



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE  
MÉXICO**

---

---

---

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTILÁN

**EFFECTO DE COADYUVANTES EN LA FLUIDEZ Y  
COMPACTABILIDAD DE MEZCLAS DE POLVOS PARA  
PREPARAR UNA BEBIDA INSTANTÁNEA DE CHOCOLATE  
CALIENTE**

**TESIS**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:**

**INGENIERA EN ALIMENTOS**

**PRESENTA:**

**LUZ MAHELET ROJAS SANTOS**

**ASESORES:**

**I.B.Q. NORMA BEATRIZ CASAS ALENCASER**

**M.I. FERNANDO BERISTAIN**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

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

U. N. A. M.  
FACULTAD DE ESTUDIOS  
ASUNTO: VOTO APROBATORIO



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

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

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

**Efecto de coadyuvantes en la fluidez y compactabilidad de mezclas de polvos para preparar una bebida instantánea de chocolate caliente**

Que presenta la pasante: Luz Mahelet Rojas Santos

Con número de cuenta: 409020878 para obtener el Título de: Ingeniera en Alimentos

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

**ATENTAMENTE**

**"POR MI RAZA HABLARA EL ESPÍRITU"**

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 06 de mayo de 2014.

**PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO**

|                      | NOMBRE                                     | FIRMA |
|----------------------|--|-------|
| <b>PRESIDENTE</b>    | <u>IBQ. Norma Beatriz Casas Alencaster</u> |       |
| <b>VOCAL</b>         | <u>Dra. Carolina Moreno Ramos</u>          |       |
| <b>SECRETARIO</b>    | <u>IA. Miriam Edith Fuentes Romero</u>     |       |
| <b>1er. SUPLENTE</b> | <u>Dra. María Guadalupe Sosa Herrera</u>   |       |
| <b>2do. SUPLENTE</b> | <u>IA. Verónica Romero Arreola</u>         |       |

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

## **AGRADECIMIENTOS**

### **A Dios**

Gracias por todas las bendiciones que me has dado en mi vida, por cuidarme y acompañarme en mi camino.

### **A mi madre**

Por ser la mejor mamá del mundo, por ser mamá y papá al mismo tiempo, por darme consejos, cariño y fortaleza en todo momento. Me has apoyado incondicionalmente y me diste tu confianza. Gracias por escucharme, ayudarme y estar siempre para mí, acompañándome en cada paso de mi vida, cada logro de mi vida es tuyo también.

### **A mi hermana**

Por ser la mejor hermana mayor y mi mejor amiga, gracias por escucharme, darme consejos, cuidarme y por tantos momentos de alegría.

### **A mis amigos**

A todos los amigos que han pasado por mi vida, gracias por darme ánimos y alegrías. En ésta etapa en especial, gracias a mis amigas “el futbolito” (Itzelita, Alice, Cess, Yoce, Sara, Jackie) por tantos momentos locos, lindos y divertidos, con ustedes el tiempo se pasaba volando.

Amiga Pausht! Gracias por estar conmigo en cada paso de mi titulación, siempre me escuchaste, me diste tantos ánimos y sobre todo tantas alegrías.

Jonathan, gracias por darme tu ayuda, apoyo y ánimos, por estar conmigo en éste proyecto, por darme tu cariño, tu paciencia y todos los momentos felices.

**A la profesora Norma**

Gracias por su apoyo en éste proyecto, sin su guía no lo hubiera podido lograr, por su paciencia, su tiempo y ganas de ayudar a los alumnos. Es una gran maestra y aún mejor persona.

**Al profesor Fernando Beristain**

Gracias por su orientación en éste trabajo, por su apoyo e interés.

**A las profesoras del Lapryfal**

Gracias por cada momento en el laboratorio en el que necesitaba su ayuda y me apoyaron, me dieron un consejo y su conocimiento. A la profesora Verónica por ser una buena amiga y una gran maestra.

# ÍNDICE

|   | Página |
|---|--------|
| <b>ÍNDICE</b> .....   | i      |
| Índice Figuras.....   | iv     |
| Índice Cuadros.....   | vi     |
| <b>RESUMEN</b> .....  | viii   |
| <b>INTRODUCCIÓN</b> .....   | x      |
| <br>  |        |
| <b>CAPÍTULO I</b>   |        |
| <b>ANTECEDENTES</b>   |        |
| 1.1 Origen de la planta y características del fruto del cacao.....        | 1      |
| 1.2 Procesamiento del cacao.....  | 2      |
| 1.2.1 Productos de la molienda del cacao.....                             | 3      |
| 1.2.2 Cacao en polvo.....   | 4      |
| 1.3 Polvos.....   | 5      |
| 1.3.1 Clasificación de polvos.....  | 5      |
| 1.3.2 Fluidez de polvos.....  | 6      |
| 1.3.3 Importancia de la fluidez de polvos en la industria.....            | 6      |
| 1.3.4 Propiedades fisicoquímicas de polvos.....                           | 8      |
| 1.3.5 Fuerzas de adhesión y cohesión de polvos.....                       | 11     |
| 1.3.6 Flujo de polvos a nivel industrial.....                             | 18     |
| 1.3.7 Métodos de caracterización de fluidez de polvos.....                | 19     |
| 1.3.8 Mejora de fluidez.....  | 29     |
| 1.4 Mezclas de polvos.....  | 32     |
| 1.5 Segregación.....  | 33     |
| 1.6 Compactación de polvos.....   | 33     |
| 1.6.1 Métodos generales de compactación.....                              | 34     |
| 1.6.2 Dinámica de compactación.....                                       | 36     |
| 1.6.3 Coadyuvantes para compactación.....                                 | 38     |
| 1.6.4 Aditivos empleados en el desempeño de compactados en alimentos..... | 43     |
| 1.6.5 Atrición.....   | 45     |
| 1.6.6 Medición de las propiedades mecánicas de compactados de polvos..... | 45     |
| 1.7 Diseño Taguchi.....   | 48     |
| <br>  |        |
| <b>CAPÍTULO II</b>  |        |
| <b>METODOLOGÍA DE LA EXPERIMENTACIÓN</b>                                  |        |
| 2.1 Objetivos.....  | 49     |
| 2.2 Diseño experimental para el objetivo 3.....                           | 50     |
| 2.3 Materiales de la formulación base.....                                | 50     |
| 2.4 Actividades preliminares.....   | 51     |
| 2.5 Preparación de las mezclas de polvos.....                             | 52     |
| 2.6 Métodos de evaluación.....  | 52     |
| 2.6.1 Evaluación de los polvos.....                                       | 52     |

|  |    |
|--|----|
| 2.6.2 Evaluación de los compactados..... | 58 |
|--|----|

### **CAPÍTULO III**

#### **RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS**

|   |    |
|---|----|
| 3.1 Determinación de sabor de la bebida de chocolate caliente.....  | 63 |
| 3.2 Evaluación de las propiedades físicas y de fluidez de los ingredientes principales.....   | 63 |
| 3.2.1 Humedad de los ingredientes principales.....  | 63 |
| 3.2.2 Densidad aparente y compactada de los ingredientes principales.....   | 65 |
| 3.2.3 Ángulo de reposo de los ingredientes principales.....   | 66 |
| 3.2.4 Relación entre ángulo de reposo e índice de Hausner de los ingredientes principales.....  | 68 |
| 3.2.5 Distribución diferencial de tamaño de partícula de los ingredientes principales.....  | 69 |
| 3.2.6 Dinámica de compactación de los ingredientes principales.....   | 72 |
| 3.2.7 Relación entre ángulo de reposo y distancia de compactación de los ingredientes principales.....  | 74 |
| 3.2.8 Relación entre ángulo de reposo y trabajo elástico de los ingredientes principales.....   | 75 |
| 3.3 Evaluación del efecto de los coadyuvantes de fluidez y compactación.....  | 75 |
| 3.3.1 Función de flujo de la formulación base con coadyuvantes por separado.....  | 75 |
| 3.3.2 Dinámica de compactación de la formulación base con coadyuvantes por separado.....  | 78 |
| 3.4. Evaluación del efecto del dióxido de silicio, maltodextrina y celulosa microcristalina en las mezclas de polvos y sobre el desempeño de sus compactados..... | 81 |
| 3.4.1 Humedad de las formulaciones del diseño Taguchi.....  | 81 |
| 3.4.2 Densidad aparente y compactada de las formulaciones del diseño Taguchi.....   | 82 |
| 3.4.3 Ángulo de reposo de las formulaciones del diseño Taguchi.....   | 84 |
| 3.4.4 Relación entre ángulo de reposo y humedad de las formulaciones del diseño Taguchi.....  | 85 |
| 3.4.5 Función de flujo de las formulaciones del diseño Taguchi.....   | 86 |
| 3.4.6 Relación entre ángulo de reposo y función de flujo de las formulaciones del diseño Taguchi.....   | 88 |
| 3.4.7 Dinámica de compactación de las formulaciones del diseño Taguchi.....   | 89 |
| 3.4.8 Relación entre función de flujo y distancia compactada de las formulaciones del diseño Taguchi.....   | 93 |
| 3.5 Análisis estadístico ANOVA unidireccional.....  | 94 |
| 3.5.1 Propiedades fisicoquímicas y de fluidez.....  | 94 |
| 3.5.2 Dinámica de compactación.....   | 95 |
| 3.6 Resultados de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez...   | 97 |
| 3.6.1 Altura de los compactados.....  | 97 |
| 3.6.2 Dureza.....   | 98 |

|                                  |            |
|----------------------------------|------------|
| 3.6.3 Tiempo de disolución.....  | 100        |
| 3.6.4 Rendimiento de espuma..... | 101        |
| <b>CONCLUSIONES.....</b>         | <b>103</b> |
| <b>REFERENCIAS CITADAS.....</b>  | <b>105</b> |
| <b>ANEXOS</b>                    |            |

## ÍNDICE DE FIGURAS

| Figura   | Página |
|--|--------|
| 1 Fruto del cacao.....   | 2      |
| 2 Diagrama de la elaboración del chocolate y sus subproductos.....   | 3      |
| 3 Métodos para medir el ángulo de reposo.....  | 21     |
| 4 Reómetro para polvos Brookfield PFT.....   | 23     |
| 5 Flujos típicos en un tambor rotatorio: (a) flujo regular de un material no cohesivo (b) flujo irregular de un material cohesivo.....   | 24     |
| 6 Gráficas de atracción de tambor rotatorio: (a) polvo no cohesivo (b) polvo cohesivo.....   | 25     |
| 7 Celda de Jenike para la medición del esfuerzo de cizalla.....  | 26     |
| 8 Función de flujo de polvos ( $\sigma_c$ esfuerzo de compactación, $\sigma_1$ esfuerzo límite de cedencia).....   | 26     |
| 9 Mezcla perfecta.....   | 32     |
| 10 Mezcla aleatoria.....   | 32     |
| 11 Comportamiento de polvos sujetos a una fuerza de compactación: (a) fractura frágil y (b) deformación plástica.....  | 37     |
| 12 Curva de fuerza-desplazamiento durante la compresión de polvos.....   | 46     |
| 13 Prueba de dureza por penetración.....   | 48     |
| 14 Diagrama de ángulo de reposo estático derramado. (a) Llenado del cilindro con polvo. (b) Levantamiento del cilindro. (c) Medición del ángulo.....   | 54     |
| 15 Compactación del polvo con matriz y punzón adaptados para el texturómetro.....  | 55     |
| 16 Determinación del esfuerzo de cedencia del compactado en el texturómetro. (a) Antes de la ruptura. (b) Después de la ruptura.....   | 55     |
| 17 Curva fuerza-distancia durante la ruptura del polvo compactado.....   | 56     |
| 18 Curva de función de flujo.....  | 57     |
| 19 Curva fuerza-distancia durante la compactación de polvos.....   | 58     |
| 20 Equipo de compactación.....   | 59     |
| 21 Curvas fuerza-distancia con geometría de cono (a) y placa (b).....  | 61     |
| 22 Formas típicas de pilas formadas por materiales granulares. (a) Pila irregular obtenida de un material cohesivo (leche descremada en polvo). (b) Pila clásica cónica obtenida de un material no cohesivo (azúcar granular)..... | 67     |
| 23 Relación entre ángulo de reposo e Índice de Hausner de los ingredientes principales.....  | 68     |
| 24 Curvas de distribución diferencial de tamaño de partícula de los ingredientes principales.....  | 69     |
| 25 Curvas de compactación de los ingredientes principales.....   | 72     |
| 26 Relación entre ángulo de reposo y distancia de compactación de los ingredientes principales.....  | 74     |
| 27 Relación entre ángulo de reposo y trabajo elástico de los ingredientes principales.....   | 75     |
| 28 Curvas de compactación de la formulación base.....  | 76     |

|    |  |    |
|----|--|----|
| 29 | Fuerza de cedencia de polvos compactados de la formulación base....  | 76 |
| 30 | Curvas de función de flujo de la formulación base con y sin<br>coadyuvantes.....   | 77 |
| 31 | Curva de función de flujo de la formulación base con jarabe de<br>sorbitol.....  | 77 |
| 32 | Curvas de compactación de la formulación base con los coadyuvantes<br>por separado.....  | 79 |
| 33 | Relación entre ángulo de reposo y humedad de las formulaciones.....  | 85 |
| 34 | Curvas de función de flujo de las formulaciones.....   | 86 |
| 35 | Relación entre ángulo de reposo y función de flujo de las<br>formulaciones.....  | 88 |
| 36 | Curvas de compactación de las formulaciones.....   | 89 |
| 37 | Relación entre función de flujo y distancia compactada de las<br>formulaciones.....  | 93 |
| 38 | Curvas de penetración con cono de los compactados de las 3<br>formulaciones que presentaron buena fluidez y compactabilidad..... | 98 |
| 39 | Curvas de compresión con placa de los compactados de las 3<br>formulaciones que presentaron buena fluidez y compactabilidad..... | 99 |

## ÍNDICE DE CUADROS

| Cuadro   | Página |
|--|--------|
| 1 Países en los que se cultiva el cacao.....   | 1      |
| 2 Técnicas de medición de tamaño de partícula e intervalo de tamaño....  | 9      |
| 3 Factores que afectan la adhesividad y su contribución.....   | 18     |
| 4 Tipos de flujo de polvos y expresión de fluidez.....   | 19     |
| 5 Clasificación de fluidez de polvos de acuerdo al índice de Carr.....   | 28     |
| 6 Clasificación de fluidez de polvos de acuerdo al índice de Hausner.....  | 28     |
| 7 Deslizantes usados comúnmente en polvos.....   | 31     |
| 8 Agentes de granulación usados comúnmente en polvos.....  | 35     |
| 9 Métodos de granulación y las interacciones partícula-partícula.....  | 36     |
| 10 Diluyentes comúnmente usados en comprimidos.....  | 39     |
| 11 Lubricantes y sus usos.....   | 40     |
| 12 Desintegrantes usados comúnmente en comprimidos farmacéuticos...  | 42     |
| 13 Aditivos empleados en el manejo de polvos y compactación.....   | 44     |
| 14 Diseño Taguchi L9 (3**3).....   | 50     |
| 15 Ingredientes y coadyuvantes empleados en los compactados de polvos para una bebida instantánea de chocolate caliente..... | 51     |
| 16 Especificaciones de las partes del equipo de compactación.....  | 60     |
| 17 Formulación base de compactados de polvos para una bebida instantánea de chocolate caliente .....                         | 63     |
| 18 Humedad de los ingredientes principales.....  | 64     |
| 19 Densidad aparente, compactada, índice de Hausner y tipo de flujo de los ingredientes principales.....                     | 65     |
| 20 Ángulo de reposo y tipo de flujo de los ingredientes principales.....   | 66     |
| 21 Distribución diferencial de tamaño de partícula de los ingredientes principales.....                                      | 71     |
| 22 Parámetros de la dinámica de compactación de los ingredientes principales.....  | 73     |
| 23 Parámetros de función de flujo de la formulación base con los coadyuvantes por separado .....                             | 78     |
| 24 Parámetros de dinámica de compactación de la formulación base con los coadyuvantes por separado.....                      | 80     |
| 25 Humedad de las formulaciones.....   | 81     |
| 26 Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de humedad (%)......  | 82     |
| 27 Densidad aparente, compactada, índice de Hausner y tipo de flujo de las formulaciones.....                                | 82     |
| 28 Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de índice de Hausner.....   | 83     |
| 29 Ángulo de reposo y tipo de flujo de las formulaciones.....  | 84     |
| 30 Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de ángulo de reposo (°).....  | 85     |
| 31 Parámetros de función de flujo de las formulaciones.....  | 87     |

|   |     |
|---|-----|
| 32 Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de función de flujo.....                                       | 88  |
| 33 Parámetros de dinámica de compactación de las formulaciones.....   | 90  |
| 34 Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de distancia de compresión (mm).....                           | 91  |
| 35 Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de trabajo recuperado (%).....                                 | 92  |
| 36 Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de elasticidad (%).....  | 92  |
| 37 Resultados del análisis Taguchi para valores promedio del módulo elástico en la etapa de descompresión (N/mm).....   | 93  |
| 38 Resultados del análisis estadístico ANOVA para valores promedio de propiedades fisicoquímicas y de fluidez .....     | 94  |
| 39 Resultados del análisis estadístico ANOVA para valores promedio de dinámica de compactación.....                     | 96  |
| 40 Parámetros de altura de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez.....                                  | 97  |
| 41 Parámetros de penetración de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez empleando geometría de cono..... | 99  |
| 42 Parámetros de dureza de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez empleando geometría de placa.....     | 100 |
| 43 Parámetros de tiempo de disolución de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez.....                    | 101 |
| 44 Parámetros del rendimiento de espuma de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez.....                  | 101 |

## RESUMEN

El objetivo de éste trabajo fue estudiar las propiedades fisicoquímicas de fluidez y compactabilidad de mezclas de polvos para realizar compactados de cacao con buenas características de dureza y solubilidad para así obtener una bebida de chocolate instantánea y espumosa mediante el empleo de coadyuvantes de fluidez y compactación. Para ello, el proyecto se dividió en tres etapas, la primera etapa consistió en estudiar las propiedades físicas de densidad, tamaño de partícula y humedad; de fluidez mediante ángulo de reposo y de compactabilidad mediante pruebas de compactación de los ingredientes principales (leche descremada, suero de leche, azúcar, cocoa, café y maltodextrina). Se obtuvo que el ingrediente con mejores propiedades de fluidez fue el azúcar teniendo flujo excelente de acuerdo con el índice de Hausner de 1.07; con respecto al ángulo de reposo, flujo bueno de 35° pero su compactabilidad fue baja de 2.43 mm, mientras que la cocoa fue el ingrediente con las mejores características de compactabilidad pues presentó valor alto de distancia de compactación de 12.67 mm pero poca fluidez teniendo índice de Hausner alto (1.39 flujo pobre), valor alto de ángulo de reposo de 66° con flujo extremadamente pobre. El suero de leche, leche descremada, café y maltodextrina presentaron índices de Hausner altos (entre 1.39 y 1.20) con flujos pobres y aceptables, ángulos de reposo altos (entre 57° y 64°) con flujos muy pobres y poca compactación ya que tuvieron distancias compactadas bajas (entre 5.93 y 3.53 mm). En la segunda etapa se evaluó el efecto de la adición de coadyuvantes de fluidez (1% dióxido de silicio y 5% maltodextrina) y de compactación (1% celulosa microcristalina, 5% dextrosa anhidra y 6% jarabe de sorbitol) en la mezcla de los ingredientes principales. Se evaluó su efecto mediante métodos de función de flujo y prueba de compactación, para conocer que coadyuvantes que presentaban mejores características de fluidez y compactación. En dicha etapa se observó que la maltodextrina presentó mejor fluidez teniendo una función de flujo de 227.3 y presentó buenas características de compactación con distancia de compactación de 3.88 mm, lo cual es adecuado para el manejo de los polvos y el proceso de compactación de éstos.

El jarabe de sorbitol fue el coadyuvante con las mejores características de compactación, superando ampliamente a la celulosa microcristalina y a la dextrosa anhidra ya que mostró el valor más alto en la distancia de compactación de 5.71 mm, así como el valor más bajo en la función de flujo de 6.8. Para la tercera etapa se estudió el efecto de la concentración del dióxido de silicio, maltodextrina y celulosa microcristalina sobre las propiedades físicas, fluidez y compactabilidad de las mezclas de polvos utilizando un diseño Taguchi L9 3\*3, para determinar que ingrediente tenía mayor influencia en cada una de las propiedades evaluadas. Se realizó un análisis de varianza de una sola vía, teniendo como variable a cada formulación del diseño Taguchi, con el fin de determinar que formulación era estadísticamente diferente en cada propiedad evaluada. De esta manera se logró obtener las formulaciones con mejores características de fluidez y compactabilidad, las cuales fueron las que contenían 1% de dióxido de silicio, 1% de celulosa microcristalina, 10% de maltodextrina; la que contenía 1% de dióxido de silicio, 0% de celulosa microcristalina, 5% de maltodextrina mientras que la formulación que presentó las mejores propiedades de fluidez y compactabilidad fue la que contenía 0% de dióxido de silicio, 2% de celulosa microcristalina, 10% de maltodextrina. Con dichas formulaciones se llevó a cabo la última etapa en la cual se estudiaron dureza, disolución en agua y formación de espuma de los compactados preparados a base de estas mezclas, a los cuales se les adicionó 6% de jarabe de sorbitol y se compactaron en un equipo de compactación operado con aire a presión y diseñado en el Laboratorio de Propiedades Reológicas y Funcionales en Alimentos (LAPRYFAL) de la FES Cuautitlán, los cuales se sometieron posteriormente a un proceso de secado. En esta etapa se observó que la formulación que presentó mejores características de dureza, rendimiento de espuma y buena disolución fue la que contenía 0% de dióxido de silicio, 2% de celulosa microcristalina, 10% de maltodextrina, mientras que la formulación base (sin coadyuvantes) presentó mayor dureza, y en consecuencia un mayor tiempo de disolución y menor formación de espuma.

## INTRODUCCIÓN

El árbol del cacao fue cultivado por los aztecas de México, mucho antes de la llegada de los europeos. Las habas de cacao eran apreciadas, tanto por su utilización como moneda, como para la producción de un brebaje llamado “chocolatl”. El chocolate se preparaba tostando las habas de cacao en vasijas de barro antes de molerlas con piedras. Se añadía a la mezcla agua fría, frecuentemente con otros ingredientes como especias o miel y se agitaba hasta obtener una consistencia espumosa. Las primeras semillas de cacao, fueron llevadas a Europa por Colón, como una curiosidad, pero se explotaron después comercialmente por Cortés, para la preparación de una bebida. Los españoles preferían la bebida edulcorada y de esta forma se expandió su popularidad a Europa Central y del Norte (Beckett, 1994).

En la actualidad las bebidas de chocolate caliente se preparan mediante la disolución de una tableta de chocolate con azúcar, o a partir de mezclas de polvos con cacao, canela, vainilla en polvo, sal, entre otros aditivos y agitándola durante varios minutos para la formación de espuma. Hoy en día esto representa un problema debido al poco tiempo disponible para la preparación de la bebida de chocolate en forma tradicional. Las bebidas instantáneas surgieron como una alternativa a las necesidades de una población que requiere del uso y consumo de alimentos de rápida preparación (García y Pacheco-Delahaye, 2010). Una alternativa a la tableta de chocolate son las mezclas de polvos compactados, ya que se ha observado que algunos productos alimenticios en forma compactada, como sazonadores, tienen gran aceptación por el consumidor pues acortan el tiempo de preparación de alimentos y su presentación en forma individual es práctica, además de que se evita la segregación de polvos y aportan un sabor parecido al de los alimentos recién preparados.

Los compactados se elaboran a base de polvos, aditivos y coadyuvantes, las mezclas de estos polvos presentan varias ventajas, como menor costo durante la manipulación, larga vida útil y también son de fácil preparación (García y Pacheco-Delahaye, 2010).

Aunque los materiales en polvo parecen simples, presentan un comportamiento complejo que ha sido ampliamente explorado. La investigación en esta área en los últimos 40 años ha tenido importantes implicaciones para la fabricación y nuevos procesos (Molenda, y col., 2006). La medición de las propiedades físicas de los materiales en polvo es un paso esencial durante el desarrollo o la optimización de un proceso industrial (Lumay, y col, 2012), ya que estas propiedades afectan intrínsecamente el comportamiento del polvo durante su almacenamiento y proceso, como el flujo desde las tolvas a silos, transportación, mezclado, compresión y envasado (Fitzpatrick, y col., 2003).

Debido a la complejidad de los materiales en polvo, un solo método de prueba simple no puede caracterizar completamente las propiedades físicas de un polvo. Por lo que un método de medición tiene que ser fácil de usar, reproducible y sensible. Además, los resultados obtenidos de las mediciones tienen que ser significativas, de fácil interpretación y de uso fácil para mejorar los procesos industriales (Lumay, y col., 2012), proporcionar procesos seguros y equipo eficiente (Molenda, y col., 2006).

El flujo es una propiedad importante en la producción de compactados, porque un nivel adecuado de flujo del polvo es necesario para asegurar un relleno constante de la matriz de la máquina de comprimidos. La ausencia de un flujo aceptable conduciría a una variación de peso y problemas de uniformidad de contenido (Nagel y Peck, 2003). Para el formulador, la fluidez está vinculada al producto, mientras que para el ingeniero, la fluidez se relaciona con el proceso (Presscott y Barnum, 2000). Para mejorar las propiedades de fluidez de mezclas de polvos durante el proceso, evitar el apelmazamiento y compactación durante el manejo o transporte, se recurre a la aireación o granulación de las mezclas de polvos o al empleo de aditivos o excipientes, estos excipientes comprimibles directamente consisten en las formas físicas especiales de sustancias como lactosa, sacarosa, dextrosa, o celulosa, las cuales poseen las propiedades deseables de fluidez y compresibilidad (Pharmacopeia, 2008-2010).

La habilidad de un polvo o mezcla de polvos para fluir o compactarse, depende del movimiento y la separación de las partículas individuales dentro de una pila de polvo y está influenciada por (i) repulsiones estéricas, (ii) fuerza de fricción y (iii) fuerzas de cohesión. Las interacciones con el aire circundante también influyen en el comportamiento de las partículas individuales dentro de su empaquetamiento (Lumay, y col., 2012).

Las repulsiones estéricas están relacionadas con la geometría de las partículas individuales. Las fuerzas de fricción están influenciadas por las propiedades de superficie y por la naturaleza química de las partículas individuales. Finalmente, las fuerzas de cohesión están inducidas por la presencia de puentes líquidos, cargas eléctricas, interacciones de Van der Waals e interacciones dipolo-dipolo (Lumay, y col., 2012).

Cuando el destino final de una mezcla de polvos es la compactación, se requiere disminuir la fluidez, para lo cual se utilizan coadyuvantes para favorecer dicha función. Formular una mezcla en polvo para elaborar comprimidos es un gran reto, pues previo a la compactación se requiere una buena fluidez, la cual sería poco deseable durante la compactación. Para garantizar un producto de buena calidad, en este caso un compactado rígido, que mantenga su integridad durante su manejo o transporte, tenga una fácil y rápida disolución al momento de agregarse a un líquido, es necesario conocer la respuesta de las mezclas de polvo al flujo bajo diferentes condiciones durante el mezclado y dosificación, así como en el proceso de compactación, las propiedades mecánicas de los compactados y su desempeño durante la disolución.

Por lo mencionado anteriormente el objetivo de este trabajo será evaluar el efecto de diversos coadyuvantes sobre las propiedades de fluidez y compactación de mezclas de polvos para preparar una bebida de chocolate caliente instantánea a partir de compactados.

# CAPÍTULO I

## ANTECEDENTES

### 1.1. Origen de la planta y características del fruto del cacao

El haba de cacao, ingrediente esencial del chocolate, es la semilla del pequeño árbol conocido en botánica por *Theobroma cacao*. Sin embargo, generalmente se llama en inglés “cocoa”. El árbol es originario de América del Sur, donde todavía forma parte de la flora natural (Beckett, 1994). Actualmente se cultiva principalmente en los países que se mencionan en el Cuadro 1 (Hart y Fisher, 1991).

Cuadro 1. Países en los que se cultiva el cacao (FAO, 2011).

| País                 | Producción anual (Ton) |
|----------------------|------------------------|
| Costa de Marfil      | 1,350,320              |
| Indonesia            | 712,200                |
| Ghana                | 700,000                |
| Nigeria              | 400,000                |
| Camerún              | 272,000                |
| Brasil               | 248,524                |
| Ecuador              | 224,163                |
| Togo                 | 100,000                |
| Perú                 | 56,500                 |
| República Dominicana | 54,279                 |
| Colombia             | 44,241                 |
| Papua Nueva Guinea   | 39,400                 |
| México               | 21,388                 |
| Venezuela            | 18,000                 |
| Malasia              | 15,975                 |

El ovario fertilizado de las flores de cacao crece durante un periodo de casi seis meses. Dentro del fruto, se encuentran unas 30-40 semillas incluidas entre una pulpa mucilaginoso (Figura 1). Cada semilla, haba o nib, se compone de dos cotiledones y un pequeño germen de planta embrionaria, todo ello encerrado por la cubierta o testa.



*Figura 1. Fruto del cacao (Vilma, 2004).*

Gran parte del alimento almacenado en los cotiledones, está compuesto por la grasa llamada “manteca de cacao”, la cual llega a constituir la mitad del peso de la semilla seca, y el resto lo constituyen almidón y proteínas. La manteca de cacao es una grasa poco común por ser muy dura a temperaturas inferiores a 32 °C, y que se ablanda en un margen de temperaturas relativamente pequeño y es muy líquida a la temperatura de nuestra sangre. Son estas propiedades las que confieren al chocolate la calidad de ser muy duro y frágil a temperaturas frías pero fundirse completamente en la boca (Beckett, 1994).

## **1.2. Procesamiento del cacao**

La transformación industrial de las almendras de cacao consta de una variedad de operaciones, que persiguen la obtención de diferentes tipos de productos como se muestra en la Figura 2.

En este sentido, existen dos clases de procesado del grano de cacao: aquellos que producen productos para la confitería, la fabricación de chocolates y otros subproductos derivados del cacao, y los que se destinan a constituir materia prima para la industria alimentaria y farmacéutica (Liendo, 2005).

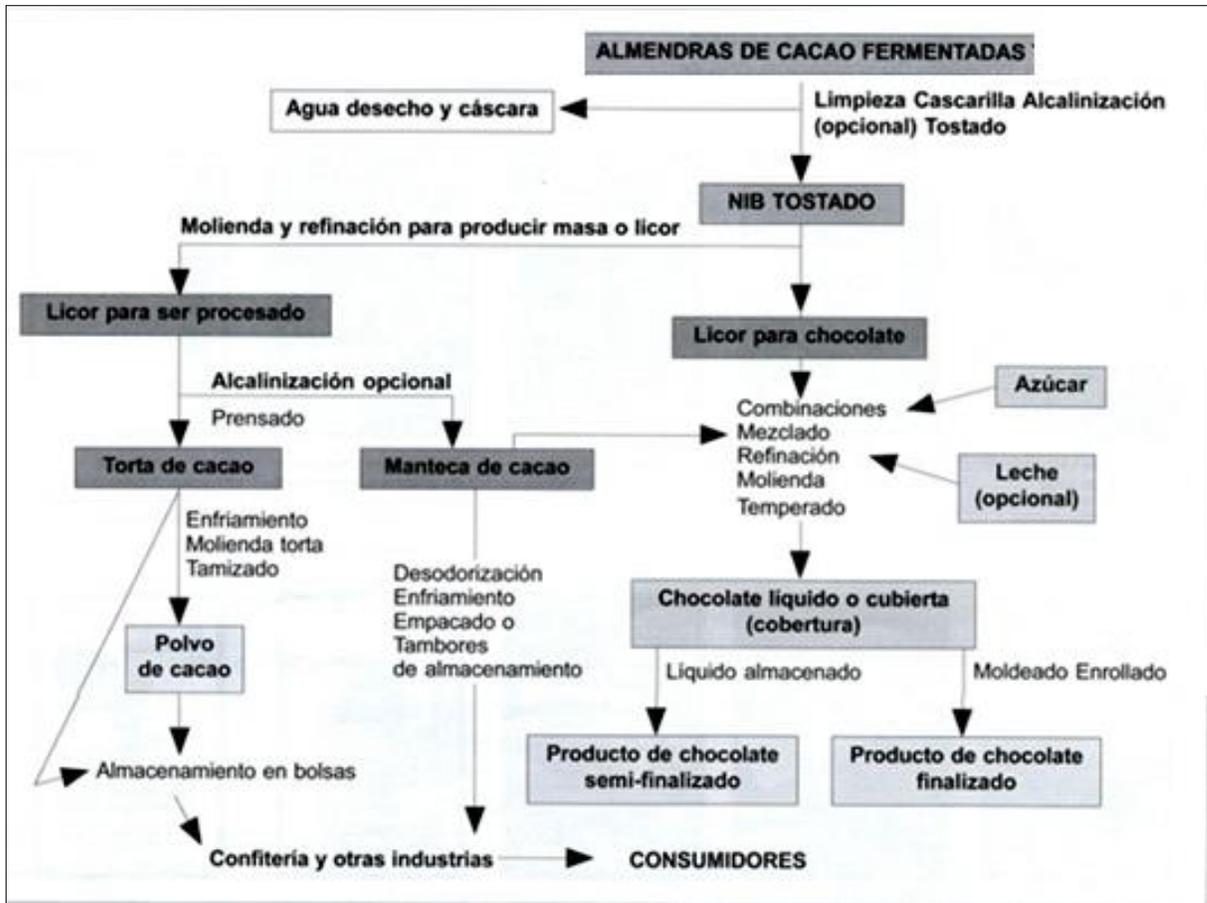


Figura 2. Diagrama de la elaboración del chocolate y sus subproductos (Liendo, 2005).

### 1.2.1. Productos de la molienda del cacao

Durante la molienda del cacao se pueden obtener diversos productos como los que se mencionan a continuación:

- El licor de cacao o pasta de cacao es el producto que se obtiene de la molienda del cacao fermentado o no, tostado, descascarillado y sin eliminar o agregar ninguno de sus constituyentes, y que puede tratarse químicamente.
- La manteca de cacao es la grasa producida a partir de: cacao en grano, cacao sin cáscara ni germen o pasta de cacao, obtenida por un procedimiento mecánico de presión con o sin la ayuda de disolventes grado alimenticio.

- La torta de cacao es el producto que se obtiene por presión de la pasta de cacao, después de la extracción parcial de la manteca de cacao.
- La cocoa (cacao en polvo) es el producto que se obtiene por la molienda y pulverización de la torta de cacao parcialmente desgrasado, de color propio de las variedades de cacao y de la técnica de proceso empleada, la cual puede haber sido o no tratada químicamente (NOM-186-SSA1-SCFI-2002).

### **1.2.2. Cacao en polvo**

El cacao en polvo se puede obtener a partir de la pasta de cacao preparada con habas de cacao que solamente han sido tostadas. Sin embargo, para dotar de color atractivo y de buenas características de suspensión en la leche, el cacao en polvo se suele obtener de pasta de cacao solubilizada (alcalinizada).

Para poder conseguir un producto en polvo de la pasta de cacao rica en grasa, ésta ha de desgrasarse parcialmente, que es lo que ocurre cuando se extrae la manteca de cacao. Las prensas que se utilizan con este objeto están constituidas por cámaras que se llenan bombeando la pasta de cacao finamente molida y calentada a 90-100 °C, con una bomba diseñada específicamente para ello y al presionar en los émbolos de acero, sale exprimida la manteca de cacao. Queda así un material sólido llamado torta de cacao prensada.

Después del prensado se expulsa automáticamente la torta prensada, que normalmente contiene un 10-20% de grasa residual, y cae a la cinta transportadora que está debajo de la prensa. La torta prensada pasa en forma de fragmentos groseros, bien a un silo atravesado por aire frío o a depósitos portátiles que se almacenan en salas refrigeradas (Beckett, 1994).

Los fragmentos de la torta prensada, una vez enfriados son posteriormente reducidos en un triturador con dos rodillos dentados que se mueven en direcciones opuestas. Antes de moler, la torta prensada pre-refinada puede ser tratada con lecitina y disoluciones saborizantes.

Con su amplia gama de coloraciones, el cacao en polvo es un ingrediente muy codiciado, que se puede utilizar de formas muy variadas en la industria alimentaria, por ejemplo, para la producción de materiales de recubrimiento, de relleno, preparaciones prefabricadas de pastelería, polvos para bebidas, entre otros (Beckett, 1994).

Para que el chocolate en polvo ostente dicha denominación genérica, de acuerdo a la norma NOM-186-SSA1-SCFI-2002, éste debe contener en cuanto a composición en porcentaje (m/m) en base seca, un mínimo de 1.8% (m/m) de cocoa desgrasada totalmente y 18% (m/m) de sólidos totales de cacao.

### **1.3. Polvos**

Los polvos consisten de partículas sólidas rodeadas por espacios llenos de un fluido (típicamente aire) y poseen algunas propiedades de sólidos, líquidos y gases. Los polvos no son sólidos, aunque pueden resistir cierta deformación, y no son líquidos, aunque se pueden hacer fluir. Aún más, no son gases, aunque pueden ser comprimidos (Gibson, 2001).

#### **1.3.1. Clasificación de polvos**

Un conocimiento de la forma de partícula y distribución de tamaño es esencial para el entendimiento del comportamiento de los polvos, así como contribuye en el conocimiento de propiedades secundarias del polvo, como flujo y deformación (Gibson, 2001). La United States Pharmacopeia (USP) categoriza cualquier tipo de polvo según su tamaño en:

- Muy grueso: Cuando se obtienen partículas mayores a 1000  $\mu\text{m}$ .
- Grueso: Cuando se obtienen partículas entre 355 -100  $\mu\text{m}$ .
- Moderadamente fino: Cuando se obtienen partículas entre 180 – 355  $\mu\text{m}$ .
- Fino: Cuando se obtienen partículas entre 125 – 180  $\mu\text{m}$ .
- Muy fino: Cuando se obtienen partículas entre 90 – 125  $\mu\text{m}$  (Rojas, 2004).

### **1.3.2. Fluidéz de polvos**

La fluidéz de un polvo es definida intuitivamente como la facilidad de flujo y se relaciona con el cambio de posición mutua de las partículas individuales que forman el lecho de polvo (Linoya y Gotoh, 1991). El flujo de alimentos en polvo es definido como el movimiento relativo de un grupo de partículas entre partículas vecinas o a lo largo de la superficie de la pared de un recipiente contenedor (Alvarado y Aguilera, 2001).

Las fuerzas involucradas en el movimiento de un polvo son la gravedad, la fricción, la cohesión (atracción partícula-partícula) y la adhesión (atracción partícula-pared). Las propiedades de la superficie de las partículas, la distribución en cuanto a forma y tamaño de las mismas, el contenido de humedad y la geometría del sistema, son factores que afectan al flujo de un polvo dado (Alvarado y Aguilera, 2001).

### **1.3.3. Importancia de la fluidéz de polvos en la industria**

La fluidéz es el resultado de la combinación de las propiedades físicas del material que afectan su flujo y el equipo usado para el manejo, almacenamiento o el procesamiento del material, por lo que una medida de fluidéz es específica para cada método, condiciones de prueba, estado del material y sólo tendrá valor si se especifican las condiciones de prueba.

Por lo tanto, a mayor exactitud en la definición de la fluidéz de un polvo mayor será la habilidad del polvo para fluir de una manera deseada en un lugar específico o equipo (Presscott y Barnum, 2000).

La fluidéz es un factor determinante para varios procesos, éstos incluyen:

- Transferencia del polvo a través de equipos grandes con un suministro de flujo consistente a través de mezcladores, tolvas o colectores de polvo.
- Almacenamiento del polvo que puede resultar en una tendencia de apelmazamiento dentro de un recipiente.

- Separación de una pequeña cantidad de polvo (dosificación) donde la alimentación consistente a través de un equipo gobierna la uniformidad del peso de la dosis.
- Mezclado, donde la calidad de la mezcla resultante depende del tipo de mezclador usado y del comportamiento del flujo del polvo durante el ciclo de mezclado.
- Proceso de compactación en la compresión del comprimido y fluidización para el proceso del lecho fluidizado en la granulación o secado (Presscott y Barnum, 2000).

La fluidez del polvo también se ha explicado en términos de la interadherencia o pegajosidad de partículas; ésta última, tiende a ocurrir en alimentos con alta concentración de azúcares afectados por la transición vítrea de los azúcares amorfos. Durante la reconstitución con agua se hidratan las superficies de las partículas humectándolas y se reduce la cohesión entre ellas, de tal modo que permite una penetración más rápida de agua por capilaridad (Cerezal y col., 2008).

Las propiedades físicas como la densidad aparente y de asentamiento son de utilidad práctica al realizar el control de calidad de alimentos en polvo y permiten determinar si las materias primas pueden mezclarse para ser envasadas en un recipiente predeterminado (Cerezal, y col., 2008).

Existen muchos métodos y equipos de ensayo usados para medir el flujo en un polvo tales como: función de flujo, medida del ángulo de reposo, velocidad de flujo y pruebas de compresión y cizalla en celdas específicamente diseñadas para cuantificar propiedades vinculadas al flujo de alimentos en polvo (Alvarado y Aguilera, 2001). El ángulo de reposo, es una medida empírica de la fluidez relativa de sólidos particulados y se ha demostrado que es significativamente influenciada por factores como el contenido de humedad, tamaño de partículas, tiempo de almacenamiento, entre otros, y es importante para la calidad de productos que se preparan a partir de mezclas de polvos que posteriormente se reconstituyen (Cerezal y col., 2008).

Los polvos con ángulos de reposo altos tienen mayor probabilidad de hundirse con más dificultad cuando son vertidos en una superficie líquida, debido a su cohesión inherente. (Cerezal, y col., 2008).

#### **1.3.4. Propiedades fisicoquímicas de polvos**

Las propiedades fisicoquímicas de los polvos alimenticios son de especial importancia en la industria alimentaria. Algunas propiedades, tales como densidad aparente, compresibilidad y fluidez, son esenciales para el manejo, procesamiento y transporte de los mismos; otras, como humedad y el tamaño de las partículas, están relacionadas con la calidad del producto final e incluso con la aceptación por parte del consumidor (Alvarado y Aguilera, 2001).

##### Tamaño de la partícula, distribución y forma

La medida del tamaño así como de su distribución, es una de las propiedades para caracterizar polvos más ampliamente utilizados en la industria (Alvarado y Aguilera, 2001), así como en el campo de formación de comprimidos, ya que puede ser muy importante para una buena homogeneidad en el comprimido final (Gibson, 2001).

Su medida se utiliza para realizar el control de calidad del producto final, pues se puede relacionar con algunas otras propiedades físicas tales como la densidad aparente, compresibilidad y fluidez. Un problema importante relacionado con el tamaño de partícula es la segregación que ocurre en una mezcla de polvos debido a las diferencias en el tamaño de la partícula de los componentes de la mezcla. La distribución de la partícula es también uno de los factores que afectan la fluidez de los polvos.

Hay diversas maneras de representar la distribución de la partícula, tanto en forma de frecuencias, de porcentaje acumulado, como de frecuencia de porcentaje relativo (Alvarado y Aguilera, 2001). La caracterización de tamaño es simple para partículas esféricas, pero no para partículas irregulares, donde el tamaño asignado dependerá del método de caracterización usado.

En el Cuadro 2 se listan los métodos comúnmente usados para la medición de tamaño de partícula y el intervalo de tamaño correspondiente en el que se emplea.

*Cuadro 2. Técnicas de medición de tamaño de partícula e intervalo de tamaño (Gibson, 2001).*

| <b>Método</b>                              | <b>Intervalo de tamaño (µm)</b> |
|--|---------------------------------|
| Tamizado (mallas de tejido)                | 20-125,000                      |
| Tamizado (placa perforada)                 | 1,000-125,000                   |
| Microscopio (óptico)                       | 0.5-150                         |
| Microscopio (electrónico)                  | 0.001-5                         |
| Sedimentación (gravedad)                   | 1-50                            |
| Sedimentación (centrífugo)                 | 0.01-5                          |
| Zona de detección eléctrica (e.j. Coulter) | 1-200                           |
| Dispersión de luz laser (Fraunhofer)       | 1-1,000                         |
| Dispersión de luz laser (cuasi-elástico)   | 0.001-1                         |

Fassihi y Kanfer, (1987) estudiaron la distribución de tamaño de partícula mediante el método de tamizado y forma de las partículas mediante un microscopio electrónico con los cuales encontraron que el tamaño de partícula mostró un efecto significativo en la uniformidad del flujo del polvo y que generalmente el índice de compresibilidad aumentaba para fracciones de polvo más pequeñas que 315 µm y daba como resultado un efecto significativo en el aumento de la variación del peso de los comprimidos.

### Humedad

La presencia de agua en un polvo puede afectar significativamente su fluidez y sus propiedades de apelmazamiento. En general, cuanto mayor es el contenido de agua en el polvo, éste se vuelve más cohesivo y es más difícil que fluya (Teunou y col., 1998), por lo cual es importante determinar el contenido de humedad en polvos.

La humedad se puede determinar mediante un método gravimétrico, donde se deseca la muestra en estufa de aire a 105 °C hasta peso constante y se expresa la humedad como porcentaje (Cerezal y col., 2008).

Para muchos alimentos en polvo existe un valor de humedad relativa (humedad relativa crítica) a una temperatura dada por encima de la cual el polvo se apelmazará, y es muy perjudicial para la fluidez del polvo. Una prueba para determinar el apelmazamiento consiste en agitar la muestra en un plato que está en equilibrio con la humedad del medio ambiente y se observa el comportamiento de la muestra. Sí las partículas de la muestra se pegan, entonces la muestra es considerada apelmazada (Teunou y col., 1998).

#### Densidad aparente (bulk density)

La densidad aparente de los polvos se define como la masa de partículas que ocupan una unidad de volumen determinada. Debido a que los polvos son compresibles, la densidad aparente se refiere a especificaciones adicionales como: pérdida de densidad aparente, densidad aparente de compactación por golpeo, o densidad aparente compactada (Alvarado y Aguilera, 2001). La densidad aparente de un polvo no es un valor único o dual, más bien varía en función de la presión de consolidación aplicada.

Varios métodos pueden ser usados en la industria para medir la densidad aparente. Estos métodos incorporan contenedores de diversos tamaños, a los cuales se les mide el volumen después de haber sido llenados con una masa conocida de polvo y se mide de nuevo después de aplicarle vibración (Presscott y Barnum, 2000).

La densidad aparente se puede determinar utilizando una muestra de 5.0 g, la cual se coloca en una probeta graduada de 25 mL y se lee el volumen ocupado por la muestra. Se reporta en g/mL de acuerdo a la Ecuación 1 (Fuente y col., 2006).

$$\rho = \frac{m}{v} \quad \dots\dots\dots \text{Ecuación 1}$$

### Densidad compactada (tapped density)

Un aumento considerable en la densidad aparente del polvo puede ser causado por vibración o golpeo repetido (tapping). Este fenómeno de incremento de densidad ocurre durante el transporte, durante el manejo de los alimentos en polvo, por presión cuando éstos se almacenan en grandes recipientes, o por compresión mecánica. La investigación del comportamiento de polvos aglomerados bajo compresión ha sido de especial importancia para comprender la tendencia de atrición, evaluación de la fluidez y determinación de la resistencia a la aglomeración de los mismos (Alvarado y Aguilera, 2001).

El incremento de densidad o densidad compactada se puede determinar siguiendo la metodología para densidad y posteriormente se deja caer la probeta 200 veces desde una altura de 1 cm, leyéndose el volumen ocupado por el polvo. Se reporta en  $\text{g/cm}^3$  de acuerdo a la Ecuación 1 (Fuente y col., 2006).

#### **1.3.5. Fuerzas de adhesión y cohesión de polvos**

Las interacciones partícula-partícula causan que las partículas formen agregados, los cuales son deformados o desintegrados bajo aplicación de una fuerza externa. Linoya y Gotoh (1991) definieron cohesión como la interacción entre partículas homogéneas y adhesión como la interacción entre partículas heterogéneas o entre una partícula y otra sustancia, respectivamente. Otra definición de interacción depende de la dirección de la fuerza que actúa en el plano de interacción entre partículas o entre una partícula y otra sustancia; la fuerza de interacción normalmente ejercida en el plano de contacto es definida como una fuerza de adhesión.

La fuerza de fricción es una fuerza de resistencia contra una fuerza externa aplicada horizontalmente al plano de contacto para mover una partícula adherida al sustrato. Múltiples partículas se coadhieren para formar un agregado o aglomerado por dicha fuerza de fricción y por fuerzas de adhesión. El total de fuerzas de interacción, incluyendo fuerzas de fricción y adhesivas que forman agregados son llamadas fuerzas de cohesión (Linoya y Gotoh, 1991).

## Mecanismos de generación de fuerzas de interacción (cohesión y adhesión)

El movimiento y la separación de las partículas dentro de un lecho de polvo están influenciados por (i) repulsiones estéricas, (ii) fuerza de fricción y (iii) fuerzas de cohesión; las interacciones con el fluido circundante también influyen en el comportamiento de las partículas dentro de su empaquetamiento. Las repulsiones estéricas están relacionadas con la geometría de los granos. Las fuerzas de fricción están influenciadas por las propiedades de superficie y por la naturaleza química de las partículas. Finalmente, las fuerzas de cohesión están inducidas por la presencia de puentes líquidos, cargas eléctricas, interacciones de Van der Waals e interacciones dipolo-dipolo (Lumay, y col., 2012).

- Fuerzas de Van der Waals

La cohesión entre dos partículas y la adhesión entre dos superficies sin puentes materiales se atribuye principalmente a las fuerzas de Van der Waals. Para partículas más pequeñas que  $5 \mu$ , estas fuerzas se vuelven dominantes comparadas con el peso de las partículas y tienden a formar aglomerados sin la necesidad de puentes sólidos o líquidos (Adhikari y col., 2001).

Las fuerzas de Van der Waals son fuerzas de corto alcance que existen en ambas fases, la líquida y la sólida, debido a la fluctuación en nube de electrones circundantes al núcleo, y pueden ser determinadas por la teoría London-Van der Waals (teoría microscópica) o teoría Lifshitz-Van der Waals (teoría macroscópica). Son las fuerzas totales de la interacción molecular o atómica de partículas. Debido a la corta distancia de las fuerzas de Van der Waals, las partículas separadas por distancias menores a 1 nm son efectivamente atraídas (Linoya y Gotoh, 1991).

- Fuerzas electrostáticas

La adhesión electrostática ocurre cuando las partículas poseen exceso de cargas opuestas. Esta situación puede aumentar cuando las partículas entran en contacto que se atribuye a diferentes valores de potencial de contacto (Adhikari y col., 2001).

Las fuerzas electrostáticas surgen del potencial de contacto y exceso de carga. El potencial de contacto es constante, mientras que el exceso de carga disminuye con el tiempo, aunque depende de la conductividad (Linoya y Gotoh, 1991).

- Fuerzas debidas a puentes líquidos

La adhesión entre dos superficies y la cohesión entre superficies similares en un material en polvo es una función fuerte de los puentes líquidos que mantienen las partículas sólidas juntas. Estos puentes líquidos se pueden dividir en dos grupos: móviles e inmóviles (Adhikari y col., 2001).

#### a) Puentes líquidos móviles

El apelmazamiento y los aglomerados se mantienen unidos por fuerzas originadas de líquido móvil entre las partículas. Basados en el grado de ocupación de agua en los poros, estos puentes pueden subdividirse en tres grupo: pendular, funicular y capilar (Adhikari y col., 2001).

##### *Estado pendular*

El estado pendular es aquel en el que el líquido sólo ocupa una parte del total de los poros entre las partículas. En este estado los puentes líquidos tienen como resultado la caída de fuerza de presión desarrollada a través de la curvatura de los meniscos líquidos y también de la tensión interfacial ejercida por el líquido a lo largo del perímetro mojado. Por lo tanto, los puentes líquidos resultan en una combinación de estas dos fuerzas (Adhikari y col., 2001).

##### *Estado funicular y capilar*

Cuando el espacio vacío entre las partículas del polvo se llena completamente de agua extendiéndose al borde del poro y formando una superficie cóncava, una presión capilar negativa se ejerce en el espacio del líquido impulsando el esfuerzo de tensión del aglomerado mojado, el cual se refiere al estado capilar.

El estado funicular es la transición entre el estado pendular y el capilar. El esfuerzo de tensión proporcionado por el agua funicular se encuentra entre los proporcionados por el agua capilar y pendular (Adhikari y col., 2001).

#### b) Puentes líquidos inmóviles

Estos puentes líquidos existen cuando aglutinantes viscosos se introducen entre las partículas. El puente líquido inmóvil crea una fuerza aglutinante fuerte entre las partículas a través de aglutinantes viscosos, que es mucho más fuerte que los puentes líquidos móviles. Los puentes líquidos inmóviles se pueden observar en el secado por aspersión. Los materiales termoplásticos (azúcares) en su transición vítrea o por encima de ella forman puentes líquidos inmóviles y en última instancia conduce al apelmazamiento no deseado. Este tipo de puentes líquidos conserva una capacidad de transformarse en puentes sólidos con un posterior secado. El mecanismo de formación de éste tipo de puente es un flujo viscoso que está impulsado por energía superficial (Adhikari y col., 2001).

#### Factores que afectan las fuerzas de adhesión

No hay un modelo cuantitativo que describa de forma general y exitosa el mecanismo de adhesividad en sistemas alimentarios, sin embargo, los mecanismos basados en atracciones interparticulares explican de una manera exitosa la aglomeración no deseada y la pérdida de fluidez en polvos (Adhikari y col., 2001). A continuación se mencionan los factores que afectan la adhesividad en los polvos.

- Agua

La interacción de agua con sólidos es la causa principal de la adhesividad y apelmazamiento en alimentos de baja humedad. Propiedades como la viscosidad, tensión superficial, y una buena solvatación hacen que el agua sea adecuada para catalizar la adhesividad, apelmazamiento y colapso de los alimentos y sistemas particulados.

Además, es parte de la atmósfera y cualquier aumento en la humedad relativa del aire se asocia con la posibilidad de aumentar la cantidad de agua adsorbida a la superficie o absorbida por el interior (Adhikari y col., 2001). A temperatura ambiente la humedad relativa crítica, la humedad a la cual los alimentos en polvo exhiben apelmazamiento, puede ser tan baja como 3.3% en el caso de té y suero de leche en polvo.

El agua es un plastificante para alimentos de baja humedad y materiales biológicos. La plastificación se refiere al proceso de ablandamiento y aumento en la flexibilidad de un polímero provocado por la incorporación de un plastificante, de una manera alternativa se puede definir como un proceso de reducción de temperatura de transición vítrea (Adhikari y col., 2001). El aumento de contenido de humedad resulta en una fuerte disminución en la temperatura de transición vítrea.

La plastificación de alimentos en polvo amorfos y la posterior disminución de su temperatura de transición vítrea bajo temperatura ambiente se relaciona con un comportamiento textural no deseado como apelmazamiento y adhesividad de alimentos en polvo incluyendo alimentos ricos en azúcar, el mecanismo de este efecto puede ser a través de puentes líquidos.

Además, el agua puede existir en la superficie de las partículas como adsorción mono/multicapas o como condensación capilar. Esto puede reducir la superficie micro-rugosa de las partículas permitiendo así su acercamiento, lo cual aumenta las fuerzas de atracción entre partículas. Esto puede ser una causa importante del apelmazamiento de las partículas en presencia de agua (Adhikari y col., 2001).

- Temperatura

La temperatura de un sistema amorfo o semicristalino determina la movilidad de las moléculas del alimento en estado congelado (vítreo) o en movilidad viscosa (estado gomoso). La viscosidad de sistemas alimenticios está en función de la temperatura.

Si la temperatura de alimentos amorfos es mayor que la temperatura de transición vítrea, se transformarán en un líquido, estado gomoso que se asocia con la adhesividad y apelmazamiento. Si la temperatura del producto es menor que la temperatura de transición vítrea, no se darán los fenómenos de adhesividad (Adhikari y col., 2001).

- Compresión

Si los polvos se exponen a la suficiente compresión externa, tenderán a apelmazarse. El polvo en el fondo de la pila se aglomera o sedimenta. Si el polvo contiene componentes solubles y la humedad y temperatura de los alrededores es alta, hay una marcada influencia de la presión en el apelmazamiento. También existe un factor de tiempo porque la influencia de la presión no es instantánea.

Esto es porque la presión atrae las partículas muy cerca unas de otras (disminuyendo la distancia entre las partículas) aumentando el área de contacto superficial. La cohesividad de un polvo depende ampliamente en la magnitud de la carga de consolidación aplicada, en general, a mayor carga de consolidación, mayor cohesividad del polvo (Adhikari y col., 2001).

- Ingredientes de los alimentos

Azúcares amorfos de bajo peso molecular como fructosa, glucosa, sacarosa y lactosa tienen alta higroscopicidad y solubilidad. Incluso si los azúcares están en forma cristalina a temperatura ambiente, se presentan generalmente amorfos por efecto de las operaciones de reducción de tamaño. Los azúcares amorfos están en estado de alta energía comparados con los correspondientes en forma cristalina y por lo tanto son metaestables.

Estos azúcares tienen temperaturas de transición vítrea en intervalos de entre 5-100 °C en su estado anhidro que decae substancialmente por el agua de plastificación. Como resultado, los azúcares de bajo peso molecular son posiblemente los culpables de la adhesividad y apelmazamiento en alimentos y alimentos basados en sistemas particulados.

Los productos hidrolizados como los derivados de almidón se supone que se comportan como los azúcares de bajo peso molecular. De una manera similar, los hidrolizados de proteína de bajo peso molecular principalmente los aminoácidos exhiben higroscopicidad y contribuyen al apelmazamiento durante el almacenamiento (Adhikari y col., 2001).

Ingredientes de alto peso molecular compatibles con agua como carbohidratos y proteínas tienen una temperatura de transición vítrea alta porque la temperatura de transición vítrea incrementa al aumentar el peso molecular. Por lo tanto, la adición de ingredientes como maltodextrinas se recomienda tanto para el proceso de secado como para el almacenamiento, con la finalidad de minimizar la adhesividad y el apelmazamiento, respectivamente.

La leche entera es mucho más difícil de secar por aspersion que la leche descremada debido a que ésta muestra adhesividad. Esto es porque la grasa de la leche tiene un punto de fusión bajo, lo que incrementa la temperatura de la superficie de la partícula durante el secado, impidiendo la difusión de la humedad desde el interior y evaporando desde la superficie de la gota.

La licuefacción de la grasa por arriba de la temperatura ambiente y el posterior ablandamiento del polvo conducen a un aumento en el área de contacto y formación de puentes líquidos, haciendo así a la leche entera en polvo más cohesiva (Adhikari y col., 2001).

- Tamaño de partícula

El tamaño de partícula tiene una profunda influencia en la cohesividad y adhesividad de un sistema particulado. Micro y nano partículas están altamente influenciadas por fuerzas de atracción molecular o electrostática debido a su alta superficie en relación con el volumen. Las fuerzas de Van der Waals se vuelven significativas para partículas por debajo de 10  $\mu$  donde la distancia interparticular se vuelve lo suficientemente pequeña.

Las características más típicas de sistemas de alimentos particulados comparados con cuerpos de gran tamaño es que los cambios más pequeños en las propiedades de la superficie pueden producir cambios más grandes en las propiedades a granel. Esto es porque las fuerzas superficiales se vuelven más dominantes que las fuerzas gravitacionales en partículas pequeñas.

Se considera que los polvos con tamaños de partículas más grandes que 200  $\mu$  son de flujo libre mientras que polvos más finos son susceptibles a la cohesión y se dificulta su fluidez (Adhikari y col., 2001).

Una comparación del grado de contribución de los factores de la composición de los alimentos que afectan a la adhesividad se presenta en el Cuadro 3.

*Cuadro 3. Factores que afectan la adhesividad y su contribución*  
(Adhikari y col., 2001).

| <b>Factores</b>  | <b>Contribución relativa</b> |
|--|------------------------------|
| Proteínas  | 0                            |
| Polisacáridos  | 0                            |
| Grasas   | +                            |
| Distribución de tamaño de partícula  | +                            |
| Azúcares de bajo peso molecular  | ++                           |
| Ácidos orgánicos   | ++                           |
| Compresión/presión   | ++                           |
| Agua/humedad relativa  | +++                          |
| Temperatura  | +++                          |
| Viscosidad   | +++                          |
| 0, contribución despreciable; + contribución alta; ++, contribución más alta; +++, mayor contribución. |                              |

### **1.3.6. Flujo de polvos a nivel industrial**

La fluidez del polvo en varios procesos industriales toma lugar de diferentes maneras que difícilmente puede ser descrita de forma universal. El Cuadro 4, muestra la clasificación de los tipos de flujo de polvos desde un punto de vista práctico basados en el mecanismo y tipo de fuerza ejercida sobre las partículas (Linoya y Gotoh, 1991).

Cuadro 4. Tipos de flujo de polvos y expresión de fluidez (Linoya y Gotoh, 1991).

| <b>Tipo de flujo</b>        | <b>Operación/fenómeno</b>   | <b>Expresión de fluidez</b>   |
|-----------------------------|---|---|
| Flujo gravitacional         | Descarga de silo y tolva, mezclador de volteo, de lecho móvil, embalaje (compresión).   | Velocidad de descarga, ángulo de fricción de pared, ángulo de reposo, abertura crítica de descarga. |
| Flujo forzado mecánicamente | Mezclado de polvos, transportador de cadena, transportador de tornillo, alimentador de mesa, mezclador de cinta, alimentador rotatorio. | Angulo de fricción interna, ángulo de fricción de pared, resistencia al mezclado.                   |
| Flujo por compresión        | Elaboración de comprimidos  | Compresibilidad, ángulo de fricción de pared, ángulo de fricción interna, función de flujo.         |
| Flujo por vibración         | Alimentador vibratorio, transportador vibratorio, criba vibratoria, embalaje, descarga.   | Angulo de reposo, velocidad de descarga, compresibilidad, densidad aparente.                        |
| Flujo por gas               | Lecho fluidizado, transporte neumático, deslizamiento en aire, secador de vibración de aire.  | Ángulo de reposo, mínima velocidad de fluidización, resistencia de aireación, viscosidad aparente.  |

### 1.3.7. Métodos de caracterización de fluidez de polvos

El comportamiento del flujo es multidimensional y de hecho depende de muchas características del polvo. Por esta razón ninguna prueba puede medir la fluidez de manera absoluta, pues todas las medidas son relativas dependiendo del principio de la medida, las condiciones de prueba y el acondicionamiento del material.

Para enfrentar este problema multivariable, algunos autores sugieren que se consideren todos los valores de pruebas posibles, otros proponen que estos valores deben tenerse en cuenta en un único índice de fluidez. Pero la fluidez nunca debe expresarse como un valor único o índice ya que la fluidez no es del todo una propiedad inherente del material (Presscott y Barnum, 2000).

Aunque existe una variedad de métodos para determinar la fluidez y propiedades relacionadas, todavía es difícil encontrar un resultado general entre ellos. Por lo tanto, es esencial para la medición aclarar las condiciones de medición y otras propiedades del polvo (Linoya y Gotoh, 1991). A continuación se listan algunas de las pruebas más comunes.

### Flujo gravitacional

El flujo en tolvas o a través de un orificio es a menudo considerado para expresar la fluidez de un polvo. En este caso la magnitud y uniformidad del caudal (velocidad de flujo), así como la tendencia de asfixia o taponamiento, son considerados como los criterios de la fluidez. El patrón de flujo y la segregación también están relacionados con la fluidez del polvo. Incluso si el flujo medido es alto, un flujo con una gran fluctuación no puede ser considerado como una buena fluidez. La medición de las propiedades de flujo de polvos es necesaria para el diseño de flujo másico en tolvas. Uno de los mayores problemas de polvos a nivel industrial es obtener flujos seguros, consistentes a través de tolvas o alimentadores sin tener un derrame excesivo y sin que se generen finos (Fitzpatrick y col., 2003).

Los polvos cohesivos tienden a formar puentes cerca de la salida del contenedor. El tamaño mínimo de abertura libre de la correspondiente asfixia o taponamiento corresponde a la condición crítica para el flujo de polvo. La apertura crítica de asfixia o taponamiento puede ser obtenida a partir del círculo de esfuerzos de Mohr (Linoya y Gotoh, 1991). A continuación se describen métodos gravitacionales.

- Ángulo de reposo

Desde un punto de vista técnico, quizás la prueba más simple para conocer la fluidez de un polvo es la medida del ángulo de reposo. El ángulo de reposo es definido como el ángulo desde el plano horizontal a la superficie libre de una pila de polvo bajo esfuerzo crítico en el campo gravitacional (Alvarado y Aguilera, 2001).

Hay tres formas principales para determinar el ángulo de reposo: (a) método de inyección; (b) método de descarga y (c) método de inclinación, ver Figura 3 (Linoya y Gotoh, 1991).

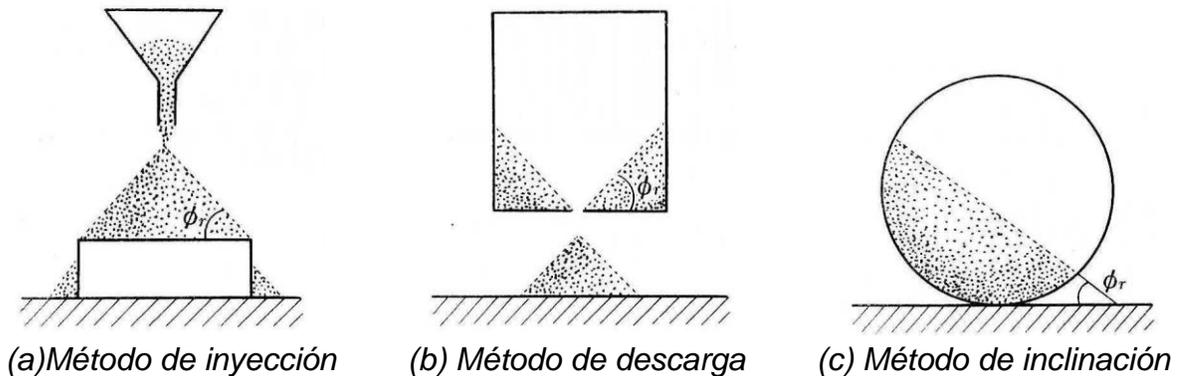


Figura 3. Métodos para medir el ángulo de reposo.

Los factores con mayor influencia en el ángulo de reposo son distribución y tamaño de partícula, rugosidad de la superficie de las partículas, fracción de huecos en el lecho de polvo y el contenido de humedad.

En el caso del método de inyección (Figura 3a) la velocidad de inyección, la distancia de caída y el tamaño de la pila cónica del polvo influyen en el ángulo de reposo (Linoya y Gotoh, 1991). Tanto la fuerza de fricción como la de cohesión entre partículas afectan a la formación del cono y a la segregación de partículas a través del efecto de impacto (Alvarado y Aguilera, 2001).

El valor del ángulo se puede obtener añadiendo el producto en polvo en un embudo y colocándolo a una altura de 10 cm sobre una superficie plana y midiendo el ángulo entre el cono formado por el material y la superficie, al concluir el proceso de caída (Cerezal y col., 2008). A menor ángulo de reposo, habrá mayor libertad en el flujo de polvo. La regla empírica es: polvos con ángulo de reposo menor de  $40^\circ$  fluirán libremente mientras que polvos con ángulos de  $50^\circ$  o más tendrán problemas de flujo (Alvarado y Aguilera, 2001).

Otro método para medir el ángulo de reposo, la velocidad de flujo y la uniformidad de flujo es mediante el uso de un flujómetro, en el cual se agregan 100 g de muestra que se hace pasar a través del orificio del flujómetro y posteriormente se colecta en un recipiente calibrado con el que se facilita la lectura directa del ángulo de reposo, la velocidad de flujo y la uniformidad de flujo (Fassihi y Kanfer, 1987).

Cuando las partículas son vaciadas sobre una superficie, forman una pila. Lumay y col. en 2012, observaron que mientras el azúcar granular forma una pila clásica cónica, el azúcar en polvo forma una pila muy irregular. Contrario al azúcar granular, el azúcar en polvo es fuertemente cohesiva debido al tamaño pequeño de las partículas. Este ejemplo muestra claramente que la forma de la pila depende fuertemente de las propiedades del grano. En particular, un material granular cohesivo da un valor alto de ángulo de reposo y fuertes desviaciones de la forma del cono. Por lo tanto una medición precisa de la forma de la pila proporciona información útil acerca de las interacciones entre las partículas. La prueba de ángulo de reposo es muy sensible al método a utilizar para crear una pila. Por lo tanto, se tiene que definir un protocolo inicialmente y seguirlo.

#### Flujo forzado mecánicamente

El flujo de polvo accionado por una fuerza mecánica ha sido estudiado en relación al torque, usando varios tipos de viscosímetros rotatorios: los de Stormer, Couette, Green, MacMichael (Linoya y Gotoh, 1991) y reómetro para polvos, donde el equipo mostrado en la Figura 4 puede caracterizar diversas pruebas como: función de flujo, tiempo de consolidación, fricción en la pared y densidad aparente.

Tiene una opción de salida de datos gráfica o tabular con el que se puede calcular las dimensiones del arco y el ángulo que se forman en el orificio a la salida de la tolva (Grupo Virtual Expo, 2013).



*Figura 4.* Reómetro para polvos Brookfield PFT.

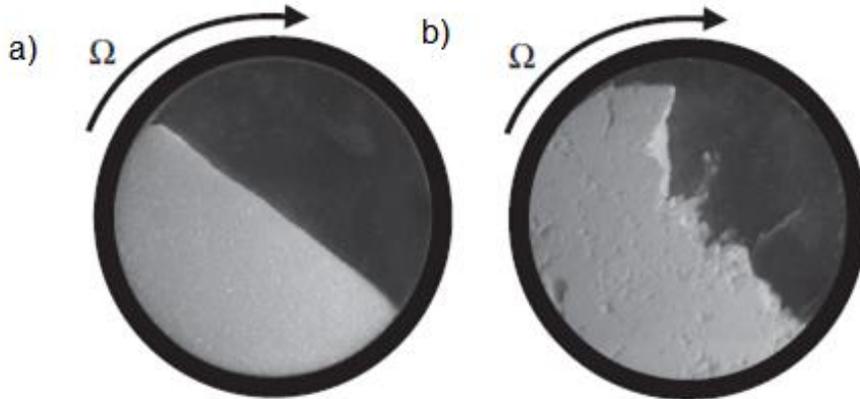
- Tambor rotatorio (avalanching behavior)

Experimentalmente, la geometría más práctica para estudiar el flujo de materiales particulados es el tambor rotatorio. Esta geometría de flujo ha sido estudiada ampliamente, en particular con materiales granulados no cohesivos.

El montaje experimental es un cilindro de aluminio horizontal de diámetro  $D=84$  mm y longitud  $L=20$  mm con paredes laterales de vidrio. El tambor se llena hasta la mitad con polvo. El cilindro gira alrededor de su eje a una velocidad angular  $\Omega$  que se produce por el flujo de las partículas. Para realizar las mediciones, el tambor rotatorio es iluminado por la parte de atrás y grabado con una cámara. Para cada velocidad angular, se graban 50 imágenes del tambor separadas cada 0.5 s.

Después, la posición de la interfase aire/polvo se determina por detección del borde. El promedio de la posición de la interfase y las fluctuaciones alrededor de los promedios de la posición se computarizan. El tambor rotatorio permite medir las propiedades de flujo de un polvo para diferentes velocidades de rotación  $\Omega$ . En el caso de materiales no cohesivos a velocidades angulares, muy bajas, el flujo es intermitente, mientras que a velocidades más altas, el flujo se vuelve continuo, (Figura 5a).

En el régimen continuo, la forma de la interfase de la superficie libre es esencialmente plana. En el caso de polvos cohesivos no existe el régimen continuo, en realidad la cohesión induce intermitencia en el intervalo completo de la velocidad de rotación, (Figura 5b) (Lumay, y col., 2012).



*Figura 5.* Flujos típicos en un tambor rotatorio: (a) flujo regular de un material no cohesivo (b) flujo irregular de un material cohesivo.

La facilidad de flujo del polvo se puede cuantificar usando dos índices, el índice de flujo de avalancha (*AFI*) y el índice de interacción cohesiva (*COI*) (Soh y col., 2006).

Los valores de *AFI* y *COI* se determinan como sigue:

$$AFI = \frac{1}{m} \quad \dots\dots\dots \text{Ecuación 2}$$

Donde *m* es la pendiente de la gráfica para *MTA* (tiempo promedio para la avalancha) contra la velocidad del tambor. Un valor alto de *AFI* es indicio de un mejor flujo.

$$COI = n \quad \dots\dots\dots \text{Ecuación 3}$$

Donde *n* es la pendiente de la gráfica de dispersión contra velocidad del tambor. Un valor alto de *COI* es indicio de una mayor cohesividad (Soh y col., 2006).

La facilidad de flujo del polvo también se puede representar gráficamente en forma de una gráfica de atracción donde polvos de flujo libre producirán gráficas de mayor atracción que estarán muy cerca del origen con una mínima dispersión. Entre más pequeño sea el tamaño de la gráfica, mejor flujo tendrá el polvo (Figura 6a) y por el contrario a mayor tamaño de la gráfica, mayor cohesividad presentará el polvo (Figura 6c) (Soh y col., 2006).

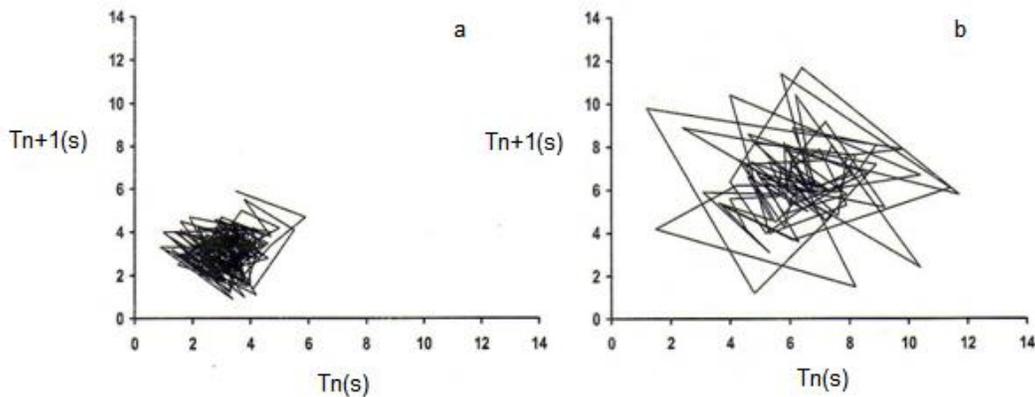


Figura 6. Gráficas de atracción de tambor rotatorio: (a) polvo no cohesivo (b) polvo cohesivo.

#### Flujo por compresión o función de flujo

Una prueba de compresión da una medida para la fluidez de polvos. Las pruebas de compresión, también llamadas función de flujo, son útiles para caracterizar los flujos de los polvos, pues las fuerzas entre partículas que permiten una estructura abierta en el lecho del polvo sucumben ante presiones relativamente bajas. La primera celda de cizalla fue desarrollada por A. W. Jenike en 1967 (Figura 7). En ésta, el polvo es confinado dentro de los cilindros concéntricos que forma el aro y la base por medio de la tapa a la que se le aplican cargas predefinidas. Si se representa el esfuerzo de límite de fluencia de un polvo no confinado ( $\sigma_c$ ) frente al esfuerzo de compactación ( $\sigma_1$ ) se obtienen una serie de líneas cuya pendiente es el recíproco de la función de flujo ( $ff_c$ ), como se ve en la Figura 8 (Alvarado y Aguilera, 2001). En las pruebas por compresión o función de flujo, el esfuerzo de cedencia se puede medir tanto por compresión del lecho de polvo como por cizallamiento.

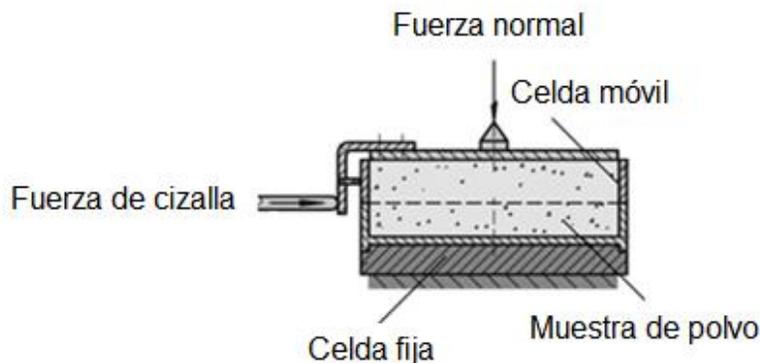


Figura 7. Celda de Jenike para la medición del esfuerzo de cizalla (Alvarado y Aguilera, 2001).

De acuerdo con los diferentes valores de la función de flujo ( $ff_c$ ), los polvos pueden ser clasificados en diferentes grupos. Polvos con  $ff < 2$ , forman parte del grupo de los muy cohesivos y sin fluidez;  $2 < ff < 4$ , se denominan cohesivos;  $4 < ff < 10$ , de flujo fácil;  $10 < ff$ , de flujo libre. Generalmente a mayor compresibilidad menor fluidez (Alvarado y Aguilera, 2001). Éste método fue estudiado en las propiedades de comprimidos de sorbitol por Basedow y Moschl, 1998, en el cual comparan las propiedades de compactación del sorbitol, la celulosa, la sacarosa y la dextrosa, donde el sorbitol instantáneo produce compactados con mejores características de dureza, tiempo de desintegración y disolución.

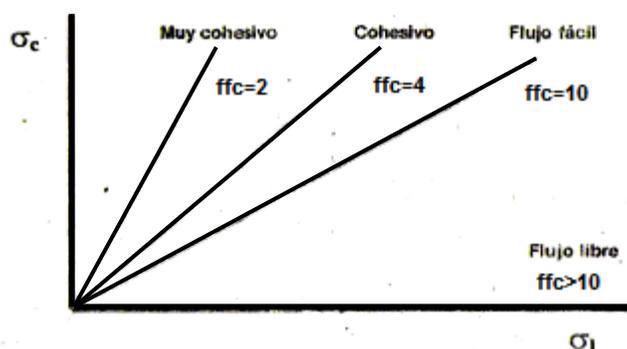


Figura 8. Función de flujo de polvos ( $\sigma_c$  esfuerzo de compactación,  $\sigma_1$  esfuerzo límite de cedencia) (Alvarado y Aguilera, 2001).

### Flujo por vibración

La vibración cambia la estructura de compactación del lecho de polvo y por lo tanto conduce al cambio de fluidez (Linoya y Gotoh, 1991). Si a una pila de polvo se le aplica vibración, las partículas se reacomodan dentro de su empaquetamiento y el volumen de la pila disminuye lentamente. Finalmente, si el contenedor se agita vigorosamente, los granos experimentan un vuelo aleatorio entre algunas colisiones con otras partículas y con las paredes del contenedor (Lumay y col., 2012).

### Cambios en la densidad aparente

El aumento en la densidad aparente de un polvo se relaciona con la cohesividad del polvo. La relación entre la densidad aparente y la compactada se expresa de dos maneras para dar índices de fluidez, mediante la relación Hausner (Ecuación 4) y mediante el índice de Carr (Ecuación 5) (Gibson, 2001).

$$\text{Relación Hausner} = \frac{\text{Densidad compactada}}{\text{Densidad aparente}} \quad \dots\dots\dots \text{Ecuación 4}$$

$$\begin{aligned} &\text{Compresibilidad (índice de Carr)} \\ &= \frac{100 * (\text{densidad compactada} - \text{densidad aparente})}{\text{densidad aparente}} \quad \dots\dots\dots \text{Ecuación 5} \end{aligned}$$

La relación Hausner varía aproximadamente entre 1.2 para un polvo de flujo libre a 1.6 para polvos cohesivos. La clasificación del tipo de flujo con base en el índice de Carr y el índice de Hausner se muestra en los Cuadros 5 y 6 respectivamente.

*Cuadro 5. Clasificación de fluidez de polvos de acuerdo al índice de Carr (Gibson, 2001).*

| <b>Índice de Carr (%)</b> | <b>Tipo de flujo</b> |
|---------------------------|----------------------|
| 5-12                      | Flujo libre          |
| 12-16                     | Bueno                |
| 18-21                     | Favorable            |
| 23-35                     | Pobre                |
| 33-38                     | Muy pobre            |
| >40                       | Extremadamente pobre |

*Cuadro 6. Clasificación de fluidez de polvos acuerdo al índice de Hausner (Gibson, 2001).*

| <b>Índice de Hausner</b> | <b>Tipo de flujo</b> |
|--------------------------|----------------------|
| 1.00-1.11                | Excelente            |
| 1.12-1.18                | Bueno                |
| 1.19-1.25                | Adecuado             |
| 1.26-1.34                | Aceptable            |
| 1.35-1.45                | Pobre                |
| >1.60                    | Malo                 |

El índice de compresibilidad es una medida de la tendencia a la formación de un arco a la salida de la tolva o de los cilos y la facilidad con la que los arcos fallarán a la salida de las tolvas, como tal, es una medida útil del flujo. Una limitación de los cambios en la densidad aparente es que sólo mide el grado de consolidación; no describe que tan rápido ocurre la consolidación (Gibson, 2001).

#### Flujo por gas

Cuando un lecho de polvo es aireado y agitado, las partículas tienen menos oportunidad de entrar en contacto entre sí y el lecho de polvo exhibe las propiedades de un fluido. La viscosidad aparente del lecho de polvo aireado se mide con un viscosímetro Stormer y disminuye mientras aumenta la velocidad de aireación (Linoya y Gotoh, 1991).

### Equipo que mide propiedades de fluidez

Hosakowa Micron recientemente desarrolló el Micron Powder Characteristics Tester©. Este instrumento fue diseñado como una ayuda mecánica para llegar rápidamente al “índice de fluidez” para cualquier tipo de polvo. Mide y/o calcula once parámetros, con los cuales se puede determinar el índice de compresibilidad (índice de Carr), mencionado anteriormente, de una manera más conveniente de lo que antes era posible. El analizador de flujo de polvo mide dos densidades: densidad aparente y densidad compactada, también mide tamaño y forma de la partícula, área superficial, contenido de humedad y cohesividad del material, entre otros (Nagel y Peck, 2003).

### **1.3.8. Mejora de fluidez**

La fluidez de los polvos podría ser mejorada cambiando sus propiedades físicas, como el contenido de humedad, el tamaño y forma de partícula, por medio de secado, clasificación, y granulación. La fluidez es también mejorada alterando el contacto dinámico de las partículas, haciendo uso de aire a presión por pulsación (Linoya y Gotoh, 1991). También se puede mejorar el flujo de polvos al añadir coadyuvantes para fluidez, los cuales se mencionan a continuación.

### Coadyuvantes para fluidez

Se le llama coadyuvante a la sustancia o materia, excluidos aparatos, utensilios y los aditivos, que no se utiliza como ingrediente alimenticio por sí mismo, y que se emplea intencionalmente en la elaboración de materias primas, alimentos o sus ingredientes, para lograr alguna finalidad tecnológica durante el tratamiento o la elaboración, que puede dar lugar a la presencia no intencionada, pero inevitable, de residuos o derivados en el producto final (NOM-186-SSA1-SCFI-2002).

En los comprimidos farmacéuticos se emplean excipientes (equivalente de coadyuvante), que son los componentes que no tiene actividad farmacológica, y cuya función es la de proveer de estabilidad física, química y/o biológica al fármaco; así como de favorecer su dosificación (Camacho, 2012).

La mayoría de éstos aplica también para compactados en alimentos. En la industria de alimentos no se les denomina excipientes, se les denomina coadyuvantes, los cuales están regulados por la Food and Drug Administration (FDA), mientras que los excipientes están regulados por la United States Pharmacopeia (USP).

Aparte de sus propiedades de compactación y/o flujo, todos los excipientes para comprimidos farmacéuticos, deben de tener las siguientes propiedades:

- Deben ser inertes y compatibles física y químicamente con la sustancia activa y los otros excipientes usados en la formulación.
- Deben ser fisiológicamente inertes.
- No deben de tener cargas microbiológicas inaceptables.
- No deben de tener efectos perjudiciales en la biodisponibilidad.
- Deben de tener aceptabilidad regulatoria en todos los países donde se venda el producto.

Es bien conocido que un aditivo tiene influencia de diferente magnitud en la fluidez, dependiendo del tipo de polvo (Linoya y Gotoh, 1991). Una pequeña cantidad de aditivo podría mejorar la fluidez del polvo. El mecanismo aún no ha sido explicado claramente pero se sugiere que es atribuido a las propiedades de los aditivos, alteración del arreglo de partícula, y las cargas electrostáticas.

Aunque la fracción de aditivo óptima varía con el tipo de aditivo, generalmente es efectivo en una fracción de mezcla bajo en el intervalo de 0.1-2% (Linoya y Gotoh, 1991). A continuación se mencionan los coadyuvantes empleados en el manejo de polvos para mejorar la fluidez.

- Deslizantes o coadyuvantes de fluidez

Las propiedades de flujo de un polvo pueden mejorarse agregando deslizantes. Estos se añaden para superar la cohesión del polvo mediante la interposición entre las partículas para reducir la rugosidad superficial, evitando la aglomeración de las partículas y disminuyendo la fricción entre éstas (Gibson, 2001).

Un requisito fundamental es que el deslizante debe tener un tamaño de partícula muy pequeño para que éste sea capaz de cubrir completamente las rugosidades de superficie de las partículas (Swabrick, 1997).

Su acción puede ocurrir por la combinación de dos o más de los siguientes mecanismos:

- i. Eliminan la carga estática externa de las partículas.
- ii. Cubrimiento de la superficie rugosa de las partículas haciendo que se disminuya la fricción y rugosidad de éstas.
- iii. Aumenta la adsorción de gases y vapores de las partículas.
- iv. Evita la cohesión y fricción entre las partículas al reducir las fuerzas de interacción de Van Der Waals (Swabrick, 1997).

Los deslizantes usados comúnmente se mencionan en el Cuadro 7.

*Cuadro 7.* Deslizantes usados comúnmente en polvos (Gibson, 2001).

| <b>Deslizante</b>               | <b>Porcentaje típico</b> |
|---------------------------------|--------------------------|
| Talco                           | 1-5                      |
| Dióxido de silicio de pirolisis | 0.1-0.5                  |
| Almidón                         | 1-10                     |
| Silicato de calcio              | 0.5-2                    |
| Carbonato de magnesio           | 1-3                      |
| Óxido de magnesio               | 1-3                      |
| Sulfato láurico de magnesio     | 0.2-2                    |
| Sulfato láurico de sodio        | 0.2-2                    |

El talco es uno de los deslizantes más comúnmente usados, el nivel que se puede añadir a una formulación es restringido por su naturaleza hidrofóbica, niveles demasiado altos dan como resultado una disminución de peso del comprimido y por consecuencia una reducción en la velocidad de disolución (Gibson, 2001).

El dióxido de silicio de pirolisis es tal vez el deslizante más efectivo. Éstos son materiales con partículas esféricas muy pequeñas (10 nm) que pueden alcanzar sus propiedades deslizantes mediante el deslizamiento de uno sobre el otro bajo esfuerzo de cizalla.

Están disponibles en un intervalo de formas hidrofóbicas e hidrofílicas (Gibson, 2001). En la sal éste es el coadyuvante de fluidez más empleado.

El almidón ha sido usado como deslizante, aunque se requieren cantidades relativamente grandes. El uso de grandes cantidades de almidón también ha ayudado a las propiedades de desintegración (Gibson, 2001).

#### 1.4. Mezclas de polvos

El mezclado de polvos es el paso clave en la fabricación de prácticamente todas las formas de dosificación sólidas. Una mezcla perfecta de dos partículas es en la cual cualquier grupo de partículas tomadas de cualquier posición dentro de la mezcla contendrá la misma proporción de cada partícula como la mezcla en su conjunto (Figura 9).

Con polvos, a diferencia de los líquidos, esto es prácticamente inalcanzable. Todo lo que es posible lograr es un grado máximo de aleatoriedad, es decir, una mezcla en la cual la probabilidad de encontrar una partícula de un componente dado es la misma en todas las posiciones en la mezcla (Figura 10) (Gibson, 2001). Muchos polvos alimenticios son mezclas de ingredientes y ciertos materiales con funciones específicas. Es necesario asegurar que la mezcla final de diferentes polvos sea homogénea debido al valor nutricional, calidad del producto y consideraciones de diseño del proceso (Alvarado y Aguilera, 2001).

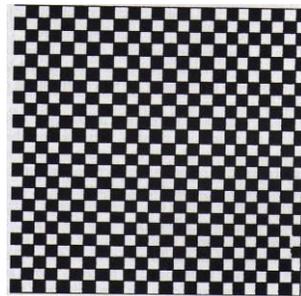


Figura 9. Mezcla perfecta

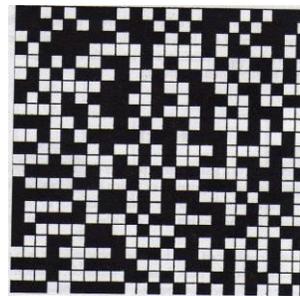


Figura 10. Mezcla aleatoria

(Gibson, 2001).

## **1.5. Segregación**

Si un polvo que consiste de dos materiales, ambos teniendo propiedades físicas idénticas, es mezclado por un tiempo suficiente, eventualmente se alcanzará una mezcla aleatoria. Desafortunadamente, la mayoría de los polvos consisten en mezcla de materiales con diferentes propiedades. Esto conduce a la segregación, donde las partículas con propiedades similares tienden a juntarse en parte del polvo (Gibson, 2001).

Comúnmente ocurre durante los procesos industriales y el transporte. Las diferencias en el tamaño de partícula, densidad, forma, cargas electrostáticas y atrición pueden causar segregación en mezclas de polvos en flujo libre. La segregación puede ocurrir tanto en flujo libre como en mezclas de polvos cohesivos y la intensidad de segregación depende de la composición de la muestra, tamaño, historia mecánica e incluso del tipo de muestra (Alvarado y Aguilera, 2001).

## **1.6. Compactación de polvos**

Actualmente los alimentos tienen diversas presentaciones, una de ellas es en forma de compactado. Podemos encontrar una gran variedad de productos en esta presentación, uno de ellos es la sal o azúcar en cubos y también podemos encontrar sazonadores, café y pastillas de azúcar, entre otros. Los comprimidos han sido estudiados recientemente para la industria alimentaria. Por el contrario la industria farmacéutica los ha estudiado a fondo, debido a las tabletas de medicamento.

Las tabletas comprimidas son preparadas mediante la aplicación de altas presiones, utilizando punzones y troqueles de acero, para polvos o granulados. Las tabletas pueden ser producidas en una amplia variedad de tamaños y formas dependiendo del diseño de los punzones y troqueles (Pharmacopeia, 2008-2010).

Los gránulos son preparaciones constituidas por agregados sólidos y secos de partículas de polvo, suficientemente resistentes para permitir su manipulación. La granulación es un proceso de incremento del tamaño de partícula (Manzano y Morales, 2009).

### **1.6.1. Métodos generales de compactación**

Los comprimidos son preparados por tres métodos generales: granulación húmeda, granulación en seco y compresión directa. El propósito de la granulación en seco y la húmeda es mejorar el flujo de la mezcla y/o su compresibilidad (Manzano y Morales, 2009).

#### Granulación en seco

La granulación en seco implica la compactación de los polvos a altas presiones en compactados grandes. Estos compactados después son molidos y tamizados para formar una granulación de tamaño de partícula deseado. La ventaja de la granulación en seco es la eliminación de calor y humedad en el proceso (Pharmacopeia, 2008-2010).

La granulación en seco puede ser producida también por extrusión de los polvos entre rodillos que operan hidráulicamente para producir tortas delgadas las cuales posteriormente se tamizan o se muelen para dar el tamaño de granulación deseado (Pharmacopeia, 2008-2010).

#### Granulación húmeda

En la granulación húmeda se utiliza un líquido (solución aglutinante) para aglomeración de las partículas, seguido de un proceso de secado. Este proceso disminuye el riesgo de segregación y producción de finos relacionada con la compresión (Manzano y Morales, 2009).

Tanto en la granulación húmeda como en la granulación en seco se emplean agentes de granulación (aglutinantes), los más usados comúnmente son los que se mencionan en el Cuadro 8.

Cuadro 8. Agentes de granulación usados comúnmente en polvos (Gibson, 2001).

| <b>Agente de granulación</b> | <b>Concentración de uso normal (%)</b> | <b>Comentarios</b>   |
|------------------------------|--|--|
| Almidón                      | 5-25                                   | Era el aglutinante más usado. El almidón tiene que ser preparado como una pasta, lo cual consume tiempo.   |
| Almidón pre-gelatinizado     | 5-10                                   | Soluble en agua fría, más fácil de preparar que el almidón nativo.   |
| Goma de acacia               | 1-5                                    | Requiere preparación en forma de pasta antes de su uso. Puede conducir a tiempos de desintegración prolongados si se usa a muy alta concentración. |
| Polivinilpirrolidone (PVP)   | 2-8                                    | Disponible en variedad de pesos moleculares/viscosidades. Puede ser añadido tanto en seco como en solución. Soluble en agua y etanol.              |
| Hodroxipropilmetil celulosa  | 2-8                                    | Disponible en variedad de pesos moleculares/viscosidades. Soluble en agua y etanol.  |
| Meticelulosa (MC)            | 1-5                                    | Grados de baja viscosidad más utilizados.  |

En los métodos de granulación se dan diferentes interacciones entre las partículas, las cuales se mencionan en el Cuadro 9.

*Cuadro 9. Métodos de granulación y las interacciones partícula-partícula (Manzano y Morales, 2009).*

| <b>Métodos de granulación</b> | <b>Características</b>  |
|-------------------------------|---|
| Granulación seca              | Se produce por formación de enlaces de Van der Waals que son enlaces formados por la fusión de planos creados recientemente entre las partículas que se cruzan por acción mecánica. Esto produce una solidificación parcial del material durante la compresión. |
| Granulación húmeda            | La formación y crecimiento de los aglomerados húmedos ocurre por la formación de puentes de hidrógeno entre el polvo y el solvente que tiene la solución aglutinante por medio de diferentes mecanismos de aglutinación (puentes líquidos).                     |

### Compresión directa

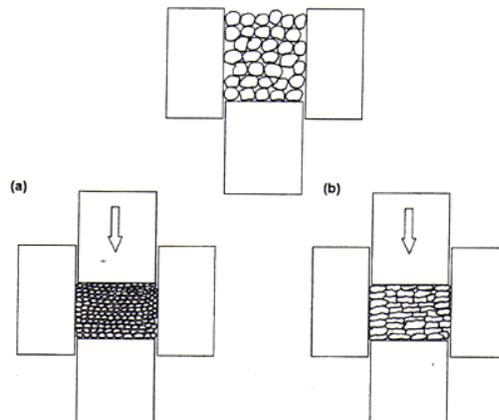
El tercer método para preparar los comprimidos es la compresión directa, la cual elimina problemas asociados al proceso de granulación debido a la humedad y temperatura (vía húmeda) y presión (vía seca), facilita la desintegración del comprimido en las partículas originales y disminuye la disparidad de tamaño de partícula en la formulación (Alpizar y Hernández, 2001).

### **1.6.2. Dinámica de compactación**

La fabricación de tabletas implica el proceso de compactación de polvos, el propósito del cual es la de convertir una masa de polvo suelto en un único objeto sólido. El conocimiento del comportamiento de polvos bajo presión, y la manera en la cual los enlaces se forman entre las partículas, es esencial para el diseño racional de las formulaciones.

Durante la compresión de un polvo, éste inicialmente es sujeto a una baja fuerza de compresión que causará un reacomodo de partículas hasta que alcance su densidad compactada.

Por último, se alcanza una condición donde no se puede hacer más denso sin una deformación de la partícula. Si, en este punto, el lecho de polvo es sujeto a una compresión mayor, la partícula se deformará elásticamente y la densidad del lecho aumentará conforme aumenta la presión a una velocidad característica. Cuando el límite elástico se excede, hay un cambio en la velocidad de reducción en el volumen del lecho donde comienza la fractura frágil, (Figura 11a) y la deformación plástica, (Figura 11b) (Gibson, 2001). Materiales frágiles se someterán a la fragmentación, y las partículas finas formadas percolarán a través del lecho para dar un empaquetamiento secundario. Materiales que se deforman plásticamente se distorsionarán para llenar los huecos y pueden presentar el llenado de huecos por percolación cuando el límite de deformación plástica es alcanzado y ocurre la fractura. Cualquiera de estos mecanismos, consiste por lo menos en dos sub-mecanismos, y el proceso puede repetirse en las partículas secundarias producidas por la fractura hasta que la porosidad esté al mínimo y la estructura cristalina interna soporte el esfuerzo de compresión (Gibson, 2001).



*Figura 11.* Comportamiento de polvos sujetos a una fuerza de compactación:  
(a) fractura frágil y (b) deformación plástica (Gibson, 2001).

Ambos procesos ayudarán a la unión para formar un sólo compactado, a medida que aumente irreversiblemente el contacto entre las partículas que se deforman plásticamente y las que se fragmentan, hasta que se produzcan superficies limpias más que uniones fuertes. La producción exitosa de compactados depende de alcanzar áreas de contacto grandes (Gibson, 2001).

### **1.6.3. Coadyuvantes para compactación**

El objetivo de un formulador es diseñar una formulación que se compacte de una manera íntegra para formar un compactado fuerte. El gerente de producción quiere una formulación que alcance la fuerza apropiada a una presión de compactación baja, para reducir el desgaste de la máquina de comprimidos y aumentar la vida de los punzones (Gibson, 2001).

Las propiedades de compactación de una formulación serán en gran medida gobernadas por sus componentes principales. A continuación se mencionan los coadyuvantes empleados en el proceso de compactación.

#### *Diluyentes*

Para una dosis alta de fármaco, el ingrediente activo influirá fuertemente en la compactación, mientras que para bajas dosis de fármaco, será necesario rellenar el comprimido con un material inactivo llamado diluyente. Formulaciones de altas dosis también pueden utilizar diluyentes para superar problemas de compactación experimentados con una sustancia activa. La selección del diluyente dependerá en cierta medida del tipo de proceso a utilizar. Una compactación directa requerirá un diluyente con buenas propiedades de flujo y compactación, mientras que una formulación granulada puede ser más indulgente (Gibson, 2001).

Hay un gran número de reglas generales para seleccionar un diluyente. Deben de considerarse las propiedades de compactación del ingrediente activo. Si el material es extremadamente plástico, es apropiado añadir un diluyente que los compacte por fractura frágil; del mismo modo, una sustancia farmacéutica frágil debe ser combinada con un relleno plástico.

También debe considerarse la solubilidad de la sustancia farmacéutica. Una droga soluble se formula normalmente con un relleno insoluble para optimizar el proceso de desintegración (Gibson, 2001).

En el Cuadro 10 se listan los diluyentes más comúnmente usados. Han sido listados en términos de su naturaleza química. La mayoría de los productos estará disponible en un intervalo de tamaño de partícula.

*Cuadro 10.* Diluyentes comúnmente usados en comprimidos (Gibson, 2001).

| <b>Diluyente</b>         | <b>Comentarios</b>   |
|--------------------------|--|
| Lactosa                  | Disponible tanto monohidratada como anhidra. El material anhidro es usado para compresión directa debido a su compresibilidad.                         |
| Celulosa microcristalina | Originalmente un excipiente de compresión directa, actualmente incluido en granulaciones debido a su excelente compresibilidad.                        |
| Dextrosa, glucosa        | Diluyente de compresión directa, utilizado a menudo en tabletas masticables.   |
| Sacarosa                 | Era ampliamente usado como relleno/edulcorante en tabletas efervescentes y tabletas masticables. Hoy en día menos popular debido a que produce caries. |
| Almidón y derivados      | Material versátil, puede usarse como diluyente, aglutinante o como desintegrante.  |
| Carbonato de calcio      | Material frágil.   |
| Fosfato dicálcico        | Excelentes propiedades de flujo. Material frágil.  |
| Carbonato de magnesio    | Diluyente de compresión directa.   |

### Lubricantes

Los lubricantes son los excipientes antiadherentes, los cuales reducen la fricción entre las caras del comprimido que dan a los punzones y a la pared de los troqueles, durante y después de la compactación para permitir la fácil expulsión del comprimido (Gibson, 2001). Los lubricantes de paredes de troquel se pueden dividir en dos clases, lubricantes fluidos y límite. Los lubricantes fluidos trabajan separando completamente las superficies móviles con una capa de lubricante. Son típicamente aceites vegetales o minerales, y pueden añadirse tanto a la mezcla o aplicarlos directamente a las paredes del punzón (Gibson, 2001).

Los lubricantes límite trabajan formando una película sólida delgada en la interface entre el punzón y el comprimido. Los estearatos metálicos son los lubricantes límite más ampliamente usados, y su actividad se ha atribuido a la adherencia de moléculas polares a la superficie de una partícula de la muestra y de los componentes no polares a las superficies de los troqueles. Estos lubricantes deben tener bajos esfuerzos de cizalla y deben formar películas entre las partículas que resistan el desgaste entre ellas y que reduzca el desgaste de la superficie del troquel. Una lista de lubricantes con intervalos típicos para su uso se da en el Cuadro 11 (Gibson, 2001).

*Cuadro 11. Lubricantes y sus usos (Gibson, 2001).*

| <b>Lubricante</b>            | <b>Nivel requerido (%)</b> | <b>Comentario</b>   |
|------------------------------|----------------------------|---|
| <b>Lubricantes límite</b>    |                            |   |
| Estearato de magnesio        | 0.2-2.0                    | Hidrofóbico, propiedades variables entre proveedores.                     |
| Estearato de calcio          | 0.5-4                      | Hidrofóbico.  |
| Estearil fumarato de sodio   | 0.5-2                      | Menos hidrofóbico que el estearato metálico, parcialmente soluble.        |
| Polietilenglicol 4000 y 6000 | 2-10                       | Soluble, actividad lubricante más pobre que las sales de ácidos grasos.   |
| Sulfato laúrico de sodio     | 1-3                        | Soluble, también actúa como agente humectante.                            |
| Sulfato laúrico de magnesio  | 1-3                        | Actúa como agente humectante.   |
| Benzoato de sodio            | 2-5                        | Soluble.  |
| <b>Lubricantes fluidos</b>   |                            |   |
| Aceite mineral ligero        | 1-3                        | Hidrofóbico.  |
| Aceite vegetal hidrogenado   | 1-5                        | Hidrofóbico, en altas concentraciones es usado como agente de dispersión. |
| Ácido esteárico              | 0.25-2                     | Hidrofóbico.  |
| Glicerol                     | 0.5-4                      | Hidrofóbico, también usado como agente de dispersión.                     |

### Desintegrantes

Para maximizar la velocidad de desintegración de una sustancia farmacéutica a partir de un comprimido, es necesario superar las fuerzas cohesivas producidas por el proceso de compresión y romper el comprimido en partículas primarias tan rápido como sea posible. Ésto se logra añadiendo desintegrantes, los cuales inducen este proceso.

El almidón fue el primer desintegrante usado en la producción de comprimidos y todavía se usa, a pesar de que en gran medida ha sido sustituido por los también llamados súper desintegrantes, croscarmelosa de sodio, glicolato de almidón sódico y crospovidone, los cuales muestran una excelente actividad desintegrante a bajas concentraciones y poseen mejores propiedades de compresión que los almidones. Tradicionalmente, el hinchamiento y la velocidad de hinchamiento han sido consideradas como las características más importante de los desintegrantes (Gibson, 2001).

Para optimizar las propiedades biofarmacéuticas de la formulación, el comprimido debe desintegrarse rápidamente, lo cual se logra aumentando el nivel de desintegrante. El tamaño de partícula de los desintegrantes debe maximizar el área superficial, y esto aumenta la velocidad de absorción de agua (Gibson, 2001). En el caso de comprimidos en alimentos, la fácil y total disolución del compactado es importante para la calidad del producto final.

La adición de grandes cantidades de dichos materiales tiene un efecto adverso sobre las propiedades de fluidez de la formulación ya que son materiales higroscópicos y pueden absorber humedad de la atmósfera. Las propiedades de compactación de muchos de los desintegrantes, incluyendo el almidón, son menos que ideales y concentraciones altas, también pueden reducir la fuerza de los comprimidos producidos. Los desintegrantes comúnmente usados se listan en el Cuadro 12 (Gibson, 2001).

Cuadro 12. Desintegrantes usados comúnmente en comprimidos farmacéuticos  
(Gibson, 2001).

| <b>Desintegrante</b>                   | <b>Concentración normalmente usada (%)</b> | <b>Comentarios</b>  |
|--|--|---|
| Almidón                                | 5-10                                       | Probablemente trabajan por absorción.   |
| Celulosa microcristalina               | Depende del ingrediente activo             | Fuerte acción de absorción, baja acción desintegrante cuando está muy comprimido.   |
| Resinas de intercambio iónico solubles | Depende del ingrediente activo             | Fuerte tendencia de absorción con algo de acción de hinchamiento.   |
| Almidón glicolato de sodio             | 2-8  | Polvo de flujo libre que se hincha rápidamente en contacto con el agua.   |
| Croscarmelosa de sodio                 | 1-5  | Hinchamiento en contacto con agua.  |
| Goma guar, xantana y agar              | <5   | Hinchamiento en contacto con agua, forman geles viscosos que pueden retardar la disolución, esto limita la concentración a la cual pueden ser usados. |
| Alginato de sodio, alginato ácido      | 4-6  | Se hinchan como las gomas pero forman geles menos viscosos.   |
| Crospovidone                           | 1-5  | Alta actividad de hinchamiento.   |

Un mecanismo alternativo de desintegración es usado en comprimidos efervescentes, los cuales utilizan una reacción química de liberación de gas para una desintegración de efecto rápido.

Estos comprimidos contienen un ácido orgánico y un carbonato metálico alcalino el cual, cuando se añade a agua antes de la administración, reacciona para producir dióxido de carbono (Gibson, 2001).

#### **1.6.4. Aditivos empleados en el desempeño de compactados en alimentos**

Los coadyuvantes se encuentran dentro de los aditivos alimentarios, los cuales sirven para dar ciertas funciones tecnológicas en los procesos de manejo de polvos, compactación y desempeño de los compactados en las bebidas elaboradas a partir de éstos.

Al disolver alimentos compactados, éstos deben dar ciertas propiedades a la disolución como puede ser cierta viscosidad o estabilidad para evitar la separación de las fases. Los coadyuvantes de fluidez ayudan a los polvos antes de su compactación, mejorando su flujo.

También se encuentran los aditivos con función tecnológica de espesantes y gasificantes que se emplean, el primero para dar consistencia y el segundo para dar carácter de espumante instantáneo a la bebida elaborada a partir del compactado.

Entre los agentes gasificantes se tienen el bicarbonato de sodio y el ácido cítrico pues el bicarbonato de sodio se descompone en agua y  $\text{CO}_2$  en presencia de ácidos como el ácido cítrico (Badui y col., 1990). En el Cuadro 13 se muestran algunos de estos aditivos, están escritos por sus nombres genéricos conforme al sistema internacional de aditivos alimentarios.

**Cuadro 13. Aditivos empleados en el manejo de polvos y compactación  
(CODEX, 2012).**

| <b>Clases funcionales</b>      | <b>Definición</b>  | <b>Funciones tecnológicas</b>  | <b>Nombre del aditivo alimentario</b>  |
|--------------------------------|--|--|--|
| <b>Coadyuvantes de fluidez</b> | Aditivos alimentarios que reducen la tendencia de los componentes de un alimento a adherirse unos a otros. | Agentes antiaglutinantes<br>Agentes antiadherentes<br>Agentes de secado                | Dióxido de silicio amorfo, bicarbonato de sodio, hidroxipropilmetilcelulosa, dextrinas, almidones, fosfatos, aceite de recino, carbonato de calcio, manitol, celulosa, sales de calcio, amonio, poatsio sodio, estearato, ferrocianuros, silicatos, talco.                             |
| <b>Gasificantes</b>            | Aditivos alimentarios utilizados para introducir dióxido de carbono en un alimento.                        | Gasificantes   | Bicarbonato de sodio, ácido cítrico, dióxido de carbono, carbonato de amonio, trisódico, difosfato dicálcico, dimagnésico, dipotásico, disódico, tetrapotásico, tetrasódico.   |
| <b>Estabilizadores</b>         | Aditivos alimentarios que posibilitan el mantenimiento de una dispersión uniforme de dos o más sustancias. | Estabilizadores de espuma<br>Estabilizadores coloidales<br>Estabilizadores de emulsión | Jarabe de sorbitol, ciclodextrinas, hidroxipropilmetilcelulosa, tartratos, acetato de calcio, citratos, fosfatos, alginatos, agar, carragenina, gomas (xantana, tragacanto, caraya, tara, arábiga, guar, gelana), pectinas, difosfatos, trifostatos, polifosfatos, celulosas, ésteres. |
| <b>Espesantes</b>              | Aditivos alimentarios que acrecientan la viscosidad de un alimento   | Espesantes<br>Agentes de soporte<br>Aglutinantes<br>Agentes texturizadores             | Carboximetilcelulosa, ácido tánico, celulosa, alginatos, agar, carragenina, almidones, arabinogalactana, gomas (algorrobo, guar, tragacanto, arábiga, xantana, karaya, tara, gelana, ghatti, casia) hemicelulosa, gelatina, metilcelulosa, hidroxipropilmetilcelulosa.                 |

### **1.6.5. Atrición**

La atrición se define como escoriación superficial o abrasión y es uno de los mayores problemas en los procesos industriales con aglomerados y partículas sólidas. La atrición causa la formación de polvo finamente dividido y se asocia con problemas de ambiente, degradación de la calidad del producto y cambios en el comportamiento de flujo de conjunto.

Tres mecanismos determinan el proceso de atrición: fractura, erosión y cortado. En el primero, a partir de partículas grandes se forman partículas de menor tamaño por rotura. La erosión provoca la formación de finos, mientras que el cortado provoca la creación de partículas finas y cortadas (Alvarado y Aguilera, 2001).

### **1.6.6. Medición de las propiedades mecánicas de compactados de polvos**

Hay dos tipos principales de estudios de compactación usados para caracterizar materiales: relaciones presión/volumen y relaciones presión/fuerza. Aunque en última instancia es la fuerza de una tableta la que es importante, las relaciones presión/volumen proporcionan la información acerca de las propiedades de compactación de un material que permiten que se desarrolle una apropiada formulación (Gibson, 2001).

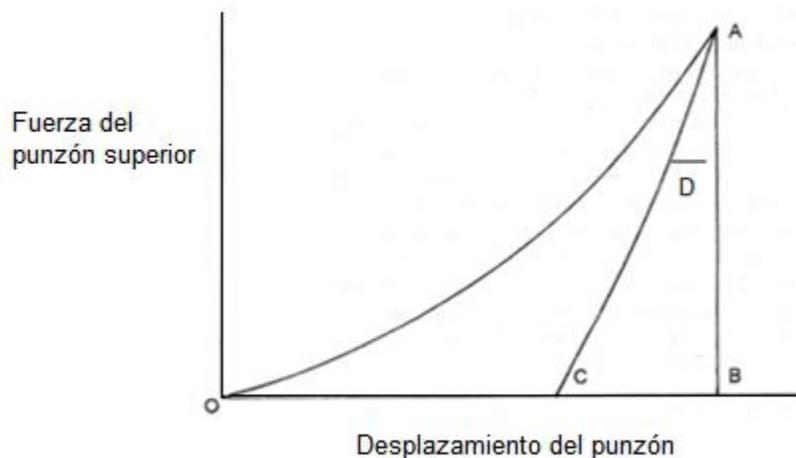
#### Elasticidad

La elasticidad se puede determinar tanto monitoreando la energía elástica durante la fase de descompresión de un compactado dentro de la matriz o comparando las dimensiones del compactado expulsado con las dimensiones del compactado dentro de la matriz a la presión de compactación máxima. La energía elástica se determina graficando una curva de fuerza-desplazamiento. Si la fuerza de compresión es graficada contra el desplazamiento se obtiene una curva con una pendiente progresivamente creciente alcanzando una fuerza máxima en el punto de separación (Gibson, 2001).

Conforme el punzón comienza a retroceder, el compactado se extenderá debido a su recuperación elástica y permanecerá en contacto con el punzón. Esta recuperación es aparente a partir de la curva fuerza-desplazamiento.

Si el material que está siendo comprimido es verdaderamente elástico, la curva para la fase de descompresión (AC) se superpondría a la fase de compresión (AO). Para un material verdaderamente plástico la fuerza caería a cero inmediatamente que el punzón empezara a regresar (AB). Los materiales farmacéuticos tienden a mostrar combinaciones de deformación elástica y plástica, ver Figura 12 (Gibson, 2001).

Integrando las curvas de fuerza-desplazamiento se obtiene una medida de la energía implicada en el proceso de compactación (Figura 12) y es posible calcular tanto la energía elástica como la energía neta de compactación. El trabajo total de compactación se representa por el área definida por OAB; el trabajo elástico por CAB. El trabajo neto de compactación es el área definida por OAC.



*Figura 12.* Curva de fuerza-desplazamiento durante la compactación de polvos (Gibson, 2001).

Se pueden observar dos fases en la etapa de descompresión (AC). La primera fase (AD) se caracteriza por una recuperación puramente elástica y es usada para determinar el módulo de elasticidad en la descarga (Figura 12).

La segunda fase de la descarga (DC) se caracteriza por ambas deformaciones, la elástica y la plástica. Durante la primera fase, en la etapa de descarga, la muestra de polvo presenta una respuesta lineal la cual es característica de una deformación elástica reversible (Stasiak, y col., 2010).

Una medida alternativa de la elasticidad es el porcentaje de recuperación elástica ( $ER\%$ ) que se muestra en la Ecuación 6.

$$ER = \frac{H - H_c}{H_c} \times 100 \quad \text{.....Ecuación 6}$$

Donde  $H$ = el grosor del compactado después de la expulsión y la recuperación y  $H_c$ = el mínimo espesor bajo carga (Gibson, 2001).

### Caracterización mecánica de compactados

- Dureza por indentación

La fuerza de una tableta se puede determinar mediante la prueba de dureza por indentación. El principio de la prueba de dureza por indentación es que un indentador duro de geometría específica, (esfera o pirámide de base cuadrada), presione la superficie del material de prueba con una carga conocida y se mida el tamaño de indentación que se produce. La dureza del material es el esfuerzo dividido entre el área de la penetración, para dar una medida de la presión de contacto (Gibson, 2001).

Hay dos tipos de prueba de dureza: prueba estática que implica una indentación permanente en la superficie del material de prueba y la prueba dinámica en la cual un dispositivo se deja caer en el material de prueba desde una distancia conocida.

La prueba de Brinell, un ejemplo de método estático, es el método más comúnmente usado para determinar la dureza de materiales farmacéuticos. En la prueba Brinell, una bola de diámetro  $D$  es presionada en la superficie del material, y una carga  $F$  se aplica por 30 s y después se retira.

Se mide el diámetro  $d_1$  que se produce por la penetración, y el número de dureza Brinell ( $BHN$ ) es calculado por la Ecuación 7 (Gibson, 2001).

$$BHN = \frac{2F}{\pi D_I \left( D_I - \sqrt{D_I^2 - d_I^2} \right)} \quad \text{.....Ecuación 7}$$

Para determinar la fuerza de compactados de polvos alimenticios se emplean geometrías cilíndricas, de cono y placa, las cuales presionan el compactado y se mide la fuerza a la cual el compactado se rompe y la distancia de ruptura en el caso del cono (Figura 13) y con la placa se mide la fuerza para presionar el compactado una distancia conocida.



*Figura 13.* Prueba de dureza por penetración.

### **1.7. Diseño Taguchi**

Un diseño de Taguchi, o arreglo ortogonal, es un método para diseñar experimentos que usualmente requieren sólo una fracción de las combinaciones factoriales completas. Un arreglo ortogonal significa que el diseño está balanceado, de manera que los niveles de factores se ponderan equitativamente. Por ello, cada factor puede ser evaluado de manera independiente de todos los demás factores, de manera que el efecto de un factor no ejerce influencia en la estimación de otro factor (Ayuda del Minitab 16.1.0-Minitab Inc., 2010).

## CAPÍTULO II

### METODOLOGÍA DE LA EXPERIMENTACIÓN

#### 2.1. Objetivos

##### **Objetivo General**

Evaluar el efecto de coadyuvantes sobre las propiedades físicas de fluidez y compactabilidad de mezclas de polvos, para preparar una bebida de chocolate así como sobre el desempeño de sus compactados.

##### **Objetivo particular 1**

Determinar las propiedades físicas (densidad aparente y compactada, tamaño de partícula, humedad) y de fluidez (dinámica de compactación, ángulo de reposo) de cada uno de los ingredientes principales de la mezcla de polvos para la bebida (leche descremada, suero de leche, azúcar, cocoa, café, maltodextrina) estableciendo sus características individuales.

##### **Objetivo particular 2**

Analizar el efecto de cada uno de los coadyuvantes de fluidez (1% de dióxido de silicio y 5% de maltodextrina), de compactación (1% de celulosa microcristalina, 5% de dextrosa anhidra y 6% de jarabe de sorbitol) sobre la fluidez/compactabilidad de la formulación base por medio de la medición de la función de flujo y dinámica de compactación.

##### **Objetivo particular 3**

Determinar el efecto de la concentración del dióxido de silicio y maltodextrina (coadyuvantes para la fluidez) y de la celulosa microcristalina (coadyuvante para compactación), sobre las propiedades físicas (densidad y humedad), de fluidez (compactabilidad, ángulo de reposo y función de flujo) de las mezclas de polvos, utilizando un diseño Taguchi, seleccionando los niveles que proporcionen mezclas con buena fluidez y evaluando el desempeño de sus compactados (dureza, disolución y formación de espuma).

## 2.2. Diseño experimental para el objetivo 3

Las mezclas de los polvos se combinaron a través de un diseño Taguchi L9 (3\*\*3), ver Cuadro 14.

Cuadro 14. Diseño Taguchi L9 (3\*\*3).

| Clave          | Dióxido de silicio (%) | Celulosa microcristalina (%) | Maltodextrina (%) |
|----------------|------------------------|------------------------------|-------------------|
| 0DS, 0CM, 0MD  | 0.0                    | 0.0                          | 0.0               |
| 0DS, 1CM, 5MD  | 0.0                    | 1.0                          | 5.0               |
| 0DS, 2CM, 10MD | 0.0                    | 2.0                          | 10                |
| 1DS, 0CM, 5MD  | 1.0                    | 0.0                          | 5.0               |
| 1DS, 1CM, 10MD | 1.0                    | 1.0                          | 10                |
| 1DS, 2CM, 0MD  | 1.0                    | 2.0                          | 0.0               |
| 2DS, 0CM, 10MD | 2.0                    | 0.0                          | 10                |
| 2DS, 1CM, 0MD  | 2.0                    | 1.0                          | 0.0               |
| 2DS, 2CM, 5MD  | 2.0                    | 2.0                          | 5.0               |

El número es la concentración (0%, 1%, 2%, 5%, 10%).  
Las letras son las iniciales de los coadyuvantes.  
**DS**=dióxido de silicio; **MD**=maltodextrina; **CM**=celulosa microcristalina  
**Nota:** Las claves se usaron en los resultados y en el análisis de resultados.

Todas las pruebas se realizaron por triplicado y se calculó la media, desviación estándar y coeficiente de variación de cada una de las propiedades.

Con el diseño Taguchi se obtuvo el nivel de influencia de cada coadyuvante en estudio, en cada propiedad evaluada. Se realizó también un análisis de varianza de una sola vía teniendo como variable las formulaciones del diseño Taguchi, a fin de determinar para cada propiedad evaluada las formulaciones que eran estadísticamente diferentes por medio de la prueba de Tukey.

## 2.3. Materiales de la formulación base

En el Cuadro 15 se muestran los ingredientes y coadyuvantes que se emplearon para la formulación de la bebida.

*Cuadro 15.* Ingredientes y coadyuvantes empleados en los compactados de polvos para una bebida instantánea de chocolate caliente.

| <b>Ingredientes</b>                      | <b>Marca</b>                 |
|--|------------------------------|
| Leche descremada                         | La mesa                      |
| Azúcar refinada                          | Marca Libre                  |
| Concentrado de suero de leche<br>WPC 34% | Hegart                       |
| Cocoa                                    | Hershey's                    |
| Café soluble                             | ORO                          |
| Vainilla                                 | Central de Drogas            |
| Bicarbonato de sodio                     | Droguería Cosmopolita        |
| Ácido cítrico                            | Droguería Cosmopolita        |
| Bióxido de titanio                       | Central de Drogas            |
| Canela molida                            | Golden Hills                 |
| Carboximetilcelulosa (7H4F)              | Central de Drogas            |
| Celulosa microcristalina pH 102 NF       | Central de Drogas            |
| Jarabe de sorbitol                       | Padoquimia S.A.de C.V.       |
| Dióxido de silicio (Neosyl TS)           | Watson Phillips S.A. de C.V. |
| Dextrosa anhidra                         | Central de Drogas            |
| Maltodextrina (Amidex 10)                | Arancia                      |

#### **2.4. Actividades preliminares**

Se diseñó una formulación en polvo para preparar chocolate caliente en presentación de capsulas para bebidas instantáneas. De dicha formulación se pesaron 10 g de la mezcla de los ingredientes principales y se disolvieron en 80 ml de agua caliente. Se probó el sabor y se fue ajustando la cantidad de café, cocoa y azúcar hasta obtener las características de sabor que agradaron al experimentador.

## **2.5. Preparación de las mezclas de polvos**

Los polvos de las diferentes formulaciones se pesaron en una balanza analítica marca OHAUS, modelo Adventurer (país de origen China). Ya pesados los polvos se mezclaron en el vaso con una espátula por un tiempo de 1 minuto y se cambiaron a un bote de 1L de capacidad con tapa para mezclarlos mediante una agitación de arriba hacia abajo 20 veces y 20 veces de un lado al otro.

## **2.6. Métodos de evaluación**

### **2.6.1. Evaluación de los polvos**

Primero se evaluaron los ingredientes principales (leche descremada, suero de leche, azúcar, cocoa, café y maltodextrina), posteriormente se les hicieron pruebas a la mezcla de los ingredientes básicos sin coadyuvantes y por último se realizaron las pruebas a las mezclas de los ingredientes básicos con las diferentes concentraciones de coadyuvantes indicados en el Cuadro 14. A continuación se describen los métodos que se utilizaron.

#### Humedad

La humedad se determinó por el método de termobalanza marca OHAUS, modelo M1345 (país de origen Suiza). Se agregaron 3 g de muestra y la prueba se realizó en el modo rápido con criterio de terminación A 60 (pérdida de peso no mayor de 1 mg/min), a una temperatura de 110 °C. Se reportó humedad en porcentaje (Palacios y col., 2013).

#### Distribución de tamaño de partícula

La distribución de tamaño de partícula se determinó mediante el método de tamizado a temperatura de 24 °C ± 2 °C. Se emplearon tamices de acero inoxidable de la serie U.S. de 3 pulgadas de diámetro con las siguientes aberturas: malla 20 (841 µm), malla 40 (420 µm), malla 60 (250 µm), malla 80 (177 µm), malla 120 (125 µm) y malla 200 (74 µm).

Se acomodaron los tamices de mayor abertura en la parte de arriba y los de menor abertura en la parte de abajo. Se colocaron 5 g de muestra en el primer tamiz de la serie y posteriormente se colocaron en el agitador de tamices (sin marca ni modelo) y se accionó durante 10 minutos.

Para evitar la aglomeración de los polvos se colocaron en cada uno de los tamices dos cubos de hule de 1 cm<sup>3</sup>, limando las esquinas y bordes para evitar daño en las mallas. Se recuperó la fracción de muestra retenida en cada tamiz, se pesó, y se calculó la fracción de la muestra retenida en cada malla. Finalmente se construyó la curva de distribución diferencial de tamaños (Fuente y col., 2006).

#### Densidad aparente y compactada

La densidad aparente se determinó colocando 7 cm<sup>3</sup> de muestra de polvo en una probeta graduada de 10 mL marca Pyrex, previamente pesada, y posteriormente se pesó con muestra. La prueba se realizó a temperatura de 24 °C ± 2 °C. Se reportó en g/cm<sup>3</sup> de acuerdo a la Ecuación 8 (Fuente y col., 2006).

$$\rho = \frac{m}{v} \quad \text{.....Ecuación 8}$$

Donde  $\rho$ = densidad (g/cm<sup>3</sup>)

$m$ = masa (g)

$v$ =volumen (cm<sup>3</sup>)

Para la densidad compactada, una vez pesada la probeta se sometió a 200 golpeteos con la mano a una altura de 20 cm para obtener un volumen constante, el cual se registró. La densidad compactada se determinó utilizando la Ecuación 8. Con los datos obtenidos de la densidad aparente y compactada se calculó el índice de Hausner, de acuerdo a la Ecuación 9 (Fuente y col., 2006).

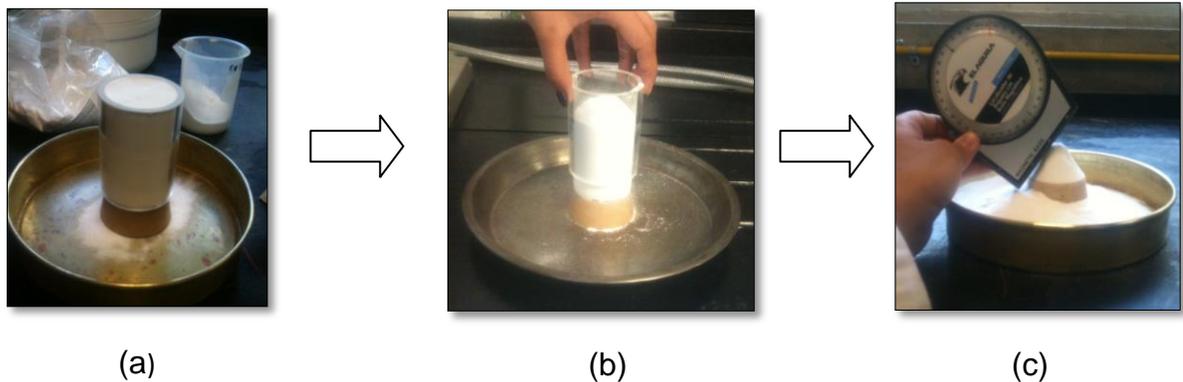
$$\text{Índice de Hausner} = \frac{\rho_c}{\rho_o} \quad \text{.....Ecuación 9}$$

Donde  $\rho_c$ = densidad compactada (g/cm<sup>3</sup>)

$\rho_o$ = densidad aparente (g/cm<sup>3</sup>)

### Ángulo de reposo estático derramado

Para la realización de la prueba de flujo, se utilizó un cilindro de acrílico, de 53.36 mm diámetro y 81.97 mm de altura, que se llenó con el polvo completamente hasta el ras, quietándolo el exceso con una espátula, para dejar una superficie lisa. El cilindro se deslizó hacia arriba hasta que el polvo cayó por completo sobre una base cilíndrica de hule, de 57.04 mm de diámetro y 30.58 mm de alto, que se encontraba en la parte de abajo del cilindro (Figura 14). Se midió el ángulo, con un localizador de ángulos marca El Águila (país de origen China), entre el cono formado por el polvo en la base cilíndrica y la superficie plana, cuando concluyó el proceso de caída. Se reportó el ángulo de reposo (Palacios y col., 2013).



*Figura 14.* Medición del ángulo de reposo estático derramado. a) Llenado del cilindro con polvo. b) Levantamiento del cilindro. c) Medición del ángulo.

### Función de flujo

La función de flujo se llevó a cabo en un texturómetro marca Stable Micro Systems, modelo TA-XT2i (país de origen Inglaterra), con una celda de carga de 50 kg y una placa de 7.5 cm de diámetro. Es una prueba de compresión uniaxial que consiste en dos etapas. Una etapa de compactación de los polvos a diferentes esfuerzos y la determinación del esfuerzo de cedencia de los compactados obtenidos (Fitzpatrick y col., 2003).

- Etapa de compactación

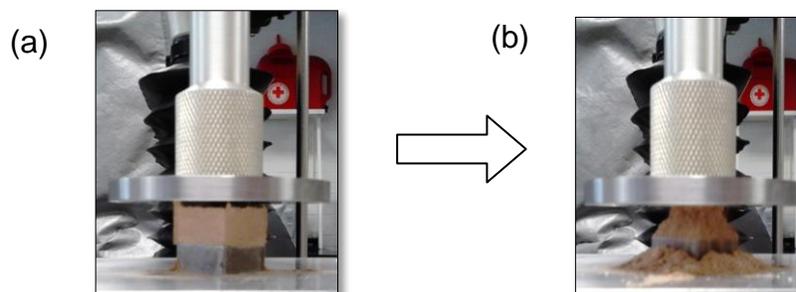
Se utilizó un dispositivo diseñado para este fin (Figura 15), que consta de una matriz de acero con una cavidad en forma de prisma rectangular en el centro, dentro de la cual se colocaron 5 g de muestra de mezcla de polvos y mediante un punzón de acero, se compactó el polvo a diferentes fuerzas de compactación (100-450 N), con una velocidad de 2 mm/s y una fuerza de contacto de 0.10 N. Se registraron las fuerzas de compactación.



*Figura 15.* Compactación del polvo con matriz y punzón adaptados para el texturómetro.

- Determinación de esfuerzo de cedencia

El polvo compactado se sacó abriendo la matriz y se colocó en el centro del texturómetro, se comprimió hasta romperlo con una velocidad de 2 mm/s, una distancia de compresión de 5 mm y una fuerza de contacto de 0.05 N, (Figura 16). Se obtuvieron las fuerzas de cedencia (N), ver Figura 17.



*Figura 16.* Determinación del esfuerzo de cedencia del compactado en el texturómetro. (a) Antes de la ruptura. (b) Después de la ruptura.

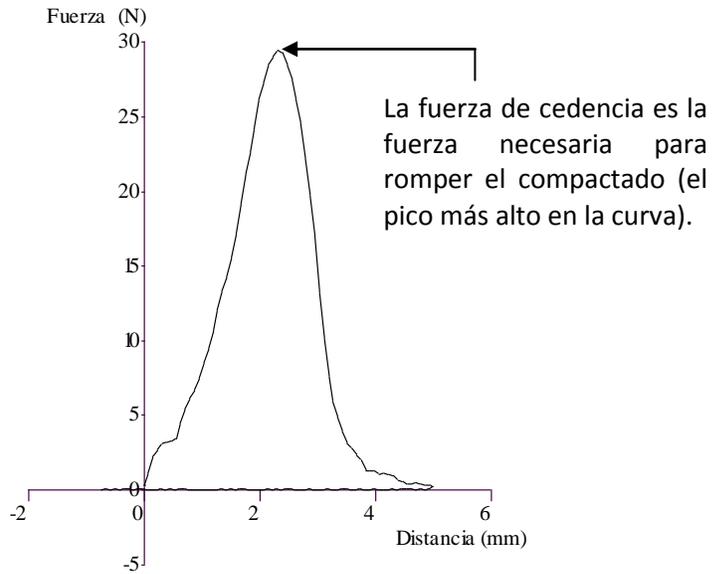


Figura 17. Curva fuerza-distancia durante la ruptura del polvo compactado.

- Obtención de la función de flujo

Las fuerzas de compactación y de cedencia que se obtuvieron se convirtieron a esfuerzo dividiendo entre el área de contacto (Ecuación 10 y 11) y posteriormente se construyó una gráfica del esfuerzo de cedencia en función del esfuerzo de compactación, ver Figura 18.

$$\text{Esfuerzo de cedencia } \left(\frac{N}{m^2}\right) = \frac{\text{Fuerza de cedencia (N)}}{\text{Área (m}^2\text{)}} \quad \text{.....Ecuación 10}$$

$$\text{Esfuerzo de compactación } \left(\frac{N}{m^2}\right) = \frac{\text{Fuerza de compactación (N)}}{\text{Área (m}^2\text{)}} \quad \text{.....Ecuación 11}$$

Área experimental= 0.000421 m<sup>2</sup>

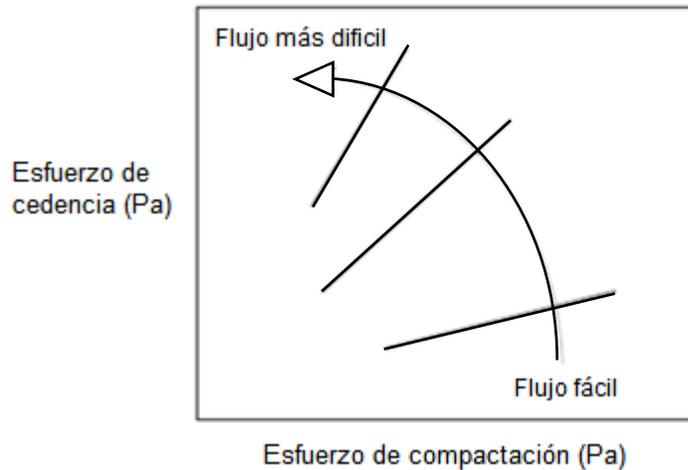


Figura 18. Curva de función de flujo (Fitzpatrick y col., 2003).

Las curvas de esfuerzo de cedencia en función del esfuerzo de compactación se ajustaron a un modelo lineal (Ecuación 12).

$$\sigma_c = a + b\sigma_0 \quad \text{.....Ecuación 12}$$

$\sigma_c$  = esfuerzo de cedencia

$a$  = ordenada al origen

$\sigma_0$  = esfuerzo de compactación

$b$  = pendiente

$$\text{Función de flujo (ff}_c\text{)} = \frac{1}{b}$$

Fitzpatrick y col. (2003) mencionan que la función de flujo ( $ff_c$ ) se define como el inverso de la pendiente ( $b$ ) y que Jenike usó la función de flujo para clasificar la fluidez de polvos, al representar un flujo más fácil los valores altos.

### Dinámica de la compactación

La dinámica de compactación se llevó a cabo en un texturómetro marca Stable Micro Systems, modelo TA-XT2i (país de origen Inglaterra), con una celda de carga de 50 kg.

Esta prueba se obtuvo analizando la curva fuerza-distancia en la etapa de compactación de la función de flujo con una fuerza de 450 N, como se muestra en la Figura 19 (Palacios y col., 2013).

Se calculó el módulo elástico, el cual es la pendiente inicial durante la descompresión (del punto 2 al 3) (Stasiak y col, 2010); la distancia de compactación (del punto 1 al 2); el % de elasticidad (relación entre la distancia del punto 2 al 4 y la distancia de compactación), % de trabajo elástico (relación entre el área del punto 2 al 4 y el área del punto 1 al 2) y trabajo para comprimir 1mm (relación entre área del punto 1 al 2 y la distancia del punto 1 al 2).

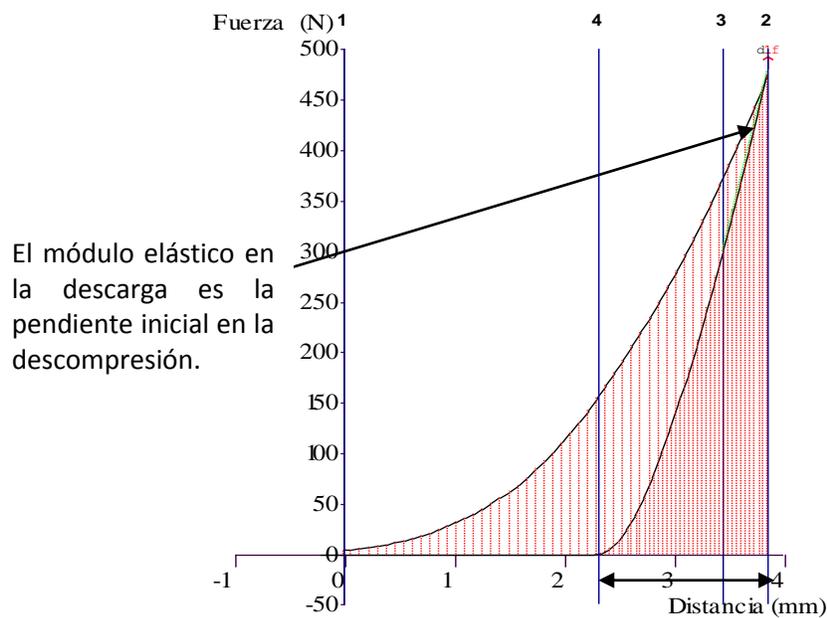


Figura 19. Curva fuerza-distancia durante la compactación de polvos.

## 2.6.2. Evaluación de los compactados

De los resultados de las pruebas anteriores se seleccionaron aquellas mezclas de polvos que mostraron buenas propiedades de fluidez y compactación para la preparación y evaluación del desempeño de los compactados.

A 5 g de las mezclas de los polvos se le añadió 6% de jarabe de sorbitol (coadyuvante de compactación) para dar lugar a una granulación previa a la compactación.

Las mezclas granuladas se sometieron a un proceso de compresión con el equipo de compactación operado con aire a presión y diseñado en el Laboratorio de Propiedades Reológicas y Funcionales en Alimentos (LAPRYFAL) de la FES Cuautitlán (Figura 20) con una presión de  $3 \text{ kg/cm}^2$  durante un tiempo de 60 s para así obtener los compactados, los cuales se sometieron posteriormente a un proceso de secado por un tiempo de una hora en un horno convectivo a una temperatura de  $40 \text{ }^\circ\text{C}$ ; a estos compactados se les realizaron las pruebas de dureza, tiempo de disolución y rendimiento de espuma.

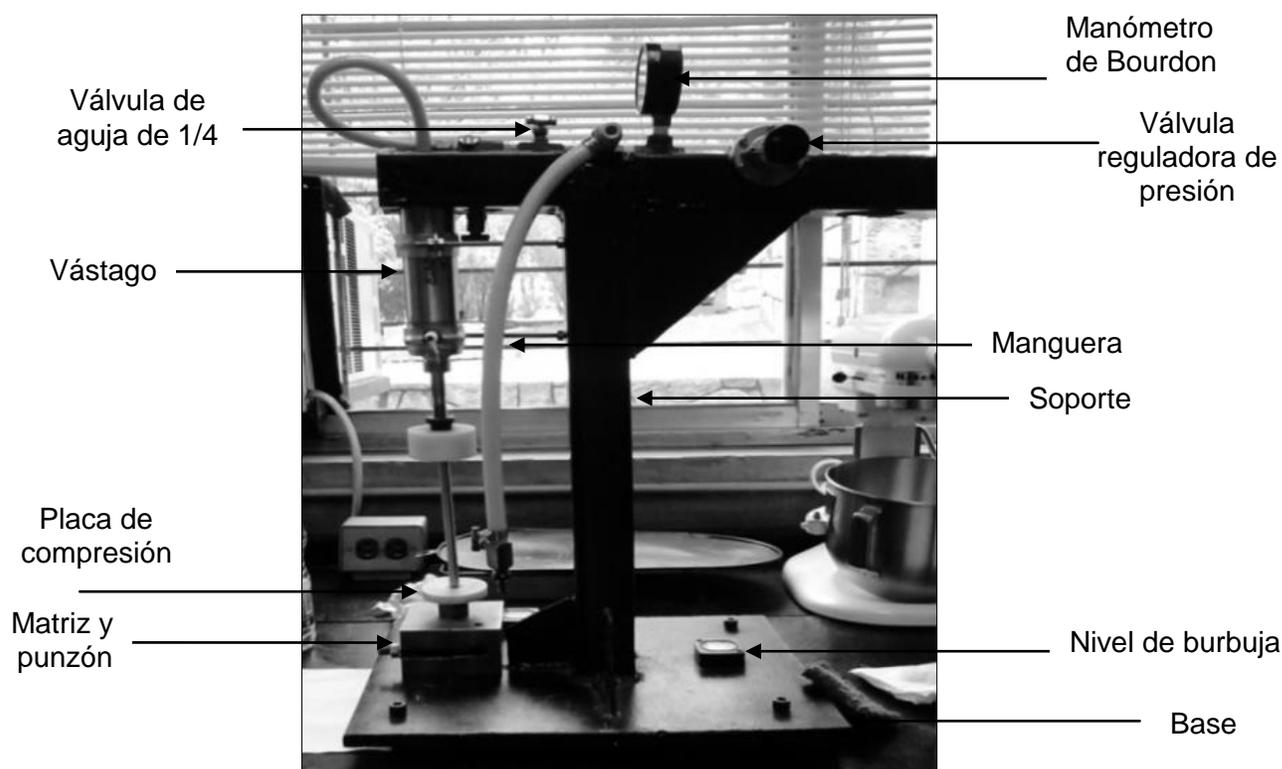


Figura 20. Equipo de compactación.

Cuadro 16. Especificaciones de las partes del equipo de compactación.

| Partes                               | Especificaciones   |                         |
|--------------------------------------|--------------------|-------------------------|
| Manómetro de Bourdon                 | Marca              | Metron                  |
|                                      | Presión que regula | 1-7 kg/cm <sup>2</sup>  |
| Válvula reguladora de presión        | Marca              | SMC Presition Regulator |
|                                      | Modelo             | NIR200                  |
|                                      | Presión que regula | 0.7-30 psi              |
|                                      | Presión máxima     | 100 psi                 |
| Fuente de aire a presión (compresor) | Marca              | Master Hardware         |
|                                      | Presión máxima     | 120 psi                 |
|                                      | Potencia           | 2.5 HP                  |
| Base y soporte                       | Material           | Acero al carbón         |
| Placa de compresión                  |                    | Teflón                  |
| Matriz y punzón                      |                    | Acero                   |
| Mangueras                            |                    | Hule                    |

#### Dureza del compactado

La dureza del compactado se midió en un texturómetro marca Stable Micro Systems, modelo TA-XT2i (país de origen Inglaterra), con una celda de carga de 50 kg. El compactado se colocó en el centro del texturómetro, dónde se comprimió por 2 métodos.

- Compresión con placa: con una geometría de placa de 7 cm de diámetro, a una distancia de 2 mm con una velocidad de prueba de 2 mm/s y una fuerza de contacto de 5 g. En esta prueba los compactados no se rompían.
- Punción con cono: con una geometría de cono de acero inoxidable de 65°, a una distancia de 5 mm, con una velocidad de prueba de 2 mm/s y una fuerza de contacto de 5 g. En esta prueba los compactados se rompían.

De esta prueba se obtuvo fuerza y distancia de ruptura del compactado con el cono (Figura 21a) y fuerza a la máxima distancia con la placa (Figura 21b).

La dureza es la fuerza máxima durante la compresión o punción (Palacios y col., 2013).

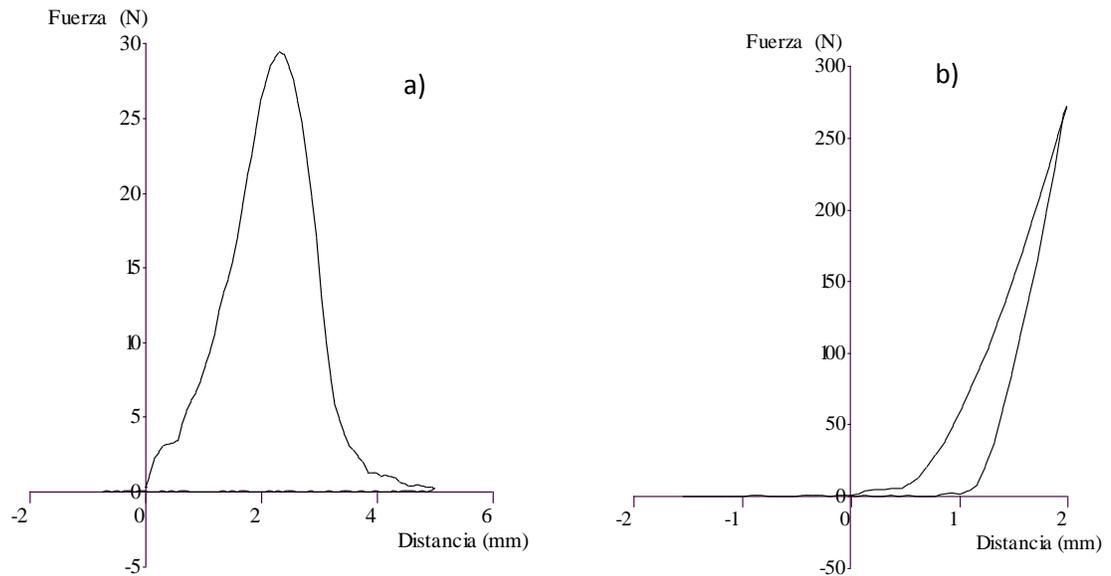


Figura 21. Curvas fuerza-distancia con geometría de cono (a) y placa (b).

#### Tiempo de disolución del compactado

El tiempo de disolución se llevó a cabo en un vaso de precipitado de 250 mL, al cual se le agregaron 40 mL de agua a una temperatura de  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , posteriormente se colocó el compactado en el vaso con agua y se humectó hasta romperlo; se calentó en horno de microondas marca Daewoo, modelo KOR-147HBS, hasta llegar a una temperatura entre  $60\text{-}70\text{ }^{\circ}\text{C}$ , que dependía de la potencia del horno, y se agitó hasta su completa disolución. Se reportó el tiempo (s) necesario para la disolución (Palacios y col., 2013).

### Rendimiento de espuma

Se llevó a cabo la misma metodología que en la prueba de tiempo de disolución del compactado. Cuando se disolvió por completo el compactado, se marcó con un plumón el principio y la altura de la espuma formada por la bebida. Se vació la bebida de chocolate y posteriormente se llenó otra vez el vaso con agua a temperatura de 25 °C hasta la marca de la altura de la espuma y después el agua que se encontraba entre las marcas de la espuma se midió en una probeta de 100 mL marca Pyrex. Se reportó en porcentaje de acuerdo a la Ecuación 13 (Palacios y col., 2013).

$$\% \text{ de espuma} = \frac{\text{Volumen de espuma}}{\text{Volumen inicial del líquido}} * 100 \quad \text{.....Ecuación 13}$$

## CAPÍTULO III

### RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

#### 3.1. Determinación de sabor de la bebida de chocolate caliente

De acuerdo a lo descrito anteriormente se obtuvieron las concentraciones de los ingredientes básicos a utilizar (Cuadro 17).

*Cuadro 17.* Formulación base de compactados de polvos para una bebida instantánea de chocolate caliente.

| Ingredientes                            | Porcentaje |
|---|------------|
| Azúcar                                  | 40.0       |
| Leche descremada                        | 25.5       |
| Concentrado de suero de leche (WPC 34%) | 13.0       |
| Cocoa                                   | 6.5        |
| Café soluble                            | 6.5        |
| Vainilla                                | 0.8        |
| Bicarbonato de sodio                    | 2.8        |
| Ácido cítrico                           | 2.3        |
| Bióxido de titanio                      | 1.5        |
| Canela molida                           | 0.8        |
| Carboximetilcelulosa (7H4F)             | 0.3        |

Se puede observar que el ingrediente que se encontraba en mayor proporción era el azúcar, lo que pudo ayudar a la fluidez de la mezcla de polvos debido a su gran tamaño de partícula, baja humedad y buena fluidez como se discutirá en el siguiente apartado. Por otro lado, se tiene, que al sumar los ingredientes restantes dieron como resultado el 60% lo cual no fue favorable para la mezcla de polvos debido a que presentaron un pequeño tamaño de partícula, humedad más alta y una fluidez baja.

### 3.2. Evaluación de las propiedades físicas y de fluidez de los ingredientes principales

#### 3.2.1. Humedad de los ingredientes principales

En el Cuadro 18 se presenta el porcentaje de la humedad promedio de cada uno de los ingredientes principales de la formulación.

*Cuadro 18.* Humedad de los ingredientes principales.

| <b>Ingrediente</b> | <b>Humedad (%)</b> | <b>C. V. (%)</b> |
|--------------------|--------------------|------------------|
| Maltodextrina      | 6.18               | 0.67             |
| Café               | 5.55               | 0.95             |
| Leche descremada   | 5.30               | 2.55             |
| Suero de leche     | 3.76               | 2.55             |
| Cocoa              | 3.41               | 1.18             |
| Azúcar             | 3.53               | 21.50            |

En el Cuadro 18 se observa que el azúcar presentó menor porcentaje de humedad lo que es favorable para la fluidez de las mezclas de polvos ya que es la que está en mayor proporción en las formulaciones.

La maltodextrina mostró el mayor porcentaje de humedad, seguida del café y leche descremada lo cual es un problema para la fluidez ya que Teunou y col. en 1998 mencionan que a mayor contenido de agua, el polvo se vuelve más cohesivo y es más difícil que fluya.

El suero de leche y cocoa presentaron humedades de alrededor de 3% y el azúcar la humedad más baja. Cabe mencionar que entre leche descremada, suero de leche, cocoa y café suman 51.5% de la formulación y presentaron humedades de 3.4-5.5%, lo que puede presentar problemas de fluidez.

Fitzpatrick y col. en 2006 mencionan que la cohesividad de los polvos aumenta a mayor contenido de humedad debido a la formación de puentes líquidos y que todos los polvos tienen una tendencia a absorber humedad cuando están en íntimo contacto con el aire; sin embargo, los polvos con un mayor contenido de lactosa amorfa, son más sensibles a absorber humedad dando lugar a problemas de apelmazamiento, como es el caso de la leche descremada y el suero de leche.

De acuerdo a datos reportados por Teunou y col. en 1998 y Fitzpatrick y col. en 2006, la leche descremada presenta una humedad de 4.6%, mientras que en la experimentación se obtuvo una humedad de 5.3%, lo que muestra que los polvos al estar en contacto con el aire o al tener un almacenamiento inapropiado, tienden a aumentar su contenido de humedad y es mayor en alimentos en polvo con contenido de lactosa amorfa, como es el caso de la leche descremada.

### 3.2.2. Densidad aparente y compactada de los ingredientes principales

En el Cuadro 19 se muestran los resultados promedio de las densidades aparente y compactada, con las cuales se obtuvo el índice de Hausner para tener una referencia del tipo de flujo de cada uno de los ingredientes principales.

*Cuadro 19.* Densidad aparente, compactada, índice de Hausner y tipo de flujo de los ingredientes principales.

| <b>Ingrediente</b> | <b>Densidad aparente (g/cm<sup>3</sup>)</b> | <b>Densidad compactada (g/cm<sup>3</sup>)</b> | <b>Índice de Hausner</b> | <b>C. V. (%)</b> | <b>Tipo de flujo</b> |
|--------------------|---|---|--------------------------|------------------|----------------------|
| Cocoa              | 0.342                                       | 0.475   | 1.39                     | 1.15             | Pobre                |
| Maltodextrina      | 0.416                                       | 0.579   | 1.39                     | 1.15             | Pobre                |
| Leche descremada   | 0.546                                       | 0.712   | 1.30                     | 1.08             | Aceptable            |
| Café               | 0.543                                       | 0.679   | 1.25                     | 0                | Adecuado             |
| Suero de leche     | 0.591                                       | 0.709   | 1.20                     | 0.99             | Adecuado             |
| Azúcar             | 0.894                                       | 0.953   | 1.07                     | 3.17             | Excelente            |

El Cuadro 19 muestra que el azúcar de acuerdo al índice de Hausner presentó un flujo excelente ya que el valor de densidad compactada sólo varió 0.05 en comparación con la densidad aparente. Al contrario, la cocoa y la maltodextrina presentaron un flujo pobre ya que los valores de densidad compactada con respecto a la aparente variaron 0.13 y 0.16 respectivamente. Lo que demostró que a menor diferencia entre la densidad aparente y la compactada, mayor fluidez tendrá el polvo.

La leche descremada presentó un flujo aceptable, el café y el suero de leche mostraron un flujo adecuado. Nagel y Peck en 2003 mencionan que partículas con alta densidad y baja porosidad interna tienden a poseer características de flujo libre, como se vio en el caso del azúcar que presentó el valor más alto de densidad aparente. Por otro lado, también mencionan que polvos que son porosos y de baja densidad son a menudo densificados por granulación, ya que poseen características de flujo pobre, como es el caso de la cocoa que presentó el valor más bajo de densidad aparente.

### **3.2.3. Ángulo de reposo de los ingredientes principales**

Se evaluarón los ángulos de reposo de los ingredientes que se encontraban en mayor proporción y que afectaban en mayor medida las propiedades de fluidez de las mezclas, Palacios y col. (2013) midieron los ángulos de reposo de éstos mismos ingredientes y se obtuvieron resultados similares en cuanto al azúcar, mientras que con la maltodextrina se obtuvieron humedades más altas y por lo tanto un ángulo de reposo más alto; se puede decir que a mayor tiempo de almacenamiento de los polvos, éstos absorben humedad y disminuyen su fluidez, en mayor medida con polvos de menor tamaño de partícula.

En el Cuadro 20 se presentan los resultados promedio del ángulo de reposo y el tipo de flujo con base en este valor, que muestran cada uno de los ingredientes principales de la formulación.

Cuadro 20. Ángulo de reposo y tipo de flujo de los ingredientes principales.

| <b>Ingrediente</b> | <b>Ángulo de reposo (°)</b> | <b>C. V. (%)</b> | <b>Tipo de flujo</b> |
|--------------------|-----------------------------|------------------|----------------------|
| Cocoa              | 66                          | 6.06             | Extremadamente pobre |
| Café               | 64                          | 1.79             | Muy pobre            |
| Leche descremada   | 63                          | 4.56             | Muy pobre            |
| Maltodextrina      | 63                          | 7.46             | Muy pobre            |
| Suero de leche     | 57                          | 4.64             | Muy pobre            |
| Azúcar             | 35                          | 1.63             | Bueno                |

En el Cuadro 20 se observa que los diversos polvos a excepción del azúcar presentaron un flujo muy pobre ya que tienen ángulos de reposo muy elevados. Teunou y col. en 1998, mencionan que la leche descremada así como el suero de leche contienen lactosa en estado amorfo, la cual es muy higroscópica y al estar en contacto la lactosa con el agua se forman puentes líquidos entre las partículas lo que causa apelmazamiento. La leche descremada presentó una alta humedad (5.3%) por lo que se formaron ángulos de reposo grandes de 63° al momento de caer sobre la superficie plana. La cocoa presentó el ángulo de reposo más alto, con un flujo extremadamente pobre, seguido del café, leche descremada, maltodextrina y suero de leche que presentaron flujos muy pobres.

El azúcar mostró una pila cónica clásica (Figura 22b), mientras que la cocoa, maltodextrina, café, suero de leche y leche descremada formaron una pila muy irregular (Figura 22a), lo cual coincide con lo observado por Lumay y col. en 2012. Contrario al azúcar granular, la leche descremada en polvo es fuertemente cohesiva debido al tamaño pequeño de las partículas. Este ejemplo muestra claramente que la forma de la pila depende fuertemente de las propiedades de la partícula. En particular, un material granular cohesivo da un valor alto de ángulo de reposo y fuertes desviaciones de la forma del cono, lo que nos dice que la mayoría de los alimentos en polvo de esta experimentación son materiales granulares cohesivos, ya que presentaron ángulos de reposo altos.

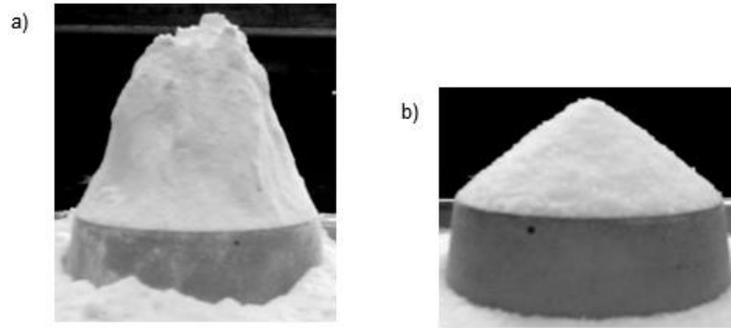


Figura 22. Formas típicas de pilas formadas por materiales granulares. (a) Pila irregular obtenida de un material cohesivo (leche descremada en polvo). (b) Pila clásica cónica obtenida de un material no cohesivo (azúcar granular).

### 3.2.4. Relación entre ángulo de reposo e índice de Hausner de los ingredientes principales

La Figura 23 presenta la relación entre el ángulo de reposo y el índice de Hausner de los ingredientes principales.

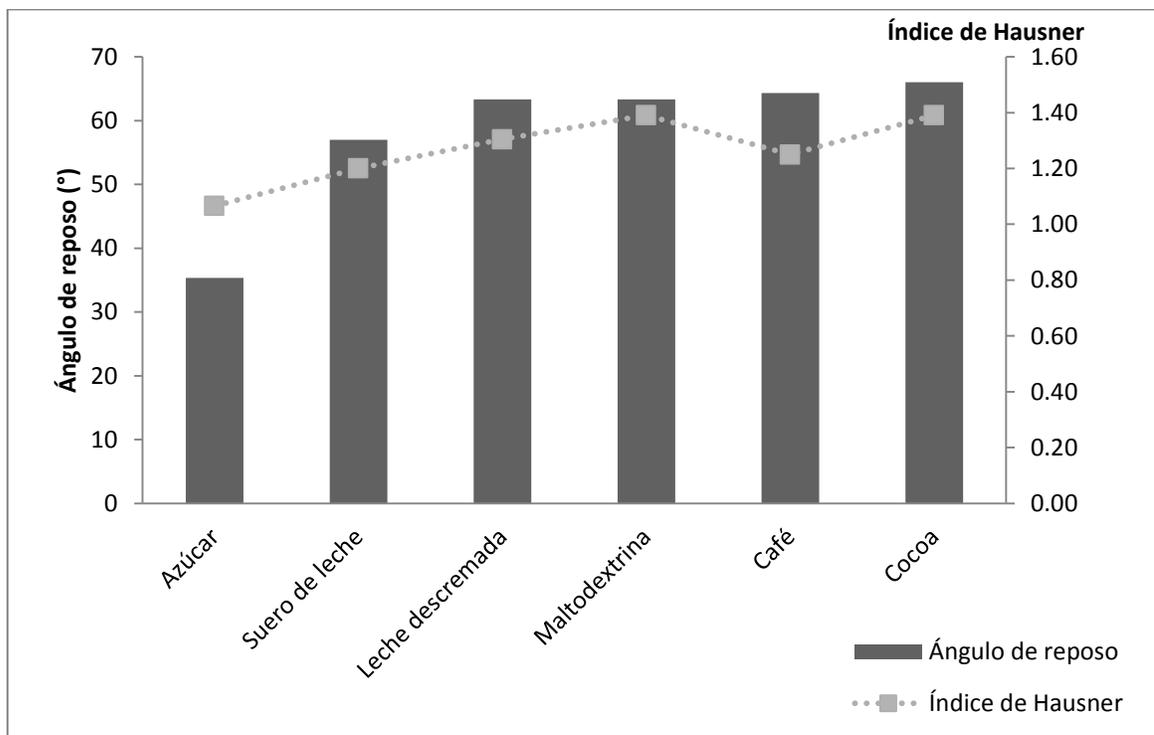


Figura 23. Relación entre ángulo de reposo e Índice de Hausner de los ingredientes principales.

En la Figura 23 se puede ver que a medida que aumentaba el ángulo de reposo aumentaba el índice de Hausner, por lo que a menores ángulos de reposo y menores índices de Hausner el flujo era mejor, y este comportamiento lo presentó el azúcar, mientras que la cocoa mostró un ángulo de reposo e índice de Hausner alto, por lo que su flujo fue pobre. Aún cuando son dos métodos diferentes de cuantificar la fluidez y los valores numéricos no son iguales, muestran la misma tendencia.

### 3.2.5. Distribución diferencial de tamaño de partícula de los ingredientes principales

La Figura 24 presenta la curva de distribución diferencial de tamaño de partícula de los ingredientes principales de la formulación, la cual se realizó con las mallas de la serie US con número de malla 20 (841 $\mu\text{m}$ ), malla 40 (420  $\mu\text{m}$ ), malla 60 (250  $\mu\text{m}$ ), malla 80 (177  $\mu\text{m}$ ), malla 120 (125  $\mu\text{m}$ ) y malla 200 (74  $\mu\text{m}$ ).

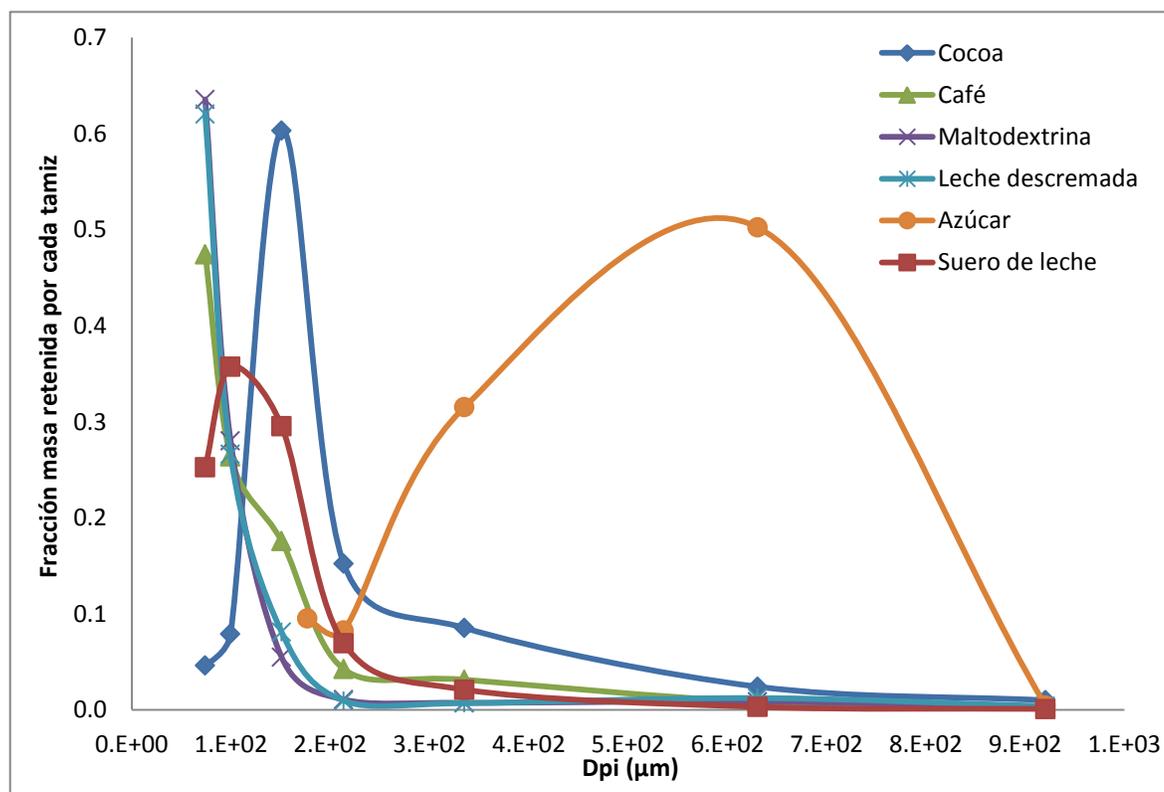


Figura 24. Curvas de distribución diferencial de tamaño de partícula de los ingredientes principales.

La Figura 24 nos muestra que las distribuciones diferenciales de tamaños más completas son las del azúcar y la de cocoa. Mientras que las distribuciones diferenciales de tamaños del suero de leche, café, maltodextrina y leche descremada se muestran incompletas por lo que es necesario realizar la prueba con mallas de menor apertura para completarlas.

En el Cuadro 21 también se puede ver que en el caso del azúcar un 50% de material se retuvo en la malla 40 (420  $\mu\text{m}$ ) y que hasta la malla 120 (125  $\mu\text{m}$ ) ya se había acumulado el 100% del material y por el contrario en la cocoa se retuvo una mayor cantidad de material en la malla 120 (125  $\mu\text{m}$ ) y en el suero de leche se retuvo mayor cantidad de material en la malla 200 (74  $\mu\text{m}$ ).

En la maltodextrina y leche descremada más del 60% pasó la malla 200 (74  $\mu\text{m}$ ) y en el caso del café un 47%. Esto representa un problema para la fluidez ya que como mencionan Teunou y col. en 1998, generalmente se considera que polvos con tamaños de partícula mayores a 200  $\mu\text{m}$  son de flujo libre, mientras que polvos finos están sujetos a cohesión y se dificulta más su fluidez.

A excepción del azúcar y cocoa en los demás ingredientes una considerable cantidad de material (25-63%) pasó la malla 200, lo que indica que tienen una cantidad importante de partículas menores a 74  $\mu\text{m}$ .

Fitzpatrick y col. en 2006, mencionan que al reducir el tamaño de partícula tiende a reducir la fluidez, porque el área superficial de partícula por unidad de masa aumenta conforme el tamaño de partícula disminuye, proporcionando una mayor área superficial para la interacción de fuerzas de cohesión superficial, dando como resultado un flujo más cohesivo, como es el caso de la maltodextrina, leche descremada, café, suero de leche y cocoa.

El Cuadro 21 presenta los resultados promedio de la distribución diferencial de tamaño de partícula de los ingredientes principales de la formulación y el coeficiente de variación.

*Cuadro 21.* Distribución diferencial de tamaño de partícula de los ingredientes principales.

|           |                        |          | Masa retenida (%) | C. V. (%) |
|-----------|------------------------|----------|-------------------|-----------|-------------------|-----------|-------------------|-----------|-------------------|-----------|-------------------|-----------|-------------------|-----------|
| Malla     | Abertura de malla (μm) | Dpi (μm) | Cocoa             |           | Café              |           | Maltodextrina     |           | Leche descremada  |           | Azúcar            |           | Suero de leche    |           |
| 20        | 841                    | 920      | 0.999             | 34.12     | 0.392             | 10.88     | 0.260             | 54.39     | 0.389             | 25.38     | 0.461             | 6.15      | 0.100             | 28.28     |
| 40        | 420                    | 630      | 2.411             | 40.95     | 0.824             | 13.80     | 0.859             | 9.87      | 1.227             | 1.15      | 50.235            | 1.24      | 0.310             | 22.81     |
| 60        | 250                    | 335      | 8.537             | 70.18     | 3.144             | 4.97      | 0.739             | 3.82      | 0.699             | 4.04      | 31.505            | 3.01      | 2.113             | 0.67      |
| 80        | 177                    | 213      | 15.209            | 61.95     | 4.249             | 1.67      | 1.079             | 5.24      | 0.958             | 8.84      | 8.269             | 1.71      | 6.940             | 1.43      |
| 120       | 125                    | 151      | 60.318            | 14.82     | 17.559            | 0.49      | 5.476             | 4.13      | 8.093             | 1.92      | 9.530             | 1.49      | 29.544            | 1.15      |
| 200       | 74                     | 99       | 7.911             | 72.61     | 26.399            | 0.11      | 28.020            | 1.41      | 26.604            | 1.38      |                   |           | 35.744            | 0.44      |
| Base      |                        | 74       | 4.615             | 51.53     | 47.433            | 0.30      | 63.566            | 0.73      | 62.030            | 1.27      |                   |           | 25.248            | 0.62      |
| Total (%) |                        |          | 100               |           | 100               |           | 100               |           | 100               |           | 100               |           | 100               |           |

### 3.2.6. Dinámica de compactación de los ingredientes principales

La Figura 25 muestra las curvas fuerza-distancia obtenidas en la prueba de dinámica de compactación de cada uno de los ingredientes principales de la formulación con una fuerza de 450 N.

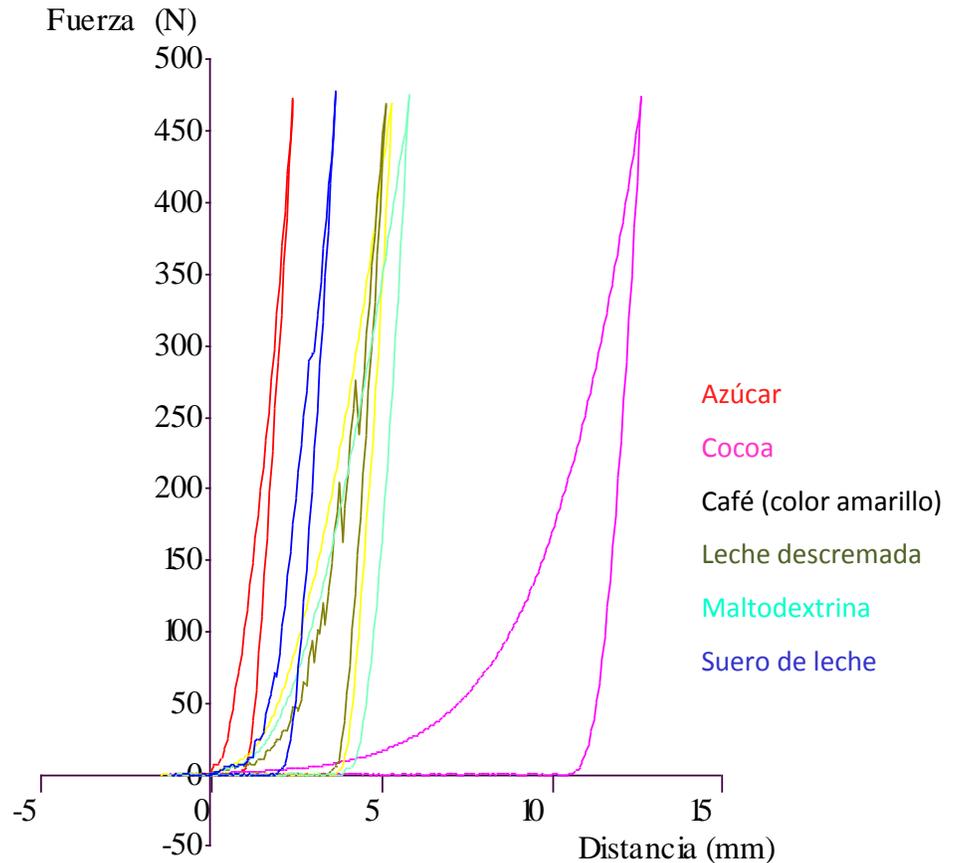


Figura 25. Curvas de compactación de los ingredientes principales.

Puede observarse que bajo el mismo esfuerzo de compactación, la cocoa se compactó una mayor distancia y ofreció menor resistencia inicial (caracterizada por una baja pendiente inicial) lo que la ubica como un material fácilmente compactable bajo presión; al contrario del azúcar que se compactó una menor distancia y ofreció mayor resistencia inicial (caracterizada por una pendiente alta) lo que lo ubica como un material de difícil compactación bajo presión.

El Cuadro 22 muestra los resultados promedio de la dinámica de compactación: distancia de compactación (mm), elasticidad (%), trabajo elástico (%) y el trabajo necesario para comprimir el compactado 1 mm.

*Cuadro 22. Parámetros de la dinámica de compactación de los ingredientes principales.*

| Formulación             | Distancia de compactación (mm) | Elasticidad (%) | Trabajo elástico (%) | Trabajo para comprimir 1 mm (N) | Módulo elástico en la descarga (N/mm) |
|-------------------------|--------------------------------|-----------------|----------------------|---------------------------------|---------------------------------------|
| <b>Cocoa</b>            | <b>12.67</b>                   | <b>16.23</b>    | <b>27.24</b>         | <b>92.52</b>                    | <b>371.25</b>                         |
| C. V. (%)               | 1.92                           | 0.95            | 2.00                 | 2.62                            | 3.67                                  |
| <b>Maltodextrina</b>    | <b>5.93</b>                    | <b>33.92</b>    | <b>35.55</b>         | <b>147.54</b>                   | <b>407.96</b>                         |
| C. V. (%)               | 3.26                           | 3.72            | 0.67                 | 2.37                            | 0.64                                  |
| <b>Café</b>             | <b>5.39</b>                    | <b>30.86</b>    | <b>36.33</b>         | <b>150.09</b>                   | <b>405.33</b>                         |
| C. V. (%)               | 0.56                           | 0.88            | 0.88                 | 0.52                            | 1.01                                  |
| <b>Leche descremada</b> | <b>4.95</b>                    | <b>34.37</b>    | <b>51.71</b>         | <b>118.40</b>                   | <b>402.31</b>                         |
| C. V. (%)               | 6.36                           | 6.77            | 8.69                 | 4.49                            | 1.64                                  |
| <b>Suero de leche</b>   | <b>3.53</b>                    | <b>50.98</b>    | <b>63.47</b>         | <b>137.33</b>                   | <b>400.79</b>                         |
| C. V. (%)               | 8.47                           | 7.84            | 3.26                 | 5.52                            | 0.60                                  |
| <b>Azúcar</b>           | <b>2.43</b>                    | <b>66.27</b>    | <b>67.39</b>         | <b>175.61</b>                   | <b>421.03</b>                         |
| C. V. (%)               | 7.18                           | 7.65            | 3.36                 | 4.03                            | 0.46                                  |

Se puede ver que la cocoa presentó mayor distancia de compactación, menor porcentaje de elasticidad, trabajo elástico y trabajo requerido por cada mm que se comprimió, lo que nos dice que se compacta bien pero no tiene buena fluidez. Mientras que el azúcar presentó una menor distancia de compactación y un mayor porcentaje de elasticidad, trabajo elástico y trabajo total, lo que ayuda a la fluidez pero no a la compactación. La maltodextrina, café, suero de leche y leche descremada se comportan de manera similar. Cuando el material se compacta en una menor distancia, la deformación es más elástica que plástica, y al descomprimir se observa una importante recuperación elástica.

### 3.2.7. Relación entre ángulo de reposo y distancia de compactación de los ingredientes principales

La Figura 26 presenta la relación entre el ángulo de reposo y la distancia de compactación de los ingredientes principales.

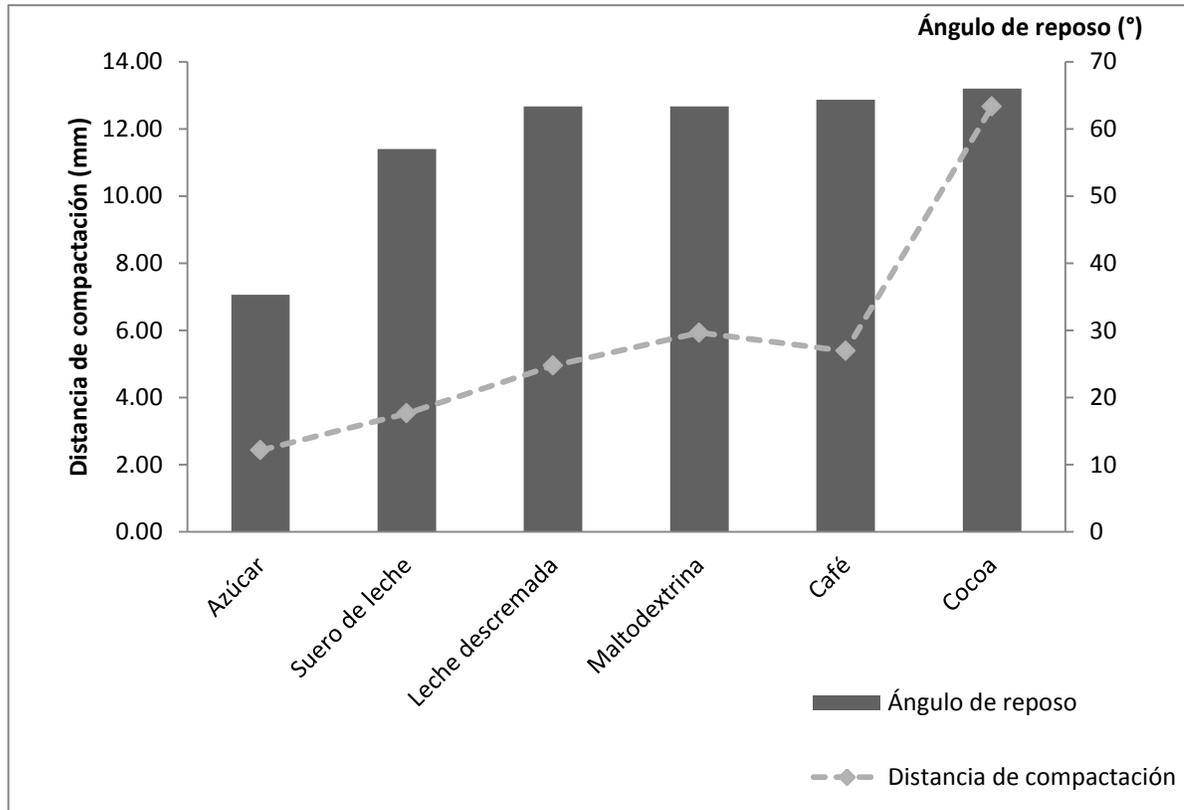


Figura 26. Relación entre ángulo de reposo y distancia de compactación de los ingredientes principales.

En la Figura 26 se puede observar que a medida que aumenta el ángulo de reposo aumenta la distancia de compactación, ya que si se tiene un ángulo de reposo alto, el polvo tiene menor fluidez y por lo tanto la distancia que se compacta es mayor. El ingrediente que presentó mejor flujo y menor distancia de compactación es el azúcar y por otro lado la cocoa mostró un flujo pobre con ángulo de reposo alto y una distancia de compactación mayor.

### 3.2.8. Relación entre ángulo de reposo y trabajo elástico de los ingredientes principales

La Figura 27 presenta la relación entre ángulo de reposo y trabajo elástico de los ingredientes principales.

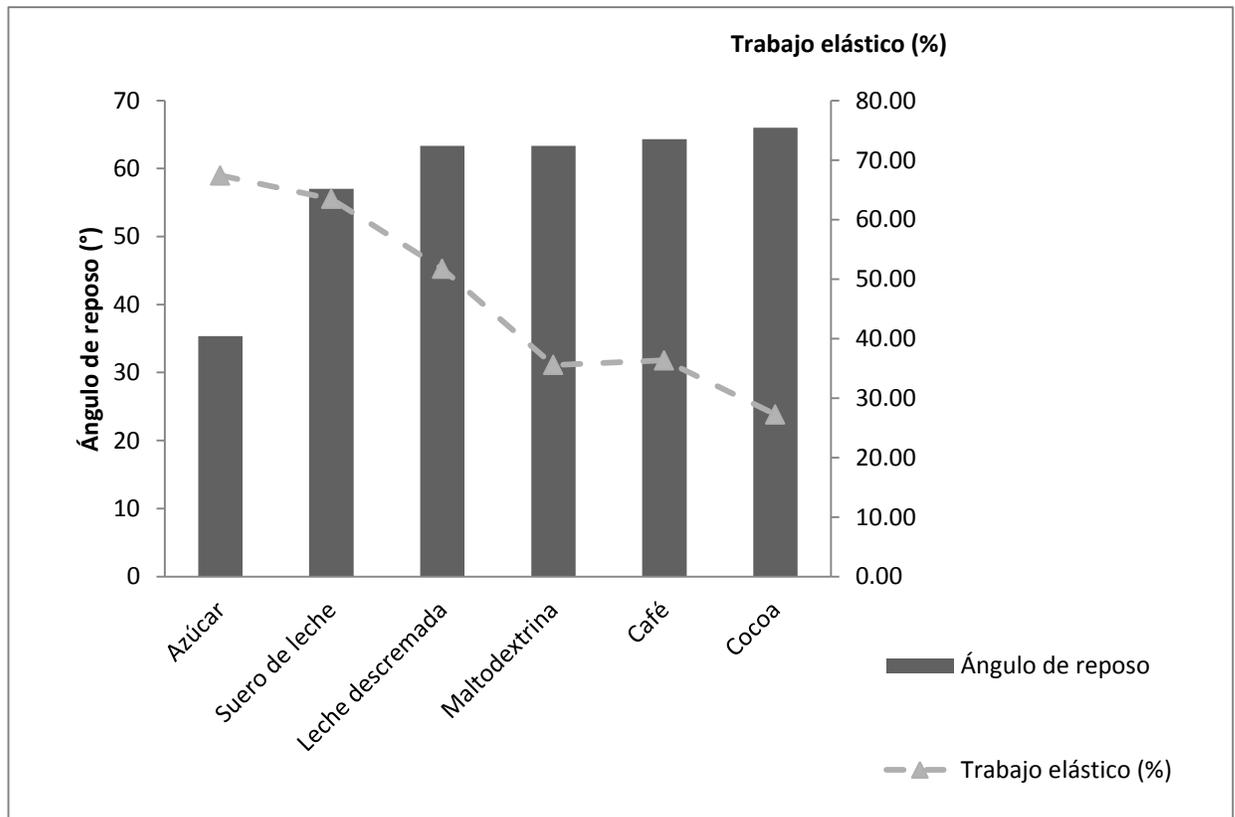


Figura 27. Relación entre ángulo de reposo y trabajo elástico de los ingredientes principales.

En la Figura 27 se puede ver que a menor ángulo de reposo mayor porcentaje de trabajo elástico, por lo que el azúcar que es el ingrediente con menor ángulo de reposo pero mayor trabajo elástico presentó buenas propiedades de fluidez pero poca compactabilidad y por el contrario, la cocoa presentó buenas propiedades de compactación ya que tuvo un menor trabajo elástico pero poca fluidez debido a ángulos de reposo altos.

### 3.3. Evaluación del efecto de los coadyuvantes de fluidez y compactación

#### 3.3.1. Función de flujo de la formulación base con coadyuvantes por separado

A continuación se ejemplifican las curvas de compactación (Figura 28) y curvas de fuerza de cedencia de la formulación base (Figura 29) aplicando las fuerzas de 100, 150, 200, 300, 400 y 450 (N), con las cuales se obtuvo la curva de función de flujo de la formulación base de la Figura 30.

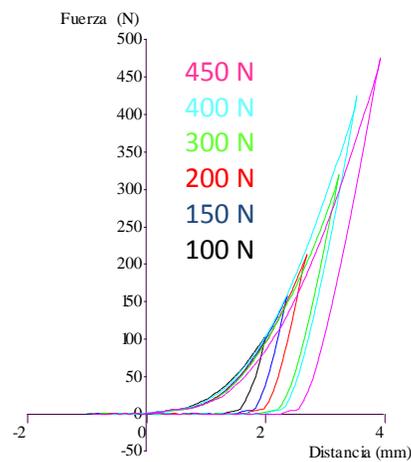


Figura 28. Curvas de compactación de la formulación base.

En la Figura 28 se puede ver que a medida que aumenta el esfuerzo de compactación se incrementa la distancia que se compacta.

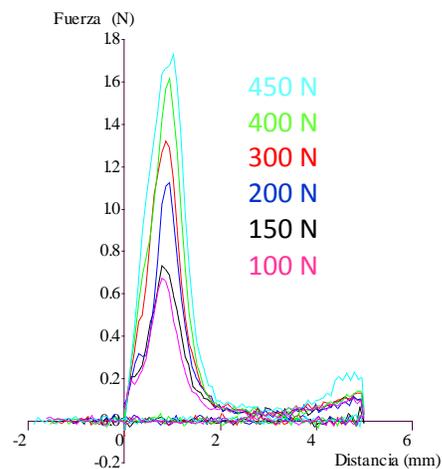


Figura 29. Fuerza de cedencia de polvos compactados de la formulación base.

En las Figura 29 se puede ver que a medida que aumenta la fuerza de compactación se incrementa el esfuerzo de cedencia.

Las Figuras 30 y 31 muestran las curvas de esfuerzo de cedencia en función del esfuerzo de compactación para la formulación base y de ésta con los diferentes coadyuvantes por separado.

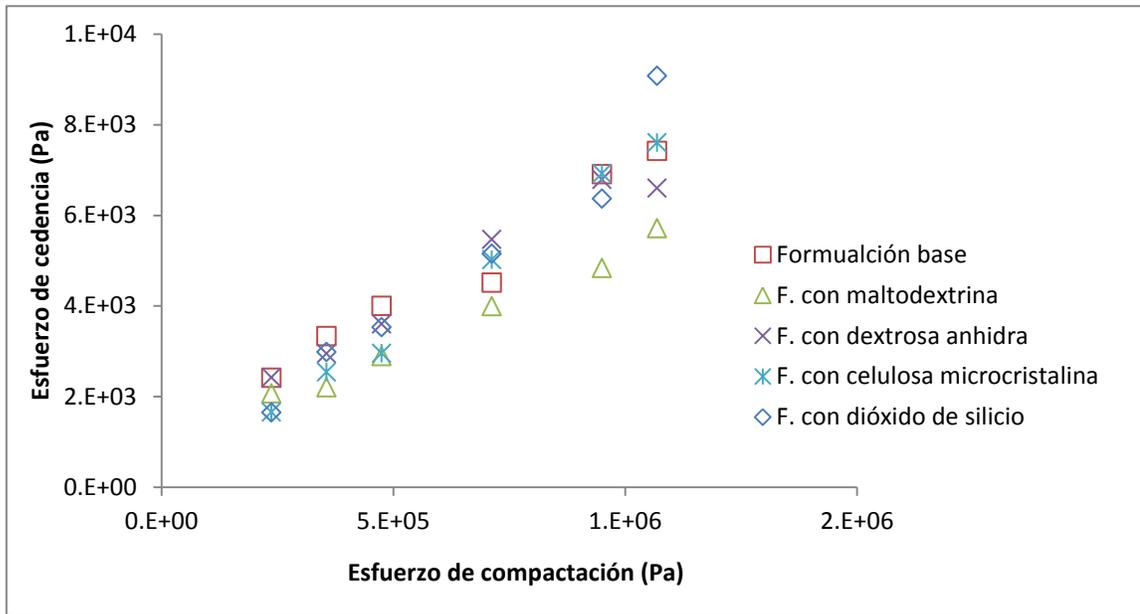


Figura 30. Curvas de función de flujo de la formulación base con y sin coadyuvantes.

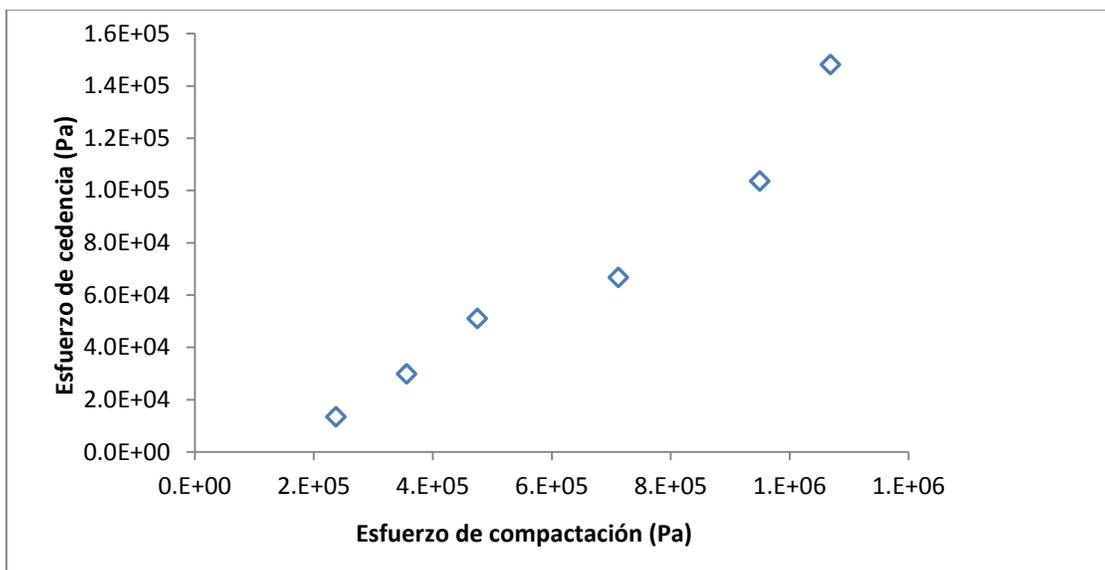


Figura 31. Curva de función de flujo de la formulación base con jarabe de sorbitol.

La Figura 30 muestra que la formulación que presentó mayor fluidez fue la que contenía maltodextrina, ya que el esfuerzo para romper los compactados fue menor, y la Figura 31 muestra que la formulación con jarabe de sorbitol presentó menor fluidez debido a su función tecnológica de agente de compactación y por lo tanto el esfuerzo para romper los compactados fue considerablemente mayor.

En el Cuadro 23 se presenta el inverso de las pendientes de las rectas mostradas en las Figuras 30 y 31, llamado función de flujo.

*Cuadro 23.* Parámetros de función de flujo de la formulación base con los coadyuvantes por separado.

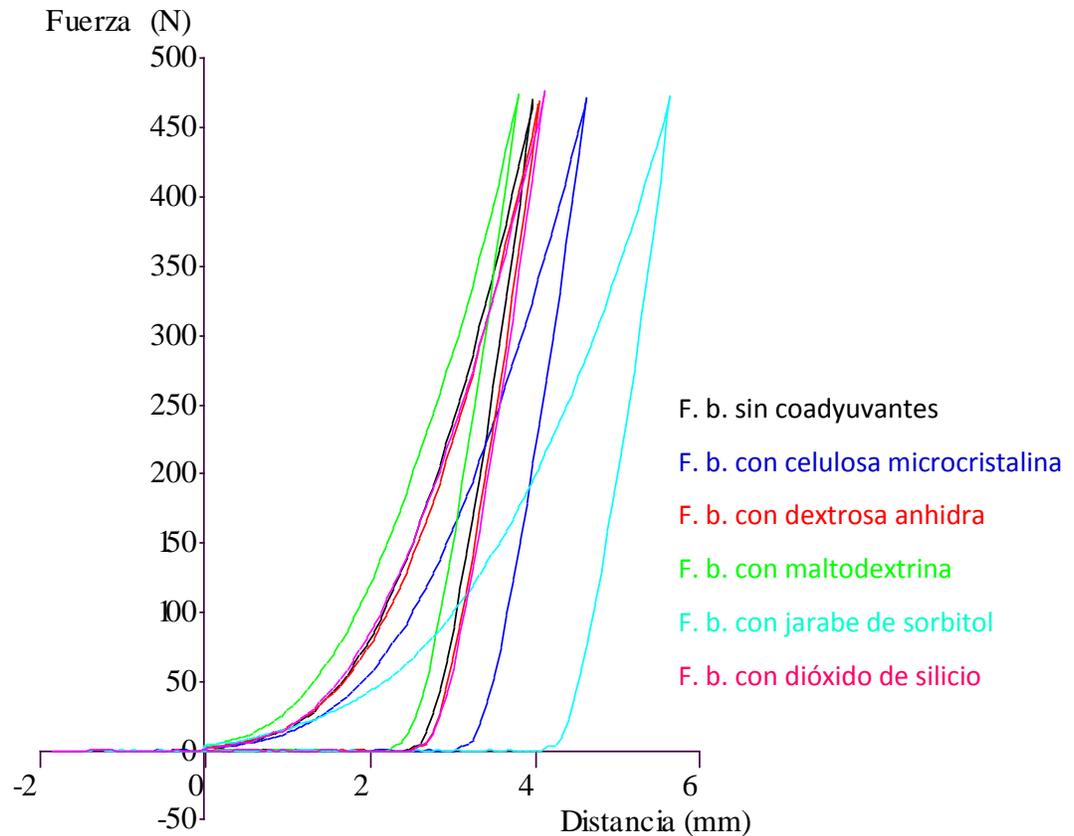
| <b>Formulación</b>                 | <b>Función de flujo</b> | <b>R<sup>2</sup></b> |
|------------------------------------|-------------------------|----------------------|
| F. b. con maltodextrina            | 227.273                 | 0.9872               |
| F. b. con dextrosa anhidra         | 178.571                 | 0.969                |
| Formulación Base                   | 169.492                 | 0.9663               |
| F. b. con celulosa microcristalina | 136.986                 | 0.9946               |
| F. b. con dióxido de silicio       | 128.205                 | 0.9501               |
| F. b. con jarabe de sorbitol       | 6.854                   | 0.9513               |
| F. b.= formulación base            |                         |                      |

El Cuadro 23 muestra que la formulación que presentó mayor fluidez fue la que contenía maltodextrina, ya que presento el valor más alto, mientras que la formulación con menor fluidez fue la que contenía jarabe de sorbitol como se ve en la Figura 31, con el valor más bajo. El dióxido de silicio que tiene la función tecnológica de coadyuvante de fluidez, bajo compresión no actúa como tal.

### **3.3.2. Dinámica de compactación de la formulación base con coadyuvantes por separado**

La dinámica de compactación nos da como resultado el módulo elástico en la etapa de descompresión, la distancia de compactación, la elasticidad (%), el trabajo elástico (%) y el trabajo necesario para compactar 1 mm.

La Figura 32 muestra la distancia de compactación de la formulación base con los diferentes coadyuvantes por separado, compactados con una fuerza de 450 N.



*Figura 32.* Curvas de compactación de la formulación base con los coadyuvantes por separado.

Se puede observar en la Figura 32 que la formulación con jarabe de sorbitol es la que presentó mayor compactación seguida de la formulación con celulosa microcristalina debido a que son coadyuvantes que ayudan a la compactación. La formulación que presentó menor compactación es la que contiene maltodextrina, lo que nos dice que ayuda a la fluidez de la mezcla de polvos, lo cual coincide con lo obtenido en la función de flujo.

El Cuadro 24 presenta los resultados promedio de la dinámica de compactación de la formulación base con los diferentes coadyuvantes por separado.

*Cuadro 24.* Parámetros de dinámica de compactación de la formulación base con los coadyuvantes por separado.

| Formulación                               | Distancia de compactación (mm) | Elasticidad (%) | Trabajo elástico (%) | Trabajo para comprimir 1mm (N) | Módulo elástico en la descarga (N/mm) |
|---|--------------------------------|-----------------|----------------------|--------------------------------|---------------------------------------|
| <b>F. b. con jarabe de sorbitol</b>       | <b>5.71</b>                    | <b>27.34</b>    | <b>34.74</b>         | <b>140.24</b>                  | <b>455.18</b>                         |
| C. V. (%)                                 | 4.05                           | 3.17            | 2.19                 | 1.65                           | 1.20                                  |
| <b>F. b. con celulosa microcristalina</b> | <b>4.79</b>                    | <b>33.80</b>    | <b>44.28</b>         | <b>136.50</b>                  | <b>426.77</b>                         |
| C. V. (%)                                 | 3.93                           | 4.40            | 2.42                 | 1.68                           | 1.66                                  |
| <b>Formulación Base (F. b.)</b>           | <b>4.21</b>                    | <b>37.10</b>    | <b>48.77</b>         | <b>140.17</b>                  | <b>438.24</b>                         |
| C. V. (%)                                 | 13.02                          | 10.34           | 7.19                 | 6.89                           | 1.01                                  |
| <b>F. b. con dióxido de silicio</b>       | <b>4.10</b>                    | <b>39.71</b>    | <b>48.98</b>         | <b>145.68</b>                  | <b>421.35</b>                         |
| C. V. (%)                                 | 4.30                           | 3.92            | 2.59                 | 1.69                           | 0.94                                  |
| <b>F. b. con dextrosa anhidra</b>         | <b>4.04</b>                    | <b>39.65</b>    | <b>50.55</b>         | <b>140.35</b>                  | <b>436.72</b>                         |
| C. V. (%)                                 | 2.64                           | 4.21            | 2.29                 | 1.50                           | 0.71                                  |
| <b>F. b. con maltodextrina</b>            | <b>3.88</b>                    | <b>41.97</b>    | <b>48.73</b>         | <b>153.51</b>                  | <b>431.62</b>                         |
| C. V. (%)                                 | 2.39                           | 1.35            | 2.20                 | 0.52                           | 0.57                                  |

En el Cuadro 24 se puede ver que la formulación con jarabe de sorbitol es la que presentó el valor más alto de distancia de compactación así como menor elasticidad y trabajo elástico.

El alto valor del módulo elástico en la descarga en la formulación con sorbitol indica una rápida caída de fuerza al descomprimir. Lo que nos dice que cumple con su función de coadyuvante de compactación. Por otro lado, la maltodextrina mostró un comportamiento contrario, ya que es la que tiene un valor más bajo de distancia de compactación y una mayor elasticidad lo que ayuda a la fluidez de las mezclas de polvos.

La formulación base sin coadyuvantes, con celulosa microcristalina, con dióxido de silicio y con dextrosa anhidra tuvieron un comportamiento similar.

### 3.4. Evaluación del efecto del dióxido de silicio, maltodextrina y celulosa microcristalina en las mezclas de polvos y sobre el desempeño de sus compactados

#### 3.4.1. Humedad de las formulaciones del diseño Taguchi

En el Cuadro 25 se presentan las humedades promedio de las formulaciones generadas por el diseño Taguchi.

Cuadro 25. Humedad de las formulaciones.

| Formulación   | Humedad (%) | C. V. (%) |
|---|-------------|-----------|
| 2DS, 1CM, 0MD   | 3.71        | 3.73      |
| 1DS, 2CM, 0MD   | 3.49        | 5.25      |
| 2DS, 2CM, 5MD   | 3.44        | 7.43      |
| 2DS, 0CM, 10MD  | 3.38        | 3.88      |
| 1DS, 1CM, 10MD  | 3.36        | 3.04      |
| 0DS, 1CM, 5MD   | 3.22        | 1.71      |
| 0DS, 2CM, 10MD  | 3.21        | 2.80      |
| 0DS, 0CM, 0MD   | 3.09        | 0.97      |
| 1DS, 0CM, 5MD   | 2.95        | 2.55      |
| DS= dióxido de silicio, CM= celulosa microcristalina, MD= maltodextrina |             |           |

Se observa que la formulación con menor porcentaje de humedad es la 1DS, 0CM, 5MD. La formulación que presentó mayor humedad es la 2DS, 1CM, 0MD. No obstante, entre las 9 formulaciones se observa sólo una variación de entre 0.7 y 0.1% entre ellas, con lo que podemos concluir que al cambiar los niveles de coadyuvantes no se tiene gran efecto en la humedad ya que varía menos del 1%.

El análisis Taguchi da como resultado el promedio de la variable de respuesta de todas las formulaciones con cada uno de los niveles (bajo, medio y alto) para cada uno de los factores de estudio. El delta es la diferencia de la media más alta y la más baja y la clasificación es con base en el factor que tuvo mayor influencia.

El Cuadro 26 muestra los resultados del análisis del diseño Taguchi para humedad y se puede ver que el coadyuvante con menor influencia es la maltodextrina ya que en la clasificación de efecto fue nivel 3 y el de mayor influencia fue el dióxido de silicio ya que fue nivel 1. Se puede observar que a medida que aumentaba la concentración de dióxido de silicio incrementaba el porcentaje de humedad.

*Cuadro 26.* Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de humedad (%).

| Nivel                   | Dióxido de silicio | Celulosa microcristalina | Maltodextrina |
|-------------------------|--------------------|--------------------------|---------------|
| 1                       | 3.173              | 3.140                    | 3.430         |
| 2                       | 3.267              | 3.430                    | 3.203         |
| 3                       | 3.510              | 3.380                    | 3.317         |
| Delta                   | 0.337              | 0.290                    | 0.227         |
| Clasificación de efecto | 1                  | 2                        | 3             |

### 3.4.2. Densidad aparente y compactada de las formulaciones del diseño Taguchi

En el Cuadro 27 se muestra la densidad aparente y compactada, con las cuales se obtuvo el índice de Hausner y así tener el tipo de flujo.

*Cuadro 27.* Densidad aparente, compactada, índice de Hausner y tipo de flujo de las formulaciones.

| Ingrediente   | Densidad aparente (g/cm <sup>3</sup> ) | Densidad compactada (g/cm <sup>3</sup> ) | Índice de Hausner | C. V. (%) | Tipo de flujo |
|---|--|--|-------------------|-----------|---------------|
| 2DS, 2CM, 5MD   | 0.675                                  | 0.939                                    | 1.39              | 2.86      | Pobre         |
| 1DS, 2 CM, 0MD  | 0.693                                  | 0.938                                    | 1.35              | 0.73      | Pobre         |
| 2DS, 1CM, 0MD   | 0.694                                  | 0.934                                    | 1.35              | 2.79      | Pobre         |
| 2DS, 0CM, 10MD  | 0.695                                  | 0.924                                    | 1.33              | 4.20      | Aceptable     |
| 0DS, 1CM, 5MD   | 0.725                                  | 0.940                                    | 1.30              | 2.18      | Aceptable     |
| 1DS, 1CM, 10MD  | 0.710                                  | 0.909                                    | 1.28              | 2.01      | Aceptable     |
| 1DS, 0CM, 5MD   | 0.717                                  | 0.918                                    | 1.28              | 3.66      | Aceptable     |
| 0DS, 2CM, 10MD  | 0.699                                  | 0.895                                    | 1.28              | 5.04      | Aceptable     |
| 0DS, 0CM, 0MD   | 0.720                                  | 0.910                                    | 1.27              | 2.81      | Aceptable     |
| DS= dióxido de silicio, CM= celulosa microcristalina, MD= maltodextrina |  |  |                   |           |               |

El Cuadro 27 muestra que la formulación sin coadyuvantes fue la que presentó menor índice de Hausner, con un flujo aceptable, mientras que la formulación que presentó un índice de Hausner mayor fue la 2DS, 2CM, 5MD, con un flujo pobre. Podemos ver que la diferencia entre la densidad compactada y aparente entre las diferentes formulaciones fue de 2 décimas en todos los casos, lo que nos dió una variación en el índice de Hausner de 0.1%. No obstante, que sólo varió 0.1%, se puede ver que la mayoría de las formulaciones con flujo aceptable fueron las que contenían maltodextrina, a excepción de la que contenía 2DS, 2CM, 5MD. A pesar de que la maltodextrina presentaba alto contenido de humedad se puede ver que ayudó a la fluidez de las mezclas debido a su tamaño de partícula pequeño, ya que puede rodear las partículas más grandes y evitar interacciones entre ellas.

El Cuadro 28 muestra los resultados del análisis del diseño Taguchi para valores promedio de índice de Hausner y nos dice que la que presentó mayor influencia es el dióxido de silicio de acuerdo a la clasificación de efecto, mientras que la maltodextrina presentó la menor influencia. Se puede ver que a medida que se aumentaba la concentración de dióxido de silicio y celulosa microcristalina, incrementaba el índice de Hausner y por lo tanto disminuye la fluidez de las formulaciones.

Por otro lado, al aumentar la concentración de maltodextrina disminuyó el índice de Hausner, lo que daba mayor fluidez.

*Cuadro 28.* Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de índice de Hausner.

| <b>Nivel</b>                   | <b>Dióxido de silicio</b> | <b>Celulosa microcristalina</b> | <b>Maltodextrina</b> |
|--------------------------------|---------------------------|---------------------------------|----------------------|
| <b>1</b>                       | 1.283                     | 1.293                           | 1.323                |
| <b>2</b>                       | 1.303                     | 1.310                           | 1.323                |
| <b>3</b>                       | 1.357                     | 1.340                           | 1.297                |
| <b>Delta</b>                   | 0.073                     | 0.047                           | 0.027                |
| <b>Clasificación de efecto</b> | 1                         | 2                               | 3                    |

### 3.4.3. Ángulo de reposo de las formulaciones del diseño Taguchi

En el Cuadro 29 se muestran los ángulos de reposo promedios de las formulaciones del diseño Taguchi así como su respectivo tipo de flujo.

*Cuadro 29.* Ángulo de reposo y tipo de flujo de las formulaciones.

| Ingrediente           | Ángulo de reposo (°) | C. V. (%) | Tipo de flujo        |
|-----------------------|----------------------|-----------|----------------------|
| <b>2DS, 1CM, 0MD</b>  | 70                   | 2.86      | Extremadamente pobre |
| <b>1DS, 2CM, 0MD</b>  | 69                   | 1.67      | Extremadamente pobre |
| <b>2DS, 2CM, 5MD</b>  | 67                   | 2.29      | Extremadamente pobre |
| <b>2DS, 0CM, 10MD</b> | 67                   | 2.29      | Extremadamente pobre |
| <b>0DS, 1CM, 5MD</b>  | 67                   | 0.87      | Extremadamente pobre |
| <b>0DS, 2CM, 10MD</b> | 66                   | 2.62      | Extremadamente pobre |
| <b>1DS, 0CM, 5MD</b>  | 64                   | 3.24      | Muy pobre            |
| <b>1DS, 1CM, 10MD</b> | 64                   | 3.63      | Muy pobre            |
| <b>0DS, 0CM, 0MD</b>  | 63                   | 1.59      | Muy pobre            |

**DS=** dióxido de silicio, **CM=** celulosa microcristalina, **MD=** maltodextrina

En el Cuadro 29 se puede observar que la formulación con ángulo de reposo más alto fue la que contenía 2DS, 1CM, 0MD, con un tipo de flujo extremadamente pobre. Por lo contrario la formulación con menor ángulo de reposo fue la que no contenía coadyuvantes, con un tipo de flujo muy pobre. Se puede ver que las formulaciones que contenían maltodextrina a excepción de la que no contenía coadyuvantes, fueron las que tienen ángulos de reposo bajos. Con esto podemos decir que la maltodextrina ayudó a mejorar el flujo de las mezclas de polvos.

El Cuadro 30 muestra los resultados del análisis para el diseño Taguchi para valores promedio de ángulo de reposo y se puede observar que el dióxido de silicio fue el coadyuvante con mayor efecto. Al aumentar la concentración del dióxido de silicio y la celulosa microcristalina, aumentaba el ángulo de reposo, lo que daba menor fluidez. A pesar de que la maltodextrina mostró el menor efecto, al aumentar la concentración, disminuyó el ángulo de reposo, lo que mejoró la fluidez de las formulaciones.

Cuadro 30. Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de ángulo de reposo (°).

| Nivel                   | Dióxido de silicio | Celulosa microcristalina | Maltodextrina |
|-------------------------|--------------------|--------------------------|---------------|
| 1                       | 65.33              | 64.67                    | 67.33         |
| 2                       | 65.67              | 67.00                    | 66.00         |
| 3                       | 68.00              | 67.33                    | 65.67         |
| Delta                   | 2.67               | 2.67                     | 1.67          |
| Clasificación de efecto | 1                  | 2                        | 3             |

### 3.4.4. Relación entre ángulo de reposo y humedad de las formulaciones del diseño Taguchi

En la Figura 33 se presenta la relación entre el ángulo de reposo y humedad.

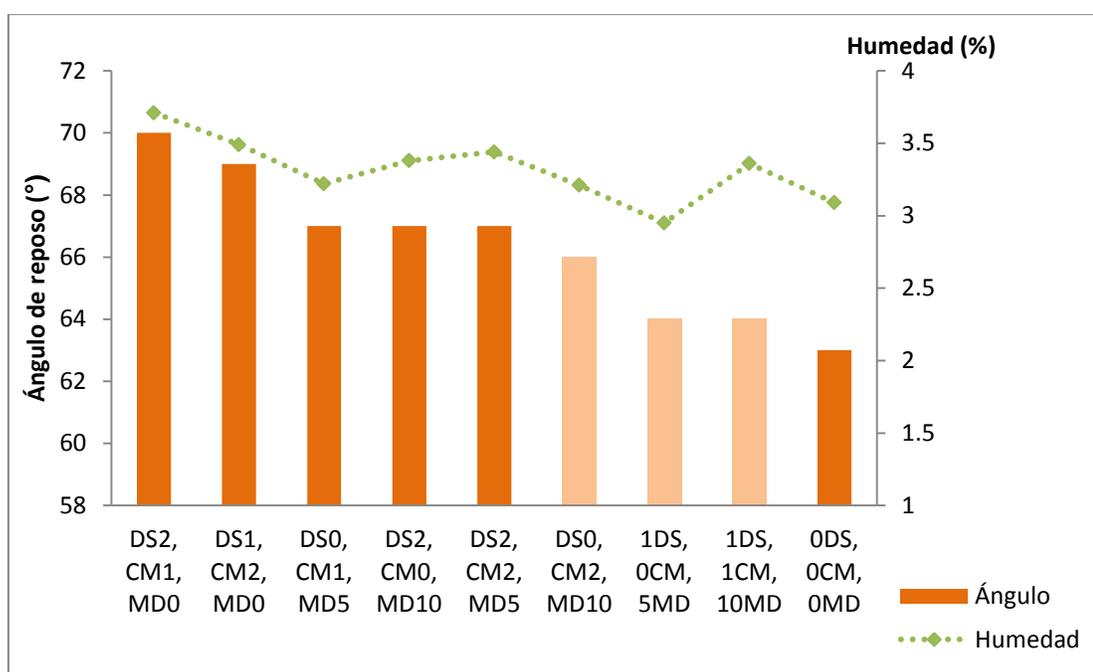


Figura 33. Relación entre ángulo de reposo y humedad de las formulaciones.

En la Figura 33 podemos ver que a menor humedad menor ángulo de reposo, y por lo tanto las formulaciones que presentaron menor ángulo de reposo como son las que contienen 1DS, 1CM, 10MD; 1DS, 0CM, 5MD y 0DS, 2CM, 10MD respectivamente, son las que contienen maltodextrina y por lo tanto presentan una mejor fluidez.

### 3.4.5. Función de flujo de las formulaciones del diseño Taguchi

En la Figura 34 se presentan las curvas del esfuerzo de compactación contra el esfuerzo de cedencia de las formulaciones.

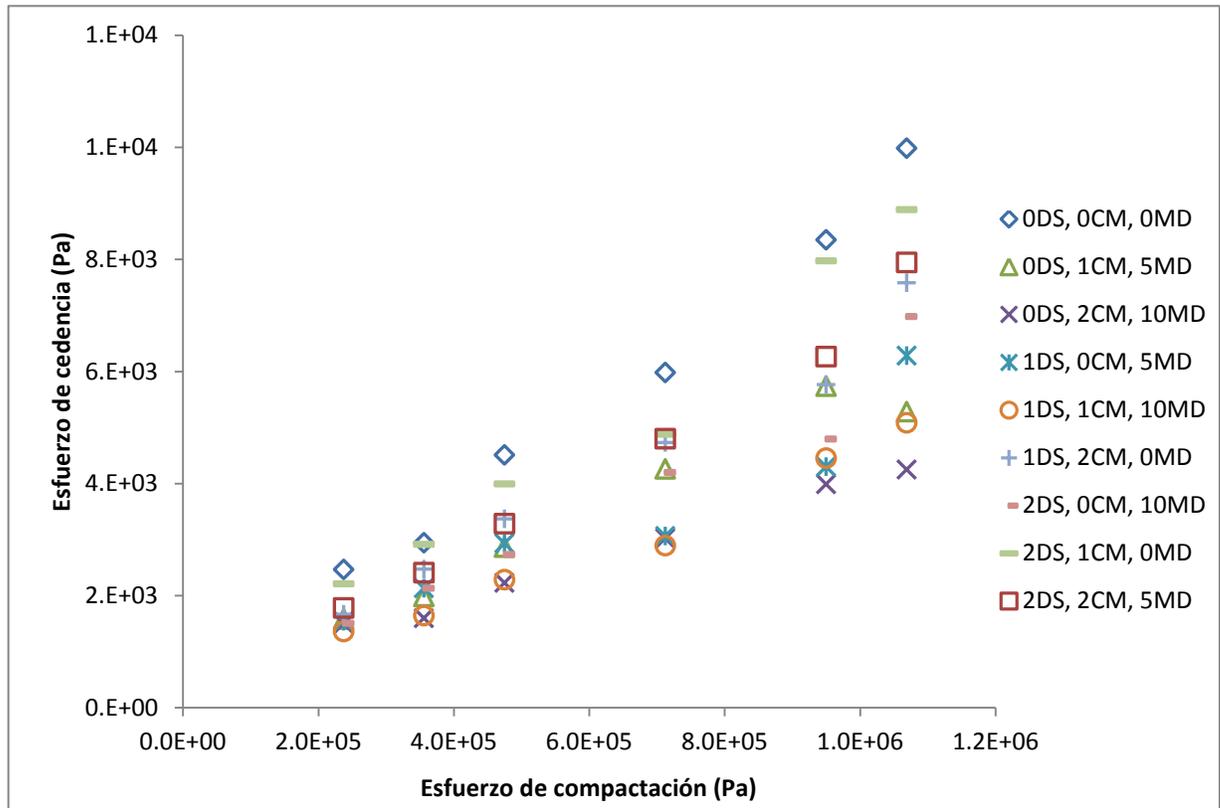


Figura 34. Curvas de función de flujo de las formulaciones.

En la Figura 34 se puede ver que la formulación que presentó un mejor flujo fue la que contenía 0DS, 2CM, 10MD, seguida de formulación que contenía 1DS, 1CM, 10MD, ya que los esfuerzos de cedencia para romper los compactados fueron menores. La formulación que presentó menor flujo fue la que no contiene coadyuvantes, ya que fue la que presentó un mayor esfuerzo de cedencia para romper el compactado.

El Cuadro 31 muestra los valores de la función de flujo de las formulaciones del diseño Taguchi.

Cuadro 31. Parámetros de función de flujo de las formulaciones.

| Formulación  | Función de flujo | R <sup>2</sup> |
|--|------------------|----------------|
| 0DS, 2CM, 10MD   | 285.71           | 0.990          |
| 1DS, 1CM, 10MD   | 222.22           | 0.978          |
| 1DS, 0CM, 5MD  | 208.33           | 0.888          |
| 0DS, 1CM, 5MD  | 196.08           | 0.955          |
| 2DS, 0CM, 10MD   | 169.49           | 0.944          |
| 1DS, 2CM, 0MD  | 153.85           | 0.976          |
| 2DS, 2CM, 5MD  | 140.85           | 0.985          |
| 2DS, 1CM, 0MD  | 125              | 0.972          |
| 0DS, 0CM, 0MD  | 112.36           | 0.968          |
| <b>DS= dióxido de silicio, CM= celulosa microcristalina, MD= maltodextrina</b> |                  |                |

En el Cuadro 31 se puede ver lo mismo que en la Figura 34; que la formulación con mejor flujo fue la que contenía 0DS, 2CM, 10MD, seguido de la formulación que contenía 1DS, 1CM, 10MD así como la de 1DS, 0CM, 5MD, con valores mayores a 200. Con esto se puede decir que la maltodextrina favorece el flujo de los polvos ya que las formulaciones que contenían dicho coadyuvante fueron las que presentaron un valor más alto en la función de flujo, mientras que las que no contenían maltodextrina fueron las que presentaron los valores más bajos. La formulación base tuvo el valor más bajo en la función de flujo ya que fue la que más se compactó bajo presión. El dióxido de silicio que se supone actúa como coadyuvante de fluidez, bajo compresión no actúa como tal, ya que tal como muestran Palacios y col. (2013) se puede ver que el dióxido de silicio en flujo libre da la función tecnológica de coadyuvante de fluidez pero bajo compresión actúa como coadyuvante de compactación.

En el Cuadro 32 se muestran los resultados del análisis para el diseño Taguchi para valores promedio de función de flujo y se puede observar que el coadyuvante que tuvo el mayor efecto sobre la función de flujo fue la maltodextrina de acuerdo a la clasificación de efecto. Por otro lado la celulosa microcristalina es la que tuvo un menor efecto. Al aumentar la concentración de dióxido de silicio disminuía la función de flujo, lo que daba poca fluidez a las formulaciones.

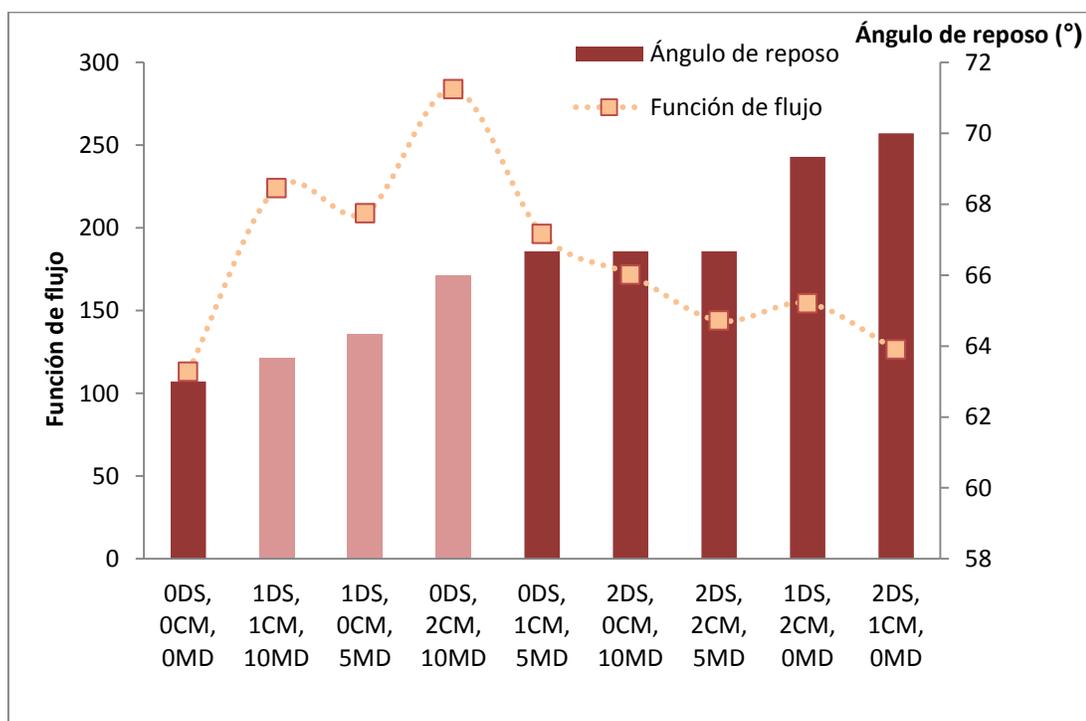
Mientras que al aumentar la concentración de celulosa microcristalina y maltodextrina incrementaba la función de flujo, lo que ayudaba a mejorar la fluidez.

*Cuadro 32.* Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de función de flujo.

| Nivel                   | Dióxido de silicio | Celulosa microcristalina | Maltodextrina |
|-------------------------|--------------------|--------------------------|---------------|
| 1                       | 198.0              | 163.4                    | 130.4         |
| 2                       | 194.8              | 181.1                    | 181.8         |
| 3                       | 145.1              | 193.5                    | 225.8         |
| Delta                   | 52.9               | 30.1                     | 95.4          |
| Clasificación de efecto | 2                  | 3                        | 1             |

### 3.4.6. Relación entre ángulo de reposo y función de flujo de las formulaciones del diseño Taguchi

En la Figura 35 se presenta la relación entre el ángulo de reposo y la función de flujo.



*Figura 35.* Relación entre ángulo de reposo y función de flujo de las formulaciones.

La Figura 35 muestra que las formulaciones con 0DS, 2CM, 10MD, con 1DS, 1CM, 10MD y la que contiene 1DS, 0CM, 5MD fueron las que presentaron los ángulos de reposo más pequeños y fueron las que tenían la función de flujo más alta, por lo tanto son las que mostraron una mejor fluidez. La formulación sin coadyuvantes presentó bajo ángulo de reposo (buen flujo libre), pero también baja función de flujo (se compacta bajo presión y disminuye su fluidez). Por otro lado, las formulaciones con ángulo de reposo más alto, presentaron función de flujo baja, lo que indica, que además de no fluir bien bajo gravedad, se compactan bajo presión disminuyendo el flujo aún más.

### 3.4.7. Dinámica de compactación de las formulaciones del diseño Taguchi

La Figura 36 presenta la distancia de compactación de las formulaciones.

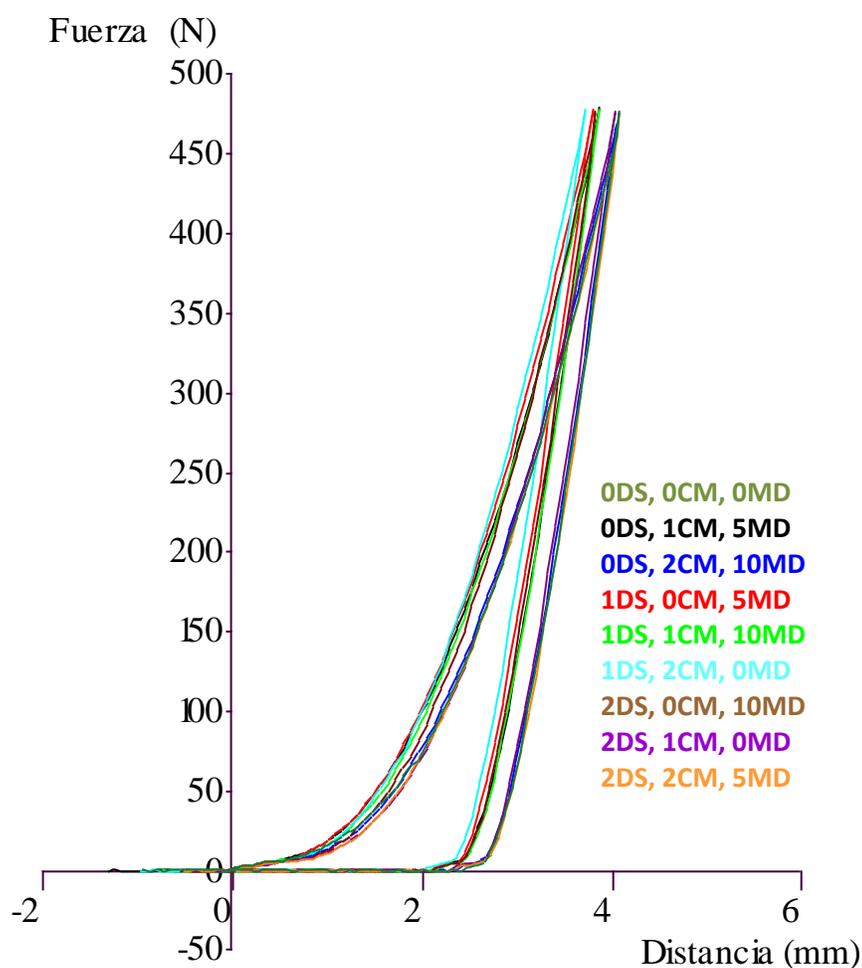


Figura 36. Curvas de compactación de las formulaciones.

En la Figura 36 se puede ver dos grupos, el primero con las formulaciones 0DS, 1CM, 5MD; 1DS, 0CM, 5MD; 1DS, 1CM, 10MD; 1DS, 2CM, 0MD; 2DS, 0CM, 10MD, que son las que se compactaron una menor distancia y el segundo con las formulaciones 0DS, 0CM, 0MD; 0DS, 2CM, 10MD; 2DS, 1CM, 0MD; 2DS, 2CM, 5MD, que son las que se compactaron una mayor distancia.

En el Cuadro 33 se presentan los resultados promedio de la dinámica de compactación de las formulaciones del diseño Taguchi.

*Cuadro 33. Parámetros de dinámica de compactación de las formulaciones.*

| Formulación  | Distancia de compactación (mm) | Elasticidad (%) | Trabajo elástico (%) | Trabajo para comprimir 1 mm (N) | Módulo elástico en la descarga (N/mm) |
|--|--------------------------------|-----------------|----------------------|---------------------------------|---------------------------------------|
| <b>0DS, 2CM, 10MD</b>  | <b>4.51</b>                    | <b>39.28</b>    | <b>51.70</b>         | <b>127.63</b>                   | <b>415.62</b>                         |
| C. V. (%)  | 15.63                          | 12.84           | 0.80                 | 13.64                           | 1.51                                  |
| <b>0DS, 0CM, 0MD</b>   | <b>4.26</b>                    | <b>39.85</b>    | <b>50.80</b>         | <b>135.22</b>                   | <b>418.80</b>                         |
| C. V. (%)  | 5.90                           | 6.36            | 1.89                 | 5.10                            | 1.04                                  |
| <b>2DS, 2CM, 5MD</b>   | <b>4.22</b>                    | <b>43.43</b>    | <b>51.89</b>         | <b>133.60</b>                   | <b>402.22</b>                         |
| C. V. (%)  | 4.86                           | 4.27            | 1.11                 | 4.01                            | 1.18                                  |
| <b>2DS, 1CM, 0MD</b>   | <b>4.06</b>                    | <b>43.88</b>    | <b>53.65</b>         | <b>134.12</b>                   | <b>407.51</b>                         |
| C. V. (%)  | 1.47                           | 1.76            | 1.94                 | 0.54                            | 1.51                                  |
| <b>2DS, 0CM, 10MD</b>  | <b>3.94</b>                    | <b>45.49</b>    | <b>55.32</b>         | <b>133.87</b>                   | <b>409.62</b>                         |
| C. V. (%)  | 5.38                           | 5.12            | 1.28                 | 5.31                            | 1.15                                  |
| <b>1DS, 1CM, 10MD</b>  | <b>3.92</b>                    | <b>44.73</b>    | <b>52.94</b>         | <b>140.60</b>                   | <b>418.23</b>                         |
| C. V. (%)  | 1.59                           | 1.43            | 1.81                 | 0.68                            | 1.48                                  |
| <b>0DS, 1CM, 5MD</b>   | <b>3.89</b>                    | <b>45.03</b>    | <b>52.37</b>         | <b>144.15</b>                   | <b>426.16</b>                         |
| C. V. (%)  | 2.63                           | 2.66            | 1.50                 | 1.22                            | 1.53                                  |
| <b>1DS, 0CM, 5MD</b>   | <b>3.83</b>                    | <b>43.81</b>    | <b>53.60</b>         | <b>141.17</b>                   | <b>417.49</b>                         |
| C. V. (%)  | 3.39                           | 3.84            | 1.90                 | 2.17                            | 0.96                                  |
| <b>1DS, 2CM, 0MD</b>   | <b>3.76</b>                    | <b>45.36</b>    | <b>54.59</b>         | <b>141.50</b>                   | <b>415.04</b>                         |
| C. V. (%)  | 2.30                           | 2.29            | 0.77                 | 1.81                            | 1.74                                  |
| <b>DS= dióxido de silicio, CM= celulosa microcristalina, MD= maltodextrina</b> |                                |                 |                      |                                 |                                       |

En el Cuadro 33 se puede ver que las distancias de compactación de las diferentes formulaciones están entre 3.7 y 4.5 mm.

Las formulaciones que presentaron mayor trabajo elástico fueron las que contenían maltodextrina, lo cual indicó que este coadyuvante nos ayudó a la fluidez, ya que presentaron menor distancia de compactación, mayor elasticidad y mayor trabajo elástico.

El Cuadro 34 nos muestra los resultados del análisis para el diseño Taguchi para valores promedio de distancia de compresión, en el cual podemos observar que la maltodextrina mostró el menor efecto sobre la distancia de compresión, por el contrario el dióxido de silicio es el que presentó un mayor efecto de acuerdo a la clasificación de efecto.

*Cuadro 34.* Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de distancia de compresión (mm).

| <b>Nivel</b>                   | <b>Dióxido de silicio</b> | <b>Celulosa microcristalina</b> | <b>Maltodextrina</b> |
|--------------------------------|---------------------------|---------------------------------|----------------------|
| <b>1</b>                       | 4.219                     | 4.008                           | 4.024                |
| <b>2</b>                       | 3.836                     | 3.955                           | 3.981                |
| <b>3</b>                       | 4.071                     | 4.162                           | 4.121                |
| <b>Delta</b>                   | 0.383                     | 0.207                           | 0.140                |
| <b>Clasificación de efecto</b> | 1                         | 2                               | 3                    |

En el Cuadro 35 se presentan los resultados del análisis para el diseño Taguchi para valores promedio de trabajo recuperado y se puede ver que el coadyuvante con menor influencia sobre el trabajo recuperado fue la celulosa microcristalina y el coadyuvante con mayor influencia fue el dióxido de silicio. Tanto la maltodextrina como el dióxido de silicio mostraron que al aumentar la concentración se incremento el trabajo recuperado, lo cual nos ayudó a la fluidez. Por el contrario, la celulosa microcristalina, al aumentar la concentración disminuyó el trabajo recuperado, lo que demuestra su función como coadyuvante de compactación.

*Cuadro 35.* Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de trabajo recuperado (%).

| <b>Nivel</b>                   | <b>Dióxido de silicio</b> | <b>Celulosa microcristalina</b> | <b>Maltodextrina</b> |
|--------------------------------|---------------------------|---------------------------------|----------------------|
| <b>1</b>                       | 0.5153                    | 0.5322                          | 0.5292               |
| <b>2</b>                       | 0.5371                    | 0.5280                          | 0.5261               |
| <b>3</b>                       | 0.5359                    | 0.5281                          | 0.5330               |
| <b>Delta</b>                   | 0.0217                    | 0.0042                          | 0.0070               |
| <b>Clasificación de efecto</b> | 1                         | 3                               | 2                    |

En el Cuadro 36 podemos ver los resultados del análisis para el diseño Taguchi para valores promedio de elasticidad y que el dióxido de silicio fue el coadyuvante que ejerció mayor influencia sobre la elasticidad, siguiéndole la celulosa microcristalina y por último la maltodextrina, en la cual al aumentar la concentración incrementaba la elasticidad de las formulaciones, lo cual ayudó a la fluidez.

*Cuadro 36.* Resultados del análisis Taguchi para valores promedio de elasticidad (%).

| <b>Nivel</b>                   | <b>Dióxido de silicio</b> | <b>Celulosa microcristalina</b> | <b>Maltodextrina</b> |
|--------------------------------|---------------------------|---------------------------------|----------------------|
| <b>1</b>                       | 0.4121                    | 0.4268                          | 0.4306               |
| <b>2</b>                       | 0.4463                    | 0.4440                          | 0.4394               |
| <b>3</b>                       | 0.4395                    | 0.4272                          | 0.4280               |
| <b>Delta</b>                   | 0.0342                    | 0.0172                          | 0.0115               |
| <b>Clasificación de efecto</b> | 1                         | 2                               | 3                    |

El Cuadro 37 nos muestra los resultados del análisis para el diseño Taguchi para valores promedio del módulo elástico en la etapa de descompresión y se puede observar que la maltodextrina fue el coadyuvante que presentó menor influencia sobre el módulo elástico y por el contrario el dióxido de silicio fue el que presentó mayor efecto.

Cuadro 37. Resultados del análisis Taguchi para valores promedio del módulo elástico en la etapa de descompresión (N/mm).

| Nivel                   | Dióxido de silicio | Celulosa microcristalina | Maltodextrina |
|-------------------------|--------------------|--------------------------|---------------|
| 1                       | 420.2              | 415.3                    | 413.8         |
| 2                       | 416.9              | 417.3                    | 415.3         |
| 3                       | 406.4              | 411.0                    | 414.5         |
| Delta                   | 13.7               | 6.3                      | 1.5           |
| Clasificación de efecto | 1                  | 2                        | 3             |

### 3.4.8. Relación entre función de flujo y distancia compactada de las formulaciones del diseño Taguchi

La Figura 37 muestra la relación entre la función de flujo y la distancia compactada de las formulaciones del diseño Taguchi.

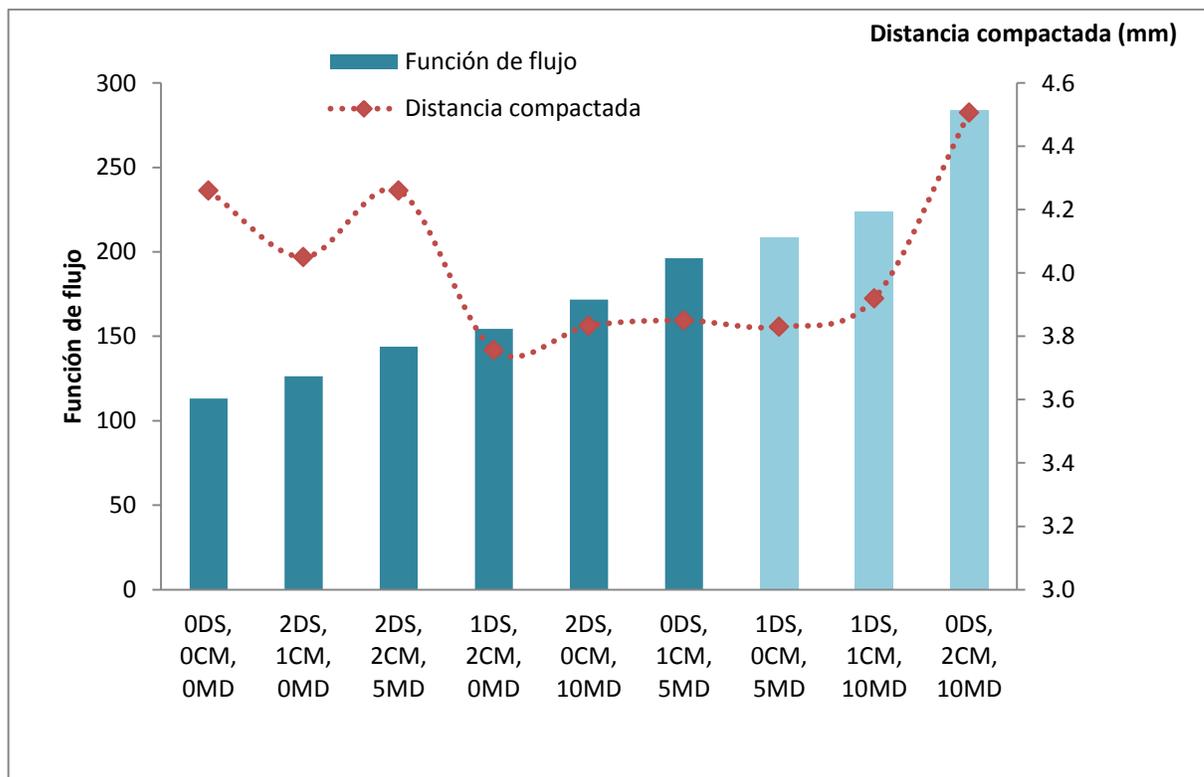


Figura 37. Relación entre función de flujo y distancia compactada de las formulaciones.

En la Figura 37 se puede observar que a mayor función de flujo menor distancia compactada, ya que un valor alto de función de flujo nos dice que la formulación tiene una buena fluidez y a medida que el valor de función de flujo disminuyó, la fluidez se redujo y por consecuencia la compactación aumentó. La formulación con 0DS, 2CM, 10MD fue la que presentó buenas propiedades tanto de fluidez como de compactación, ya que fue la que presentó el valor más alto de función de flujo al igual que un valor alto de distancia compactada. Las otras formulaciones presentaron la tendencia de que al aumentar la función de flujo disminuía la distancia compactada y las formulaciones que presentaron una mayor fluidez de acuerdo a la función de flujo fueron las 1DS, 1CM, 10MD y la 1DS, 0CM, 5MD.

### 3.5. Análisis estadístico ANOVA unidireccional

#### 3.5.1. Propiedades fisicoquímicas y de fluidez

El Cuadro 38 presenta los datos de las propiedades fisicoquímicas y de fluidez obtenidos a partir del análisis estadístico ANOVA.

*Cuadro 38.* Resultados del análisis estadístico ANOVA para valores promedio de propiedades fisicoquímicas y de fluidez.

| Formulación    | Ángulo de reposo (°) | Índice de Hausner   | Función de flujo      | Humedad (%)         |
|----------------|----------------------|---------------------|-----------------------|---------------------|
| 0DS, 0CM, 0MD  | 63 <sup>b</sup>      | 1.26 <sup>e</sup>   | 113.08 <sup>f</sup>   | 3.09 <sup>cd</sup>  |
| 0DS, 1CM, 5MD  | 66 <sup>ab</sup>     | 1.29 <sup>cde</sup> | 196.23 <sup>bcd</sup> | 3.22 <sup>bcd</sup> |
| 0DS, 2CM, 10MD | 66 <sup>ab</sup>     | 1.28 <sup>de</sup>  | 283.80 <sup>a</sup>   | 3.21 <sup>bcd</sup> |
| 1DS, 0CM, 5MD  | 64 <sup>b</sup>      | 1.28 <sup>de</sup>  | 208.88 <sup>bc</sup>  | 2.94 <sup>d</sup>   |
| 1DS, 1CM, 10MD | 63 <sup>b</sup>      | 1.28 <sup>de</sup>  | 224.07 <sup>b</sup>   | 3.36 <sup>bc</sup>  |
| 1DS, 2CM, 0MD  | 69 <sup>a</sup>      | 1.35 <sup>ab</sup>  | 154.41 <sup>def</sup> | 3.49 <sup>ab</sup>  |
| 2DS, 0CM, 10MD | 66 <sup>ab</sup>     | 1.32 <sup>bcd</sup> | 171.71 <sup>cde</sup> | 3.38 <sup>abc</sup> |
| 2DS, 1CM, 0MD  | 70 <sup>a</sup>      | 1.34 <sup>abc</sup> | 126.40 <sup>ef</sup>  | 3.71 <sup>a</sup>   |
| 2DS, 2CM, 5MD  | 66 <sup>ab</sup>     | 1.39 <sup>a</sup>   | 143.91 <sup>ef</sup>  | 3.44 <sup>ab</sup>  |

**DS=** dióxido de silicio, **CM=** celulosa microcristalina, **MD=** maltodextrina  
Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes, con  $\alpha=0.05$

En el Cuadro 38 se puede ver que de acuerdo al ángulo de reposo las formulaciones con los valores más bajos (letra b) y por lo tanto mejor fluidez fueron las que contenían 0DS, 0CM, 0MD; 1DS, 0CM, 5MD y 1DS, 1CM, 10MD.

Mientras que las formulaciones con los valores más altos (letra a) y por lo tanto baja fluidez fueron las que contenían 1DS, 2CM, 0MD y 2DS, 1CM, 0MD.

De acuerdo al índice de Hausner la formulación con el valor más bajo (letra e) y por consecuencia mejor fluidez fue la que no contenía coadyuvantes (0DS, 0CM, 0MD). Por otro lado, la formulación con el valor más alto (letra a) y por consecuencia baja fluidez fue la que contenía 2DS, 2CM, 5MD.

De acuerdo a la función de flujo las formulaciones con los valores más altos (letra a y b) y por lo tanto mejor fluidez fueron las que contenían 0DS, 2CM, 10MD y 1DS, 1CM, 10MD. Mientras que la formulación con el valor más bajo (letra f) y por lo tanto baja fluidez fue la que no contenía coadyuvantes (0DS, 0CM, 0MD).

De acuerdo a la humedad la formulación con el valor más bajo (letra d) y por consecuencia mejor fluidez fue la que contenía 1DS, 0CM, 5MD. Por otro lado, la formulación con el valor más alto (letra a) y por consecuencia baja fluidez fue la que contenía 2DS, 1CM, 0MD.

El ángulo de reposo presentó menor variación ya que los valores de éste fueron más cercanos entre sí y los del índice de Hausner y la función de flujo se alejaban más.

### **3.5.2. Dinámica de compactación**

El Cuadro 39 muestra los datos obtenidos a partir del análisis estadístico ANOVA para la dinámica de compactación. Se puede ver que la formulación con la mayor distancia compactada (letra a) fue la que contenía 0DS, 2CM, 10MD, mientras que la formulación con la menor distancia compactada (letra b) fue la que contenía 1DS, 2CM, 0MD. La formulación que presentó menor elasticidad (letra c) fue la que contenía 0DS, 2CM, 10MD y la que presentó mayor elasticidad (letra a) fue la que contenía 2DS, 0CM, 10MD.

Cuadro 39. Resultados del análisis estadístico ANOVA para medias de dinámica de compactación.

| Formulación    | Distancia compactada (mm) | Elasticidad (%)      | Trabajo elástico (%) | Trabajo para comprimir 1 mm (N) | Módulo elástico en la descarga (N/mm) |
|----------------|---------------------------|----------------------|----------------------|---------------------------------|---------------------------------------|
| 0DS, 0CM, 0MD  | 4.26 <sup>ab</sup>        | 39.84 <sup>bc</sup>  | 50.80 <sup>d</sup>   | 135.22 <sup>a</sup>             | 418.80 <sup>ab</sup>                  |
| 0DS, 1CM, 5MD  | 3.85 <sup>ab</sup>        | 45.03 <sup>ab</sup>  | 52.37 <sup>cd</sup>  | 144.77 <sup>a</sup>             | 425.46 <sup>a</sup>                   |
| 0DS, 2CM, 10MD | 4.50 <sup>a</sup>         | 39.28 <sup>c</sup>   | 51.70 <sup>cd</sup>  | 127.63 <sup>a</sup>             | 415.62 <sup>abc</sup>                 |
| 1DS, 0CM, 5MD  | 3.83 <sup>ab</sup>        | 43.81 <sup>abc</sup> | 53.59 <sup>abc</sup> | 135.57 <sup>a</sup>             | 417.49 <sup>abc</sup>                 |
| 1DS, 1CM, 10MD | 3.92 <sup>ab</sup>        | 44.73 <sup>abc</sup> | 52.93 <sup>bc</sup>  | 140.59 <sup>a</sup>             | 418.22 <sup>ab</sup>                  |
| 1DS, 2CM, 0MD  | 3.75 <sup>b</sup>         | 45.35 <sup>ab</sup>  | 54.58 <sup>ab</sup>  | 141.49 <sup>a</sup>             | 415.04 <sup>abcd</sup>                |
| 2DS, 0CM, 10MD | 3.83 <sup>ab</sup>        | 45.48 <sup>a</sup>   | 55.31 <sup>a</sup>   | 137.39 <sup>a</sup>             | 411.49 <sup>bcd</sup>                 |
| 2DS, 1CM, 0MD  | 4.05 <sup>ab</sup>        | 43.87 <sup>abc</sup> | 53.65 <sup>abc</sup> | 133.79 <sup>a</sup>             | 405.19 <sup>cd</sup>                  |
| 2DS, 2CM, 5MD  | 4.26 <sup>ab</sup>        | 43.43 <sup>abc</sup> | 51.89 <sup>cd</sup>  | 133.29 <sup>a</sup>             | 402.65 <sup>d</sup>                   |

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes, con  $\alpha = 0.05$   
**DS**= dióxido de silicio, **CM**= celulosa microcristalina, **MD**= maltodextrina

La formulación que presentó el menor trabajo elástico (letra d) fue la que no contenía coadyuvantes, mientras que la formulación con mayor trabajo elástico (letra a) fue la que contenía 2DS, 0CM, 10MD. La que presentó mayor módulo elástico (letra a) fue la que contenía 0DS, 1CM, 5MD, mientras que la formulación que presentó menor módulo elástico (letra d) fue la que contenía 2DS, 2CM, 5MD. En el caso del trabajo por mm compactado todas las formulaciones compartieron la misma letra (a), por lo tanto no fueron diferentes entre sí estadísticamente.

### 3.6. Resultados de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez

De acuerdo a los resultados obtenidos de las pruebas hechas a las formulaciones del diseño Taguchi, se seleccionaron las formulaciones con 0DS, 2CM, 10MD, 1DS, 1CM, 10MD y 1DS, 0CM, 5MD para elaborar los compactados, ya que eran las que presentaron los valores más altos de la función de flujo y por lo tanto presentaron una mejor fluidez, no se compactaron fácilmente bajo presión (lo que da problemas de dosificación) y su índice de Hausner y ángulo de reposo no eran muy altos.

### 3.6.1. Altura de los compactados

En el Cuadro 40 se presentan los resultados promedio de la altura de los compactados elaborados a partir de las 3 formulaciones que presentaron buena fluidez y compactabilidad.

*Cuadro 40.* Parámetros de altura de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez.

| <b>Formulación</b> | <b>Altura (mm)</b> | <b>C. V. (%)</b> |
|--------------------|--------------------|------------------|
| 0DS, 2CM, 10MD     | 20.99              | 0.82             |
| 1DS, 1CM, 10MD     | 20.85              | 0.47             |
| 1DS, 0CM, 5MD      | 20.72              | 0.6              |
| 0DS, 0CM, 0MD      | 20.70              | 0.60             |

**DS**= dióxido de silicio, **CM**= celulosa microcristalina, **MD**= maltodextrina

En el Cuadro 40 se observa que los compactados con mayor altura fueron los que se hicieron con la formulación de 0DS, 2CM, 10MD, lo que demuestra que tanto la celulosa microcristalina como la maltodextrina ayudaron a la compactación de los polvos y al mismo tiempo la maltodextrina ayudó a la fluidez ya que presentó un poco de elasticidad. Mientras que los compactados con menor altura fueron los que se hicieron con la formulación que no tenía coadyuvantes.

### 3.6.2. Dureza

#### Dureza con cono

La Figura 38 presenta la fuerza y distancia que se necesitó para romper los compactados elaborados a partir de las 3 formulaciones que presentaron buena fluidez y compactabilidad, puncionando una distancia de 3 mm con una geometría de cono.

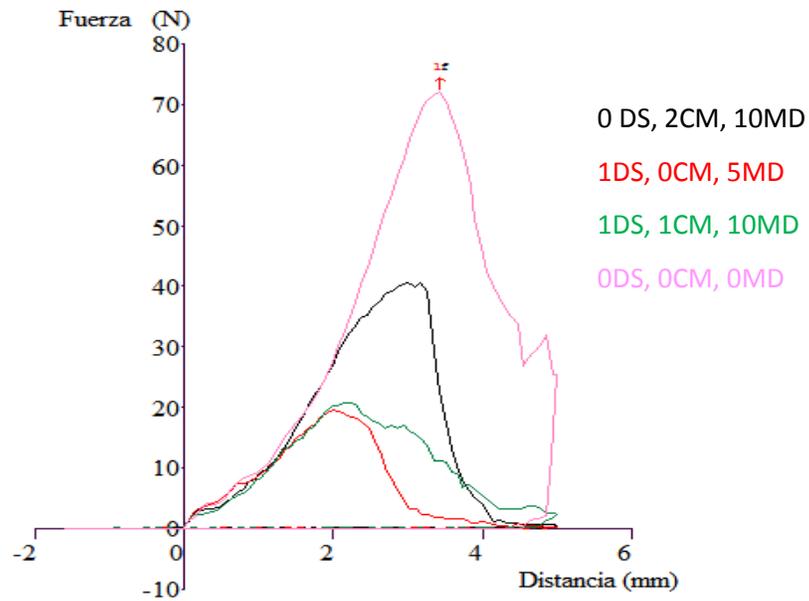


Figura 38. Curvas de penetración con cono de los compactados de las 3 formulaciones que presentaron buena fluidez y compactabilidad.

En la Figura 38 se puede ver que los compactados que necesitaron mayor fuerza para romperlos fueron los que no contenían coadyuvantes, seguidos de los compactados elaborados con 0DS, 2CM, 10MD, por lo que los éstos compactados son los que van a presentar mayor rigidez y estructura.

El Cuadro 41 presenta los resultados promedio de dureza de los compactados elaborados a partir de las 3 formulaciones que presentaron buena fluidez y compactabilidad, comprimiéndolos una distancia de 3 mm con una geometría de cono.

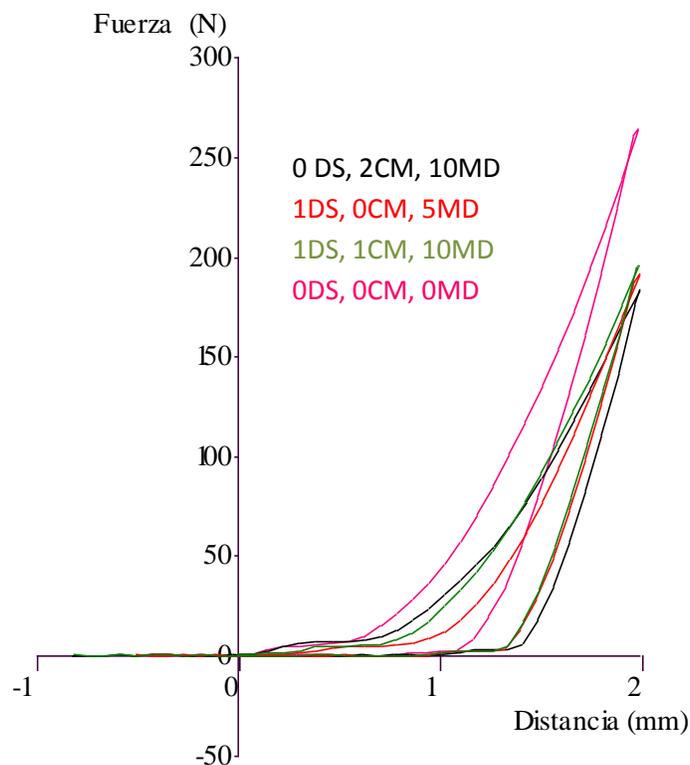
Cuadro 41. Parámetros de penetración de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez empleando geometría de cono.

| Formulación  | Dureza (N) | C. V. (%) | Distancia de ruptura (mm) | C. V. (%) |
|--|------------|-----------|---------------------------|-----------|
| 0DS, 0CM, 0MD  | 71.3       | 12.8      | 3.3                       | 7.8       |
| 0DS, 2CM, 10MD   | 40.3       | 15.2      | 2.8                       | 11.7      |
| 1DS, 1CM, 10MD   | 22.1       | 15.5      | 2.6                       | 12.3      |
| 1DS, 0CM, 5MD  | 19.0       | 8.6       | 2.0                       | 8.9       |
| <b>DS= dióxido de silicio, CM= celulosa microcristalina, MD= maltodextrina</b> |            |           |                           |           |

En el Cuadro 41 se puede observar que los compactados que presentaron mayor dureza fueron los que no contenían coadyuvantes, seguidos de los que contenían ODS, 2CM, 10MD, como se ve en la Figura 38. También se puede ver que a medida que aumentaba la dureza incrementaba la distancia de ruptura.

### Dureza con placa

En la Figura 39 se presentan los resultados de la dureza de los compactados de las 3 formulaciones que presentaron buena fluidez y compactabilidad, comprimiéndolos una distancia de 2 mm con una geometría de placa.



*Figura 39.* Curvas de compresión con placa de los compactados de las 3 formulaciones que presentaron buena fluidez y compactabilidad.

Se puede ver que el compactado con mayor dureza fue el 0DS, 0CM, 0MD, mientras que el compactado más frágil fue el 1DS, 0CM, 5MD, por lo que se puede decir que la celulosa microcristalina ayuda a la firmeza de los compactados.

El Cuadro 42 muestra los resultados promedio de la dureza de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez, comprimiéndolos una distancia de 2 mm con una geometría de placa.

*Cuadro 42.* Parámetros de dureza de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez empleando geometría de placa.

| <b>Formulación</b>   | <b>Dureza (N)</b> | <b>C. V. (%)</b> |
|--|-------------------|------------------|
| 0DS, 0CM, 0MD  | 299.4             | 18.5             |
| 1DS, 1CM, 10MD   | 253.8             | 18.1             |
| 0DS, 2CM, 10MD   | 230.6             | 17.0             |
| 1DS, 0CM, 5MD  | 212.6             | 6.9              |
| <b>DS= dióxido de silicio, CM= celulosa microcristalina, MD= maltodextrina</b> |                   |                  |

En el Cuadro 42 podemos ver que el compactado que mostró mayor dureza fue el que no contenía coadyuvantes, mientras que los compactados que mostraron menor dureza fueron los que se elaboraron con 1DS, 0CM, 5MD, así como en la dureza con la geometría de cono, los compactados que no tienen celulosa son los más frágiles, por lo que se puede decir que la celulosa tiene la función tecnológica de agente de compactación y estos casos al no contenerla, se rompían con mayor facilidad.

Se puede observar que el coeficiente de variación era alto debido a la manera heterogénea en que se comportan los polvos, por su variación de tamaño, humedad y forma, no se pueden compactar de la misma manera.

### **3.6.3. Tiempo de disolución**

En el Cuadro 43 se presentan los resultados promedio del tiempo necesario para disolver los compactados, primero humectándolo en agua a 25 °C hasta romperlo, seguido de un calentamiento entre 60-70 °C, dependiendo de la potencia del horno, con una posterior agitación hasta su completa disolución.

*Cuadro 43.* Parámetros de tiempo de disolución de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez.

| <b>Formulación</b>   | <b>Tiempo de humectado (s)</b> | <b>C. V. (%)</b> | <b>Tiempo de disolución (s)</b> | <b>C. V. (%)</b> | <b>Tiempo total (s)</b> | <b>Temp. (°C)</b> |
|--|--------------------------------|------------------|---------------------------------|------------------|-------------------------|-------------------|
| 1DS, 0CM, 5MD  | 9.01                           | 5.79             | 8.40                            | 12.77            | 17.41                   | 60                |
| 0DS, 2CM, 10MD   | 16.73                          | 6.78             | 10.27                           | 2.45             | 27                      | 70                |
| 1DS, 1CM, 10MD   | 18.48                          | 9.90             | 9.98                            | 10.33            | 28.46                   | 65                |
| 0DS, 0CM, 0MD  | 49.09                          | 6.17             | 86.89                           | 4.72             | 135.98                  | 62                |
| <b>DS= dióxido de silicio, CM= celulosa microcristalina, MD= maltodextrina</b> |                                |                  |                                 |                  |                         |                   |

Se puede ver que el compactado que necesitó menor tiempo de disolución fue el que contenía 1DS, 0CM, 5MD, por no contener celulosa microcristalina los compactados fueron más frágiles, como se vio en los resultados de dureza, y por lo tanto se disuelven más rápido. Por otro lado, los compactados que tuvieron mayor tiempo de disolución fueron los que no contenían coadyuvantes, por lo que se puede decir que la maltodextrina también ayudó a la dispersión del compactado.

#### **3.6.4. Rendimiento de espuma**

El Cuadro 44 muestra los resultados promedio del rendimiento de espuma de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez.

*Cuadro 44.* Parámetros del rendimiento de espuma de los compactados de las formulaciones con mejor fluidez.

| <b>Formulación</b>   | <b>% de espuma</b> | <b>C. V. (%)</b> |
|--|--------------------|------------------|
| 0DS, 2CM, 10MD   | 140.67             | 10.4             |
| 1DS, 1CM, 10MD   | 97.5               | 2.6              |
| 1DS, 0CM, 5MD  | 91.67              | 15.7             |
| 0DS, 0CM, 0MD  | 86.67              | 7.3              |
| <b>DS= dióxido de silicio, CM= celulosa microcristalina, MD= maltodextrina</b> |                    |                  |

Se puede observar que el compactado con mayor rendimiento de espuma fue el que contenía 0DS, 2CM, 10MD con más del 100% en espumado, ya que la maltodextrina ayudó a la disolución del compactado. Los compactados que presentaron menor rendimiento de espuma fueron los que no contenían coadyuvantes y al tener mayor dureza, y mayor tiempo de disolución tardaron más en dispersarse los agentes espumantes.

## CONCLUSIONES

Se puede concluir que el ingrediente que presentó las mejores propiedades de fluidez fue el azúcar debido a su bajo ángulo de reposo, gran tamaño de partícula, baja humedad, bajo índice de Hausner y baja compactación. Aunque presentó una buena fluidez no mostró buenas características de compactación. Mientras que la cocoa mostró buenas características de compactación pero poca fluidez, ya que fue el ingrediente que se compactó más, presentó el ángulo de reposo más alto y un alto índice de Hausner.

Al experimentar con los ingredientes por separado se pueden obtener relaciones o efectos notables entre los diferentes parámetros medidos, mientras que al experimentar con las mezclas de polvos no se observaron relaciones tan claras, ya que influyen las diferentes propiedades de cada polvo.

El coadyuvante que proporcionó a las mezclas las mejores características de compactación fue el jarabe de sorbitol ya que el valor de función de flujo fue significativamente más bajo y presentó una distancia de compactación más grande. Mientras que la maltodextrina fue el coadyuvante que le dio mayor fluidez a las mezclas de los polvos, obteniendo el valor más alto de función de flujo y la menor distancia de compactación.

La maltodextrina fue el coadyuvante que ayudó a la fluidez de la mezcla de polvos, que es lo que se buscaba ya que el jarabe de sorbitol fue el responsable de la compactación de dichas mezclas.

La mejor formulación fue la 0DS, 2CM, 10MD ya que presentó un flujo aceptable de acuerdo al índice de Hausner y el valor más alto en la función de flujo (285.71) y a mayor función de flujo, mayor fluidez ya que el esfuerzo para romper los compactados fue menor.

De acuerdo al análisis Taguchi, con respecto a la función de flujo, la maltodextrina tuvo mayor influencia sobre la formulación, lo que nos dice que dicho coadyuvante ayudó tanto a la fluidez como a la compactación de la mezcla de polvos, ya que presentó la mayor distancia de compactación (4.51 mm), la menor elasticidad (39.28%) y el menor trabajo por mm compactado (127.63 N). En cuanto al compactado de la formulación 0DS, 2CM, 10MD, fue el que tuvo la mayor dureza con la geometría de cono (40.3 N) y la mayor distancia de ruptura (2.8 mm), lo que nos dice que es rígido y se podrá tener un buen manejo del compactado sin que se rompa fácilmente. Por último, tuvo un tiempo total de disolución bajo (27 s) y el mayor rendimiento de espuma (140.67%).

## REFERENCIAS CITADAS

- Adhikari, B., Howes, T., Bhandari, B., y Truong, V. (2001). Stickiness in foods: A review of mechanisms and test methods. *International Journal of Food Properties*, 4, 1-33.
- Alvarado, J., y Aguilera, J. (2001). *Métodos para medir propiedades físicas en industrias de alimentos*. Zaragoza: Acribia.
- Badui, S., Bourges, H., y Anzaldúa, A. (1990). *Química de los alimentos* (2da ed.). México: Alhambra Mexicana.
- Basedow, A., y Moschl, G. (1998). Sorbitol instant-an excipient with unique tableting properties. En M. H. Rubinstein, *Pharmaceutical Technology* (Vol. 1). Nueva York: Ellis Horwood Books in Biological Science.
- Beckett, S. T. (1994). *Fabricación y utilización industrial del chocolate*. (M. González Alonso, Trad.) Zaragoza: Acribia.
- Cerezal, P., Carrasco, A., Pinto, K., y Arcos, R. (2008). Suplemento alimenticio de alto contenido proteico para niños de 2-5 años. II. Propiedades físicas, químicas, reológicas y color. *Interciencia*, 33, 301-307.
- CODEX. (2012). Sistema internacional de numeración de aditivos alimentarios.
- Fassihi, A. R., y Kanfer, I. (1987). The effect of compressibility and powder flow properties on tablet weight variation. En M. H. Rubinstein, *Pharmaceutical Technology* (Vol. 1). New York: Ellis Horwood Books in Biological Science.
- Fitzpatrick, J., Barringer, S., y Iqbal, T. (2003). Flow property measurement of food powders and sensitivity of Jenike's hopper design methodology to the measured values. *Journal of Food Engineering*, 61, 399-405.
- Fitzpatrick, J., Barry, K., Cerqueira, P., Iqbal, T., O'Neill, J., y Roos, Y. (2006). Effect of composition and storage conditions on the flowability of dairy powders. *International Dairy Journal*, 17, 383-392.

- Fuente N., I., Rubio C., K., Hernández Z., L. P., Portilla B., M., y Aguilar C., A. E. (2006). Estudios de perfiles de disolución, calorimetría diferencial de barrido y tamaño de partícula como elementos para determinar la calidad de materias primas. *Revista Mexicana de Ciencias Farmacéuticas*, 37, 43-57.
- García, A., y Pacheco-Delahaye, E. (2010). Evaluación de una bebida láctea instantánea a base de harina de arracacha (*Arracacia xanthorrhiza*) con la adición de ácido fólico. *Revista Chilena de Nutrición*, 37, 480-492.
- Gibson, M. (2001). *Pharmaceutical preformulation and formulation*. New York: Taylor and Francis.
- Hart, F. L., y Fisher, H. J. (1991). *Análisis moderno de los alimentos*. Zaragoza: Acribia.
- Linoya, K., y Gotoh, K. (1991). *Powder technology handbook*. Nueva York: Marcel Dekker.
- Lumay, G., Boschini, F., Traina, K., Bontempi, S., Remy, J., Cloots, R., y Vandewalle, N. (2012). Measuring the flowing properties of powders and grains. *Powder Technology*, 224, 19-27.
- Manzano, O. A., y Morales, M. T. (2009). *Formas farmacéuticas sólidas- polvos y granulados*. Grupo Gylsa SA de CV.
- Minitab Inc. (2010). Ayuda del Minitab 16.1.0.
- Molenda, M., Stasiak, M., Moya, M., Ramirez, A., Horabik, J., y Ayuga, F. (2006). Testing mechanical properties of food powders in two laboratories, degree of consistency of results. *International Agrophysics*, 20, 37-45.
- Nagel, K., y Peck, G. (2003). Investigating the effects of excipients on the powder flow characteristics of theophylline anhydrous powder formulations. *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 29, 277-287.

- NOM-186-SSA1-SCFI-2002. (s.f.). *Productos y servicios. Cacao, productos y derivados. I Cacao. II Chocolate. III Derivados. Especificaciones Sanitarias. Denominación Comercial.*
- Palacios, A., Casas, N., y Beristain, F. (2013). Efecto de coadyuvantes en las propiedades físicas de una mezcla de polvos para compactados de café capuchino. *Memorias del XXXIV Encuentro Nacional y III Congreso Internacional de la AMIDIQ, (1850-1855).* Mazatlán.
- Soh, J., Liew, C., y Heng, P. (2006). New indices to characterize powder flow based on their avalanching behavior. *Pharmaceutical Development and Technology, 11*, 93-102.
- Stasiak, M., Tomas, J., Molenda, M., Rusinek, R., y Mueller, P. (2010). Uniaxial compaction behavior and elasticity of cohesive powders. *Powder Thecnology, 203*, 482-488.
- Swabrick, J. (1997). *Encyclopedia of pharmaceutical technology.* Nueva York: Marcel Dekker.
- Teunou, E., Fitzpatrick, J. J., y Synnott, E. C. (1998). Characterization of food powder flowability. *Journal of Food Engineering, 39*, 31-37.

## **Referencias de internet**

- Alpizar, M. S., y Hernández, E. (2001). *Formas farmacéuticas sólidas*. (UNAM, Editor) Obtenido de [www.docencia.izt.unam.mx/ferm/uveeaa/material\\_adicional/presentaciones\\_pdf/Tabletas.pdf](http://www.docencia.izt.unam.mx/ferm/uveeaa/material_adicional/presentaciones_pdf/Tabletas.pdf)
- Camacho. (2012). *Tabletas*. Obtenido de Tecnología Farmacéutica: [www.uv.mx/personal/izcamacho/files/2012/TABLETAS.pdf](http://www.uv.mx/personal/izcamacho/files/2012/TABLETAS.pdf)
- FAO. (2011). *FAOSTAT*. Obtenido de [www.faostat.fao.org](http://www.faostat.fao.org)
- Grupo Virtual Expo. (2013). *Direct Industry*. Obtenido de [www.directindustry.es/prod/brookfield/viscosímetros-rotativos-20805-48102.html#](http://www.directindustry.es/prod/brookfield/viscosímetros-rotativos-20805-48102.html#)
- Liendo, R. (2005). *Procesamiento del cacao para la fabricación de chocolate y sus subproductos*. Obtenido de INIA: [http://www.sian.inia.gob.ve/repositorio/revistas\\_tec/inia\\_divulga/numero%206/liendo\\_r.pdf](http://www.sian.inia.gob.ve/repositorio/revistas_tec/inia_divulga/numero%206/liendo_r.pdf)
- Pharmacopeia, U. S. (2008-2010). *Pharmaceutical dosage forms (1151)*. Obtenido de USP29-NF24: [http://www.pharmacopeia.cn/v29240/usp29nf24s0\\_c1151\\_viewall.html](http://www.pharmacopeia.cn/v29240/usp29nf24s0_c1151_viewall.html)
- Presscott, J. K., y Barnum A., R. (Octubre de 2000). *On powder flowability*. Obtenido de Pharmaceutical Technology: [www.pharmaportal.com](http://www.pharmaportal.com)
- Rojas, J. (2004). *Curso farmacotécnica I*. (U. d. Colombia, Ed.) Obtenido de [docencia.udea.edu.co/qf/farmacotecnia/01/intro.html](http://docencia.udea.edu.co/qf/farmacotecnia/01/intro.html)
- Vilma, J. (2004). *Micropropagación de "Theobroma cacao L."*. Obtenido de [www.canacacao.org/uploads/smartsection/19\\_Micropropagación\\_cacao\\_IT\\_CR\\_2004.pdf](http://www.canacacao.org/uploads/smartsection/19_Micropropagación_cacao_IT_CR_2004.pdf)

## ANEXOS

### Análisis estadístico ANOVA unidireccional

#### Ángulo de reposo

| Fuente      | GL | SC     | CM    | F    | P     |
|-------------|----|--------|-------|------|-------|
| Formulación | 8  | 135.19 | 16.90 | 6.34 | 0.001 |
| Error       | 18 | 48.00  | 2.67  |      |       |
| Total       | 26 | 183.19 |       |      |       |

#### Humedad

| Fuente      | GL | SC     | CM     | F    | P     |
|-------------|----|--------|--------|------|-------|
| Formulación | 8  | 1.2495 | 0.1562 | 8.59 | 0.000 |
| Error       | 18 | 0.3271 | 0.0182 |      |       |
| Total       | 26 | 1.5767 |        |      |       |

#### Índice de Hausner

| Fuente      | GL | SC       | CM       | F     | P     |
|-------------|----|----------|----------|-------|-------|
| Formulación | 8  | 0.044466 | 0.005558 | 13.65 | 0.000 |
| Error       | 18 | 0.007330 | 0.000407 |       |       |
| Total       | 26 | 0.051796 |          |       |       |

#### Función de flujo

| Fuente      | GL | SC    | CM   | F     | P     |
|-------------|----|-------|------|-------|-------|
| Formulación | 8  | 69572 | 8696 | 23,84 | 0,000 |
| Error       | 18 | 6567  | 365  |       |       |
| Total       | 26 | 76139 |      |       |       |

#### Porcentaje de trabajo recuperado

| Fuente      | GL | SC     | CM    | F    | P     |
|-------------|----|--------|-------|------|-------|
| Formulación | 8  | 50.423 | 6.303 | 9.89 | 0.000 |
| Error       | 18 | 11.471 | 0.637 |      |       |
| Total       | 26 | 61.893 |       |      |       |

### Porcentaje de elasticidad

| Fuente      | GL | SC     | CM    | F    | P     |
|-------------|----|--------|-------|------|-------|
| Formulación | 8  | 127.68 | 15.96 | 3.35 | 0.016 |
| Error       | 18 | 85.79  | 4.77  |      |       |
| Total       | 26 | 213.47 |       |      |       |

### Distancia compactada

| Fuente      | GL | SC     | CM     | F    | P     |
|-------------|----|--------|--------|------|-------|
| Formulación | 8  | 1.5939 | 0.1992 | 2.72 | 0.037 |
| Error       | 18 | 1.3176 | 0.0732 |      |       |
| Total       | 26 | 2.9115 |        |      |       |

### Trabajo/Distancia

| Fuente      | GL | SC     | CM   | F    | P     |
|-------------|----|--------|------|------|-------|
| Formulación | 8  | 628.7  | 78.6 | 1.46 | 0.239 |
| Error       | 18 | 967.5  | 53.8 |      |       |
| Total       | 26 | 1596.3 |      |      |       |

### Módulo elástico

| Fuente      | GL | SC     | CM    | F    | P     |
|-------------|----|--------|-------|------|-------|
| Formulación | 8  | 1196.8 | 149.6 | 4.55 | 0.004 |
| Error       | 18 | 591.3  | 32.9  |      |       |
| Total       | 26 | 1788.1 |       |      |       |