



Micro-Tracers Inc.

1370 Van Dyke Avenue, San Francisco, California 94124 USA
Tel: (415)822-1100 Fax: (415)822-6615 Website: www.microtracers.com

ITEM A-4: O USO DE MICROTRACERS® PARA DETERMINAR MISTURAS INCOMPLETAS

O PROBLEMA:

Em todo o mundo, a industria alimenticia produz mais de 300 milhoes de toneladas anualmente. Os produtores perdem mao-de-obra , energia e dinheiro quando se mistura o alimento por mais tempo que o necessario, tentando-se alcancar a completa homogenizacao. Excesso de mistura pode tambem causar degradacao de vitaminas e medicamentos.

Se o alimento nao e misturado completamente, partes deste terao excesso ou escassez dos ingredientes formulados. A variedade de excessos causa perdas economicas ao consumidor e pode aumentar a incidencia de residuos de medicamentos ilegais.

Testes periodicos e de rotina da mistura, sao economicamente e eticamente justificados.

METODOS COMPARATIVOS:

Os fabricantes de alimentos frequentemente testam os equipamentos, analizando-se o alimento para um ou mais nutrientes (ou medicamentos) normalmente presente no alimento ou adicionando-se um "rastreador" especifico para o teste. Quando o nutriente e testado, o fabricante usa este nutriente como um "rastreador" na avaliacao da qualidade da mistura.

Os fabricantes de alimentos frequentemente realizam as seguintes analises:

1. Macronutrientes (ex.: proteina, umidade, gordura).
2. Sal (ex.: cloro).
3. Minerais (ex.: calcio, magnesio, zinco, etc).
4. Vitaminas e medicamentos.
5. Microtracers (marca registrada).

Para todas as análises anteriores, com excesso dos medicamentos e Microtracers, os resultados podem ser confusos porque um mesmo nutriente pode ter mais de uma origem. Se muitos ingredientes alimentícios contêm proteína (ou sal) a níveis significativos, então o produto pode aparecer misturado mesmo se a mistura não ocorresse.

Os resultados também podem ser confundidos devido a uma metodologia analítica imprecisa (ex.: análise de medicamentos). Se um método analítico não produz resultados melhores que +/- 30%, este dificilmente pode ser usado como um indicador preciso de uma mistura perfeita.

Microtracers oferecem um excelente mecanismo para provas de homogeneização porque:

1. As análises de Microtracers tem pouco erro analítico.
2. Não existe mascaramento que possa interferir nos resultados.
3. O custo por análise é muito baixo e vários traçadores diferentes podem ser testados no mesmo procedimento. Isto permite a avaliação de vários tempos de mistura ou determinação de microingredientes adicionados em somente um teste.
4. Os testes podem ser executados fácil e imediatamente, permitindo uma rápida avaliação dos resultados e a realização de outros testes no mesmo dia.

AVALIACAO DE UM MISTURADOR:

Existem quatro problemas a serem considerados na avaliação de qualquer misturador:

1. Adição do traçador (onde, quando, quanto, qualquer requerimento da pre-mistura, uso de vários traçadores, etc).
2. Amostra da mistura (onde, quando, quanto, quantas amostras).
3. Análises das amostras (métodos das análises, quanto, quando deve-se repetir as análises para comprovação ou necessidade).
4. Interpretação dos resultados.

Estes problemas são comuns para qualquer tipo de avaliação de misturadores; não importando se é usado Microtracers ou qualquer outro procedimento. Na continuação deste capítulo, serão tratados especificamente estes problemas e sua aplicação no uso de Microtracers.

ADICAO DO RASTREADOR:

Cada teste para avaliar um misturador, apresenta circunstâncias únicas e o "bom senso" deve prevalecer. Entretanto, algumas normas gerais podem ser apropriadas:

1. Microtracers F (partículas de ferro coloridas), são usualmente adicionados 50 gramas do rastreador por tonelada de mistura (ex.: 100 gramas do rastreador vermelho pode ser adicionado a duas toneladas de alimento).
2. Este rastreador deve ser pre-misturado em um "pound" do carreador (ex.: milho moído, sal, etc.) antes de ser adicionado na mistura.
3. O traçador pode ser adicionado na mistura no mesmo momento e da mesma forma que vitaminas e medicamentos. Alternadamente, o rastreador pode ser incorporado em uma pre-mistura vitamínica e adicionado ao alimento via a um sistema computadorizado de adição de microingredientes.
4. Um segundo rastreador pode ser adicionado para o teste do grupo, um minuto após o primeiro rastreador no mesmo sítio ou em uma outra localização. Isto produzirá uma segunda série de informações do mesmo teste.

TOMADA DE AMOSTRA DE UM GRUPO ALIMENTÍCIO:

1. O ideal é "pegar" as amostras do misturador em intervalos de tempos, durante o processo de mistura ou no final do processo de mistura.
2. As amostras devem pesar no mínimo 1/2-lb. e devem ser "pegas" e não compostas; as amostras compostas não dão nenhum resultado sobre a qualidade da mistura.
3. Se por acaso não for possível "pegar" as amostras diretamente do misturador, então deve-se colher as amostras o mais próximo possível do misturador no sistema de produção. Frequentemente este lugar é o parafuso transportador da caixa (lata).
4. Ao colher as amostras do misturador, deve-se "pegar" no mínimo três amostras; uma do meio e uma de cada extremo. Se as amostras forem do parafuso transportador depois da lata, deve-se colher pelo menos cinco amostras e preferivelmente dez amostras de porções espaciais do esvaziador de mistura.
5. Poderia-se também colher amostras do seguinte grupo alimentício para determinar o rastreador de grupo a grupo.

ANÁLISE DO MICROTRACER:

Por favor veja a literatura Microtracer item "A-1" (Garantia de Qualidade com Microtracers F), "A-2" (Microtracers "Detector Rotatório") e "A-3" (Microtracers F - Testadores Quantitativos).

Microtracers F (partículas de ferro de cor e tamanho uniforme) são removidos de sub-amostras (normalmente 75 gramas) de cada amostra colhida do grupo, utilizando-se o "Detector Rotatorio", separador magnético.

Estas partículas são transferidas para uma espátula (colher) analítica, desmagnetizadas usando-se um desmagnetizador (apagador de fita cassete) e então pulverize em um papel filtro (ex.: 15 a 24 cm Whatman #1) umedecido com uma solução de etanol a 60%.

Quando os pontos começarem a revelar, transfira o papel para um prato quente (hot plate) pre-aquecido ou forno e seque-o.

Quando o papel estiver seco, marque-o para identificação e então conte todos os pontos da mesma cor, anotando o total; depois conte todos os pontos da segunda cor, anotando o total.

INTERPRETACAO DOS RESULTADOS DO MICROTRACER:

Interprete os resultados dos testes do misturador Microtracer utilizando as estatísticas "Poisson" e relacione com os cálculos "chi-squared" (chi-quadrado) e tabelas.

Se uma mistura é "completa" ou "perfeita", a contagem do Microtracer exibirá uma variabilidade característica de uma distribuição estatística de "Poisson". Se a contagem de Microtracers for mais variável do que poderia-se esperar de uma Distribuição Poisson, então conclui-se que a mistura não está completa.

(Por favor entre em contato com Micro-Tracers, Inc. para informações adicionais na teoria da Distribuição de Poisson e sua aplicabilidade e também os cálculos chi-squared na contagem e avaliação de Microtracer).

UTILIZACAO DO CHI-QUADRADO

Os cálculos do chi-quadrado são derivados da distribuição de Poisson e são usados na avaliação da contagem de Microtracer como evidência de índice de mistura.

Determine a contagem do Microtracer ($x_1, x_2, x_3...$) de um número de amostras alimentícias (n). Então calcule a contagem média X .

Determine a diferença entre cada contagem (x_1) e a média (x), eleve a potência 2 cada diferença e adicione cada diferença para obter a soma das diferenças quadradas.

Então divida a soma das diferenças quadradas pela média para obter o valor do chi-quadrado.

Utilize a tabela de probabilidades do chi-quadrado (Tabela A). Localize o número dos elementos independentes (topo da coluna horizontal) e encontre o valor do chi-quadrado (coluna vertical do lado esquerdo).

A interseccao das colunas horizontal e vertical resulta em uma probabilidade (qualquer valor de 0.999 a ** - menos que 0.0005). Esta probabilidade de valor do chi-quadrado, encontrado no teste, estaria excedida para uma mistura "perfeita" de Poisson.

Se os resultados de um teste, aparecessem por acaso para uma mistura "perfeita", mais do que 5 vezes em 100 testes (probabilidade acima de 0,05) , se assume que o resultado e tipico de uma mistura "perfeita".

Se os resultados de um teste, aparecessem por acaso para uma mistura "perfeita", entre 1 e 5 vezes em 100 testes (probabilidade entre 0.05 e 0.01), se assume que o resultado esta mostrando uma variabilidade "probabilidade significativamente desviada" de uma mistura "perfeita".

Se os resultados de um teste, aparecessem por acaso para uma mistura "perfeita", menos do que 1 vez em 100 testes (probabilidade menor do que 0.01), se assume que o resultado esta mostrando uma variabilidade que e "significativamente e estatisticamente desviada" de uma mistura "perfeita" e o alimento nao esta misturado completamente.

Por favor, veja a Tabela B , que e um exemplo de calculos do chi-quadrado, e tambem dados ilustrativos de varios dados reais para a avaliacao de misturas.

COMPARANDO OS COEFICIENTES DE VARIACAO: TEORICO E ENCONTRADO

Um atributo chave da Distribuicao de Poisson e que se uma mistura esta "perfeita", o desvio padrao de uma serie de contagens deveria (em media) ser igual a raiz quadrada da media desta contagem.

Se a contagem media de uma mistura testada e 100, o desvio padrao da serie de contagens deveria (em media) ser 10 e o coeficiente de variacao (CV) do resultado deveria ser 10% (o coeficiente de variacao e o desvio padrao dividido pela media).

Depois de completar o teste de avaliacao de uma mistura, com Microtracers, pode-se determinar o coeficiente de variacao "encontrado" e comparar este com o valor "teorico" esperado em uma mistura "perfeita". Se o valor encontrado e maior que o teorico, isto indicara uma mistura incompleta , com perdas economicas. Por exemplo, se o coeficiente de variacao encontrado (CV) e 20% quando teoricamente deveria ser 10%, pode-se concluir que 10% do valor dos microingredientes esta sendo perdido devido a uma mistura "incompleta".

Micro-Tracers, Inc. preparou um programa IBM-PC para calcular os valores chi-quadrado, desvio padrao, coeficientes de variacao : encontrado e teorico para reportar dados com a interpretacao final. Favor entrar em contato com a Micro-Tracers, Inc. para este programa.

TABELA A

Tabela de Probabilidades no qual χ^2 excedera unicamente atraves de erros da amostragem aleatoria.

Derivado do "d.f.", Contagens Independentes
Probabilidade Integral do χ^2

*maior que 0.9995
**menor que 0.0005

Numero de elementos independentes, (n-2)

χ^2	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1	.317	.607	.801	.910	.963	.986	.995	.998	.999	.999	.999	.999	.999	.999	*	*	*	*	*	*
2	.157	.368	.572	.736	.849	.920	.960	.981	.991	.996	.998	.999	.999	.999	.999	.999	.999	.999	*	*
3	.083	.223	.392	.558	.700	.809	.885	.934	.964	.981	.991	.996	.998	.999	.999	.999	.999	.999	.999	.999
4	.046	.135	.261	.406	.549	.677	.780	.857	.911	.947	.970	.983	.991	.995	.998	.999	.999	.999	.999	.999
5	.025	.082	.172	.287	.416	.544	.660	.758	.834	.891	.931	.958	.975	.986	.992	.996	.998	.999	.999	.999
6	.014	.050	.112	.199	.306	.423	.540	.647	.740	.815	.873	.916	.946	.966	.980	.988	.993	.996	.998	.999
7	.008	.030	.072	.136	.221	.321	.429	.537	.637	.725	.799	.858	.902	.935	.958	.973	.984	.990	.994	.997
8	.005	.018	.046	.092	.156	.238	.333	.433	.534	.629	.713	.785	.844	.889	.924	.949	.967	.979	.987	.992
9	.003	.011	.029	.061	.109	.174	.253	.342	.437	.532	.622	.703	.773	.831	.878	.913	.940	.960	.973	.983
10	.002	.007	.019	.040	.075	.125	.189	.265	.350	.440	.530	.616	.694	.762	.820	.867	.904	.932	.953	.968
11	.001	.004	.012	.027	.051	.088	.139	.202	.276	.358	.443	.529	.611	.686	.753	.809	.857	.894	.924	.946
12	.001	.002	.007	.017	.035	.062	.101	.151	.213	.285	.363	.446	.528	.606	.679	.744	.800	.847	.886	.916
13	**	.002	.005	.011	.023	.043	.072	.112	.163	.224	.293	.369	.448	.527	.602	.673	.736	.792	.839	.877
14	**	.001	.003	.007	.016	.030	.051	.082	.122	.173	.233	.301	.374	.450	.526	.599	.667	.729	.784	.830
15	**	.001	.002	.005	.010	.020	.036	.059	.091	.132	.182	.241	.307	.378	.451	.525	.595	.662	.723	.776

χ^2	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
16	**	**	.001	.003	.007	.014	.025	.042	.067	.100	.141	.191	.249	.313	.382	.453	.524	.593	.657	.717
17	**	**	.001	.002	.004	.009	.017	.030	.049	.074	.108	.150	.199	.256	.319	.386	.454	.523	.590	.653
18	**	**	**	.001	.003	.006	.012	.021	.035	.055	.082	.116	.158	.207	.263	.324	.389	.456	.522	.587
19	**	**	**	.001	.002	.004	.008	.015	.025	.040	.061	.089	.123	.165	.214	.269	.329	.392	.457	.522
20	**	**	**	**	.001	.003	.006	.010	.018	.029	.045	.067	.095	.130	.172	.220	.274	.333	.395	.458
21	**	**	**	**	.001	.002	.004	.007	.013	.021	.033	.050	.073	.102	.137	.179	.226	.279	.337	.397
22	**	**	**	**	.001	.001	.003	.005	.009	.015	.024	.038	.055	.079	.108	.143	.185	.232	.284	.341
23	**	**	**	**	**	.001	.002	.003	.006	.011	.018	.028	.042	.060	.084	.114	.149	.191	.237	.289
24	**	**	**	**	**	.001	.001	.002	.004	.008	.013	.020	.031	.046	.065	.090	.119	.155	.196	.242
25	**	**	**	**	**	.001	.002	.003	.005	.009	.015	.023	.035	.050	.070	.095	.125	.161	.201	
26	**	**	**	**	**	**	.001	.001	.002	.004	.006	.011	.017	.026	.038	.054	.074	.100	.130	.166
27	**	**	**	**	**	**	**	.001	.001	.003	.005	.008	.012	.019	.029	.041	.058	.079	.105	.135
28	**	**	**	**	**	**	**	**	.001	.002	.003	.006	.009	.014	.022	.032	.045	.062	.083	.109
29	**	**	**	**	**	**	**	**	.001	.001	.002	.004	.007	.010	.016	.024	.035	.048	.066	.088
30	**	**	**	**	**	**	**	**	**	.001	.002	.003	.005	.008	.012	.018	.026	.037	.052	.070

¹ A.E. Treloar, *Elements of Statistical Reasoning*, 1939, p. 246-247, Courtesy John Wiley & Sons, Inc.
* Greater than .9995.
** Less than .0005.

TABELA B

CALCULOS ILUSTRATIVOS DO CHI-QUADRADO

Amostra no. Contagem Contagem media Diferenca Diferenca Encontrada Quadrada 1 85 100 15
225 2 105 100 5 25 3 95 100 5 25 4 115 100 15 225 5 100 100 0 0

Media = 100 Soma = 500

Soma da Diferenca Quadrada dividida pela media = Chi-quadrado encontrado 500 dividido por 100 = 5

A probabilidade de uma mistura "perfeita" produzir um valor de chi-quadrado em excesso de 5 (Tabela A, $n = 5 - 2 = 3$) = 0.172.

Conclusao: Este teste produziu um dado tipico de uma mistura "perfeita". Contagem Amostra no. Encontrada Contagem media Diferenca Diferenca Quadrada 1 85 100 15 225 2 65 100 35 1225 3 115 100 15 225 4 135 100 35 1225 5 100 100 0 0

Media = 100 Soma = 2900

Soma das diferencas quadradas dividida pela media = chi-quadrado encontrado 2900 dividido por 100 = 29

A probabilidade de uma mistura "perfeita" produzir um valor de chi-quadrado em excesso de 29 (Tabela A, $n = 5 - 2 = 3$) = ** (menos que 0.0005).

Conclusao: Este teste produziu um dado tipico de uma mistura incompleta.

TABELA B

DADOS ILUSTRATIVOS DE TESTES ATUAIS, DE UMA FABRICA ALIMENTICIA:

Amostra no. Contagem Contagem media Diferenca Diferenca Encontrada Quadrada

Norte 50-vermelho 95 45 2025 Centro 96 95 1 1 Sul 139 95 44 1936

Media = 95 Soma = 3962

Soma das diferencas quadradas dividida pela media = 40.8

A probabilidade de uma mistura "perfeita" produzir uma valor de chi-quadrado em excesso de 20 (Tabela A, $n = 3 - 2 = 1$) = ** (menos que 0.0005).

Conclusao: Esta mistura nao e completa. O rastreador vermelho foi adicionado no final sul do misturador e, o movimento deste rastreador para o final oposto do misturador foi incompleto.

Amostra no. Contagem Contagem media Diferenca Diferenca Encontrada Quadrada Norte 201-azul 133 68 4624 Centro 132 133 1 1 Sul 65 133 68 4624

Media = 133 Soma = 9229

Soma das diferencas quadradas dividida pela media = 69.8

A probabilidade de uma mistura "perfeita" produzir uma valor de chi-quadrado em excesso de 35 (Tabela A, $n = 3 - 2 = 1$) = ** (menos que 0.0005).

Conclusao: Esta mistura nao e completa. O rastreador azul foi adicionado no centro do misturador e falhou na distribuicao completa ate os finais do misturador.

10 de maio de 1990.

Jones Equipment Company 1313 Maple Street Jones, Iowa 50505

Para: Mr. John Jones

Assunto: Microtracer (mr), Teste de Mistura - oito (8) amostras marcadas de 5-A ate 5-H; recebidas em San Francisco de 7 de maio de 1990; sua carta submetida no dia 7 de maio de 1990; 5-minutos de mistura.

CONTAGENS SEQUENCIAIS, DO RASTREADOR VERMELHO, DA ESQUERDA PARA A DIREITA: 200 279 182 103 268 340 186 118

CONTAGENS SEQUENCIAIS, DO RASTREADOR AZUL/Y, DA ESQUERDA PARA A DIREITA: 20 13 148 290 36 68 263 343

VERMELHO AZUL NUMERO DE DADOS 8 8 DEG. DE LIBERDADE 6 6

MEDIA= 209.50 147.63 DESVIO PADRAO = +/- 81.41 133.61 COEF. DE VAR., % = +/- 38.86 90.51 COEF. DE VAR. (POISSON), % = +/- 6.91 8.23 CHI-QUADRADO = 221.46 46.51

PROBABILIDADE, % = 0.00 0.00

Resultados para ambos rastreadores indicam que esta mistura nao esta completa.

MICRO-TRACERS, INC.

David A. Eisenberg, Vice Presidente 01 de novembro de 1989.

Smith Foods #1 - Main Street Webfoot, Oregon 97979

Para: Mr. Willian Smith Assunto: Teste Microtracer (mr) de Mistura - sua carta de 13 de outubro de 1989; Ref; DFK/89/026; 40 amostras alimenticias (uma perdida na analise); amostras recebidas em 20 de outubro de 1989.

CONTAGENS SEQUENCIAIS , DO RASTREADOR AZUL, DA ESQUERDA PARA A DIREITA: 117 121 139 130 116 105 117 122 113 131 121 112 113 126 120 148 111 128 134 130 133 138 120 134 125 128 135 139 140 126 133 137 101 128 120 139 123 153 154

CONTAGENS SEQUENCIAIS, DO RASTREADOR VERMELHO, DA ESQUERDA PARA A DIREITA: 130 120 120 106 131 117 143 114 118 134 125 131 121 134 140 140 114 111 149 131 122 147 115 132 105 121 109 118 116 132 129 116 107 136 130 130 124 129 122

AZUL VERMELHO NUMERO DE DADOS 39 39 DEG. DE LIBERDADE 37 37 MEDIA = 127.18 124.85 DESVIO PADRAO = +/- 12.09 11.16 COEF. DE VAR., % = +/- 9.51 8.94 COEF. DE VAR. (POISSON), % = +/- 8.87 8.95 CHI-QUADRADO 43.70 37.91 PROBABILIDADE, % = 20.82 42.76

Os resultados para ambos Microtracers sao tipicos de uma completa mistura "perfeita". Dados eram para amostras pesando de 54 a 89 gramas, com ajuste para um peso constante de 75 gramas. Recuperacao dos traceadores foi de aproximadamente 107% para o azul e 104% para o vermelho; assumindo-se que cada rastreador foi formulado a 50 gramas por tonelada. MICRO-TRACERS, INC.

David A. Eisenberg, Presidente

01 de novembro de 1989.

Smith Foods #1 - Main Street Webfoot, Oregon 97979

Para: Mr. William Smith

Assunto: Teste Microtracer (mr) de Mistura - sua carta de 13 de outubro de 1989; Ref; DFK/89/026; 40 amostras alimenticias (uma perdida na analise), amostras recebidas no dia 20 de outubro de 1989.

CONTAGENS SEQUENCIAIS, DA RASTREADOR ALARANJADO, DA ESQUERDA PARA A DIREITA:

100 73 82 91 98 96 81 117 103 88 94 85 92 91 106 122 107 105 103 90 104 95 89 98 84 93 95 77 93 86 109 86 80 78 86 90 89 85 92

ALARANJADO NUMERO DE DADOS 39 DEG. DE LIBERDADE 37

MEDIA = 93.15 DESVIO PADRAO = +/- 10.73 COEF. DE VAR., % = +/- 11.52 COEF. DE VAR. (POISSON) , % = +/- 10.36 CHI-QUADRADO = 46.97

PROBABILIDADE, % = 12.63

Os resultados para o traceador alaranjado sao mais variaveis do que os resultados para os traceadores azul e vermelho, mas estes resultados continuam sendo tipicos de uma completa mistura "perfeita".

DAE 91'

Updated: 8/8/13 ZE