

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**LUANA CRISTINA DOS SANTOS**

**OBTENÇÃO DAS PROPRIEDADES DE FLUXO DE DIFERENTES TIPOS DE  
AÇÚCAR**

São Carlos – SP

2017

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**OBTENÇÃO DAS PROPRIEDADES DE FLUXO DE DIFERENTES TIPOS DE  
AÇÚCAR**

Dissertação apresentada ao  
Programa de Pós-Graduação em  
Engenharia Química da  
Universidade Federal de São  
Carlos como requisito para  
obtenção do grau de Mestre em  
Engenharia Química

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Maria do Carmo Ferreira

Coorientador: Prof. Dr. Rodrigo Condotta

São Carlos – SP

2017

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE LUANA CRISTINA DOS SANTOS APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS, EM 22 DE FEVEREIRO DE 2017.

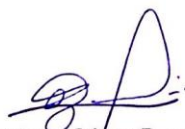
BANCA EXAMINADORA:



Maria do Carmo Ferreira  
Orientadora, UFSCar



Rodrigo Condotta  
Coorientador, FEI



Gustavo César Dacanal  
USP



Rodrigo Béttega  
UFSCar

## AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus, meu Pai eterno.

Agradeço aos meus amados pais, Maura e Cícero, pela compreensão, incentivo e orações durante todo este mestrado.

Aos meus queridos avós, que pouco disseram ou sequer entenderam, mas que muito rezaram e intercederam por mim.

À minha orientadora Maria do Carmo Ferreira, por todo tempo dedicado, paciência, apoio e confiança na condução do projeto.

Ao meu coorientador Rodrigo Condotta, também por toda a dedicação e disposição.

Ao Prof. José Teixeira Freire pelo valioso ensinamento durante esta caminhada.

Ao Prof. Gustavo César Dacanal por aceitar o convite em participar da banca de defesa.

Ao Centro Universitário da FEI, por autorizar a utilização de equipamentos e infraestrutura para realização de testes importantes para este trabalho.

À todos os professores do Departamento de Engenharia Química – DEQ da UFSCar, por todo aprendizado e apoio profissional.

Aos funcionários do DEQ, o suporte e paciência.

Ao MUR de São Carlos, a acolhida.

À minha querida amiga Nayana Simon, por estar sempre por perto.

Aos queridos amigos que fiz aqui, por todos os momentos de alegria compartilhados.

Ao CNPq o suporte financeiro.

*“Sê humilde para evitar o orgulho,  
mas voa alto para alcançar a sabedoria.”*

Santo Agostinho

## RESUMO

Diversos processos nas indústrias de alimentos, farmacêutica e química utilizam materiais particulados em alguma etapa do processo. Durante o processamento ou armazenagem, forças interparticulares podem se intensificar e gerar graves problemas como obstrução em equipamentos ou bloqueio na saída de silos. É necessário um melhor entendimento sobre a fluidez dos sólidos particulados, através de caracterização físico-química e morfológica, associadas à análise de parâmetros de fluxo desses materiais. O objetivo deste trabalho foi avaliar a propriedades de escoamento de quatro tipos de açúcar: o açúcar de confeitaria “glaçúcar” da União® (IS), cristal da marca Colombo® (GS), tipo exportação ou ‘*very high polarization*’ - VHP, da usina São Martinho® (VS) e o refinado da União® (RS). A fluidez foi avaliada por testes clássicos (ângulos de repouso e índices de Hausner) e dinâmicos, em reômetro de sólidos. Para a caracterização, realizaram-se análises de peneiramento e microscopia eletrônica para morfologia. Os tipos GS e VS foram similares morfológicamente, com arestas bem definidas e elevada granulometria dos cristais. Já RS e IS apresentaram maior quantidade de finos e formato irregular, com aglomerados mais evidentes em IS. Forças coesivas foram mais pronunciadas no açúcar IS, devido sua baixa granulometria. Este apresentou maior resistência ao escoamento, com índice de Hausner de 1,33 (boa fluidez está entre 1.12-1.18) e ângulo de repouso estático de 40°, maior entre os açúcares testados. Testes dinâmicos de cisalhamento no reômetro de pós FT-4 da Freeman™ mostraram que este equipamento foi adequado para caracterizar a fluidez dos açúcares RS e IS, mas os resultados para os açúcares de maior granulometria (GS e VS) não foram consistentes. Já a compressibilidade mostrou-se sempre maior quando aplicadas condições dinâmicas e apesar de maiores semelhanças físicas de GS com VS, as curvas de compressibilidade de GS e RS foram mais similares. No geral, afirma-se que o açúcar IS é o material de pior fluidez e que RS, devido à presença de finos é classificado como o segundo pior entre os materiais. VS e GS são classificados como materiais de fácil escoamento pelos testes clássicos, e independe da tensão de consolidação aplicada. Testes em reômetro de sólidos mostraram que essa técnica é limitada para materiais de granulometria próximas a 1 mm, mas alguns resultados para amostras de menor granulometria (RS e IS) apresentaram similaridade, assim como nos testes clássicos.

**Palavras-chave:** Propriedades de fluxo. Ângulo de repouso. Índice de Hausner. Açúcar.

## ABSTRACT

Various processes in food, pharmaceutical and chemical industries have to handle with solid particles at some point during their processes. From the manufacturing process to storage of these materials, interparticle forces may intensify and lead to serious issues as incrustation inside the equipment or blocking a silo output. Therefore, it becomes necessary a better understanding about particle systems flowability, which include a good physical chemistry characterization and morphology associated with flow parameters analysis that will help on the flowability prediction. The purpose of this work was to investigate the flowability of four types of sugars: icing sugar from União® (IS), granulated sugar from Colombo® (GS), very high polarization (VHP) sugar from São Martinho industry (VS) and refined sugar from União® (RS), through classical tests as repose angle and Hausner ratio and dynamic tests in rheometer. For particle characterization, sieving was conducted to obtain size distribution and scanning electron microscopy (SEM) for morphology visualization. GS and VS types presented to be more similar in shape and size, with crystal configuration and higher particle mean diameter. RS and IS, on the other hand, showed greater percentage of fines and irregular shape, where IS was the type with more agglomerates. Cohesive forces were more noticeable in the IS type since this is the sugar with the smallest grain size distribution. As a consequence, this presented a greater resistance to flow, with a Hausner ratio of 1,33 (good flowability is between 1.12-1.18) and the higher angle of repose of 40°. Dynamic shear tests were made in powder rheometer FT4 from Freeman Technology and returned uncertain data for GS and VS, evidencing that this equipment may not be suitable for this kind of material. Compressibility analysis always showed greater values in dynamic condition than static ones and despite of GS and VS similarities, GS and RS were closer in compaction kinetics due the related values of  $D_{90}$ . Overall, one may say sugar IS had the worst flowability among the 4 types following by RS which is the second with a greater number of fines. VS and GS were classified as free flow materials according to classical tests. However, powder rheometer presented some limitations to higher particle size (about 1 mm) materials analysis. On the other hand, as seen in classical tests, IS and RS showed similarity in some tests made using powder rheometer.

**Key words:** Flow properties. Angle of Repose. Hausner ratio. Sugar.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1. - Diagrama básico de fluxo de processamento de açúcar.....	25
Figura 2.2. - Estruturas de empacotamento de partículas formadas para materiais coesivos e não coesivos.....	29
Figura 2.3. - Representações de diâmetros médios representativos de um sistema particulado.....	35
Figura 2.4. - Pontos de contato entre duas partículas de superfície irregular.....	36
Figura 2.5. - Diagrama de Geldart para classificação de partículas quanto ao comportamento na fluidização.....	37
Figura 2.6. - Forças atuantes em meios particulados.....	38
Figura 2.7. - Forças cisalhantes em função do diâmetro de partícula e principais forças interparticulares.....	40
Figura 2.8. - Característica de fluxo de funil (à esquerda) e fluxo de massa (à direita).	41
Figura 2.9. - Determinação do Ângulo de repouso estático.....	44
Figura 2.10. - Círculos de Mohr usados para a obtenção da “ <i>yield loci</i> ” (linha em negrito) e dos pares de dados de tensão não confinada de deslizamento ( $\sigma_c$ ) e tensão principal de consolidação ( $\sigma_1$ ). O Ponto “E” é o ponto do estado estacionário, obtido no pré-cisalhamento. O ponto “C” é a coesão do material, obtido por extrapolação da “ <i>yield loci</i> ” quando tensão normal é nula.....	47
Figura 2.11. - Função fluxo exemplo (linha A) e linhas de escoamento constante.....	48
Figura 2.12. - Exemplo de gráfico obtido no teste de estabilidade e fluxo variável.....	49
Figura 2.13. - Esquema de fluxo de um material particulado em três níveis de consolidação: baixa, moderada e alta tensão aplicada sobre o leito.....	51
Figura 2.14. - Exemplo de como os pós se acomodam em testes de compactação <i>quasi</i> -estáticos. Da esquerda para a direita: Talco (fácil inferência do volume), lactose e calcário (difícil inferência do volume).....	52
Figura 3.1. - Açúcar a) RS, b) VS, c) IS e d) GS.....	56
Figura 3.2. - Arranjo experimental adotado para despejo de partículas na realização das análises de densidade <i>bulk</i> e ângulo de repouso estático. 1- Recipiente contendo a amostra; 2- funil com saída bloqueada; 3- Proveta de vidro 250 ml para teste de compactação ou placa de Petri (D = 10,6 cm) para base fixa da medida do ângulo de repouso estático.....	58



Figura 3.3 - Dispositivos e arranjo experimental para medidas do ângulo de repouso estático de açúcares.....	60
Figura 3.4. - Arranjo experimental empregado na aquisição de imagens para posterior medida do ângulo de repouso dinâmico de açúcares. ....	61
Figura 3.5. - Reômetro de pós FT-4 Powder Rheometer® (Freeman Technology, UK) (esquerda) e variáveis que o equipamento é capaz de estimar durante os testes de fluxo (direita).....	62
Figura 3.6. - Acessórios de eixo utilizados durante os testes de fluxo. a) Lâmina torcida 48 mm ; b) Pistão ventilado; c) Célula de Cisalhamento 50 mm; d) Célula de Cisalhamento 25 mm. ....	63
Figura 3.7. - Recipientes cilíndricos (“ <i>vessels</i> ”) devidamente montados para realização dos testes em reômetro de pós. a) 25 mm x 10 ml e b) 50 mm x 85 ml. ....	63
Figura 3.8. - Níveis de consolidação em um teste de cisalhamento para obtenção da “ <i>yield loci</i> ” de um sólido particulado.....	64
Figura 3.9. - Construção da “ <i>yield loci</i> ” e dos círculos de Mohr. As setas representam os pontos de ruptura dos testes de cisalhamento para cada nível de consolidação. O Ponto “E” é o ponto do estado estacionário, obtido no pré cisalhamento. O ponto “C” é a coesão do material, obtido por extrapolação da “ <i>yield loci</i> ” quando tensão normal é nula.....	66
Figura 4.1. - Distribuição granulométrica com base na fração mássica acumulada em diferentes tipos de açúcar. ....	69
Figura 4.2. - Micrografia obtida por microscópio eletrônico de varredura com magnitude 100x. a) açúcar GS; b) açúcar IS; c) açúcar VS e d) açúcar RS.....	72
Figura 4.3 - Micrografia obtida por microscópio eletrônico de varredura com magnitude 1000x. a) açúcar GS; b) açúcar IS; c) açúcar VS e d) açúcar RS.....	73
Figura 4.4. - Variação de densidade <i>bulk</i> de leitos de partículas de açúcar de acordo com número de batidas. ....	79
Figura 4.5. - Ajuste da equação proposta por Mallol <i>et al.</i> , 2008 para compactação de açúcares. ....	81
Figura 4.6. - Pilhas de açúcares formadas para medida de ângulo de repouso estático. a) Açúcar GS; b) Açúcar VS; c) Açúcar IS e d) Açúcar RS. ....	86
Figura 4.7. - Representação de imagens obtidas para medida do ângulo de repouso dinâmico em açúcares. a) açúcar GS; b) açúcar IS; c) açúcar RS e d) açúcar VS. ....	88

Figura 4.8. - Imagens obtidas de vídeos gravados durante o escoamento de açúcares em cilindro rotativo. Cada fileira representa imagens consecutivas de um tipo de açúcar. Fileiras (de cima para baixo): Açúcar GS, açúcar IS, açúcar RS e açúcar VS.....	90
Figura 4.9. - Correlação entre Ângulos de Repouso e Índice de Hausner em açúcares.....	91
Figura 4.10. - Funções Fluxo para açúcares e regiões de escoamento.....	93
Figura 4.11. - Testes de estabilidade (até o 7º ponto da esquerda para a direita) e de fluxo variável (do 8º ao 11º ponto da esquerda para a direita) obtidos em reômetro de pós.....	96
Figura 4.12. - Índice de compressibilidade para diferentes tipos de açúcar obtidos por compressão estática no reômetro de pós FT4.....	101

## **LISTA DE QUADROS**

Quadro 2.1. - Classificação de sólidos particulados de acordo com o tamanho de partículas. ....	34
Quadro 2.2. - Classificação do fluxo de acordo com índice de Hausner. ....	43
Quadro 2.3. - Classificação do fluxo de acordo com ângulo de repouso.....	44

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1. - Alguns estudos sobre parâmetros de escoabilidade de sólidos particulados e suas respectivas contribuições. ....	23
Tabela 2.2. - Composição centesimal de diferentes tipos de açúcar.....	26
Tabela 2.3. - Algumas propriedades do pó e fatores externos que podem contribuir para mudanças no comportamento do material durante seu escoamento. ....	28
Tabela 2.4. - Classificação da água em um sistema particulado de acordo com seu estágio de saturação. ....	33
Tabela 2.5. - Índice de Estabilidade e sua relação com a fluidez de sólidos.....	50
Tabela 2.6. - Índice de Fluxo e sua relação com a fluidez de sólidos.....	50
Tabela 3.1. - Condições de operação do reômetro de pós FT4. ....	65
Tabela 4.1. - Diâmetros médios de diferentes tipos de açúcar. ....	70
Tabela 4.2. - Umidade e níveis de saturação da água em leitos de açúcares comerciais. ....	75
Tabela 4.3. - Propriedades físicas de açúcares. ....	75
Tabela 4.4. - Classificação de Geldart para açúcares.....	76
Tabela 4.5. - Parâmetros ajustados ao modelo de compactação da Equação 4.1 e valores de $\xi_{\text{máx}}$ para os 4 tipos de açúcar.....	82
Tabela 4.6. - Parâmetros estatísticos da equação de ajuste proposta por Mallol <i>et al.</i> , 2008 aplicada para açúcares. ....	83
Tabela 4.7. - Índice de Hausner para diferentes tipos de açúcar e classificação do fluxo segundo a <i>European Pharmacopeia</i> . ....	84
Tabela 4.8. - Ângulo de repouso estático e classificação de acordo com a <i>European Pharmacopeia</i> (2010). ....	86
Tabela 4.9. - Ângulo de repouso dinâmico para diferentes tipos de açúcar.....	89
Tabela 4.10. - Parâmetros de fluxo obtidos em teste de estabilidade e fluxo variável em reômetro de pós FT4. ....	97
Tabela 5.1. - Propriedades de Fluxo em condições estáticas e dinâmicas para diferentes tipos de açúcar (resumo). ....	104

## LISTA DE SÍMBOLOS

A - constante de Hamacker	[ML <sup>-2</sup> T <sup>-2</sup> ]
AR <sub>d</sub> - ângulo de repouso dinâmico	[°]
AR <sub>e</sub> - ângulo de Repouso estático	[°]
c - coesão	[LMT <sup>-2</sup> ]
D - diâmetro	[L]
Di - diâmetro médio das partículas na peneira i	[L]
D <sub>s</sub> - diâmetro médio de partículas (ou diâmetro de Sauter)	[L]
E - ponto do estado estacionário no teste de cisalhamento	-
ff <sub>c</sub> - função fluxo	-
F <sub>vdw</sub> - força de van der Waals	[LMT <sup>-2</sup> ]
h - altura da pilha formada para cálculo do ângulo de repouso estático	[L]
N - massa de água evaporada	[M]
N <sub>1</sub> - número de batidas para eliminar 63% de poros grandes (parâmetro na Eq. 4.1)	-
N <sub>2</sub> - número de batidas para eliminar 63% de poros pequenos (parâmetro na Eq. 4.1)	-
P - massa total de amostra úmida	[M]
R - raio de uma partícula	[L]
R <sup>2</sup> - coeficiente de correlação	-
S - grau de saturação de água presente no leito	-
u.b.u - umidade média em base úmida	-
V <sub>água</sub> - volume de água no leito	[L <sup>3</sup> ]
V <sub>1</sub> - volume do leito	[L <sup>3</sup> ]
V <sub>1a</sub> - volume do leito anterior à compactação	[L <sup>3</sup> ]
V <sub>1c</sub> - volume do leito após compactação	[L <sup>3</sup> ]
V <sub>p</sub> - volume de poros no leito	[L <sup>3</sup> ]
V <sub>p°</sub> - volume de poros no leito aerado	[L <sup>3</sup> ]
V <sub>s</sub> - volume total de sólido desprezando espaços vazios	[L <sup>3</sup> ]
V <sub>t</sub> - volume total do leito compactado	[L <sup>3</sup> ]
x <sub>i</sub> - fração de partículas retidas na peneira i	-
z - distância entre partículas	[L]

$\xi$ - graus de avanço de compactação	-
$\xi_{\text{máx}}$ - graus de avanço de compactação máximo	-
$\varepsilon$ - porosidade do leito aerado	-
$\mu$ - coeficiente de atrito	-
$\rho_{\text{ar}}$ - massa específica do ar	$[\text{ML}^{-3}]$
$\rho_{\text{ba}}$ - massa específica do leito aerado	$[\text{ML}^{-3}]$
$\rho_{\text{bc}}$ - massa específica do leito compactado	$[\text{ML}^{-3}]$
$\rho_{\text{r}}$ - massa específica do sólido	$[\text{ML}^{-3}]$
$\sigma$ - tensão normal	$[\text{ML}^{-1}\text{T}^{-2}]$
$\sigma_1$ - tensão principal de consolidação	$[\text{ML}^{-1}\text{T}^{-2}]$
$\sigma_c$ - tensão não confinada de deslizamento	$[\text{ML}^{-1}\text{T}^{-2}]$
$\tau$ - tensão de cisalhamento	$[\text{ML}^{-1}\text{T}^{-2}]$

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

BFE - energia básica de fluxo

CCI - índice de compressibilidade de Carr

CI - índice de compressibilidade

ERM - erro relativo médio

FRI - índice de fluxo variável

GS - açúcar tipo cristal

HR - índice de Hausner

IS - açúcar tipo confeitiro

RS - açúcar tipo refinado

SI - índice de estabilidade

SQR - soma dos quadrados dos resíduos

VHP - “*very high polarization*”

VS - açúcar tipo VHP

## Sumário

1. INTRODUÇÃO .....	19
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	22
2.1. Estudos de escoabilidade de sólidos particulados .....	22
2.2. Açúcar: Processo de fabricação e composição .....	25
2.3. Escoamento de sólidos particulados .....	26
2.4. Propriedades da partícula e de leitos particulados.....	28
2.4.1. Massa específica (ou real) de uma partícula.....	29
2.4.2. Densidade <i>bulk</i> e porosidade do leito solto .....	29
2.4.3. Umidade dos materiais .....	31
2.4.4. Distribuição granulométrica e formato de partículas .....	33
2.4.5. Rugosidade de superfície.....	35
2.5. Forças em sólidos particulados.....	38
2.5.1. Forças de van der Waals.....	39
2.5.2. Forças eletrostáticas .....	39
2.5.3. Pontes Líquidas.....	40
2.6. Parâmetros indicativos de escoabilidade .....	40
2.6.1. Fluxo de funil x fluxo mássico.....	41
2.6.2. Índice de Hausner.....	42
2.6.3. Ângulo de repouso .....	43
2.6.3.1. Ângulo de repouso estático .....	43
2.6.3.2. Ângulo de repouso dinâmico.....	45
2.6.4. Reômetro de pós.....	46
2.6.4.1. Função fluxo.....	46
2.6.4.2. Índice de estabilidade e fluxo variável.....	48
2.6.4.3. Índice de compressibilidade .....	51
3. MATERIAIS E MÉTODOS .....	54



3.1. Materiais.....	54
3.1.1. Açúcar “ <i>very high polarization</i> ” (VHP).....	54
3.1.2. Açúcar cristal comercial .....	54
3.1.3. Açúcar refinado.....	54
3.1.4. Açúcar confeitiro .....	55
3.2. Caracterização dos materiais .....	56
3.2.1. Distribuição granulométrica .....	56
3.2.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	57
3.2.3. Massa específica real.....	57
3.2.4. Densidade <i>bulk</i> aerada e compactada e porosidade do leito solto .....	57
3.2.5. Conteúdo de umidade .....	58
3.3. Propriedades de Fluxo .....	59
3.3.1. Índice de Hausner.....	59
3.3.2. Ângulo de Repouso .....	59
3.3.2.1. Ângulo de repouso estático .....	59
3.3.2.2. Ângulo de repouso dinâmico.....	60
3.3.3. Reômetro de pós FT4 .....	61
3.3.3.1. Função Fluxo .....	64
3.3.3.2. Índice de estabilidade e fluxo variável.....	66
3.3.3.3. Índice de compressibilidade .....	67
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	68
4.1. Caracterização físico-química dos açúcares comerciais .....	68
4.1.1. Distribuição granulométrica .....	68
4.1.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	71
4.1.3. Conteúdo de umidade .....	74
4.1.4. Massa específica real.....	75
4.1.5. Porosidade do leito solto .....	76

4.1.6. Densidade <i>bulk</i> aerada e compactada.....	77
4.1.6.1. Modelo de compactação proposto por Mallol <i>et al.</i> (2008).....	80
4.2. Propriedades de Fluxo de açúcares comerciais .....	84
4.2.1. Índice de Hausner.....	84
4.2.2. Ângulo de Repouso .....	85
4.2.2.1. Ângulo de repouso estático .....	85
4.2.2.2. Ângulo de repouso dinâmico.....	87
4.2.3. Função Fluxo .....	92
4.2.4. Índice de estabilidade e fluxo variável.....	95
4.2.5. Índice de compressibilidade .....	99
5. SÍNTESE DOS RESULTADOS .....	103
6. CONCLUSÕES FINAIS.....	106
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	108
8. REFERÊNCIAS .....	109
APÊNDICE A.....	114

## 1. INTRODUÇÃO

Indústrias de diversos setores como alimentício, metalúrgico e farmacêutico utilizam sólidos particulados em determinadas etapas de processamento. Alguns problemas recorrentes no processamento desses materiais estão relacionados ao escoamento em uma dada operação unitária, sendo de extrema importância o estudo de seu comportamento para o correto manuseio e seleção de equipamentos adequados.

Embora exista uma grande demanda e aplicação dos alimentos em pó, poucos estudos têm dado atenção a esses processos (CUQ; RONDET; ABECASSIS, 2011). Torna-se necessário reverter este cenário, levando em consideração a alta demanda de alguns destes produtos, principalmente aqueles que são utilizados como matéria prima ou que possuem determinado valor agregado ao final de um processo.

Normalmente, escoabilidade é um conceito aplicado para materiais fluidos. No caso de materiais particulados, é geralmente aplicado às operações como descarga gravitacional na saída de silos ou transporte em equipamentos de processo. A fim de compreender melhor os mecanismos envolvidos durante essas etapas, estuda-se a escoabilidade de um material particulado, que traduz a deformação sofrida pelo material quando atua sobre ele uma tensão cisalhante, ou seja, a atuação de forças externas (tensões aplicadas ou forças gravitacionais) ou mesmo pressões desenvolvidas no interior do próprio meio particulado que se sobrepõem às forças de resistência. Na análise da escoabilidade é imprescindível, portanto, entender como surgem tais forças de resistência à deformação do material. No caso dos sólidos, forças de coesão e de atração entre partículas, além das forças de interação com a parede do recipiente onde o material se encontra são as mais comuns (JULIANO; BARBOSA-CÁNOVAS, 2010). No entanto, a previsão matemática destas forças, com base em modelos físicos, é uma tarefa difícil, considerando que cada sistema apresenta características específicas e intrínsecas às partículas que constituem o sistema como: distribuição granulométrica, formato e rugosidades de superfície. O que se faz então é analisar cada sistema individualmente obtendo dados de caracterização que associados à parâmetros de fluxo, permitem prever como um determinado material particulado se comportará em uma dada condição de processo.

A aproximação das partículas induz à criação de forças de atração do tipo van der Waals e forças eletrostáticas, enquanto que forças de capilaridade são induzidas pela presença da água no meio (CASTELLANOS, 2005). Pode-se ainda citar outro fator

que dificulta o equacionamento do problema, que é a força exercida pela parede do recipiente onde as partículas se encontram e que depende da geometria do equipamento e das propriedades do material utilizado para sua fabricação.

As propriedades de fluxo são geralmente abordadas de forma empírica, a partir de métodos clássicos como: índice de Hausner (*'Hausner ratio'*) obtido a partir das densidades *bulk* aerada e compactada do material; ângulo de repouso estático (*'static angle of repose'*) ou ângulo de repouso dinâmico (*'angle of sliding'*). A fim de testar comportamento de um sólido particulado sob diferentes níveis de consolidação, Jenike (1964) desenvolveu um equipamento intitulado 'célula de Jenike' que permite estimar o cisalhamento em função da tensão normal aplicada. Assim, surgiu o conceito de "Funções de fluxo de Jenike", que fornece uma avaliação mais detalhada das propriedades de fluxo. A partir da teoria de Jenike, outros autores aprimoraram os estudos e desenvolveram novos equipamentos (Brookfield, Schulze, Freeman, etc.).

No presente estudo, optou-se por estudar a escoabilidade de diferentes tipos de açúcar por representar uma matéria prima de interesse econômico no Brasil e devido às diferentes características que estes produtos podem apresentar dependendo do tipo de processamento.

O Brasil é considerado uma referência na produção de açúcar de cana, sendo responsável por mais da metade de todo açúcar comercializado no mundo (MAPA, 2016). De acordo com a associação das indústrias sucroalcooleiras - UNICA (2016), 68,16% da produção total de açúcar foi destinada à exportação na safra de 2014/2015, o que representou um total de 24.244.247 toneladas de produto.

Dependendo da aplicação final, o açúcar é comercializado de várias formas, como: açúcar bruto (ou demerara), açúcar tipo exportação (ou VHP), açúcar refinado, açúcar cristal, açúcar confeito, açúcar impalpável, açúcar orgânico, entre outros. Os tipos classificados como "não refinados" são geralmente obtidos após a cristalização e secagem. Já os tipos "refinados", possuem em geral granulometria mais fina e mais dispersa, pois após as etapas de cristalização e secagem, o refino é feito em moinhos (JEGATHEESAN *et al.*, 2012). Por esse motivo, a distribuição de tamanho e formato de partículas pode ser significativamente diferente para cada tipo de açúcar e cada conjunto de características pode afetar a escoabilidade de maneira específica.

O presente trabalho teve como principal objetivo, o estudo da escoabilidade dos seguintes açúcares: o açúcar de confeito "glaçúcar" da União®

(*icing sugar* - IS), o cristal da marca Colombo® (*granulated sugar* - GS), o refinado da União® (*refined sugar* - RS) e o açúcar tipo exportação, também conhecido como ‘*very high polarization*’ (VHP) da usina São Martinho® (*VHP sugar* - VS). Primeiramente realizaram-se as caracterizações dos diferentes tipos de açúcar em análises de umidade e determinação do estágio de saturação da água, massa específica real, densidades *bulk* aerada e compactada, porosidade do leito solto e morfologia através do formato de partícula. Em seguida, análises de fluxo foram realizadas por métodos clássicos e dinâmicos. Os métodos clássicos testados foram: índice de Hausner e ângulos de repouso estáticos e dinâmicos. Já os métodos dinâmicos incluíram testes em reômetro de sólidos FT4 da Freeman Technology: índice de estabilidade e fluxo variável, índice de compressibilidade e testes de cisalhamento em diferentes níveis de consolidação.

## **2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

Será apresentada neste capítulo, uma síntese bibliográfica contendo os tópicos considerados de maior relevância para melhor compreensão do trabalho proposto.

### **2.1. Estudos de escoabilidade de sólidos particulados**

Dada a ampla abordagem de materiais particulados em diversos ramos industriais, muitos trabalhos têm se dedicado ao estudo da escoabilidade destes sólidos, como forma de contribuir com o melhor entendimento em como esses materiais se comportam em condições de transporte e armazenagem. Uma síntese é apresentada na Tabela 2.1.

Tabela 2.1. - Alguns estudos sobre parâmetros de escoabilidade de sólidos particulados e suas respectivas contribuições.

<b>Autores</b>	<b>Materiais ou Métodos</b>	<b>Contribuições</b>
<b>(DITTMAR; BROTHERS, 1935)</b>	Açúcar cristal e misturas com açúcar invertido	Isotermas de açúcar. 20% de açúcar invertido aumenta capacidade de absorção de água. Pontes líquidas intensificam.
<b>(GREY; BEDDOW, 1969)</b>	Pó de cobre	HR e taxa de escoamento são medidas inversamente proporcionais enquanto HR e AR dinâmico, diretamente proporcionais.
<b>(DUFFY; PURI, 1996)</b>	Açúcar confeiteiro	Coesão aumenta até 8x com aumento de 3% na umidade, através de testes em célula de Jenike.
<b>(TEUNOU; FITZPATRICK, 2000)</b>	Farinha de trigo	Estudo de funções fluxo temporais. Material sensível à consolidação ao longo do tempo.
<b>(ROGÉ; MATHLOUTHI, 2003)</b>	Açúcar cristal	Adição de finos ( $dp < 500 \mu\text{m}$ ) facilitou a formação de aglomerados.

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Tabela 2.1. (cont.) - Alguns estudos envolvendo sólidos particulados e suas respectivas contribuições na área de pesquisa.

Autores	Materiais ou Métodos	Contribuições
(CHITPRASERT; CHEDCHANT, 2006)	Açúcar bruto (VHP)	Determinação de condições ideais de estocagem para esse tipo de açúcar, na $T=30^{\circ}\text{C}$ : $dp > 425 \mu\text{m}$ e $\text{RH} < 67,89\%$ .
(SCICOLONE <i>et al.</i> , 2015)	Esferas de vidro	Testes em reômetro FT4 indicaram mudanças nas propriedades de fluxo de acordo com tamanho de partícula e adição de água no sistema. Umidade elevada inicial diminui a porosidade no leito e dificulta o fluxo das esferas.
(ABBASFARD; EVANS; MORENO-ATANASIO, 2016)	Simulações. “ <i>Discrete Element Method</i> ” (DEM)	Descrevem a importância da distância limite entre duas partículas na contabilização das forças interparticulares em sólido <i>bulk</i> através de análises de simulação de escoamento.

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

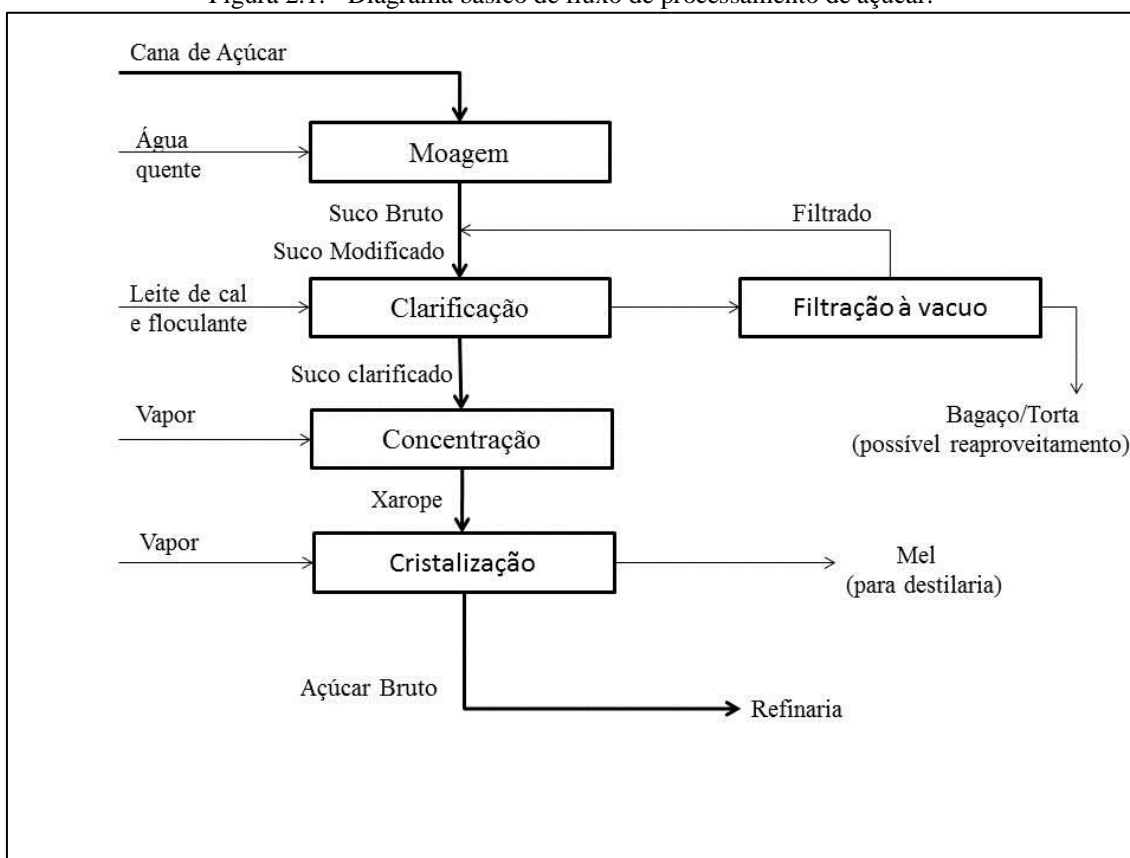


## 2.2. Açúcar: Processo de fabricação e composição

O açúcar é comumente utilizado por indústrias do setor alimentício como matéria prima básica de bebidas, produtos de panificação, confeitos, *snacks*, etc. Após processado, o açúcar pode ser comercializado ou submetido a mais etapas de processamento, dependendo das características e finalidade do produto que se deseja obter.

Um fluxograma básico de produção de açúcar bruto pode ser visto na Figura 2.1.

Figura 2.1. - Diagrama básico de fluxo de processamento de açúcar.



Fonte: Adaptado de Jegatheesan *et al.* (2012).

Diferentes tipos de açúcares comerciais como refinado (muito utilizado como adoçante de mesa pelos brasileiros), cristal, mascavo, confeito, impalpável, entre outros, são processados de acordo com sua finalidade. Sabe-se que o mascavo, por exemplo, possui maior quantidade de minerais, pois é submetido a menor número de etapas de processamento. O confeito, por outro lado, a fim de garantir a coloração mais branca e granulometria fina, passa por mais uma etapa de branqueamento com compostos químicos e moagem. Devido a este último, as características morfológicas desse tipo podem ser bem irregulares, assim como ocorre para o açúcar refinado que

passa por etapas de processamento semelhantes. Já o açúcar cristal é obtido por meio de cristalização controlada do caldo de cana tratado e, em geral, são cristais finos regulares, com alto brilho e pureza de 99,5%, sendo o açúcar mais utilizado para produção de bebidas carbonatadas, licores, sucos, sorvetes e doces em geral (CRUZ; SARTI, 2011). Na Tabela 2.2. é apresentada a composição dos açúcares cristal, refinado e mascavo.

Tabela 2.2. - Composição centesimal de diferentes tipos de açúcar.

<b>Açúcar (tipo)</b>	<b>Umidade (%)</b>	<b>Energia (kcal)</b>	<b>Proteína (g)</b>	<b>Carboidrato (g)</b>	<b>Cálcio (mg)</b>	<b>Magnésio (mg)</b>	<b>Ferro (mg)</b>
<b>Cristal</b>	0,1	387	0,3	99,6	8	1	0,2
<b>Mascavo</b>	3,3	369	0,8	94,5	127	80	8,3
<b>Refinado</b>	0,1	387	0,3	99,5	4	1	0,1

Fonte: Adaptado de Taco (2011).

Tabela 2.2. (cont.) - Composição centesimal de diferentes tipos de açúcar.

<b>Açúcar (tipo)</b>	<b>Potássio (mg)</b>	<b>Lipídeos (mg)</b>	<b>Manganês (mg)</b>	<b>Fósforo (mg)</b>	<b>Sódio (mg)</b>	<b>Cobre (mg)</b>	<b>Zinco (mg)</b>	<b>Riboflavina (mg)</b>
<b>Cristal</b>	3	-	-	-	-	-	-	-
<b>Mascavo</b>	522	0,1	2,03	38	25	0,17	0,5	0,03
<b>Refinado</b>	6	-	-	-	12	-	-	-

Fonte: Adaptado de Taco (2011).

### 2.3. Escoamento de sólidos particulados

Existe nas indústrias de alimentos, química e farmacêutica, uma extensa aplicação de materiais na forma de sólidos granulares e pós, que são tanto utilizados como matéria prima ou produzidos a partir de processos de moagem, cristalização, secagem e granulação, entre outros. Tanto os materiais pulverulentos quanto os grãos são comumente chamados de “sólidos *bulk*”. Esses materiais possuem características intrínsecas às partículas que podem influenciar as operações unitárias durante seu manuseio. Por exemplo, pode-se questionar se seria mais fácil transportar pó de café da sua última etapa de produção até sua embalagem final ou transportar os grãos de café da fazenda até a fábrica. Sem dúvida, por intuição, infere-se que são os grãos. Os próximos tópicos têm por objetivo exemplificar porque isso acontece.

De maneira geral, o escoamento de um sólido *bulk* se deve ao movimento da partícula sobre outras partículas que a rodeiam ou ao longo da parede do material que o contém. Neste contexto, as forças presentes durante o escoamento são forças gravitacionais, forças de atrito entre as partículas, forças de atração interparticulares

(também chamadas forças de coesão) ou forças de adesão (entre a partícula e o material da parede do recipiente). A contabilização de todas as forças presentes em um sistema irá definir se o material escoar com facilidade, dificuldade, ou se não escoar. Quando não há aplicação de nenhuma força externa ao movimento que não seja a força gravitacional, todas as outras forças citadas são consideradas “forças de resistência ao escoamento”. Diz-se que o material escoar quando adquire movimento, ou seja, quando sobressai no sistema, uma força cisalhante mínima (ou força de ruptura) sobre todas as forças de resistência impostas no mesmo.

Sobre os estudos de fluxo (ou escoamento) de particulados destacamos, no início do século 20, a introdução das teorias de mecânica dos solos (particulados geralmente úmidos e compactos), que ganhou interesse devido à incidentes como deslizamentos de terra e falhas estruturais de construções civis (VERRUIJT, 2012).

Muitos são os sólidos *bulk* empregados industrialmente, e ainda assim, há muito pouco conhecimento sobre o manuseio desses materiais quando comparado à líquidos ou sólidos não particulados. Em um sólido *bulk*, coexistem as 3 fases:

- Uma matriz sólida formada pelas partículas do sistema;
- Gás, que ocupa os interstícios, e
- Água proveniente da umidade do ambiente que circunda o sistema ou é adquirida durante o processo.

Com todas estas fases em um único sistema, fica difícil prever o comportamento de um sólido *bulk*, pois não se sabe exatamente como elas vão interagir entre si. Assim, é importante que existam estudos que abordem diferentes materiais e condições de processamento, a fim de que se amplie os conhecimentos visando melhorar as diversas aplicações existentes. Primeiramente, torna-se necessário conhecer todas as características físicas e morfológicas inerentes à partícula (granulometria, formato, umidade, rigidez, etc.) e então submetê-las a testes variados para determinação de parâmetros que auxiliam na classificação da sua fluidez. Essa tarefa é ainda mais desafiadora quando os pós são alimentos, pois além de assegurar o fluxo livre, é necessário garantir a integridade das partículas (dependendo de sua aplicação final) e principalmente, a sua segurança microbiológica ou seja, garantir que o produto final é apropriado para consumo e não oferece riscos à saúde humana. Pode-se dizer que os parâmetros de escoamento, assim como alguns outros parâmetros importantes avaliados em alimentos, é um critério de avaliação de qualidade.

Pode-se afirmar assim que os pós alimentícios são os menos previsíveis em termos de escoabilidade, devido ao grande número de fatores que podem mudar significativamente reologia do escoamento (Tabela 2.3.).

Tabela 2.3. - Algumas propriedades do pó e fatores externos que podem contribuir para mudanças no comportamento do material durante seu escoamento.

<b>Propriedades do pó</b>	<b>Propriedades externas</b>
Distribuição do tamanho de partículas	Temperatura Umidade relativa do ar Agentes “ <i>anticaking</i> ” (ou antiaglomerantes) Taxa de alimentação Dimensões e “ <i>design</i> ” de silos
Densidade <i>bulk</i>	
Homogeneidade	
Superfície de atrito	
Compressibilidade	
Coesividade	
Coefficiente de atrito com a parede do silo	
Propriedades Elétricas	

Fonte: Adaptado de Juliano e Barbosa-Cánovas (2010).

A fim de responder com segurança a pergunta sobre o escoamento de grãos de café contra o pó de café, precisaremos responder à várias perguntas, como: Qual a composição química dos materiais? Quais as propriedades físicas das partículas? E dos recipientes que os acondicionam? À quais condições ambientes são submetidas durante seu transporte? Como é seu armazenamento? Infelizmente, muitas são as indústrias que ignoram essa interpretação minuciosa do escoamento de partículas e acatam o critério de intuição, levando à problemas graves e resultando em grande prejuízo para seus colaboradores. Nos próximos tópicos deste trabalho será feita uma revisão do conteúdo existente na literatura sobre as propriedades dos materiais e determinação de parâmetros de escoamento.

#### **2.4. Propriedades da partícula e de leitos particulados**

As partículas que constituem um sólido *bulk* têm propriedades distintas quando analisadas isoladamente (uma partícula) e o sistema como um todo. Nos trabalhos envolvendo materiais particulados, é mais pertinente utilizar sempre as representações do sistema (ou leito de partículas) do que apenas uma partícula, dado que é quase impossível lidarmos com um sistema que seja completamente homogêneo. A

seguir é apresentada uma introdução sobre as propriedades que podem influenciar no escoamento de materiais particulados em geral.

#### 2.4.1. Massa específica (ou real) de uma partícula

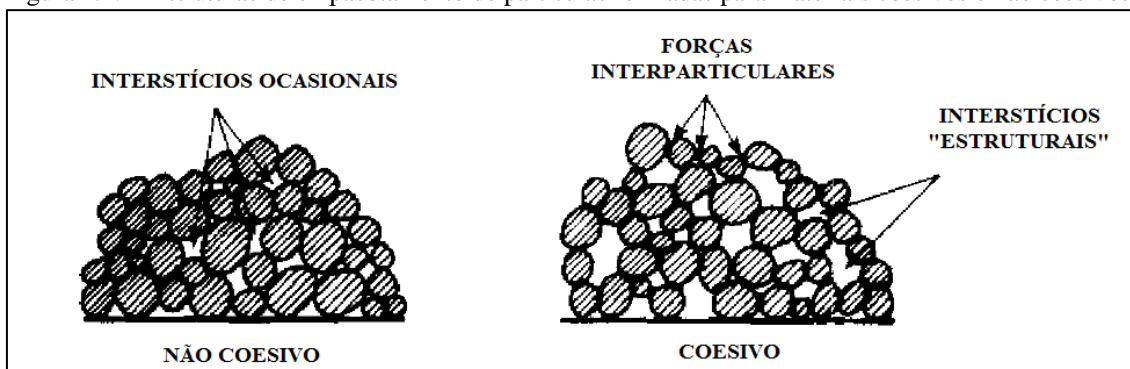
A massa específica de uma partícula é definida como aquela onde somente considera-se a massa e o volume ocupado pela matriz sólida do material, desprezando-se o volume de vazios.

#### 2.4.2. Densidade *bulk* e porosidade do leito solto

A medida de densidade de um material é determinada pela quantidade de massa que ocupa um determinado espaço. Enquanto essa característica é propriedade intrínseca da partícula (quando mencionada a densidade real), a densidade *bulk* é um termo utilizado para representar a densidade de um conjunto de partículas. Isso porque, em um conjunto de partículas, o volume ocupado por uma determinada massa irá depender da maneira como as partículas se acomodam e isso estará relacionado com a condição na qual o leito foi formado (vibrações, segregação, etc.), ao atrito entre as partículas (que permitem o deslizamento de umas sobre as outras), às forças internas de coesão (que permitem inferir sobre a tendência na formação de aglomerados), o formato das partículas e outros fatores (PELEG, 1977).

Pensando em materiais particulados “secos”, é possível inferir sobre a acomodação das partículas e sua coesividade. Em geral, diz-se que uma determinada estrutura é suportada pelas forças interparticulares (van der Waals, pontes líquidas, atrito) presentes no leito, quando o material é coesivo, conforme ilustrado na Figura 2.2.

Figura 2.2. - Estruturas de empacotamento de partículas formadas para materiais coesivos e não coesivos.



Fonte: Adaptado de Peleg (1977).

Scicolone *et al.* (2015) estudaram o comportamento de esferas de vidro em vários tamanhos (5 - 275  $\mu\text{m}$ ) e diversas umidades. As partículas eram padronizadas

e mais de 90% do total de amostra se encontrava na granulometria estabelecida e formato esférico. A quantidade de água foi definida em 5%, 15% e 20% nas amostras. Notou-se que o aumento na quantidade de água aumentava a densidade *bulk* dos sólidos uma vez que se intensificavam as forças de coesão devido a presença de pontes líquidas e diminuía a porosidade desses materiais.

A seguir são apresentadas as Equações para o cálculo das densidades *bulk* aerada (2.1) e compactada (2.2).

$$\rho_{ba} = \frac{m_l}{V_{la}} \quad 2.1$$

$$\rho_{bc} = \frac{m_l}{V_{lc}} \quad 2.2$$

onde,

$m_l$  é a massa do leito de açúcar

$V_{la}$  é o volume do leito aerado

$V_{lc}$  é o volume do leito compactado

A porosidade do leito solto (ou porosidade aerada) é o volume de espaços vazios presente em um sistema particulado não consolidado. O tamanho das partículas presentes no leito (partículas pequenas intensificam as forças de coesão), bem como a forma como as partículas se acomodam no leito dará origem a poros de maior ou menor volume.

O fluxo de um sólido particulado dependerá do seu grau de consolidação (JULIANO; BARBOSA-CÁNOVAS, 2010). Em geral, espera-se que quanto maior a porosidade do leito, maior será a compressibilidade do material. Condotta e Machado (2014) estudaram a escoabilidade de pós de alumina e constataram que não somente a porosidade, mas a distribuição granulométrica também é responsável por um material ser mais ou menos compressível. Isso ocorre, pois quanto maior a quantidade de partículas pequenas, maior a possibilidade de que estas ocupem os espaços vazios. Dessa forma, através da porosidade do material e de outras propriedades físicas das partículas, é possível inferir sobre a cinética de compactação. Malloí *et al.* (2008) estudaram a cinética de eliminação de poros em leito de partículas de quartzo, através

de compactação por vibrações consecutivas (“*tapping*”). Esses autores mostraram que dependendo da distribuição granulométrica e formato das partículas, os poros são eliminados de maneiras diferentes, com eliminação de poros maiores em um primeiro momento, seguida pela eliminação dos poros menores. Zou e Yu (1996) conduziram experimentos para investigar a influência do formato das partículas no processo de compactação, chegando a conclusão de que partículas com maior esfericidade possuem melhor fluidez, ou seja, menor índice de Hausner e portanto, menor o volume de amostra compactada. Os mesmos autores também concluíram que a porosidade inicial do leito depende do formato da partícula e da maneira como o material é despejado no recipiente (com ou sem vibração, altura de despejamento, entre outros fatores).

Em relação à permeabilidade de um leito de sólidos particulados, estima-se que quanto maior a porosidade do leito (definida pela Equação 2.3), mais facilmente o gás/ar percola o material. Trazendo a ideia para o âmbito do escoamento de partículas, diz-se que, quanto maior a porosidade, menos consolidado está o material, portanto menor será a tensão cisalhante necessária para que o movimento de escoamento se inicie.

$$\varepsilon = 1 - \frac{\rho_{ba}}{\rho_r} \quad 2.3$$

onde,

$\varepsilon$  é a porosidade do leito de partículas (ou volume de “vazios”),

$\rho_{ba}$  é a massa específica do leito antes da compactação, e

$\rho_r$  é a densidade da partícula obtida por picnometria gasosa.

### 2.4.3. Umidade dos materiais

A umidade pode ser calculada a partir da Equação 2.4.

$$u. b. u. (\%) = \frac{N \times 100}{P} \quad 2.4$$

onde,

$N$  é a massa de água perdida durante a secagem, e

$P$  é a massa total da amostra úmida.

A umidade exerce grande influência no escoamento por favorecer a formação de pontes líquidas, forças de grande intensidade que aumentam a coesividade do material. A presença de água não implica necessariamente na presença de tais forças,

pois é necessário que esta esteja em um estágio de saturação mínimo capaz de unir duas ou mais partículas por filmes líquidos que são formados em sua superfície. O grau de saturação pode ser calculado pela Equação 2.5.

$$S (\%) = \frac{V_{\text{água}}}{V_t - V_s} \times 100 \quad 2.5$$

onde,

$V_{\text{água}}$  representa o volume de água no leito particulado;

$V_t$  é o volume total do leito em seu estado compactado (desconsiderando o volume de vazios e o conteúdo de água que porventura esteja presente), e

$V_s$  é o volume real ocupado pela matriz sólida, de acordo com a densidade real calculada por picnometria gasosa.

Os 4 estágios (também conhecidos como estágios de “*caking*”) são descritos a seguir (ROGÉ; MATHLOUTHI, 2003):

- A. Pendular: O pó ainda é considerado de escoamento livre e não há, portanto, interferência de pontes líquidas;
- B. Funicular: São estabelecidos contatos permanentes entre as partículas;
- C. Capilar: O conteúdo de água é alto o suficiente para formação de pontes líquidas, e
- D. “Gota”: É observada a dissolução das partículas.

Para que ocorra transição entre os estágios, variações no meio que circunda a amostra e também as próprias características físico-químicas do material devem ser investigadas. O desenvolvimento da tensão superficial existente no sólido *bulk* é definido de acordo com a intensidade das pontes líquidas, e uma classificação para o estágio de saturação da água é dado de acordo com a Tabela 2.4.



Tabela 2.4. - Classificação da água em um sistema particulado de acordo com seu estágio de saturação.

Saturação da água (S)	Estágio de saturação da água no meio particulado
< 25%	Pendular (A)
25% < S < 80%	Funicular (B)
80% < S < 90%	Capilar (C)
> 90%	“Gota” (D)

Fonte: Adaptado de Althaus e Windhab (2012).

Há ainda uma condição chamada de “cimentação”, que ocorre após os estágios B ou C ou D. O pó não absorve mais água do ambiente e o filme que está formado permanece unindo as partículas e dá origem a um novo aglomerado. Quando um sólido *bulk* experimenta diferentes condições ambientes, por exemplo, este pode ter sua distribuição granulométrica alterada devido à formação de aglomerados, com novas características morfológicas, o que implica em nova condição que deve ser conhecida a fim de que se possa prever sua escoabilidade. Esse é um dos motivos pelos quais o estudo do fluxo de materiais particulados é tão específico para cada material em estudo e ainda está sujeito à variações dependendo das condições do teste.

#### 2.4.4. Distribuição granulométrica e formato de partículas

Um dos grandes desafios no estudo da escoabilidade de pós consiste no fato de cada material apresentar um conjunto de partículas com ampla distribuição granulométrica e formatos de partícula irregulares.

Uma classificação é apresentada para os tipos de sólido de acordo com o tamanho de partículas no Quadro 2.1.:

Quadro 2.1. - Classificação de sólidos particulados de acordo com o tamanho de partículas.

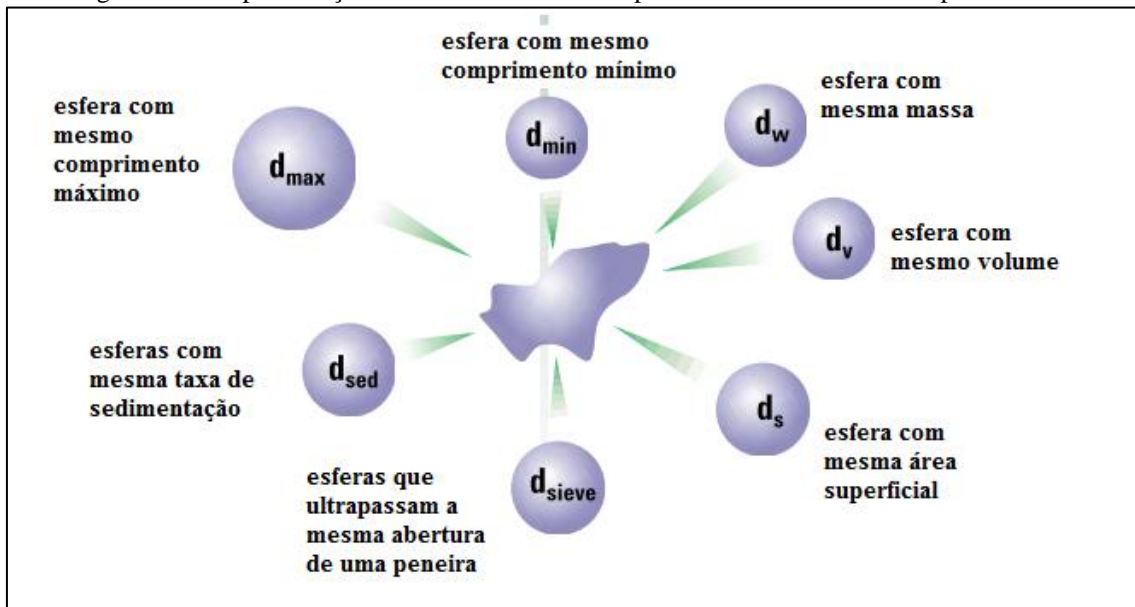
<b>Classificação dos sólidos</b>	<b>Faixa de tamanho</b>
Sólido grosseiro ( <i>coarse</i> )	5 – 100 mm
Sólido granular	0,3 – 5 mm
Pó grosseiro	100 – 300 $\mu\text{m}$
Pó fino	10 – 100 $\mu\text{m}$
Pó superfino	1 – 10 $\mu\text{m}$
Pó ultrafino	< 1 $\mu\text{m}$

Fonte: Adaptado de Woodcock e Mason (1987).

Alguns autores chamam de “finos” todas as partículas em uma faixa granulométrica inferior à 500  $\mu\text{m}$  (CHITPRASERT; CHEDCHANT, 2006; ROGÉ; MATHLOUTHI, 2003). Infere-se assim que cada trabalho definirá a melhor forma de classificar uma determinada faixa granulométrica de acordo com o material em estudo. Como exemplo, Pohlman, Roberts e Gonser (2012) estudaram a influência de partículas muito finas em pó de titânio e relacionaram as forças coesivas às partículas presentes no material que eram menores que 45  $\mu\text{m}$ , representando aproximadamente 20% da amostra.

Como nem todos os sistemas particulados são compostos por esferas perfeitas, uma representação do tamanho médio deve ser adotada. Dependendo da metodologia, são obtidos diâmetros diferentes. A Figura 2.3. mostra os diâmetros mais comuns utilizados nos estudos de partículas sólidas.

Figura 2.3. - Representações de diâmetros médios representativos de um sistema particulado.



Fonte: Adaptado de Rawle *et al.* (2003).

Em processos onde a área superficial disponível para que ocorram fenômenos de transferência é importante, o diâmetro de Sauter (TANNOUS *et al.*, 1998) é o mais utilizado, e sua definição é dada pela Equação 2.6.

$$D_s = \frac{1}{\sum_{i=1}^n \frac{x_i}{D_i}} \quad 2.6$$

onde,

$x_i$  é a fração mássica retida na peneira  $i$  e

$D_i$  é o diâmetro médio das partículas retidas na peneira  $i$ .

É importante citar que alguns equipamentos inferem sobre os diâmetros médios das partículas com base nas suas concentrações, medidas por um sistema diferente do peneiramento (difração à laser, por exemplo) e assim adotam outras definições para o cálculo do diâmetro médio. Outro diâmetro bastante utilizado é o diâmetro DeBrouke (ou  $D[4,3]$ ) que também é conhecido como diâmetro volumétrico, por considerar o volume da partícula para inferir sobre seu diâmetro.

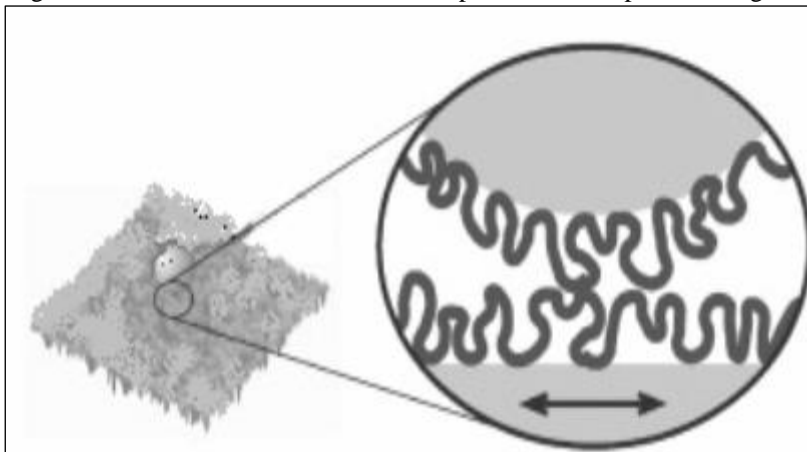
#### 2.4.5. Rugosidade de superfície

Características associadas à superfície das partículas podem exercer influência direta no escoamento de um conjunto de partículas. Isso ocorre principalmente devido às forças de atrito que terão diferentes intensidades de acordo

com a quantidade de irregularidades presentes na superfície. A área de contato entre as partículas pode variar de acordo com as rugosidades e também com o formato das partículas, e com isso, o módulo da tensão de cisalhamento necessária para separar as partículas dependerá das forças de coesão estabelecidas nessas áreas de contato.

Contabilizar todas as forças envolvidas, em todas as áreas de contato, é um dos grandes problemas na área de escoamento de sólidos (Figura 2.4). Simulações permitem prever o comportamento de um sólido *bulk*, mas envolvem equacionamentos e métodos numéricos complexos. Faustino (2010) estudou forças de adesão em meio particulado e concluiu que, quanto maior for o pico da rugosidade, menores as regiões de contato entre as superfícies e, portanto, elas ficam aderidas com menor intensidade de força. No entanto, se considerado o movimento das partículas durante o escoamento (uma partícula deslizando ou “rolando” sobre a outra), fica difícil a inferência sobre a atuação das forças nessa situação. As rugosidades podem agir como pequenos “bloqueios mecânicos” que impedem o movimento (JULIANO; BARBOSA-CÁNOVAS, 2010), e a situação de maior ou menor intensidade das forças de adesão não seria pertinente neste caso.

Figura 2.4. - Pontos de contato entre duas partículas de superfície irregular.



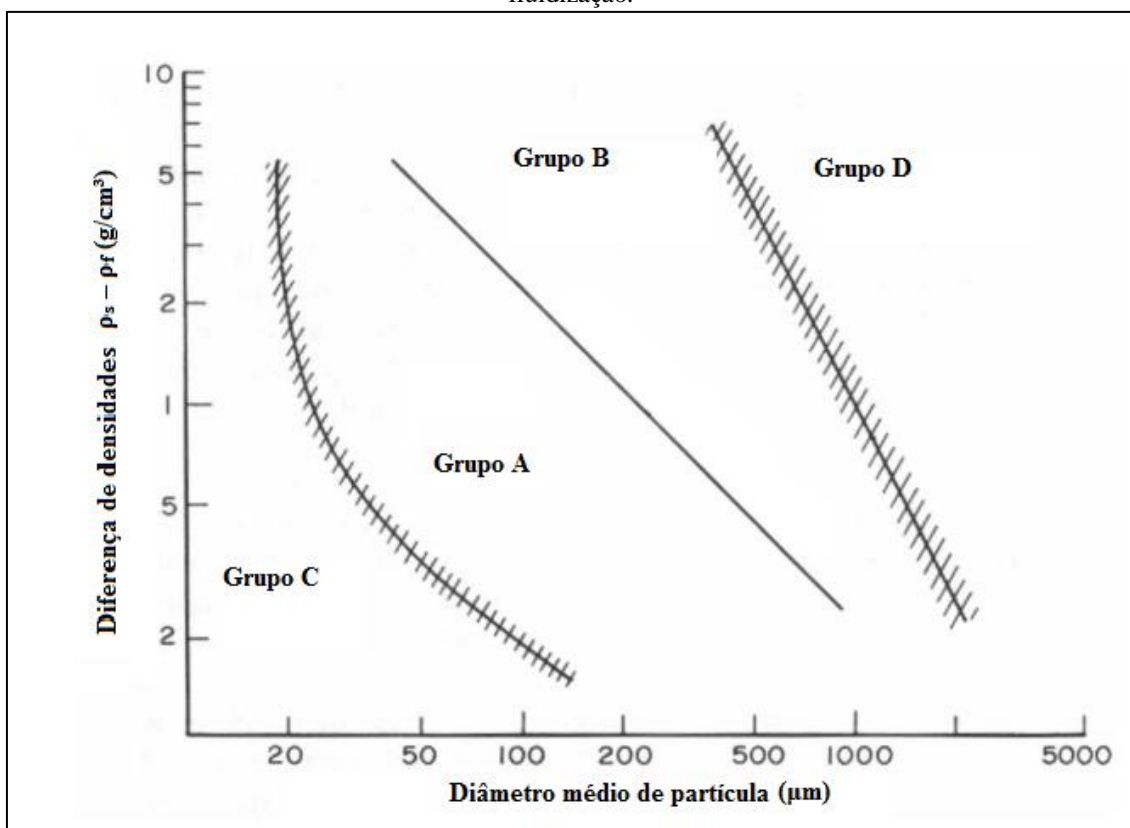
Fonte: Faustino (2010).

É importante citar também que partículas de maior esfericidade movimentam-se com maior facilidade do que objetos que possuem arestas (que é o caso dos cristais, como por exemplo o cristal de açúcar). No entanto, quando existem rugosidades na superfície desses materiais, existe então, o atrito de rolamento (FERENCE *et al.*, 1971). Ao considerar uma partícula movendo-se sobre outras, dependendo das irregularidades na superfície, a força de atrito atua contra o movimento

e pode ainda deformar o material, considerando o fato de que nenhum sólido é perfeitamente rígido, ou seja, há sempre diferentes modos de configuração entre as moléculas que o constituem. Do tópico anterior, sugere-se que tais desgastes provoquem a formação de partículas muito finas que vão posteriormente, prejudicar o escoamento do sólido particulado, uma vez que as forças coesivas se intensificam com a presença de frações sólidas de baixa granulometria.

Com base na massa específica e no tamanho das partículas, Geldart (1973) classificou o comportamento na fluidização de partículas com diferentes características e as classificou segundo o diagrama mostrado na Figura 2.5.

Figura 2.5. - Diagrama de Geldart para classificação de partículas quanto ao comportamento na fluidização.



Fonte: Adaptado de Geldart (1973) e Castellanos (2005).

No diagrama apresentado, o grupo C é caracterizado por partículas finas com alta coesividade e, portanto, de difícil fluidização. O grupo A representa partículas que tendem a exibir um regime de fluidização homogêneo (aerado). O grupo B por sua vez, são partículas mais grosseiras (100 – 500  $\mu\text{m}$  de diâmetro) e diz-se que esses materiais têm comportamento similar ao de “areia”. Finalmente, o grupo D é constituído de partículas grandes e de alta densidade, ideais para operação em leitos de jorro. Tal

classificação pode auxiliar na previsão da escoabilidade de um material particulado mesmo que de forma indireta e qualitativa.

## 2.5. Forças em sólidos particulados

As possíveis forças de superfície que podem atuar em um sistema particulado são mostradas no fluxograma da Figura 2.6.

Figura 2.6. - Forças interparticulares em meios particulados.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Além das forças de superfície, forças de campo gravitacional estarão sempre presentes. Um material sólido em repouso implica que a somatória das forças atuando sobre ele tem resultante nula. Para que ocorra o movimento, as forças de campo devem superar as forças de coesão, gerando uma força resultante não nula sobre o conjunto de partículas. As forças de superfície apresentadas na Figura 2.6 são relevantes no estudo do escoamento de particulados, e serão discutidas a seguir.

Um meio granular está sujeito à ação de forças de interação entre partículas que são chamadas forças de atração ou de coesão. São elas: forças de van der Waals, forças de atrito, forças eletrostáticas e forças capilares (ou pontes líquidas). A escoabilidade está diretamente relacionada com tais forças, e se a força peso do conjunto de partículas é muito maior que a soma de todas as forças de atração do sistema, esse escoará facilmente (CASTELLANOS, 2005). No entanto, a intensidade dessas forças dependerá das propriedades físico-químicas da estrutura sólida e do leito de partículas (distribuição granulométrica, formato, rugosidade de superfície, temperatura, conteúdo de umidade, entre outros fatores).

Nos próximos tópicos será abordada cada uma dessas forças interparticulares.

### 2.5.1. Forças de van der Waals

Forças de van der Waals estão sempre presentes e exercem um papel fundamental em todos os fenômenos que envolvem forças interparticulares (ISRAELACHVILI, 1985). A origem dessas forças está nos componentes químicos que constituem a partículas. As moléculas, constituídas de átomos, se atraem (mesmo que não estejam carregadas) através dos dipolos. Para qualquer molécula, uma posição instantânea dos átomos ao redor do núcleo origina um campo elétrico que por sua vez, polariza uma molécula que está próxima, induzindo assim um dipolo nessa molécula. Dessa maneira, os dois dipolos geram uma força de atração entre as moléculas (CASTELLANOS, 2005). Certamente, quando o conceito é ampliado a um conjunto de partículas, o entendimento é mais complexo, pois uma terceira molécula modifica o campo elétrico e o efeito que uma molécula exerce sobre a outra não é mais equivalente.

O potencial de interação Lennard-Jones originou o desenvolvimento da equação que descreve a força de van der Waals entre duas partículas esféricas, através da integração da energia potencial que descreve a atração entre as moléculas. Considerando seus raios iguais e muito maiores do que a distância entre elas tem-se a Equação 2.7. (CASTELLANOS, 2005):

$$F_{vdw} = \frac{A R}{20 z^2} \quad 2.7$$

onde,

$A$  é a constante de Hamaker (valor tabelado para as espécies químicas, mas em geral muito próximo de  $10^{-19}$  para quase todas moléculas);

$R$  é o raio das partículas, e

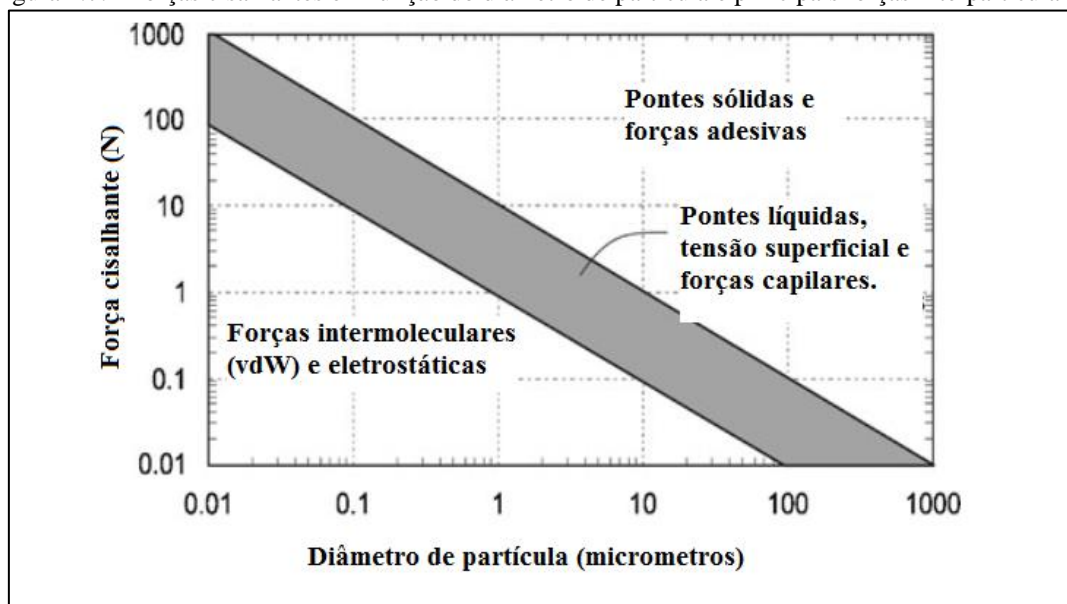
$z$  é a distância entre as partículas.

Essa equação pode adotar diferentes formas e dependerá principalmente da geometria das partículas. Várias delas estão representadas em Israelachvili (1985).

### 2.5.2. Forças eletrostáticas

Partículas podem apresentar carga devido à sua natureza química ou acumulá-la através de operações como transporte pneumático, por exemplo. Quando as partículas estão energeticamente carregadas, forças eletrostáticas atuam como forças de repulsão ou de atração no sistema (VERWIJS, 2005). Em geral partículas mais finas estão sujeitas à ação dessas forças, como mostrado na Figura 2.7.

Figura 2.7. - Forças cisalhantes em função do diâmetro de partícula e principais forças interparticulares.



Fonte: Adaptado de Juliano e Barbosa-Cánovas (2010).

Em um meio líquido, por exemplo, partículas dissolvidas estão sujeitas às Forças de van der Waals que são sempre atrativas. As forças eletrostáticas atuam nesse caso como forças de repulsão, a fim de evitar a aglomeração, impedindo que somente as forças atrativas imperem (ISRAELACHVILI, 1985).

### 2.5.3. Pontes Líquidas

Pontes líquidas (ou pontes de hidrogênio) são recorrentes em materiais particulados que possuem água constituindo o sistema. No entanto, como visto no tópico 2.4.3. é necessário que a água esteja em um estágio de saturação mínimo chamado estágio “capilar” para que tais forças exerçam influência no escoamento.

O tamanho da partícula também está associado ao tipo de força que essas apresentam. A Figura 2.7. ilustra as faixas onde predominam algumas forças interparticulares. Na mesma figura é possível notar que as pontes líquidas prevalecem na região hachurada onde, para tamanhos de partículas maiores, menor é a força cisalhante requerida, indicando que o diâmetro da partícula tem papel fundamental quando essas forças prevalecem em um sistema particulado.

### 2.6. Parâmetros indicativos de escoabilidade

Para uma melhor compreensão de como se comportam os materiais particulados em situações de escoamento, bem como a maneira como são obtidos os

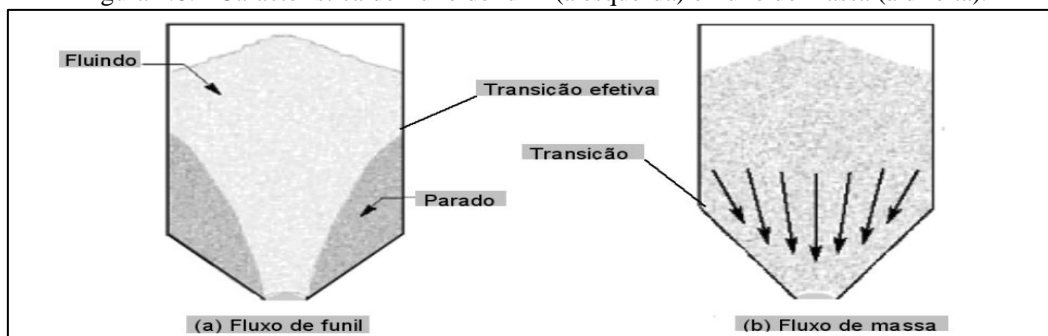


parâmetros de fluxo, esse tópico aborda os diferentes critérios adotados para avaliação da escoabilidade de pós.

### 2.6.1. Fluxo de funil x fluxo mássico

Indústrias que lidam com sólidos particulados podem encontrar problemas em situações de descarregamento de silos por gravidade. Dependendo das propriedades físicas do material particulado e também das características do recipiente (tipo de material, rugosidades, geometria), um padrão de escoamento é desenvolvido. Jenike (1964) definiu dois tipos de classificação que até hoje são adotados: o fluxo de funil e o fluxo de massa, mostrados na Figura 2.8.

Figura 2.8. - Característica de fluxo de funil (à esquerda) e fluxo de massa (à direita).



Fonte: Palma (2005).

O fluxo de massa ocorre quando o material cisalha de maneira uniforme no interior do silo, ou seja, todas as partículas se movimentam e deixam o recipiente através do orifício de saída (“*first in, first out*”). Esse tipo de fluxo quase sempre é recomendado na indústria de alimentos, pois quase não há chance de ocorrerem incrustações e comprometer a segurança do alimento, já que essas incrustações permitem o desenvolvimento de micro-organismos indesejáveis para o produto. Já o fluxo de funil recebe esse nome, pois, no interior do silo desenvolve-se um caminho preferencial, e parte do produto fica estagnado nas laterais da tremonha (“*first in, last out*”). Para se determinar o tipo de fluxo deve-se levar em consideração o tempo de armazenamento, pois as forças interparticulares podem favorecer a formação de aglomerados, de forma que as forças gravitacionais atuando no interior do silo passam a ser insuficientes para o cisalhamento do material e ele não escoar. É comum encontrar situações onde pós ficam armazenados durante alguns dias e ao “tombar” o recipiente, o material não flui e nota-se que todas as partículas se tornaram um grande aglomerado.

A fim de encontrar a melhor configuração para a situação de descarga é necessária uma boa caracterização dos materiais que constituem o meio particulado, e o material de fabricação do recipiente. Depois, testes de cisalhamento permitem a obtenção de parâmetros de fluxo importantes no cálculo do ângulo da tremonha e diâmetro de saída. Lopes Neto *et al.* (2009) estudaram propriedades de fluxo instantâneas e temporais, a fim de classificar o melhor tipo de escoamento para 4 tipos de alimentos (farinha de trigo, amido de milho, fécula de mandioca e farinha de milho) e concluíram que a inclinação mínima da tremonha para todos os pós estudados devem ter no mínimo 60° para que não haja segregação. Os mesmos autores também notaram que não há influência do tempo de consolidação (24 e 48h), sendo classificado fluxo fácil em ambas as condições, diferentemente de Teunou e Fitzpatrick (2000) onde a escoabilidade de farinha de trigo foi afetada negativamente ao longo de um período de 7 dias. Este último trabalho apenas reportou propriedades de fluxo, não realizando o dimensionamento do reservatório de descarga.

### 2.6.2. Índice de Hausner

Um dos testes clássicos usados para classificação das propriedades de escoamento de um material particulado é o índice de Hausner. É definido pela razão entre as densidades *bulk* compactada (obtida por testes de compactação por vibração) e aerada, como visto na Equação 2.8.

$$HR = \frac{\rho_{bulk\ compactada}}{\rho_{bulk\ aerada}} \quad 2.8$$

Apesar de ser considerado um método simples, existem algumas limitações como, por exemplo, o procedimento adotado pelo operador ou a formação de aglomerados durante o teste (PELEG, 1977). Por este motivo, deve-se atentar a dados reportados na literatura, pois nem sempre são facilmente comparáveis, mesmo que se trate do mesmo material.

O Quadro 2.2. traz a relação entre a característica do fluxo desenvolvido e o índice de Hausner. Nota-se que para maiores índices, pior é o fluxo, ou seja, quanto maior for a redução no volume de pó compactado (maior compactação), mais difícil será seu fluxo, pois mais intensas serão as forças coesivas no interior do sistema.

Quadro 2.2. - Classificação do fluxo de acordo com índice de Hausner.

<b>Classificação do fluxo</b>	<b>Índice de Hausner</b>
Excelente	1,00-1,11
Bom	1,12-1,18
Razoável	1,19-1,25
Passável	1,26-1,34
Difícil	1,35-1,45
Muito difícil	1,46-1,59
Extremamente difícil	>1,60

Fonte: Adaptado de (LUMAY *et al.*, 2012).

Saw *et al.* (2015) a fim de verificar o empirismo imposto na classificação do fluxo através do índice de Hausner, correlacionaram esse valor com o valor encontrado para coesividade através de testes de cisalhamento na célula de Jenike. Para os particulados classificados como de fluxo difícil, o erro foi pequeno, concluindo-se, portanto que o índice de Hausner é um bom indicativo de fluidez. Já para os materiais de fluxo livre, o erro foi grande, indicando que testes alternativos na obtenção dos parâmetros de fluxo devem ser considerados quando deseja-se obter informações sobre o fluxo desse tipo de material.

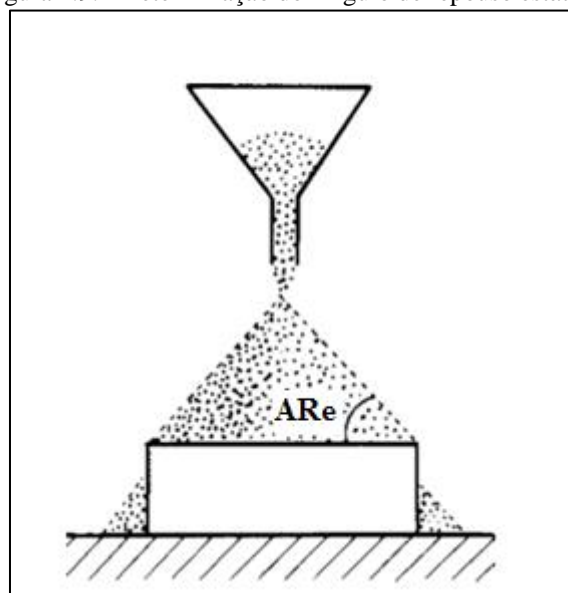
### **2.6.3. Ângulo de repouso**

O ângulo de repouso de materiais particulados pode ser obtido de duas formas: em condições estáticas e dinâmicas de escoamento. Conforme mencionado por Geldart *et al.* (2006) existem ao menos 8 maneiras diferentes reportadas para medida de ângulo de repouso, sendo portanto uma análise de difícil padronização. Os próximos tópicos discorrerão sobre suas principais diferenças.

#### **2.6.3.1. Ângulo de repouso estático**

Uma representação do método para determinação do ângulo de repouso estático ( $AR_e$ ) é apresentada na Figura 2.9. O pó é inserido em um funil a uma distância fixa da base onde será despejado. Após a formação da pilha, determina-se o ângulo através da Equação 2.9.

Figura 2.9. - Determinação do Ângulo de repouso estático.



Fonte: Juliano e Barbosa-Cánovas (2010).

$$AR_e = \arctan \frac{h}{D/2} \quad 2.9$$

onde,

$h$  é a altura da pilha formada, e

$D$  é o diâmetro da placa de Petri (base fixa).

Para a classificação do fluxo de um sólido particulado baseado em seu  $AR_e$  é utilizado o Quadro 2.3. É definido como o ângulo com a horizontal, no qual o material repousa após formada uma “pilha” de partículas como pode ser visto na Figura 2.9.

Quadro 2.3. - Classificação do fluxo de acordo com ângulo de repouso.

Classificação do fluxo	$AR_e$ (°)
Excelente	25-30
Bom	31-35
Razoável	36-40
Passável	41-45
Difícil	46-55
Muito difícil	56-65
Extremamente difícil	>66

Fonte: Adaptado de Lumay *et al.* (2012).

Tanto operadores de partículas mais finas como pós ou de partículas mais grossas como grãos e sementes, adotam a metodologia do ângulo de repouso para prever o tipo de fluxo do material. Essa metodologia fornece uma ideia da maneira na qual um material é acomodado em condições de estocagem, principalmente, e de como serão estabelecidas as forças internas. Um material com ângulo de repouso menor que  $36^\circ$  implica no fácil deslizamento de uma partícula sobre as outras, ou seja, significa dizer que as forças de atrito são menos intensas e o cisalhamento é mais fácil. Já ângulos maiores implicam em forças coesivas mais pronunciadas no sistema (características de partículas mais finas). Tanto as propriedades físicas da partícula como as características do meio externo exercem influência no ângulo de repouso, bem como o procedimento adotado pelo operador.

Szulc e Lenart (2010), obtiveram em seus estudos de fluidez de alimentos em pó, ângulos de repouso para arroz, leite em pó integral, açúcar moído e morango em pó, com diâmetros médios de partícula de 472, 220, 208 e 254  $\mu\text{m}$ , respectivamente. O maior ângulo foi encontrado para o açúcar, o que era esperado, uma vez que esse alimento apresentou partículas mais finas, implicando a maior atuação das forças coesivas no sistema.

### **2.6.3.2. Ângulo de repouso dinâmico**

Assim como o ângulo de repouso estático, o ângulo de repouso dinâmico ( $AR_d$ ) é útil na previsão do escoamento de um sólido, porém em condições dinâmicas, como por exemplo, durante o processamento em um transportador de partículas, secagem em tambores rotativos, e outras operações que envolvem o material particulado em movimento. Durante esses processos, é comum que muitas indústrias tenham experiências negativas como segregação de material, deposição nas paredes do equipamento, devido às más estratégias de operação e utilização errônea dos materiais e das condições de processo, por falta de conhecimento da fluidez que é função do material e do equipamento.

As metodologias mais comuns para medida do  $AR_d$  são apresentadas por alguns autores (GELDART *et al.*, 2006; LUMAY *et al.*, 2012; SANTOS *et al.*, 2015) e consistem na determinação do ângulo formado pelas partículas no interior de um sistema confinado em rotação constante. Geldart *et al.* (2006) afirmam que o ângulo de repouso estático não é o melhor para se avaliar o tipo de fluxo de um material

particulado, pois em geral, em processos de transporte, o sólido encontra-se em movimento e uma parcela de gás/ar é incorporada no interior do material, tornando-o aerado durante o fluxo, enquanto a condição estática impõe certo estado de consolidação.

#### **2.6.4. Reômetro de pós**

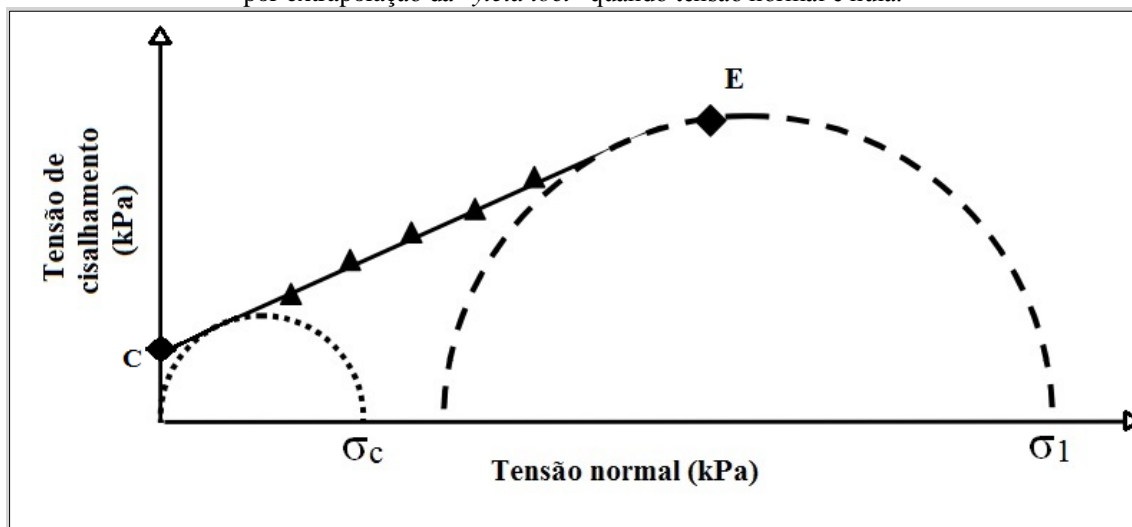
Uma vez que a fluidez está intimamente ligada com as forças interparticulares, diz-se que um bom teste consiste na medida da tensão cisalhante do pó pois essa fornecerá a informação da intensidade com que as forças de atração estão presentes (CASTELLANOS, 2005). A vantagem da utilização do reômetro de pós FT4 comparado a outros testes de cisalhamento (Jenike, Schulze, Brookfield) está na etapa de condicionamento do pó, sempre anterior ao teste de cisalhamento. Esse procedimento é capaz de eliminar (ou reduzir significativamente) a influência da “história do pó” durante o teste, ou seja, destrói possíveis aglomerados que estejam presentes e tenta “acomodar” o pó sempre da mesma forma através de uma lâmina patenteada pelo próprio fabricante que atravessa o material em movimento rotacional nos sentidos horário e anti-horário.

##### **2.6.4.1. Função fluxo**

A teoria inicialmente proposta por Jenike (1964) infere que um material particulado pode ter seu comportamento de fluxo previsto através da quantificação da relação entre as forças normais impostas ao sólido e as forças de cisalhamento necessárias para que o pó entre em movimento.

Círculos de Mohr são traçados durante o teste de cisalhamento, em gráficos de tensão de cisalhamento necessária para movimentar o pó *versus* tensão normal aplicada durante o teste, em duas etapas: uma de pré-cisalhamento, que permite a construção do círculo maior e outra de cisalhamento onde os níveis de consolidação aplicada vão diminuindo, permitindo assim a construção da “*yield loci*” como representada na Figura 2.10.

Figura 2.10. – Círculos de Mohr usados para a obtenção da “*yield loci*” (linha em negrito) e dos pares de dados de tensão não confinada de deslizamento ( $\sigma_c$ ) e tensão principal de consolidação ( $\sigma_1$ ). O Ponto “E” é o ponto do estado estacionário, obtido no pré-cisalhamento. O ponto “C” é a coesão do material, obtido por extrapolação da “*yield loci*” quando tensão normal é nula.



Fonte: Adaptado de Verwijs (2005).

A teoria introduzida por Coulomb (COULOMB, 1776 *apud* CASTELLANOS, 2005) conhecida como critério de ruptura de Coulomb, é representada pela Equação 2.10. Coulomb assumiu que um material granular é um meio contínuo de densidade uniforme (CONDOTTA, 2005).

$$\tau = \mu\sigma + c \quad 2.10$$

onde,

$\tau$  é a tensão cisalhante;

$\sigma$  é a tensão normal aplicada;

$\mu$  é o coeficiente de atrito interno, e

$c$  é a coesão do material particulado.

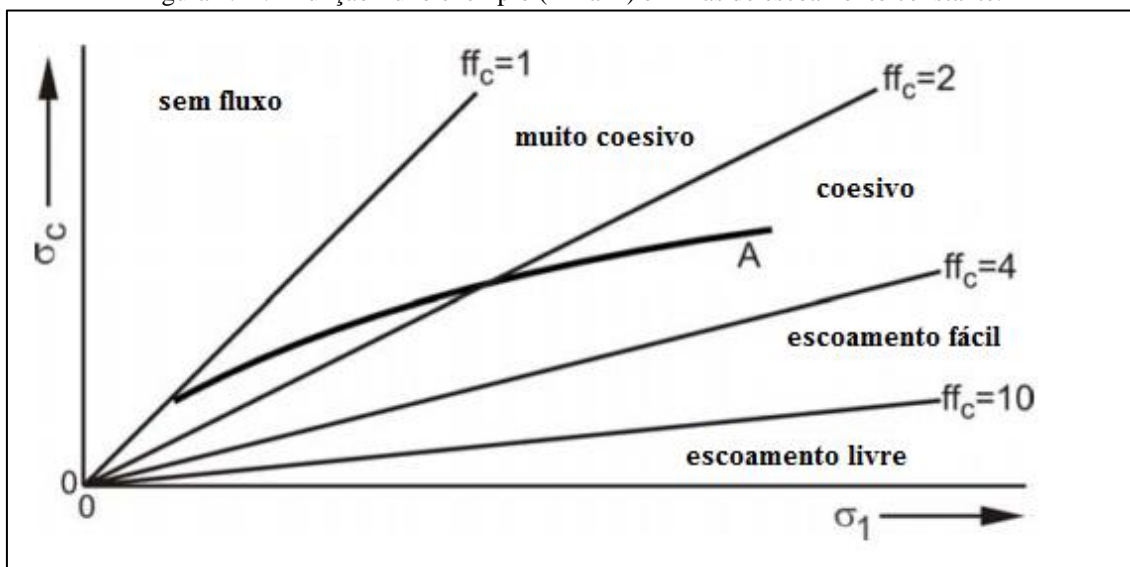
A Equação 2.10 representa a relação entre a tensão cisalhante e a tensão normal, representada pelo segmento linear conhecido como “*yield loci*” do material conforme exemplificado anteriormente.

A função fluxo é considerada uma medida importante de fluidez. É obtida a partir da construção de círculos de Mohr, onde é possível obter pares de dados de tensão não confinada de deslizamento ( $\sigma_c$ ) e tensão principal de consolidação ( $\sigma_1$ ), que serão os eixos  $y$  e  $x$  da função fluxo, como mostra a Figura 2.11.

Nos casos onde é possível obter uma função linear nas diferentes tensões de consolidação aplicadas, o cálculo do índice de fluxo é realizado diretamente pelo inverso da inclinação da reta obtida (JULIANO; BARBOSA-CÁNOVAS, 2010).

No entanto, nem todos os materiais seguem um comportamento linear em suas funções fluxo, sendo necessária a análise de cada ponto dentro das diferentes regiões de classificação de fluxo.

Figura 2.11. - Função fluxo exemplo (linha A) e linhas de escoamento constante.



Fonte: Adaptado de Schulze (2010).

É possível realizar testes de cisalhamento em diferentes tipos de célula, com aplicação de força axial como nos reômetros, ou radial como na célula de Jenike. Koynov, Glasser e Muzzio (2015) realizaram testes em pós de alumina comerciais com diâmetros médios de 59 e 4  $\mu\text{m}$ , encontrando diferenças significativas entre os parâmetros de fluxo quando variados os tipos de célula e também a condição de tensão normal aplicada nos materiais. Dessa forma, funções fluxo dependerão do equipamento e das condições de operação imposta.

#### 2.6.4.2. Índice de estabilidade e fluxo variável

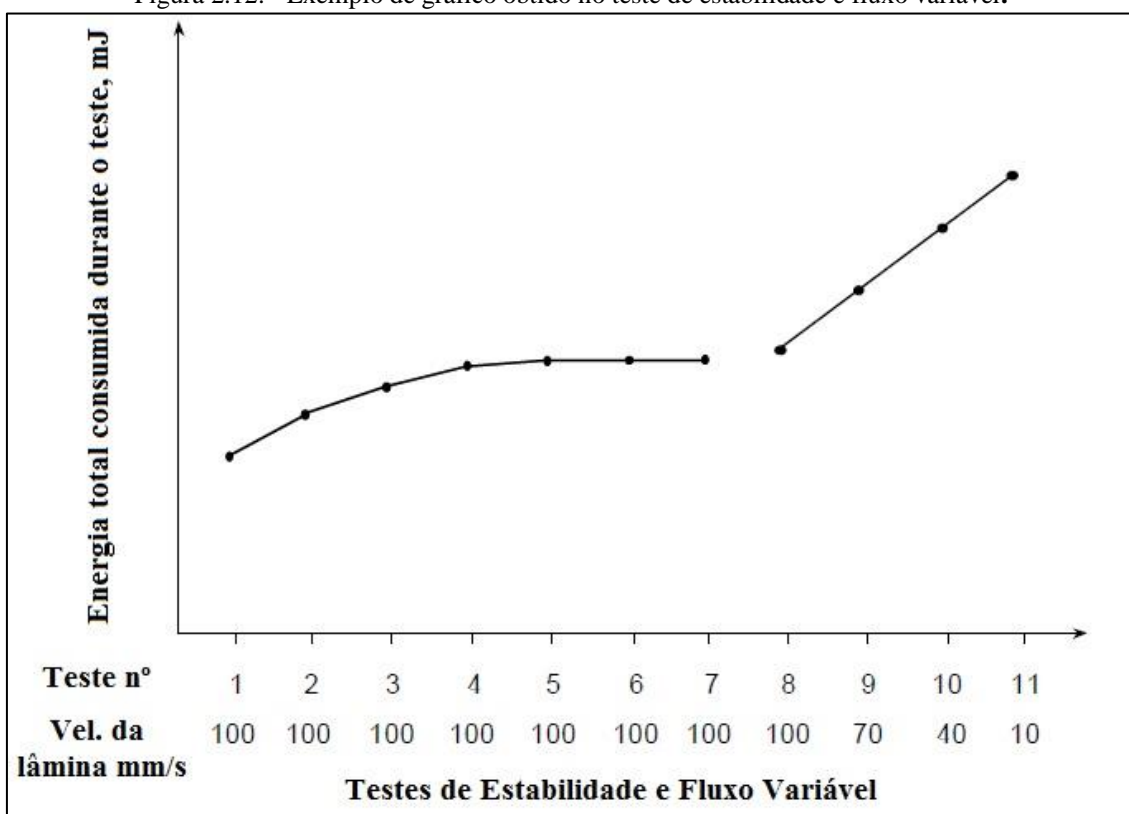
Um material particulado pode ter suas propriedades de fluxo alteradas quando sujeitos às forças externas constantes ou variáveis. Testes dinâmicos padronizados podem fornecer esses dados baseados na energia que é necessária para que determinada operação ocorra, fornecendo assim, uma ideia do quão resistente é o pó em condições de escoamento. Tais testes podem ajudar a diminuir paradas de processo



devido a formação de aglomerados inesperados pela falta de conhecimento de como as forças coesivas atuam em um determinado sistema particulado.

Medidas empíricas são fornecidas pelo reômetro de pós FT4 através dos testes de estabilidade e fluxo variável, onde se quantifica a energia necessária para movimentar uma amostra com auxílio de uma lâmina helicoidal. Um exemplo do gráfico que é obtido a partir desses testes é mostrado na Figura 2.12.

Figura 2.12. - Exemplo de gráfico obtido no teste de estabilidade e fluxo variável.



Fonte: Adaptado de Freeman (2007).

Exatamente no teste nº 7 (transição entre testes a fluxo constante e fluxo variável), é calculada a energia básica de fluxo (BFE) que é igual à energia total consumida durante este teste. Quanto maior for o valor de BFE, mais difícil será o fluxo do material particulado em questão, pois infere-se que maior será o esforço da lâmina ao percolar o material, o que indica maior resistência do meio.

A Equação 2.11. representa o índice de estabilidade com base nos valores encontrados no teste.

$$SI = \frac{\text{energia total do teste 7}}{\text{energia total do teste 1}} \quad 2.11$$

A relação entre o número obtido para SI e o fluxo previsto para o sólido particulado é mostrada na Tabela 2.5.

Tabela 2.5. - Índice de Estabilidade e sua relação com a fluidez de sólidos.

<b>SI</b>	<b>Classificação do material</b>
<b>SI &lt; 1.0</b>	Fluxo afetado por fricção entre partículas.
<b>SI ≈ 1.0</b>	Fluidez pouco ou não alterada quando submetido às mesmas condições de fluxo repetidas vezes.
<b>SI &gt; 1.0</b>	Fluidez alterada possivelmente pela formação de aglomerados.

Fonte: Adaptado de Freeman Technology (2007).

A partir do teste de fluxo variável (testes de 8 a 11 da Figura 2.12.) que analisa a variação de energia necessária para movimentar o pó em diferentes velocidades, é possível obter o índice de fluxo a partir da Equação 2.12.

$$FRI = \frac{\text{energia total do teste 11}}{\text{energia total do teste 8}} \quad 2.12$$

Uma vez obtido o índice de fluxo, os materiais são classificados conforme a Tabela 2.6.

Tabela 2.6. - Índice de Fluxo e sua relação com a fluidez de sólidos.

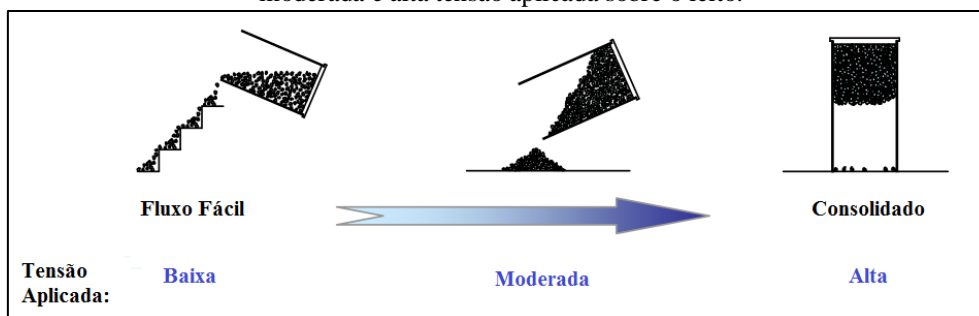
<b>FRI</b>	<b>Classificação do material</b>	<b>Aplica-se à materiais</b>
<b>FRI &gt; 3.0</b>	Altamente sensível à variações de fluxo	Muito coesivos
<b>1.5 &lt; FRI &lt; 3.0</b>	Sensível à variações de fluxo	Pulverulentos
<b>FRI ≈ 1.0</b>	Pouco ou não sensível à variações de fluxo	Pós com elevados diâmetros médios de partícula ou tratamentos de superfície
<b>FRI &lt; 1.0</b>	Pseudoplástico ou Newtoniano	Pós com aditivos (antiaglomerantes, antiúmectantes, etc.)

Fonte: Adaptado de Freeman Technology (2007).

### 2.6.4.3. Índice de compressibilidade

Conforme visto no item 2.4. desse trabalho, meios particulados são constituídos de espaços vazios (poros) que permitem comprimir o material a um nível de consolidação mais elevado. A Figura 2.13. mostra como o grau de consolidação pode influenciar na fluidez do material.

Figura 2.13. - Esquema de fluxo de um material particulado em três níveis de consolidação: baixa, moderada e alta tensão aplicada sobre o leito.



Fonte: Adaptado de Freeman *et al.* (2011).

Como visto anteriormente, dependendo do grau de consolidação no qual o material particulado se encontra, a tensão de cisalhamento pode variar. Isso ocorre devido à aproximação das partículas, pois pela Equação 2.7 a intensidade da força de van der Waals é inversamente proporcional à distância entre as partículas. Assim, o sistema tende a permanecer compactado devido à intensificação das forças coesivas, por isso a importância em se estudar a compressibilidade dos materiais particulados. Índices de compressibilidade poderão então, servir como indicativos de qualidade do escoamento.

Existem métodos dinâmicos, *quasi*-estáticos e estáticos para obtenção do índice de compressibilidade. No método dinâmico realizado em reômetro de pós, a lâmina percola o material, e o resultado é obtido em termos de energia, conforme sugerido pela Equação 2.13 (FREEMAN; ARMSTRONG, 2011).

$$CI = \frac{\text{Energia de fluxo compactada}}{\text{Energia de fluxo aerada}} \quad 2.13$$

Ou seja, baseia-se na energia dispendida pela lâmina para se movimentar através de um material nas suas formas compactada e aerada.

No *quasi-estático*, o material é despejado em recipiente cilíndrico e submetido a batidas consecutivas, da mesma forma que para obtenção do índice de

Hausner. O índice de compressibilidade de Carr (CARR, 1965) é calculado a partir da Equação 2.14.

$$CCI (\%) = \frac{\rho_{bc} - \rho_{ba}}{\rho_{bc}} \times 100 \quad 2.14$$

Segundo Freeman e Armstrong (2011), materiais que escoam facilmente têm  $CCI < 10\%$  e materiais com baixa fluidez apresentam  $CCI > 38\%$ . No entanto, nesta medida, algumas dificuldades podem ser encontradas uma vez que a medida do volume do pó na proveta está sujeita a muitas incertezas, como é exemplificado na Figura 2.14. que ilustra as interfaces irregulares das superfícies formadas pelos pós.

Figura 2.14. - Exemplo de como os pós se acomodam em testes de compactação *quasi*-estáticos. Da esquerda para a direita: Talco (fácil inferência do volume), lactose e calcário (difícil inferência do volume).



Fonte: Freeman e Armstrong (2011).

Já o método estático consiste na aplicação de uma força em uma determinada massa de material confinado, sendo possível obter a porcentagem de redução de volume também através da relação entre as densidades.

Além de valores numéricos, é possível avaliar como as partículas se acomodam no leito através de curvas de densificação *quasi*-estática (variação da densidade *bulk* com número de batidas) ou curvas de densificação estáticas (variação da densidade *bulk* com a tensão normal aplicada). Este último é característico de testes em reômetro de pós e auxiliam no estudo do comportamento coesivo de um sólido *bulk*.

Os trabalhos encontrados na literatura acerca do tema “escoamento de sólidos” ainda exploram muito pouco todas as possíveis influências de resistência ao escoamento a fim de que sejam futuramente aplicados à produção industrial. A complexidade em se contabilizar todas as forças atuantes em um sistema particulado (dado que o contato entre um par de partículas não será necessariamente idêntico em outro par do sistema, nem mesmo a distribuição das forças ao longo do material será

uniforme – a exemplo dos silos muito altos) de forma que se possa prever seu comportamento em certa condição de escoamento, também faz com que se tenha na academia um menor número de contribuições científicas quando comparado ao escoamento de fluidos, os quais já possuem modelos e parâmetros bem definidos no estudo dos fenômenos de transporte. Nos últimos anos, no entanto, verifica-se a crescente preocupação com essa operação unitária, decorrente da dimensão dos problemas enfrentados pelas empresas que lidam com sólidos particulados. Cada material possuirá suas devidas distinções e com isso, cada trabalho dentro do tema será único e terá sua importância característica, servindo sempre de apoio e incentivo no estudo de outros materiais. Estima-se, com esse trabalho, prosseguir com a investigação de tecnologias emergentes no contexto dos sistemas particulados, além de incentivar positivamente o desenvolvimento do tema, destacando uma matéria prima de suma importância para a economia do Brasil, o açúcar.

### **3. MATERIAIS E MÉTODOS**

Neste capítulo são apresentados todos os materiais, equipamentos e procedimentos realizados neste trabalho.

#### **3.1. Materiais**

A seguir são apresentados os materiais selecionados para o presente estudo. Os açúcares foram escolhidos de acordo com suas diferenças físicas e de processamento.

##### **3.1.1. Açúcar “*very high polarization*” (VHP)**

É um açúcar cristal produzido para exportação e passa por menos etapas de processamento que os açúcares de finalidade doméstica. Em comparação com o tipo “demerara”, possui menor porcentagem de cinzas e de açúcares redutores além de apresentar menor umidade (UNICA, 2014). Não é utilizado como produto final e, portanto, serve como matéria prima para produção e refino de outros tipos de açúcar. Neste trabalho, foi utilizado o açúcar VHP produzido pela Usina São Martinho™, localizada na cidade de Jaboticabal – SP. Este açúcar será denominado neste texto como VS.

##### **3.1.2. Açúcar cristal comercial**

É um açúcar cristal assim como o VHP, porém este é comercializado para finalidades domésticas e industriais. Passa por uma etapa de clarificação do caldo onde são utilizados compostos químicos como o leite de cal (para neutralização do caldo) e anidrido sulforoso (MACHADO, 2012). Em relação ao tipo VHP, o açúcar cristal passa por mais uma etapa de branqueamento, porém de forma mais intensa, sendo evidenciada pela grande quantidade de sulfitos (OLIVEIRA; ESQUIAVETO; SILVA JÚNIOR, 2007). Durante esta etapa conhecida como “refino e purificação”, ocorre também uma tentativa de uniformizar os cristais em sua granulometria. Um controle de qualidade do produto final é aplicado, por ser classificado como produto final. A marca utilizada foi o açúcar cristal da Usina Colombo™ e será denominado como GS.

##### **3.1.3. Açúcar refinado**

O açúcar refinado, como infere o nome, passa por uma etapa de refino, onde partículas menores são produzidas a partir dos cristais de açúcar. No Brasil, esse

tipo é o mais consumido pelas famílias e também é chamado “açúcar de mesa” devido a sua alta taxa de dissolução. A marca utilizada foi a União™ e será denominado como açúcar RS.

#### **3.1.4. Açúcar confeito**

Esse tipo possui granulometria nitidamente mais fina. É amplamente utilizado em confeitarias e nas indústrias de alimentos na preparação de bolos, coberturas e doces (MACHADO, 2012). Quando em processamento, assegura melhor uniformidade do produto, das texturas e até mesmo melhor palatabilidade. Neste trabalho, utilizou-se o açúcar “glaçúcar®” da marca União™, denominado açúcar IS.

Foram usados, portanto:

- 2 açúcares do tipo cristal muito similares apenas diferindo em relação ao seu grau de pureza e distribuição granulométrica, devido à maior quantidade de etapas de processamento no qual o açúcar do tipo “cristal” é submetido, e
- 2 açúcares refinados de geometria irregular, sendo o tipo “RS” com distribuição granulométrica mais ampla e tamanho médio maior e o “confeito” com maior quantidade de partículas finas.

Uma imagem com os 4 tipos é apresentada na Figura 3.1., a seguir.

Figura 3.1. - Açúcar a) RS, b) VS, c) IS e d) GS.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

### 3.2. Caracterização dos materiais

Para melhor compreender os comportamentos de fluxo dos açúcares aqui explorados, uma caracterização detalhada das propriedades físico-químicas dos açúcares, incluindo distribuição granulométrica, umidade, densidades *bulk* aerada e compactada, massa específica real e morfologia foram realizadas. Nesta sessão, será reportada a metodologia detalhada de cada análise.

Todos os testes realizados, tanto para caracterização como para obtenção das propriedades de fluxo, foram conduzidos a temperatura ambiente ( $\approx 25^{\circ}\text{C}$ ).

#### 3.2.1. Distribuição granulométrica

Para análise de distribuição granulométrica do açúcar IS, foi utilizado analisador de partículas Mastersize Microplus MAF5001 da Malvern com dispersão das partículas em etanol. Já para os outros açúcares (VS, GS e RS), utilizou-se técnica de peneiramento por vibração com conjunto de peneiras com mesh variados (7, 16, 18, 20, 25, 30, 35, 40, 60, 70, 80, 120 e 170), e agitador de partículas da marca Retsh, seguindo norma ISO 3310.



O diâmetro médio de Sauter de uma partícula (ou  $D[3,2]$ ) é o diâmetro representativo de uma esfera que ocuparia o mesmo volume da partícula, sendo o mais utilizado em sistemas particulados, estudos de transferência de calor e massa, cinética e catálise (CREMASCO, 2012). No presente trabalho, foram reportados diâmetros médios de Sauter e os diâmetros em relação às porcentagens de amostra ( $D_{10}$ ,  $D_{50}$  e  $D_{90}$ , caracterizando os diâmetros médios onde 10, 50 e 90% da amostra se encontram abaixo daquele respectivo valor) e também o cálculo do *Span* (Equação 3.1), que representa a dispersão da distribuição de tamanho das partículas (LIU *et al.*, 2015).

$$Span = (D_{90} - D_{10})/D_{50} \quad 3.1$$

Para o açúcar IS, o próprio equipamento já forneceu dados de diâmetros médios, calculados de modo padronizado pelo método de difração à laser. Para os açúcares peneirados, o diâmetro de Sauter foi obtido pela Equação 2.6, enquanto os diâmetros  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  e  $D_{90}$  foram obtidos por interpolação dos valores onde a fração mássica acumulada acusava 10, 50 e 90% da amostra, respectivamente.

### 3.2.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As micrografias foram obtidas em equipamento de microscopia eletrônica de varredura, modelo MEV Inspect S50 da marca FEI localizado no Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) da UFSCar, no laboratório de Caracterização Estrutural (LCE). As imagens foram obtidas a fim de se verificar aparência na superfície das partículas e também seus respectivos formatos. Para isso, magnitudes de 100 até 5000x foram aplicadas. O preparo de cada amostra foi realizado de acordo com as especificações do equipamento.

### 3.2.3. Massa específica real

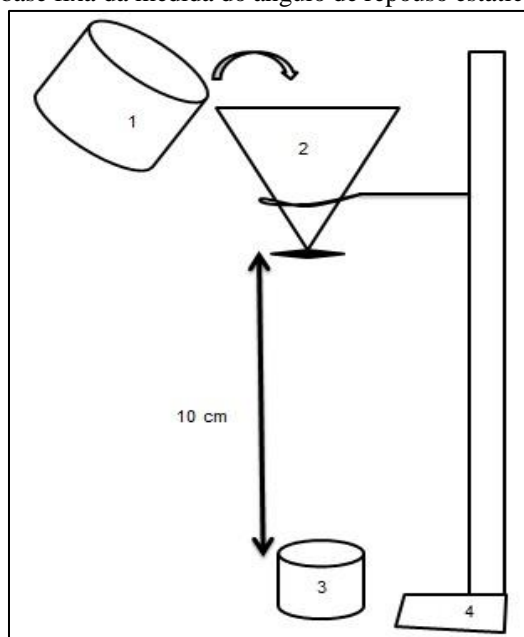
A fim de obter a real densidade das partículas de açúcar, foram realizadas análises em picnômetro a gás hélio Accupyc II 1340. Micromeritics, localizado no centro universitário da FEI, na cidade de São Bernardo do Campo, SP. O equipamento forneceu um valor médio de 10 repetições.

### 3.2.4. Densidade *bulk* aerada e compactada e porosidade do leito solto

O método de despejo foi padronizado para as análises de densidade *bulk* aerada e compactada, e também ângulo de repouso estático. Para materiais granulares

(açúcares VS e GS), a massa utilizada foi de 200g enquanto que para materiais mais finos (açúcares RS e IS), foi usada uma massa de 100 g. Um esquema é ilustrado na Figura 3.2.

Figura 3.2. - Arranjo experimental adotado para despejo de partículas na realização das análises de densidade *bulk* e ângulo de repouso estático. 1- Recipiente contendo a amostra; 2- funil com saída bloqueada; 3- Proveta de vidro 250 ml para teste de compactação ou placa de Petri (D = 10,6 cm) para base fixa da medida do ângulo de repouso estático.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

A densidade *bulk* aerada e compactada foram obtidas por testes de compactação no Tap2S (Logan Instruments, EUA) através da metodologia U.S.P. I, sendo que a primeira foi a medida obtida logo após o despejo e a segunda, a medida obtida na batida de número 500, pois após essa batida, a densidade dos materiais foi praticamente constante. As especificações do equipamento são: velocidade = 300 batidas/min; altura da oscilação = 14 mm e volume da proveta graduada = 250 ml. As equações utilizadas no cálculo da densidade *bulk* e da porosidade do leito são descritas no tópico 2.4.2. deste trabalho.

### 3.2.5. Conteúdo de umidade

Para determinação do conteúdo de umidade das amostras de açúcar, foi utilizada a metodologia proposta pelo Instituto Adolfo Lutz 171/IV (IAL, 2008) de secagem à pressão atmosférica, com adaptações. Primeiramente, 5 g de cada açúcar foram pesados em triplicata, em placas de Petri pequenas. As amostras foram então submetidas à secagem em estufa modelo 315 SE da FANEM por 2 horas, à temperatura

de  $105 \pm 2$  °C. Após esse período, as amostras foram resfriadas em dessecador e então pesadas para aferição da quantidade de água que havia sido transferida para o ar de secagem. Esse mesmo procedimento foi repetido até que fosse verificada variação  $\leq 2$  mg entre uma medida e outra. Aplicou-se então a Equação 2.4 para determinação da umidade em base úmida (u.b.u.).

Foram calculados também os níveis de saturação da água em cada amostra através da Equação 2.5 do tópico 2.4.3 deste trabalho.

### **3.3. Propriedades de Fluxo**

Conforme já citado, existem testes clássicos e testes realizados em equipamentos com células de cisalhamento, por exemplo, capazes de fornecer parâmetros de fluxo e permitir então, a inferência sobre a fluidez dos sólidos particulados. Serão descritas a seguir, metodologias para ambos os testes, sendo o segundo, testes dinâmicos obtidos por reometria de pós.

#### **3.3.1. Índice de Hausner**

Os dados obtidos através de testes de compactação (descritos no item 3.2.4. deste trabalho) possibilitaram o cálculo do índice de Hausner, que é considerado um teste clássico no estudo de propriedades de escoamento de sistemas particulados. O índice de Hausner foi calculado através da Equação 2.8 que pode ser vista no tópico 2.6.2 deste trabalho.

Após obtido o índice de Hausner foi possível classificar o fluxo de acordo com o Quadro 2.2. (tópico 2.6.2).

#### **3.3.2. Ângulo de Repouso**

Outro teste clássico que sugere a representação do fluxo de sólidos é o ângulo de repouso. Neste trabalho, foram realizados testes estáticos e dinâmicos. Ambas as metodologias são descritas nesta sessão, e foram definidas de modo a atender os modelos da análise até então reportadas, procurando manter a reprodutibilidade dos testes com a padronização dos procedimentos adotados pelo operador.

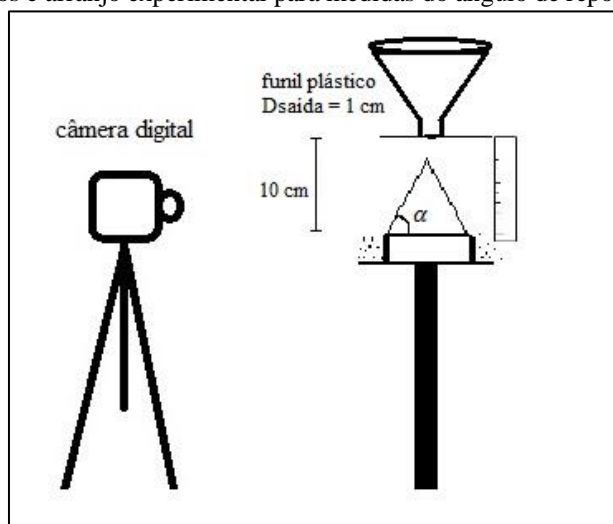
##### **3.3.2.1. Ângulo de repouso estático**

Para medida do ângulo de repouso estático, a metodologia seguida (com adaptações) foi proposta por Lumay *et al.* (2012). Partiu-se de um protocolo inicial, onde se utilizou um funil plástico doméstico com diâmetro de saída igual a 1 cm e

inclinação  $65^\circ$ , apoiado em suporte universal à 10 cm da base. A saída do funil foi bloqueada propositalmente enquanto era preenchido, com aproximadamente 200 g do material a ser analisado. Para o material mais fino (açúcar IS), foi necessária uma etapa de peneiramento para preenchimento do funil a fim de destruir possíveis aglomerados.

Após o preenchimento do funil, a saída foi então liberada e o material se empilhou sobre a parte convexa de uma placa de Petri (base fixa) com 10,6 cm de diâmetro e uma régua presa nas laterais permitiu a aferição da altura da pilha formada. Uma câmera digital modelo DSC TX20 da Sony foi apoiada em tripé para aquisição das imagens. A Figura 3.3. apresenta o arranjo experimental utilizado para realização do experimento.

Figura 3.3 - Dispositivos e arranjo experimental para medidas do ângulo de repouso estático de açúcares.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

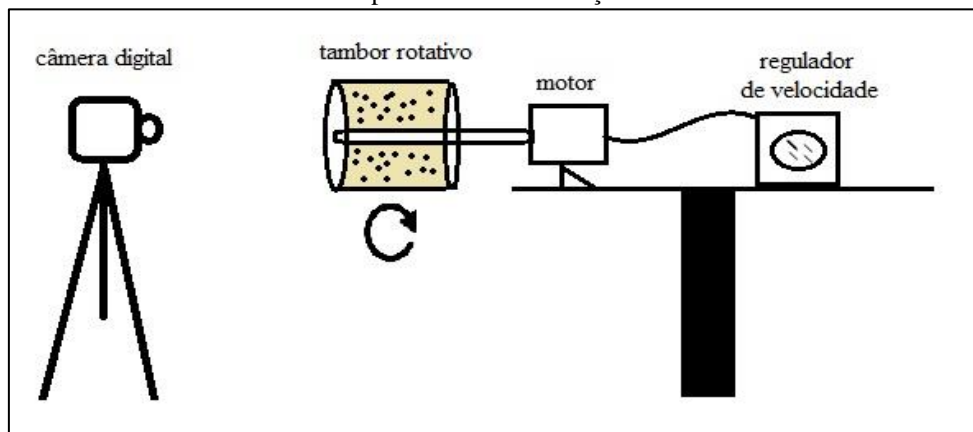
Após formadas as pilhas, a Equação 2.9 foi utilizada para obtenção do ângulo de repouso estático.

### 3.3.2.2. Ângulo de repouso dinâmico

Para medida do ângulo de repouso dinâmico dos açúcares, empregou-se a metodologia descrita por Lumay *et al.* (2012) com adaptações. Um tambor cilíndrico (altura = 6 cm e diâmetro = 12 cm) rotativo de acrílico foi preenchido até a metade do seu volume com o material a ser analisado. Este cilindro estava acoplado a um eixo central e um controlador de velocidade, onde era possível variar a rotação (Figura 3.4). Neste trabalho, após a realização de alguns testes preliminares para verificação do comportamento dos materiais quando submetidos a fluxo dinâmico, os ângulos de repouso dinâmicos foram obtidos de acordo com a recomendação de Lumay *et al.*,

(2012), onde se determina a menor velocidade de rotação em que se observa uma interface partícula/ar lisa e regular.

Figura 3.4. - Arranjo experimental empregado na aquisição de imagens para posterior medida do ângulo de repouso dinâmico de açúcares.



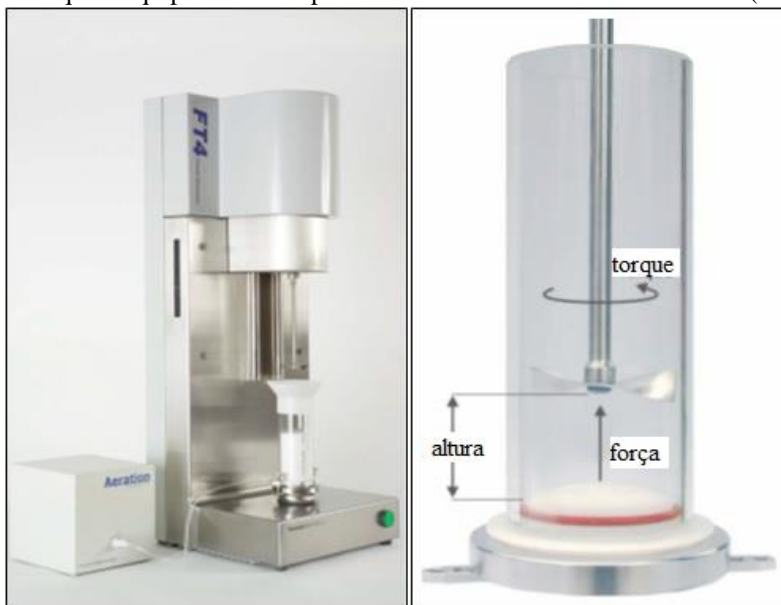
Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Anteriormente a cada análise, o material particulado foi submetido a rotação constante por 10 segundos, a fim de homogeneizar o leito de partículas para que não houvesse interferência de possíveis aglomerados na aferição das medidas. Uma câmera digital modelo DSC TX20 da Sony™ foi apoiada em tripé e posicionada frente à face do tambor onde era possível visualizar o sólido particulado em movimento (Figura 3.4). Foram registrados vídeos dos fluxos (aproximadamente 5 voltas para cada material) e posteriormente, 5 imagens aleatórias foram retiradas dos vídeos para aferição do ângulo de repouso dinâmico. Após selecionadas as imagens, o ângulo de repouso dinâmico foi obtido medindo-se o ângulo central formado entre a horizontal e o material particulado, com auxílio do *software* Image Pro Plus Version 6.0 da Media Cybernetics.

### 3.3.3. Reômetro de pós FT4

Os testes de fluxo em condições dinâmicas foram conduzidos em reômetro de pós FT4 Powder Rheometer® da Freeman Technology (Figura 3.5.), localizado no Departamento de Engenharia Química (DEQ) do Centro Universitário da FEI, na cidade de São Bernardo do Campo – SP.

Figura 3.5. - Reômetro de pós FT-4 Powder Rheometer® (Freeman Technology, UK) (esquerda) e variáveis que o equipamento é capaz de estimar durante os testes de fluxo (direita).



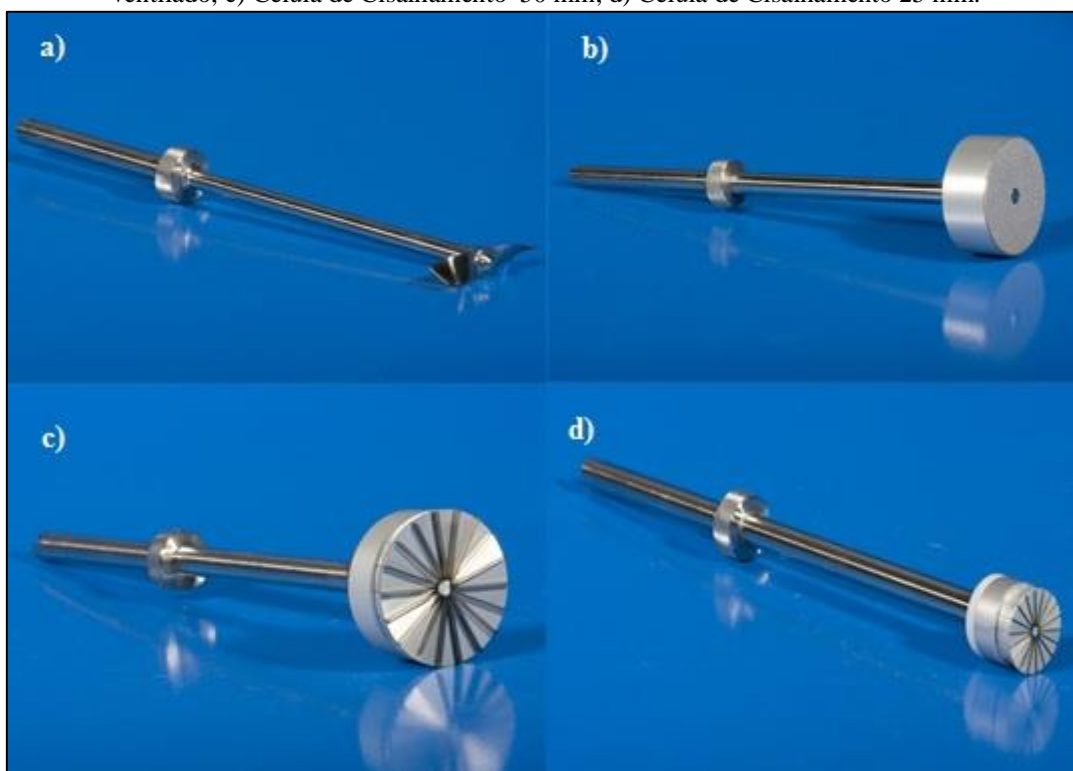
Fonte: Freeman Technology (2007).

Dentre vários possíveis testes que podem ser realizados neste equipamento, 3 deles foram determinados neste trabalho e são descritos a seguir. Uma lâmina torcida desenvolvida pelo fabricante permite medir o torque e a força axial aplicada, convertendo a análise para determinação das propriedades de fluxo do material particulado em estudo (energia básica de fluxo, índices de fluxo, função fluxo, etc.). Para todos os testes, o procedimento inicial consistiu em acoplar a lâmina no eixo do equipamento e inserir a amostra no recipiente cilíndrico apropriado para o teste. O operador selecionou então, no software FT4 Powder Rheometer, o tipo de teste a ser realizado. No caso dos testes de estabilidade e compressibilidade, a rotina já é pré-programada. Já para os testes de cisalhamento, foi necessário informar a tensão de consolidação à qual se desejava submeter a amostra. A partir deste procedimento, todas as etapas seguintes como: trocar acessórios do eixo (lâmina, pistão, célula de cisalhamento), medir densidade, etc., foram alertadas na tela do computador pelo próprio *software*. Ao final do teste, os gráficos foram visualizados e manipulados no *software* Data Analysis v4. Todos os testes foram realizados em duplicata.

A diferença entre este equipamento e outras células de cisalhamento que também fornecem parâmetros de fluxo, como a célula de Jenike (JENIKE, 1964), por exemplo, consiste na etapa de condicionamento que acontece anteriormente a cada teste de cisalhamento, o que homogeniza o pó e elimina possíveis aglomerados (em outros termos, se elimina a “história do pó”). Outra diferença está na configuração da célula

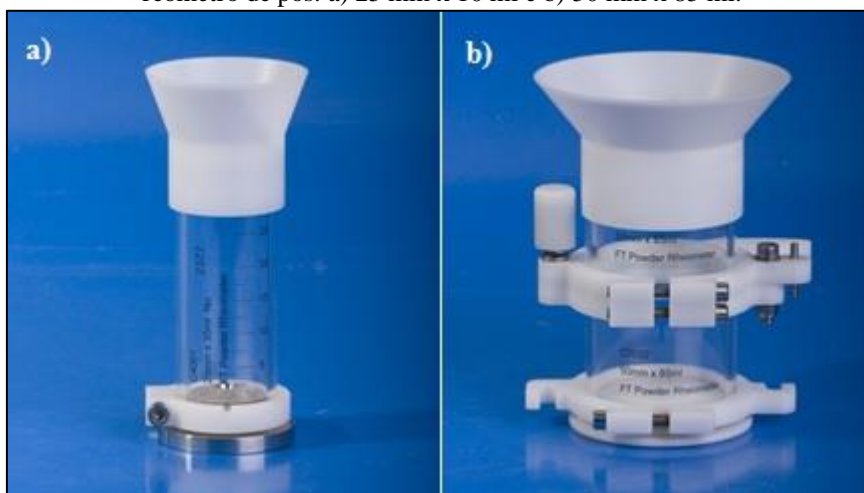
utilizada (Figura 3.6 – c) com aletas e menor diâmetro de circunferência central, o que aumenta a área de contato entre a superfície do pó confinado no interior da célula e com o pó contido no cilindro de vidro. Os recipientes usados para acomodação dos materiais a serem analisados são mostrados na Figura 3.7.

Figura 3.6. - Acessórios de eixo utilizados durante os testes de fluxo. a) Lâmina torcida 48 mm ; b) Pistão ventilado; c) Célula de Cisalhamento 50 mm; d) Célula de Cisalhamento 25 mm.



Fonte: Freeman Technology (2007).

Figura 3.7. - Recipientes cilíndricos (“vessels”) devidamente montados para realização dos testes em reômetro de pós. a) 25 mm x 10 ml e b) 50 mm x 85 ml.



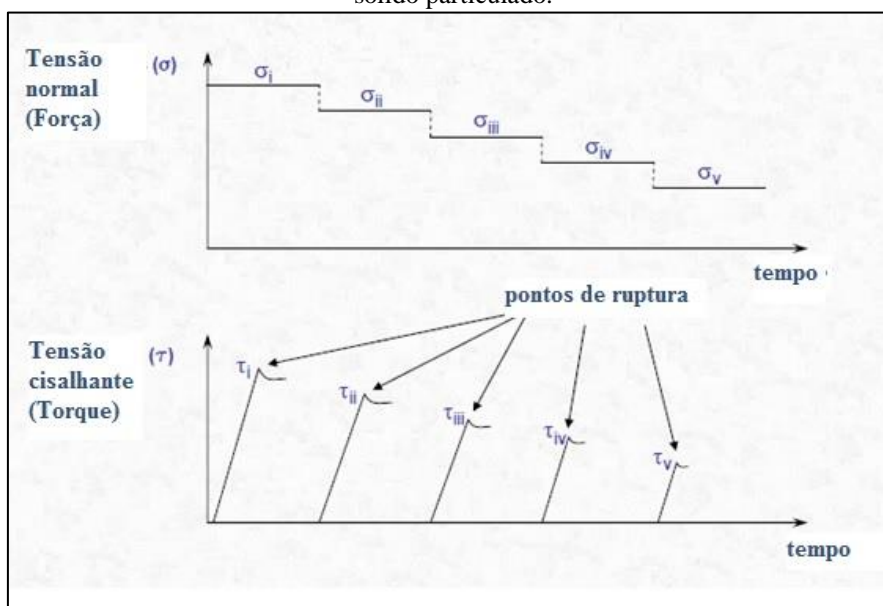
Fonte: Freeman Technology (2007).

### 3.3.3.1. Função Fluxo

Para obtenção da função fluxo de cada amostra, foram realizados testes de cisalhamento (em duplicata) no reômetro de pós FT-4 Powder Rheometer® (Freeman Technology, UK). Os procedimentos para preparo da amostra a ser submetida ao teste de cisalhamento foram seguidos conforme instruções do fabricante. O próprio *software* do equipamento fornecia as instruções sobre cada etapa a ser realizada. A calibração do equipamento também seguiu os padrões do fabricante.

As tensões de consolidação testadas foram: 1,5; 2,2; 3,0; 6,0; 9,0; 12 e 15 kPa, sendo as tensões de 3, 6, 9 e 15 kPa pré estabelecidas pelo equipamento e para as outras tensões, foi necessário criar uma rotina de operação (o que é permitido pelo *software* FT4 Powder Rheometer). Para cada tensão aplicada, uma etapa de pré-cisalhamento anteriormente ao teste de cisalhamento foi realizada. Após o sólido atingir uma condição denominada “estado estacionário” o ponto de pré-cisalhamento foi inserido no gráfico auxiliar para a construção dos círculos de Mohr. Após essa etapa, o cisalhamento foi realizado em 5 diferentes níveis de consolidação, e para cada um deles, um par de tensão normal e tensão cisalhante foi obtida (Figura 3.8.), sendo a tensão normal a força aplicada pelo equipamento e a tensão cisalhante, o torque medido no deslizamento do material (por isso chamados “pontos de ruptura”).

Figura 3.8. - Níveis de consolidação em um teste de cisalhamento para obtenção da “yield loci” de um sólido particulado.



Fonte: (FREEMAN TECHNOLOGY, 2007).



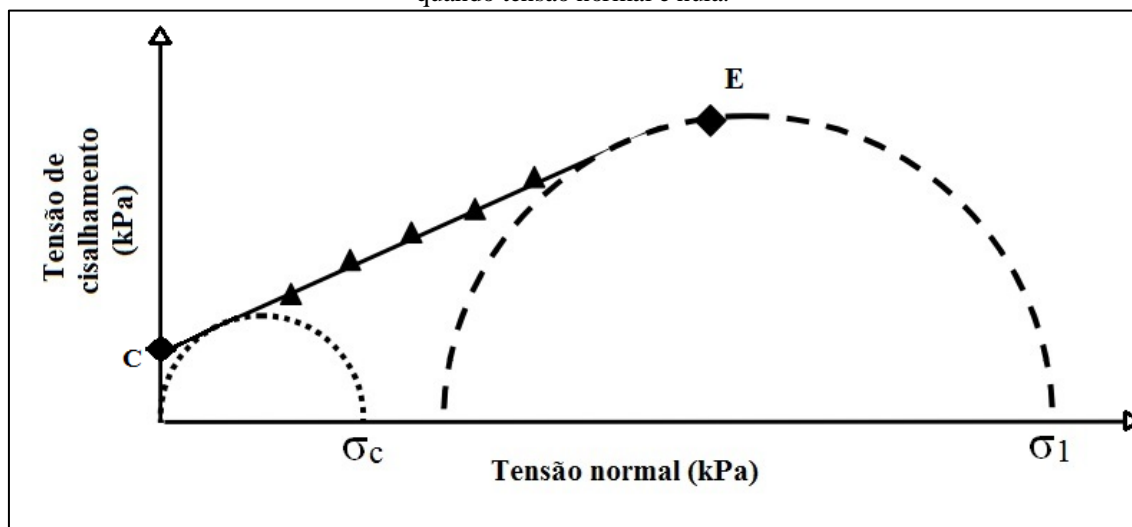
A etapa do pré-cisalhamento foi feita sempre na condição de tensão normal aplicada, e foi o primeiro ponto inserido no gráfico de tensão cisalhante x tensão normal, representado pelo ponto E na Figura 3.9. Esse ponto foi obtido na condição de “estado estacionário”, ou seja, quando o equipamento não pôde mais detectar flutuações na tensão de cisalhamento. Essa etapa foi de grande importância para a análise, pois auxiliou na construção do círculo de Mohr principal (representado pelas linhas tracejadas na Figura 3.9.). Vale ressaltar que esse ponto não é incluso no ajuste linear da “*yield loci*”, (ou curva de lugar geométrico de deslizamento). Para a obtenção desta última, a teoria de Mohr Coulomb (discutida na sessão 2.6.4.1.) foi aplicada para os próximos 5 pontos de ruptura (ou “*yield points*”) obtidos durante o cisalhamento (em pontos igualmente espaçados, ou seja, em tensões normais definidas pelo equipamento em ordem decrescentes e equidistantes), os quais foram obtidos na ordem das setas como mostra a Figura 3.9., configurando portanto, a “*yield loci*” do sólido particulado analisado em cada tensão de consolidação definida. Um resumo das condições de teste é apresentado na Tabela 3.1.

Tabela 3.1. - Condições de operação do reômetro de pós FT4.

<b>Tensão Normal (kPa)</b>	<b>Diâmetro da célula de cisalhamento (mm)</b>	<b>Diâmetro (mm) x Volume do “<i>vessel</i>” (ml)*</b>
<b>1,5 e 2,2</b>	24	25 x 10
<b>3</b>	24 e 48	25 x 10 e 50 x 85
<b>6; 9; 12 e 15</b>	48	50 x 85

\*Ilustrados na Figura 3.7.  
Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Figura 3.9. - Construção da “yield loci” e dos círculos de Mohr. As setas representam os pontos de ruptura dos testes de cisalhamento para cada nível de consolidação. O ponto “E” é o ponto do estado estacionário, obtido no pré cisalhamento. O ponto “C” é a coesão do material, obtido por extrapolação da “yield loci” quando tensão normal é nula.



Fonte: Adaptado de Verwijns (2005).

Ao término do ensaio, os pares de dados de tensão não confinada de deslizamento (UYS ou  $\sigma_c$ ) e de tensão principal de consolidação (MPS ou  $\sigma_1$ ) foram utilizados para a construção das funções fluxo. O reômetro também retornou valores de coesividade, reportadas neste trabalho. Um exemplo que representa essas funções pode ser visto no tópico 2.6.4.1. deste trabalho.

### 3.3.3.2. Índice de estabilidade e fluxo variável

O índice de estabilidade e o índice de fluxo foram obtidos através de um mesmo teste em reômetro de pós FT4 Powder Rheometer® da Freeman Technology. Primeiramente, a amostra foi inserida em recipiente cilíndrico próprio do equipamento (50 mm x 160 ml) e então se iniciou o teste de estabilidade a fim de verificar se o material apresentava o mesmo comportamento quando submetido à variações iguais e consecutivas provocadas pela percolação da lâmina no interior do leito de partículas, em movimento descendente e rotativo. Esse teste consistiu em 7 ciclos onde uma lâmina (48 mm de comprimento) percorreu a amostra contida no cilindro com velocidade 100 mm/s. No intervalo dos 7 ciclos, um ciclo adicional de condicionamento da amostra era realizado para que se partisse sempre de uma mesma condição inicial. A energia básica de fluxo (BFE) foi considerada a energia total dispendida pela lâmina durante o 7º teste, em mJ. O índice de estabilidade foi determinado pelo cálculo da Equação 2.11.

Já para o índice de fluxo (FRI), mais 4 testes foram conduzidos logo após o teste de estabilidade, com procedimento similar ao anterior, mas velocidades da lâmina decrescentes de 100, 70, 40 e 10 mm/s. Ao final dos 11 testes, o índice de fluxo foi calculado através da Equação 2.12.

### **3.3.3.3. Índice de compressibilidade**

A mudança na densidade do material em função da tensão normal aplicada foi medida e caracterizada como índice de compressibilidade. O pistão utilizado nos experimentos era de aço inox e era ventilado (Figura 3.6 - b), portanto, permitia o escape de ar contido no leito de partículas durante a compressão. Para o teste de compressibilidade, 3 ciclos de condicionamento do pó foram conduzidos no reômetro FT4 com a lâmina torcida de 48 mm de comprimento. Após a etapa de condicionamento, inseriu-se o pistão ventilado e 8 etapas de compressão foram realizadas (com tensões normais variando de 0,5 kPa até 18 kPa), conforme rotina padrão do software próprio do equipamento. A compressibilidade foi então aferida em porcentagem de variação no volume do sólido particulado após a compressão em cada tensão aplicada.

## **4. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **4.1. Caracterização físico-química dos açúcares comerciais**

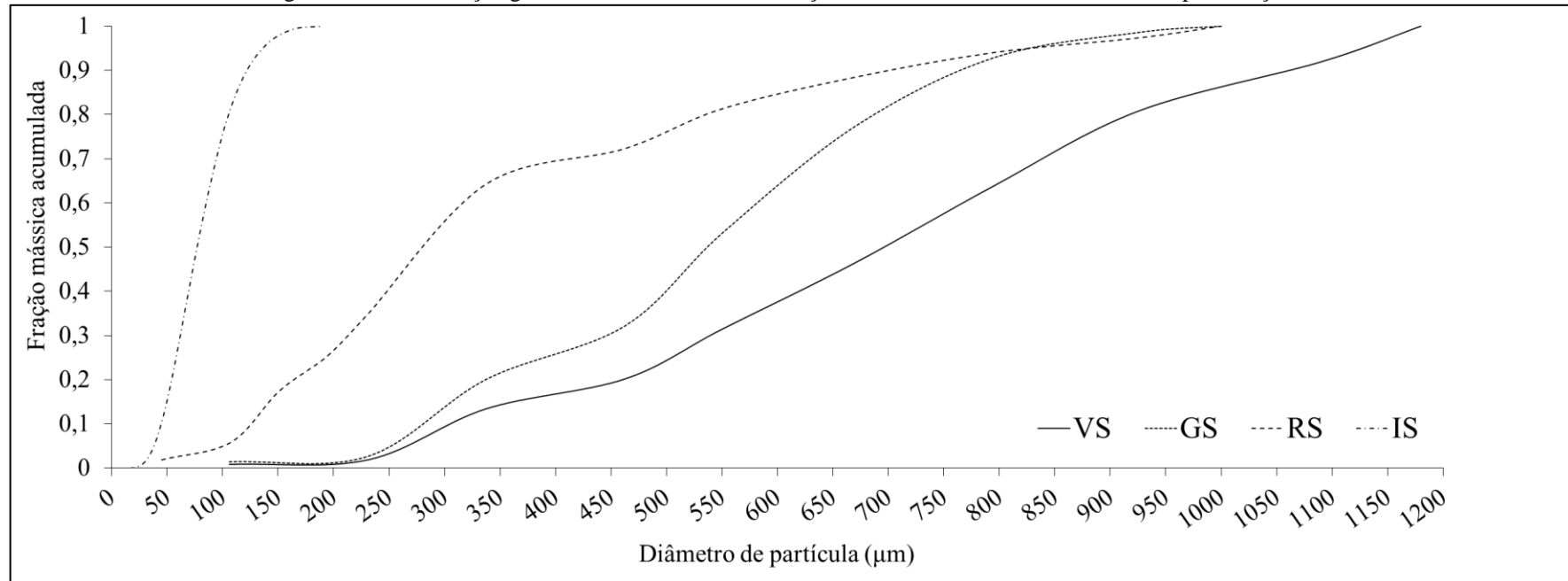
Os testes de caracterização são importantes quando se deseja compreender os fenômenos envolvidos no escoamento de sistemas particulados. Nos tópicos a seguir serão apresentados dados de distribuição granulométrica, morfologia, massa específica das partículas, densidades *bulk* aerada e compactada e umidade, além de uma análise das curvas de compactação dos açúcares.

#### **4.1.1. Distribuição granulométrica**

Primeiramente, foi realizada difração a laser para todas as amostras e apenas o açúcar IS apresentou distribuição granulométrica consistente, uma vez que o equipamento usado não mede partículas maiores que 500  $\mu\text{m}$ . Para diâmetros médios acima de 75  $\mu\text{m}$ , a técnica do peneiramento é recomendada (CREMASCO, 2012), e foi conduzida nos outros tipos de açúcar, conforme descrito no item 3.2.1. A análise da distribuição foi feita de acordo com a fração mássica acumulada pelo diâmetro médio, como pode ser visto na Figura 4.1.

Como pode ser observado, GS e VS, por exemplo, apesar de similares visualmente possuem distribuições granulométricas diferentes. VS possui em seu conjunto, partículas maiores que 1000  $\mu\text{m}$ . Já a amostra RS possui distribuição próxima a GS em frações acumuladas maiores, porém é notada maior presença de partículas finas devido à curva mais acentuada no início da distribuição.

Figura 4.1. - Distribuição granulométrica com base na fração mássica acumulada em diferentes tipos de açúcar.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

O diâmetro de Sauter foi obtido para o açúcar IS pelo próprio equipamento de difração à laser, enquanto que para os outros açúcares, a Equação 2.6. foi utilizada. Para os diâmetros  $D_{10}$ ,  $D_{50}$  e  $D_{90}$ , foram realizadas interpolações do gráfico apresentado na Figura 4.1. e fornecem uma ideia da quantidade de partículas finas/grosseiras presentes no sistema. Dessa forma, a análise granulométrica dos 4 tipos de açúcares foi obtida e resultados podem ser vistos na Tabela 4.1.

Tabela 4.1. - Diâmetros médios de diferentes tipos de açúcar.

	$D_s$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{10}$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	$D_{90}$ ( $\mu\text{m}$ )	<i>Span</i>
<b>GS</b>	506±2	276±1	537±2	772±3	0,92
<b>IS</b>	69±1	44,6±0,4	77±1	122±1	1,00
<b>RS</b>	262±5	123±5	286±5	704±16	2,03
<b>VS</b>	633±25	306±6	696±7	1062±6	1,09

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

A maior dispersão da distribuição de tamanhos foi verificada para o açúcar RS (maior *Span*). Por ser um tipo de açúcar de uso doméstico, a regularidade no tamanho de partículas pode não ser prioridade na sua produção, diferentemente dos outros tipos, que são utilizados industrialmente e cuja granulometria possivelmente precisa atender padrões previamente estabelecidos. Entre os açúcares cristais (VS e GS), observa-se que para a amostra GS, por exemplo, há 10% das partículas abaixo de 276  $\mu\text{m}$  e 90% abaixo de 772  $\mu\text{m}$ . O valor de  $D_{10}$  entre essas amostras têm uma diferença menor que 30  $\mu\text{m}$ , mas por outro lado,  $D_{90}$  apresenta uma diferença de aproximadamente 300  $\mu\text{m}$ , indicando que VS pode ser caracterizada com maior fração de partículas maiores. Já IS foi a amostra de menor granulometria, apresentando partículas de 40 a 150  $\mu\text{m}$  aproximadamente. Em geral, um sistema com partículas maiores que 200  $\mu\text{m}$  é considerados de “escoamento livre”, e partículas menores estão mais sujeitas às forças de coesão e apresentam assim, um “escoamento mais difícil” (TEUNOU *et al.*, 1999). No âmbito industrial, a não uniformidade do tamanho dos cristais, pode prejudicar a calibração de sistemas dosadores, levando à necessidade de reajustes mais frequentes (OLIVEIRA; ESQUIAVETO; SILVA JÚNIOR, 2007).

Powers (1960) *apud* Oliveira (2015) afirmou que açúcar cristal obtidos de acordo com procedimentos padrões de cristalização, quando submetidos à técnica do peneiramento, reportam dados (em base mássica) de uma distribuição granulométrica

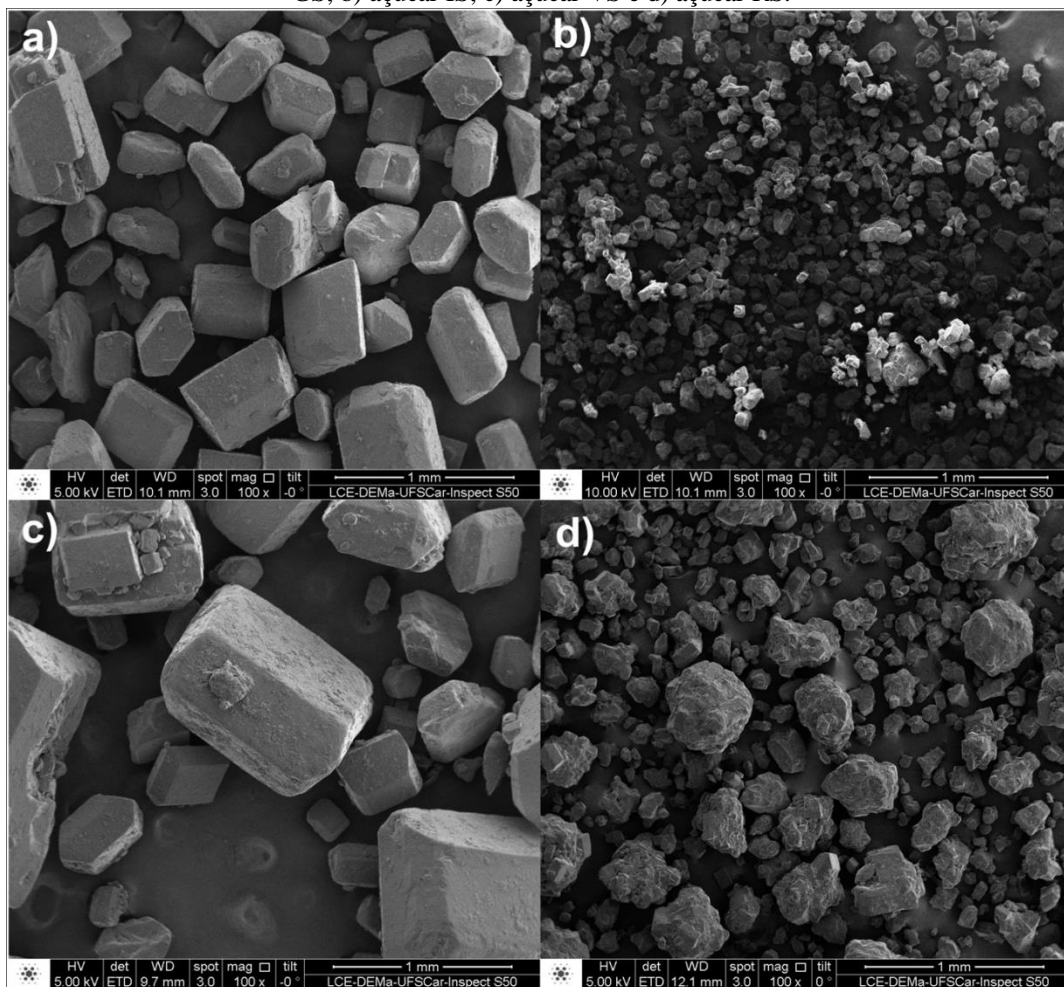
monomodal. Isso, como pode ser visto nos resultados aqui apresentados, não ocorreu para as amostras utilizadas.

No geral, infere-se que o açúcar IS é considerado um pó de granulometria fina enquanto RS apresenta granulometria intermediária e com ampla distribuição (com partículas desde 50 até 1000  $\mu\text{m}$ ). Os açúcares GS e VS são os tipos considerados “granulares” com diâmetros variando de 100 a 900  $\mu\text{m}$  e de 250 à 1.200  $\mu\text{m}$  respectivamente.

#### **4.1.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

A microscopia eletrônica de varredura permitiu a visualização das partículas de açúcar tanto em relação ao seu formato como em sua superfície. A partir da Figura 4.2. é possível verificar que açúcares do tipo GS e VS possuem arestas e forma bem definidas (sólidos do tipo cristalino) enquanto o açúcar IS e o açúcar RS, ambos com uma granulometria mais fina, apresentam partículas com formatos irregulares. A partir da mesma figura, pode-se observar também que há presença de aglomerados no açúcar IS. Já na Figura 4.3. micrografias de açúcar em maior magnitude são apresentadas. É possível notar a irregularidade nas superfícies de açúcar IS e RS e alguma presença de pós muito finos aderidos à superfície de açúcar GS e VS.

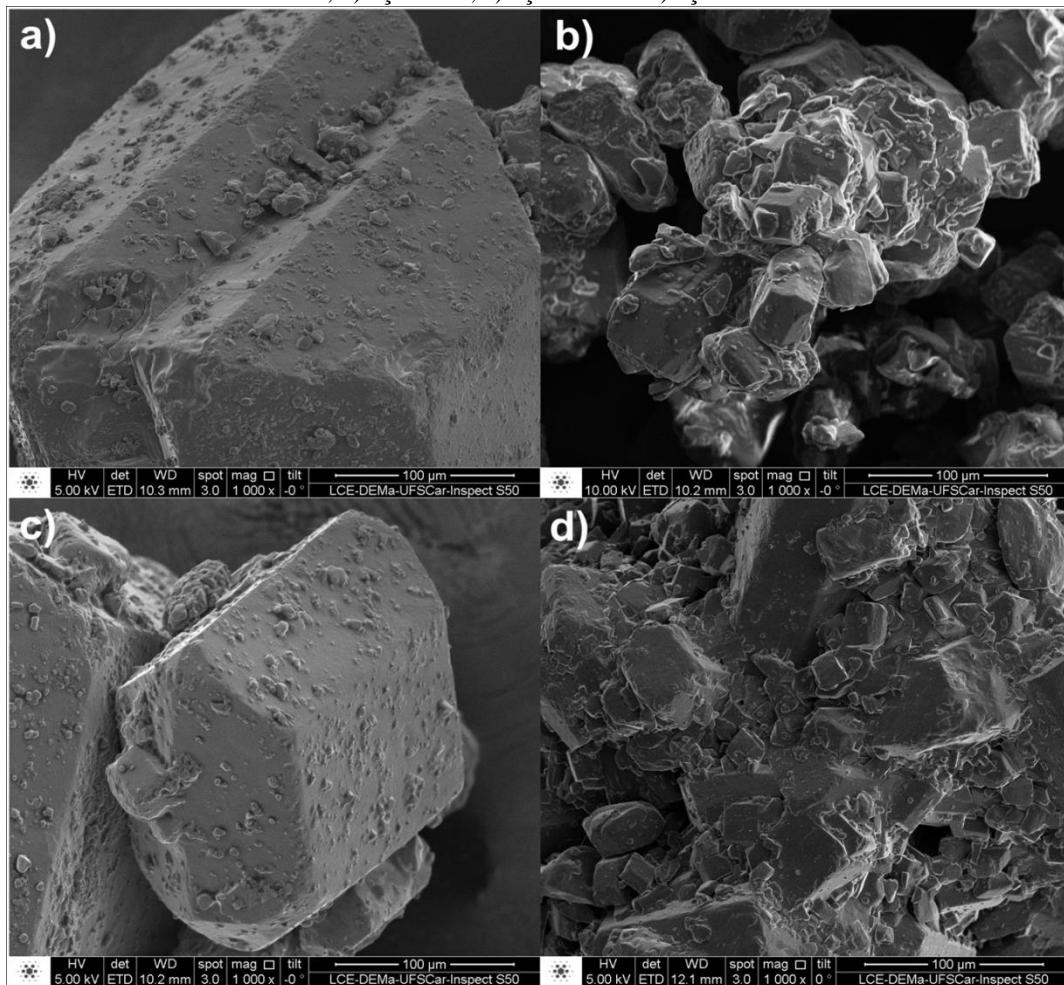
Figura 4.2. - Micrografia obtida por microscópio eletrônico de varredura com magnitude 100x. a) açúcar GS; b) açúcar IS; c) açúcar VS e d) açúcar RS.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).



Figura 4.3 - Micrografia obtida por microscópio eletrônico de varredura com magnitude 1000x. a) açúcar GS; b) açúcar IS; c) açúcar VS e d) açúcar RS.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Gijón-Arreortúa e Tecante (2015) obtiveram micrografias de açúcar IS e também afirmaram que essas partículas possuem formato irregular (com angulações heterogêneas) e baixa esfericidade. Tanto o formato como algumas características da superfície das partículas dependem do processo no qual tais materiais foram submetidos, a começar pelo processo de cristalização que é o maior responsável pela definição do tamanho dos cristais. Da mesma forma, as etapas que antecedem (clarificação do caldo, por exemplo) ou que sucedem a cristalização (secagem, por exemplo) podem modificar as propriedades físicas dos cristais, levando cada material a apresentar propriedades muito particulares, daí a dificuldade em se comparar dados pré-existentes na literatura.

#### **4.1.3. Conteúdo de umidade**

Após abertas as embalagens comerciais, as umidades de cada tipo de açúcar foram obtidas e seus respectivos valores em base úmida são mostrados na Tabela 4.2. Os desvios padrões altos para as amostras GS e VS devem-se principalmente a umidades muito baixas inerentes desses materiais, pois nessas condições, menor é a precisão da medida gravimétrica. A presença de água em meio particulado intensifica forças de coesão devido à intensidade das pontes líquidas. Duffy e Puri (1996) concluíram que um aumento de apenas 3% na quantidade de água presente em açúcar provoca um grande aumento na força coesiva de 1,6 para 13,1 kPa.

Na indústria produtora de açúcar, os máximos permitidos variam em torno de 0,05 e 0,15% para os tipos mais utilizados como matéria prima, que são os açúcares VS e GS (USINA ALTO ALEGRE, 2016). Todos os açúcares utilizados foram obtidos comercialmente, com exceção do VS (que foi fornecido diretamente pela usina produtora), e concordam com os valores limites estipulados, exceto o açúcar RS que apresenta umidade mais elevada, possivelmente devido a processos de transporte e armazenagem até seu envase final. Com base nos valores de umidade, foi estimado o nível de saturação da água presente em cada material, através da Equação 2.5.

Os valores encontrados são apresentados na Tabela 4.2., e seguindo a classificação sugerida no trabalho de Althaus e Windhab (2012), todos os materiais estão dentro da faixa que categoriza a água presente como no estágio de saturação conhecido como “pendular” ( $S < 25\%$ ). Nesta saturação a água não contribui para o estabelecimento de forças coesivas, contudo em alguns casos as diferenças nas

umidades dos materiais são significativas e podem influenciar a compactação e fluidez dos açúcares.

Tabela 4.2. - Umidade e níveis de saturação da água em leitos de açúcares comerciais.

<b>Tipo de açúcar</b>	<b>u.b.u. (%)</b>	<b>S (%)</b>
<b>GS</b>	0,03±0,02	0,07
<b>IS</b>	0,17±0,02	0,44
<b>RS</b>	0,31±0,02	0,79
<b>VS</b>	0,06±0,02	0,20

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Os valores obtidos para saturação (S) da água nos açúcares citados não ultrapassaram 1% e podem, portanto, ser considerados materiais secos, ou seja, sem a presença de pontes líquidas que poderiam originar forças de resistência ao escoamento.

#### 4.1.4. Massa específica real

A massa específica real ( $\rho_{\text{real}}$ ) dos 4 tipos de açúcar foram medidas com picnômetro gasoso e o resultado é mostrado juntamente com outras propriedades físicas que serão discutidas nos próximos tópicos, na Tabela 4.3.

Tabela 4.3. - Propriedades físicas de açúcares.

	$\rho_{\text{real}}$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho_{\text{bulk}}$ aerada (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho_{\text{bulk}}$ compactada (g/cm <sup>3</sup> )	<b>Porosidade</b> – $\epsilon$
<b>GS</b>	1,5763±0,0006	0,897±0,006	0,995±0,007	0,431±0,004
<b>IS</b>	1,5998±0,0008	0,629±0,005	0,840±0,009	0,607±0,003
<b>RS</b>	1,5777±0,0006	0,777±0,004	0,949±0,005	0,508±0,002
<b>VS</b>	1,5885±0,0004	0,866±0,005	0,962±0,000	0,455±0,003

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Para todas as amostras foram encontrados valores próximos, de 1,6 (com variação de apenas 0,0235 g/cm<sup>3</sup> entre o menor e o maior valor). Esse valor desconsidera possíveis porosidades internas, uma vez que o gás penetra os poros e retorna um valor mais próximo possível ao volume ocupado apenas pela matriz sólida. Assim, como todos os sólidos possuem quimicamente a mesma composição, o resultado foi próximo, como era esperado. De acordo com o banco de dados do IFA (2016), a sacarose cristalina possui densidade real de 1,5737 g/cm<sup>3</sup> na temperatura ambiente, valor muito próximo ao reportado. Fitzpatrick *et al.* (2004) também avaliaram

propriedades físicas e de fluxo de diferentes alimentos e pó e encontraram  $1,610 \text{ g/cm}^3$  para açúcar, valor pouco acima ao encontrado para os 4 tipos explorados neste trabalho. Existe uma relação entre a composição química e o processamento dos açúcares, e pelo fato de que o açúcar utilizado nos diversos estudos é obtido em países diferentes, isso pode ter atribuído tal diferença na densidade real da partícula.

Há ainda, um diagrama de classificação quanto à fluidez proposta por Geldart (1973). A densidade do ar foi negligenciada no cálculo da diferença ( $\rho_r - \rho_{ar}$ ) uma vez que  $\rho_{ar} \ll \rho_p$  e utilizando o  $D_s$  como diâmetro médio das partículas, foi possível classificar os açúcares como mostra a Tabela 4.4.

Tabela 4.4. - Classificação de Geldart para açúcares.

<b>Tipo de Açúcar</b>	<b>Grupo</b>	<b>Característica</b>
<b>VS</b>	B	Materiais granulares, baixa expansão do leito.
<b>RS</b>	B	
<b>GS</b>	B	
<b>IS</b>	A	Fluidização homogênea com expansão significativa do leito.

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

O açúcar tipo IS, de granulometria mais fina, foi o único que se inseriu no grupo A. Em termos de propriedades de escoamento de sólidos, a pior classificação seria a C, que indica partículas finas e coesivas, como reportado por De Campos e Ferreira (2013) para óxido de alumínio e pó de cerâmica. Em princípio, estas partículas apresentam maior tendência à coesão e, portanto, maior resistência ao escoamento.

#### **4.1.5. Porosidade do leito solto**

Valores de porosidade média dos leitos constituídos por partículas de açúcar, calculados a partir da Equação 2.3, são apresentados na Tabela 4.3. (sessão 4.1.4.). Tais resultados podem estar diretamente relacionados com distribuições granulométricas e também com o formato das partículas. A porosidade de um sistema particulado tem grande interesse nos processos de transferência de calor e massa, uma vez que tais espaços vazios podem ser preenchidos com gases, líquidos ou até mesmo outras partículas menores presentes no meio.

Açúcar IS apresentou a maior porosidade, apesar de ser o particulado mais fino. Isso acontece, pois em leitos particulados de baixa granulometria, a presença acentuada das forças interparticulares do tipo van der Waals e/ou eletrostáticas que contribuem para um aumento na coesão dessas partículas, pode aumentar também, a tendência à formação de aglomerados, tornando a porosidade do leito maior. Gijón-Arreortúa e Tecante (2015) avaliaram a porosidade de açúcar IS, obtendo o valor de 0,671, muito próximo do valor encontrado de 0,607.

Já os açúcares do tipo VS e GS, apresentaram porosidades semelhantes entre si e menores que IS. RS por sua vez, apresentou distribuição granulométrica ampla, e isso caracterizou sua porosidade como intermediária entre os testados.

#### **4.1.6. Densidade *bulk* aerada e compactada**

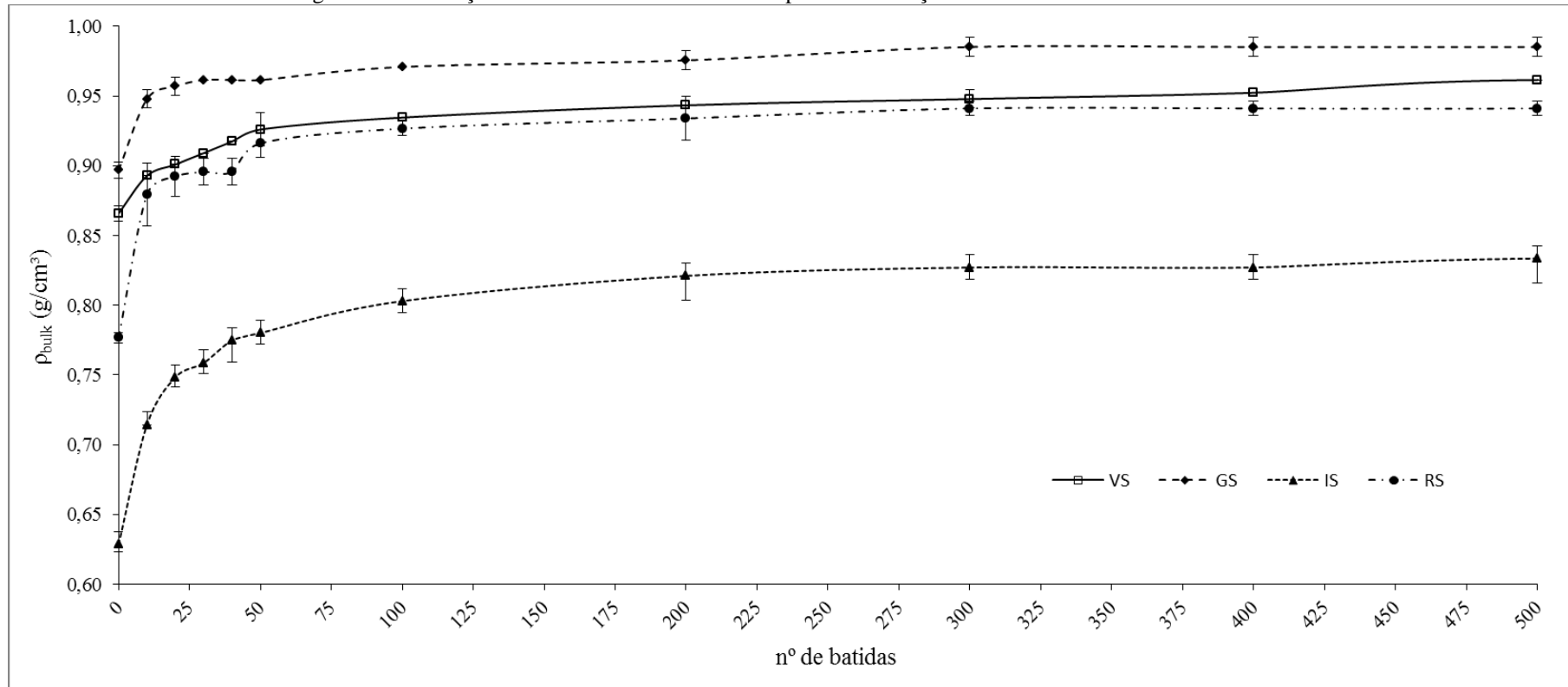
As densidades *bulk* aerada e compactada dos leitos de partículas dos açúcares estudados são apresentadas na Tabela 4.3. (seção 4.1.4.). Na condição inicial (aerada, sem compactação), a menor densidade foi encontrada para o açúcar confeito. O fato de que partículas finas apresentam maior área para atuação das forças interparticulares aumenta a tendência à formação de aglomerados e resulta na formação de maior quantidade de espaços vazios durante a acomodação do material, conferindo maior volume ocupado para uma dada massa de material e, portanto menor densidade. Já os açúcares do tipo GS e VS, apresentam morfologia e distribuição granulométrica semelhante e isso se reflete na acomodação do leito, uma vez que essas partículas apresentaram densidades muito próximas. O açúcar RS, que possui distribuição granulométrica com tamanhos intermediários, apresentou também valores intermediários de densidades e porosidades entre os tipos IS e VS/GS.

Na caracterização de um leito de partículas, as densidades antes e após o processo de compactação são dados importantes, pois a maneira na qual cada pó ou sistema particulado tende a se acomodar varia de acordo com as propriedades físicas das partículas presentes no sistema. Para um sistema de partículas com formatos regulares e tamanhos uniformes (*e.g.*, esferas de vidro perfeitamente rígidas) poderia se esperar uma densidade constante, pois não há mudança no arranjo antes e após o sistema sofrer compactação (seja esta por aplicação de pressão – estática, ou por vibração – dinâmica).

É interessante avaliar a cinética de acomodação dos materiais aqui estudados, através da sua curva de compactação.

A fim de verificar o comportamento dos açúcares quando submetidos à processos de compactação, construiu-se um gráfico de densidade em função do número de batidas procedidas em equipamento Tap 2S da Logan. Os gráficos que apresentam as curvas para os 4 materiais estudados podem ser vistos na Figura 4.4. A densidade crescente atribui-se à eliminação dos poros durante a compactação, fazendo com que uma mesma massa ocupe volumes cada vez menores. IS e RS apresentam cinéticas de compactação mais próximas entre si, indicando que pós mais finos tendem a se acomodar rapidamente pois apresentam maior porosidade (por motivos apontados no tópico anterior), eliminando espaços vazios com poucas batidas. Já VS e GS que são tipos com maiores semelhanças físicas entre si, a menor porosidade inicial do leito implica em uma cinética de compactação mais lenta. Para todos os açúcares, a variação da densidade até a batida de número 100 é alta e após esse ponto, a medida encontra-se dentro da incerteza experimental.

Figura 4.4. - Variação de densidade *bulk* de leitos de partículas de açúcar de acordo com número de batidas.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Vários trabalhos são encontrados na literatura (ABDULLAH; GELDART, 1999; BODHMAGE, 2006; MICH *et al.*, 2015; ZENEBON; PASCUET; TIGLEA, 2008) acerca do estudo do comportamento de pós durante um processo de compactação dinâmica (geralmente reportados como densidade *bulk* x número de batidas ou índice de Hausner x número de batidas, o que é equivalente, uma vez que o índice de Hausner é sempre proporcional à variação da densidade, como visto na Equação 2.8).

À exemplo de Abdullah e Geldart (1999) que testaram diferentes metodologias para diferentes tipos de materiais (variando-se a concentração de finos e morfologia), um aumento no tamanho médio de partículas exerce uma grande influência no arranjo das partículas no leito uma vez que essas promovem maior volume de espaços vazios e devido ao fenômeno de segregação, partículas finas vão ocupar somente os poros do extremo inferior do leito, fazendo com que tanto os poros intermediários quanto os superiores permaneçam desocupados, dificultando o aumento da densidade.

#### 4.1.6.1. Modelo de compactação proposto por Mallol *et al.* (2008)

Os dados experimentais foram ajustados, com auxílio do software computacional Origin - Pro8®, à um modelo matemático (Equação 4.1) proposto por Mallol *et al.* (2008) que descreve a cinética de compactação de partículas de quartzo com base nos graus de avanço da compactação -  $\xi$  (Equação 4.2).

$$\xi = \left( 1 - f e^{\left(\frac{-N}{N_1}\right)} + (f - 1) e^{\left(\frac{-N}{N_2}\right)} \right) \times \xi_{max} \quad 4.1$$

onde,

$f$  representa a fração de amostra compactada pela eliminação dos poros grandes;

$N_1$  representa o número de batidas na qual 63% dos poros grandes são eliminados, e

$N_2$  representa o número de batidas na qual 63% dos poros pequenos são eliminados.

$$\xi = \frac{V_{p0} - V_p}{V_{p0}} \quad 4.2$$

onde,

$V_{p0}$  é o volume de poros inicial (antes da compactação) e

$V_p$  é o volume de poros em uma determinada batida.



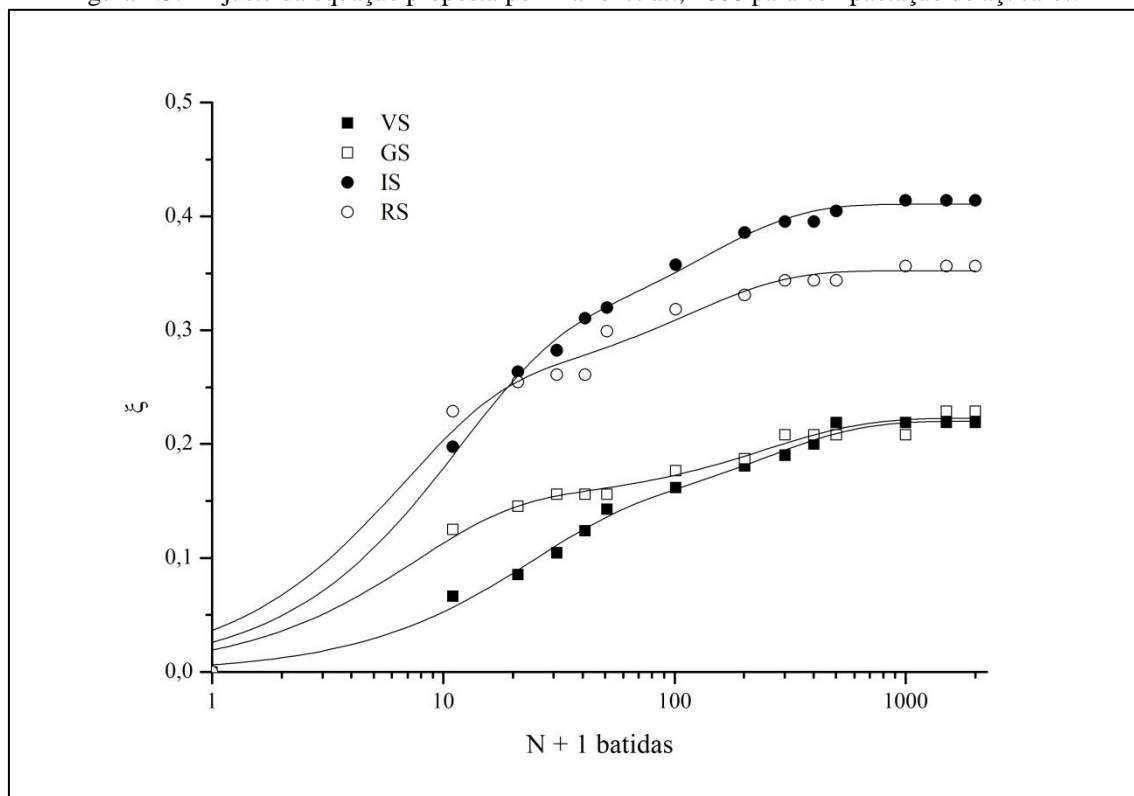
O volume de poros foi calculado através da Equação 4.3 a seguir.

$$V_p = V_l - \frac{m_l}{\rho_r} \quad 4.3$$

Entre os 3 parâmetros ajustados, apenas  $N_2$  não é afetado pelo tamanho de partícula nem pelo método de preenchimento. Além disso,  $f$  está diretamente relacionado com o início da compactação, já que poros grandes são mais facilmente eliminados que os poros pequenos, representando, portanto, o perfil de compactação no início do processo.

A equação proposta por Mallol *et al.* (2008) para descrever a cinética de compactação por vibração em partículas de quartzo com distribuição monomodal foi ajustada para os açúcares estudados, e o ajuste pode ser visualizado na Figura 4.5., a seguir (pontos representam dados experimentais e linha contínua representa o modelo ajustado).

Figura 4.5. - Ajuste da equação proposta por Mallol *et al.*, 2008 para compactação de açúcares.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

A Tabela 4.5. apresenta os parâmetros fornecidos por cada modelo de compactação ajustado para os diferentes tipos de açúcar.

Tabela 4.5. - Parâmetros ajustados ao modelo de compactação da Equação 4.1 e valores de  $\xi_{máx}$  para os 4 tipos de açúcar.

	$f$	$N_1$	$N_2$	$\xi_{máx}$
<b>IS</b>	0,67	9	135	0,41
<b>GS</b>	0,65	6	298	0,23
<b>RS</b>	0,67	4	110	0,36
<b>VS</b>	0,58	19	221	0,22

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Os valores de  $\xi_{máx}$  indicam que a maior porcentagem de poros eliminada durante toda a compactação (poros grandes e pequenos) foi para amostras de IS, com redução de 41% em relação ao volume total de poros inicial. Um pouco menos foi observado para RS (36%) e praticamente o mesmo valor para as amostras GS e VS (23 e 22%). Em relação ao parâmetro  $f$ , os valores obtidos para IS, GS e RS foram iguais ou muito próximos, enquanto que VS apresentou um valor menor (0,58 ou 58%). Isso significa que um menor volume de amostra de VS foi compactada pela eliminação dos poros grandes. Aqui, cabe a análise da presença mais acentuada de partículas grandes (já que VS possui  $D_{90}$  relativamente maior do que todas as outras amostras), o que leva essa amostra a apresentar comportamento menos coesivo. Para GS, um valor pouco maior é encontrado (65% da amostra é compactada inicialmente). Já para IS e RS, que são as amostras com maior quantidade de partículas finas, 67% do volume total de amostra foi compactada inicialmente, evidenciando a presença de partículas finas que conseguem ocupar os poros vazios.

Os parâmetros  $N_1$  e  $N_2$  referem-se à redução do volume de poros do leito, sendo o primeiro mais relacionado à cinética de acomodação das partículas (eliminação dos poros grandes), e o segundo, mais relacionado com o final do processo, quando a cinética é muito lenta (eliminação dos poros pequenos, mais difíceis de serem ocupados). Como visto na Tabela 4.5. a cinética é mais rápida para a amostra RS que necessita de apenas 4 batidas para que 63% de seus poros grandes sejam extinguidos, seguido de GS que precisa de 6 batidas e IS, 9 batidas. Esse resultado não era esperado, uma vez que IS foi a amostra com maior porosidade do leito solto e também com maior número de partículas menores, além de se apresentar como a amostra mais compressível entre os 4 tipos estudados (maior porosidade média). Assim, esperava-se que essa fosse a amostra de cinética mais rápida. No entanto, nota-se que a formação de aglomerados,

o tamanho primário da partícula deixa de ser representativo e seria necessário um conhecimento do tamanho dos aglomerados para tal afirmação. O valor mais alto de  $N_1$  foi encontrado para VS (19 batidas) reafirmando que a presença de partículas mais grosseiras diminui a coesividade e reduz o grau de compactação do leito particulado, apresentando cinética mais lenta.

Por fim, o parâmetro  $N_2$  não seguiu o mesmo comportamento de  $N_1$ , indicando que a eliminação dos poros pequenos não se dá da mesma maneira que a eliminação dos poros grandes. A única exceção foi RS, que assim como  $N_1$ , também apresentou o menor valor, seguido de IS, VS e por último, GS. É necessário mais que o dobro do número de batidas para eliminação de 63% dos poros pequenos em GS do que IS. Isso ocorre pois a segunda amostra possui uma quantidade muito maior de partículas finas ( $D_{10} = 44 \mu\text{m}$ ) do que a primeira ( $D_{10} = 276 \mu\text{m}$ ), dificultando assim, a ocupação dos poros pequenas por essas partículas.

Os parâmetros estatísticos usados para verificação da qualidade do ajuste são apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6. - Parâmetros estatísticos da equação de ajuste proposta por Mallol *et al.*, 2008 aplicada para açúcares.

	<b>SQR</b>	<b>ERM (%)</b>	<b>R<sup>2</sup></b>
<b>GS</b>	0,000500	2,06	0,9896
<b>IS</b>	0,000436	1,23	0,9976
<b>RS</b>	0,000909	2,02	0,9926
<b>VS</b>	0,000396	3,66	0,9935

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

SQR representa a soma do quadrado dos resíduos que é o desvio observado em torno da média estimada para o tratamento, ou seja, é a variabilidade dos dados obtidos com os dados estimados, e quanto mais próximos de zero, melhor será o ajuste. Para os materiais temas de estudo deste trabalho, todos os valores foram muito próximos à zero, o que é um bom indicativo da qualidade do ajuste proposto.

ERM é o erro relativo médio e expressa o quanto os dados ajustados se distanciam dos dados experimentais. Para tal parâmetro, o maior valor foi para a amostra com maior porcentagem de partículas grosseiras (VS), mas todos os valores são adequados e indicam um bom ajuste dos dados ao modelo. Para todas as amostras, um

coeficiente de correlação ( $R^2$ ) muito próximo de 1 foi encontrado, o que caracteriza a equação do ajuste como uma boa representação dos dados experimentais.

Assim, pode-se inferir que a equação proposta representou adequadamente as partículas de açúcar do presente trabalho.

## 4.2. Propriedades de Fluxo de açúcares comerciais

Nesta sessão, serão reportados os dados de fluidez de açúcares, obtidos por testes clássicos e por testes de fluxo derivados de reometria de sólidos.

### 4.2.1. Índice de Hausner

A Tabela 4.7. apresenta os valores obtidos para o índice de Hausner de diferentes tipos de açúcar e sua classificação de fluxo. O maior valor encontrado, foi o açúcar IS, como esperado, indicando que este é o material que apresenta pior fluidez. Os açúcares GS e VS apresentaram valores similares para o índice de Hausner, o que era esperado já que suas propriedades físicas e morfológicas diferem muito pouco entre si. Por fim, um valor de índice de Hausner maior que o encontrado para os açúcares VS e GS e menor que o de IS, foi obtido para o açúcar RS, que apesar de apresentar ampla distribuição granulométrica possui diâmetro médio menor, o que favorece a ação de forças interparticulares como forças de van der Waals e eletrostáticas, aumentando portanto a coesividade deste material.

Tabela 4.7. - Índice de Hausner para diferentes tipos de açúcar e classificação do fluxo segundo a *European Pharmacopeia*.

	HR (-)	Classificação do fluxo
<b>GS</b>	1,10±0,00	Excelente
<b>IS</b>	1,33±0,04	Passável
<b>RS</b>	1,21±0,01	Razoável
<b>VS</b>	1,11±0,01	Excelente

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Como pôde ser observado, nenhum açúcar teve seu fluxo classificado como “difícil” nas condições analisadas.

O índice de Hausner, apesar de ser uma medida relativamente simples na análise de fluxo de leitos particulados, ainda é considerado um método empírico e de baixa precisão. Contudo, ainda é bastante aplicado nas indústrias, por ser rápido e de custo muito baixo. Saw *et al.* (2015) estudaram a correlação entre parâmetros de fluxo

obtidos por célula de cisalhamento angular (Brookfield Engineering Laboratories Inc., USA) e a classificação do fluxo, através do índice de Hausner, encontrando maior correlação para os materiais que eram classificados como coesivos ou muito coesivos. Tais resultados indicaram que os materiais de classificação “livre escoamento” ou “escoamento fácil” merecem atenção quanto aos estudos de fluidez, pois as propriedades de fluxo obtidas por diferentes métodos para esses materiais nem sempre são concordantes. No entanto essas duas medidas implicam em condições diferentes de propriedades de escoamento, sendo o índice de Hausner uma metodologia *quasi-estática* e o teste de cisalhamento, dinâmico. Deve-se considerar, portanto, a finalidade desejada para escolher o método mais adequado.

Para os materiais de características mais granulares, torna-se necessário levar em conta não somente as propriedades do leito, mas também as possíveis alterações que tais materiais venham a sofrer durante um determinado processo de transporte ou mesmo durante a estocagem, como aumento de umidade do material ou diferenças na distribuição granulométrica devido à processos de fricção.

#### **4.2.2. Ângulo de Repouso**

O ângulo de repouso de um material sólido particulado pode ser analisado de forma estática e dinâmica. Ambos os resultados obtidos por essas medidas são apresentadas nesta sessão e seus valores são analisados quanto à fluidez dos açúcares.

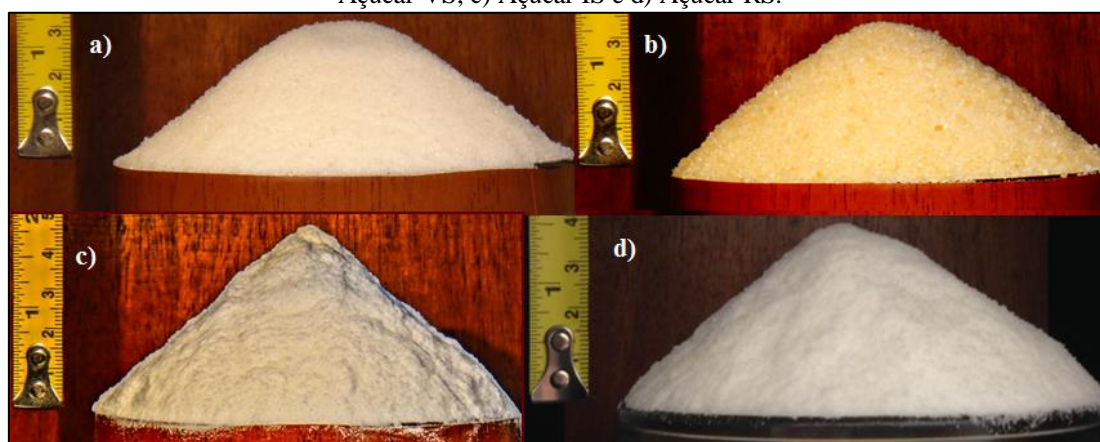
##### **4.2.2.1. Ângulo de repouso estático**

O ângulo de repouso estático ( $AR_e$ ) é considerado uma medida de rápida análise que caracteriza a fluidez de um sólido particulado em condições de descarga, sendo que quanto menor o  $AR_e$ , mais facilmente ele escoar. Os resultados apresentados na Tabela 4.8. mostram que os açúcares GS e VS possuem o menor  $AR_e$ , e que portanto, podem ser classificados como os materiais de melhor fluidez dentre os tipos estudados. Já os açúcares IS e RS também apresentaram valores próximos se considerados os desvios padrão, e foram classificados como os tipos de fluxo mais difícil. Os valores mais baixos para os açúcares GS e VS estão possivelmente relacionados às propriedades inerentes ao cristal (formato angular de arestas bem definidas conforme apresentado na Figura 4.2.), mas principalmente às suas características físicas como granulometria maior que os outros tipos. A pilha formada apresenta angulações menores, pois apesar

do atrito presente, tais partículas são capazes de deslizar umas sobre as outras mais facilmente que partículas menores.

Já em relação aos outros tipos (RS e IS), com formato irregular e distribuição granulométrica menor, ocorre o inverso. A presença de partículas finas intensifica as forças interparticulares devido ao aumento da área específica. Assim, a coesividade do material aumenta o que leva à formação de pilhas mais altas e com picos bem definidos, como pode ser visto na Figura 4.6.

Figura 4.6. - Pilhas de açúcares formadas para medida de ângulo de repouso estático. a) Açúcar GS; b) Açúcar VS; c) Açúcar IS e d) Açúcar RS.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Tabela 4.8. - Ângulo de repouso estático e classificação de acordo com a European Pharmacopeia (2010).

	$AR_e$ (°)	Classificação do fluxo
<b>GS</b>	31±1	Bom
<b>IS</b>	40±1	Razoável
<b>RS</b>	38±1	Razoável
<b>VS</b>	32±1	Bom

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Entretanto, de acordo com a European Pharmacopeia (2010) mesmo os açúcares com ângulos de repouso mais altos têm os fluxos classificados como “razoável”, como mostra a Tabela 4.8. Assim, diz-se que os valores para o ângulo de repouso estático não indicaram dificuldades na fluidez dos tipos de açúcar analisados neste trabalho.

Gijón-Arreortúa e Tecante (2015) analisaram propriedades físicas e de fluxo de açúcar IS e encontraram um valor próximo a 55° para medida de ângulo de repouso estático, valor maior que o encontrado neste trabalho. Isso provavelmente está

relacionado ao fato de que, no estudo destes autores, a mediana foi de  $D_{50} = 20,98 \mu\text{m}$  enquanto que aqui, valores próximos de  $77 \mu\text{m}$  foram encontrados para  $D_{50}$  de açúcar IS, pois é notório que quanto menor for a granulometria, maior será o comportamento coesivo, portanto maior o ângulo de repouso. Também, o conteúdo de umidade aqui reportado foi de 0,2 %, enquanto que para o açúcar dos autores mencionados anteriormente, esse valor foi de 1 %. Assim, maiores porcentagens de água presente na amostra e granulometria mais fina ocasionam piora na fluidez, conferida pelo maior valor do ângulo de repouso estático reportado por estes autores.

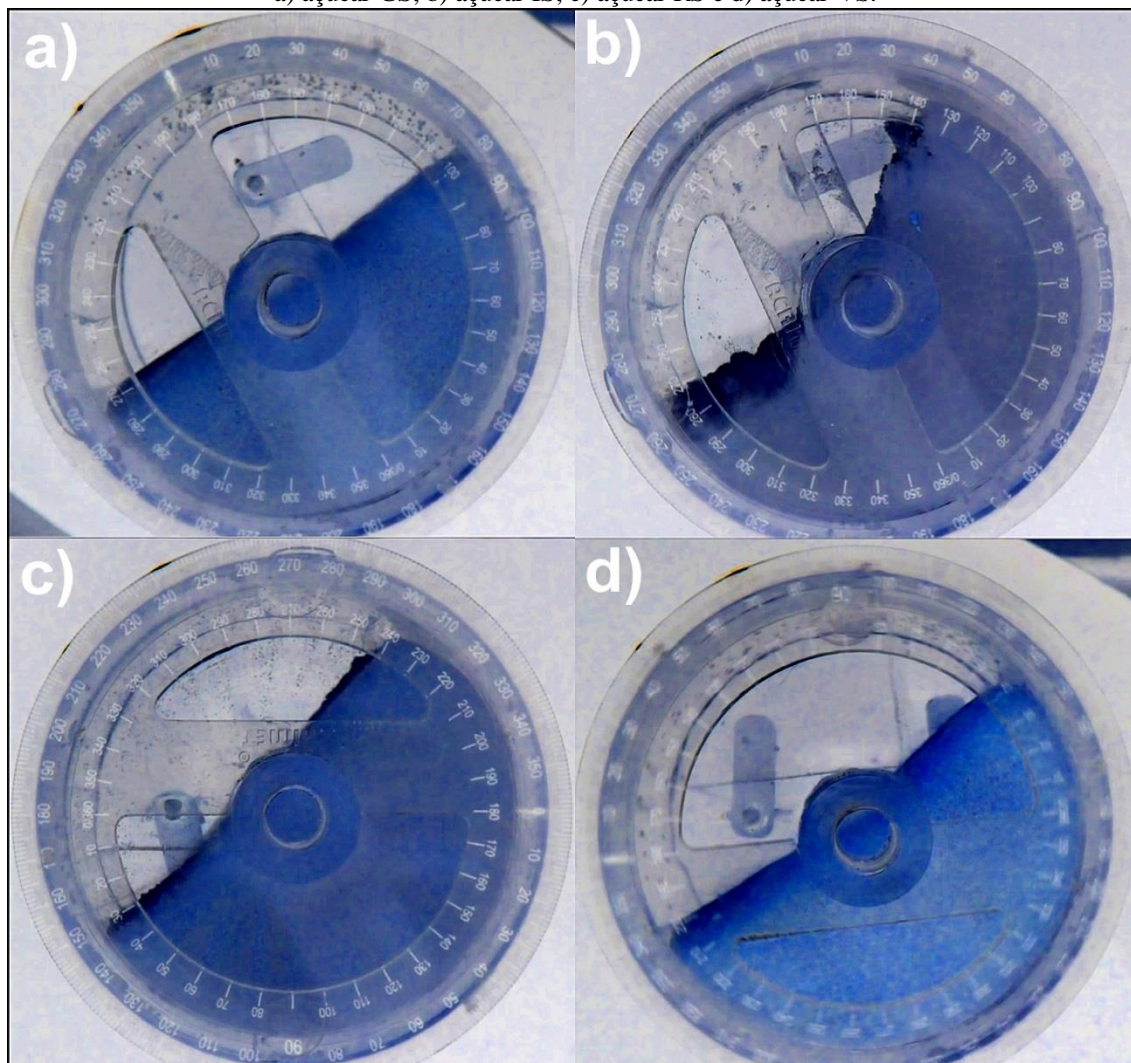
Por outro lado, deve-se tomar cuidado ao se realizar análise comparativa entre esses dados. Por exemplo, um estudo realizado por Szulc e Lenart (2010), analisou amostras de açúcar com umidade de 0,4% e granulometria  $D_{50} = 208 \mu\text{m}$ , valores dentro da faixa de estudo reportados neste trabalho. O valor obtido foi de  $53^\circ$  para o ângulo de repouso, valor acima dos reportados. Nesse caso, esse valor para o ângulo não era esperado, mas por ser considerada uma medida muito dependente do operador e dos critérios de análise por ele utilizados, esses dados são de difícil comparação. Também, a caracterização dos materiais deve ser bem explorada, a fim de se evitarem tais diferenças na comparação dos dados.

#### **4.2.2.2. Ângulo de repouso dinâmico**

O ângulo de repouso dinâmico ( $AR_d$ ) é importante na caracterização de fluxo de materiais particulados por fornecer uma ideia mais próxima do comportamento desses sólidos em condições de movimento.

Para observação dos tipos de interface entre a superfície pó/ar no interior do cilindro verificados experimentalmente, algumas imagens obtidas são apresentadas na Figura 4.7.

Figura 4.7. - Representação de imagens obtidas para medida do ângulo de repouso dinâmico em açúcares. a) açúcar GS; b) açúcar IS; c) açúcar RS e d) açúcar VS.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Foram realizados testes preliminares a fim de verificar qual a rotação mínima que permitia a visualização de uma superfície pó/ar com menores irregularidades possível. Os valores encontrados foram de: 2 rpm para GS, RS e IS e 7 rpm para VS.

Os resultados de  $AR_d$  obtidos para os açúcares são apresentados na Tabela 4.9. Não há na literatura, dados de classificação para análise do  $AR_d$ , da mesma forma que se pode encontrar para o  $AR_e$  e para o HR (Quadro 2.3.), portanto apenas infere-se sobre a fluidez comparando os resultados entre si, sendo o menor ângulo indicativo de maior fluidez e vice-versa.



Tabela 4.9. - Ângulo de repouso dinâmico para diferentes tipos de açúcar.

	$AR_d$ (°)
<b>GS</b>	41±1
<b>IS</b>	55±5
<b>RS</b>	50±4
<b>VS</b>	40±1

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Nota-se que há relação entre  $AR_e$  e  $AR_d$  pois a ordem de classificação do fluxo manteve-se a mesma, sendo GS e VS os de menor ângulo e IS e RS, de fluxo mais difícil, com maior ângulo. Para estas duas amostras, no entanto, o desvio padrão para o  $AR_d$  foi maior do que o desvio no  $AR_e$ . As medidas de ângulo de repouso dinâmico também são dependentes do operador. Dependem também do regime de escoamento no interior do tambor, que varia dependendo da velocidade de rotação ajustada (cascata, avalanche, e outras nomenclaturas adotadas). Ao variar-se a velocidade de rotação procurou-se adotar uma padronização, operando sempre no mesmo regime de escoamento. Contudo, nos caso de pós finos a interface formada é irregular (Figura 4.7.), o que torna a medida mais sujeitas à incertezas.

Através das imagens obtidas nas filmagens do cilindro em rotação, foi possível observar que cada açúcar apresentou comportamentos diferentes entre si conforme mostra a Figura 4.8.

Figura 4.8. - Imagens obtidas de vídeos gravados durante o escoamento de açúcares em cilindro rotativo. Cada fileira representa imagens consecutivas de um tipo de açúcar. Fileiras (de cima para baixo): Açúcar GS, açúcar IS, açúcar RS e açúcar VS.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

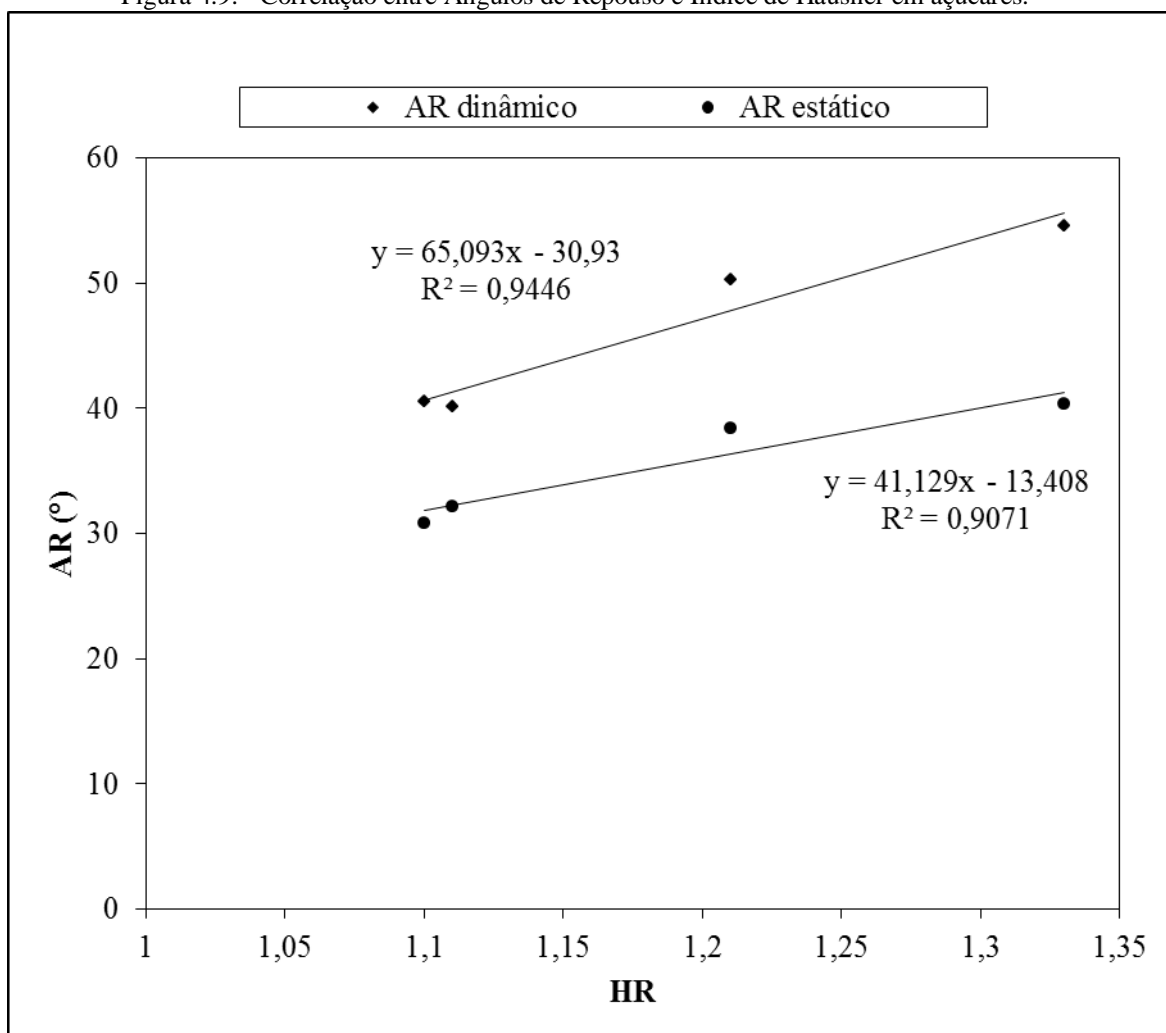
Na superfície formada entre o material analisado e o ar contido no cilindro, um formato “S” foi observado para rotações maiores que 15 rpm indicando o desenvolvimento de um perfil de escoamento contínuo, característico de materiais granulares, o que também ocorreu nos estudos de Castellanos *et al.* (1999) para partículas de areia (180 – 350  $\mu\text{m}$ ) em rotação de 20 rpm. Porém, isso é ruim para medida do ângulo de repouso, que requer um perfil conhecido como “cascata” onde maiores são as chances do desenvolvimento de uma interface planar, o que ocorre em rotações mais baixas.

Lumay *et al.* (2012) testaram diferentes materiais (coesivos e não coesivos) em tambor rotativo (GranuDrum) em 4, 6 e 10 rpm e verificaram que as forças de atração mais intensas nas frações mais finas exercem importante papel no fluxo dos materiais particulados. Para partículas de carvão de silício de diferentes tamanhos (5 à 250  $\mu\text{m}$ ), constatou-se que há um decréscimo no ângulo de repouso quando as partículas são menores que 50  $\mu\text{m}$  e após essa faixa granulométrica, o pó apresenta  $AR_d$  constante. Tal variação decrescente do ângulo com o diâmetro de

partícula (quando  $d < 50 \mu\text{m}$ ) não foi observada em todas as rotações. Essas oscilações ocorreram, muito provavelmente devido às forças de coesão predominantes sobre as forças gravitacionais em partículas pequenas, levando à maior propensão a formar aglomerados e, portanto, o escoamento ocorre de forma intermitente (também conhecido como escoamento “em blocos”), aumentando o erro da medida.

A fim de verificar a existência de uma possível correlação entre dois valores amplamente utilizados na classificação do fluxo de materiais particulados (Índice de Hausner e Ângulo de repouso), a Figura 4.9. apresenta um gráfico com valores de AR no eixo  $y$  em função de HR no eixo  $x$ .

Figura 4.9. - Correlação entre Ângulos de Repouso e Índice de Hausner em açúcares.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Na Figura 4.9. cada ponto do gráfico representa um tipo de açúcar estudado no presente trabalho. Através de análise de regressão linear simples presente na rotina do software Excel® um ajuste foi realizado e verificou-se que existe uma

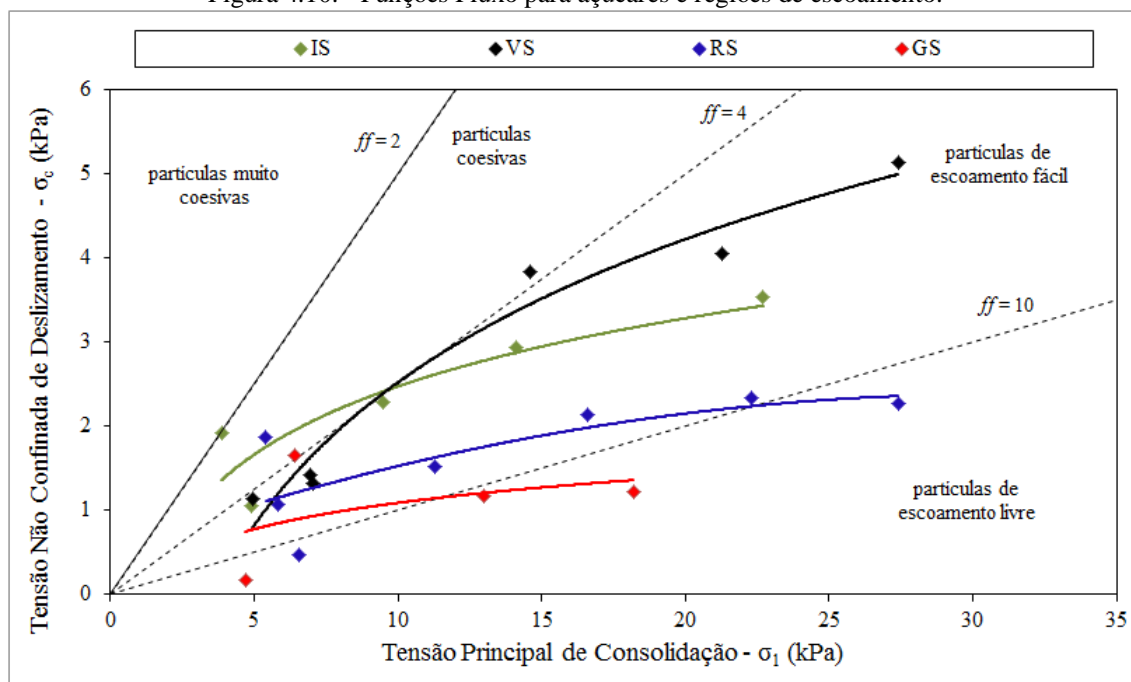
correlação aproximadamente linear entre esses dados, pois o valor encontrado para o coeficiente de correlação foi de 0,9446 e 0,9071 para o  $AR_d$  e  $AR_e$ , respectivamente. Assim, para esses materiais, infere-se que ambas as medidas são representativas da fluidez do material, sendo o  $AR_d$  o que apresentou melhor correlação. Não é necessária portanto, a realização de ambos os testes para verificação das propriedades de escoamento. No entanto, vale ressaltar que poucos pontos foram adotados na elaboração de tal correlação, e seria interessante a abordagem de vários outros tipos de materiais da mesma natureza química para aumentar o grau de certeza da análise.

### 4.2.3. Função Fluxo

Para a construção das funções fluxo foi necessário obter primeiramente os círculos de Mohr (por concisão, estes gráficos, construídos segundo o procedimento descrito no item 3.3.3.1. serão mostrados no Apêndice A) através dos testes de cisalhamento. Só foram reportados os testes nas tensões de consolidação que reproduziram positivamente os valores de tensão de cisalhamento, dos quais foi possível extrair informações sobre os dois círculos (menor e maior), para então obter os pares de tensão não confinada de deslizamento ( $\sigma_c$ ) e tensão principal de consolidação ( $\sigma_1$ ) como visto no tópico 3.3.3.1., os quais representam os eixos  $y$  e  $x$  na função fluxo, respectivamente.

Funções fluxo ilustram como um determinado material particulado se comporta em diferentes tensões normais de consolidação. Para a maioria dos sólidos *bulk*, independente da granulometria, existirá uma tensão de consolidação extremamente baixa que caracteriza o material como escoamento difícil (o que pode ser evidenciado na Figura 4.10. próximo ao ponto  $0,0$ ), e devido a essa dependência do fluxo com a tensão de consolidação, é difícil descrever o escoamento de um sólido particulado com um único valor numérico (SCHULZE, 2010). Neste trabalho, índices de fluxo constantes foram traçados apenas para determinação das regiões de escoamento. Na Figura 4.10. podem ser vistas as funções fluxo para açúcares comerciais. As linhas tracejadas no gráfico representam os índices de fluxo ( $ff$ ) constantes que permitiram a construção das regiões de referência conforme citado anteriormente, sendo a região de fluxo muito coesivo para  $ff < 2$ ; fluxo coesivo para  $2 < ff < 4$ ; fluxo fácil para  $4 < ff < 10$  e fluxo livre para  $ff > 10$ .

Figura 4.10. - Funções Fluxo para açúcares e regiões de escoamento.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Alguns autores como Szulc e Lenart (2010), Teunou, Fitzpatrick e Synnott (1999), diferentemente do que afirmou Schulze (2010), reportam valores de  $ff$  para os materiais estudados, ao invés de gráficos representativos das regiões de escoamento.

Para os dados apresentados neste trabalho, optou-se por avaliar as funções fluxo em toda faixa de consolidação, o que permitiu uma análise mais detalhada devido à abrangência entre as regiões de escoamento. Além disso, o ajuste linear não se mostrou apropriado para obtenção de índices de fluxo. Observou-se que todas as curvas apresentam tendência de aumento da tensão de cisalhamento com a tensão de consolidação e que existe uma dispersão significativa dos pontos em toda faixa de consolidação, particularmente para os açúcares VS e GS.

Para os açúcares com menor granulometria IS e RS, representados pelas curvas verde e azul respectivamente, o comportamento apresentado corresponde ao esperado. Para IS, o aumento da tensão de consolidação faz com que o material passe de um comportamento coesivo para um comportamento de fácil escoamento, enquanto RS apresenta-se dentro da faixa de escoamento fácil ou fluxo livre durante toda faixa de consolidação. Tal diferença em condições mais baixas de consolidação devem-se às forças de coesão mais pronunciadas (van der Waals e possivelmente eletrostáticas) no IS devido a maior quantidade de partículas finas e menor diâmetro médio. Já para os

açúcares granulares GS e VS, representados pelas curvas vermelha e preta respectivamente, uma maior dispersão dos pontos foi observada. Para as amostras de GS, infere-se que durante testes realizados à altas tensões normais de consolidação (12 e 15 kPa) o material sofreu quebras e portanto, interferências inerentes ao próprio material levaram o teste à resultados sem consistência física. Sendo assim, esses pontos não foram incluídos no gráfico da Figura 4.10. No caso de VS a curva se apresentou dentro da faixa de partículas de escoamento fácil em toda faixa de consolidação, o que está de acordo com as propriedades físicas que classificaram esse tipo como o de maior diâmetro médio, sendo menos evidentes a resistência ao escoamento conferida por forças de coesão. Todos os valores utilizados para construção das funções fluxo e também os valores de coesividade encontrados nas diversas tensões de consolidação são mostradas na Tabela A.1 no Apêndice A deste trabalho.

Dessa forma, infere-se com base nos resultados obtidos para os açúcares VS e GS que o reômetro de pós FT4 não reproduz adequadamente os parâmetros de fluxo para partículas de elevada granulometria ( $D_{\text{sauter}} > 500 \mu\text{m}$ ), mas que por outro lado, representa correta e detalhadamente o comportamento de materiais de menor granulometria (como IS e RS) quando submetidos a diferentes tensões de consolidação.

Ainda sobre a função fluxo dos materiais, na região de baixa consolidação verifica-se que a dispersão dos pontos tende a ser mais acentuada. De acordo com a teoria de Mohr, espera-se que exista uma relação crescente entre o estado de consolidação de um sólido particulado e a força cisalhante necessária para que o conjunto de partículas adquira movimento, ou seja, quanto mais compactada a amostra, maior tende a ser a força necessária para iminência do escoamento. No entanto, isso nem sempre ocorre, visto que, conforme as camadas de material se sobrepõem de forma que o plano que separa as camadas fica cada vez mais definido, as forças de atrito podem diminuir à medida que esse deslizamento fica “mais fácil” em superfícies regulares do que em superfícies mais rugosas e irregulares. Freeman (2007) afirma que uma variação de 10% na medida do torque pela célula de cisalhamento provoca uma modificação maior que 100% no resultado da tensão não confinada de deslizamento. Um efeito semelhante foi reportado por Peleg e Mannheim (1973) que avaliaram a relação entre a coesão (obtida por testes de cisalhamento) e a umidade em açúcar de beterraba. Eles concluíram que embora a coesão fosse maior com o aumento da umidade, o filme líquido formado na superfície contribuía com o deslizamento da

célula, atuando como um lubrificante, retornando assim um valor não conclusivo para as funções fluxo deste material.

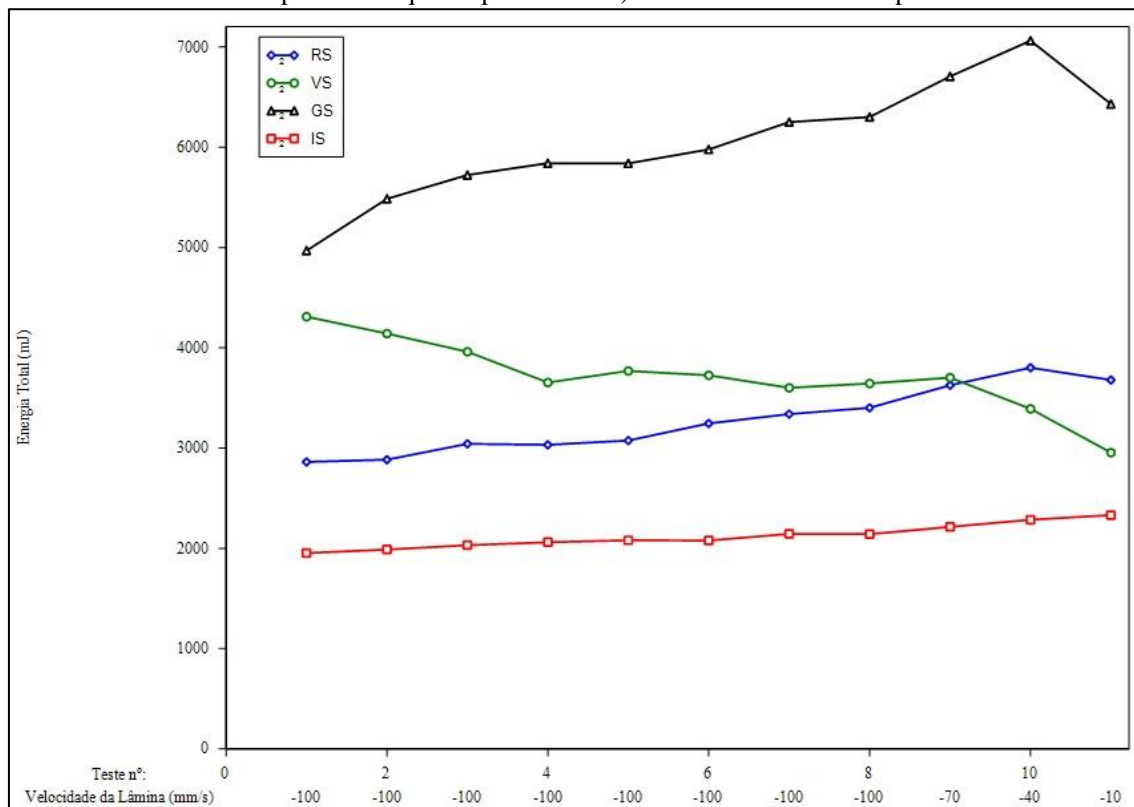
Freeman (2007) estudou materiais não coesivos (três diferentes pós de lactose – na ordem de 100  $\mu\text{m}$ ) e coesivos (talco, lactose moída e calcário – na ordem de 20  $\mu\text{m}$ ). Eles verificaram, por meio de testes de cisalhamento em reômetro FT4, que os sólidos *bulk* classificados como não coesivos não retornaram valores de tensão não confinada de deslizamento ( $\sigma_c$ ), conseqüentemente não puderam ter suas “*yield loci*” representadas e nenhum valor de coesividade (C) foi reportado para esses materiais. No presente estudo, dificuldades semelhantes foram observadas quando lidava-se com partículas maiores (açúcares VS e GS). Como pode ser visto na Tabela A.1. a coesividade as vezes é reportada como um valor negativo, o que é fisicamente inconsistente e indica uma extrapolação da *yield loci*. Koynov, Glasser e Muzzio (2015) realizaram testes de cisalhamento para pós de alumina em duas classes: uma de fluxo livre e outra coesiva. Como resultado, esses autores observaram ampla dispersão nas funções fluxo da alumina de fluxo livre, sugerindo que testes de cisalhamento não são adequados para este tipo de material, o que está de acordo com os resultados obtidos no presente trabalho.

#### **4.2.4. Índice de estabilidade e fluxo variável**

O comportamento de um material particulado quando submetido à alterações em seu estado de repouso pode ser avaliado através do índice de estabilidade (SI). Esse teste é feito com a pá deslocando o pó a uma velocidade de rotação constante, de 100 mm/s. Admite-se que as condições de fluxo são mantidas constantes porque a pá é padronizada e as amostras são homogeneizadas anteriormente a cada teste, e ao girar através do material particulado, o movimento se dá de forma idêntica para todos os materiais, permitindo então a comparação entre os valores da energia dispendida em cada caso.

O gráfico que mostra a variação de energia de acordo com a velocidade da lâmina é apresentado na Figura 4.11.

Figura 4.11. - Testes de estabilidade (até o 7º ponto da esquerda para a direita) e de fluxo variável (do 8º ao 11º ponto da esquerda para a direita) obtidos em reômetro de pós.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

É possível observar que para os materiais de menor granulometria (RS e IS), as linhas praticamente não variam com exceção para o teste de fluxo variável (testes nº 8 à 11) de RS onde ocorre ligeiro crescimento na energia total dispendida pela lâmina, possivelmente porque nessas amostras, o *span* era maior, e tal dispersão na granulometria pode ter afetado o fluxo destes em condições variáveis de perturbação no meio. Já para os outros açúcares de maior granulometria, uma maior variação nos resultados foi observada. Infere-se que, devido ao tamanho elevado dos cristais, podem ter acontecido quebras durante a análise, além de oscilações do próprio equipamento causadas por efeitos de parede, levando à flutuações na energia total de cada teste.

A partir do gráfico apresentado na Figura 4.11., foram calculados os parâmetros de fluxo apresentados na Tabela 4.10. Índice de fluxo variável (FRI), assim como índice de estabilidade (SI) também é um dado representativo do comportamento do material, porém em condições dinâmicas de fluxo, obtido para uma velocidade de rotação variável, que decresce entre os testes, conforme indicado na Figura 4.11 (70, 40 e 10 mm/s, nos testes 8 a 11). Tais parâmetros equivalem à energia de fluxo que é medida pelo reômetro de sólidos quando a lâmina percola o material particulado.



Tabela 4.10. - Parâmetros de fluxo obtidos em teste de estabilidade e fluxo variável em reômetro de pós FT4.

<b>Tipo de açúcar</b>	<b>BFE (mJ)</b>	<b>SI</b>	<b>FRI</b>
<b>RS</b>	3339 ± 190	1,17 ± 0,01	1,08 ± 0,02
<b>VS</b>	3601 ± 39	0,84 ± 0,09	0,81 ± 0,02
<b>GS</b>	6251 ± 737	1,26 ± 0,03	1,02 ± 0,01
<b>IS</b>	2144 ± 52	1,10 ± 0,01	1,09 ± 0,01

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Em relação à BFE, os açúcares VS e RS apresentaram valores próximos. Devido às diferenças na distribuição granulométrica e na morfologia entre esses tipos, esse resultado não era esperado. Tal resultado poderia indicar que nem a morfologia das partículas nem a quantidade de partículas menores influencie na energia dispendida pela lâmina, sabe-se que essa afirmação não é válida, pois a maior quantidade de finos é indicativa de material mais coesivo, e representa maior resistência ao fluxo devido às forças de coesão mais intensas no meio particulado. Assim, maior deveria ser a energia dispendida pela lâmina quando esta percola um leito contendo partículas mais finas. Apesar disso, assim como nas outras análises de fluxo, quando existe uma ampla faixa de distribuição granulométrica, as propriedades de escoamento mostram-se dependentes de outros fatores físicos relacionados à partícula e ao meio particulado, por isso a difícil previsão dos parâmetros de fluxo desses materiais. Por exemplo, o açúcar GS que apresentou propriedades físicas e morfológicas similares às encontradas para o açúcar VS teve a energia dispendida pela lâmina quase duas vezes maior que este último. Para esse resultado, uma possível explicação seria o fato de cristais terem ficados presos entre a lâmina e o recipiente de vidro, visto que durante as análises, ranhuras foram notadas nos recipientes cilíndricos de vidro, conferindo efeito de parede que não deveria estar presente, pois a lâmina deveria ‘sentir’ apenas a resistência do pó. Esse fato leva a questionamentos sobre a adequação da geometria e espessura da lâmina para operar com partículas grandes ( $D_s > 500 \mu\text{m}$ ) como é observado para o tipo VS. Por último, o açúcar IS que possui menor granulometria foi o que ofereceu menor resistência à rotação da lâmina, um resultado oposto ao que se esperava. Existe, no entanto, uma explicação plausível para esse resultado, que consiste no maior volume de poros presentes nos leitos desse material (ver Tabela 4.3). Assim, os interstícios preenchidos com ar facilitam o deslocamento da lâmina. Tal resultado também permite inferir que os

aglomerados que possam coexistir na amostra não exerçam tanta influência quanto a porosidade, e até mesmo pode-se cogitar que, se esses aglomerados favorecerem a formação de espaços vazios, estes acabam por contribuir com o fluxo.

Os índices de estabilidade (SI) encontrados para os açúcares RS e IS foram ligeiramente maiores que 1 e, portanto, com base nos critérios de classificação mostrados na Tabela 2.5, esses açúcares foram pouco afetados pela variação provocada pelo movimento constante da lâmina. GS teve seu fluxo caracterizado como instável uma vez que a energia dispendida pela lâmina ao final do teste foi maior do que no início. Já o açúcar VS retornou valor de SI menor que 1, caracterizando-o como um material particulado também de fluxo instável porém com maiores probabilidades de que a fricção entre as partículas seja o principal responsável pela instabilidade do escoamento. O fato de esta última possuir as maiores partículas dentre os pós testados ( $D_{90} = 1062 \mu\text{m}$ ) aumenta a área sujeita à ação das forças de atrito. As partículas menores estão mais sujeitas à ação de forças coesivas, que contribuem para a formação de aglomerados.

Todos os açúcares com exceção do VS apresentaram FRI muito próximos de 1 e podem portanto, ser considerados materiais que têm sua fluidez pouco afetada nas condições de fluxo impostas pela pá, com base na classificação fornecida na Tabela 2.6. Os três tipos que apresentaram essa classificação, exibem granulometrias e morfologia bem distintas entre si, e dessa forma, não haveria razões plausíveis para que o tipo VS não apresentasse classificação similar. Mas, se analisado o gráfico da Figura 4.11, observa-se que houve diferenças no final de cada curva (teste de fluxo: do 8º ao 11º ponto), sendo que no último ponto, houve uma queda na energia dispendida pela lâmina. Assim explicitado, o valor de FRI não deve ser analisado isoladamente, pois considera apenas o último e o primeiro ponto do teste de fluxo. Somente o açúcar IS apresentou energia praticamente constante durante todo o teste, mostrando que a presença de finos não exerceu influência significativa na variação do fluxo, possivelmente devido à formação de aglomerados e da elevada porosidade do leito. Assim, a análise gráfica complementa a discussão dos resultados dos índices de fluidez, indicando o açúcar IS como aquele menos sensível às variações de fluxo. O açúcar VS comportou-se como o menos estável à variações, mas é possível que o método de medida não tenha sido adequado para este material.

Propriedades de escoamento de misturas de aluminas comerciais foram reportadas por Condotta e Machado (2012). Esses autores utilizaram a mesma metodologia em reômetro de pós FT4 e para BFE, e uma mesma amostra contendo maior porcentagem de finos, também apresentava alta porosidade (75%), mas retornou o valor mais elevado dentre as amostras, indicando maior dificuldade no giro da lâmina. Essa alumina apresentava diâmetro médio de aproximadamente 7  $\mu\text{m}$ , valor muito baixo, e portanto a coesividade desse material era possivelmente muito elevada, dificultando o escoamento, como esperado. O açúcar de pior fluxo apresentado neste trabalho não chegou a ser considerado como material muito coesivo e possui granulometria da ordem de 10 vezes maior que a alumina, o que talvez justifique o comportamento contrário.

#### 4.2.5. Índice de compressibilidade

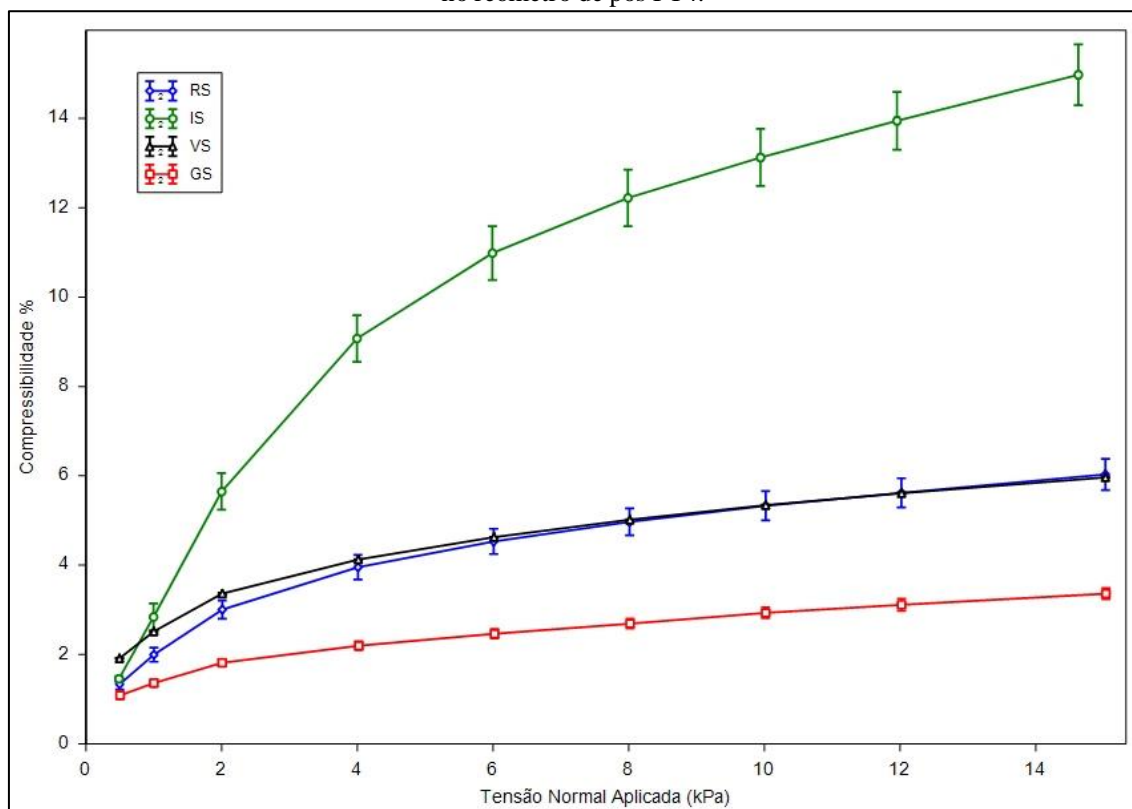
A compressibilidade dos açúcares analisados é representada graficamente na Figura 4.12 onde os índices de compressibilidades determinados pelo reômetro de pós FT4 foi calculado através da Equação 2.13 no tópico 2.6.4.3. deste trabalho. Como pode ser visto, o açúcar IS foi o que apresentou melhor compactação e por ser maior a tendência à formação de aglomerados nesses materiais, foi classificado como a amostra mais coesiva dentre os tipos estudados (o que pode ser reafirmado através do índice de Hausner, visto no tópico 4.2.1. Tal resultado deve-se principalmente à maior porosidade do leito solto desses materiais e pode estar associada também às propriedades físicas características deste material, como a distribuição granulométrica com maior quantidade de finos presentes, o que torna mais fácil a ocupação dos espaços vazios quando o leito é submetido à acomodação/compactação.

Os açúcares RS e VS foram os segundos mais compressíveis, com curvas praticamente sobrepostas, como pode ser verificado na Figura 4.12. Esse resultado não era esperado, uma vez que as propriedades físicas do tipo VS se assemelham mais ao tipo GS do que ao RS quanto à distribuição de tamanho de partículas e morfologia dos cristais (conforme citado no tópico 4.1.). No entanto, o leito de partículas do açúcar VS, por apresentar ampla distribuição granulométrica, pôde exibir maior densidade após a compactação devido à ocupação dos volumes vazios pelas partículas finas. Esse açúcar, no entanto, apesar de apresentar semelhanças nas propriedades da partícula (como  $D_{\text{sauter}}$  e formato) com o açúcar GS teve sua curva de compressibilidade mais próxima ao tipo

RS. Observando-se os valores de  $D_{90}$ , RS e VS apresentam-se próximos. Não somente o tamanho médio, mas a distribuição de partículas deve ser avaliada na evolução da compactação de um sólido particulado. Pelos resultados expostos, pode-se afirmar que tanto o açúcar com geometria regular (VS) e o açúcar com geometria irregular (RS) apresentam compressibilidades semelhantes na condição de 15 kPa e assim possivelmente, a distribuição granulométrica tem maior influência na compactação do que o formato das partículas de açúcar propriamente.

Peleg e Mannheim (1973) avaliaram o efeito de agentes anti-aglomerantes (estearato de cálcio e silicato de alumínio) em açúcar de beterraba e comprovaram que a adição destes reduz a compressibilidade do açúcar. As forças interparticulares são atenuadas com a presença destes agentes químicos na superfície das partículas e inicialmente, a densidade *bulk* é maior que no leito que não contém o anti-aglomerante. Estes autores não observaram influência considerável do tamanho de partículas na compressibilidade do açúcar. Tal afirmação não se fez válida no presente trabalho, uma vez que diferenças na granulometria e na morfologia das partículas, bem como a porosidade do leito afetaram a compressibilidade das amostras, tanto por compactação estática (pistão) quanto por compactação dinâmica (batidas), como visto na Tabela 4.11.

Figura 4.12. - Índice de compressibilidade para diferentes tipos de açúcar obtidos por compressão estática no reômetro de pós FT4.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Ainda, uma análise das duas metodologias empregadas neste trabalho para verificar a compactação dos açúcares foi realizada. Os resultados obtidos para redução de volume nos leitos particulados analisados, tanto por compressão estática (reômetro FT4) quanto por compactação dinâmica são apresentados na Tabela 4.11.

Tabela 4.11. - Valores comparativos entre compactação estática e dinâmica.

	<b>Redução em Volume – Tap2S (%)</b>	<b>Redução em Volume – Compressão em 15 kPa (%)</b>
<b>GS</b>	8,97±0,06	3,36±0,18
<b>IS</b>	25,14±1,41	14,98±0,96
<b>RS</b>	18,12±0,83	6,03±0,49
<b>VS</b>	9,96±0,55	5,96±0,01

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Cada material particulado pode se comportar de uma maneira diferente quando é submetido à tensões estáticas ou dinâmicas de consolidação. Observa-se na Tabela 4.11. que a condição dinâmica sempre foi mais eficiente no aumento da densidade do sólido *bulk* que a compactação estática. Isso é possivelmente

correlacionado ao fato de que ao ser imposta uma força normal pelo pistão, as partículas se rearranjam de maneira mais limitada do que quando o leito de partículas sofre variações consecutivas (vibrações) durante as batidas (o pó é compactado lentamente conforme se aumenta o número de batidas). Neste último caso, é mais provável que as partículas se movimentem mais e com isso, encontrem mais espaços para se realocarem dentro do leito.

## 5. SÍNTESE DOS RESULTADOS

Todos os testes de fluxo aqui reportados buscaram entender melhor o comportamento de um material particulado. Em nível molecular, uma maior precisão nesse entendimento seria possível. No entanto, ainda é muito difícil contabilizar em um sistema de partículas, a interação de uma única partícula com o restante do sistema. Sabe-se que existirá uma força resultante sobre cada partícula e que essa poderá ser calculada através de um gradiente de potencial (CASTELLANOS, 2005). No entanto, os testes de fluxo fornecem parâmetros auxiliares na previsão de como se dará o escoamento do sistema como um todo e são, portanto, úteis no estudo do escoamento de sólidos.

A análise das propriedades de fluxo nos diferentes testes apresentados neste trabalho auxiliou no entendimento de como os materiais analisados (açúcares) se comportam em determinada operação unitária. Por exemplo, testes de ângulo de repouso dinâmico e testes em reômetro de pós simularam condições dinâmicas, porém diferentes: o primeiro, quando o pó era submetido à forças centrípetas e o segundo, caracterizada pelo torque ou “dificuldade” experimentada pelo material em romper duas camadas distintas (e permitiram avaliar como o atrito entre as partículas oferecia resistência ao escoamento). Assim, fica evidente que em cada teste, mesmo que avaliem condições iguais (dinâmicas ou estáticas), suportará uma teoria diferente para a condição em que o material particulado se encontra. Assim ocorre nas indústrias, nos diversos tipos de processamento nos quais esses produtos são submetidos. Entende-se, portanto, que novas tecnologias que compreendam diversas situações de escoamento são necessárias na ciência, a fim de que se confrontem os dados e assim, melhores previsões de escoamento de sólidos particulados sejam acessíveis no campo industrial. Notou-se também a importância do conhecimento nas condições estáticas, visto que, durante o armazenamento, pós sofrem em geral, pouca ou nenhuma mudança, mas ainda assim podem “aglomerar-se” devido às forças internas presentes no sistema.

A seguir são apresentados resumidamente os resultados obtidos através das principais análises de fluxo para cada açúcar.

Tabela 5.1. - Propriedades de Fluxo em condições estáticas e dinâmicas para diferentes tipos de açúcar (resumo).

Estáticos			Dinâmicos		
Açúcar / Teste	Índice de Hausner (HR)	Ângulo de Repouso Estático ( $AR_e$ ) (°)	Índice de Fluxo Variável (FRI)	Ângulo de Repouso Dinâmico ( $AR_d$ ) (°)	Coesão à 1,5 kPa (kPa)
<b>Refinado (RS)</b> $D_s = 262 \mu\text{m}$	1,21	38	1,08	50	0,85
<b>VHP (VS)</b> $D_s = 633 \mu\text{m}$	1,11	32	0,81	40	-
<b>Cristal (GS)</b> $D_s = 506 \mu\text{m}$	1,10	31	1,02	41	0,24
<b>Confeiteiro (IS)</b> $D_s = 69 \mu\text{m}$	1,33	40	1,09	55	0,89

Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Na Tabela 5.1. não foi apresentado o resultado obtido para funções fluxo, pois a análise deste teste foi feita graficamente e depende da tensão aplicada. Avaliando-se então os resultados numéricos reportados de propriedades de fluxo para os açúcares estudados, podem-se verificar algumas similaridades e particularidades nos valores obtidos entre os tipos.

Os açúcares VS e GS apresentaram HR,  $AR_e$  e  $AR_d$  muito próximos, todos indicando melhor fluidez desses tipos quando comparados aos outros dois. A similaridade se justifica porque os 2 açúcares têm morfologias e distribuição de tamanhos parecidas. No entanto, o FRI não foi próximo. Para esse dado, três hipóteses são consideradas:

- I. O intertravamento da lâmina no equipamento utilizado (reômetro FT4) pode ter influenciado no resultado;
- II. Altos valores de  $D_{90}$  para VS, sendo essa a única amostra a apresentar partículas maiores que 1 mm, pode ter conferido resistência muito pequena à rotação da lâmina, principalmente a altas velocidades, resultando em menor FRI, conforme observado, e ainda
- III. O tipo de processamento no qual os açúcares são submetidos (cristalização, branqueamento, moagem, etc.), especialmente as etapas que envolvem adição de



químicos podem ter alterado as características superficiais das partículas e alterado o modo como o sistema de partículas interagiu com a lâmina. O açúcar VS, que é o menos processado, foi o único a apresentar FRI menor do que 1.

Os açúcares de menor granulometria (IS e RS) retornaram valores de propriedades de fluxo similares para  $AR_e$ ,  $AR_d$  e FRI, e diferentes para HR. Esse último teste é caracterizado pelo modelo de compactação das partículas, e se analisada a distribuição granulométrica desses dois tipos, constata-se a grande diferença no diâmetro médio ( $D_{sauter}$ ) e principalmente do  $D_{90}$  (Tabela 4.1.), o que indica ser maior a dificuldade em ocupar os espaços vazios por partículas grandes presentes no açúcar RS, resultando em menor densidade compactada e conseqüentemente, menor HR, sendo esse tipo, portanto, de melhor fluidez que IS. Já as medidas de ângulo de repouso não evidenciaram a grande diferença de tamanhos de partículas dos açúcares RS e IS, pois os valores foram similares, particularmente quando se considera a incerteza das medidas. Isto indica que este método de medida, embora simples, é pouco sensível a grandes variações de tamanho de partículas, o que pode representar uma limitação importante para sua utilização.

Conforme discutido anteriormente, cada teste analisa uma condição de perturbação sofrida pelo material particulado, por isso nem sempre as classificações coincidem.

Citando-se a análise gráfica da função fluxo (Figura 4.10.), todas as amostras foram caracterizadas, em uma ampla faixa de tensão de consolidação, como partículas de escoamento fácil, com exceção de GS, que na maioria, concentrou-se em região de escoamento livre e também IS que em baixas tensões teve seu fluxo caracterizada por comportamento coesivo. Nesse caso, se considerado somente a característica da granulometria, deveria ser esperado que VS se concentrasse em região de escoamento mais fácil que o GS, o que não ocorreu. As sensibilidades da célula de cisalhamento podem ter influenciado diretamente as medidas, mas é possível que o tipo de processamento do açúcar GS pode ter contribuído para uma melhora no escoamento dessas partículas em diferentes tensões de consolidação.

## 6. CONCLUSÕES FINAIS

Os quatro tipos de açúcar selecionados foram devidamente caracterizados e analisados quanto as suas propriedades de fluxo.

VS e GS foram caracterizados como os materiais contendo partículas maiores, sendo VS o único tipo com partículas maiores do que 1 mm ( $D_{90} = 1062 \mu\text{m}$ ). Micrografias obtidas no MEV indicaram formato cristalino dessas partículas, com formato de cristais regulares com arestas bem definidas. Já os outros dois tipos IS e RS apresentaram granulometria mais fina, sendo IS com menor amplitude de variação de tamanho de partículas, apresentando a maior partícula da ordem de 190  $\mu\text{m}$ . Através de micrografias obtidas no MEV foi possível verificar um formato irregular das partículas e a evidência de aglomerados, principalmente na amostra mais fina (IS).

Todas as umidades obtidas foram baixas e permitiram classificar os materiais no estágio de saturação pendular, constatando-se assim que não havia influência de forças capilares (ou pontes líquidas) no conjunto de forças interparticulares que atuavam no sistema.

Densidades *bulk* aerada e compactada foram medidas e permitiram o cálculo do índice de Hausner. IS foi a amostra com maior índice (indicando pior fluidez) e o menor índice foi obtido para GS (indicando melhor fluidez). A porosidade do leito solto também foi um dado obtido na análise do empacotamento das partículas. A amostra com maior porosidade foi IS (dada a maior quantidade de finos presentes que intensificou a formação de aglomerados e portanto aumentou o volume de espaços vazios) enquanto a menor porosidade foi obtida para GS.

Para ângulos de repouso, os maiores valores foram obtidos para os açúcares IS e RS e os menores ângulos foram encontrados para as amostras com maior fração de partículas grosseiras (VS e GS). O  $AR_d$  apresentou maior erro associado à medida devido à irregularidades na interface pó/ar. Ambos indicaram melhor fluxo para o par VS e GS e pior fluxo para RS e IS.

A compactação também foi avaliada e a equação proposta por Mallol *et al.* (2008) mostrou ser um ajuste representativo dos dados obtidos para todos os açúcares, comprovado por análise estatística que reportou coeficiente de correlação próximo a 1,0.

Análises de cisalhamento em reômetro de pós FT4 foram úteis na obtenção dos parâmetros de fluxo, porém nem todas as tensões de consolidação medidas

retornaram valores consistentes, especialmente para as amostras com partículas mais grossas (GS e VS). Apenas IS teve sua fluidez classificada como comportamento coesivo em baixas tensões de consolidação (menores que 9 kPa). Análises de instabilidade retornaram valores que indicam variação na fluidez devido a fricção para VS e devido a formação de aglomerados para as outras amostras. FRI por outro lado mostrou que todas as amostras com exceção de VS têm sua fluidez pouco afetada por variações na rotação da lâmina e assim, os fatores relacionados na medida de SI não devem ser estritamente atendidos.

A análise de fluxo dos açúcares apresentou dados até então desconhecidos na literatura. Testes clássicos, apesar de serem testes de difícil padronização, mostraram ser bons indicativos da fluidez de açúcares. Sobre a utilização de reômetro de pós para medida dos parâmetros de fluxo, infere-se que esse equipamento pode não ser o mais adequado quando se deseja inferir sobre a fluidez de materiais particulados de alta granulometria (com diâmetros médios na faixa de 500 à 100  $\mu\text{m}$ ) e formato cristalino como açúcares VS e GS. Por outro lado, a análise em reômetro permitiu melhor entendimento do comportamento de açúcares de menor granulometria (IS e RS) em diferentes tensões normais aplicadas, preenchendo uma lacuna importante existente nos testes clássicos que não permitem tal detalhamento.

Em geral, os dois tipos de açúcar de maior granulometria (VS e GS) apresentaram melhor fluxo entre os 4 tipos, sendo também considerados materiais de fluxo estáveis, ou seja, pouco variáveis às perturbações sofridas no sistema. Já os açúcares de menor granulometria (RS e IS) apresentavam granulometrias distintas e RS foi caracterizado como o material de melhor fluxo entre eles. Também apresentaram-se estáveis em meio a perturbações consecutivas no sistema sendo seus valores de FRI muito próximos.

Conclui-se por fim, que cada tipo de açúcar irá retornar um valor para suas propriedades de fluxo a depender dos princípios do teste aplicado e também do conjunto de suas características físicas e morfológicas.

## **7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

Outros tipos de açúcar como: mascavo, orgânico, demerara, impalpável e outros, são propostos a fim de comparação com os dados obtidos nesse trabalho e para melhor investigação desse material higroscópico em diversas situações recorrentes no dia a dia das indústrias. O desafio da análise de fluxo deste material em diferentes condições de umidade também é sugerido para uma análise minuciosa do fenômeno de aglomeração e de como pequenas variações de umidade podem afetar as propriedades de fluxo de açúcares.

## 8. REFERÊNCIAS

- ABBASFARD, H.; EVANS, G.; MORENO-ATANASIO, R. Effect of van der Waals force cut-off distance on adhesive collision parameters in DEM simulation. Powder Technology, v. 299, p. 9–18, 2016.
- ABDULLAH, E. C.; GELDART, D. The use of bulk density measurements as flowability indicators. Powder Technology, v. 102, n. 2, p. 151–165, 1999.
- ALTHAUS, T. O.; WINDHAB, E. J. Characterization of wet powder flowability by shear cell measurements and compaction curves. Powder Technology, v. 215-216, p. 59–65, 2012.
- BODHMAGE, A. Correlation between physical properties and flowability indicators for fine powders. 2006. Thesis (Master of Science). 122 f. University of Saskatchewan, Saskatoon, 2006.
- CARR, R. L., Evaluating Flow Properties of Solids. Chemical Engineering, v. 1, p. 163-168. 1965.
- CASTELLANOS, A. et al. Flow Regimes in Fine Cohesive Powders. Physical Review Letters, v. 82, n. 6, p. 1156–1159, 1999.
- CASTELLANOS, A. The relationship between attractive interparticle forces and bulk behaviour in dry and uncharged fine powders. Advances in Physics. v. 54, n. 4, p. 263 – 376. 2005
- CHITPRASERT, P.; CHEDCHANT, J. Effects of Grain Size, Reducing Sugar Content, Temperature and Pressure on Caking of Raw Sugar. Natural Science. v. 147, p. 141–147, 2006.
- CREMASCO, M. A. Operações unitárias em sistemas particulados e fluido mecânicos. São Paulo: Blucher, 2012.
- CRUZ, S. H.; SARTI, D. A. A Química do Açúcar. Conselho Regional de Química, 4ª Região. Piracicaba, 2011.
- CONDOTTA, R. Coulabilité des poudres cohésives : mesures aux faibles contraintes, granulaires humides et application à une poudre industrielle. (These). Institut National Polytechnique de Toulouse. p. 257 p., 2005.
- CONDOTTA, R.; MACHADO, C. S. Avaliação do efeito da distribuição granulométrica nas propriedades de escoamento de materiais granulares. In: Anais do XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química, Florianópolis, 2014 (editado em CD).
- CUQ, B.; RONDET, E.; ABECASSIS, J. Food powders engineering, between knowhow and science: Constraints, stakes and opportunities. Powder Technology, v. 208, n. 2, p. 244–251, 2011.

DE CAMPOS, M. M.; FERREIRA, M. D. C. A comparative analysis of the flow properties between two alumina-based dry powders. Advances in Materials Science and Engineering, v. 2013, 2013.

DITTMAR, J. H.; BROTHERS, A. Hygroscopicity of Sugars and Sugar Mixtures. Industrial and engineering chemistry, v. 27, n. 3, p. 333–335, 1935.

DUFFY, S. P.; PURI, V. M. Flowability parameters and flow functions for confectionery sugar and detergent powder at two moisture contents. Applied Engineering in Agriculture, v. 12, n. 5, p. 601–606, 1996.

EUROPEAN PHARMACOPOEIA. Powder flow. v.7, p.308. 2010.

FAUSTINO, P. B. Determinação experimental da força de adesão entre partículas e meios filtrantes constituídos de celulose. 2010. 118 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos. 2010.

FITZPATRICK, J. J.; BARRINGER, S. A.; IQBAL, T. Flow property measurement of food powders and sensitivity of Jenike's hopper design methodology to the measured values. Journal of Food Engineering, v. 61, n. 3, p. 399–405, 2004.

FREEMAN, R. Measuring the flow properties of consolidated, conditioned and aerated powders - A comparative study using a powder rheometer and a rotational shear cell. Powder Technology, v. 174, n. 1-2, p. 25–33, 2007.

FREEMAN TECHNOLOGY. Manual de operações de Reômetro de pós FT4. Reino Unido, 2007.

FREEMAN, T.; ARMSTRONG, B. Consolidation of powders – How to Evaluate the Effect of Vibration Induced Powder Compaction through Flow Property Measurement. Particulate Systems Analysis, n. 2, p. 1–6, 2011.

FREEMAN, T. C. et al. The Characterisation of Powder and Bulk Material – a Multivariate approach using Dynamic , Shear and Bulk Property Measurements. Bulk Solids India, p. 1–10, 2011.

GELDART, D. Types of gas fluidization. Powder Technology. v. 7, p. 285 – 292. 1973.

GELDART, D.; ABDULLAH, E. C.; HASSANPOUR, A.; NWOKE, L. C.; WOULTERS, I. Characterization of powder flowability using measurement of angle of repose. China Particuology, v. 4, n. 3-4, p. 104–107, 2006.

GIJÓN-ARREORTÚA, I.; TECANTE, A. Mixing time and power consumption during blending of cohesive food powders with a horizontal helical double-ribbon impeller. Journal of Food Engineering, v. 149, p. 144–152, 2015.

GREY, R. O.; BEDDOW, J. K. On the Hausner Ratio and its relationship to some properties of metal powders. Powder Technology, v. 2; n. 6, p. 323–326. 1969.

IFA - Institute for occupational safety and health of the german social accident insurance. GESTIS Substance Database. Disponível em: <[http://gestis-en.itrust.de/nxt/gateway.dll/gestis\\_en/011990.xml?f=templates\\$fn=default.htm\\$3.0](http://gestis-en.itrust.de/nxt/gateway.dll/gestis_en/011990.xml?f=templates$fn=default.htm$3.0)>. Acesso em 29 de setembro de 2016.

ISRAELACHVILI, J. N. Intermolecular and surface forces. v. 3, p.73 - 108. Academic Press, 1985.

IAL. Instituto Adolfo Lutz. Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos. 4<sup>a</sup> ed. Pg. 298 – 320. São Paulo, 2008.

JEGATHEESAN, V. et al. Evaluating membrane technology for clarification of sugarcane juice. Reviews in Environmental Science and Biotechnology, v. 11, n. 2, p. 109–124, 2012.

JENIKE, A.W. Storage and Flow of Solids. Bull. n<sup>o</sup> 123, Eng. Exp. Station, University of Utah, Salt Lake City, 1964.

JULIANO, P.; BARBOSA-CÁNOVAS, G. V. Food Powders Flowability Characterization: Theory, Methods, and Applications. Annual Review of Food Science and Technology, v. 1, n. 1, p. 211–239, 2010.

KOYNOV, S.; GLASSER, B.; MUZZIO, F. Comparison of three rotational shear cell testers: Powder flowability and bulk density. Powder Technology, v. 283, p. 103–112, 2015.

LIU, D. D. et al. Effect of particle size on oral absorption of arvediol nanosuspensions: in vitro and in vivo evaluation. International Journal of Nanomedicine. v. 10. n. 1. p. 6425-6434. 2015.

LOPES NETO, J. P. L.; SILVA, V. R.; NASCIMENTO, J. W. B. Propriedades de fluxo de produtos pulverulentos alimentícios. Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, n. 83, p. 639–644, 2009.

LUMAY, G. et al. Measuring the flowing properties of powders and grains. Powder Technology, v. 224, p. 19–27, 2012.

MACHADO, S. S. Tecnologia da Fabricação do Açúcar. Universidade Federal de Santa Maria, p. 56, 2012.

MALLOL, G. et al. Densification of monomodal quartz particle beds by tapping. Chemical Engineering Science, v. 63, n. 22, p. 5447–5456, 2008.

MAPA. Ministério da agricultura, pecuária e abastecimento. Cana-de-açúcar. Disponível em: <<http://www.agricultura.gov.br/vegetal/culturas/cana-de-acucar>>. Acesso em 15 de julho de 2016.

MICH, D. et al. Modèle de relaxation dans un milieu granulaire vertical soumis à des vibrations : équivalence avec la consolidation des sols Résumé. p. 1–9, 2015.

- OLIVEIRA, D. T. Impactos da granulometria no armazenamento do açúcar. Apresentação (Seminário). 2015.
- OLIVEIRA, D. T.; ESQUIAVETO, M. M. M.; SILVA JÚNIOR, J. F. Impacto dos itens da especificação do açúcar na indústria alimentícia. Ciência e Tecnologia de Alimentos, v. 27, p. 99–102, 2007.
- PALMA, G. Pressões e fluxos em silos esbeltos ( $h/d \geq 1,5$ ). 2005. 121 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Estruturas). Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos. 2005.
- PELEG, M. Flowability of food powders and methods for its evaluation—a review. Journal of Food Processing Engineering, v. 1:, p. 303–328., 1977.
- PELEG, M.; MANNHEIM, C. H. Effect of conditioners on the flow properties of powdered sucrose. Powder Technology, v. 7, n. 1, p. 45–50, 1973.
- POHLMAN, N. A.; ROBERTS, J. A.; GONSER, M. J. Characterization of titanium powder: Microscopic views and macroscopic flow. Powder Technology, v. 228, p. 141–148, 2012.
- POWERS, H. E. C. Sugar crystallization in thin films. International Sugar Journal, v. 62, p. 307–312, 1960.
- RAWLE, A. et al. Basic Principles of Particle. Surface Coatings International Journal, v. 44, n. 0, p. 1–8, 2003.
- ROGÉ, B.; MATHLOUTHI, M. Caking of white crystalline sugar. International Sugar Journal, v. 105, n. 1251, p. 128–136, 2003.
- SANTOS, D. A. et al. Investigation of particle dynamics in a rotary drum by means of experiments and numerical simulations using DEM. Advanced Powder Technology, v. 27, n. 2, p. 692–703, 2015.
- SAW, H. Y. et al. Correlation between powder flow properties measured by shear testing and Hausner ratio. Procedia Engineering, v. 102, p. 218–225, 2015.
- SCHULZE, D. Flow properties of powders and bulk solids (fundamentals). Powder Technology, v. 65, n. 1-3, p. 321–333, 2010.
- SCICOLONE, et al. Effect of liquid addition on the bulk and flow properties of fine and coarse glass beads. AIChE Journal. v. 62, n. 3. p. 648 – 658, 2016.
- SZULC, K.; LENART, A. Effect of agglomeration on flowability of baby food powders. Journal of Food Science, v. 75, n. 5, p. E276–84, 2010.
- TACO. Tabela Brasileira de composição de alimentos. 2011. 4ª ed. rev. e ampl. 161 p. Universidade Estadual de Campinas: Núcleo de estudos e pesquisas em alimentação. Campinas, 2011.



TANNOUS, et al. Hydrodynamic characteristics of fluidized beds containing large polydispersed particles. Brazilian Journal of Chemical Engineering, v. 15 n. 1 p.-. 1998.

TEUNOU, E.; FITZPATRICK, J. J. Effect of storage time and consolidation on food powder flowability. Journal of Food Engineering, v. 43, n. 2, p. 97–101, 2000.

TEUNOU, E.; FITZPATRICK, J. J.; SYNNOTT, E. C. Characterisation of food powder flowability. Journal of Food Engineering, v. 39, n. July 1998, p. 31–37, 1999.

UNICA. Tipos e características físico-químicas do açúcar de exportação. Seminário de Prevenção e Combate a Incêndios em Terminais de Açúcar a Granel no Porto de Santos. Apresentação. São Paulo, 2014.

USINA ALTO ALEGRE. Características gerais do açúcar branco cristal e VHP. Disponível em: <[http://www.altoalegre.com.br/produtos/acucar\\_cristal.aspx](http://www.altoalegre.com.br/produtos/acucar_cristal.aspx)>. Acesso em: 06 de setembro de 2016.

VERRUIJT, A. Soil Mechanics. Delft University of Technology. 2012.

VERWIJS, M. J. Stick-slip in powder flow: a quest for coherence length. 2005.

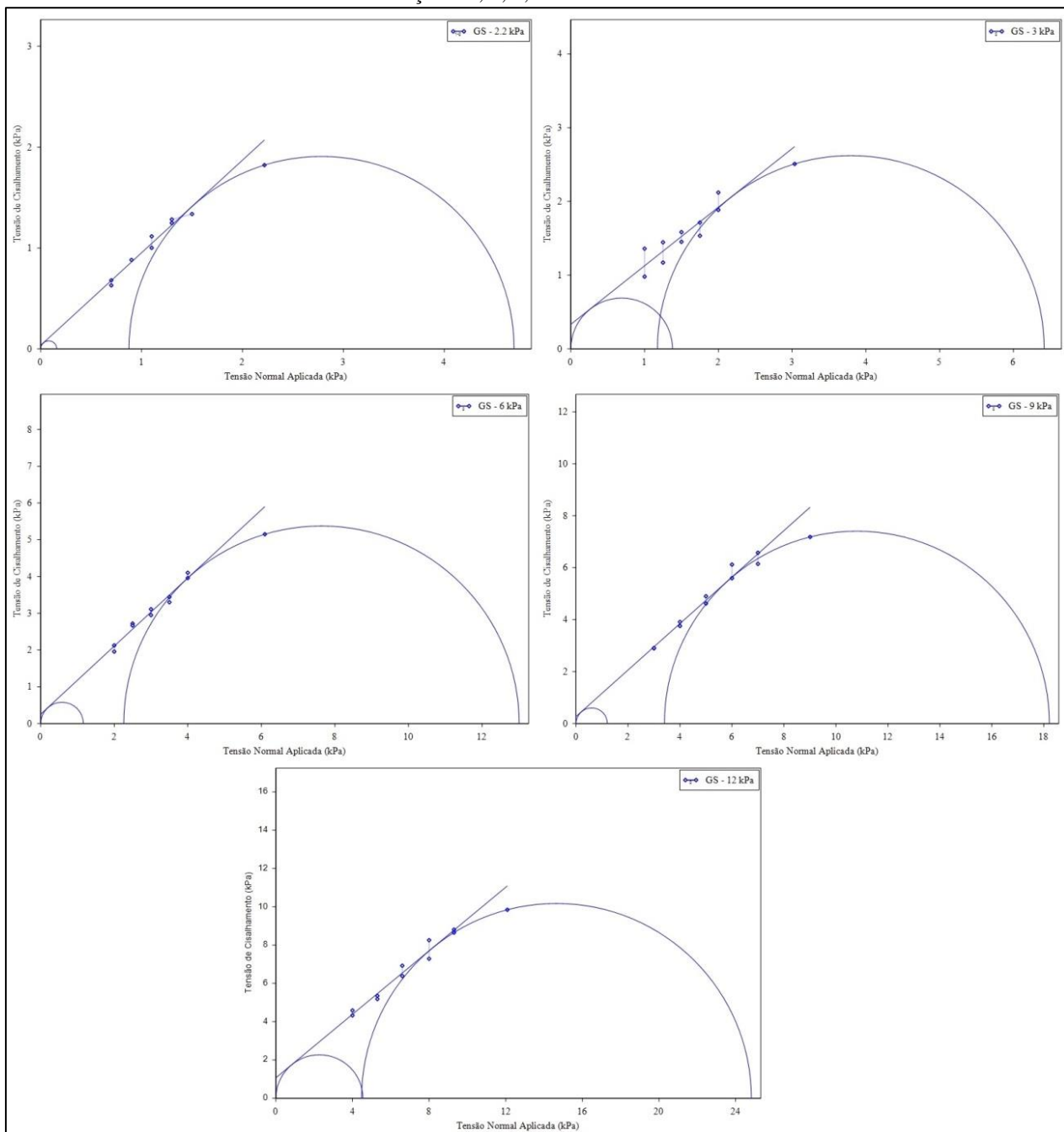
WOODCOCK, C.R.; MASON, J.S. Bulk Solids Handling: An Introduction to the Practice and Technology. Glasgow: Leonard Hill, 1987.

ZENEBON, O.; PASCUET, N. S.; TIGLEA, P. Açúcares e produtos correlatos. Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos, p. 321–343, 2008.

ZOU, R. P.; YU, A. B. Evaluation of the packing characteristics of mono-sized non-spherical particles. Powder Technology, v. 88, n. 1, p. 71–79, 1996.

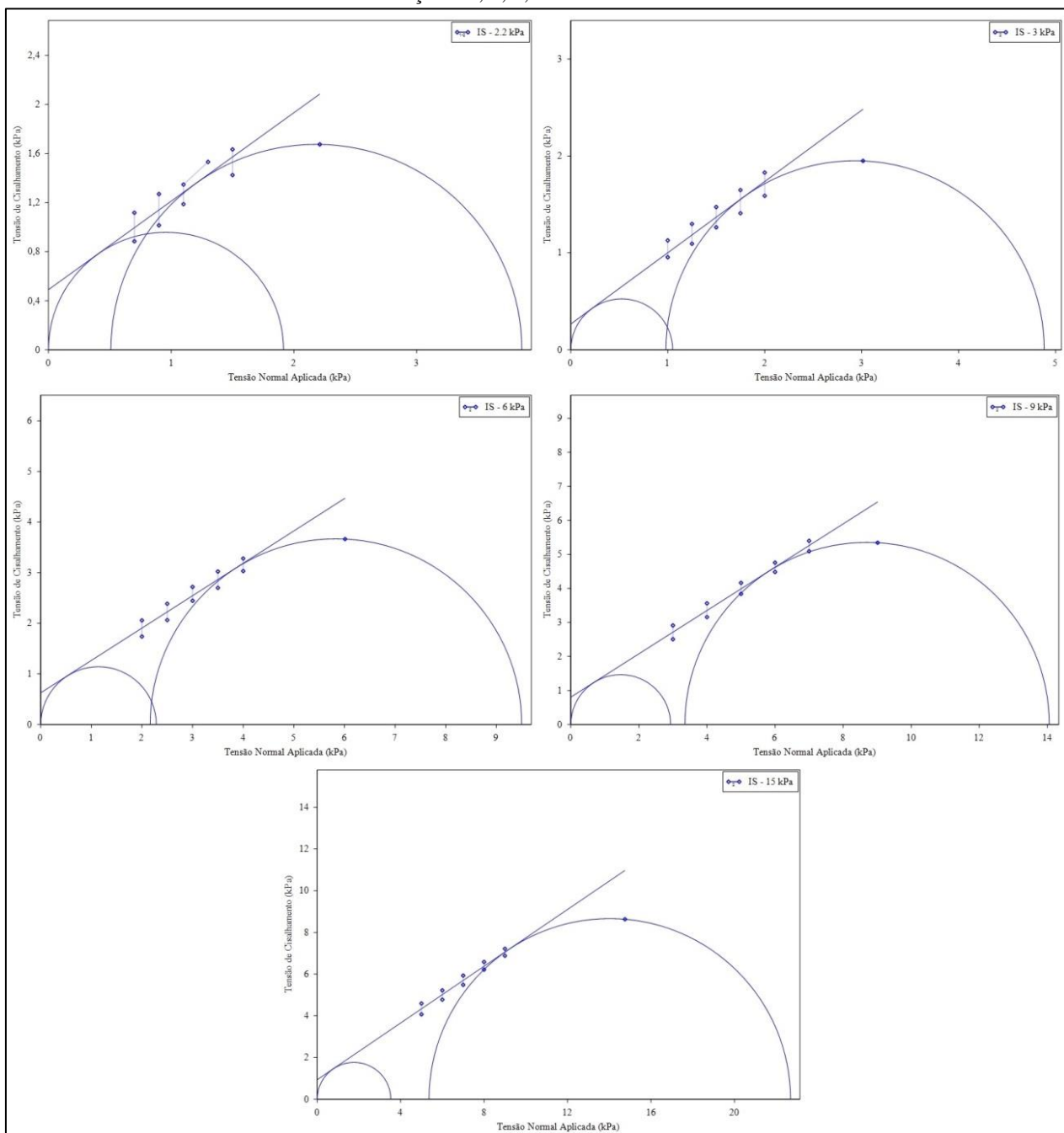
# APÊNDICE A

Figura A.1. - Círculos de Mohr para açúcar GS obtidos em reômetro de sólidos FT4 nas tensões de consolidação 2.2, 3, 6, 9 e 12 kPa.



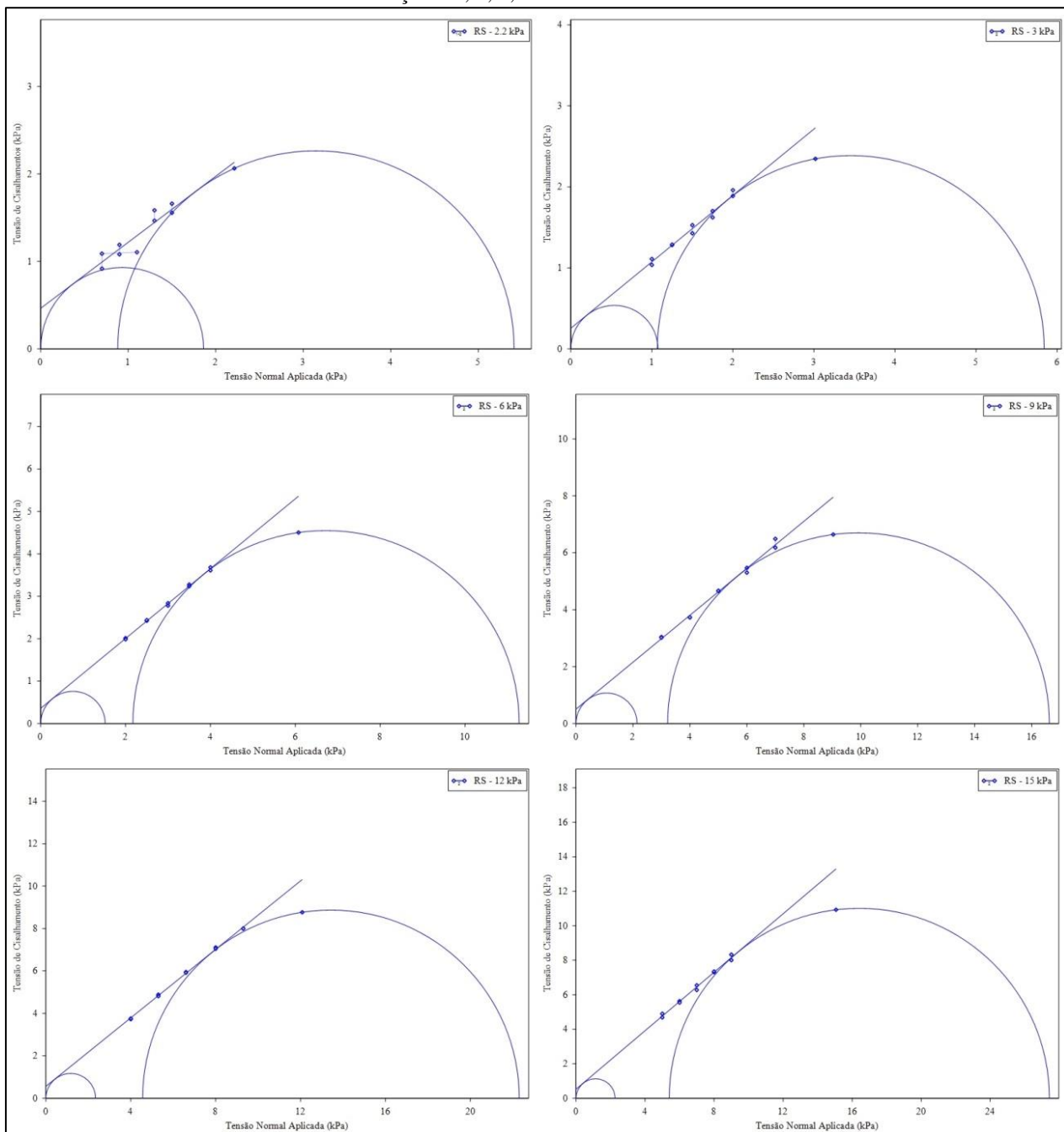
Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Figura A.2. - Círculos de Mohr para açúcar IS obtidos em reômetro de sólidos FT4 nas tensões de consolidação 2,2, 3, 6, 9 e 15 kPa.



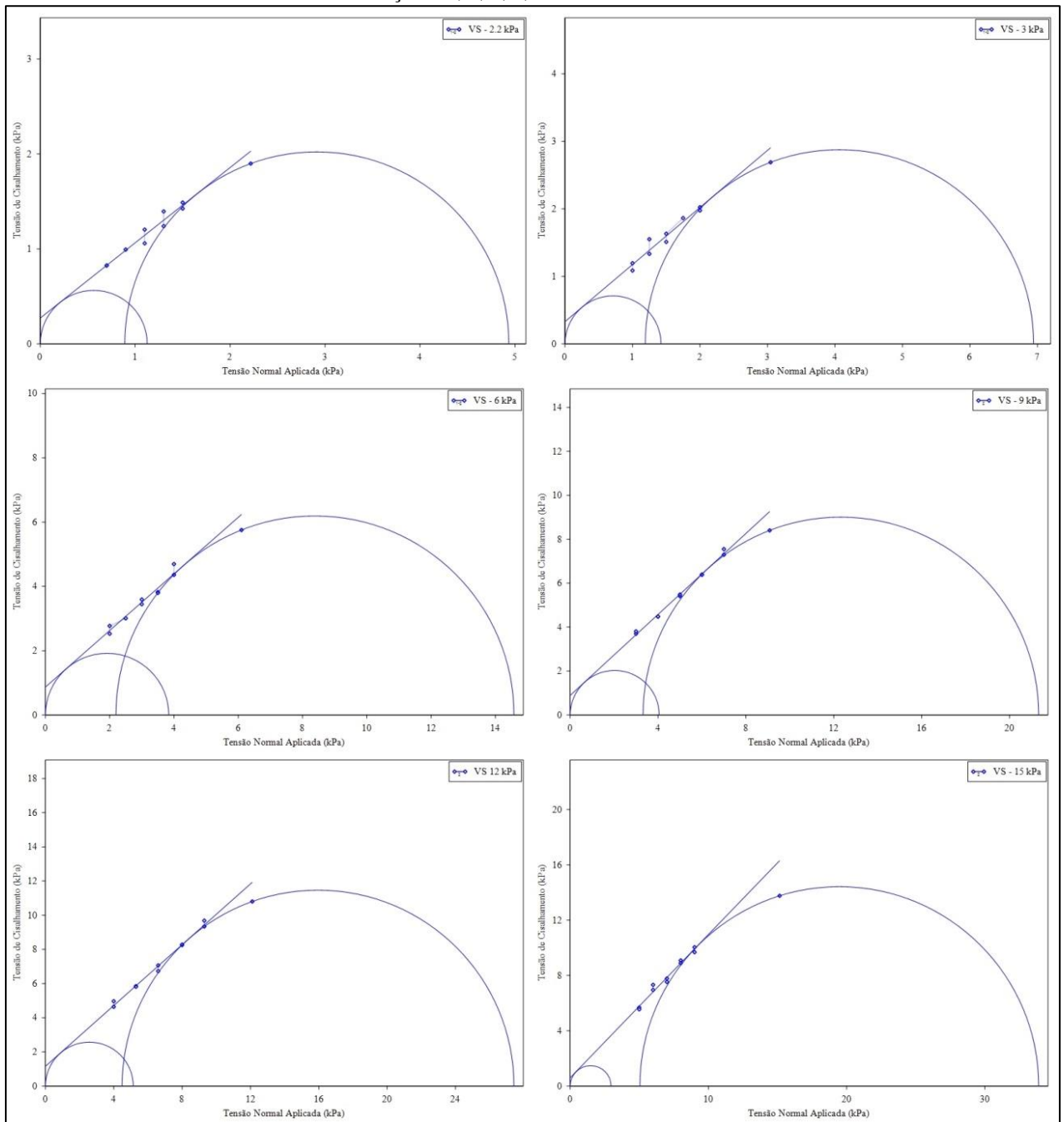
Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Figura A.3. - Círculos de Mohr para açúcar RS obtidos em reômetro de sólidos FT4 nas tensões de consolidação 2.2, 3, 6, 9 12 e 15 kPa.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Figura A.4. - Círculos de Mohr para açúcar VS obtidos em reômetro de sólidos FT4 nas tensões de consolidação 2.2, 3, 6, 9, 12 e 15 kPa.



Fonte: Acervo Pessoal (2016).

Tabela A.1. - Resultados de tensão principal de consolidação (MPS), tensão não confinados de deslizamento (UYS) e coesão (C) de açúcares obtidos por teste de cisalhamento em todas as tensões de consolidação aplicadas. A presença de hífen indica que não foi possível obter o determinado valor através do teste de cisalhamento.

	Força normal aplicada (kPa)	IS			GS			VS			RS		
		MPS	UYS	C	MPS	UYS	C	MPS	UYS	C	MPS	UYS	C
<b>25 mm – Célula cisalhante</b>	1.5	-	2,06	0,89	-	0,83	0,24	3,03	-	-0,39	-	1,85	0,85
	2.2	3,86	1,91	0,49	4,69	0,16	0,04	4,94	1,13	0,27	5,41	1,86	0,46
	3	<i>não realizado</i>			6,31	-	-0,23	6,94	1,42	0,33	6,56	0,47	0,1
<b>50 mm – Célula cisalhante</b>	3	4,88	1,05	0,26	6,39	1,65	0,42	7,06	1,32	0,29	5,84	1,07	0,25
	6	9,5	2,28	0,62	13	1,16	0,25	14,6	3,84	0,87	11,3	1,52	0,36
	9	14,1	2,93	0,8	18,2	1,21	0,27	21,3	4,05	0,89	16,6	2,14	0,5
	12	<i>não realizado</i>			24,8	4,54	1,07	27,4	5,14	1,15	22,3	2,34	0,56
	15	22,7	3,53	0,93	31,9	-	-0,35	-	-	0,6	27,4	2,26	0,52

Fonte: Acervo Pessoal (2016).