.} = \frac{4.8016 \pm}{78.9699 \pm} * 100 = 6.08\%$$

## E. DATOS CALCULADOS

Cuadro 44. Datos para la preparación de las soluciones primarias y secundarias partiendo de hierro amoniacal sulfato Ferroso

Masa $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ( $\text{g} \pm 0.0001$ )	Solución Primaria ( $\text{mg Fe}^{2+}/\text{L}$ )	Solución Secundaria ( $\text{mg Fe}^{2+}/\text{L}$ )
1.7597	1002.49	10.02

\*La primera columna indica la cantidad de compuesto usado para la preparación de las soluciones, las concentraciones de las columnas 2 y 3 se obtuvieron con los cálculos de muestra 1 y 2.

Cuadro 45. Concentraciones de hierro en la pre mezcla obtenidas para las 10 diferentes muestras

Muestra	Bebida fortificada ( $\text{mg Fe}/100\text{g}$ )	Cereal ( $\text{mg Fe}/100\text{g}$ )	Avena ( $\text{mg Fe}/100\text{g}$ )
1	81.3305	12.0776	58.9653
2	67.0244	19.7246	34.0377
3	81.3498	12.7181	23.2624
4	80.2038	12.2862	58.9278
5	77.9592	28.0383	59.7145
6	81.3244	17.0936	58.0445
7	76.0181	33.9726	38.1775
8	78.0757	7.3629	57.5526
9	83.3932	17.3451	8.0076
10	83.0204	10.2260	61.9421

\*Concentraciones obtenidas siguiendo el cálculo 3, utilizando las gráficas de curvas de calibración 1, 2 y 3.

Cuadro 46. Concentraciones de hierro en el mezclado intermedio obtenidas para las 10 diferentes muestras

Muestra	Bebida fortificada (mg Fe/ 100g)	Cereal (mg Fe/ 100g)
1	40.6324	63.1493
2	42.8041	81.3581
3	18.0810	68.5637
4	41.7896	68.1212
5	49.3600	76.3480
6	31.6067	39.1172
7	58.5570	59.8796
8	49.4896	73.6793
9	77.1450	69.6671
10	76.5534	74.5492

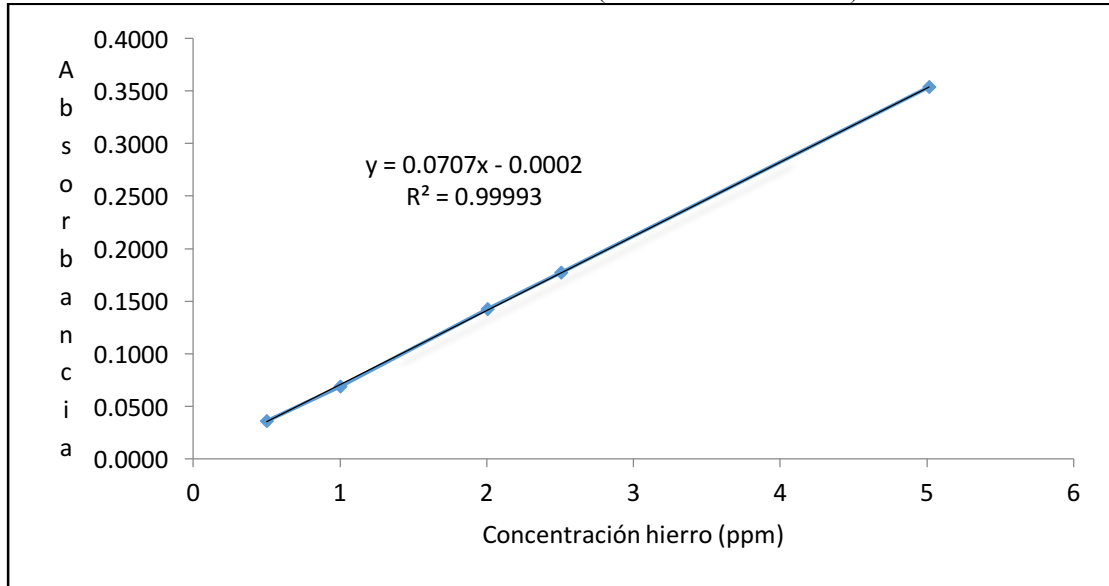
\*Concentraciones obtenidas siguiendo el cálculo 3, utilizando las gráficas de curvas de calibración 4, 5 y 6.

Cuadro 47. Concentraciones de hierro en el producto terminado obtenidas para las 10 diferentes muestras

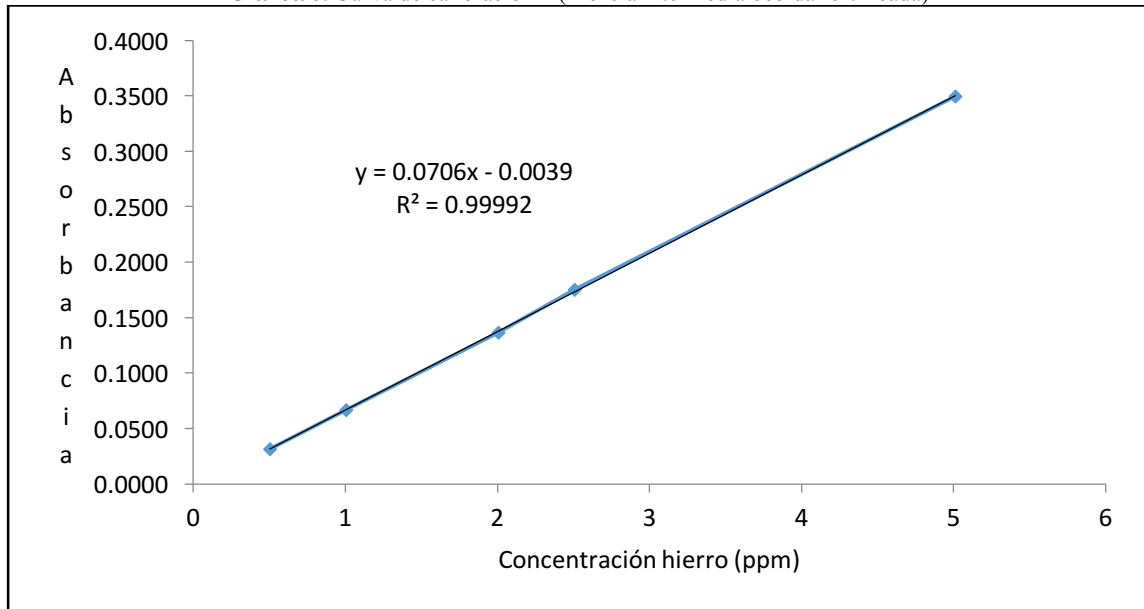
Muestra	Bebida fortificada (mg Fe/ 100g)	Cereal (mg Fe/ 100g)	Avena (mg Fe/ 100g)
1	18.5070	11.2104	13.9189
2	17.8836	10.9539	41.1512
3	19.6159	11.8260	6.2117
4	20.6793	10.8763	0.8895
5	19.8197	11.5346	40.0982
6	12.1367	12.1422	90.4013
7	20.2911	13.0943	12.2237
8	23.7028	11.8763	29.7453
9	19.7818	6.7885	1.2867
10	22.9325	11.6880	34.7882

\*Concentraciones obtenidas siguiendo el cálculo 3, utilizando las gráficas de curvas de calibración 6, 7 y 8.

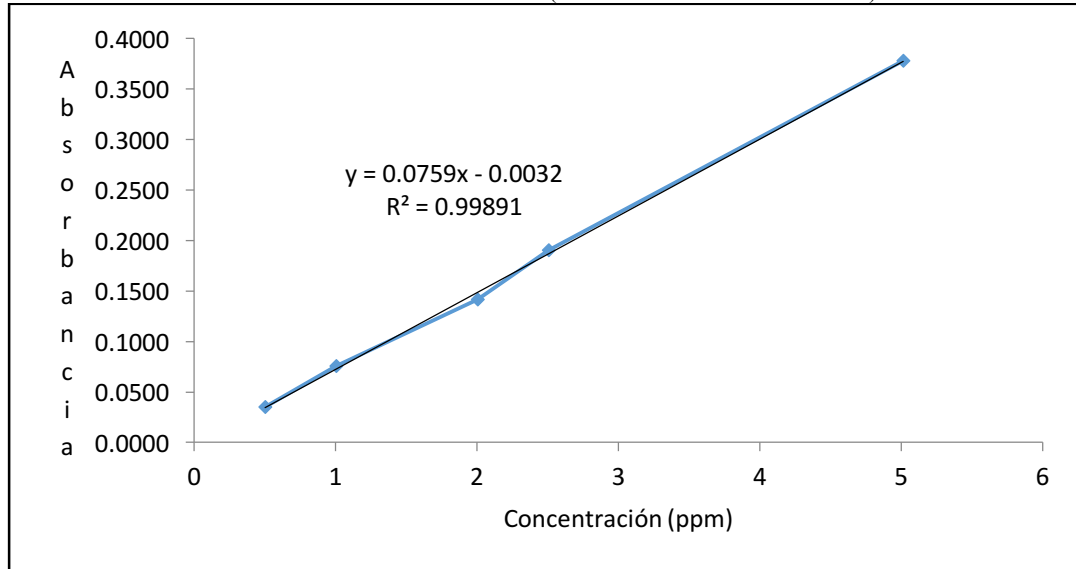
Gráfica 5. Curva de calibración 1 (Premix bebida fortificada)



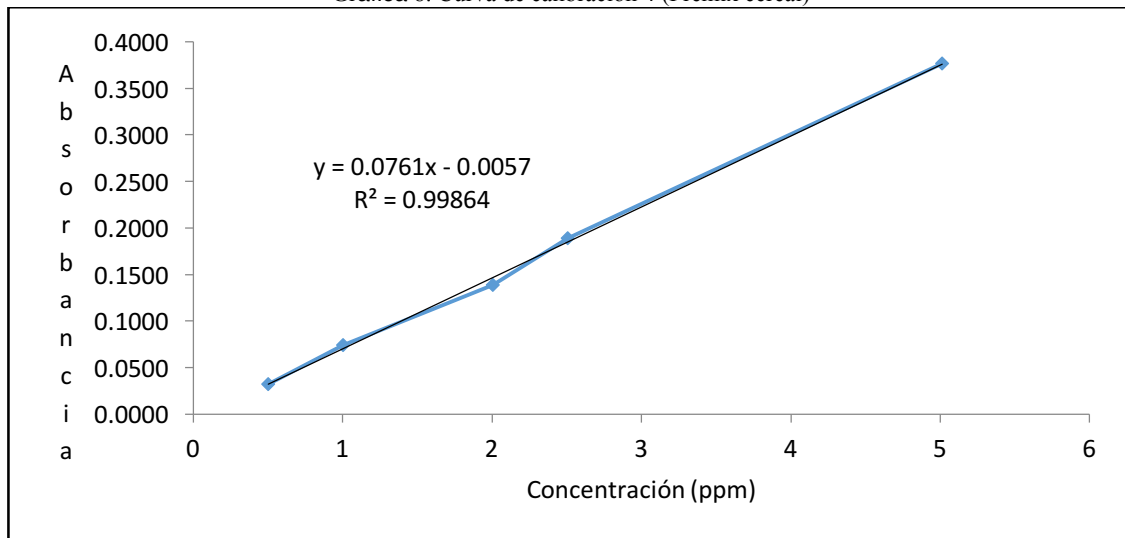
Gráfica 6. Curva de calibración 2 (Mezcla intermedia bebida fortificada)



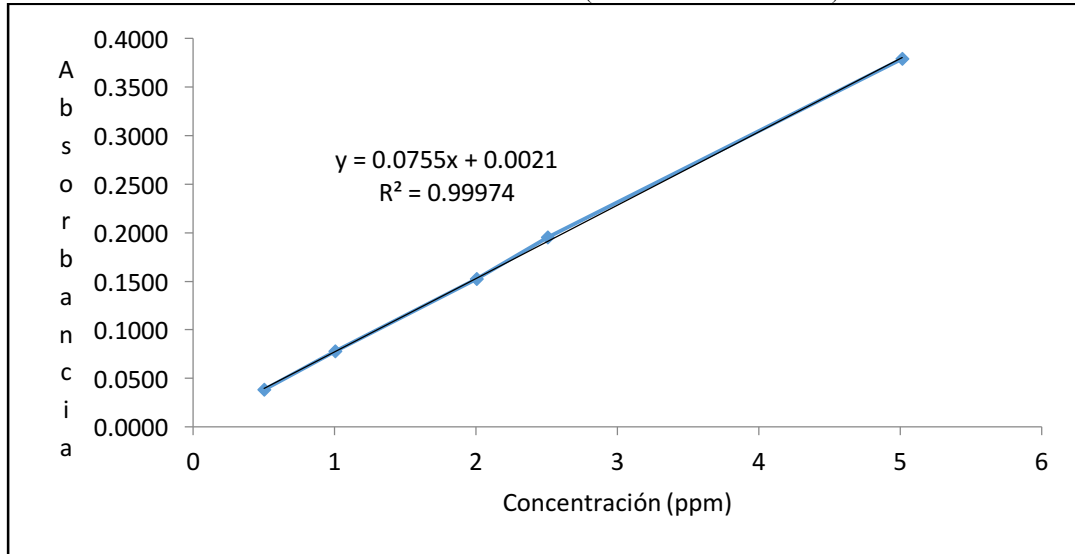
Gráfica 7. Curva de calibración 3 (Producto final bebida fortificada)



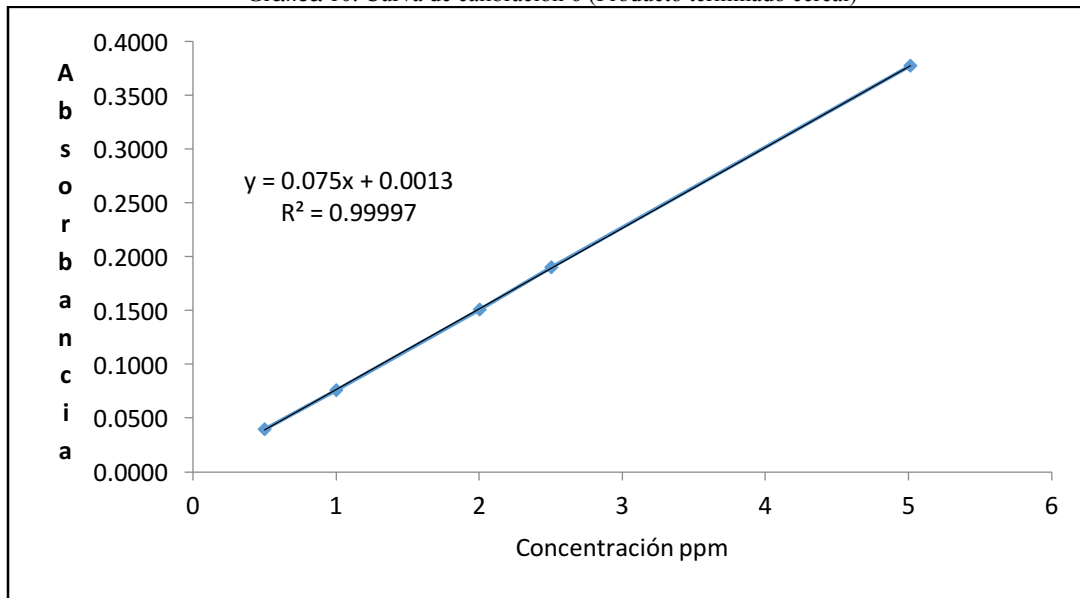
Gráfica 8. Curva de calibración 4 (Premix cereal)



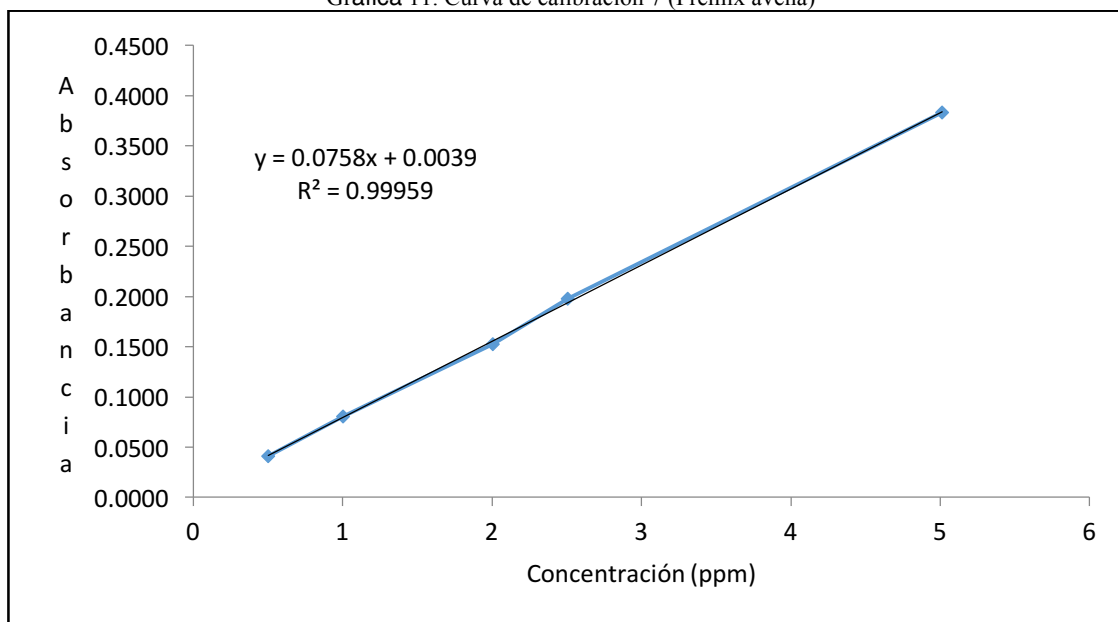
Gráfica 9. Curva de calibración 5 (mezcla intermedia cereal)



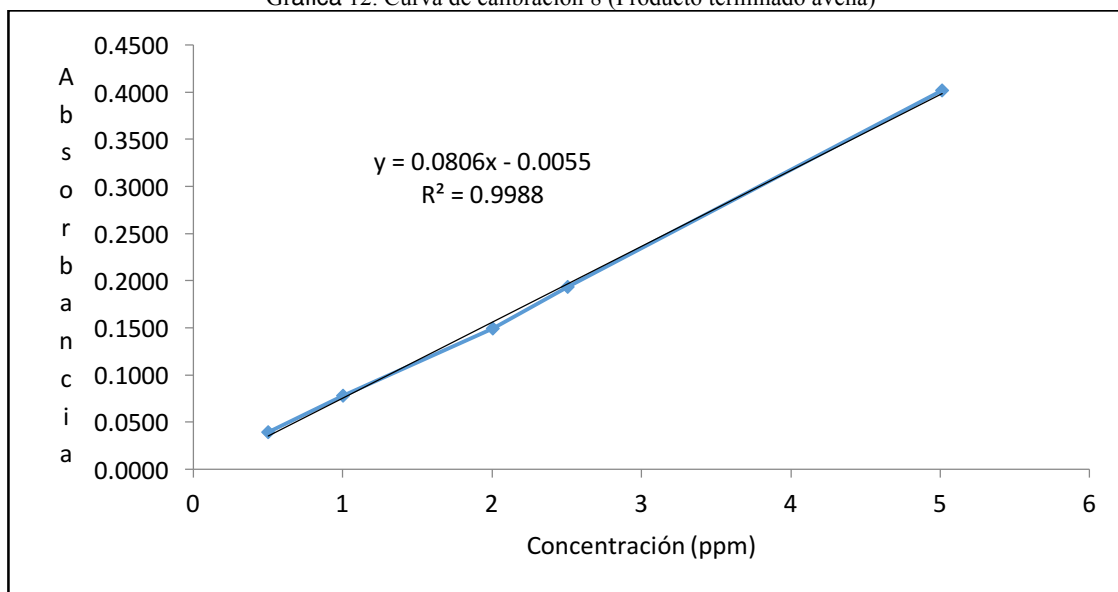
Gráfica 10. Curva de calibración 6 (Producto terminado cereal)



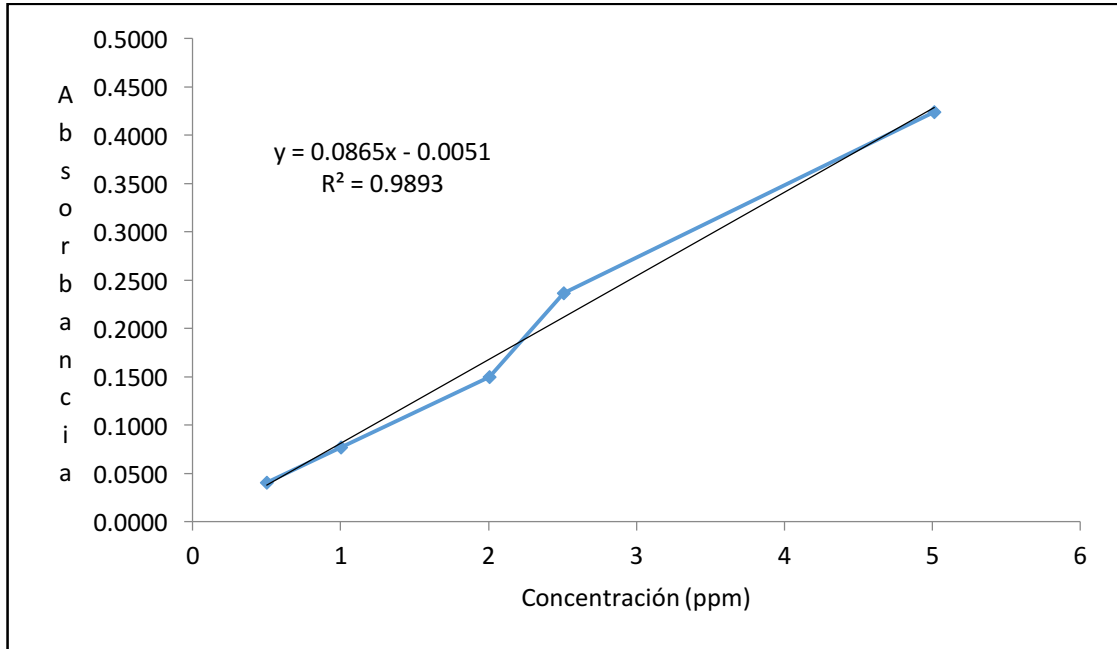
Gráfica 11. Curva de calibración 7 (Premix avena)



Gráfica 12. Curva de calibración 8 (Producto terminado avena)



Gráfica 13. Curva de calibración 9 (Producto terminado avena)



\*Curva de calibración no utilizada debido a falta de linealidad.

Cuadro 48. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras de la pre mezcla de la bebida fortificada

Muestra (Pre)	Media Absorbancia	Desviación estándar
1	0.2887	0.0026
2	0.2370	0.0055
3	0.2900	0.0012
4	0.2277	0.0046
5	0.2213	0.0032
6	0.2300	0.0012
7	0.2157	0.0017
8	0.2763	0.0031
9	0.2927	0.0020
10	0.2907	0.0044

Cuadro 49. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras del mezclado intermedio de la bebida fortificada

Muestra (Pre)	Media Absorbancia	Desviación estándar
1	0.2847	0.0021
2	0.3000	0.0020
3	0.1247	0.0012
4	0.2920	0.0017
5	0.1713	0.0006
6	0.1080	0.0010
7	0.2203	0.0006
8	0.3460	0.0020
9	0.2897	0.0015
10	0.2873	0.0010

Cuadro 50. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras del mezclado final de la bebida fortificada

Muestra (Pre)	Media Absorbancia	Desviación estándar
1	0.2780	0.0015
2	0.2697	0.0015
3	0.2950	0.0012
4	0.3107	0.0006
5	0.2977	0.0000
6	0.1793	0.0021
7	0.3047	0.0020
8	0.3570	0.0023
9	0.2963	0.0012
10	0.3457	0.0017

Cuadro 51. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras de la pre mezcla del cereal

Muestra (Pre)	Media Absorbancia	Desviación estándar
1	0.1853	0.0000
2	0.3010	0.0023
3	0.1947	0.0015
4	0.0487	0.0012
5	0.1083	0.0020
6	0.2610	0.0006
7	0.1310	0.0015
8	0.1137	0.0015
9	0.2653	0.0000
10	0.1573	0.0010

Cuadro 52. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras del mezclado intermedio del cereal

Muestra (Pre)	Media Absorbancia	Desviación estándar
1	0.1917	0.0017
2	0.3077	0.0010
3	0.2600	0.0012
4	0.2573	0.0015
5	0.2890	0.0006
6	0.1193	0.0006
7	0.2263	0.0006
8	0.2787	0.0010
9	0.2637	0.0020
10	0.2823	0.0015

Cuadro 53. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras del mezclado final del cereal

Muestra (Pre)	Media Absorbancia	Desviación estándar
1	0.1743	0.0012
2	0.1707	0.0006
3	0.1840	0.0010
4	0.1697	0.0012
5	0.1793	0.0006
6	0.1890	0.0000
7	0.2030	0.0010
8	0.1843	0.0012
9	0.1073	0.0006
10	0.1817	0.0006

Cuadro 54. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras de la pre mezcla de la avena

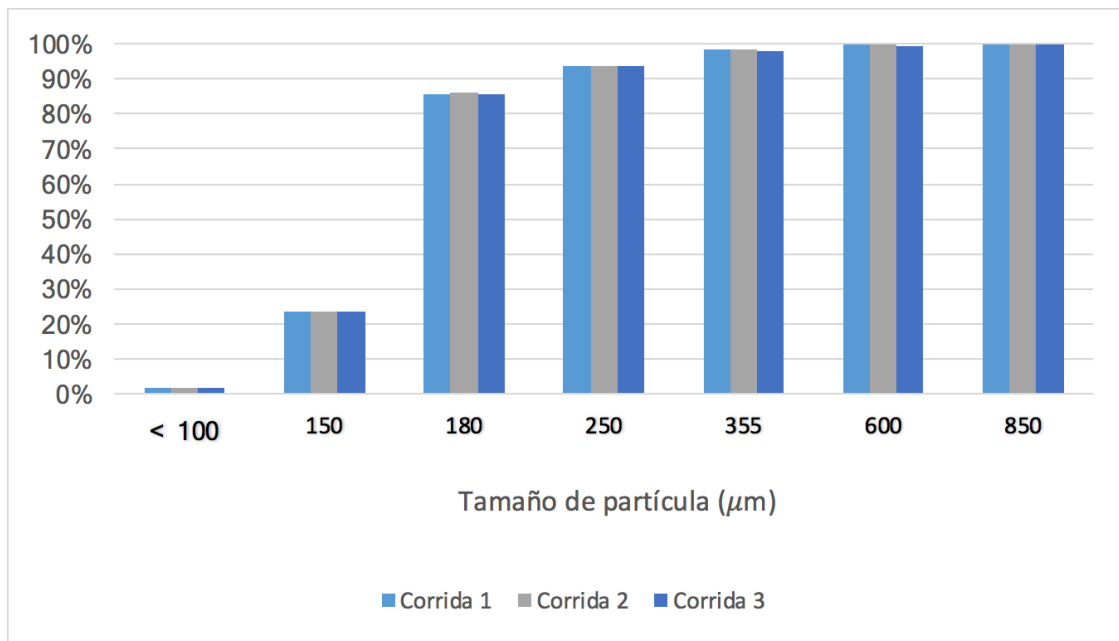
Muestra (Pre)	Media Absorbancia	Desviación estándar
1	0.1847	0.0006
2	0.1323	0.0015
3	0.3707	0.0021
4	0.1857	0.0012
5	0.1873	0.0015
6	0.1823	0.0006
7	0.1487	0.0015
8	0.1803	0.0012
9	0.1243	0.0012
10	0.2453	0.0015

Cuadro 55. Media aplicada a las absorbancias leídas para las muestras del mezclado final de la avena

Muestra (Pre)	Media Absorbancia	Desviación estándar
1	0.2363	0.0006
2	0.1377	0.0010
3	0.1027	0.0010
4	0.0103	0.0015
5	0.1347	0.0000
6	0.3887	0.0010
7	0.2073	0.0015
8	0.1240	0.0015
9	0.0173	0.0015
10	0.1157	0.0010

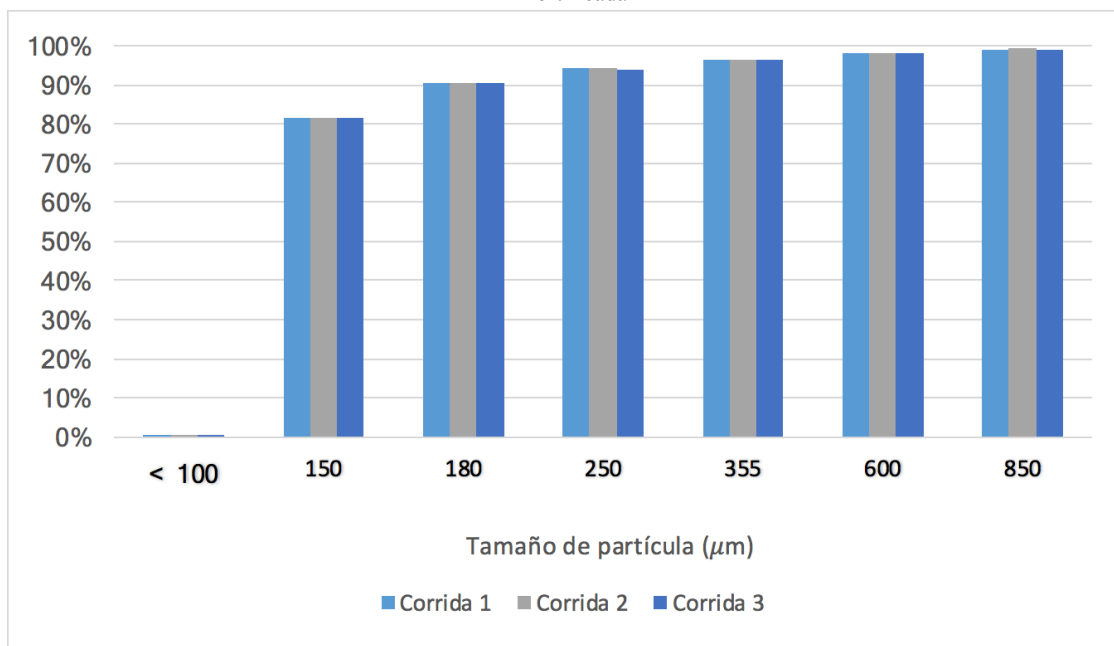
Nota: Para todos las gráficas de distribución de tamaño y porcentaje acumulado, ver cuadro 10 para conocer el tamaño de partícula que corresponde a cada no. de mesh.

Gráfica 14. Porcentaje acumulado del tamaño de partícula para el componente 1 de la pre mezcla de la bebida fortificada



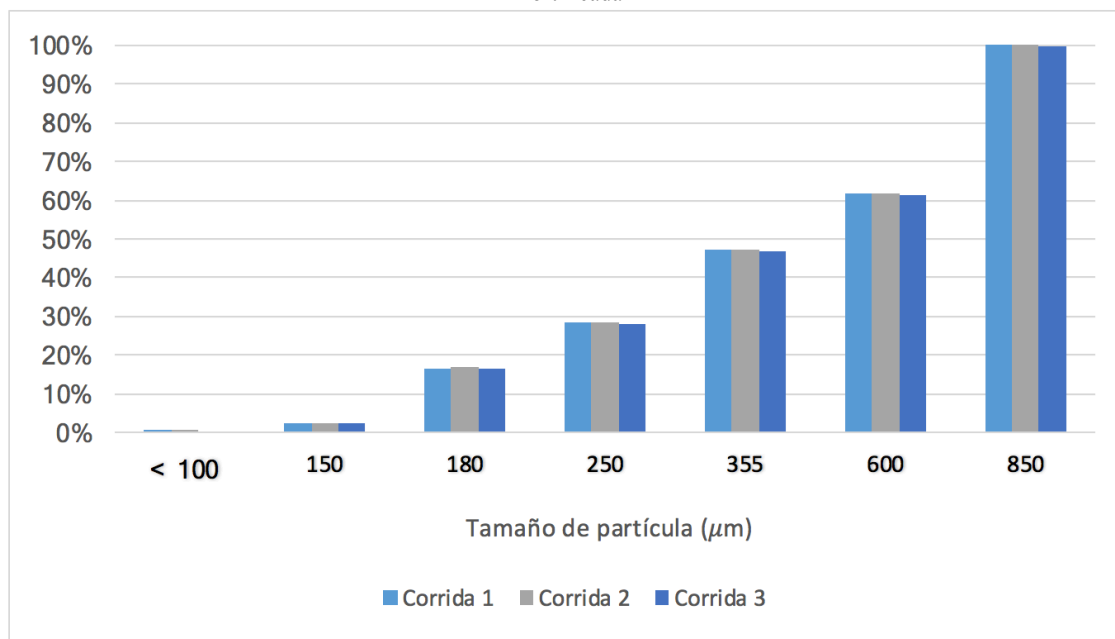
\*Datos de cuadros 36, 37 y 38

Gráfica 15. Porcentaje acumulado del tamaño de partícula para el componente 2 de la pre mezcla de la bebida fortificada



\*Datos de cuadros 42, 43 y 44

Gráfica 16. Porcentaje acumulado del tamaño de partícula para el componente 3 de la pre mezcla de la bebida fortificada



\*Datos de cuadros 39, 40 y 41

Cuadro 56. Volumen definido para el recipiente utilizado para medir la densidad de bulto

Volumen medio (mL)	DS
46.77	0.3498

\*Media obtenida de los datos del cuadro 45. DS: Desviación estándar

Nota: Para obtener la densidad de bulto de los siguientes cuadros se utilizó una masa del recipiente de  $8.2048 \pm 0.0001$  g y el volumen proporcionado en el cuadro anterior.

Cuadro 57. Densidad de bulto obtenidas para las muestras de la pre mezcla de bebida fortificada utilizando un tiempo de mezclado de 8 minutos

Muestra	Masa total ( $\pm 0.0001$ g)	Masa del sólido ( $\pm 0.0001$ g)	Densidad (g/mL $\pm 0.0003$ )
1	30.5997	22.3949	0.4788
2	29.2551	21.0503	0.4501
3	29.3053	21.1005	0.4512
4	31.0541	22.8493	0.4885
5	32.2831	24.0783	0.5148
6	31.8004	23.5956	0.5045
7	30.7196	22.5148	0.4814
8	30.3805	22.1757	0.4741

Cuadro 58. Densidad de bulto obtenidas para las muestras de la pre mezcla de bebida fortificada utilizando un tiempo de mezclado de 9 minutos

Muestra	Masa total ( $\pm 0.0001$ g)	Masa del sólido ( $\pm 0.0001$ g)	Densidad (g/mL $\pm 0.0003$ )
1	31.5440	23.3392	0.4990
2	33.8648	25.6600	0.5486
3	33.1645	24.9597	0.5337
4	32.1078	23.9030	0.5111
5	32.3478	24.1430	0.5162
6	31.8039	23.5991	0.5046
7	30.0541	21.8493	0.4672
8	30.8343	22.6295	0.4838

Cuadro 59. Densidad de bulto obtenidas para las muestras de la pre mezcla de bebida fortificada utilizando un tiempo de mezclado de 10 minutos

Muestra	Masa total ( $\pm 0.0001$ g)	Masa del sólido ( $\pm 0.0001$ g)	Densidad (g/mL $\pm 0.0003$ )
1	31.0943	22.8895	0.4894
2	31.0440	22.8392	0.4883
3	31.0719	22.8671	0.4889
4	29.7273	21.5225	0.4602
5	31.9999	23.7951	0.5088
6	31.2702	23.0654	0.4932
7	32.4491	24.2443	0.5184
8	34.9336	26.7288	0.5715

Cuadro 60. Densidad de bulto obtenidas para las muestras de la pre mezcla de bebida fortificada utilizando un tiempo de mezclado de 11 minutos

Muestra	Masa total ( $\pm 0.0001$ g)	Masa del sólido ( $\pm 0.0001$ g)	Densidad (g/mL $\pm 0.0003$ )
1	33.0934	24.8886	0.5321
2	33.0921	24.8873	0.5321
3	34.6115	26.4067	0.5646
4	33.2268	25.0220	0.5350
5	34.9266	26.7218	0.5713
6	34.1265	25.9217	0.5542
7	33.9987	25.7939	0.5515
8	35.1539	26.9491	0.5762

## F. METODOLOGÍAS DE ANÁLISIS

### 1. Método oficial para determinación de hierro en harinas (AOAC 944.02)

CEREAL FOODS  
Chapter 32, p. 2

AOAC OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS (2006)

**32.1.05**

**AOAC Official Method 923.03**  
**Ash of Flour**  
Direct Method  
First Action 1923  
Final Action

Weigh 3–5 g well-mixed test portion into shallow, relatively broad ashing dish that has been ignited, cooled in desiccator, and weighed soon after reaching room temperature. Ignite in furnace at ca 550°C (dull red) until light gray ash results, or to constant weight. Cool in desiccator and weigh soon after reaching room temperature. Reignited CaO is satisfactory drying agent for desiccator.

Reference: *JAOAC* 7, 132(1923).

**32.1.08**

**AOAC Official Method 948.08**  
**Inorganic Material (Added)**  
**in Phosphated Flour**  
First Action 1948  
Final Action

Transfer 20 g test portion to dry 250 mL separator, add ca 200 mL CCl<sub>4</sub>, shake well, and let stand until solution at bottom is nearly clear, usually ca 15 min. Draw off sediment with minimum of solution, by turning stopcock quickly from side to side, into 100 mL CCl<sub>4</sub> in dry 125 mL separator. Again shake 250 mL separator and let stand, with occasional gentle swirling if necessary to dislodge sediment from sides, until lower portion of solution clears. Draw off sediment from 125 mL separator into prepared and weighed Gooch, using suction. Draw off sediment from 250 mL separator into 125 mL separator as before, and let stand with occasional gentle swirling to dislodge sediment from sides of separator. After lower portion of liquid clears, draw off into Gooch as before, taking care that no sediment remains on ledge in separator. Wash crucible and contents with 25 mL fresh CCl<sub>4</sub>, continue aspirating 2 or 3 min, weigh at once, and report as percent added phosphate. Ignite crucible at 700°C, cool, and weigh as Ca(PO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.

Weight  $\text{Ca}(\text{PO}_3)_2 \times 1.27 \times 5 = \text{percent Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  in flour

References: *JAOAC* 31, 259(1948); 32, 257(1949).

**32.1.06**

**AOAC Official Method 936.07**  
**Ash of Flour**  
Magnesium Acetate Method  
First Action 1936  
Final Action

**A. Reagent**

*Magnesium acetate solution.*—Dissolve 4.054 g Mg(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O in 50 mL H<sub>2</sub>O and dilute to 1 L with alcohol.

**B. Determination**

From buret add 5 mL of the reagent to 3–5 g flour, bread, etc., or 10 mL to 1 g bran, wheat germ, etc. Let stand 1–2 min, evaporate excess alcohol, and place in furnace at 700°C, closing door after flaming ceases. When incineration is complete, place dish in desiccator until cool; then weigh. Determine blank on solution and deduct blank from weight ash. Evaporate blank cautiously.

References: *JAOAC* 19, 85(1936); 20, 69(1937); 22, 522(1939).

**32.1.09**

**AOAC Official Method 944.02**  
**Iron in Flour**  
Spectrophotometric Method  
First Action 1944  
Final Action  
Revised First Action 1993

(Applicable to enriched, enriched self-rising, and phosphated flours.)

See Table 944.02 for the results of the interlaboratory study supporting acceptance of the method.

**A. Reagents**

(Note: Rinse all flasks, beakers, funnels, etc., with H<sub>2</sub>O before use and filter all reagents to remove suspended matter.)

(a) *o-Phenanthroline solution.*—Dissolve 0.1 g *o*-phenanthroline in ca 80 mL H<sub>2</sub>O at 80°C, cool, and dilute to 100 mL.

(b) *α,α-Dipyridyl solution.*—Dissolve 0.1 g α,α-dipyridyl in H<sub>2</sub>O and dilute to 100 mL. [Reagents (a) and (b) kept in cool, dark place will remain stable several weeks.]

(c) *Iron standard solution.*—0.01 mg Fe/mL. (1) Dissolve 0.1 g analytical grade Fe wire in 20 mL HCl and 50 mL H<sub>2</sub>O, and dilute to 1 L. Dilute 100 mL of this solution to 1 L. Or (2) Dissolve 3.512 g Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O in H<sub>2</sub>O, add 2 drops HCl, and dilute to 500 mL. Dilute 10 mL of this solution to 1 L.

(d) *Hydroxylamine hydrochloride solution.*—Dissolve 10 g H<sub>2</sub>NOH·HCl in H<sub>2</sub>O and dilute to 100 mL.

(e) *Magnesium nitrate solution.*—Dissolve 50 g Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O in H<sub>2</sub>O and dilute to 100 mL.

(f) *Acetate buffer solution.*—Dissolve 8.3 g anhydrous NaC<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O<sub>2</sub> (previously dried at 100°C) in H<sub>2</sub>O, add 12 mL acetic acid, and dilute

**32.1.07**

**AOAC Official Method 936.08**  
**Ash (Original) of Flour for Phosphated and Self-Rising Flour**  
Gustafson Method  
First Action 1936  
Final Action

To 20–25 g test portion in metal centrifuge tube [cup 2 in. (5 cm) diameter, 6 in. (15 cm) deep], add enough CCl<sub>4</sub> to fill tube to within 25 mm of top (ca 250 mL). Centrifuge 5–7 min at 1600 rpm and let centrifuge come to rest slowly. With large tablespoon, carefully skim off flour, which is in compact layer on surface of CCl<sub>4</sub>, recovering as much flour as possible in 1 spoonful. (Note: One tablespoon is approximately 15 mL. With care, ca 90% of original flour may be recovered.) Let wet flour dry overnight and proceed as in 923.03 (see 32.1.05). (CCl<sub>4</sub> may be filtered, distilled, and used again.)

References: *JAOAC* 19, 82(1936).  
Cereal Laboratory Methods (1962) A.A.C.C.

© 2006 AOAC INTERNATIONAL

**Table 944.02. Interlaboratory study results for determination of iron, spectrophotometric method**

Product	Standard curve version	Mean, mg Fe/100g	$s_x$	$s_R$	RSD <sub>x</sub> , %	RSD <sub>R</sub> , %	HorRat
Milk-based infant formula <sup>a</sup>	5	1.48	0.13	0.21	8.48	14.20	1.34
	10	1.47	0.13	0.19	8.96	13.21	1.24
Soy-based infant formula <sup>b</sup>	5	9.64	0.43	0.59	4.43	6.13	0.77
	10	9.62	0.44	0.58	4.61	5.99	0.75
Nonfortified cereal	5	5.95	0.18	0.26	3.08	4.41	0.51
	10	5.95	0.19	0.25	3.20	4.23	0.49
Fortified cereal	5	22.30	1.24	1.24	5.55	5.55	0.79
	10	22.34	1.18	1.18	5.29	5.29	0.75
Enriched bread	5	5.25	0.64	0.64	12.14	12.14	1.38
	10	5.25	0.63	0.63	12.09	12.09	1.38
Whole wheat flour	5	4.77	0.16	0.40	3.43	8.39	0.94
	10	4.76	0.15	0.39	3.21	8.18	0.92
Enriched macaroni	5	4.54	0.12	0.27	2.71	5.96	0.66
	10	4.53	0.14	0.27	3.10	5.87	0.65
Enriched egg noodles	5	4.10	0.08	0.15	2.05	3.54	0.39
	10	4.10	0.09	0.13	2.10	3.24	0.36

<sup>a</sup> Powder, low Fe.<sup>b</sup> Powder, Fe-fortified.

to 100 mL. (It may be necessary to redistill acetic acid and recrystallize  $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$  from  $\text{H}_2\text{O}$ , depending on amount Fe present.)

(g) *Sodium acetate solution.*—2M. Dissolve 272 g  $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  in  $\text{H}_2\text{O}$  and dilute to 1 L.

(h) *Buffer solution, pH 3.5.*—Dilute 6.4 mL 2M  $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$  solution, (g), and 93.6 mL 2M  $\text{HCl}$  (120 g/L) to 1 L with  $\text{H}_2\text{O}$ .

#### B. Preparation of Standard Curve

Construct 10-point standard curve, plus zero, preparing solutions containing 0.0 (zero), 2.0, 5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0, 30.0, 35.0, 40.0, and 45.0 mL, respectively, of final diluted Fe standard solution, A(c), plus 2.0 mL  $\text{HCl}$ , in 100 mL  $\text{H}_2\text{O}$ .

Alternatively, construct a 5-point curve (5.0, 15.0, 25.0, 35.0, and 45.0 mL), plus zero, after correction for reagent blank.

Using 10 mL of each of these solutions, proceed as in C, beginning "...add 1 mL  $\text{H}_2\text{NOH}\cdot\text{HCl}$ ...". Plot concentration against scale reading.

#### C. Determination

(a) *By dry ashing.*—Ash 5.00 g test portion in Pt,  $\text{SiO}_2$ , or porcelain dish (ca 60 mm diameter, 35 mL capacity) as in 923.03 (see 32.1.05). (Porcelain evaporating dishes of ca 25 mL capacity are satisfactory. Do not use flat-bottom dishes of diameter >60 mm.) Cool and weigh if percent ash is desired. Continue ashing until practically C-free. To diminish ashing time, or for products that do not burn practically C-free, use one of following ash aids:

Moisten ash with 0.5–1.0 mL  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  solution or with redistilled  $\text{HNO}_3$ . Dry and carefully ignite in furnace, avoiding spattering. (White ash with no C results in most cases.) Do not add these ash aids to self-rising flour (products containing  $\text{NaCl}$ ) in Pt dish because of vigorous action on dish. Cool, add 5 mL  $\text{HCl}$ , letting acid rinse upper portion of dish, and evaporate to dryness on steam bath. Dissolve residue by adding 2.0 mL  $\text{HCl}$ , accurately measured, and heat 5 min on steam bath with watch glass on dish. Rinse watch

glass and dilute residue solution to 100 mL with  $\text{H}_2\text{O}$ . If necessary (undissolved particles visible in residue solution), filter diluted residue solution through ashless paper and discard first 15–20 mL filtrate.

Pipet 10 mL aliquot into 25 mL volumetric flask and add 1 mL  $\text{H}_2\text{NOH}\cdot\text{HCl}$  solution; let stand 5 min and then add 5 mL buffer solution, A(f), and 1 mL *o*-phenanthroline, A(a), or 2 mL dipyriddy solution, A(b), and dilute to volume. Determine absorbance, *A*, in spectrophotometer or photometer at ca 510 nm. From reading, determine Fe concentration from equation of line representing standard points or by reference to standard curve for known Fe concentration. If further dilution is required to maintain test solution absorbance reading below highest standard point on curve, pipet smaller aliquot into 25.0 mL flask, dilute to 10.0 mL with 2%  $\text{HCl}$  solution (v/v) and continue as described in C, paragraph 3. Determine blank on reagents and make correction. Calculate Fe in flour as mg/lb.

(b) *By wet digestion.*—Transfer 10.00 g test portion to 800 mL Kjeldahl flask, previously rinsed with dilute acid, then with  $\text{H}_2\text{O}$ ; add 20 mL  $\text{H}_2\text{O}$  and mix; pipet 5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  into flask and mix; add 25 mL  $\text{HNO}_3$  and mix well. After 2–3 min, heat flask very gently at brief intervals (to avoid foaming out of flask) until heavy evolution of  $\text{NO}_2$  fumes ceases. Continue to heat gently until material begins to char; then cautiously add 2–3 mL  $\text{HNO}_3$  at intervals until  $\text{SO}_3$  fumes evolve and colorless or very pale yellow liquid is obtained (60–65 mL  $\text{HNO}_3$  total in ca 2 h). Cool, add 50 mL  $\text{H}_2\text{O}$  and 1 glass bead, and heat to  $\text{SO}_3$  fumes; cool, add 25 mL  $\text{H}_2\text{O}$ , and filter quantitatively through 11 cm paper into 100 mL volumetric flask; cool, and dilute to volume.

Pipet 10 mL into 25 mL volumetric flask, add 1 mL  $\text{H}_2\text{NOH}\cdot\text{HCl}$  solution, rotate flask, and let stand 2–3 min. Add 9.5 mL 2M  $\text{NaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$  solution, A(g), and 1 mL *o*-phenanthroline solution,

dilute to volume, and mix. Let stand  $\geq 5$  min and determine *A* in spectrophotometer or photometer at ca 510 nm.

With self-rising flour, the 9.5 mL 2M  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  solution, *A(g)*, may be reduced to 8.0 mL. To determine exact amount of buffer solution, *A(h)*, needed to adjust each digest to most desirable pH range, mix 10 mL aliquot of test solution with measured amount of buffer solution, dilute with  $\text{H}_2\text{O}$  to 25 mL, and determine pH either potentiometrically or colorimetrically.

For colorimetric determination, add 5 drops bromophenol blue indicator (grind 0.1 g powder with 1.5 mL 0.1M NaOH and dilute to 25 mL with  $\text{H}_2\text{O}$ ) to solution and compare color with that of equal volume of pH 3.5 buffer solution, *A(h)*, also treated with 5 drops indicator. Although color develops in range pH 2–9, avoid pH <3.0 and preferably work at pH 3.5–4.5. With cereal products, 9.5 mL buffer solution, *A(h)*, is satisfactory. With test portions high in Fe, aliquot of 5 mL instead of 10 mL may be used with 4.8 mL buffer solution, *A(h)*.

Conduct digestion so as to avoid contamination with Fe and determine blank. After correction for blank, calculate as mg Fe/lb (453.6 g).

References: *JAOC* 27, 86, 396(1944); 28, 77(1945).  
*J. AOAC Int.* 75, 384(1994).

CAS-7439-89-6 (iron)

### 32.1.10

#### AOAC Official Method 944.03 Calcium in Flour Titrimetric Method First Action 1944 Final Action

(Applicable to enriched, enriched self-rising, and phosphated flours.)

Ash 10 g flour or air-dried bread as in 923.03 (see 32.1.05), and proceed as in 944.02C(a) (see 32.1.09) through "Rinse watch glass with  $\text{H}_2\text{O}$  . . .", then filter into 400 mL beaker; or transfer 50 mL solution from Fe determination to 400 mL beaker. Dilute to ca 150 mL.

Add 8–10 drops bromocresol green indicator, 941.17A (see A.1.05), and enough 20%  $\text{CH}_3\text{COONa}$  solution (w/v) to change pH to 4.8–5.0 (blue). Cover with watch glass and heat to bp. Precipitate Ca slowly by adding 3% oxalic acid solution (w/v), 1 drop every 3–5 s, until pH is 4.4–4.6 (optimum for calcium oxalate precipitation) as indicated by distinct green shade. (Avoid excess of oxalic acid indicated by yellow tints, showing undesirable displacement of pH.) Boil 1–2 min and let mixture settle until clear or overnight. Filter supernate through quantitative paper, Gooch, or fine fritted glass filter, and wash beaker and precipitate with ca 50 mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  (1 + 50) in small portions, using wash bottle delivering very small stream. Break point of filter and wash filter or crucible with mixture of 125 mL  $\text{H}_2\text{O}$  and 5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  at 80°–90°C. Titrate at 70°–90°C with 0.01M  $\text{KMnO}_4$  until slight pink is obtained, add filter paper, and continue titration if necessary. Correct for blank and calculate Ca as mg/lb (453.6 g).

1 mL 0.01M  $\text{KMnO}_4$  = 1 mg Ca

References: *JAOC* 27, 402(1944); 28, 77(1945).

CAS-7440-70-2 (calcium)

### 32.1.11

#### AOAC Official Method 948.09 Phosphorus in Flour First Action 1948 Final Action

##### A. Reagents

(a) *Magnesium nitrate solution*.—Dissolve 8 g MgO in  $\text{HNO}_3$  (1 + 1), avoiding excess acid; add little MgO in excess, boil, filter from excess MgO,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , etc., and dilute to 100 mL.

(b) *Molybdate solution*.—Dissolve 100 g  $\text{MoO}_3$  in mixture of 144 mL  $\text{NH}_4\text{OH}$  and 271 mL  $\text{H}_2\text{O}$ . Cool, and slowly pour solution, stirring constantly, into cool mixture of 489 mL  $\text{HNO}_3$  and 1148 mL  $\text{H}_2\text{O}$ . Keep final mixture in warm place several days or until portion heated to 40°C deposits no yellow precipitate. Decant solution from any sediment and keep in glass-stoppered vessels.

##### B. Determination

(a) Transfer 1.00 g test portion to ca 140 mL porcelain casserole, add 3 mL  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$  solution, and mix well, using small glass rod. Clean rod with small piece filter paper and place in casserole. Dry in oven at 100°C ca 2 h, transfer to cold furnace, and ignite at 550°C to white or gray ash (6–8 h). Cool, cover with watch glass, take up with 10 mL HCl (1 + 4), and add 5 mL HCl. Rinse watch glass and evaporate to dryness on steam bath. Add 5 mL HCl and 50 mL  $\text{H}_2\text{O}$ , heat 15 min on steam bath, filter into 100 mL volumetric flask, cool, and dilute to volume. Pipet 50 mL into 300 mL Erlenmeyer, neutralize to litmus paper with  $\text{NH}_4\text{OH}$ , make just faintly acid with  $\text{HNO}_3$ , dilute to 75–100 mL, add ca 15 g  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ , and add 20–25 mL acidified molybdate solution for  $\text{P}_2\text{O}_5$  content <5%; 30–35 mL for 5–20%; and enough acidified molybdate solution to ensure complete precipitation for >20%. Shake or stir mechanically 30 min at room temperature; decant at once through filter and wash precipitate twice by decanting with 25–30 mL portions  $\text{H}_2\text{O}$ , agitating thoroughly and allowing to settle. Transfer precipitate to filter and wash with cold  $\text{H}_2\text{O}$  until filtrate from 2 fillings of filter yields pink color on adding phenolphthalein and 1 drop of the standard alkali. Transfer precipitate and filter to beaker or precipitating vessel, dissolve precipitate in small excess of the standard alkali, add few drops of phenolphthalein, and titrate with standard acid. Report as percent P. Or—

(b) Transfer 5.00 g test portion to 35 mL porcelain evaporating dish, mix well with 0.5 g  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , and ignite at 550°C to gray ash. Cool, cover with watch glass, take up with 2 mL HCl (1 + 4), and add 5 mL HCl. Rinse watch glass, evaporate to dryness, add 5 mL HCl and 10 mL  $\text{H}_2\text{O}$ , heat ca 10 min on steam bath, filter into 100 mL volumetric flask, cool, and dilute to volume. Pipet 10 mL aliquot into 300 mL Erlenmeyer and proceed as in (a), beginning ". . . neutralize to litmus paper with  $\text{NH}_4\text{OH}$ , . . .".

Report results as percent P.

Reference: *JAOC* 31, 269(1948).

CAS-7723-14-0 (phosphorus)