

UNIVERSIDAD DE COSTA RICA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

**Evaluación de un *In Bin Blender* para el mezclado de sólidos en la
industria alimentaria**

PROYECTO DE GRADUACIÓN SOMETIDO A CONSIDERACIÓN DE LA ESCUELA
DE INGENIERÍA QUÍMICA COMO REQUISITO FINAL PARA OPTAR
POR EL GRADO DE LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA

Eric Baizán Artavia

CIUDAD UNIVERSITARIA "RODRIGO FACIO"
SAN JOSE, COSTA RICA
2015

Comité Asesor

EVALUACIÓN DE UN *IN BIN BLENDER* PARA EL MEZCLADO DE SÓLIDOS EN LA INDUSTRIA ALIMENTARIA

Proyecto de Graduación presentado ante la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de Costa Rica, como requisito final para optar por el grado de Licenciatura en Ingeniería Química

Sustentante:

Eric Esteban Baizán Artavia

Aprobado por:



Ing. Gerardo Chacón Valle, M.Sc.
Profesor Asociado
Escuela de Ingeniería Química

Presidente del tribunal



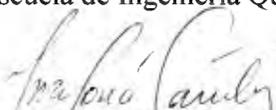
Ing. Manuel Molina Córdoba
Profesor Asociado
Escuela de Ingeniería Química

Director del proyecto



Ing. Maureen Córdoba Pérez
Profesora
Escuela de Ingeniería Química

Miembro lector



Ing. Yira Loría Sánchez
Representante de empresa

Miembro lector



Ing. Erick Solano Carmona
Escuela de Ingeniería Química

Miembro invitado

Ciudad Universitaria "Rodrigo Facio", 9 de junio de 2015

DEDICATORIA

Este trabajo se lo dedico a mis abuelos, Guido Artavia y Corina Carballo, quienes siempre me apoyaron durante mi época universitaria. Con su ayuda alivianaron cada uno de mis días de estudio, y estuvieron presentes en cada paso en mi formación como profesional.

AGRADECIMIENTOS

A mi papá y mi mamá, quienes fueron un complemento perfecto para apoyarme cada vez que se tornó oscuro el camino y también estuvieron ahí para celebrar los buenos momentos.

A Víctor por sus consejos y apoyo, por motivarme siempre a pensar como ingeniero.

A Yira Loría y mi equipo de trabajo (Moni, Alicia, Sofi, Bryan, Mari, Nanne y Belén) por su apoyo, guía y dirección durante la realización de este proyecto.

A Karol, quien fue mi mano derecha y con amor y cariño me ayudó a dedicarle tiempo a este proyecto.

A mis amigos Chali, Jose, Adri, Meli, Luga y Vero, que con sus oraciones ayudaron a que todo sucediera en el tiempo perfecto de Dios.

A mis profesores Manuel Molina, Mauren Córdoba, Erick Solano y Gerardo Chacón, por el tiempo, ayuda y consejo durante la realización de este proyecto.

A mis amigos Sebas, Ricardo, Carlo y Andrés; gracias por todas las estudiadas, buenos momentos e inolvidable amistad.

A Dios, porque para él es toda la honra y gloria de lo que yo realice. Esto es por y para él, porque separados de Dios no somos nada.

“Yo soy la vid y ustedes son las ramas. El que permanece en mí, como yo en él, dará mucho fruto; separados de mí no pueden ustedes hacer nada.”

Juan 15:5

RESUMEN

El objetivo del presente proyecto es evaluar el desempeño de un mezclador de sólidos en polvo, para la industria alimentaria; para mejorar el proceso de mezclas en polvo en la empresa donde se utilizaría. El equipo es un mezclador rotatorio, al cual se le denomina *In Bin Blender*.

Para ello se realizaron pruebas en el In Bin Blender, dentro de la planta; con el producto que se manufactura en mayor volumen. Asimismo, se llevó a cabo un diseño factorial $k \times m$ con repetición; los factores estudiados fueron la velocidad de rotación del equipo y el tiempo de mezclado. Los niveles estudiados fueron 10 rev/min y 12 rev/min, para la velocidad, y 10, 12, 14, 16 y 18 minutos, para el tiempo; para cada corrida se hizo una repetición. Las variables de respuesta fueron la acidez total y concentración de ácido ascórbico; y se estudió el coeficiente de varianza para dichos valores. Después de llevar a cabo el análisis de varianza, se encontró que el tiempo era significativo para la acidez, donde el menor coeficiente de variación, que es lo deseado en la operación, se dio a 18 minutos

Al analizar los datos se encontró una alta variabilidad, por lo que se dificulta generar conclusiones sobre el experimento. Esta variación sugiere la realización de un análisis de causa-raíz, para encontrar diferentes fuentes de error, y a su vez disminuirlas.

Se recomienda realizar un Ishikawa, o diagrama de espina de pescado, de esa manera en futuros experimentos se podrán obtener mejores resultados. Se sugiere también estudiar mayores niveles de velocidad, pues según lo estudiado en la bibliografía, este factor tiene un mayor impacto en la eficacia del proceso de mezclado en polvos, con equipos como el estudiado en esta investigación.

INDICE

| | |
|---|------|
| Dedicatoria..... | iii |
| Agradecimientos | iv |
| Resumen..... | v |
| Lista de cuadros | viii |
| Lista de figuras..... | ix |
| Capítulo 1: Introducción | 1 |
| Capítulo 2: Marco Teórico..... | 3 |
| 2.1. Teoría de mezclado de sólidos | 4 |
| 2.2. Equipos de mezclado..... | 5 |
| 2.2.1. <i>In Bin Blender</i> | 7 |
| 2.3. Propiedades de materiales granulados..... | 8 |
| 2.3.1. Tamaño de partícula y forma | 8 |
| 2.3.2. Densidad y porosidad..... | 10 |
| 2.3.3. Fuerza y dureza de la partícula..... | 11 |
| 2.3.4. Efecto de otros factores en las propiedades de las partículas..... | 11 |
| 2.4. Estadística experimental y el análisis de varianza..... | 12 |
| 2.4.1. Diseños Factoriales | 13 |
| Capítulo 3: Materiales, Equipo y Metodología Experimental | 15 |
| 3.1. Materiales | 15 |
| 3.2. Equipo Experimental..... | 15 |
| 3.3. Metodología Experimental | 17 |
| 3.3.1. Plan Estadístico Experimental | 19 |
| 3.3.2. Diagrama de Muestreo..... | 21 |
| 3.3.3. Métodos utilizados para la medición de las variables de respuesta..... | 22 |
| Capítulo 4: Resultados experimentales y discusión | 23 |
| 4.1. Variación de las variables de respuesta..... | 23 |
| 4.2. Análisis de normalidad..... | 26 |

| | |
|--|----|
| 4.3. Tendencia de las variables | 27 |
| 4.4. Análisis de varianza para los coeficientes de variación | 35 |
| Capítulo 5: Conclusiones y recomendaciones | 42 |
| 5.1. Conclusiones | 42 |
| 5.2. Recomendaciones..... | 42 |
| Bibliografía | 44 |
| Apéndice | 43 |
| A- Datos experimentales | 47 |
| B. Resultados intermedios | 56 |
| C. Muestra de cálculo | 59 |

LISTA DE CUADROS

| | |
|--|----|
| Cuadro 3.1. Materiales para la determinación de acidez y ácido ascórbico. | 15 |
| Cuadro 3.2. Diagrama del diseño experimental $k \times m$ | 20 |
| Cuadro 3.2. Especificaciones del <i>In Bin Blender</i> | 16 |
| Cuadro 3.3. Métodos utilizados para el análisis de las variables de respuesta | 22 |
| Cuadro 4.1. Valores de coeficiente de varianza para vitamina C. | 32 |
| Cuadro 4.2. Resultados del análisis de varianza para la vitamina C, con el tiempo de mezclado como tratamiento y la velocidad de mezclado como bloque | 35 |
| Cuadro 4.3. Medias para cada tratamiento (tiempo de mezclado)..... | 36 |
| Cuadro 4.4. Resultados del análisis de varianza para la acidez, con el tiempo de mezclado como tratamiento y la velocidad de rotación como bloque..... | 37 |
| Cuadro 4.5. Valores de vitamina C, promedio y coeficiente variación para una corrida a 16 rev/min y 10 minutos | 38 |

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 2.1. Patrón de flujo para un agitador de doble reversa | 7 |
| Figura 2.2. Módulo de <i>In Bin Blender</i> | 8 |
| Figura 2.3. Partícula de superficie irregular. | 9 |
| Figura 3.1. Representación esquemática de la configuración del equipo experimental. | 16 |
| Figura 3.2. Procedimiento experimental. | 19 |
| Figura 3.3. Diagrama de muestreo en 3 dimensiones. | 21 |
| Figura 3.4. Detalle de las vistas del diagrama de muestreo. | 21 |
| Figura 4.1. Boxplot para la vitamina C tomando en cuenta la velocidad y el tiempo. | 24 |
| Figura 4.2. Boxplot para la acidez tomando en cuenta la velocidad y el tiempo | 24 |
| Figura 4.3. Boxplot para la vitamina C, según el tiempo de mezclado, para la mezcladora actual. | 25 |
| Figura 4.4. Boxplot para la acidez, según el tiempo de mezclado, para la mezcladora actual. | 26 |
| Figura 4.5. Gráfico de normalidad para la vitamina C | 27 |
| Figura 4.6. Gráfico de normalidad para la acidez. | 27 |
| Figura 4.7. Tendencia del coeficiente de variación de vitamina C según el tiempo | 28 |
| Figura 4.8. Tendencia del coeficiente de variación de vitamina C según la velocidad | 29 |
| Figura 4.9. Tendencia del coeficiente de variación de acidez según el tiempo | 30 |
| Figura 4.10. Tendencia del coeficiente de variación de acidez según la velocidad de rotación. | 31 |
| Figura 4.11. Coeficientes de variación para tres corridas en mezcladora actual. | 32 |
| Figura 4.12. Coeficiente de varianza en vitamina C, para comparar equipo actual con el <i>In Bin Blender</i> | 33 |
| Figura 4.13. Diagrama de causa y efecto para la alta variación del experimento. | 34 |
| Figura 4.14. Gráfico de los efectos principales para el CV de acidez | 38 |

CAPITULO 1

Introducción

El presente trabajo se desarrolló en una industria que produce mezclas en polvo para la preparación de bebidas y postres. Esta empresa ha venido en constante crecimiento, como consecuencia del entorno dinámico en el que se desenvuelve; de ahí que conforme aumenta el volumen de ventas, la planta debe tener la capacidad de suplir el mercado. Es aquí donde surge la necesidad de buscar nuevas tecnologías y nuevas formas de operar para aumentar la capacidad de la planta, dadas las limitaciones de espacio físico con que se cuenta. Es conveniente enfatizar que aunque el mercado nacional de bebidas en polvo no está en auge, la empresa a nivel global sí, pues tiene además de las bebidas, gran diversidad de productos. Asimismo posee varias plantas a nivel global, y mucho de ese volumen se ha traído a Costa Rica.

En la industria de mezclas en polvos hay diferentes tecnologías de mezclado, la correcta dependerá de los requerimientos de la empresa y del tipo de ingredientes que se quiera mezclar. Por ejemplo, hay empresas que tienen capital para invertir, lo que les permite adquirir la más alta tecnología; otras tienen espacio para ubicar los equipos, lo que les permite tener variedad de equipos sin importar el espacio; mientras que otras empresas no cuentan con estas facilidades. Por otro lado se tiene el tipo de ingredientes, existen mezclas sencillas, es decir con menos de 5 ingredientes, como las mezclas farmacéuticas, cuyo mezclado es más fácil en comparación con mezclas de más ingredientes y con diferentes propiedades fisicoquímicas, como las que hay en la industria de bebidas y postres en polvo (Campbell, 1995).

Entre las diferentes tecnologías existentes, la planta en la que se llevará a cabo este proyecto, ha seleccionado un sistema acorde con sus necesidades. La tecnología en cuestión, implica un cambio significativo en el proceso de producción actual, ya que el nuevo flujo de proceso estaría compuesto por varias etapas. La primera es un proceso continuo, en el cuál van los componentes genéricos, utilizados en la mayoría de las fórmulas; los cuales son coincidentes

para la diversidad de productos que manufactura la planta. La segunda parte del proceso es una mezcla “semi-batch”, en la que se incluyen los ingredientes menores, además de los genéricos (provenientes de la primera etapa). La mezcla que sale de esta última etapa es la mezcla final, que será expandida al consumidor, después de pasar por el proceso de empaque.

La mezcla que va para consumo final, debe ser analizada para asegurarse que cumpla con ciertos parámetros de calidad y también para garantizar lo que se imprime en la etiqueta. Las variables evaluadas en la etapa antes mencionada, son las mismas que se deberán analizar para validar que el nuevo proceso productivo que se estudia en este trabajo, iguale o exceda el rendimiento del proceso actual. Con los resultados de este experimento se podrá saber si el equipo nuevo (*In Bin Blender*) tiene la capacidad de dar una mezcla igual o mejor que con el proceso actual.

Se debe mencionar que este trabajo se circunscribe al proceso “semi-batch”, que es el que entregará el producto al proceso de empaque. Con este proyecto la empresa en cuestión podrá contar con los criterios técnicos necesarios para tomar la decisión de si el equipo nuevo sirve o no, así como cuáles son los parámetros indicados para la mejor operación del mismo.

CAPITULO 2

Marco Teórico

El mezclado es una operación unitaria en la cual se obtiene una mezcla a partir de dos o más componentes hasta tener una composición uniforme. El mezclado en alimentos tiene un enfoque diferente a las operaciones industriales comunes. En primera instancia, no solo se usa para lograr homogeneidad sino para lograr las características deseadas en el producto final. En la mayoría de los casos, este proceso involucra múltiples componentes, con materiales de distintas propiedades físicas y en cantidades diferentes; además muchos de ellos pueden ser frágiles y consecuentemente dañados cuando el mezclado es excesivo. En la industria alimentaria cuando se trabaja con sólidos hay relaciones muy complejas entre los parámetros de mezclado y las características del producto (Towler & Sinnott, 2008).

En este proceso debe saberse cuándo un producto está bien mezclado, y esto ha sido muy bien descrito por Fellows (2009). En primer lugar, hay que lograr una composición con homogeneidad, buenas propiedades sensoriales e integridad de partícula. Asimismo, una mezcla debe cumplir con los requisitos de seguridad alimentaria, es decir que no contenga virutas ni partes de una máquina, ni partículas extrañas en general. De la mano con la seguridad está el aspecto legal, que es el cumplimiento de las declaraciones de la etiqueta del producto y por lo tanto, que ningún componente de la mezcla vaya a causar daño al consumidor; por ejemplo, si alguno fuese en una concentración muy elevada. Una operación de mezclado exitosa debe ser eficaz y eficiente a nivel de proceso y a nivel energético. En ese sentido, también debe ser flexible ante los cambios en el proceso, como cuando se cambia de producto o cuando se tiene que lavar el equipo. En síntesis, los anteriores requisitos deben cumplirse al elegir un equipo para mezclar sólidos (Campbell, 1995).

2.1. Teoría de mezclado de sólidos

Se debe saber que físicamente no es factible alcanzar uniformidad total de una mezcla de polvos, el grado de homogeneidad va a depender de factores tales como: el tamaño relativo de partícula, la forma y densidad de cada componente; la humedad, fluidez de cada componente, la cohesión entre partícula y la eficiencia del mezclador (Fellows, 2009).

Es conveniente definir la desviación estándar relativa (RSD, por sus siglas en inglés) o coeficiente de variación (CV). Según Sáez y Gómez-Cambronero (2006), el coeficiente de variación “es la desviación estándar expresada en términos de porcentaje; y estenos da una idea real de la desviación sin referirse a la naturaleza de la medida ni a la metodología utilizada” (p 74). Lo anterior permite utilizar este parámetro para comparar diferentes corridas sobre una base común. Este valor se obtiene mediante la siguiente ecuación:

$$CV = \frac{\sigma_m}{\bar{C}} \% \quad (2.1)$$

Dónde CV es el coeficiente de variación, σ_m es la desviación estándar de la mezcla y \bar{C} es la media de la concentración.

Un método que se utiliza para determinar los cambios en la composición de una mezcla es calcular la desviación estándar, la raíz cuadrada de la varianza, de un número determinado de puntos de muestreo. De esa manera se sabe cuánto varía cada muestra con respecto a la concentración esperada. Para una mezcla de sólidos la desviación estándar viene dada por la siguiente ecuación:

$$\sigma_m = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1} (C_i - \bar{C})^2} \quad (2.2)$$

En donde n es el número de muestras, C es la concentración de la muestra i -ésima y es la media de la concentración. Una vez que se tienen las desviaciones estándar, y se comparan,

es de esperar que al disminuir la diferencia en la composición, los valores de desviación estándar se acerquen a un mínimo asintótico y el mezclado sea más uniforme (Fellows, 2009).

Para mezclas binarias, se tiene el índice de mezclado de Lacey (Rhodes, 2008), el cual es básicamente la proporción de mezclado que se alcanzó, respecto al mezclado posible. El índice está descrito en la ecuación 2.3.

$$M = \frac{\sigma^2 - \sigma_o^2}{\sigma_o^2 - \sigma_R^2} \quad (2.3)$$

En donde M , se lee como índice de mezclado. σ^2 es la varianza de la muestra, después del mezclado. Las otras varianzas que aparecen en la ecuación 2.3, se definen como sigue:

$$\sigma_o^2 = p(1 - p) \quad (2.4)$$

$$\sigma_R^2 = \frac{p(1 - p)}{n} \quad (2.5)$$

En donde σ_o^2 es la varianza cuando la mezcla está totalmente segregada, es decir sin mezclar, σ_R^2 es la varianza cuando la mezcla está mezclada aleatoriamente, es decir el mejor mezclado que se puede lograr. Los componentes p y $(1-p)$ son las proporciones de los ingredientes que forman la mezcla binaria; mientras que n es el número de partículas en cada muestra (Rhodes, 2008).

Nótese que un valor de M igual a cero, significa que la mezcla está totalmente segregada o sin mezclar, mientras que un valor igual a la unidad significa que la mezcla está totalmente bien mezclada.

2.2. Equipos de mezclado

Fellows (2009) clasifica los tipos de mezcladoras según el proceso para el que sean adecuadas: para polvos o partículas sólidas, para líquidos de baja o mediana viscosidad, para pastas o líquidos altamente viscosos y para dispersión de polvos en líquidos. En este trabajo interesa el mezclado de sólidos para bebidas, así que solo se desarrollará la discusión concerniente a este tipo de procesos.

Básicamente hay dos tipos de diseños: los que generan el movimiento de los materiales con un tornillo o eje y los que usan la acción de rotación de un recipiente. Los equipos rotatorios usualmente giran a velocidades entre los 4 rev/min y 60 rev/min, y el polvo se mezcla al caer mediante las fuerzas tangenciales generadas por la rotación y por la fuerza de gravedad. Un factor muy importante a tomar en cuenta es la velocidad crítica, la cual se da cuando la velocidad de rotación es tan alta que excede la fuerza de la gravedad, y se deja de mezclar el polvo.

Este tipo de mezcladoras en ocasiones utilizan deflectores para mejorar la eficiencia del mezclado. Entre los diferentes diseños que existen se pueden mencionar: tambores, doble cono, cubos, cono en Y, cono en V y contenedores de acero inoxidable rotatorios. Los diseños anteriores son generales, dentro de cada uno de ellos existen muchas variedades hechas para adecuarlos al proceso, pues en los últimos años las necesidades han obligado a los investigadores a desarrollar tecnologías que han revolucionado el mezclado. Ejemplos de lo anterior son los mezcladores que dispersan líquidos en sólidos, otros que operan al vacío, mezclado criogénico o mezcladores adecuados para manejar materiales peligrosos (Fellows, 2009).

Por otro lado, se tienen los mezcladores de eje, los cuales tienen varias hojas en forma de hélice que generan un patrón de flujo que mezcla el material. Estos mezcladores, usualmente, se encuentran en una carcasa en forma de U, a través de la cual va el eje. En todos los diseños el lazo se mueve muy cerca de la carcasa para garantizar que todas las partículas sean movilizadas y para descargar la mayor cantidad de producto. La manera en que se mueve la hélice genera un patrón, como se puede ver en la siguiente Figura 2.1, el cual garantiza un movimiento de rodamiento, donde las partículas se mueven juntas, evitando que el material se quede estancado.

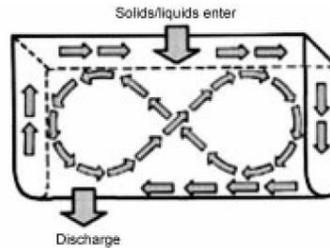


Figura 2.1. Patrón de flujo para un agitador de doble reversa (Fellows, 2009)

En otros diseños se genera un movimiento neto hacia delante, para mover el material a través de la máquina, este sistema es el que se usa para mezcladores continuos. Estos sistemas tienen paletas o agitadores tipo arado, en lugar de un lazo, los cuales mueven y mezclan el material progresivamente. Adicionalmente hay diseños de tornillo verticales, que mueven el material hacia arriba y utilizan la fuerza de gravedad para que el mismo se devuelva; dichos sistemas se usan para adicionar pequeñas cantidades de material a un lote grande de producto (Fellows, 2009).

2.2.1. *In Bin Blender*

En el presente trabajo se estudiará un mezclador *In Bin Blender* o *tumbling blender*, que básicamente es un contenedor que gira sobre el eje del brazo, que está pegado al motor, tal como se puede ver en la Figura 2.2. El objetivo de este tipo de mezcladores es evitar el manejo excesivo de la mezcla, al transportarla a un siguiente proceso (Alexander, Sudah, Arratia, Goodridge, Alani & Muzzio, 2004). Lo anterior evita problemas de segregación, generación de polvo y contaminación de la mezcla.

El funcionamiento de este tipo de mezclador es muy simple, se cargan los ingredientes individualmente y el equipo empieza a girar sobre un eje, utilizando tanto la fuerza centrípeta como la fuerza gravitacional para lograr el mezclado. Hay casos en los que se puede hacer una pre-mezcla para mezclar un ingrediente cohesivo de baja concentración (Alexander et al., 2004).

Se debe mencionar que entre los factores que afectan el mezclado en el *In Bin Blender* se tienen: la carga de los ingredientes, el porcentaje de llenado, la velocidad de rotación y el

tiempo de mezclado (Alexander et al., 2004). Para consultar las especificaciones técnicas de este equipo, se puede consultar el Cuadro 3.2.



Figura 2.2. Módulo de *In Bin Blender* (Matcon IBC, s.f.).

2.3. Propiedades de materiales granulados

Es importante conocer las propiedades de los sólidos puesto que las operaciones realizadas con dichos materiales se ven afectadas por las propiedades individuales de las partículas involucradas, así como por las propiedades combinadas de los componentes de ese material a granel. Las propiedades van a depender de las características intrínsecas del material y de los procesos mediante los cuales se elaboran los sólidos (Schulze, 2008).

2.3.1. Tamaño de partícula y forma

El tamaño de partícula es una de las más importantes características cuando se trata de mezclado de sólidos, dado que ello puede originar la separación de las mezclas, y consecuentemente una pérdida en la calidad. Después del tamaño, otra característica esencial

es su forma, ya que incide en el mezclado. Para caracterizar un sólido comúnmente se utiliza el largo, el ancho, el perímetro, el grosor y el área de la partícula (Towler & Sinnott, 2008).

En la Figura 2.3 se ilustran las características mencionadas anteriormente:

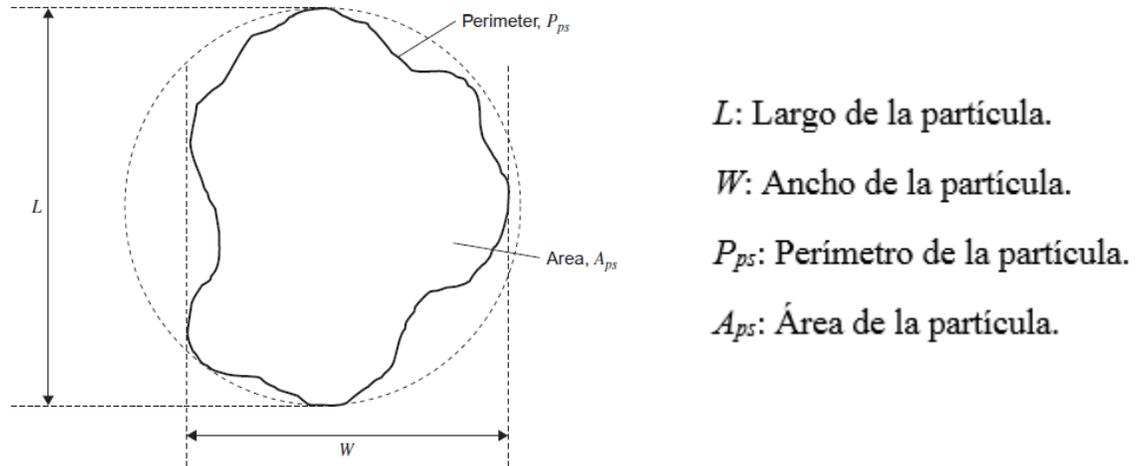


Figura 2.3. Partícula de superficie irregular (Towler & Sinnott, 2008).

En la literatura de materiales sólidos, es común referirse al diámetro hidráulico, denotado con d_h , el cual se define mediante la ecuación 2.6:

$$d_h = \frac{4 A_{ps}}{P_{ps}} \quad (2.6)$$

El diámetro hidráulico se usa para tomar en cuenta la no esfericidad de las partículas. No obstante, también hay otras definiciones para tomar en cuenta este factor, tal como lo es el diámetro de Stokes d_{st} , el cual se define como el diámetro de una esfera lisa de la misma densidad que una partícula, que cae a la misma velocidad en un líquido viscoso.

Finalmente la esfericidad de una partícula se define como sigue:

$$\psi = \frac{\text{Área superficial de una esfera con el mismo volumen que la partícula}}{\text{Área superficial de la partícula}} \quad (2.7)$$

Los métodos que se utilizan para medir el tamaño de partícula usan una de las diferentes definiciones que se han desarrollado. Por ejemplo, las mallas y filtros usan el ancho (W) como base para describir el tamaño de partícula. La sedimentación utiliza el diámetro de Stokes, mientras que el análisis por microscopio estudia el área de la partícula (Schulze, 2008).

2.3.2. Densidad y porosidad

La densidad de materiales granulados es difícil de medir, dada la presencia de poros o imperfecciones en la superficie del material. Debido a esta complejidad, hay varias definiciones de densidad, respecto a un material granulado. La densidad real es la densidad del material del cual está constituida la partícula. La densidad de la partícula es la observada tomando en cuenta la porosidad de cada partícula. Finalmente la densidad aparente es la densidad de grandes cantidades de partículas, la cual considera los espacios vacíos entre las partículas (Towler & Sinnott, 2008).

Mediante las siguientes ecuaciones se ilustran mejor los tipos de densidad:

$$\rho_b = \rho_p(1 - \varepsilon) \quad (2.8)$$

$$\rho_p = \rho_t(1 - \chi) \quad (2.9)$$

ρ_b = Densidad aparente.

ρ_p = Densidad de la partícula.

ρ_t = Densidad real.

ε = fracción de espacio vacío entre el lecho de partículas.

χ = fracción de volumen interno de poro de cada partícula.

Para materiales granulados manejados a granel, la densidad aparente es la de mayor importancia. Se debe destacar que esta propiedad es muy sensible al golpe o a la compactación. Por ejemplo, una cama de material compactado puede tener una densidad de 5% a 20% mayor que una cama no compactada. Para otras operaciones unitarias, como el

secado o fluidización, las densidades que se usan son diferentes pues las características del proceso lo requieren (Towler & Sinnott, 2008).

2.3.3. Fuerza y dureza de la partícula

La fuerza es una propiedad importante, puesto que de ella depende la resistencia del material para sobrellevar el tratamiento durante los procesos de manufactura, así como la resistencia durante su uso final. Por ejemplo, los sólidos de un lecho catalítico deben tener la fortaleza suficiente para soportar la presión en el sistema, o las pastillas deben ser lo suficientemente fuertes para mantenerse compactadas antes de consumirse. La fuerza de las partículas de un material granular depende del material del que estén hechas, así como de la microestructura de las mismas. De hecho, hay muchas partículas sólidas que son aglomerados o materiales compuestos, formados por unión de las partículas en una matriz líquida o inclusive sólida. En el caso anterior, la propiedad en cuestión depende entonces de las características físicas y químicas del material de la matriz (Towler & Sinnott, 2008).

La dureza es diferente de la fuerza de un sólido, aunque se suelen confundir. La dureza, se define como la habilidad de un material para desgastar o rasgar otro material. Por ejemplo, si a un material aglomerado se le adicionan pequeñas partículas de cuarzo, mantendrá su fuerza, pero su dureza será mayor, por lo que será más abrasivo. Esta propiedad se mide en Mohs (Towler & Sinnott, 2008).

2.3.4. Efecto de otros factores en las propiedades de las partículas

Existen factores que afectan las propiedades de las partículas. Las propiedades químicas influyen en otras como la densidad, la porosidad, la fuerza, o inclusive, pueden significar un peligro a la salud o a la seguridad. Asimismo, cuando se ve involucrada una reacción química, también se dan cambios en las propiedades de los materiales.

En procesos como la elaboración de bebidas en polvo, la higroscopicidad de los sólidos es muy importante ya que afecta la densidad y fuerza de la partícula. Además, cuando un material absorbe humedad, tiende a aglomerarse, lo que hace más difícil su manejo y procesamiento.

En un estudio realizado por Teunou y Fitzpatrick (1999) se demuestra cómo el efecto de la humedad relativa y la temperatura afecta la fluidez de los materiales en polvo. En la investigación se realizaron experimentos con extracto de té, suero de leche y harina. Para todos los anteriores, la fluidez decayó al aumentar la humedad, especialmente para el extracto de té y para el suero de leche, materias primas comunes en la planta donde se realizó el proyecto.

Para la temperatura el efecto es inversamente proporcional, al igual que la humedad relativa, es decir, la fluidez decrece al aumentar la temperatura. No obstante, para la harina se tuvo un comportamiento diferente, pues su fluidez mejoró al aumentar la temperatura.

Normalmente, cuando aumenta la humedad y la temperatura, la estructura de las partículas se modifica. Por ejemplo, al adsorber agua, se crean “puentes de agua” entre las partículas que dificultan la fluidez de las partículas. Por otro lado, cuando se aumenta la temperatura, se activa el proceso de re-cristalización, al modificarse la estructura de los cristales, la fluidez disminuye (Teunou & Fitzpatrick, 1999).

2.4. Estadística experimental y el análisis de varianza

Cuando se realiza una investigación, es conveniente utilizar un diseño de experimentos. Gutiérrez y de la Vara (2008), señalan que: “consiste en planear y realizar un conjunto de pruebas con el objetivo de generar datos que, al ser analizados estadísticamente, proporcionen evidencias objetivas que permitan responder la interrogantes planteadas por el experimentador (...)” (p. 5). Es decir, cuando se va hacer un trabajo en el laboratorio o en cualquier otro sitio que involucre investigación, hay que planearlo, de manera que genere la información necesaria, con la cantidad de recursos adecuada; y que facilite el uso de herramientas estadísticas para su análisis.

Según Montgomery (2012), el análisis de varianza, ANOVA por sus siglas en inglés, es la herramienta estadística para estudiar los efectos, que producen desviaciones, con respecto a la media. Cuando se realiza un experimento generalmente se tiene como objetivo determinar qué factores influyen más en la variable de respuesta de interés y para estos determinar qué niveles favorecen la variable de respuesta; estos pueden maximizarla, minimizarla o

acercarse a un valor meta; dependiendo del propósito del estudio (Delgado de la Torre, 2008). Por lo tanto, antes de iniciar un experimento, se debe planear de manera que permita obtener la información necesaria, acorde con el objeto de la investigación.

2.4.1. Diseños Factoriales

Según Gutiérrez y de la Vara (2008), “el objetivo de un diseño factorial es estudiar el efecto de varios factores sobre una o varias respuestas, cuando se tiene el mismo interés sobre todos los factores” (p. 128). Lo anterior es justamente lo que se busca con un estudio como el que se desarrollará.

Existen diversos arreglos para este tipo de experimentos. En palabras de los autores mencionados anteriormente:

Así, la matriz de diseño o arreglo factorial es el conjunto de puntos experimentales o tratamientos que pueden formarse considerando todas las posibles combinaciones de los niveles de los factores. Por ejemplo, con $k = 2$ factores, ambos con dos niveles, se forma el diseño factorial 2×2 , que consiste en cuatro combinaciones o puntos experimentales. Si ahora uno tiene tres niveles y el otros dos, se pueden construir 3×2 combinaciones que dan lugar al diseño factorial 3×2 . Observe que en el nombre del diseño factorial va implícito el número de tratamientos que lo componen. Para obtener el número de corridas experimentales se multiplica el número de tratamientos por el número de réplicas, donde una de éstas se lleva a cabo cada vez que se corre el arreglo completo (Gutiérrez y de la Vara, 2008, p. 128).

Este tipo de diseños son también llamados $k \times m$, como lo menciona Chacón (en prensa). En donde k , se refiere a los tratamientos y m se refiere a los bloques. Para entender bien, y en analogía con el párrafo anterior: un 3×2 tendría: 3 tratamientos y 2 bloques.

En concordancia con lo que se mencionaba anteriormente, conviene definir qué es un efecto. Los efectos son los cambios observados en la variable de respuesta, debido a los cambios de niveles en los factores (Gutiérrez y de la Vara, 2008). Es decir lo que le pasa a la variable y , cuando se altera el valor de k o de m . Así como estos existen para los cambios en los factores

individuales, también los hay cuando estos interactúan; a estos se les llama efectos de interacción (Gutiérrez y de la Vara, 2008).

Entre las ventajas que implica un diseño factorial se pueden mencionar las siguientes (Gutiérrez y de la Vara, 2008, pp. 133-134):

- “Permiten estudiar el efecto individual y de interacción de los distintos factores.
- Son diseños que se pueden aumentar para formar diseños compuestos en caso de que se requiera una exploración más completa (...).
- Se pueden correr fracciones de diseños factoriales, [estas son útiles cuando hay muchos datos y se quiere ahorrar la cantidad de recursos] (...).
- Pueden utilizarse en combinación con diseños de bloques en situaciones en las que no puede correrse todo el diseño factorial bajo las mismas condiciones (...).
- La interpretación y el cálculos de los efectos en los experimentos factoriales se puede hacer con aritmética elemental (...).”

CAPÍTULO 3

Materiales, Equipo y Metodología Experimental

3.1. MATERIALES

Por aspectos de confidencialidad, no se detallan las materias primas que se utilizaron durante el experimento. Solamente se pueden dividir las mismas de la siguiente manera:

- Ingredientes mayores o genéricos.
- Ingredientes menores.

Para los análisis de acidez y ácido ascórbico se deben tener los siguientes materiales.

Cuadro 3.1. Materiales para la determinación de acidez y ácido ascórbico.

| Acidez | Ácido ascórbico |
|--|---|
| Balanza granataria | Balanza granataria |
| Disolución de NaOH. 0,2 N | Disolución de yodo (I ₂) 0,01N |
| Pipeta graduada de 10,00 mL; 25,00 mL y 50,00 mL | Disolución de H ₂ SO ₄ al 10% |
| | Electrodo de platino |
| | Pipeta de 50,00 mL |

Por otro lado, el mezclador *In Bin Blender* se evaluará utilizando el producto que más se produce en la planta, o *high runner* como se le llama en la empresa, y que comparte características con la mayor cantidad de polvos que se hacen.

3.2. EQUIPO EXPERIMENTAL

Para desarrollar el proyecto, se habilitó un área para pruebas dentro de la planta. En dicha planta se colocó el *In Bin Blender*, el PLC (Controlador de Lógica de Programación), y las balanzas para realizar el pesado de los ingredientes. Desde el PLC se controla el equipo.

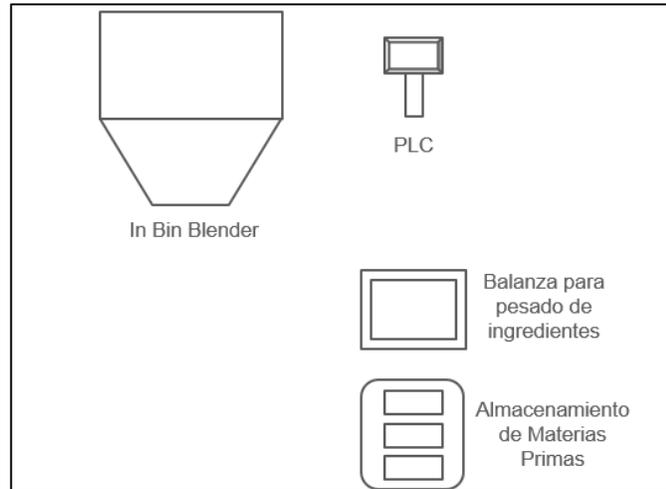


Figura 3.1. Representación esquemática de la configuración del equipo experimental (elaboración propia, 2014).

A pesar de que para la elaboración del producto se utilizan diversos equipos (mezcladora de lazo e *In Bin Blender*). El enfoque de este proyecto es el *In Bin Blender*, pues en él se está probando la capacidad de mezclado. En el cuadro 3.2 se presentan las especificaciones del equipo, suministradas por el proveedor.

Cuadro 3.2. Especificaciones del *In Bin Blender*.

| Descripción | Especificación |
|------------------------------|---------------------------------|
| Dimensiones (L x A x H) (mm) | 1070 x 1220 x 1900 |
| Capacidad | 1,5 m ³ |
| Material de construcción | SS 304 |
| Válvula de descarga | Mariposa 300 mm |
| Mecanismo de elevación | Hidráulico |
| Aceite | HV 32 Aprobado FDA |
| Sistema eléctrico | 400-460 V AC Trifásico + tierra |
| Automatización | A&B ML1400 |

Fuente: Manual técnico del proveedor, 2013.

3.3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

En primera instancia se debe definir el lugar donde se hará el experimento, para ello, tomando en consideración la recomendación de la empresa, se utilizará un área destinada para pruebas instalada en el segundo piso de la planta. Ahí es donde estará el equipo *In Bin Blender*, que es donde se enfocará el experimento.

Dado que el equipo que se evalúa es nuevo y no se tienen procedimientos previos de operación, antes de llevar a cabo el experimento se deben realizar corridas de exploración y exhaustividad. Las anteriores consisten en correr el equipo con una materia prima genérica, como el azúcar. Para una prueba de exhaustividad se hacen corridas continuas con un tiempo similar al que se espera sea el normal de operación. Por ejemplo, se carga el *In Bin Blender* a su máxima capacidad y se corren 10 series a un tiempo de 20 minutos y máxima velocidad de rotación (18 rpm). Se mide la temperatura en diferentes partes del equipo y en la mezcla, para ver si se espera que haya calentamiento o algún tipo de falla cuando el equipo se usa constantemente.

Por otro lado, se tienen las corridas exploratorias en las que se estudian los posibles niveles de operación del equipo, es decir el rango de velocidades y tiempo, en los que puede trabajar el equipo. Por ejemplo, se hacen mezclas de 95% azúcar y 5% vitamina, se evalúan diversos tiempos y velocidades, y se miden el coeficiente de varianza de la vitamina. Con esto se puede saber en qué rango de operación se puede trabajar. Además es posible familiarizarse con el equipo antes de iniciar las corridas experimentales.

Otro aspecto que se debe tener en cuenta es el tiempo necesario para las pruebas. Después de analizar los recursos con los que se contaba, y limitaciones de tiempo del proyecto, se decidió llevar a cabo las pruebas durante el transcurso de 4 semanas. Los días de trabajo serán de lunes a viernes y dentro de esa semana se trabajará a dos turnos, que van de las 06:00 a las 14:00 horas, el primero; y de las 14:00 a las 22:00 horas, el segundo de ellos.

El procedimiento a seguir para las pruebas es el siguiente, el cual también se ilustra en la Figura 3.2.

1. Se cargan los ingredientes genéricos a la mezcladora de lazo. Esto según el debido documento de trazabilidad e instrucción de trabajo que se le da al operario.
2. Los ingredientes pasan a través de una malla #4 (4,74 mm) como procedimiento de control de la empresa, para así evitar contaminación por plásticos o papel en el producto.
3. Se activa la mezcladora de lazo, equipo donde se lleva a cabo la primera etapa de mezclado, por un tiempo de 16 min. Este tiempo está definido por la empresa para pre-mezclas de esta naturaleza.
4. Una vez que pasan los 16 minutos se procede a sacar las muestras de la mezcladora de lazo. Este procedimiento, también es establecido por la empresa. Lo que se hace es obtener 10 muestras representativas de toda la mezcladora de lazo.
5. Luego se baja la mezcla a un contenedor (*bin*, en idioma inglés), pasando por un detector de metales; el cuál es un punto crítico de control para metales.
6. Una vez que la pre-mezcla está en el *bin* se lleva al área de pruebas.
7. Se agregan al *bin* los ingredientes menores, pasándolos antes por una malla #16, para evitar contaminación por metales y materias extrañas.
8. Después se procede a colocar el *bin* en el mezclador (*In Bin Blender*). Es aquí donde se establecen los factores: velocidad de rotación y tiempo de mezclado, según el plan estadístico experimental.
9. Una vez que pasa el tiempo establecido se saca el *bin* del equipo, y se obtienen 11 muestras representativas de toda la mezcla obtenida en este último equipo.
10. Después de que se sacan las muestras se procede a pegar el *bin* a la máquina de empaque.

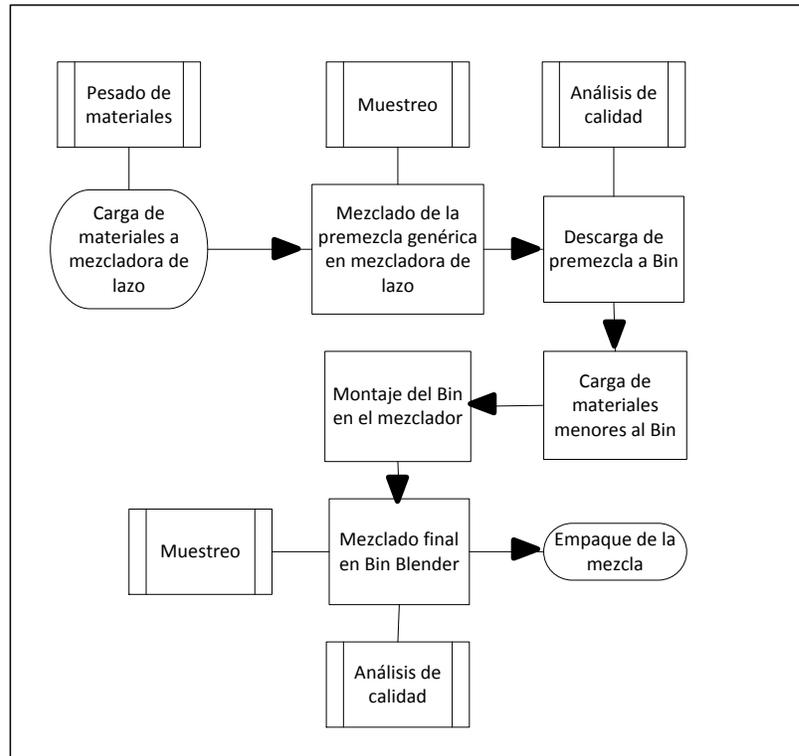


Figura 3.2.Procedimiento experimental (elaboración propia, 2014).

3.3.1. Plan Estadístico Experimental

Todo buen experimento requiere de un plan. Para las pruebas las variables de estudio serán el tiempo de mezclado y la velocidad de rotación, según el diseño experimental, a estas variables también se les llama factores. Por otro lado las variables de respuesta serán los coeficientes de variación de la vitamina C y de la acidez.

Una vez definidas las variables, y tomando en cuenta que el objetivo es evaluar la capacidad del equipo, se decidió que lo más adecuado es un diseño factorial de doble entrada, también llamado diseño $k \times m$.

Los factores que van a estudiar en el presente experimento son:

- Velocidad de rotación. Los niveles serán de 10 rev/min y de 12 rev/min.
- Tiempo de mezclado. Los niveles para el tiempo serán 10, 12, 14, 16 y 18 minutos.

Los factores se definieron considerando las características de este tipo de mezcladores (*tumbling blenders*) y el funcionamiento global de la planta. Por tal motivo se decidió dejar fijo el tamaño del lote o porcentaje de llenado del *bin*. Para el sistema que se usa en la planta, un único tamaño de lote facilita mucho la operación, puesto que se producen gran variedad de productos. Así es que se definió un tamaño de lote de 900 kg.

Una de las variables de respuesta que se utilizará y que se le da mayor seguimiento durante el proceso, es el CV para la vitamina C. Este es un componente de muy baja concentración en la mezcla, menor al 5%, por lo que su buen mezclado garantiza un producto homogéneo. Asimismo se elige la vitamina puesto que su contenido es declarado en el producto terminado, así que es de carácter mandatorio el control sobre dicha variable.

También se analizará como variable de respuesta el CV para la acidez, el cual es un parámetro crítico a nivel de calidad, tal como lo es la vitamina C. La cantidad de ácido, a diferencia del mencionado en el párrafo anterior, está en un alto porcentaje, alrededor de 20%, lo cual permite analizar el mezclado de materias primas con alta composición.

En el Cuadro 3.3 se puede ver el diagrama del diseño experimental:

Cuadro 3.3. Diagrama del diseño experimental $k \times m$.

| Velocidad de rotación | Tiempo de mezclado | Réplicas |
|-----------------------|--------------------|----------|
| 10 rev/min | 10 min | 2 |
| 10 rev/min | 12 min | 2 |
| 10 rev/min | 14 min | 2 |
| 10 rev/min | 16 min | 2 |
| 10 rev/min | 18 min | 2 |
| 12 rev/min | 10 min | 2 |
| 12 rev/min | 12 min | 2 |
| 12 rev/min | 14 min | 2 |
| 12 rev/min | 16 min | 2 |
| 12 rev/min | 18 min | 2 |

3.3.2. Diagrama de Muestreo

Como parte del muestreo que se realiza, es necesario detallar la manera en que este se lleva a cabo. Para muestrear el contenedor se divide el mismo en 3 secciones transversales y horizontales: la superficie superior del prisma rectangular, la superficie inferior del prisma rectangular y el fondo de la parte cónica del contenedor. En las primeras dos secciones se toman 5 puntos de muestreo, y en la última sección solo se toma la muestra del fondo del contenedor.

En la Figura 3.3 y 3.4, se puede ver el diagrama de muestreo y las vistas del mismo:

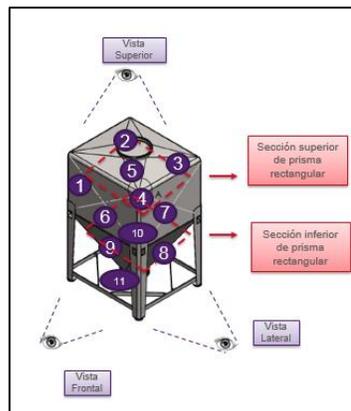


Figura 3.3. Diagrama de muestreo en 3 dimensiones (elaboración propia, 2014).

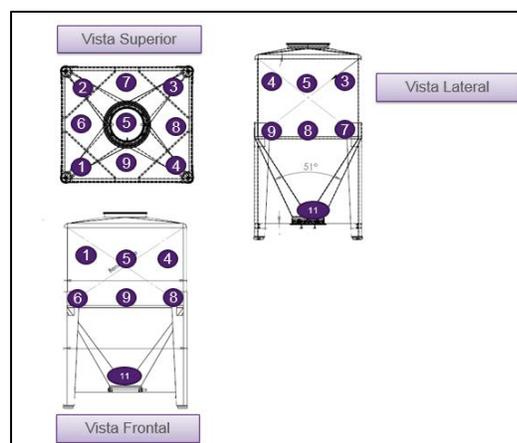


Figura 3.4. Detalle de las vistas del diagrama de muestreo (elaboración propia, 2014).

3.3.3. Métodos utilizados para la medición de las variables de respuesta.

Para medir las variables de respuesta se utilizaron los métodos ya definidos por el laboratorio de calidad de la empresa. Por motivos de confidencialidad no se pueden detallar los mismos, sin embargo, en el Cuadro 3.3 se muestra la descripción de los análisis.

Cuadro 3.3. Métodos utilizados para el análisis de las variables de respuesta.

| Variable de respuesta | Método utilizado |
|-----------------------|---|
| Vitamina C | Titulación Iodimétrica con H_2SO_4 como donador de protones |
| Acidez | Titulación automática con NaOH |

CAPÍTULO 4

Resultados experimentales y discusión

Para iniciar con el análisis de los resultados hay que tener presente que el objetivo del experimento que se llevó a cabo es determinar las mejores condiciones de operación del *In Bin Blender*, de manera que se logre un desempeño igual o superior al equipo de mezclado actual, que es la mezcladora de lazo.

Tal como lo menciona Alexander et. al (2004), cuando se estudia el comportamiento de los sólidos en polvo, y en específico el mezclado, la variable que se utiliza para analizar los resultados es el coeficiente de variación o desviación estándar relativa (RSD por sus siglas en inglés). Para cada condición experimental, se tomaron 11 muestras (para así cubrir la mayoría de áreas del mezclador), de las cuales se obtuvo el coeficiente de variación, para luego evaluar la eficacia del proceso. Se sabe que el mezclado de ingredientes en polvo se vuelve más complejo cuando hay muchos ingredientes de propiedades diferentes, como es el caso de las bebidas en polvo. Por ejemplo, para el producto estudiado se tienen alrededor de 15 ingredientes.

4.1. VARIACIÓN DE LAS VARIABLES DE RESPUESTA

Para iniciar con el análisis, primero se puede ver la distribución individual de los datos, según los factores y niveles. Para esto, se puede utilizar un diagrama de caja y bigotes (para detalles sobre el tipo de gráfico se puede ver la muestra de cálculos). En la Figura 4.1 se aprecian los datos, para vitamina C, para cada combinación de velocidad de rotación y tiempo de mezclado, nótese que existe mucha variación entre las diferentes condiciones del experimento. Para algunas corridas la variación es muy amplia cuando se compara, por ejemplo, la corrida de 12 rev/min y 14 min, se puede ver que tienen una variación mucho mayor que la corrida de 12 rev/min y 10 min. Inclusive es interesante como hay un valor atípico (también conocido como *outlier*, en inglés), para una de las réplicas de 12 rev/min y 18 min. En la Figura 4.2 se encuentran los datos de acidez que presentan una variación

similar, los cuales también muestran un valor atípico en 12 rev/min y 16 min. Esto sugiere que no hay uniformidad en los datos y que la varianza de los mismos podría ser alta.

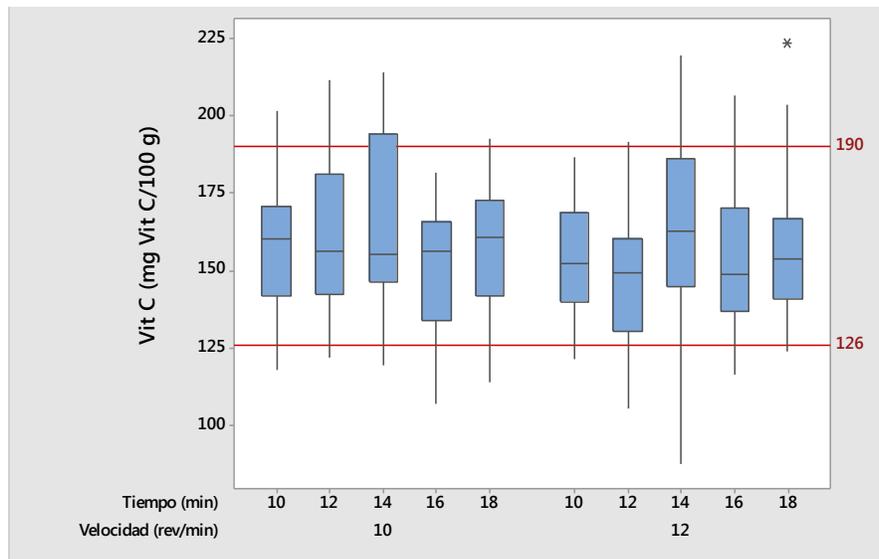


Figura 4.1. Boxplot para la vitamina C tomando en cuenta la velocidad y el tiempo.

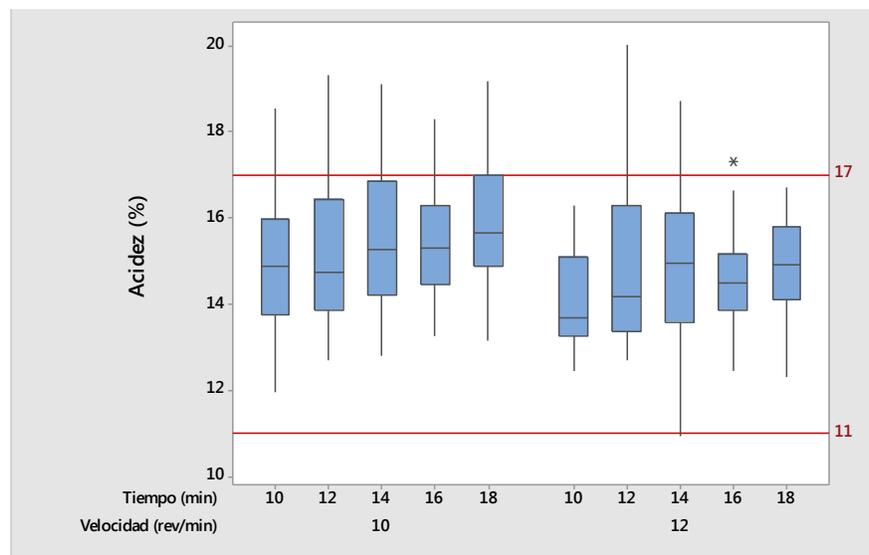


Figura 4.2. Boxplot para la acidez tomando en cuenta la velocidad y el tiempo.

Para comparar la información anterior con datos del proceso original (mezcladora de lazo) se puede ver la Figura 4.3, en donde hay 3 tiempos de mezclado para un protocolo real de validación (procedimiento que se realiza en la empresa, la primera vez que se hace una mezcla determinada en una mezcladora determinada, para corroborar que el producto esté bien

mezclado). Los datos corresponden a la misma formulación, que se utilizó para las pruebas que se analizan en este trabajo. Puede apreciarse que la variación, para la mezcladora de lazo, es menor que para el equipo que se está evaluando, *In Bin Blender*. En la Figura 4.4, se muestra el porcentaje de acidez, que presenta aún mejores resultados para la mezcladora de lazo. No obstante, debe destacarse que este equipo ya pasó por toda su etapa de instalación, pruebas y curva de aprendizaje, por lo que es de esperar, que los datos se comporten bien, en comparación con el *In Bin Blender*. Asimismo, los datos mostrados para el equipo actual, corresponden solo a una réplica por cada tiempo, mientras que para el equipo nuevo se tiene un total de 20 corridas. Esto es parte del proceso de aprendizaje que se está llevando a cabo, por lo que es de esperar que presente más variabilidad.

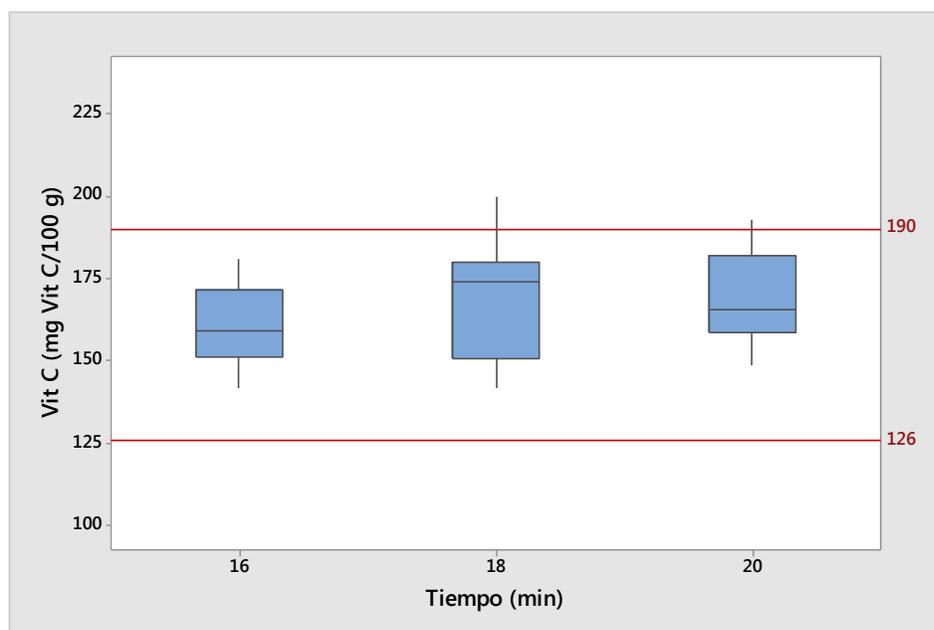


Figura 4.3. Boxplot para la vitamina C, según el tiempo de mezclado, para la mezcladora actual.

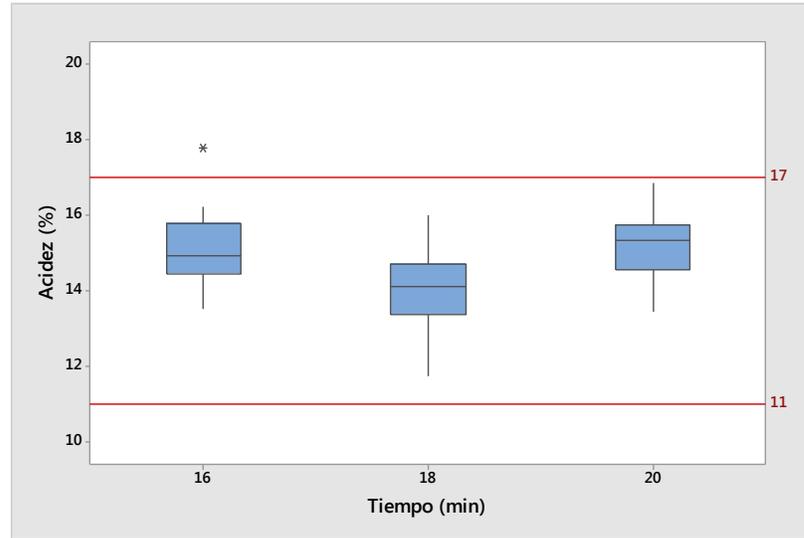


Figura 4.4. Boxplot para la acidez, según el tiempo de mezclado, para la mezcladora actual.

4.2. ANÁLISIS DE NORMALIDAD

Al observar la distribución individual de los datos, también es necesario analizar si ésta es normal. Al realizar la prueba de normalidad de Anderson-Darling, se obtiene el gráfico que aparece en la Figura 4.5. Para esta prueba de normalidad se tiene la siguiente prueba de hipótesis:

$$H_0 = \text{Los datos siguen una distribución normal.}$$

$$H_1 = \text{Los datos NO siguen una distribución normal.}$$

Dado que el valor p para la prueba es mayor a alfa (0,05), se establece que los datos son normales, y se acepta la hipótesis nula (H_0). En la Figura 4.6 se tiene el gráfico para la acidez, y el caso es el mismo, los datos para esta variable de respuesta, siguen una distribución normal.

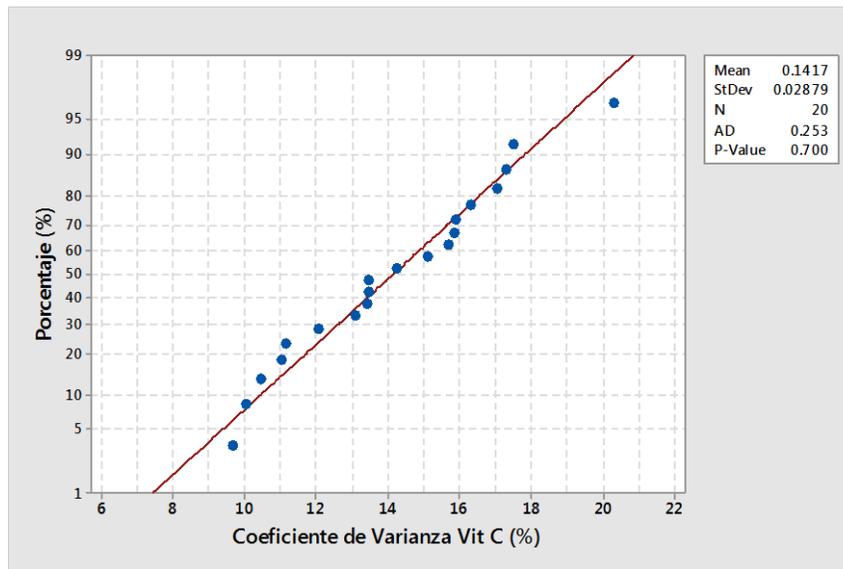


Figura 4.5. Gráfico de normalidad para la vitamina C.

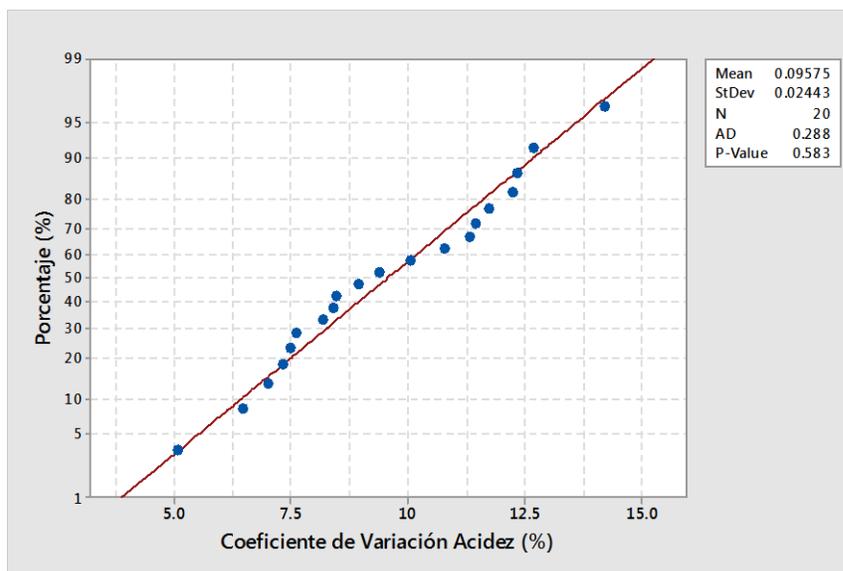


Figura 4.6. Gráfico de normalidad para la acidez.

4.3.TENDENCIA DE LAS VARIABLES

Al analizar la tendencia de las variables, se observa en la Figura 4.7, que la variabilidad es muy amplia. Se encuentra que a 10 rev/min el coeficiente de variación para la primera réplica varía mucho menos que para la segunda, cuyo valor cambia de 10% hasta 20%, de los 14 a los 16 minutos. Asimismo se observa que no hay una tendencia consistente; por ejemplo para

los 10 rev/min se aprecia cómo a partir de los 14 minutos la tendencia de las réplicas es inversa. Es decir, mientras para una corrida aumenta el coeficiente de variación, para su réplica correspondiente, baja el valor. En ese mismo sentido, si se aprecian los datos de 12 rev/min, de 10 minutos a 14 minutos las tendencias son diferentes. Se puede decir que el experimento tiene una alta variabilidad, lo cual es una limitante para hacer inferencias. Si se analiza el tiempo de mezclado con respecto a la velocidad de rotación, Figura 4.8, se obtienen resultados similares en cuando a la variación.

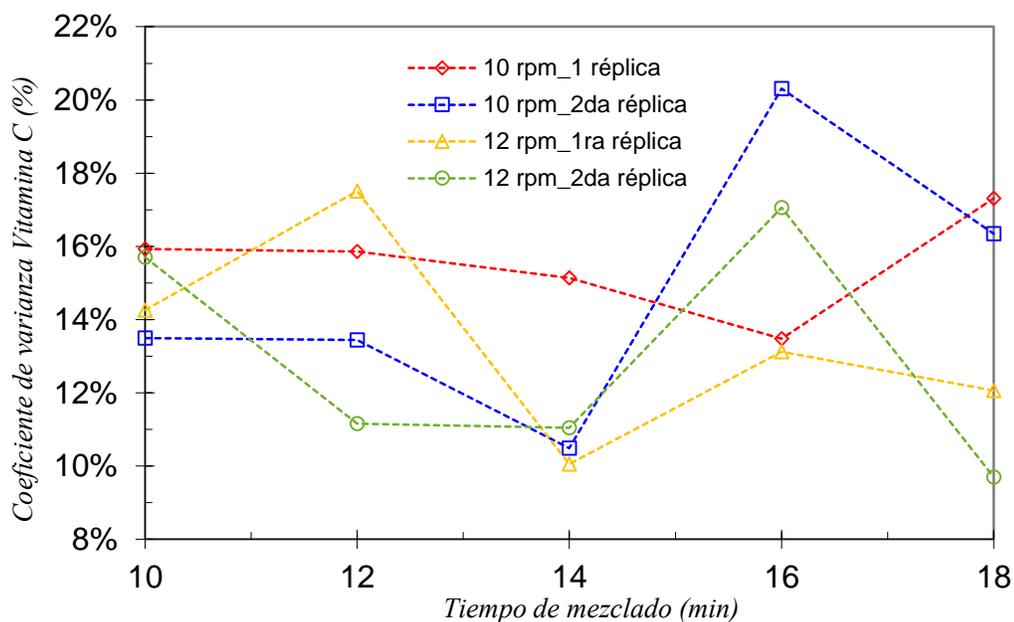


Figura 4.7. Tendencia del coeficiente de variación de vitamina C según el tiempo de mezclado.

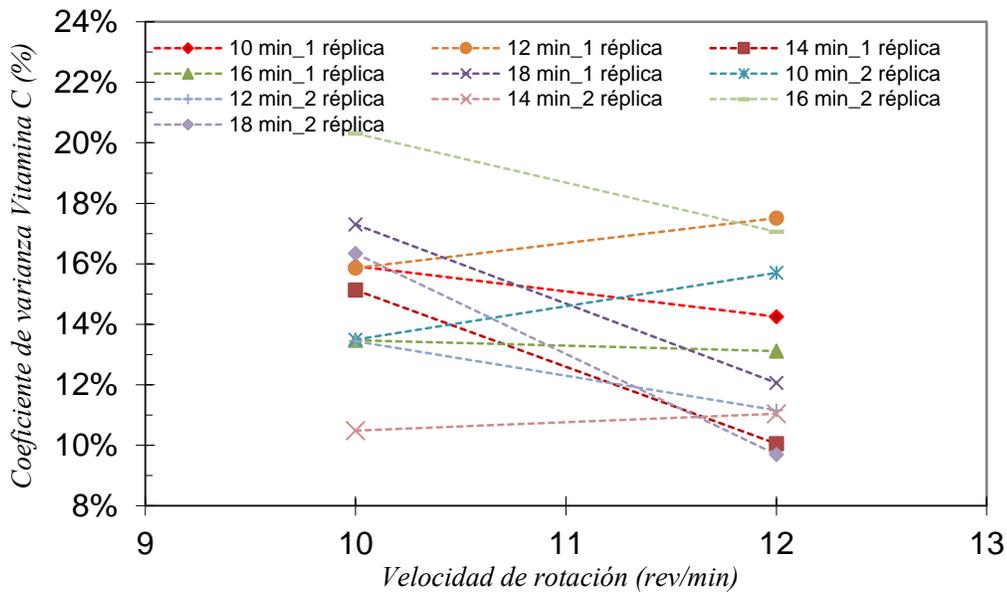


Figura 4.8. Tendencia del coeficiente de variación de vitamina C según la velocidad de rotación.

Así como se estudió la vitamina C, también se procedió para la acidez. En la Figura 4.9 se puede ver la tendencia del coeficiente de varianza para la acidez con respecto al tiempo de mezclado. Puede observarse como, también hay variación en los datos; por ejemplo, la segunda réplica de 12 rev/min, ocupa el valor mínimo y máximo de todos los valores de acidez. Sin embargo, se logra ver una tendencia más consistente en los datos. Nótese que después de los 14 minutos la tendencia de todas las corridas es similar. También es importante recalcar que la primera réplica de 10 rev/min es la que presenta menor variación.

A pesar de que se tiene mucha variabilidad en los datos, se puede obtener algo positivo, respecto a la oscilación de los mismos. Los valores de acidez, suben y bajan, a lo largo del tiempo de mezclado, esto demuestra que los niveles incluidos en el experimento, son suficientes para apreciar, gráficamente, los ciclos de mezclado. En caso de que lo anterior fuera falso, lo que se vería en la Figura 4.9 sería que consistentemente los datos suben o bajan, sugiriendo así, que se deberían estudiar otros tiempos. Dado que se aprecian, ciclos de mezclado, se podría recomendar a la planta tiempos bajos, que es lo que se busca con el nuevo proceso (pues a tiempos mayores estaría obteniendo el mismo mezclado que se puede

obtener a tiempos menores). No obstante, se debe seguir estudiando el proceso con el propósito de obtener coeficientes de variación más bajos.

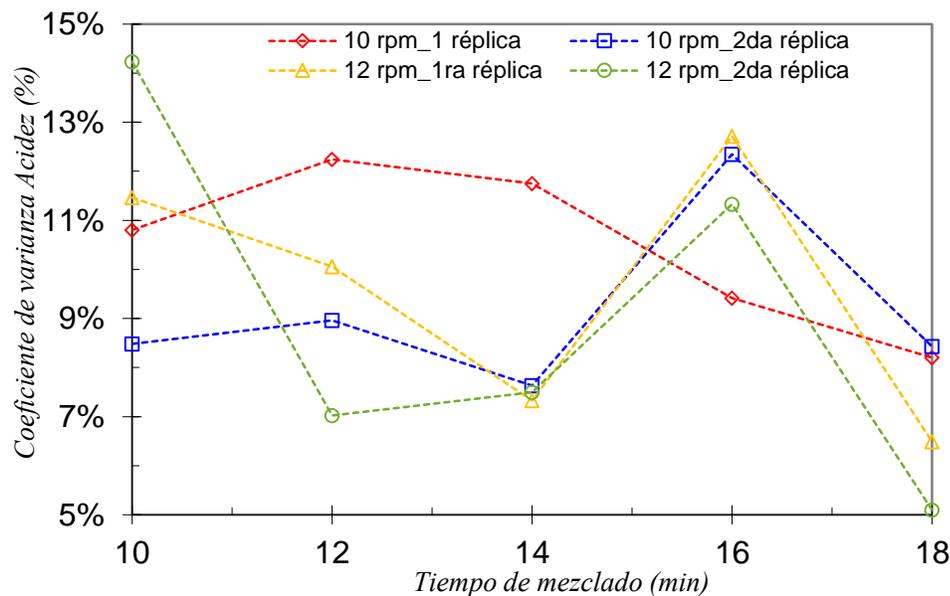


Figura 4.9. Tendencia del coeficiente de variación de acidez según el tiempo de mezclado.

En la Figura 4.10, se tiene la tendencia del coeficiente de variación de acidez según la velocidad de rotación. En esta figura se esperaría ver alguna tendencia constante en todas las réplicas, es decir, que los valores de coeficiente de varianza sean menores para las corridas de mayor velocidad, en este caso 12 rev/min, según indicado por Alexander et al. (2004). Sin embargo, no se dan estos resultados, pues para 10, 12 y 14 minutos hay corridas cuyo CV fue mayor al aumentar la velocidad de rotación.

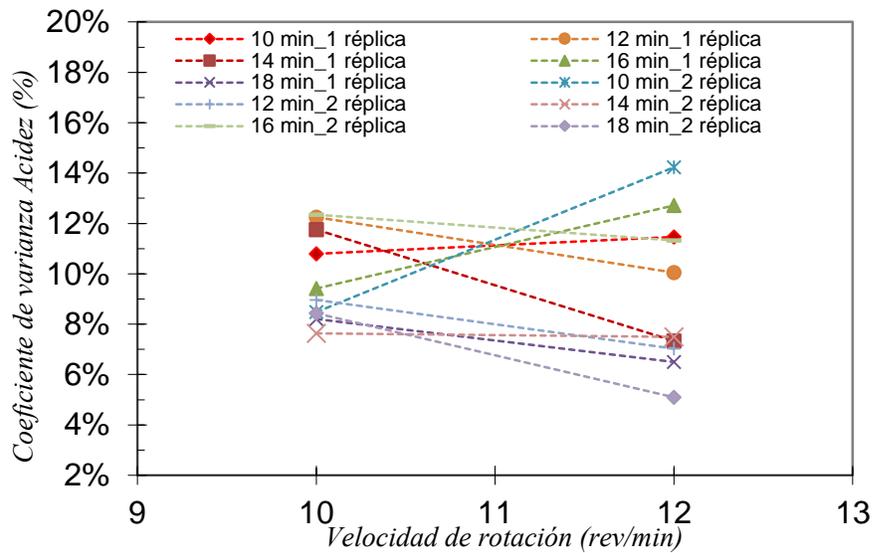


Figura 4.10. Tendencia del coeficiente de variación de acidez según la velocidad de rotación.

En la Figura 4.10, también se puede ver que si se comparan las corridas de 10 rev/min y las de 12 rev/min, para 10 rev/min existe un menor ámbito de variación, con lo cual sería de esperar que estos factores influyan en el proceso.

Para poder comparar la variación con respecto al proceso de mezclado actual, se muestran a continuación datos de tres corridas, todas a un tiempo de 16 min, en la misma mezcladora y con la misma fórmula; pero hechas en días diferentes; la primera corresponde al tiempo de validación de 16 minutos mostrado en la Figura 4.3 y 4.4, el resto son 2 repeticiones de producción normal. Esto se hace con el objetivo de ver la variación de la mezcladora de lazo, mas no para comparar específicamente las corridas realizadas en días diferentes.

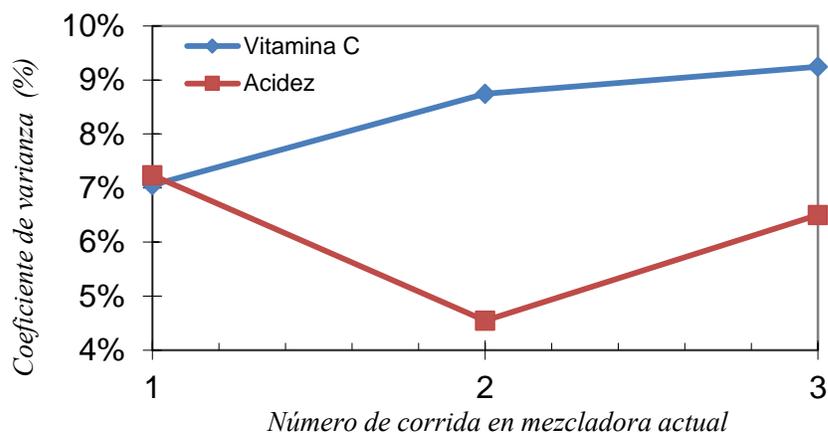


Figura 4.11. Coeficientes de variación para tres corridas en mezcladora actual.

En la Figura 4.11, se observa como los valores de coeficiente de varianza para las diferentes corridas, tanto en vitamina C, como en acidez, son valores bajos en relación a los valores obtenidos con el In Bin Blender. Para tener una comparación gráfica se toman los valores cuyo CV es menor, para vitamina C, y se comparan contra las corridas hechas en la mezcladora de lazo.

En el Cuadro 4.1 están las réplicas, del experimento que se tomaron para elaborar la Figura 4.12. Los datos que se muestran corresponden a las corridas con el menor coeficiente de variación, de las 22 corridas que se llevaron a cabo en el diseño de experimentos.

Cuadro 4.1. Valores de coeficiente de varianza para vitamina C.

| Réplica | Velocidad de rotación (rev/min) | Tiempo de mezclado (min) | Coeficiente de varianza para Vitamina C (%) |
|---------|---------------------------------|--------------------------|---|
| 2 | 10 | 18 | 10,56 |
| 1 | 12 | 10 | 11,04 |
| 2 | 12 | 10 | 11,68 |
| 2 | 12 | 18 | 10,16 |

En la Figura 4.12 se puede ver cómo, en general, con el equipo actual se obtienen mejores resultados de mezclado, puesto que se tienen coeficientes de variación menores. No obstante, como se mencionó, el equipo nuevo está en un proceso de evaluación y aprendizaje, deben analizarse las causas de variación y tratar de disminuirlas, para así obtener mejores resultados.

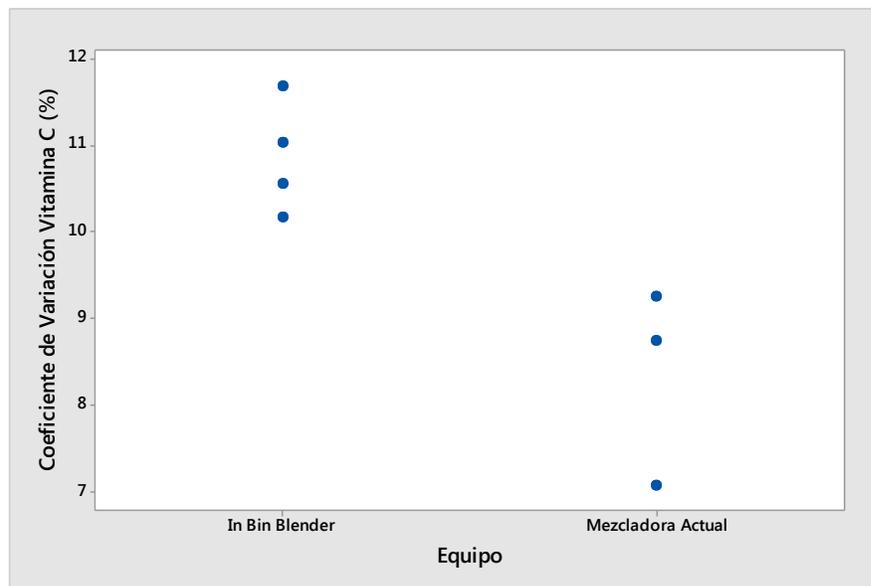


Figura 4.12. Coeficiente de varianza en vitamina C, para comparar equipo actual con el *In Bin Blender*.

Para investigar la variabilidad de una manera más formal se puede utilizar la metodología *Ishikawa* (diagrama de espina de pescado) para encontrar las posibles causas de este problema. Si se controla la variabilidad interna del proceso se podrían obtener resultados más certeros. No obstante, tal como se había resaltado, el experimento realizado en este proyecto fue desarrollado en condiciones normales de producción y bajo un proceso nuevo para la planta, y a pesar de que se controlaron muchas variables siempre hubo un error perceptible en el experimento. Para mitigar el error asociado a la medición, para la vitamina C y la acidez, se realizó un MSA (Análisis de Sistema de Medición), para que los resultados que se obtuvieran fueran reproducibles y representativos (Quality Council of Indiana, 2006).

En la Figura 4.13 se puede observar el diagrama de espina de pescado para el experimento en cuestión.



Figura 4.13. Diagrama de causa y efecto (Ishikawa) para la alta variación del experimento.

Como puede verse hay muchas posibles causas para la variabilidad que se tuvo. Por ejemplo, para el factor máquina se tiene que el equipo en prueba es nuevo, y este normalmente requiere de un período de ajuste para estabilizarse. Durante este período, se le cambian piezas, se arreglan posibles fugas, entre otras cosas, para que alcance una operación estable. Al *In Bin Blender*, se le hicieron ciertos cambios que se salían del control de experimento, lo cual pudo ser una causa de la variación.

En cuanto al método que se utilizó, hizo falta estandarización. Normalmente, cuando se trabaja en planta con los operarios, se tiene una instrucción de trabajo definida, en la cual se detalla paso a paso cómo se debe proceder para realizar determinada tarea. Para estas pruebas no existía un documento como tal.

Lo anterior va en línea con la falta de entrenamiento, a los operarios se les explicó cómo se hacían las tareas, pero se fue aprendiendo y perfeccionando sobre la marcha. A esto se le conoce como curva de aprendizaje, después de ésta el proceso se llega a estabilizar, ya que el operario estará más familiarizado con el proceso. El hecho de utilizar diferentes personas,

de acuerdo al turno en que se realizaban las corridas, también afecta la variabilidad. Cada operario desarrolla su propia forma de trabajar, con lo cual la muestra que toma la persona A, puede ser diferente de la que toma la persona B.

En cuanto al material se sabe que se utilizaron diferentes lotes de materia prima para las corridas, pues las mismas se realizaron durante varias semanas. A pesar de que se lleva un control de cada lote que ingresa, estos también varían, lo cual puede sumarse al error asociado del experimento.

En cuanto al factor ambiental, la temperatura y la humedad afectan el mezclado. Como se explicó en el marco teórico, los cambios en estos parámetros afectan las propiedades del material en polvo. Se supone que para el factor de medición no hay error, puesto que se utilizó un MSA para la medición de acidez y vitamina C, como procedimiento habitual de la empresa.

4.4. ANÁLISIS DE VARIANZA PARA LOS COEFICIENTES DE VARIACIÓN

Para estudiar si hay algún efecto significativo, ya sea para la velocidad de rotación, el tiempo de mezclado o la interacción, se realiza un análisis de varianza para el experimento. Este se puede ver en el Cuadro 4.2. Los datos que en él se muestran, se pueden encontrar en el Apéndice B, correspondiente a la muestra de cálculo para resultados intermedios.

Cuadro 4.2. Resultados del análisis de varianza para la vitamina C, con el tiempo de mezclado y la velocidad de rotación.

| Variación | Suma de Cuadrados | Grados de libertad | Media de cuadrados | F | F crítico |
|-----------------------------|--------------------------|---------------------------|---------------------------|----------|------------------|
| Velocidad de rotación | 0,0020 | 1 | 2,02E-03 | 2,78 | 4,96 |
| Tiempo de mezclado | 0,0041 | 4 | 1,02E-03 | 1,40 | 3,48 |
| Interacción | 0,0024 | 4 | 5,92E-04 | 0,81 | 3,48 |
| Error o variación aleatoria | 0,0073 | 10 | 7,28E-04 | | |
| Total | 0,0157 | 19 | 8,29E-04 | | |

Se observa que no hay ningún efecto significativo al comparar el estadístico de Fisher, dado que el valor F , es menor que el F crítico, para un α de 0,05.

Por otro lado, se puede analizar la varianza del error. Al tomar la raíz cuadrada de la media de cuadrados del error se obtiene la varianza del error: 0,027. Al comparar este número, 2,7% expresándose como porcentaje, con los valores de coeficiente de variación podemos ver que la variación está prácticamente en la primera cifra significativa. Con este se comprueba estadísticamente la variabilidad de los datos, lo cual indica que la toma de decisiones es difícil con los datos obtenidos.

Asimismo se encuentra que todas las medias de cuadrados son muy pequeñas lo que provoca que los valores de F sean pequeños (ver muestra de cálculos). Esto se da porque los promedios de los factores son muy parecidos entre sí; nótese por ejemplo que para la velocidad, el promedio para 10 rev/min es 15,18% mientras que para 12 rev/min es 13,17% (mientras que la desviación estándar total es de 2,81%). Lo anterior sugiere que la velocidad no afecta la variable de respuesta. También en el Cuadro 4.3, se puede ver que las medias del tiempo de mezclado son muy similares, por eso es que el valor de F para el tiempo, también es pequeño y por lo tanto el efecto del tiempo no es significativo. Esto va en contra de lo que se encuentra en la literatura, pues Alexander et al. (2004) mencionan que para los *In Bin Blenders* el efecto de la velocidad de rotación es mayor, al compararlo con el efecto del tiempo de mezclado.

Cuadro 4.3. Medias para cada tiempo de mezclado.

| Tiempo (min) | 10 | 12 | 14 | 16 | 18 |
|---------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Media | 14,84 | 14,49 | 11,68 | 15,99 | 13,85 |

Tal como se procedió con la vitamina C, se realizó un análisis de varianza para la acidez. En el Cuadro 4.4 se pueden apreciar los resultados. De dicho cuadro se puede destacar que solamente el efecto del tiempo es significativo en el proceso, pues su valor de Fisher: 4,38, es mayor que el F crítico para un 95% de confianza. Además, la suma de cuadrados media o media de cuadrados para el error es prácticamente del mismo orden que el correspondiente valor para la velocidad y para la interacción, por lo que el valor F obtenido es relativamente

bajo. Se debe destacar que la fuerza del efecto de tiempo de mezclado no es mucha, puesto que su valor F está muy cercano al crítico.

Si se toma en cuenta la composición de vitamina C y la concentración de ácido, se sabe que para el último el valor es mucho mayor, entre 20% y 30%, mientras que para la vitamina es menor al 5%. Tomando en cuenta lo anterior, aunado a la variación presente en el experimento, el hecho de que para la acidez el tiempo sí sea significativo, puede atribuirse a la alta concentración de ácido. La variación para esta variable de respuesta es más perceptible que para la vitamina C, que está en contenido menor.

Cuadro 4.4. Resultados del análisis de varianza para la acidez, con el tiempo de mezclado y la velocidad de rotación.

| Variación | Suma de Cuadrados | Grados de libertad | Media de cuadrados | F | F crítico |
|-----------------------------|-------------------|--------------------|--------------------|------|-------------|
| Velocidad de rotación | 0,0001 | 1 | 1,27E-04 | 0,41 | 4,96 |
| Tiempo de mezclado | 0,0055 | 4 | 1,37E-03 | 4,38 | 3,48 |
| Interacción | 0,0026 | 4 | 6,53E-04 | 2,09 | 3,48 |
| Error o variación aleatoria | 0,0031 | 10 | 3,12E-04 | | |
| Total | 0,0113 | 19 | 5,97E-04 | | |

Como se encontró que el tiempo es una variable cuyo efecto es significativo, se pueden analizar los efectos de dicho factor sobre el coeficiente de variación de acidez. Para ellos se puede ver la Figura 4.14. Enfocándose en el tiempo de mezclado, se encuentra que a 18 minutos se favorecen valores menores de desviación estándar relativa. Asimismo se puede ver cómo el efecto del tiempo es oscilante, muy probablemente por los ciclos de mezclado, mencionados anteriormente.

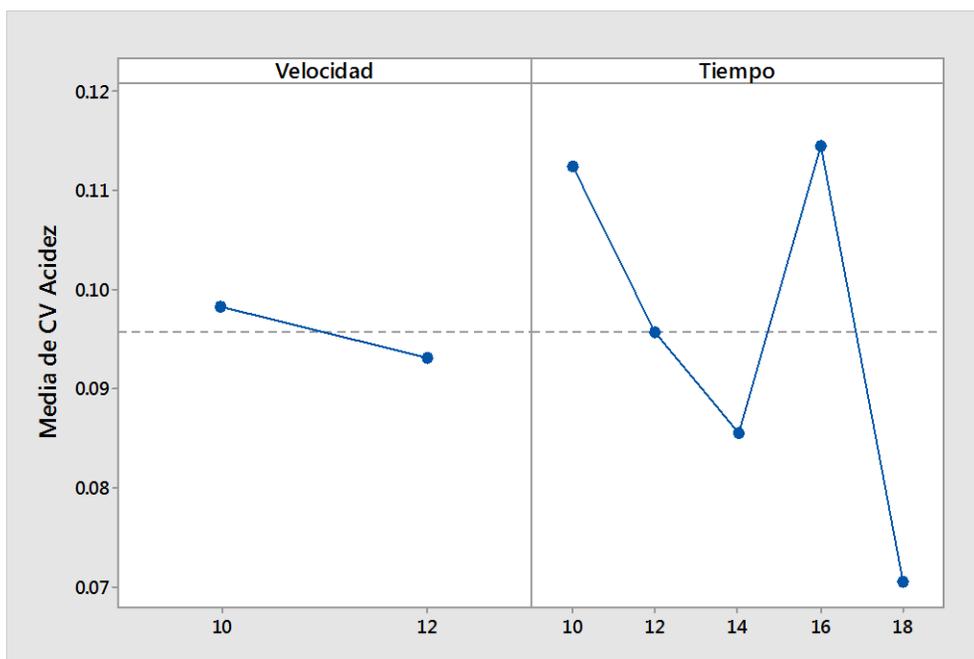


Figura 4.14. Gráfico de los efectos principales para el CV de acidez.

Considerando que la velocidad es un factor determinante en la capacidad de mezclado del equipo, como se estudió en la literatura y como recomienda el suplidor, se puede pensar en estudiar valores mayores a los 12 rev/min. Además, según la Figura 4.14, a valores mayores de velocidad de rotación, se minimiza el coeficiente de varianza, que es lo que se busca con el mezclado. Como trabajo adicional al que se tenía planeado, se procede a realizar una corrida con el mismo producto que se había venido estudiando, a 16 rev/min y 10 minutos. Se pueden ver los datos en el Cuadro 4.5.

Cuadro 4.5. Valores de vitamina C, promedio y coeficiente variación para una corrida a 16 rev/min y 10 minutos.

| Punto | Vitamina C (mg/100g) |
|-------|----------------------|
| 1 | 155,25 |
| 2 | 161,83 |
| 3 | 172,96 |
| 4 | 154,36 |
| 5 | 144,15 |
| 6 | 143,37 |
| 7 | 171,23 |

Cuadro 4.5. (cont.) Valores de vitamina C, promedio y coeficiente variación para una corrida a 16 rev/min y 10 minutos.

| Punto | Vitamina C (mg/100g) |
|----------|----------------------|
| 8 | 146,34 |
| 9 | 180,77 |
| 10 | 145,50 |
| 11 | 171,42 |
| Promedio | 158,83 |
| CV | 8,50% |

En el Cuadro 4.5 se observa que el coeficiente de variación para la vitamina C es de 8,50%, un valor muchísimo más bajo que el menor valor del diseño de experimentos: 10,16% (12 rev/min y 18 min). Esto sugiere que para una futura etapa de este proyecto se podrían analizar mayores niveles de velocidad.

Según lo que se ha experimentado en otras corridas realizadas en la planta, se ha encontrado que para producto con un vehículo como el azúcar, a mayor velocidad se produce un mejor mezclado. El caso contrario se da para productos libres de azúcar, que utilizan vehículos como maltodextrina, una materia prima menos densa y menos abrasiva, para dichos productos una menor velocidad produce mejor mezclado.

Es fundamental destacar que el hecho de que solo se haya obtenido que el tiempo de mezclado es un efecto significativo para la acidez, no quiere decir que el experimento no haya generado información valiosa, debe pensarse que en etapas futuras se consideren otros niveles y exista mayor conocimiento de factores que pueden afectar el mezclado. Según Gutiérrez y de la Vara (2008), esto es normal cuando se estudia un nuevo proceso, pues al fin y al cabo es el objetivo de la experimentación. En un estudio experimental se debe tener presente el ciclo de Deming, en el que de cada experimento se obtiene un resultado y así se continúa con la planeación de la siguiente prueba. Todas las enseñanzas y aprendizajes se deben utilizar en un nuevo ciclo (Gutiérrez y de la Vara, 2008). Inclusive, si no se tuviera tanta variabilidad, se podría recomendar el tiempo más bajo y una velocidad alta, pues según lo que se obtuvo, es lo mismo operar en cualquiera de los valores estudiados.

Ahora con respecto a la variación que se encontró. La causa en la que más se trabajó fue en la curva de aprendizaje. Una vez que se realizó este primer experimento, se siguieron realizando corridas como la correspondiente al cuadro 4.5, de esa manera los operarios se fueron familiarizando con el equipo. Siguiendo con el estudio de las causas, a ellos se les dio entrenamiento en el proceso de toma de muestras y se estableció un procedimiento de operación para el equipo y para la realización de pruebas en el mismo. De manera paralela se empezó a utilizar el equipo para hacer mezclas vendibles y se encontró que los resultados de homogeneidad fueron mejorando.

Por otro lado surge la duda de qué niveles utilizar en un futuro experimento o qué tipo de experimento se podría llevar a cabo. Con respecto a esto debe tenerse en cuenta que los siguientes tiempos a probar deben ser bajos, máximo 14 minutos, puesto que si el *In Bin Blender*, llega a sustituir la mezcladora de lazo, debe hacer mezclas en un menor tiempo preferiblemente, para así tener una ganancia en los tiempos de producción. Aunque los resultados obtenidos en este experimento sugieran mayores tiempos, en la práctica no es factible trabajar a tiempos altos. En el experimento que se estudió en este proyecto, se estudió todo el rango de tiempos posibles y prácticos en la producción, por eso ahora debe buscarse minimizar este factor. Asimismo debe recordarse que los ciclos de mezclado, observados con la oscilación de los resultados a lo largo del tiempo, indican que es posible trabajar a tiempos bajos y la única variable que puede utilizarse para lograr esto es la velocidad de rotación.

Al evaluar el desempeño del *In Bin Blender*, se toman en cuenta otros factores, además de los químicos (acidez y vitamina C), como el comportamiento del producto en las máquinas de empaque. Este proceso es el último de la cadena de producción, y es muy importante pues ahí es donde se mide la eficiencia general de los equipos. Con el uso de este nuevo mezclador el comportamiento del producto fue muy bueno, pues no tenía gran cantidad de polvo. Lo anterior es de esperar, ya que el *In Bin Blender*, no daña tanto las partículas como una mezcladora de lazo. En consecuencia, los ajustes en las máquinas de empaque fueron más rápidos y más sencillos de realizar. Lo anterior es digno de rescatar, ya que uno de los objetivos de la empresa al instalar estos equipos es mejorar la calidad del producto.

Tomando en cuenta lo discutido en los resultados, sería importante en experimentos futuros considerar niveles de velocidad entre 12 y 16 rev/min y tiempos entre 10 y 14 min. Asimismo deben tomarse en cuenta todas las fuentes de variación para controlarlas, e inclusive se podría utilizar alguna de ellas como bloque en el experimento.

CAPÍTULO 5

Conclusiones y recomendaciones

5.1. CONCLUSIONES

- ✓ Existe una gran variabilidad en los datos. Esta variación que se presenta en los datos impide que se pueda encontrar una tendencia en los mismos, pues estos no siguen un patrón determinado; además impide que el experimento arroje efectos significativos.
- ✓ El tiempo de mezclado para la acidez resultó ser significativo, según indican las investigaciones, para procesos como el que se está estudiando, el factor que más afecta es la velocidad de rotación.
- ✓ Se encontró que a niveles altos de velocidad de rotación y a altos tiempos de mezclado se obtienen mejores resultados de mezclado.
- ✓ La utilización del equipo nuevo trajo muchos beneficios a nivel de proceso, pues el producto hecho en el *In Bin Blender* es menos polvoso. Esto hace que los ajustes en las máquinas de empaque se faciliten y se reduzca el tiempo durante los cambios de mezcla.
- ✓ Al utilizar un equipo industrial nuevo en el que se realizará pruebas o ensayos, es importante considerar el proceso de aprendizaje de su uso y su estabilización para obtener coeficientes de variación menores.

5.2. RECOMENDACIONES

- ✓ El momento propicio de iniciar las etapas de experimentación es después de lograr la curva de aprendizaje del equipo y del proceso.
- ✓ Estudiar mayores niveles de velocidad para obtener menor variación en los datos. Asimismo para futuras corridas, se debe mantener una alta velocidad de rotación, pero

con un tiempo bajo, como por ejemplo, 10 12 y 14 min; para no exceder los tiempos de mezclado actuales.

BIBLIOGRAFIA

- Alexander, A., Arratia, P., Goodridge, C., Sudah, O., Brone, D., & Muzzio, F. (2004). Characterization of the performance of Bin Blenders. Part 1 of 3: Methodology. *Pharmaceutical Technology*, 70-86.
- Alexander, A., Sudah, O., Arratia, P., Goodridge, C., Alani, L., & Muzzio, F. (2004). Characterization of the performance of Bin Blenders. Part 2 of 3: Free Flowing Mixtures. *Pharmaceutical Technology*, 56-67.
- Campbell, G. (1995). *New mixing technology for the food industry* (2nd ed.). Sterling Publications.
- Chacón, G. (en prensa). *Métodos estadísticos para la función de la calidad y la experimentación*. Material didáctico de Escuela de Ingeniería Química, Universidad de Costa Rica. San José, Costa Rica.
- Delgado de la Torre, R. (2008). *Probabilidad y Estadística para Ciencias e Ingenierías* (1ra ed.). Madrid: Delta Publicaciones.
- Fellows, P. (2009). *Food Processing Technology - Principles and Practice* (3rd ed.). Woodhead Publishing.
- Gutiérrez Pulido, H., & de la Vara Salazar, R. (2008). *Análisis y diseño de experimentos* (2da ed.). México: McGraw Hill.
- Matcon IBC. (s.f.). IBC Blending Module. *Brochure informativo*. Recuperado de: http://www.matconibc.com/brochures/batch_blender.pdf
- Montgomery, D. (2012). *Diseño y análisis de experimentos* (2da ed.). México: Limusa Wiley.
- Quality Council of Indiana. (2006). *Certified Quality Engineer Primer* (6th ed.). Indiana: American Society of Quality.
- Rhodes, M. (2008). *Introduction to Particle Technology* (2nd Edition ed.). Chichester, West Sussex: John Wiley & Son
- Sáez, S. y Gómez-Cambronero, L. (2011). *Sistema de mejora continua de la calidad en el laboratorio: Teoría y práctica*. Valencia: Universitat de València. Recuperado

de <http://books.google.co.cr/books?id=oVnnyMjdQi8C&pg=PA74&dq=desviaci%C3%B3n+est%C3%A1ndar+relativa&hl=es&sa=X&ei=1003VJ7rJpeBygSwiYDYBQ&ved=0CCQQ6AEwAg#v=onepage&q=desviaci%C3%B3n%20est%C3%A1ndar%20relativa&f=false>

Schulze, D. (2008). *Powders and Bulk Solids* (1ra ed.). Berlin: Springer.

Teunou, E., & Fitzpatrick, J. (1999). Effect of relative humidity and temperature on food powder flowability. *Journal of Food Engineering*, 109-116. doi:10.1016/S0260-8774(99)00087-4

Towler, G., & Sinnott, R. (2008). *Chemical Engineering Design: Principles, Practice and Economics of Plant and Process Design* (2da ed.). Londres: Butterworth-Heinemann.

APÉNDICE

*A- DATOS EXPERIMENTALES***Cuadro A.1.** Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 1 a 10 rev/min y 10 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|----------------|---------------------------|-------------------|
| 1 | 149,57 | 14,52 |
| 2 | 147,48 | 14,04 |
| 3 | 188,87 | 17,05 |
| 4 | 167,11 | 15,69 |
| 5 | 117,99 | 11,98 |
| 6 | 127,85 | 13,03 |
| 7 | 159,44 | 14,87 |
| 8 | 166,16 | 14,87 |
| 9 | 192,9 | 16,66 |
| 10 | 120,79 | 12,59 |
| 11 | 137,28 | 13,27 |

Cuadro A.2. Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 1 a 10 rev/min y 12 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|----------------|---------------------------|-------------------|
| 1 | 140,8 | 13,37 |
| 2 | 127,98 | 13,21 |
| 3 | 180,37 | 16,44 |
| 4 | 195,02 | 16,79 |
| 5 | 122,33 | 12,71 |
| 6 | 146,75 | 14,28 |
| 7 | 153,19 | 14,78 |
| 8 | 157,24 | 15,38 |
| 9 | 184,26 | 16,49 |
| 10 | 156,18 | 14,45 |
| 11 | 152,57 | 14,33 |

Cuadro A.3.Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 1 a 10 rev/min y 14 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 150,38 | 14,81 |
| 2 | 151,83 | 14,24 |
| 3 | 214,37 | 19,12 |
| 4 | 153,34 | 13,72 |
| 5 | 134,97 | 12,82 |
| 6 | 143,83 | 14,42 |
| 7 | 201,98 | 17,86 |
| 8 | 174,28 | 15,32 |
| 9 | 185,06 | 16,54 |
| 10 | 206,36 | 16,81 |
| 11 | 162,28 | 15,21 |

Cuadro A.4.Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 1 a 10 rev/min y 16 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 159,84 | 18,02 |
| 2 | 133,07 | 15,47 |
| 3 | 165,08 | 14,5 |
| 4 | 179,58 | 18,15 |
| 5 | 107,44 | 13,27 |
| 6 | 161,60 | 13,52 |
| 7 | 145,07 | 15,90 |
| 8 | 157,88 | 13,86 |
| 9 | 162,25 | 16,68 |
| 10 | 141,35 | 15,35 |
| 11 | 130,72 | 15,68 |

Cuadro A.5.Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 1 a 10 rev/min y 18 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 143,36 | 15,61 |
| 2 | 138,14 | 15,8 |
| 3 | 169,09 | 18,38 |
| 4 | 158,58 | 16,88 |
| 5 | 120,33 | 13,66 |
| 6 | 138,51 | 14,84 |
| 7 | 162,86 | 16,79 |
| 8 | 177,37 | 18,43 |
| 9 | 192,99 | 19,19 |
| 10 | 138,66 | 15,48 |
| 11 | 114,28 | 13,17 |

Cuadro A.6. Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 1 a 12 rev/min y 10 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 146,88 | 13,40 |
| 2 | 159,75 | 13,25 |
| 3 | 174,20 | 16,29 |
| 4 | 149,70 | 15,09 |
| 5 | 132,75 | 13,42 |
| 6 | 140,29 | 13,30 |
| 7 | 156,93 | 13,51 |
| 8 | 161,18 | 13,27 |
| 9 | 174,02 | 14,66 |
| 10 | 121,72 | 13,09 |
| 11 | 138,50 | 13,24 |

Cuadro A.7. Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 1 a 12 rev/min y 12 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 129,36 | 13,24 |
| 2 | 145,55 | 13,70 |
| 3 | 150,69 | 13,86 |
| 4 | 158,05 | 13,88 |
| 5 | 115,62 | 13,27 |
| 6 | 128,65 | 13,38 |
| 7 | 134,20 | 13,36 |
| 8 | 153,66 | 14,18 |
| 9 | 170,70 | 14,35 |
| 10 | 131,07 | 13,37 |
| 11 | 105,77 | 12,98 |

Cuadro A.8. Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 1 a 12 rev/min y 14 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 163,81 | 14,73 |
| 2 | 174,75 | 15,08 |
| 3 | 170,13 | 14,34 |
| 4 | 201,37 | 16,57 |
| 5 | 88,05 | 10,96 |
| 6 | 155,22 | 13,61 |
| 7 | 200,69 | 15,68 |
| 8 | 152,43 | 13,52 |
| 9 | 219,72 | 16,91 |
| 10 | 152,01 | 13,18 |
| 11 | 143,40 | 12,84 |

Cuadro A.9. Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 1 a 12 rev/min y 16 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 147,56 | 14,78 |
| 2 | 131,42 | 14,33 |
| 3 | 188,87 | 16,64 |
| 4 | 188,84 | 16,36 |
| 5 | 130,11 | 13,89 |
| 6 | 139,28 | 14,49 |
| 7 | 151,64 | 14,70 |
| 8 | 143,83 | 13,83 |
| 9 | 206,88 | 17,33 |
| 10 | 152,51 | 14,31 |
| 11 | 120,83 | 13,44 |

Cuadro A.10. Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 1 a 12 rev/min y 18 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 154,69 | 14,43 |
| 2 | 146,77 | 14,26 |
| 3 | 223,40 | 16,71 |
| 4 | 203,90 | 15,56 |
| 5 | 125,83 | 12,31 |
| 6 | 150,46 | 13,64 |
| 7 | 166,33 | 14,59 |
| 8 | 156,89 | 14,01 |
| 9 | 187,24 | 15,30 |
| 10 | 140,92 | 12,81 |
| 11 | 164,74 | 14,31 |

Cuadro A.11. Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 2 a 10 rev/min y 10 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 152,15 | 14,45 |
| 2 | 161,15 | 15,14 |
| 3 | 201,48 | 18,18 |
| 4 | 164,06 | 16,69 |
| 5 | 118,67 | 12,66 |
| 6 | 143,84 | 14,31 |
| 7 | 162,34 | 15,74 |
| 8 | 167,83 | 15,24 |
| 9 | 201,31 | 18,53 |
| 10 | 152,07 | 13,93 |
| 11 | 180,4 | 15,46 |

Cuadro A.12.Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 2 a 10 rev/min y 12 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 172,18 | 15,39 |
| 2 | 134,7 | 12,99 |
| 3 | 202,23 | 19,20 |
| 4 | 200,85 | 19,31 |
| 5 | 161,02 | 14,70 |
| 6 | 135,19 | 13,80 |
| 7 | 144,96 | 14,61 |
| 8 | 173,03 | 15,94 |
| 9 | 211,55 | 19,30 |
| 10 | 143,37 | 13,88 |
| 11 | 162,48 | 14,93 |

Cuadro A.13.Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 2 a 10 rev/min y 14 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 155,81 | 15,50 |
| 2 | 146,43 | 15,48 |
| 3 | 202,51 | 18,03 |
| 4 | 192,85 | 16,89 |
| 5 | 135,59 | 13,84 |
| 6 | 152,45 | 14,91 |
| 7 | 187,91 | 16,96 |
| 8 | 154,94 | 14,98 |
| 9 | 197,47 | 16,84 |
| 10 | 119,78 | 13,55 |
| 11 | 145,84 | 14,12 |

Cuadro A.14.Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 2 a 10 rev/min y 16 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 175,62 | 16,63 |
| 2 | 134,38 | 14,33 |
| 3 | 181,67 | 16,20 |
| 4 | 180,72 | 18,29 |
| 5 | 165,33 | 15,24 |
| 6 | 131,04 | 14,19 |
| 7 | 149,31 | 14,67 |
| 8 | 151,84 | 15,17 |
| 9 | 166,99 | 15,63 |
| 10 | 131,01 | 15,12 |
| 11 | 155,52 | 15,22 |

Cuadro A.15.Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 2 a 10 rev/min y 18 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 163,03 | 15,49 |
| 2 | 164,2 | 15,84 |
| 3 | 191,72 | 16,82 |
| 4 | 189,12 | 17,41 |
| 5 | 153,28 | 15,00 |
| 6 | 143,41 | 13,90 |
| 7 | 171,4 | 15,69 |
| 8 | 169,22 | 15,23 |
| 9 | 188,97 | 17,45 |
| 10 | 149,9 | 14,39 |
| 11 | 146,44 | 14,90 |

Cuadro A.16.Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 2 a 12 rev/min y 10 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 167,58 | 15,11 |
| 2 | 146,22 | 14,44 |
| 3 | 186,73 | 12,47 |
| 4 | 153,26 | 15,22 |
| 5 | 129,22 | 12,98 |
| 6 | 152,03 | 14,35 |
| 7 | 168,19 | 15,51 |
| 8 | 170,46 | 14,83 |
| 9 | 182,02 | 15,67 |
| 10 | 134,17 | 13,70 |
| 11 | 149,97 | 13,68 |

Cuadro A.17.Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 2 a 12 rev/min y 12 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 149,95 | 16,24 |
| 2 | 157,80 | 14,38 |
| 3 | 191,84 | 20,01 |
| 4 | 174,40 | 15,29 |
| 5 | 150,65 | 16,40 |
| 6 | 139,69 | 14,21 |
| 7 | 167,10 | 16,72 |
| 8 | 149,31 | 16,58 |
| 9 | 184,47 | 18,75 |
| 10 | 121,06 | 12,69 |
| 11 | 135,17 | 14,76 |

Cuadro A.18.Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 2 a 12 rev/min y 14 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 162,16 | 15,96 |
| 2 | 152,63 | 15,02 |
| 3 | 215,22 | 18,73 |
| 4 | 181,17 | 17,96 |
| 5 | 143,31 | 14,70 |
| 6 | 145,28 | 15,06 |
| 7 | 164,91 | 15,67 |
| 8 | 172,10 | 14,68 |
| 9 | 214,55 | 18,72 |
| 10 | 124,95 | 13,56 |
| 11 | 143,38 | 14,91 |

Cuadro A.19.Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 2 a 12 rev/min y 16 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 148,66 | 13,87 |
| 2 | 180,09 | 15,56 |
| 3 | 151,94 | 14,50 |
| 4 | 167,94 | 15,04 |
| 5 | 116,73 | 13,37 |
| 6 | 142,75 | 14,25 |
| 7 | 149,61 | 14,76 |
| 8 | 154,55 | 15,00 |
| 9 | 177,16 | 15,83 |
| 10 | 129,15 | 12,47 |
| 11 | 140,80 | 13,64 |

Cuadro A.20.Valores de vitamina y acidez para las muestras de la réplica 2 a 12 rev/min y 18 min.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 167,97 | 15,99 |
| 2 | 139,94 | 14,15 |
| 3 | 169,92 | 15,83 |
| 4 | 153,64 | 15,99 |
| 5 | 147,80 | 14,71 |
| 6 | 131,01 | 15,77 |
| 7 | 141,11 | 15,23 |
| 8 | 142,66 | 15,21 |
| 9 | 163,81 | 16,61 |
| 10 | 123,94 | 13,95 |
| 11 | 160,29 | 15,10 |

Cuadro A.21.Valores de vitamina C y acidez para el proceso real de validación, en mezcladora actual, para 16 minutos.

| Muestra | Acidez (%) | Vitamina (mg/100g) |
|---------|------------|--------------------|
| 1 | 15,57 | 160,58 |
| 2 | 14,66 | 161,57 |
| 3 | 17,77 | 180,15 |
| 4 | 13,53 | 174,14 |
| 5 | 14,75 | 141,48 |
| 6 | 15,26 | 157,67 |
| 7 | 15,85 | 156,10 |
| 8 | 16,24 | 164,35 |
| 9 | 14,39 | 146,98 |
| 10 | 14,84 | 149,62 |

Cuadro A.22.Valores de vitamina C y acidez para el proceso real de validación, en mezcladora actual, para 18 minutos.

| Muestra | Acidez (%) | Vitamina (mg/100g) |
|---------|------------|--------------------|
| 1 | 13,38 | 173,16 |
| 2 | 11,75 | 182,28 |
| 3 | 15,25 | 199,92 |
| 4 | 13,35 | 141,98 |
| 5 | 14,44 | 178,38 |
| 6 | 14,32 | 162,96 |
| 7 | 13,87 | 178,96 |
| 8 | 14,53 | 141,44 |
| 9 | 13,94 | 180,94 |
| 10 | 15,03 | 154,73 |

Cuadro A.23.Valores de vitamina C y acidez para el proceso real de validación, en mezcladora actual, para 20 minutos.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|---------|--------------------|------------|
| 1 | 15,43 | 157,46 |
| 2 | 14,46 | 166,34 |
| 3 | 15,82 | 164,88 |
| 4 | 14,78 | 169,97 |
| 5 | 15,46 | 148,49 |
| 6 | 15,24 | 192,95 |
| 7 | 16,87 | 186,10 |
| 8 | 13,44 | 162,78 |
| 9 | 16,00 | 153,43 |
| 10 | 13,52 | 175,05 |

Cuadro A.24. Valores de vitamina C y acidez para réplica 1, proceso actual, en mezcladora actual, para 16 minutos. Después de una validación.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|----------------|---------------------------|-------------------|
| 1 | 148,14 | 16,10 |
| 2 | 130,39 | 15,96 |
| 3 | 137,30 | 16,17 |
| 4 | 139,30 | 15,63 |
| 5 | 155,01 | 16,85 |
| 6 | 136,01 | 16,42 |
| 7 | 156,81 | 17,55 |
| 8 | 147,91 | 17,64 |
| 9 | 161,08 | 17,58 |
| 10 | 171,99 | 17,32 |

Cuadro A.25. Valores de vitamina C y acidez para réplica 2, proceso actual, en mezcladora actual, para 16 minutos. Después de una validación.

| Muestra | Vitamina (mg/100g) | Acidez (%) |
|----------------|---------------------------|-------------------|
| 1 | 128,16 | 13,23 |
| 2 | 130,66 | 14,17 |
| 3 | 139,56 | 14,79 |
| 4 | 138,28 | 15,06 |
| 5 | 154,21 | 15,42 |
| 6 | 157,48 | 15,90 |
| 7 | 164,42 | 15,61 |
| 8 | 164,69 | 16,35 |
| 9 | 158,46 | 16,12 |
| 10 | 157,38 | 16,17 |

B. RESULTADOS INTERMEDIOS

Cuadro B.1. Coeficiente de variación para la vitamina C y para la acidez, según la velocidad de rotación y el tiempo de mezclado.

| Velocidad (rev/min) | Tiempo (min) | CV Vit C | CV Acidez |
|---------------------|--------------|----------|-----------|
| 10 | 10 | 0,1593 | 0,1080 |
| 10 | 12 | 0,1389 | 0,0900 |
| 10 | 14 | 0,1531 | 0,1151 |
| 10 | 16 | 0,1294 | 0,1022 |
| 10 | 18 | 0,1527 | 0,1147 |
| 12 | 10 | 0,1052 | 0,0708 |
| 12 | 12 | 0,1324 | 0,0301 |
| 12 | 14 | 0,2037 | 0,1160 |
| 12 | 16 | 0,1718 | 0,0815 |
| 12 | 18 | 0,1654 | 0,0818 |
| 10 | 10 | 0,1403 | 0,1086 |
| 10 | 12 | 0,1569 | 0,1417 |
| 10 | 14 | 0,1622 | 0,0895 |
| 10 | 16 | 0,1160 | 0,0720 |
| 10 | 18 | 0,1007 | 0,0710 |
| 12 | 10 | 0,1113 | 0,0695 |
| 12 | 12 | 0,1305 | 0,1243 |
| 12 | 14 | 0,1668 | 0,1058 |
| 12 | 16 | 0,1210 | 0,0661 |
| 12 | 18 | 0,0969 | 0,0510 |

Cuadro B.2. Datos del experimento factorial $k \times m$ con n repeticiones, para la vitamina C.

| Velocidad \ Tiempo | 10 min | 12 min | 14 min | 16 min | 18 min |
|--------------------|------------|--------|--------|--------|--------|
| | 10 rev/min | 0,1593 | 0,1586 | 0,1514 | 0,1347 |
| 12 rev/min | 0,1349 | 0,1344 | 0,1048 | 0,2031 | 0,1634 |
| | 0,1426 | 0,1751 | 0,1005 | 0,1312 | 0,1206 |
| | 0,1570 | 0,1116 | 0,1104 | 0,1706 | 0,0969 |

Cuadro B.3. Valores de Y_{ij} para la vitamina C.

| Tiempo \ Velocidad | Tiempo | | | | |
|--------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | 10 min | 12 min | 14 min | 16 min | 18 min |
| 10 rev/min | 0,2942 | 0,2930 | 0,2562 | 0,3378 | 0,3365 |
| 12 rev/min | 0,2996 | 0,2867 | 0,2110 | 0,3018 | 0,2175 |

Cuadro B.4. Cuadrado de las variables tratadas, Y_{ijl}^2 , para la vitamina C.

| Tiempo \ Velocidad | Tiempo | | | | |
|--------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | 10 min | 12 min | 14 min | 16 min | 18 min |
| 10 rev/min | 0,0254 | 0,0252 | 0,0229 | 0,0182 | 0,0300 |
| | 0,0182 | 0,0181 | 0,0110 | 0,0412 | 0,0267 |
| 12 rev/min | 0,0203 | 0,0307 | 0,0101 | 0,0172 | 0,0146 |
| | 0,0247 | 0,0124 | 0,0122 | 0,0291 | 0,0094 |

Cuadro B.5. Suma de las observaciones para velocidad y tiempo, para la vitamina C.

| Tiempo \ Velocidad | Tiempo | | | | | $Y_{i..}$ | $Y_{i..}^2$ |
|--------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------------------|-------------|
| | 10 min | 12 min | 14 min | 16 min | 18 min | | |
| 10 rev/min | 0,1593 | 0,1586 | 0,1514 | 0,1347 | 0,1731 | 1,5178 | 2,3036 |
| | 0,1349 | 0,1344 | 0,1048 | 0,2031 | 0,1634 | | |
| 12 rev/min | 0,1426 | 0,1751 | 0,1005 | 0,1312 | 0,1206 | 1,3166 | 1,7334 |
| | 0,1570 | 0,1116 | 0,1104 | 0,1706 | 0,0969 | | |
| $Y_{.j.}$ | 0,5938 | 0,5797 | 0,4671 | 0,6397 | 0,5541 | $Y_{...} = 2,8344$ | |
| $Y_{.j.}^2$ | 0,3526 | 0,3361 | 0,2182 | 0,4092 | 0,3070 | | |

Cuadro B.6. Tabla de análisis de varianza para la Vitamina C.

| Variación | Suma de Cuadrados | Grados de libertad | Media de cuadrados | F | F crítico |
|-----------------------------|-------------------|--------------------|--------------------|------|-----------|
| Velocidad de rotación | 2,02E-03 | 1 | 2,02E-03 | 2,78 | 4,96 |
| Tiempo de mezclado | 4,07E-03 | 4 | 1,02E-03 | 1,40 | 3,48 |
| Interacción | 2,37E-03 | 4 | 5,92E-04 | 0,81 | 3,48 |
| Error o variación aleatoria | 7,28E-03 | 10 | 7,28E-04 | | |
| Total | 1,57E-02 | 19 | 8,29E-04 | | |

Cuadro B.7. Coeficiente de variación para la vitamina C y para la acidez, según la velocidad de rotación y el tiempo de mezclado.

| Condición | Tiempo (min) | CV Vit C | CV Acidez |
|--------------------------|--------------|----------|-----------|
| | 16 | 0,0706 | 0,0724 |
| Proceso de validación | 18 | 0,1057 | 0,0682 |
| | 20 | 0,0788 | 0,0678 |
| Réplica 1 Proceso Actual | 16 | 0,0875 | 0,0454 |
| Réplica 1 Proceso Actual | 16 | 0,0925 | 0,0650 |

C. MUESTRA DE CÁLCULO

C.1. Boxplot

Para estudiar la distribución de una muestra se puede utilizar un boxplot, el cual muestra la tendencia central de los datos y su variabilidad. En la figura C.1 se puede apreciar un ejemplo de este tipo de gráfico. La línea media de un boxplot es la mediana, lo que significa que 50% de los datos es menor o igual a este número. La parte de arriba de la caja – elemento número 3 – es el tercer cuartil, donde se encuentra el 75% de los datos; mientras que la parte de abajo es el primer cuartil, por debajo de este se encuentra el 25% de los datos. A la parte identificada con el número 2 se le conoce como bigote superior y se extiende desde el tope de la caja, hasta el máximo dato que se encuentre 1.5 veces el tamaño de la caja. El elemento identificado con 3 es la parte principal de un boxplot y se le llama caja. El elemento número 4 es el bigote inferior, de manera contraria al superior, este se extiende hasta el mínimo dato 1.5 veces el tamaño de la caja. Es así que los bigotes no siempre son del mismo tamaño y pueden dar información importante acerca de los datos. Lo que se identifica con el número 1 se le conoce como valor atípico (Montgomery, 2012) y son datos que se encuentran más allá de los bigotes. Estos valores son de especial atención, puesto que pueden deberse a un error de cálculo, lo cual altera los resultados; también pueden ser un dato real a determinadas condiciones lo que puede generar conclusiones importantes sobre el experimento.

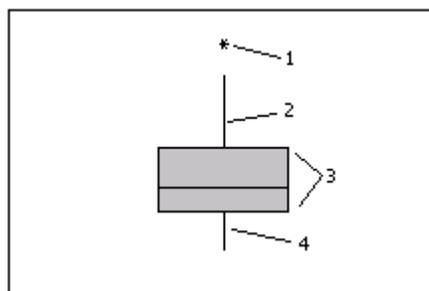


Figura C.1. Ejemplo de un boxplot. (Minitab® 16.1.0)

C.2. Prueba de normalidad

Es muy importante analizar la normalidad de los datos, específicamente de los residuos. Cuando se hace un análisis de varianza se debe verificar el supuesto de normalidad, es decir que para el error se tiene una media de cero y varianza constante, pero desconocida (Montgomery, 2012). Utilizando el software Minitab se puede obtener un gráfico de probabilidad normal, tal como el que se muestra en la figura C.2. En él se grafica cada valor vs. el porcentaje de valores que son menores o iguales a él. También en él podemos ver una tabla con la media, desviación estándar, tamaño de muestra, coeficiente de Anderson-Darling y el valor p. El coeficiente de Anderson-Darling mide qué tan bien una serie de datos siguen una distribución particular. Entre más pequeño es el valor, mejor se ajustan los datos a una distribución. El valor p indica si se acepta o racha la hipótesis nula, y tiene un valor entre 0 y 1. Este valor es la probabilidad de obtener el valor del estadístico que se ha obtenido si se supone que la hipótesis nula es verdadera. Cuando este valor es menor al nivel de significancia α , se rechaza la hipótesis nula.

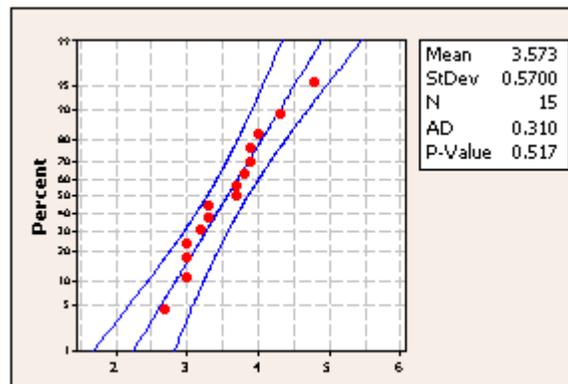


Figura C.2. Ejemplo de un gráfico de normalidad.

C.3. Varianza de una muestra

Para obtener la varianza de una muestra se utiliza la siguiente ecuación:

$$\sigma^2 = \sum_{i=1}^{n=11} \frac{(y_i - \bar{y}_i)^2}{N} \quad (\text{C.1})$$

Tomando los datos del cuadro A.1, se tiene el siguiente ejemplo:

$$\sigma^2 = \frac{(149,57 - 152,31)^2 + (147,48 - 152,31)^2 + \dots + (137,28 - 152,31)^2}{11} \quad (\text{C.2})$$

$$\sigma^2 = 588,39$$

C.4. Coeficiente de varianza para una muestra

Para obtener el coeficiente de varianza (RSD por sus siglas en inglés) se sigue la siguiente ecuación:

$$CV = \frac{\sigma}{\bar{y}} \quad (\text{C.3})$$

Es así que para los datos del cuadro A.1 se tiene la siguiente ecuación:

$$CV = \frac{\sqrt{588,39}}{152,31} = 0,1593 \quad (\text{C.4})$$

C.4. Suma de cuadrados

Para obtener la suma de cuadrados de los efectos o del bloque o tratamiento se utiliza la siguiente ecuación; utilizando el bloque k como ejemplo:

$$SC_k = \sum_i^k \frac{Y_{i\circ\circ}^2}{m n} - \frac{Y_{\circ\circ\circ}^2}{k m n} \quad (\text{C.5})$$

Es así que para el bloque de velocidad de rotación se tiene lo siguiente, tomando los datos del cuadro B.5 filas 3 y 4; y columnas 8 y 9.

$$SC_k = \frac{2,3036 + 1,7334}{5 \times 2} - \frac{2,8344^2}{2 \times 5 \times 2} = 2,02 \times 10^{-3} \quad (C.6)$$

C.5. Suma de cuadrados de la interacción

Para obtener la suma de cuadrados de la interacción se tiene la siguiente ecuación:

$$SC_{km} = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^m \frac{Y_{ij\cdot}^2}{n} - \frac{Y_{\cdot\cdot\cdot}^2}{k m n} - SC_k - SC_m \quad (C.6)$$

Tomando los datos del cuadro B.3 y B5, se tiene la siguiente muestra de cálculo.

$$SC_{km} = \frac{0,0254^2 + 0,0182^2 + 0,0203^2 + 0,0247^2 + 0,0252^2 + \dots + 0,0094^2}{2} \quad (C.7)$$

$$- \frac{2,8344^2}{2 \times 5 \times 2} - 2,02 \times 10^{-3} - 1,02 \times 10^{-3} = 5,92 \times 10^{-4}$$

C.6. Suma de cuadrados totales

Para obtener la suma de cuadrados totales se tiene la siguiente ecuación:

$$\sum_{i=1}^2 \sum_{j=1}^5 \sum_{l=1}^2 Y_{ijl}^2 - \frac{Y_{\cdot\cdot\cdot}^2}{k m n} \quad (C.8)$$

Tomando como ejemplo los datos de B.4 se tiene:

$$SC_T = (0,0254 + 0,0182 + 0,0203 + 0,0247 + 0,0252 + \dots + 0,0094)$$

$$- \frac{2,8384^2}{2 \times 5 \times 2} \quad (C.9)$$

$$SC_T = 1,57 \times 10^{-2}$$

C.7. Suma de cuadrados del error

La suma de cuadrados del error se calcula de la siguiente manera:

$$SC_{\varepsilon} = SC_T - SC_k - SC_m - SC_{km} \quad (C.10)$$

De esa manera se tiene con base en los resultados del cuadro B.6:

$$\begin{aligned} SC_{\varepsilon} &= 1,57 \times 10^{-2} - 2,02 \times 10^{-3} - 4,07 \times 10^{-3} - 2,37 \times 10^{-3} \\ &= 7,28 \times 10^{-3} \end{aligned} \quad (C.11)$$

C.8. Grados de libertad

Los grados de libertad se calculan con base en las siguientes ecuaciones:

$$GL_k = k - 1 \quad (C.12)$$

$$GL_m = m - 1 \quad (C.13)$$

$$GL_{km} = (k - 1)(m - 1) \quad (C.14)$$

$$GL_{\varepsilon} = k m (n - 1) \quad (C.15)$$

$$GL_T = k m n - 1 \quad (C.16)$$

Tomando los datos del experimento se tienen los siguientes cálculos:

$$GL_k = 2 - 1 = 1 \quad (C.17)$$

$$GL_m = 5 - 1 = 4 \quad (C.18)$$

$$GL_{km} = (2 - 1)(5 - 1) = 4 \quad (C.19)$$

$$GL_{\varepsilon} = 2 \times 5 (2 - 1) = 10 \quad (C.20)$$

$$GL_T = 2 \times 5 \times 2 - 1 = 19 \quad (C.21)$$

C.9. Cuadrado medio

Los cuadrados medios se calculan mediante la siguiente ecuación:

$$CM_k = \frac{SC_k}{GL_k} \quad (C.22)$$

Es así que para la velocidad de rotación se tiene:

$$CM_k = \frac{2,02 \times 10^{-3}}{1} = 2,02 \times 10^{-3} \quad (C.23)$$

C.10. Estadístico F

Para obtener el estadístico F se tiene la siguiente ecuación:

$$F_k = \frac{CM_k}{CM_\varepsilon} \quad (C.24)$$

Para la velocidad de rotación se tiene lo que sigue a continuación:

$$F_k = \frac{2,02 \times 10^{-3}}{7,28 \times 10^{-4}} = 2,78 \quad (C.25)$$