

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

ANÁLISE DA ESCOABILIDADE DE PÓS

MILENE MINNITI DE CAMPOS

São Carlos - SP

2012

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

ANÁLISE DA ESCOABILIDADE DE PÓS

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.^a Dr.^a Maria do Carmo Ferreira

São Carlos – SP

2012

**Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da
Biblioteca Comunitária da UFSCar**

C198ae Campos, Milene Minniti de.
Análise da escoabilidade de pós / Milene Minniti de Campos. -- São Carlos : UFSCar, 2012.
126 f.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal de São Carlos, 2012.

1. Engenharia química. 2. Pós. 3. Leite em pó. 4. Alumina.
I. Título.

CDD: 660 (20^a)

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE
MILENE MINNITI DE CAMPOS APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE
SÃO CARLOS, EM 08 DE MARÇO DE 2012.

BANCA EXAMINADORA:



Maria do Carmo Ferreira
Orientadora, UFSCar



Cezar Augusto da Rosa
UFG



José Teixeira Freire
UFSCar

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus.

Agradeço também a toda minha família o apoio, o carinho e o incentivo, pois todos sempre estiveram presentes nesta caminhada.

A minha orientadora Maria do Carmo Ferreira a amizade e a confiança demonstradas e que sempre esteve disposta a esclarecer minhas dúvidas com muita dedicação.

Ao professor José Teixeira Freira a todas as contribuições valiosas durante toda a realização do projeto.

Aos professores do Centro de Secagem as sugestões dadas nos seminários de área.

Ao professor Cezar da Rosa que aceitou o convite para participar da banca de defesa.

Ao professor Carlito Calil Júnior, coordenador do LaMEM, que autorizou a utilização do aparelho de cisalhamento direto de Jenike.

Aos técnicos Oscar da Silva, Adilson Mota, Sílvio (LaMEM), Luiz Augusto Staffa (DEMa) e Edilson Milaré.

Aos colegas do Centro de Secagem e de outras áreas a amizade e os bons momentos que passamos juntos.

Ao CNPq o apoio financeiro.

*"As verdadeiras conquistas, as únicas de que nunca nos
arrependemos, são aquelas que fazemos contra a ignorância."*

Napoleão Bonaparte

*"O êxito da vida não se mede pelo caminho que você conquistou, mas sim
pelas dificuldades que superou no caminho."*

Abraham Lincoln

RESUMO

Existem muitas indústrias que trabalham com pós em alguma parte de seu processo de produção, como: as alimentícias, as farmacêuticas, as cerâmicas, as de cimentos e as de fertilizantes. O conhecimento das propriedades associadas à escoabilidade destes materiais é importante, já que as características dos pós podem sofrer alterações no processamento. Desta forma, a avaliação de índices de escoabilidade e a identificação dos principais fatores que influenciam na escoabilidade de pós são informações que auxiliam as operações industriais e no projeto de equipamentos. Assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar a escoabilidade de pós orgânicos e inorgânicos, analisando quais fatores interferiram nesta propriedade. Os materiais escolhidos para representarem os materiais orgânicos foram os leites em pó integral e desnatado, enquanto que a alumina e o pó cerâmico foram selecionados para a avaliação dos materiais inorgânicos. As caracterizações físicas realizadas foram: visualização da morfologia dos materiais no MEV, distribuição granulométrica, massa específica da partícula, teor de umidade inicial, densidade *bulk* aerada e densidade *bulk* compactada. A escoabilidade dos materiais foi determinada pelas medidas de: ângulo de atrito interno, ângulo de atrito interno efetivo, ângulo de atrito com a parede de aço galvanizado e índice de escoamento, todos eles determinados pelo cisalhamento direto nas células de Jenike; índice de Hausner obtidos a partir dos valores das densidades *bulk* compactada e aerada; ângulo de repouso, determinado através do escoamento do pó em uma superfície de acrílico. De maneira geral, os resultados obtidos, considerando-se todas as metodologias empregadas para a determinação da escoabilidade dos materiais, demonstraram que a alumina, o pó cerâmico e o leite em pó integral, se comparados ao leite em pó desnatado, apresentaram menores índices de escoabilidade. Se esses materiais fossem armazenados em silos feitos de aço galvanizado, o escoamento da alumina e do pó cerâmico seria mais difícil do que os leites em pó desnatado e integral. Assim, os resultados mostraram que as propriedades físicas do material interferem na escoabilidade dos pós. O leite em pó desnatado escoou mais facilmente que o leite em pó integral, pois o maior teor de gordura juntamente com o menor tamanho médio das partículas do leite em pó integral diminuíram a escoabilidade deste material em relação ao leite em pó desnatado. Da mesma forma, apesar das composições similares, a alumina apresentou menor escoabilidade que o pó cerâmico, pois este tinha partículas de maior tamanho médio e menos aglomeradas.

Palavras-chave: Propriedades de escoabilidade de pós. Leite em pó. Alumina.

ABSTRACT

There are many industries which use powders somewhere in their production process, such as: food, pharmaceuticals, ceramics, cement and fertilizer industries. The knowledge of properties associated with the flowability of these materials is important, since the characteristics of the powders can go through amendments in processing. Thus, the evaluation of indexes of flowability and the identification of main factors which influence the powders flowability play an important role in the operation and design of industrial devices. The objective of this study was to evaluate the flowability properties of organic and inorganic powders, as well as analyze which factors interfered in these properties. The organic materials were represented by whole and skim milk powders, while alumina and ceramic powder were selected for the assessment of inorganic materials. The physical characterizations carried out were: display materials morphology at SEM (Scanning Electron Microscopy), size distribution, particle density, initial moisture content, aerated bulk density and tapped bulk density. The measured materials flowability properties were: angle of internal friction, effective angle of internal friction, angle of wall (galvanized steel) friction and flow index, all of them determined by Jenike's direct shear cell, Hausner ratio obtained from the values of tapped and aerated bulk densities; angle of repose, determined through the dropping of powder in an acrylic surface. In general, the results obtained, considering all methodologies employed for the determination of materials flowability, demonstrated that alumina, ceramic powder and whole milk powder, if compared to skim milk powder, presented lower indexes of flowability. If these materials were stored in silos made of galvanized steel, alumina and ceramic powder flowability would be more difficult than that of skim and whole milk powders. Thus, the results showed that the material physical properties interfere in powders flowability. The skim milk powder flowed more easily than whole milk powder, because higher fat content and smaller average particle size of whole milk powder decreased the flowability of this material in comparison to the skim milk powder. Likewise, despite they have similar composition, alumina presented lower flowability than ceramic powder, because this powder had larger average particle size and the powder presented fewer agglomerated particles.

Keywords: Powder flowability properties. Milk powder. Alumina.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Tipos de isotermas.	21
Figura 2.2: Menisco líquido entre duas partículas esféricas idênticas.	25
Figura 2.3: Escoamento tipo mássico.	26
Figura 2.4: Escoamento tipo funil.	27
Figura 2.5: Metodologias utilizadas para a medição do ângulo de repouso.	28
Figura 2.6: Célula de Jenike de cisalhamento.	31
Figura 2.7: Tensões normais e de cisalhamento.	32
Figura 2.8: Tensões principais.	32
Figura 2.9: Força em função da distância para diferentes estados de consolidação da amostra - (1) sobreconsolidação; (2) consolidação crítica e (3) subconsolidação.	33
Figura 2.10: Força de cisalhamento em função da variação do volume para diferentes estados de consolidação.	34
Figura 2.11: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal.	35
Figura 2.12: Tensões, e seu respectivo tensor, sobre um elemento de volume cúbico em coordenadas cartesianas.	37
Figura 2.13: Circunferência de Mohr, tensão de cisalhamento em função da tensão normal.	37
Figura 2.14: Tensão confinada de deslizamento em função da tensão principal de consolidação.	38
Figura 2.15: Tensão não confinada de deslizamento versus tensão principal de consolidação.	39
Figura 2.16: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal e ilustração do ângulo de atrito interno (α) e do ângulo efetivo de atrito interno (δ).	41
Figura 2.17: Ensaio de cisalhamento com a parede.	41
Figura 3.1: Dispositivo de madeira utilizado para a compactação padronizada dos pós.	50
Figura 3.2: Esquema dos recipientes de vidro com as soluções salinas para a determinação das isotermas de sorção.	52
Figura 3.3: <i>Spray dryer</i> utilizado para a secagem da barbotina de alumina.	54
Figura 3.4: Bocal atomizador duplo fluido e seus componentes.	55
Figura 3.5: Cabeça do bocal atomizador.	55
Figura 3.6: Método utilizado para medição do ângulo de repouso.	57

Figura 3.7: Aparelho de cisalhamento direto; (a) Vista geral do equipamento com o sistema de aquisição de dados; (b) vista detalhada da célula de Jenike.	58
Figura 3.8: Etapas do ensaio de cisalhamento: (a) tensão de cisalhamento em função do tempo e (b) tensão cisalhante em função da tensão normal.	59
Figura 3.9: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal.	62
Figura 3.10: Interface do software utilizado nos cálculos.	63
Figura 3.11: Determinação do ângulo de atrito com a parede.	65
Figura 3.12: Interface do software utilizado para a determinação do ângulo de atrito com a parede.	65
Figura 4.1: Microscopias eletrônicas de varredura dos materiais.	68
Figura 4.2: Volume acumulativo em função do diâmetro da partícula para o leite em pó.	72
Figura 4.3: Volume acumulativo em função do diâmetro da partícula da alumina e do pó cerâmico.	73
Figura 4.4: Volume em função do diâmetro de partículas da alumina e do pó cerâmico.	73
Figura 4.5: Densidade <i>bulk</i> compactada em função do número de batidas na proveta para os leites em pó.	75
Figura 4.6: Densidade <i>bulk</i> compactada em função do número de batidas na proveta para a alumina e para o pó cerâmico.	76
Figura 4.7: Umidade de equilíbrio em função da atividade da água para o leite em pó desnatado a 30°C.	78
Figura 4.8: Umidade de equilíbrio em função da atividade de água para o leite em pó desnatado a 40°C.	78
Figura 4.9: Umidade de equilíbrio em função da atividade da água para o leite em pó integral a 30°C.	82
Figura 4.10: Umidade de equilíbrio em função da atividade da água para o leite em pó integral a 40°C.	82
Figura 4.11: Força em função do deslocamento para o leite em pó desnatado na fase de pré-cisalhamento com força normal de 70 N.	86
Figura 4.12: Força em função do deslocamento para o leite em pó desnatado na fase de cisalhamento com força normal de 50 N.	87
Figura 4.13: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para o leite em pó desnatado.	88

Figura 4.14: Tensão inconfínada de deslizamento em função da tensão principal de consolidação do leite em pó desnatado.	89
Figura 4.15: Força em função do deslocamento do ângulo de atrito do leite em pó desnatado com o aço galvanizado.	90
Figura 4.16: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para a determinação do ângulo de atrito do leite em pó desnatado com o aço galvanizado.	91
Figura 4.17: Força em função do deslocamento na etapa de pré-cisalhamento para o leite em pó integral com força normal de 50N.	92
Figura 4.18: Força em função do deslocamento na etapa de cisalhamento para o leite em pó integral com força normal de 35N.	92
Figura 4.19: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para o leite em pó integral.	93
Figura 4.20: Tensão inconfínada de deslizamento em função da tensão principal de consolidação do leite em pó integral.	94
Figura 4.21: Força em função do deslocamento para a determinação do ângulo de atrito do leite em pó integral com o aço galvanizado.	95
Figura 4.22: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para o cálculo do ângulo de atrito do leite em pó integral com o aço galvanizado.	96
Figura 4.23: Força em função do deslocamento na etapa de pré-cisalhamento da alumina com força normal de 70N.	97
Figura 4.24: Força em função do deslocamento na etapa de cisalhamento da alumina com força normal de 35N.	98
Figura 4.25: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para a alumina.	99
Figura 4.26: Tensão principal de consolidação em função da tensão inconfínada de deslizamento para a alumina.	100
Figura 4.27: Força em função do deslocamento para a determinação do ângulo de atrito da alumina com o aço galvanizado.	100
Figura 4.28: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal obtida no ensaio de atrito da alumina com o aço galvanizado.	101
Figura 4.29: Força em função do deslocamento na etapa de pré-cisalhamento para o pó cerâmico.	102
Figura 4.30: Força em função do deslocamento na fase de cisalhamento do pó cerâmico.	103
Figura 4.31: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para o pó cerâmico.	104

Figura 4.32: Tensão inconfínada de deslizamento em função da tensão principal de consolidação para o pó cerâmico.	105
Figura 4.33: Força em função do deslocamento do ensaio do ângulo de atrito com a parede para o pó cerâmico.....	106
Figura 4.34: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal do ângulo de atrito do pó cerâmico com o aço galvanizado.	106
Figura A.1: Força em função do deslocamento para o leite em pó desnatado.	118
Figura A.2: Força em função do deslocamento para o leite em pó integral.	119
Figura A.3: Força em função do deslocamento para a alumina em pó.	120
Figura A.4: Força em função do deslocamento para o pó cerâmico.	121
Figura A.5: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para a determinação da tensão inconfínada de deslizamento.	123
Figura A.6: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para a determinação da tensão principal de consolidação.....	124
Figura A.7: Tensão de cisalhamento em função da tensão norma para a determinação do ângulo efetivo de atrito interno.	125

LISTA DE QUADROS

Quadro 2.1: Termos utilizados para classificar qualitativamente os sólidos quanto ao tamanho.	18
Quadro 2.2: Classificação da escoabilidade segundo o ângulo de repouso.....	29
Quadro 2.3: Escoabilidade de pó segundo o índice de Hausner.....	30
Quadro 2.4: Classificação de Jenike para a escoabilidade de pós.	39
Quadro 2.5: Características das partículas e fatores que afetam a escoabilidade de pós.	43
Quadro 2.6: Propriedades dos pós e os fatores que afetam a escoabilidade.....	44

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1: Equações utilizadas para estimar a umidade de equilíbrio.	22
Tabela 2.2: Parâmetros e constantes das isotermas obtidas por Jouppila e Roos (1994) a 24°C.	23
Tabela 2.3: Tensões normais de pré-cisalhamento em função da densidade <i>bulk</i>	34
Tabela 2.4: Características das partículas de leite em pó.	45
Tabela 2.5: Propriedades de escoabilidade do leite em pó.	45
Tabela 3.1: Composição dos leites em pó.	48
Tabela 3.2: Umidade relativa de equilíbrio de soluções salinas saturadas.	51
Tabela 3.3: Forças normais aplicadas no pré-cisalhamento (N_p) e no cisalhamento (N_c).	60
Tabela 3.4: Características da célula de Jenike.	60
Tabela 4.1: Massa específica dos materiais.	70
Tabela 4.2: Teor de umidade dos materiais.	74
Tabela 4.3: Densidades <i>bulk</i> aerada e consolidada do leite em pó.	74
Tabela 4.4: Densidades <i>bulk</i> aerada e consolidada da alumina e do pó cerâmico.	75
Tabela 4.5: Umidade de equilíbrio experimental do leite em pó desnatado a 30 e a 40°C.	77
Tabela 4.6: Valores dos parâmetros, constantes, ERM, SQR e R ² dos modelos para o leite em pó desnatado nas temperaturas de 30 e 40°C.	80
Tabela 4.7: Umidade de equilíbrio experimental do leite em pó integral a 30 e a 40°C.	81
Tabela 4.8: Valores dos parâmetros, constantes, ERM, SQR e R ² dos modelos para o leite em pó integral nas temperaturas de 30 e 40°C.	83
Tabela 4.9: Índice de Hausner dos materiais.	84
Tabela 4.10: Ângulo de repouso dos materiais.	85
Tabela 4.11: Resultados dos testes de cisalhamento direto para o leite em pó desnatado.	88
Tabela 4.12: Resultados dos testes de cisalhamento direto para o leite em pó integral.	94
Tabela 4.13: Resultados do teste de cisalhamento direto de Jenike para a alumina em pó.	99
Tabela 4.14: Resultados dos testes de cisalhamento de Jenike para o pó cerâmico.	104
Tabela 4.15: Classificação da escoabilidade: comparação das metodologias para os diferentes pós utilizados.	107

LISTA DE SÍMBOLOS

a - distância de separação efetiva entre duas superfícies	[L]
A_a - área do anel da célula de Jenike	[L ²]
d_1 - diâmetro da partícula 1	[L]
d_2 - diâmetro da partícula 2	[L]
d_p - diâmetro da partícula	[L]
D - diâmetro do orifício de descarga do reservatório	[L]
F_{cap} - força capilar	[LMT ⁻²]
F_s - força de cisalhamento	[LMT ⁻²]
F_{vw} - força de Van der Waals	[LMT ⁻²]
ff_c - índice de escoamento	-
g - aceleração da gravidade	[LT ⁻²]
H - constante de Hamacker	[ML ⁻² T ⁻²]
$H(\theta)$ - função do ângulo de inclinação do silo	-
m - massa após a pesagem do ensaio de Jenike	[M]
$m_{p \text{ ou } c}$ - massa sobre o pendural na fase de pré-cisalhamento ou de cisalhamento	[M]
m_a - massa do anel da célula de Jenike	[M]
m_b - a massa da base da célula de Jenike	[M]
m_t - massa da tampa da célula de Jenike	[M]
$m_{sólidos}$ - massa de sólidos	[M]
m_{vazios} - massa de espaço vazio	[M]
m_e - massa no equilíbrio	[M]
m_s - massa seca	[M]
M - umidade de equilíbrio experimental em base seca	-
\hat{M} - umidade de equilíbrio teórica em base seca	-
p - massa do pendural sobre a célula de Jenike	[M]
r_1, r_2 - raio de curvatura de um menisco líquido entre duas partículas sólidas	[L]
v_a - volume do anel da célula da célula de Jenike	[L ³]
v_b - volume da base da célula	[L ³]
$V_{sólidos}$ - volume de sólidos	[L ³]

V_{vazios} – volume de espaço vazio	[L ³]
α – ângulo de atrito interno	[°]
δ - ângulo efetivo de atrito interno	[°]
ΔP - a pressão capilar negativa dentro do menisco	[ML ⁻¹ T ⁻²]
ΔV – variação no volume	[L ³]
ε – porosidade do leito	-
φ - ângulo de atrito com a parede	[°]
ϕ – ângulo de repouso	[°]
γ - a tensão superficial do líquido	[ML ⁻¹ T ⁻²]
μ_w – coeficiente de atrito com a parede	-
ρ_b – densidade <i>bulk</i>	[ML ⁻³]
$\rho_{b,c}$ - densidade <i>bulk</i> compactada	[ML ⁻³]
$\rho_{b,s}$ - densidade <i>bulk</i> solta	[ML ⁻³]
ρ_f - massa específica do fluido	[ML ⁻³]
ρ_p – massa específica da partícula	[ML ⁻³]
σ - tensão normal	[ML ⁻¹ T ⁻²]
σ_1 – tensão principal de consolidação	[ML ⁻¹ T ⁻²]
σ_c – tensão normal de consolidação	[ML ⁻¹ T ⁻²]
σ_{CR} – tensão crítica do sistema	[ML ⁻¹ T ⁻²]
σ_w – tensão normal da parede	[ML ⁻¹ T ⁻²]
τ - tensão de cisalhamento	[ML ⁻¹ T ⁻²]
τ_c - tensão de ruptura de consolidação	[ML ⁻¹ T ⁻²]
$\tau_{\text{máx}}$ – tensão máxima de cisalhamento	[ML ⁻¹ T ⁻²]
τ_{min} – tensão mínima de cisalhamento	[ML ⁻¹ T ⁻²]
τ_w – tensão de cisalhamento da parede	[ML ⁻¹ T ⁻²]

LISTA DE SIGLAS

ELGD – Lugar Geométrico de Deslizamento Efetivo

LGD – Lugar Geométrico de Deslizamento

ff - função de fluxo

SUMÁRIO

1.	Introdução	16
2.	Revisão bibliográfica	18
2.1.	Materiais sólidos e escoamento	18
2.2.	Características das partículas e dos leitos de partículas.....	19
2.2.1.	Massa específica da partícula	19
2.2.2.	Porosidade do leito	19
2.2.3.	Densidade bulk	20
2.2.4.	Umidade de equilíbrio	20
2.3.	Coesão e adesão entre partículas	23
2.3.1.	Forças de Van de Waals	23
2.3.2.	Pontes líquidas	24
2.3.3.	Pontes sólidas.....	25
2.3.4.	Forças eletrostáticas.....	25
2.4.	Critério qualitativo de escoabilidade de pós	26
2.4.1.	Escoamento mássico	26
2.4.2.	Escoamento afunilado.....	27
2.5.	Critérios quantitativos de escoabilidade de pós	27
2.5.1.	Ângulo de repouso	28
2.5.2.	Índice de Hausner	29
2.5.3.	Função de fluxo da célula de Jenike	31
2.5.4.	Ângulos de atrito da célula de Jenike	40
2.6.	Fatores que afetam a escoabilidade dos pós	42
2.6.1.	Propriedades da partícula.....	42
2.6.2.	Propriedades dos pós	44
2.7.	Escoabilidade do leite em pó	45
3.	Materiais e métodos.....	47
3.1.	Materiais	47
3.1.1.	Alumina	47
3.1.2.	Barbotina de alumina.....	47
3.1.3.	Leite em pó	48
3.2.	Caracterização dos materiais	48
3.2.1.	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	49

3.2.2.	Distribuição granulométrica	49
3.2.3.	Massa específica das partículas	49
3.2.4.	Densidades <i>bulk</i> aerada e consolidada.....	49
3.2.5.	Teor de umidade	50
3.2.6.	Isotermas de sorção.....	50
3.3.	Secador utilizado	53
3.4.	Determinação dos critérios quantitativos de escoabilidade	56
3.4.1.	Índice de Hausner	56
3.4.2.	Ângulo de repouso	56
3.4.3.	Função de fluxo da célula de Jenike	57
3.4.4.	Ângulos de atrito interno	63
3.4.5.	Ângulo de atrito com a parede	63
4.	Resultados e discussões.....	67
4.1.	Caracterização dos materiais	67
4.1.1.	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	67
4.1.2.	Massa específica	70
4.1.3.	Distribuição granulométrica	71
4.1.4.	Teor de umidade	74
4.1.5.	Densidades <i>bulk</i>	74
4.1.6.	Isotermas de sorção.....	76
4.2.	Crítérios quantitativos de escoabilidade	84
4.2.1.	Índice de Hausner	84
4.2.2.	Ângulo de repouso	85
4.2.3.	Índice de escoamento e ângulos de atrito	86
4.2.3.1.	Leite em pó desnatado	86
4.2.3.2.	Leite em pó integral	91
4.2.3.3.	Alumina	97
4.2.3.4.	Pó cerâmico	101
4.3.	Análise geral	107
5.	Conclusões	109
6.	Sugestões para próximos trabalhos.....	110
7.	Referências bibliográficas	111
	APÊNDICE A	117
	ANEXO A	122

1. INTRODUÇÃO

Aproximadamente setenta e cinco por cento dos processos químicos de manufatura utilizam sólidos na forma de partículas finas em algum de seus estágios de processamento. O projeto adequado dos equipamentos e o manuseio correto destas partículas, muitas vezes constituem a diferença entre o sucesso e o fracasso de uma determinada operação. A observação das características das partículas durante o projeto e operação de uma instalação, bem como o conhecimento de como elas se alteram no decorrer do processamento, pode aumentar a lucratividade através da melhoria de rendimento do produto e da redução do desperdício (NELSON, 1999).

Existem muitas indústrias que trabalham com materiais particulados, como por exemplo, as alimentícias, as farmacêuticas, as de cerâmicas, as de cimentos, assim como as de fertilizantes, entre outras. Na Engenharia Química, o estudo do escoamento de fluidos (gases e líquidos) é bastante difundido. Porém, o conhecimento sobre o comportamento dos sólidos ainda é comparativamente pouco estudado, apesar das suas inúmeras aplicações nas indústrias em todo o mundo. Este fato pode ser explicado, porque os pós são geralmente matérias-primas de baixo custo e com baixo valor agregado. Entretanto, Fitzpatrick e Ahrné (2005) defendem que, por exemplo, a área de pós alimentícios necessita de mais pesquisas e conhecimentos de engenharia para que possam ser desenvolvidos processos mais eficientes para a produção de materiais mais seguros e de alta qualidade, e, desta forma, produzir bens de consumo com maior valor de mercado.

Os termos escoamento e escoabilidade são normalmente utilizados para fluidos contínuos, porém, serão aplicados ao longo deste texto para o sistema particulado, a fim de indicar o seu movimento ou deslizamento. O movimento relativo das partículas e sua interação com as paredes da tubulação, com a estrutura de armazenagem e até mesmo a interação entre partícula-partícula caracterizam o escoamento de materiais particulados, ou seja, as partículas devem superar as forças de coesão e de atrito para escoarem.

Segundo Prescott e Barnum (2000) o termo escoabilidade de pós é muitas vezes usado de forma vaga e geralmente tem sido mais associado ao método de ensaio usado para medir esta característica dos materiais do que ao seu significado para o processo produtivo. Para os formuladores de produtos, como os farmacêuticos, a escoabilidade é uma característica ligada essencialmente ao produto desejado. Mas, para o engenheiro, ela está relacionada com o processo de produção, porque as características do escoamento podem variar dependendo do equipamento. De acordo com estes autores, com as informações sobre

as propriedades de escoamento do pó, os engenheiros podem selecionar os equipamentos mais adequados e otimizar aqueles já existentes, corrigindo eventuais problemas de escoamento. E, os formuladores podem usar as propriedades do material durante o desenvolvimento do produto para prever o seu escoamento no equipamento de interesse.

A escoabilidade de pós é um fenômeno complexo em que as propriedades e as características físico-químicas do conjunto de partículas determinam o tipo de escoamento, e, portanto interferem nas operações de processamento e de manuseio, tais como o escoamento na descarga de silos, o transporte, a mistura, a compactação, embalagem e armazenamento destes materiais. O escoamento também depende das propriedades das partículas que constituem o pó, por exemplo, a umidade, a massa específica, a composição, a forma e a rugosidade superficial.

Para avaliar a escoabilidade desses materiais há alguns critérios quantitativos, entre eles estão: ângulo de repouso, ângulo efetivo de atrito interno, índice de Hausner e índice de escoamento. Existe também uma classificação qualitativa de escoamento que se baseia na observação do movimento das partículas ao se descarregar um silo ou um recipiente de armazenamento de partículas sólidas.

No Centro de Secagem do Departamento de Engenharia Química da UFSCar, são realizados vários estudos sobre a secagem de pastas, soluções e suspensões, que produzem pós. Embora usualmente, seja feita a caracterização do material seco, com a determinação da composição, do tamanho, da umidade e da densidade dos pós, ainda não foram realizados estudos para avaliar como o material seco se comporta durante o seu processamento e armazenamento, bem como as propriedades associadas à escoabilidade. Assim, este trabalho busca ampliar o conhecimento sobre o comportamento do material particulado durante o escoamento, já que informações práticas sobre estas características são importantes e podem ser úteis para o dimensionamento de equipamentos utilizados nas operações industriais.

Portanto, os objetivos deste trabalho foram caracterizar e analisar a escoabilidade de pós orgânicos e inorgânicos obtidos comercialmente e a partir da secagem de suspensões, visando contribuir para os estudos sobre secagem de pós que vêm sendo desenvolvidos no Centro de Secagem. A avaliação da escoabilidade das partículas foi realizada com base nas características físico-químicas dos materiais e também nos principais métodos utilizados para medir e classificar o escoamento.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este capítulo visa à apresentação dos principais conceitos envolvidos e critérios utilizados na avaliação da escoabilidade de pós. Além disso, será apresentado um levantamento sobre o estado da arte e as principais pesquisas realizadas nesta área.

2.1. Materiais sólidos e escoamento

Os materiais sólidos particulados são formados por grãos ou partículas de diferentes tamanhos, que se agrupam formando um conjunto. Algumas características como densidade e composição química podem variar no conjunto de partículas, o que dificulta sua caracterização (WOODCOCK; MASON, 1987). Conhecer como o conjunto de partículas se comporta ao ser processado, transportado ou armazenado é útil para o projeto e dimensionamento adequado de equipamentos industriais, tais como alimentadores de sólidos, transportadores e silos, entre outros. O Quadro 2.1 mostra os termos usualmente utilizados para classificar os materiais de acordo com a faixa de tamanho das partículas.

Quadro 2.1: Termos utilizados para classificar qualitativamente os sólidos quanto ao tamanho.

Termo	Faixa de tamanho
Sólido grosseiro (<i>coarse</i>)	5 - 100 mm
Sólido granular	0,3 - 5 mm
Pó grosseiro (<i>coarse</i>)	100 - 300 μm
Pó fino	10 - 100 μm
Pó superfino	1 - 10 μm
Pó ultrafino	< 1 μm

Fonte: Woodcock e Mason (1987).

A escoabilidade dos materiais particulados tem sido estudada sob três perspectivas principais. Na primeira delas, o escoamento de pó é considerado como análogo ao de um fluido, na segunda, conforme Sutton (1976), como um corpo sólido deformado elasticamente e plasticamente, e finalmente, a terceira perspectiva considera o escoamento como a ruptura mecânica da estrutura sólida (JENIKE, 1964). Analisar o escoamento do pó em analogia com o do fluido não é uma consideração muito prática, pois se assume que a escoabilidade não depende da quantidade de material armazenada no recipiente ou da pressão estática gerada pelo fluido acima da abertura de descarga (PELEG, 1978). Assim, as considerações de deformação elástica e plástica e de ruptura mecânica descrevem o

escoamento de pó mais coerentemente, e são muito adotadas para explicar o movimento das partículas. Segundo elas, se um material particulado está submetido a uma tensão contínua, ele é deformado elasticamente quando as partículas são pressionadas umas contra as outras e o material somente retornará à condição original se a tensão for liberada. Conforme a tensão aumenta, as forças interpartículas aumentarão até certo limite e as partículas começarão a deslizar umas sobre as outras, até que todo o conjunto de partículas comece a deslizar. Assim que o deslizamento é atingido, um plano de cisalhamento é estabelecido, toda a estrutura se rompe, e inicia-se o escoamento. A partir deste ponto, a deformação é completamente plástica, o material dilata, e o escoamento acontece pelo deslizamento de uma camada de partículas sobre a outra (JULIANO; BARBOSA-CÁNOVAS, 2010).

2.2. Características das partículas e dos leitos de partículas

A caracterização completa de um material particulado pode ser realizada de duas maneiras. Uma delas é considerar uma partícula isoladamente, e, a outra é determinar o comportamento do conjunto de partículas, que definem as propriedades conhecidas como propriedades *bulk*. Neste item serão abordados os conceitos e as teorias que descrevem não somente as características de uma partícula, mas também as do seu conjunto.

2.2.1. Massa específica da partícula

Para se obter o valor da massa específica de uma partícula (ρ_p) determina-se a razão entre a massa e o volume real ocupado por apenas uma partícula.

2.2.2. Porosidade do leito

As propriedades *bulk* dependem da combinação das partículas com os espaços vazios, pois o volume total pode não ser ocupado só por partículas. Esse volume de espaços vazios é uma propriedade do leito chamada porosidade, que pode ser calculada a partir da seguinte definição (WOODCOCK; MASON, 1987):

$$\varepsilon = \frac{V_{\text{vazios}}}{V_{\text{sólidos}} + V_{\text{vazios}}} \quad (1)$$

em que $V_{\text{sólidos}}$ e V_{vazios} representam o volume de sólidos e o volume de espaço vazio, respectivamente.

2.2.3. Densidade bulk

Para a determinação da densidade *bulk* (ρ_b) deve-se analisar o comportamento do conjunto de partículas, que, muitas vezes, apresentam diferentes tamanhos. A densidade *bulk* média pode ser definida como a razão da massa de material dividida pelo seu volume total, composto por partículas e espaços vazios (porosidade do leito), como pode ser visto pela seguinte equação:

$$\rho_b = \frac{m_{\text{sólidos}} + m_{\text{vazios}}}{V_{\text{sólidos}} + V_{\text{vazios}}} \quad (2)$$

A densidade *bulk* também pode ser escrita em termos da massa específica da partícula, da massa específica do fluido (ρ_f) e da porosidade do leito, representada por (WOODCOCK; MASON, 1987):

$$\rho_b = (\rho_p - \rho_f)(1 - \varepsilon) + \rho_f \quad (3)$$

Para sólidos secos, o ar geralmente preenche os espaços vazios e, portanto, a massa específica do fluido nos espaços vazios pode ser desprezada em relação à da partícula, então a equação 3 se torna:

$$\rho_b = \rho_p(1 - \varepsilon) \quad (4)$$

É necessário descrever qual a condição de empacotamento do material, pois há duas formas para a medição da densidade *bulk*, por exemplo, quando o material é colocado no recipiente tem-se a densidade *bulk* aerada ou solta (*loose, aerated* ou *poured bulk density*). Porém se ele for compactado, forçando-se a acomodação das partículas, a medida aferida será a densidade *bulk* compactada (*tapped bulk density*).

2.2.4. Umidade de equilíbrio

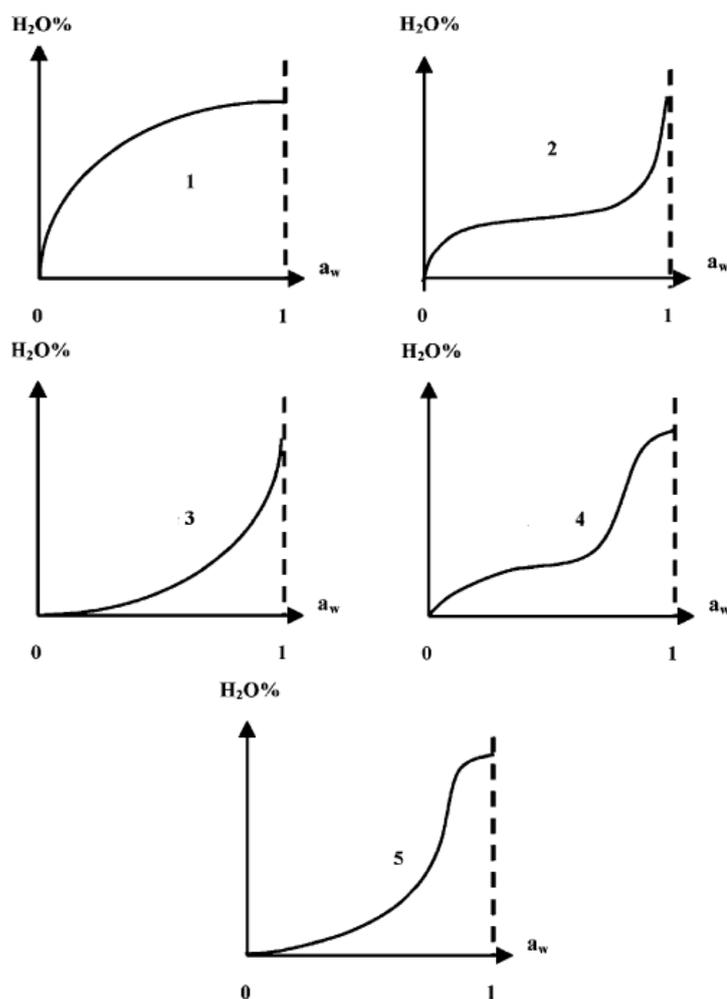
A umidade de equilíbrio de um material, a uma dada temperatura, é definida como o teor de umidade correspondente ao equilíbrio entre as pressões de vapor da água no meio ambiente e no material. É muito importante estudar esta variável, já que ela determina

qual o teor máximo e mínimo de umidade que o material pode atingir a uma determinada temperatura e umidade relativa do ambiente (BARROZO, 1995), sendo que tanto a umidade do material como a do ambiente interferem na escoabilidade.

Uma técnica muito utilizada para a determinação da umidade de equilíbrio é o método estático, que utiliza soluções ácidas de diversas concentrações ou diferentes soluções salinas para regular a pressão de vapor no ar sem movimento (estático) que circunda a vizinhança do material. As soluções salinas são mais utilizadas, pois além de oferecerem menos riscos no manuseio, mantêm a umidade relativa constante, mesmo que o sal precipite.

A relação entre o teor de umidade no equilíbrio e a atividade da água (a_w) correspondente a uma temperatura constante é chamada de isoterma de sorção (SANTANU BASU; SHIVHARE; MUJUMDAR, 2006). Brunauer *et al.* (1940) descreveram cinco tipos de isotermas. A Figura 2.1 ilustra graficamente os diferentes tipos de isotermas.

Figura 2.1: Tipos de isotermas.



Fonte: Santanu Basu; Shivhare; Mujumdar (2006).

A isoterma do tipo 1 é conhecida como isoterma de Langmuir, e é obtida assumindo-se adsorção monomolecular do gás pelos poros do sólido num volume finito. O tipo 2 é uma isoterma sigmoide obtida de produtos solúveis, com tendência assintótica quando a atividade da água se aproxima de um. O tipo 3 é conhecida como isoterma de Flory-Higgins, e pode ser observada quando um solvente ou plastificante, como o glicerol, está acima da temperatura de transição vítrea. A isoterma do tipo 4 descreve a adsorção máxima de um sólido hidrofílico expansível. O tipo 5 é a isoterma de adsorção nas multicamadas de BET, que foi observada na adsorção de vapor de água no carvão e está relacionada com as isotermas dos tipos 2 e 3. Os dois tipos de isotermas mais comumente encontrados para alimentos são as do tipo 2 e 4 (SANTANU BASU; SHIVHARE; MUJUMDAR, 2006).

Existe um grande número de equações utilizadas para estimar a umidade de equilíbrio dos materiais. Os principais modelos propostos estão apresentados na Tabela 2.1.

Tabela 2.1: Equações utilizadas para estimar a umidade de equilíbrio.

Modelo	Equação
BET	$M = \frac{M_0 C a_w}{(1-a_w)[1+(C-1)a_w]} \quad (5)$
GAB	$M = \frac{M_0 C K a_w}{(1-K a_w)(1-K a_w + C K a_w)} \quad (6)$
Kühn	$M = -\frac{k}{\ln a_w} - B \quad (7)$
Halsey modificada	$a_w = \exp\left(-\frac{A M^{-C}}{RT}\right) \quad (8)$
Henderson - Thompson	$a_w = 1 - \exp[-A(T + B)M^C] \quad (9)$
Chung - Pfof modificada	$a_w = \exp\left[\frac{-A}{T+C} \exp(-BM)\right] \quad (10)$

M_0 é o teor de umidade na monocamada da superfície interna; C (BET e GAB) é um parâmetro adimensional relacionado ao calor de sorção da região da monocamada; K é o parâmetro GAB relacionado ao calor de sorção na região da multicamada; k , A , B e C são constantes, a_w é a atividade da água em uma determinada temperatura e T é a temperatura.

A Tabela 2.2 mostra os resultados dos parâmetros e constantes das equações de BET, GAB e Kühn dos leites em pó integral e desnatado a 24°C obtidos por Jouppila e Roos (1994).

Tabela 2.2: Parâmetros e constantes das isotermas obtidas por Jouppila e Roos (1994) a 24°C.

Parâmetros e constantes	Leite Desnatado	Leite Integral
BET	$M_0 = 0,0547$ $C = 11,30$	$M_0 = 0,059$ $C = 13,31$
GAB	$M_0 = 0,0510$ $C = 12,11$ $K = 1,08$	$M_0 = 0,0497$ $C = 16,56$ $K = 1,13$
Kühn	$k = 0,0672$ $B = -0,00764$	$k = 0,0700$ $B = -0,00865$

2.3. Coesão e adesão entre partículas

A escoabilidade de um conjunto de partículas sólidas depende principalmente das forças de atração ou coesão entre as partículas. Nos limites, um escoamento pode ser classificado desde “muito livre” (materiais que escoam facilmente) até “muito difícil” (materiais coesivos). Segundo Condotta (2005), um pó coesivo é definido como um material que não escoam livremente, no qual as interações interpartículas são mais importantes do que o simples efeito da força da gravidade sobre estas partículas.

Os principais tipos de forças interpartículas encontram-se descritos a seguir.

2.3.1. Forças de Van de Waals

As forças de Van der Waals são muito mais fracas do que as ligações primárias, como por exemplo, as covalentes, iônicas e metálicas. Hamacker (1937) propôs uma expressão para estimar a força de Van der Waals entre duas partículas de diâmetros d_1 e d_2 :

$$F_{vw} = \frac{H(d_1 d_2)}{12a^2(d_1 + d_2)} \quad (11)$$

em que a é a distância de separação efetiva entre as superfícies de duas partículas e H a constante de Hamaker, que depende das características do material e possui valores que variam entre 10^{-20} e 10^{-19} Joules.

Quando as duas partículas tiverem o mesmo diâmetro, a Equação 11 se reduz a:

$$F_{vw} = \frac{Hd_p}{24a^2} \quad (12)$$

Se uma das partículas possui diâmetro muito maior que a outra, ou seja, $d_2 \gg d_1$, então, pode-se utilizar a equação simplificada:

$$F_{vw} = \frac{Hd_1}{12a^2} \quad (13)$$

em que d_1 é o diâmetro da partícula menor.

2.3.2. Pontes líquidas

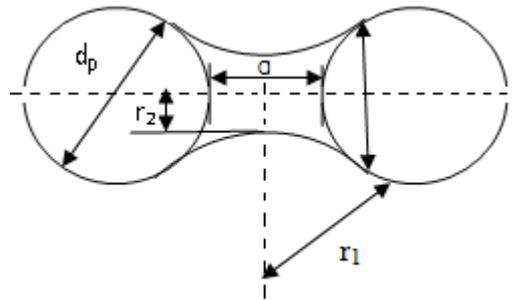
A presença de um líquido nos espaços intersticiais de um conjunto de partículas pode resultar não só na absorção de umidade pelos materiais higroscópicos, mas também em dissolução de algumas partículas, reações químicas que produzam líquidos, aumento da umidade na cristalização e encharcamento acidental do pó ou do equipamento (PELEG, 1978). A presença de uma camada de líquido na superfície das partículas aumenta a coesão devido à ação do menisco criado entre as partículas. Além disso, quanto maior a viscosidade do líquido, mais fortes são as forças coesivas (JULIANO; BARBOSA-CÁNOVAS, 2010).

Segundo Seville, Tüzün e Clift (1997), a força de interação entre partículas tem diferentes origens: a componente axial da tensão superficial entre o sólido e o líquido e a força resultante da pressão hidrostática do menisco, conforme a equação:

$$F_{cap} = 2\pi r_2 \gamma + \pi r_2^2 \Delta P \quad (14)$$

em que γ é a tensão superficial do líquido e ΔP é a pressão capilar negativa dentro do menisco. A Figura 2.2 mostra esquematicamente a interação entre as partículas e o menisco líquido.

Figura 2.2: Menisco líquido entre duas partículas esféricas idênticas.



Fonte: Adaptação de Seville, Tüzün e Clift (1997).

Quando estas partículas estão em contato direto é possível estimar a força de interação através da equação:

$$F_{cap} = \pi\gamma d_p \quad (15)$$

sendo d_p o diâmetro da partícula.

2.3.3. Pontes sólidas

As pontes sólidas são as forças de interações mais fortes, e podem ocorrer por transferência de massa, por processos de fusão-recristalização ou sublimação-recristalização, e, ainda, quando a superfície da partícula estiver próxima da temperatura de fusão (CONDOTTA, 2005).

2.3.4. Forças eletrostáticas

As partículas podem também apresentar interação por forças eletrostáticas, ou seja, o material particulado pode acumular cargas elétricas que podem ser tanto atrativas quanto repulsivas.

2.4. Critério qualitativo de escoabilidade de pós

Uma classificação qualitativa da escoabilidade de pós pode ser feita através da observação de seu comportamento ao escoar através do orifício de descarga de um silo, que é uma das principais operações industriais que envolvem escoamento de sólidos.

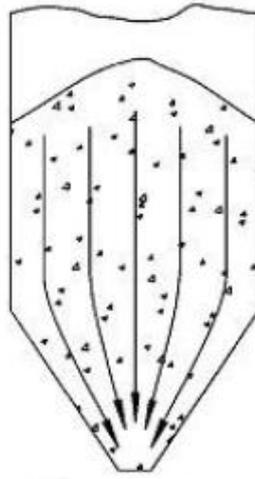
Fatores como a força coesiva do material, as tensões aplicadas sobre as partículas e o tempo de armazenamento interferem de maneira significativa na escoabilidade de pós.

A descarga do material particulado de um silo pode ser classificada em dois padrões principais conhecidos por escoamento mássico e afunilado.

2.4.1. Escoamento mássico

O escoamento mássico fica caracterizado quando, no descarregamento de um silo, todas as partículas sólidas nele presentes começam a se movimentar, escoando de forma regular. Um silo projetado para o escoamento tipo mássico pode ser reconhecido pela presença de uma válvula de controle de fluxo ou pelo declive íngreme da parede do silo próximo à saída, que auxilia na descarga do material, como ilustra a Figura 2.3.

Figura 2.3: Escoamento tipo mássico.



Fonte: Lopes Neto, Nascimento e Silva (2009).

O escoamento mássico é o mais utilizado industrialmente, pois apresenta as seguintes vantagens:

- o escoamento é uniforme e contínuo;
- a pressão é relativamente uniforme na seção horizontal do silo;

- a segregação das partículas sólidas é mínima;
- não há formação de regiões mortas no interior do silo e
- não há canalização do material no descarregamento.

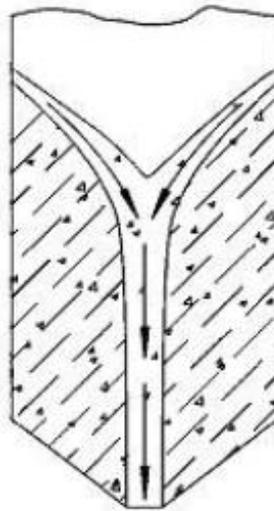
2.4.2. Escoamento afunilado

O escoamento afunilado caracteriza-se por ser um escoamento irregular, já que o material se desprende da superfície livre e cai através de um canal vertical formado no interior do silo. O declive da parede próximo à saída do silo no escoamento afunilado é menor em relação ao mássico. As principais características deste tipo de escoamento, muitas vezes consideradas indesejáveis, são:

- não há mistura de material quando ocorre segregação no carregamento do silo;
- o escoamento não é uniforme e
- se o material apresentar tendência à degradação ou à formação de aglomerados, isto irá acontecer nas regiões estagnadas.

A Figura 2.4 ilustra o escoamento do tipo funil.

Figura 2.4: Escoamento tipo funil.



Fonte: Lopes Neto, Nascimento e Silva (2009).

2.5. Critérios quantitativos de escoabilidade de pós

Existem alguns critérios quantitativos para a medição da escoabilidade de pós e de materiais granulares em geral. Os principais deles são apresentados e discutidos nesta seção.

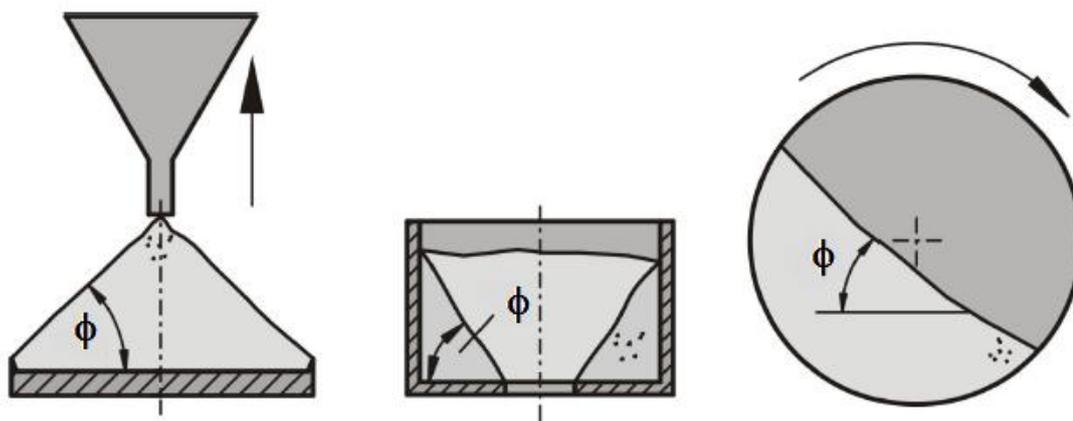
2.5.1. Ângulo de repouso

Partículas sólidas como cereais, leite em pó, farinha, sais, açúcares, entre outros, quando transportadas, tratadas, ou estocadas, podem formar um monte ou uma pilha devido à atuação de forças internas. A característica mais óbvia deste monte é o ângulo de repouso, segundo Juliano e Barbosa-Cánovas (2010). Assim, o ângulo de repouso (ϕ) é aquele formado com a horizontal quando se despeja o material particulado para se formar um monte.

Vários métodos podem ser utilizados para medir o ângulo de repouso das partículas sólidas, porém o valor obtido dependerá não só das condições do sólido, como umidade e carga elétrica, mas também, do procedimento adotado e da habilidade do operador. Desta forma, valores publicados de ângulo de repouso podem não ser comparáveis. Os métodos mais comumente empregados para a medição desse ângulo são: (i) com o auxílio de um funil fazer um monte cônico em uma superfície lisa; (ii) utilizar uma caixa com um dos lados removíveis; (iii) utilizar um cilindro rotativo (WOODCOCK; MASON, 1987). A Figura 2.5 ilustra o método que consiste na formação do monte cônico com a utilização de um funil, que é o tipo de medição mais utilizada para a determinação do ângulo de repouso, e também os dois tipos de cilindros que podem ser utilizados para realizar esta medida.

Figura 2.5: Metodologias utilizadas para a medição do ângulo de repouso.

(a) Despejamento na superfície lisa (b) cilindro com furo na base (c) cilindro rotativo



Fonte: Schulze (2010).

O Quadro 2.2 mostra a classificação da escoabilidade do pó conforme o valor obtido para o ângulo de repouso. Como pode ser observado, para maiores valores de ângulo de repouso mais difícil é o escoamento das partículas sólidas. Isto porque, os materiais mais coesivos tendem a deslizar menos, fazendo que o ângulo formado entre o material e a

horizontal seja maior em relação às partículas com menores graus de aderência, que escoam com maior facilidade.

Quadro 2.2: Classificação da escoabilidade segundo o ângulo de repouso.

Ângulo de repouso (°)	Escoamento
25 – 30	Muito livre
30 – 38	Livre
38 – 45	Médio
45 – 55	Coesivo
Maior que 55	Muito difícil

Fonte: Woodcock e Mason (1987).

O ângulo de repouso é afetado por diversos fatores, como o tamanho da partícula e o teor de umidade do pó, conforme demonstraram Zou e Brusewitz (2002) que estudaram a escoabilidade de pó de calêndula não compactado com diferentes teores de umidade.

2.5.2. Índice de Hausner

Malavé-López, Barbosa-Cánovas e Peleg (1985) definiram o índice de Hausner (HR, Hausner *ratio*) como sendo a razão entre a densidade *bulk* compactada ($\rho_{b,c}$) e a densidade *bulk* solta ($\rho_{b,s}$), conforme a equação:

$$HR = \frac{\rho_{b,c}}{\rho_{b,s}} \quad (16)$$

É importante observar que a densidade *bulk* dos materiais particulados, depende muito do modo como as partículas são empacotadas, por exemplo, se foram submetidas à compactação, consolidação, etc. Portanto, não há um único valor para cada pó (ABDULLAH; GELDART, 1999).

A densidade *bulk* aerada pode ser determinada através do empacotamento das partículas num recipiente sem a utilização de agitação ou vibração, somente sob a ação da gravidade. A densidade *bulk* consolidada pode ser obtida aplicando-se vibrações ao recipiente contendo a amostra utilizada para a medição da densidade aerada. A intensidade e o tempo

das vibrações devem ser ajustados até que a altura das partículas no recipiente seja constante (ABDULLAH; GELDART, 1999).

Hausner (1967) mediu as densidades *bulk* aerada e consolidada de três pós de cobre com distribuições granulométricas semelhantes, porém com partículas de diferentes formatos (esférico, irregular e floco). Ele observou que quanto mais as partículas se desviavam do formato esférico, maior era a razão entre as densidades consolidada e aerada. Hayes (1987) propôs uma classificação para a escoabilidade de pó segundo o índice de Hausner, mostrada no Quadro 2.3.

Analisando-se o Quadro 2.3, pode-se observar que para maiores índices de Hausner, mais difícil será o escoamento das partículas. É necessário salientar que o índice de Hausner caracteriza as condições de atrito numa situação de movimento das partículas, e não estaticamente.

Quadro 2.3: Escoabilidade de pó segundo o índice de Hausner.

Índice de Hausner (HR)	Escoamento
Menor que 1,25	Fácil, livre
1,25 - 1,4	Médio
Maior que 1,4	Coesivo, difícil

Fonte: Abdullah e Geldart (1999).

Chang *et al.* (1998) avaliaram a densidade *bulk* consolidada e o índice de Hausner para diversas misturas de amido de batata e proteína de trigo em diferentes dosagens de água. Conforme a atividade da água de cada mistura era aumentada, maiores eram os valores da densidade *bulk* consolidada. Porém, a densidade *bulk* aerada diminuía com o aumento da atividade da água.

Lu *et al.* (2009) estudaram a escoabilidade de carvão pulverizado e observaram que o índice de Hausner diminuiu com o aumento do tamanho da partícula, e portanto, o escoamento do pó era mais fácil para as partículas maiores. Abdullah e Geldart (1999) também observaram que o aumento do tamanho da partícula numa mistura de FCC (*Fluid Cracking Catalyst*) e de FRF (*Fire Retardant Filler*) era sempre acompanhado pela diminuição da coesividade do material, e conseqüentemente pela queda do índice de Hausner. Entretanto, observaram que a densidade *bulk* aerada aumentou até um tamanho médio de partícula de 25 μm e depois permaneceu constante para ambos os materiais. Já, a densidade

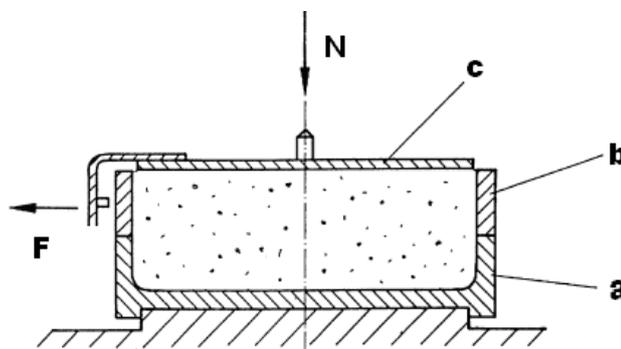
bulk compactada aumentou só até o tamanho de 15 μm , e para partículas maiores, o valor da densidade *bulk* compactada diminuiu tanto para o FCC como para o FRF. Para a medição das densidades *bulk*, os autores utilizaram um analisador de pó padrão fabricado pela Hosokawa e um sistema de medidas de densidades volumétricas, denominado Copley. Estes sistemas permitiam que o número, a amplitude e a intensidade de vibrações aplicadas para cada material fossem padronizados.

2.5.3. Função de fluxo da célula de Jenike

A função de fluxo (ff) é descrita pela teoria dos sólidos e foi introduzida pela primeira vez por Jenike (1964), que criou um dispositivo para a medição desta variável, conhecido como célula de Jenike. O procedimento de operação do aparelho de Jenike foi padronizado pela Federação Europeia de Engenheiros Químicos (*INSTITUTION OF CHEMICAL ENGINEERS*, 1989) e consta na norma D6128-06 - *Standard Test Method for Shear Testing of Bulk Solids Using the Jenike Shear Cell* (SSTT).

A Figura 2.6 mostra um esquema representativo da célula de Jenike que é formada essencialmente por uma base (a), por um anel colocado em cima da base (b) e por uma tampa (c), onde se aplica a força normal (N) colocando-se pesos no pendural. A força de cisalhamento (F) é medida pelo equipamento ao deslocar-se o anel da célula através do tracionamento da tampa a velocidade constante, enquanto a base permanece fixa ao aparelho. Desta forma, é possível determinar as propriedades de escoabilidade de pós preenchendo a base e o anel da célula de Jenike com o material.

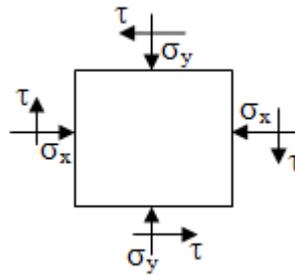
Figura 2.6: Célula de Jenike de cisalhamento.



Fonte: Adaptação de Schwedes (2003).

Uma representação esquemática das relações entre as tensões normais (σ) e de cisalhamento (τ) está ilustrada na Figura 2.7.

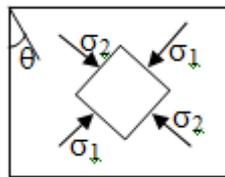
Figura 2.7: Tensões normais e de cisalhamento.



Fonte: Adaptação de Woodcock e Mason (1987).

Desta forma, as principais tensões, as quais as partículas estão sujeitas, podem ser representadas pela soma vetorial destas tensões, como mostra a Figura 2.8.

Figura 2.8: Tensões principais.



FONTE: Adaptação de Woodcock e Mason (1987).

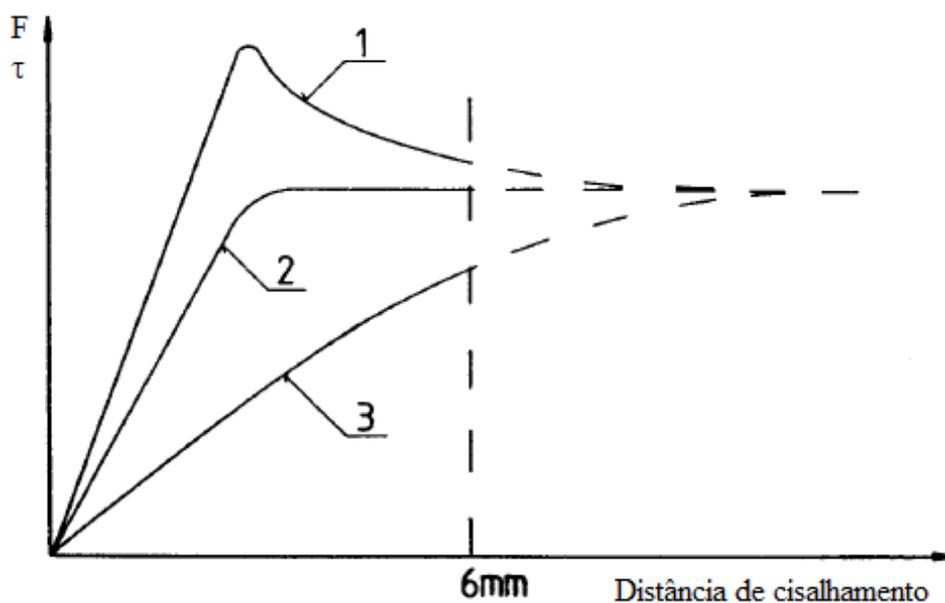
Na primeira parte do ensaio de cisalhamento, a amostra deve ser consolidada na fase de pré-cisalhamento e sua importância é para a definição do plano de cisalhamento, para que sejam obtidas as propriedades corretas de escoamento do material. Existem três estados de consolidação do produto. As características de cada um deles estão descritas a seguir:

- **Consolidação crítica:** uma amostra que está consolidada criticamente não apresenta mudança de volume. A força de cisalhamento aumenta e quando atinge um determinado valor ela permanece constante e a partir desse ponto ocorre o escoamento em estado estacionário.
- **Subconsolidação:** a força de cisalhamento durante o ensaio aumenta de forma linear e, posteriormente, eleva-se com menor intensidade, já que o grau de consolidação é insuficiente. Observa-se uma diminuição do volume até que o estado estável seja atingido;
- **Sobreconsolidação:** a força de cisalhamento inicialmente aumenta de forma linear, atinge um máximo e depois diminui, representando um grau de consolidação

excessivo. O volume da amostra mantém-se constante na faixa de aumento linear da força cisalhante e depois aumenta até a força permanecer constante.

A Figura 2.9 mostra graficamente como acontece a variação da tensão ou da força de cisalhamento em função do deslocamento para os três estados de consolidação, em que a linha vertical tracejada representa a distância máxima de deslocamento horizontal da célula de cisalhamento do aparelho *Jenike Shear Tester*, segundo a *ASTM International*.

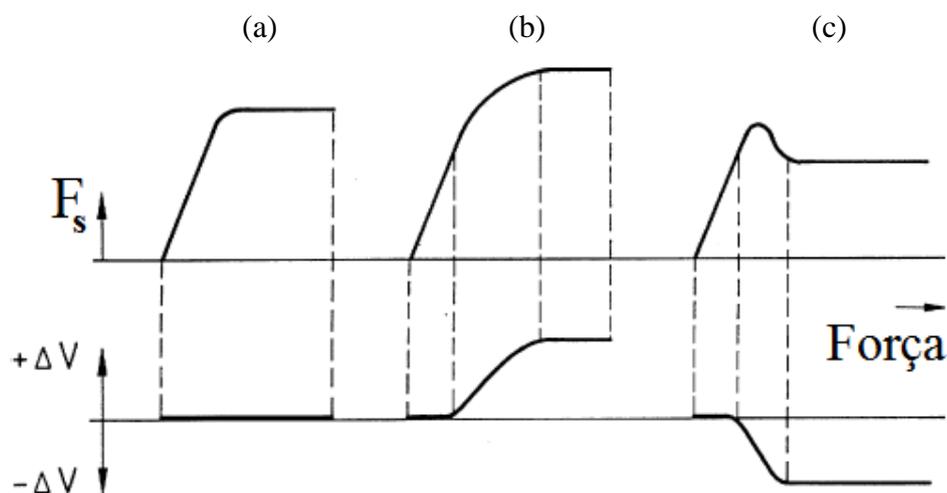
Figura 2.9: Força em função da distância para diferentes estados de consolidação da amostra - (1) sobreconsolidação; (2) consolidação crítica e (3) subconsolidação.



Fonte: ASTM D6128-06.

Na Figura 2.10, podem-se observar graficamente as variações na força de cisalhamento (F_s) e volume (ΔV) para os seguintes estados de consolidação: consolidação crítica (a); subconsolidação (b) e sobreconsolidação (c). A curva de variação de volume deve ser considerada positiva para uma diminuição do volume.

Figura 2.10: Força de cisalhamento em função da variação do volume para diferentes estados de consolidação.



Fonte: Adaptado de Schwedes (2003).

Para que as partículas comecem a deslizar e para acontecer o escoamento deve-se aplicar uma tensão normal com diferentes valores para cada tipo de pó, que dependem das propriedades *bulk* do material. Segundo a norma ASTM D6128-06, a carga de tensão normal do pré-cisalhamento deve ser selecionada baseando-se na densidade *bulk* do material de acordo com Tabela 2.3.

Tabela 2.3: Tensões normais de pré-cisalhamento em função da densidade *bulk*.

Densidade <i>bulk</i> (kg/m ³)	Tensão normal pré-cisalhante (kPa)
Menor que 300	Aproximadamente 1,5
300-800	Aproximadamente 2,0
800-1600	Aproximadamente 2,5
1600-2400	Aproximadamente 3,0
Maior que 2400	Aproximadamente 4,0

Fonte: ASTM D6128-06

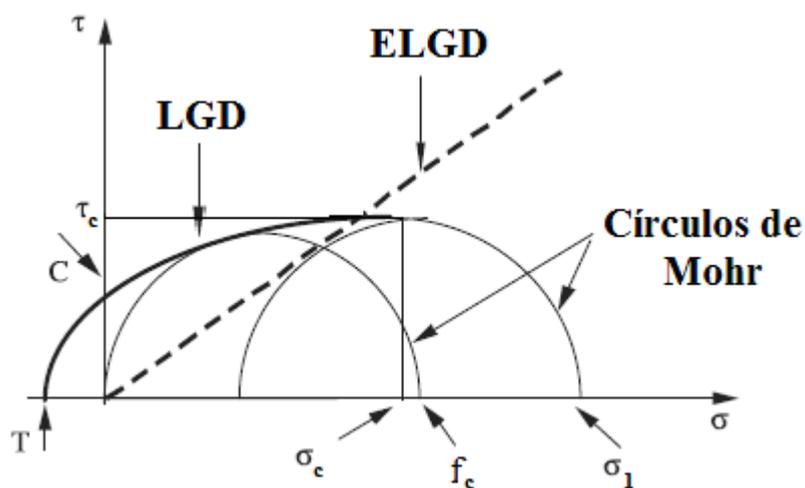
Na ruptura do material, os valores obtidos das forças aplicadas e medidas na célula de Jenike podem ser mostrados num gráfico de tensão de cisalhamento em função da tensão normal, sendo que a curva construída a partir destes valores experimentais é chamada de Lugar Geométrico de Deslizamento, LGD (*Yield Locus*). A curva de LGD é usada de

forma combinada com os círculos de Mohr (que representam graficamente as tensões normais e de cisalhamento a que um corpo pode ser submetido) para a obtenção de parâmetros de escoabilidade.

Ainda, pode ser definido o Lugar Geométrico de Deslizamento Efetivo (ELGD), que é a reta construída a partir da origem cartesiana tangente ao segundo círculo de Mohr, correspondendo às condições de escoamento no estado estacionário do sólido para uma determinada densidade *bulk* (INSTITUTION OF CHEMICAL ENGINEERS, 1989).

Na Figura 2.11 estão representados todos os parâmetros que podem ser obtidos com a construção da curva de tensão de cisalhamento em função da tensão normal (LGD). Esses parâmetros são: coesão do material (C), tração (T), tensão inconfínada de deslizamento (f_c), tensão principal de consolidação (σ_1), tensão normal de consolidação (σ_c) e tensão de ruptura de consolidação (τ_c). Além disso, podem ser visualizados o Lugar Geométrico de Deslizamento Efetivo (ELGD) e os círculos de Mohr.

Figura 2.11: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal.



Para os materiais com escoamento mais difícil a curva LGD pode ser ajustada através da utilização da equação proposta por Warren Spring (FITZPATRICK; BARRINGER; IQBAL, 2004):

$$\left(\frac{\tau}{C}\right)^n = \frac{(\sigma + T)}{T} \quad (17)$$

em que n é o índice de cisalhamento, ou seja, a medida da curvatura do Lugar Geométrico de Deslizamento, C é a coesão do material, T é a tração, que é definida como a força necessária por unidade de área para deslizar as partículas com tensão zero no plano e σ é a tensão normal.

O valor correspondente para a coesão é aquele obtido a partir da intersecção entre o eixo da ordenada, ou seja, da tensão de cisalhamento e o Lugar Geométrico de Deslizamento (LGD). Já, o valor de T corresponde à intersecção da curva de Lugar Geométrico de Deslizamento (LGD) com o eixo das abscissas, representado pela força normal (σ), como pode ser visualizado na Figura 2.11.

Uma aproximação grosseira para a determinação da tensão de consolidação ou a faixa de tensão normal utilizada durante o teste de cisalhamento é a utilização da seguinte equação (JULIANO; BARBOSA-CÁNOVAS, 2010):

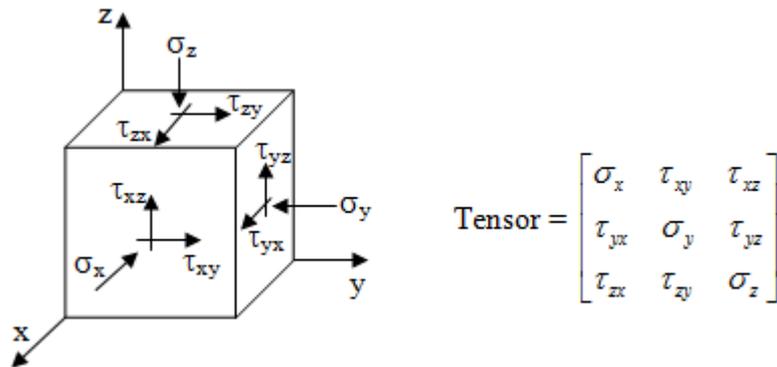
$$\sigma_c = \rho_p gh \quad (18)$$

sendo que σ_c representa a tensão normal, ρ_p a massa específica da partícula e h a altura do leito de pó no silo.

Através da construção de dois círculos de Mohr tangentes ao LGD, pode-se encontrar a tensão confinada de deslizamento (f_c) e a tensão principal de consolidação (σ_1) para o material.

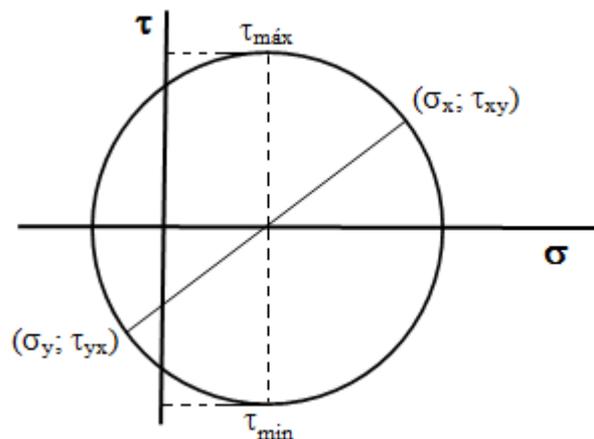
A teoria usada para a construção do círculo de Mohr foi desenvolvida considerando-se um elemento de volume cúbico infinitesimal de pó que está sujeito tanto às tensões normais quanto às cisalhantes. O estado de equilíbrio (momento igual a zero nos três eixos) é atingido quando o tensor de tensões desse elemento cúbico for simétrico, desta forma τ_{ij} é igual a τ_{ji} . A Figura 2.12 mostra o volume cúbico e o tensor das tensões.

Figura 2.12: Tensões, e seu respectivo tensor, sobre um elemento de volume cúbico em coordenadas cartesianas.



Desta forma, para a construção da circunferência de Mohr no plano deve-se construir um gráfico no qual a abscissa represente as tensões normais (σ) e a ordenada as tensões cisalhantes (τ). Então, conforme a convenção de sinais, marcam-se as tensões normais de tração à direita da origem e as de compressão à esquerda. Depois, assinalam-se para cima da origem as tensões cisalhantes que giram no sentido horário e para baixo as que giram no sentido anti-horário. Assim, com os dois pares ordenados formados, por exemplo, $(\sigma_x; \tau_{xy})$ e $(\sigma_y; \tau_{yx})$ traça-se uma reta que passe por estes dois pontos, onde o centro da circunferência de Mohr interceptará o eixo da abscissa. A Figura 2.13 ilustra tal círculo.

Figura 2.13: Circunferência de Mohr, tensão de cisalhamento em função da tensão normal.



São definidos alguns pontos importantes na circunferência de Mohr. Os dois pontos nos quais as tensões cisalhantes são nulas são chamados de tensões principais. Podem

ser obtidas também as tensões máxima e mínima de cisalhamento, que são numericamente iguais em módulo, conforme está apresentado na Figura 2.13.

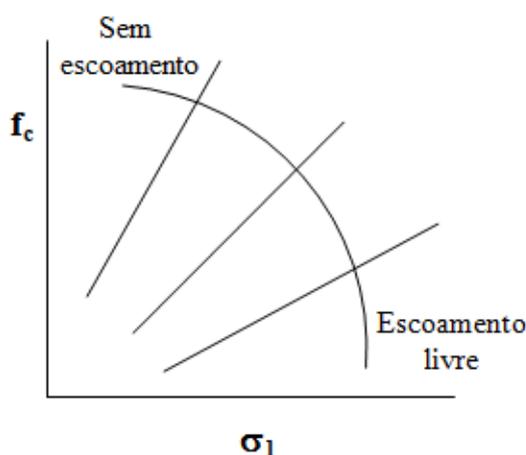
A tensão inconfínada de deslizamento (f_c) é dada pelo limite do círculo de Mohr que passa pela origem e representa a resistência ao deslizamento quando é realizada uma compressão simples, ou seja, é o valor da tensão limite de compressão sem confinamento (CALIL JR; CHEUNG, 2007).

Já, a tensão principal de consolidação (σ_1) representa a resistência máxima ao deslizamento em compressão com confinamento (CALIL JR.; CHEUNG, 2007) e seu valor pode ser obtido através da intersecção do segundo círculo de Mohr (círculo do escoamento em estado estacionário) com a origem.

Assim, pode ser determinada a função de fluxo (ff), que graficamente representa os valores dos pares de tensão inconfínada de deslizamento (f_c) e de tensão principal de consolidação (σ_1) obtidos a partir dos pontos experimentais, utilizando-se vários níveis de consolidação de um mesmo pó. Esses diferentes níveis de consolidação fornecem uma família de curvas de Lugar Geométrico de Deslizamento, e, portanto vários pares ordenados de (σ_1 ; f_c). A função de fluxo é um parâmetro importante, já que quantifica a força de coesão do pó consolidado que deve ser superada para que aconteça o escoamento do material pela ação da gravidade ou de outras forças.

A Figura 2.14 mostra diferentes funções de fluxo (ff) caracterizadas por escoabilidades variadas. Assim, quanto maior for o ângulo formado entre a horizontal e estas retas, mais difícil é o escoamento.

Figura 2.14: Tensão inconfínada de deslizamento em função da tensão principal de consolidação.



Fonte: Fitzpatrick *et al.* (2004).

Define-se, ainda, o índice de escoamento (ff_c) do material como sendo o valor numérico do inverso da tangente da função de fluxo (ff), que indica como é a escoabilidade do pó de acordo com a classificação proposta por Jenike, conforme mostra o Quadro 2.4.

Quadro 2.4: Classificação de Jenike para a escoabilidade de pós.

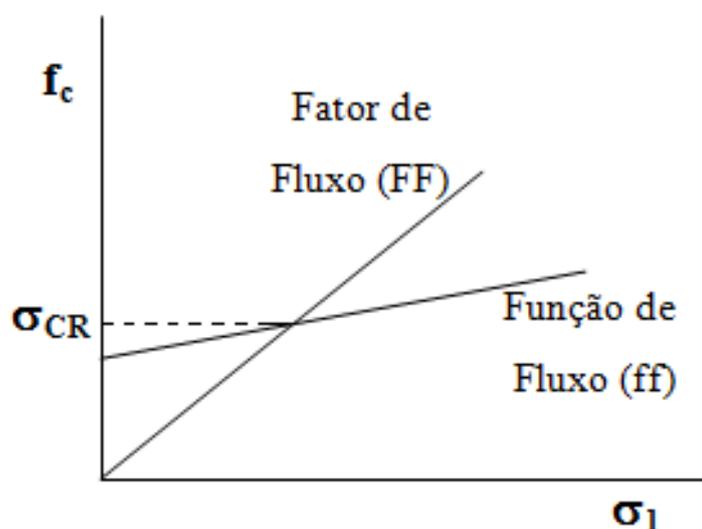
Índice de escoamento (ff_c)	Escoabilidade
Menor que 2	Não escoa
Menor que 4	Coesivo
Menor que 10	Escoamento fácil
Maior que 10	Escoamento livre

Fonte: Teunou, Fitzpatrick e Synnott (1999).

O fator de fluxo (FF) é uma reta traçada a partir da origem com o grau de inclinação igual ao inverso da tangente da função de fluxo. Num gráfico de tensão não confinada de deslizamento (f_c) em função da tensão principal de consolidação (σ_1), a intersecção entre as curvas de função de fluxo (ff) e fator de fluxo (FF) determina a tensão crítica (σ_{CR}) do sistema. Este parâmetro corresponde à tensão normal máxima que o pó pode ser submetido para que não ocorram obstruções na saída do material quando um reservatório é descarregado.

A Figura 2.15 apresenta graficamente a função de fluxo e o fator de fluxo para a obtenção da tensão crítica.

Figura 2.15: Tensão não confinada de deslizamento versus tensão principal de consolidação.



Desta forma, com o valor de tensão crítica do sistema, é possível calcular, através da metodologia proposta por Jenike, o diâmetro mínimo do orifício de descarga (D) de um silo ou reservatório, pela equação (FITZPATRICK; BARRINGER e IQBAL, 2004):

$$D = \frac{H(\theta)\sigma_{CR}}{\rho_b g} \quad (19)$$

onde $H(\theta)$ é uma função do ângulo de inclinação do reservatório, θ é o ângulo formado entre a vertical e a parede do reservatório na descarga, g é a aceleração gravitacional, σ_{CR} a tensão crítica e ρ_b é a densidade *bulk* do pó no diâmetro de descarga (D).

Este método, contudo, pode fornecer valores subestimados dependendo das características do material. Bandeira, Nascimento e Silva (1999) analisaram o escoamento de dois tipos de ração avícola (com teores de gordura de 7,11 e 5,53%) e do farelo de trigo (com 2,65% de gordura) em silos prismáticos e concluíram que para o armazenamento de produtos com altos teores de gordura, o orifício de descarga deve ser dimensionado com área maior que a mínima recomendada pelas normas.

2.5.4. Ângulos de atrito da célula de Jenike

A seguir serão definidos os ângulos importantes para a caracterização da escoabilidade de materiais particulados, de acordo com Juliano e Barbosa-Cánovas (2010).

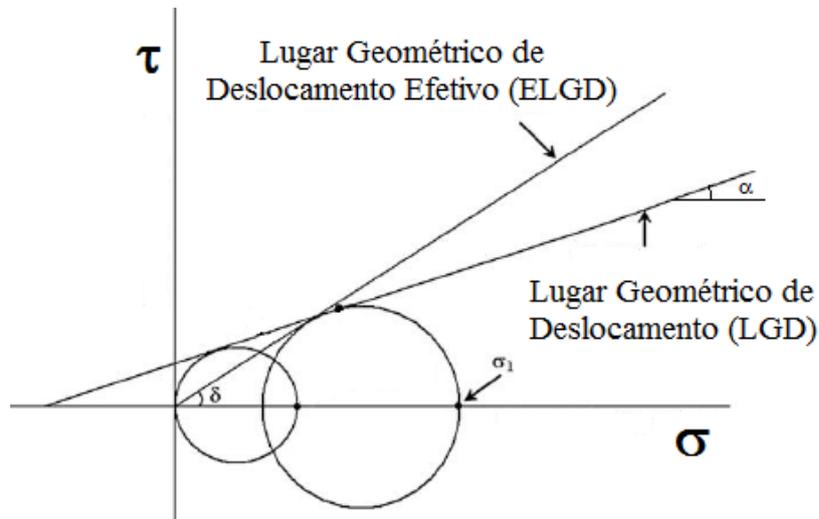
O ângulo de atrito interno (α) é uma medida de interação entre as partículas. Ele é calculado através do grau de inclinação da reta horizontal que intercepta a curva de tensão de cisalhamento em função da tensão normal, depois da obtenção dos dados experimentais na célula de cisalhamento de Jenike. Segundo Nascimento (2008), esse ângulo representa as condições internas do produto armazenado, dependendo também do nível de pressão média aplicada a todas as partículas.

O ângulo efetivo de atrito interno (δ) é uma medida da fricção entre as partículas, que depende da rugosidade, da forma e do tamanho das partículas. Para materiais não coesivos, o ângulo efetivo de atrito interno coincide com o ângulo de atrito interno, quando acontece o escoamento livre do material.

A Figura 2.16 mostra graficamente a diferença entre o ângulo de atrito interno (α) e o ângulo efetivo de atrito interno (δ). Como pode ser observado, o ângulo efetivo de

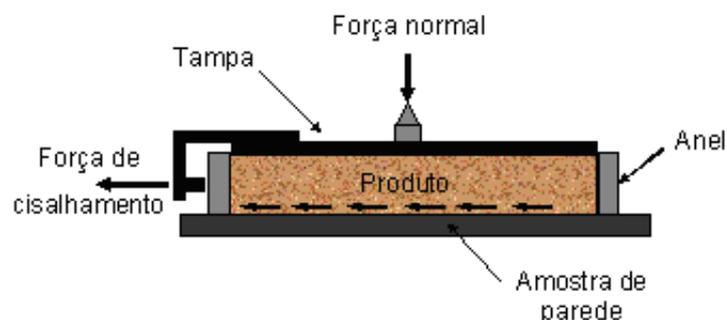
atrito interno é aquele formado entre a reta de ELGD com a horizontal; por outro lado, o ângulo de atrito interno é formado pela intersecção da curva LGD com a horizontal.

Figura 2.16: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal e ilustração do ângulo de atrito interno (α) e do ângulo efetivo de atrito interno (δ).



O ângulo de atrito com a parede (φ_w) é uma medida de fricção entre o pó e a parede do sistema de armazenamento. Para esta determinação, durante o ensaio de cisalhamento a base da célula de Jenike é substituída por uma chapa do mesmo material utilizado no recipiente de armazenamento do pó (silo), conforme ilustra a Figura 2.17. Esta é a propriedade mais simples para se testar, porque possui fraca dependência do estado de consolidação do pó.

Figura 2.17: Ensaio de cisalhamento com a parede.



Fonte: Adaptado de Calil Jr. e Cheung (2007).

O atrito com a parede está ligado ao peso do pó que deve ser suportado pela parede de um reservatório. Por isso, é um dado que ajuda na decisão da escolha do material a

ser adotado no projeto de silos. Quanto maior o ângulo de atrito com a parede, mais difícil é o movimento do pó ao longo da superfície da parede (FITZPATRICK; BARRINGER; IQBAL, 2004).

Segundo Iqbal e Fitzpatrick (2006), esse ângulo tende a aumentar com a diminuição do tamanho das partículas. Eles também destacaram a importância da realização de testes de atrito com a parede para diversas condições de armazenamento, a fim de avaliar como o atrito afeta o projeto de silos ou como ele pode afetar o escoamento padrão em silos já existentes.

A tangente do ângulo de atrito com a parede corresponde ao coeficiente de atrito (μ_w) com o pó, oferecido pelo material da parede do recipiente de armazenamento. Esse coeficiente é muito utilizado nos cálculos das pressões em silos. Além disso, este parâmetro pode ainda ser utilizado como condição de contorno na equação de movimento do sólido, fornecendo informações interessantes no estudo de modelagem do escoamento de pós em silos, leitos deslizantes, entre outros equipamentos.

2.6. Fatores que afetam a escoabilidade dos pós

A identificação dos fatores que interferem na escoabilidade dos pós é importante para a compreensão de seu comportamento durante o processamento. A seguir, será apresentada uma revisão de trabalhos que investigaram quais fatores são importantes e como alguns desses fatores interferem no escoamento dos materiais particulados.

2.6.1. Propriedades da partícula

O tamanho das partículas é um dos principais fatores que afetam a escoabilidade de um pó. Partículas menores geralmente escoam com maior dificuldade, conforme Thomson (1997). Segundo Fitzpatrick *et al.* (2004), mudanças no escoamento podem ser perceptíveis se o tamanho das partículas diminui, pois a área de contato entre as partículas fica maior, aumentando a interação entre as forças coesivas.

A escoabilidade também pode ser afetada pela quantidade de água livre e associada dentro de cada partícula. A capacidade de associar água dentro de uma massa em pó a granel depende da distribuição estrutural destes componentes na partícula. Outros componentes tais como gorduras, açúcares, proteínas e fibras também podem determinar a “fluidez” do pó. (JULIANO; BARBOSA-CÁNOVAS, 2010).

De acordo com Teunou e Fitzpatrick (1999), que estudaram o efeito da temperatura e da umidade relativa do ar ambiente na escoabilidade de pós alimentícios, para

os pós testados por eles, farinha de trigo (umidade inicial de 12,6% e diâmetro médio de 73 μ m), chá (umidade inicial de 6,6% e diâmetro médio de 25 μ m) e permeado de soro (umidade inicial de 3,8 e diâmetro médio de 98 μ m), houve uma diminuição na escoabilidade com o aumento da temperatura e da umidade relativa, exceto para a farinha de trigo, que escoou mais facilmente com o aumento da temperatura. Além disso, os autores observaram que a umidade relativa teve uma forte influência na escoabilidade dos pós de chá e de permeado de soro, porém com um menor efeito na farinha. A justificativa para estes comportamentos foi que, em condições de elevada umidade ambiente, o pó de chá absorveu muita água transformando-se em um material “borrachoso”, e a farinha de trigo se aglomerou em tortas devido à formação de fortes pontes de cristal de lactose entre as partículas. A formação de tortas (*caking*) é um fenômeno deletério, em que o pó inicialmente forma aglomerados (*lumps*), depois se torna pegajoso (*sticky*), perdendo sua funcionalidade com diminuição da qualidade. O *caking* pode ocorrer como resultado de recristalização (após o derretimento de gordura ou após solubilização na superfície cristalina), umidificação da superfície seguida por equilíbrio da umidade ou ainda pela atração eletrostática entre partículas (AGUILERA; DEL VALLE; KAREL, 1995).

O Quadro 2.5 mostra quais são os principais fatores que interferem na escoabilidade de pós, considerando as características das partículas e fatores externos associados ao processamento.

Quadro 2.5: Características das partículas e fatores que afetam a escoabilidade de pós.

Propriedades da partícula	Fatores externos
Composição (tipo do material)	
Massa específica	
Tamanho	Temperatura
Forma	Umidade relativa do ar
Rugosidade	Nível de compactação
Superfície de atrito (revestimento)	Revestimento, aglomeração
Compressibilidade (dureza, elasticidade e ductilidade)	Segregação
Umidade	Antiaglomerantes
Propriedades elétricas (condutividade, capacitância, propensão à carga eletrostática)	

Fonte: Juliano e Barbosa-Cánovas (2010).

2.6.2. Propriedades dos pós

A densidade *bulk* dos pós, que é a densidade de um conjunto de partículas, é definida como a razão entre a massa de pó e o volume que ele ocupa e pode variar muito dependendo do modo com que as partículas são compactadas e consolidadas, sendo que a escoabilidade do material pode mudar com os diferentes níveis de compactação e consolidação.

Segundo Lu *et al.* (2009), carvões pulverizados provenientes de diversas regiões da China apresentaram variações em suas propriedades físicas, como, por exemplo, na distribuição granulométrica, o que resultou em diferentes comportamentos na escoabilidade deste material.

Iqbal e Fitzpatrick (2006) determinaram os efeitos das condições de armazenamento no ângulo de atrito com a parede para os pós de farinha, chá e permeado de soro e observaram que todos os pós absorveram água quando expostos por 18 horas a uma faixa de umidade relativa de 22 a 66%, na temperatura de 20°C, o que resultou em maiores ângulos de atrito com a parede e no aumento do ângulo mínimo da tremonha (declive da parede do silo) requerido para o escoamento mássico, demonstrando que as dimensões dos silos é um fator que interfere na escoabilidade dos materiais.

O Quadro 2.6 mostra algumas características dos pós e os principais fatores externos que interferem nas propriedades do material e, conseqüentemente, na sua escoabilidade.

Quadro 2.6: Propriedades dos pós e os fatores que afetam a escoabilidade.

Propriedades do pó	Fatores externos
Distribuição granulométrica	
Densidade <i>bulk</i>	
Homogeneidade (tipo de mistura)	Taxa de alimentação
Nível de atrito	Vibração
Compressibilidade	Dimensão de silos
Coesividade	Descarregamento
Ângulo de atrito interno	
Ângulo de atrito com a parede	

Fonte: Juliano e Barbosa-Cánovas (2010).

2.7. Escoabilidade do leite em pó

O leite em pó é um material que é produzido em todo o mundo, tem um alto valor agregado e é um alimento de fundamental importância para os seres humanos. Desta forma, ele é muito estudado na literatura visando à caracterização da escoabilidade, pois é utilizado em diversos processos industriais, não só para a sua produção, mas também como matéria-prima usada na fabricação de diferentes produtos alimentares.

Fitzpatrick *et al.* (2004) estudaram os efeitos das propriedades do pó e das condições de armazenamento na escoabilidade do leite em pó com diferentes teores de gordura. A Tabela 2.4 mostra as características físicas das partículas e a Tabela 2.5 os principais resultados de escoabilidade obtidos por estes autores para os leites em pó desnatado e integral na temperatura de 20°C.

Tabela 2.4: Características das partículas de leite em pó.

Tipo de leite	Umidade (%m/m)	Gordura (%m/m)	Diâmetro médio (μm)	Massa específica da partícula (kg/m^3)	Densidade bulk (kg/m^3)
Desnatado	4,7	0,9	53	1133	646
Integral	3,3	26	99	1180	627

Fonte: Fitzpatrick *et al.* (2004).

Tabela 2.5: Propriedades de escoabilidade do leite em pó.

Tipo de leite	Índice de escoabilidade	δ ($^\circ$)	ϕ_w ($^\circ$) (aço inoxidável)
Desnatado	6,1	51,5	15,4
Integral	1,45	48	11

Fonte: Fitzpatrick *et al.* (2004).

Neste estudo, Fitzpatrick *et al.* (2004) observaram que a coesão do leite em pó desnatado foi muito menor que a do integral, conforme também observou Rennie *et al.* (1999). De acordo com os autores, a maior coesividade do leite integral é devido à maior quantidade de gordura na superfície do pó, que é muito maior do que a sua própria composição *bulk* média, conforme mostrou o trabalho de Kim, Chen e Pearce (2002) que mediram a composição da superfície dos conjuntos de partículas de diferentes leites em pó com espectroscopia eletrônica. Também analisaram o efeito da temperatura de armazenamento na escoabilidade dos leites em pós e concluíram que houve um aumento da

coesividade do leite em pó desnatado a 25°C, porque provavelmente aumentou a termoplasticidade dos compostos, principalmente da lactose em relação às temperaturas de 5 e 15°C. Já, para o leite em pó integral o aumento da coesividade com a elevação da temperatura é ainda mais intenso, pois provavelmente aconteceu um derretimento parcial da gordura que resultou na formação de pontes líquidas entre as partículas. Entretanto, Buma (1971) mostrou que não houve aumento da coesão do leite em pó integral quando se variou a temperatura de 20 para 40°C. Fitzpatrick *et al.* (2004) também analisaram o efeito do aumento da umidade relativa do ar e constataram que a elevação da coesividade do leite em pó desnatado foi muito maior que a do leite em pó integral, pois muitos pós alimentícios que contém lactose em estado amorfo podem sofrer cristalização, produzindo pontes sólidas cristalinas entre as partículas, o que dificulta o escoamento. Quanto ao tamanho da partícula, notaram que partículas menores dos leites em pó integral e desnatado têm menor índice de escoamento se comparadas às partículas maiores, já que área de contato entre as partículas menores é maior, aumentando a força coesiva.

Apesar de haver na literatura diversos estudos sobre a escoabilidade dos pós, nota-se que, diante da imensa variedade de materiais particulados processados na indústria, ainda são relativamente poucos os materiais estudados. Além disso, o estudo da escoabilidade de materiais particulados é muito complexo, pois diversos fatores interferem no escoamento, o que dificulta a análise e a compreensão dos fenômenos, bem como a previsão do comportamento de determinado pó no que se refere ao escoamento e sua interação com o equipamento de processo. Desta forma, este trabalho visa contribuir com os estudos sobre secagem de pasta no Centro de Secagem do DEQ/UFSCar, através da investigação experimental da escoabilidade de pós constituídos por materiais orgânicos e inorgânicos.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão descritos os materiais e as metodologias utilizados neste trabalho para a caracterização dos materiais, secagem das suspensões e avaliação da escoabilidade dos materiais particulados.

3.1. Materiais

Os materiais escolhidos para a avaliação da escoabilidade de pós orgânicos e inorgânicos estão descritos a seguir.

3.1.1. Alumina

A alumina, óxido de alumínio (Al_2O_3), foi escolhida para o estudo da escoabilidade dos materiais inorgânicos, porque é um material que tem diversas aplicações em indústrias de processos. Ela pode ser utilizada como suporte para a fase ativa de catalisadores, como componente eletrônico, e é uma matéria-prima comum na indústria cerâmica, por possuir características refratárias (suporta altas temperaturas, é resistente à corrosão e é um ótimo isolante térmico). Apesar disso, as propriedades de escoabilidade deste pó ainda foram pouco estudadas. A empresa Engecer Ltda. de São Carlos forneceu a alumina calcinada APC G fabricada pela Alcoa.

3.1.2. Barbotina de alumina

Como um segundo material inorgânico, optou-se por testar o pó obtido a partir da secagem da barbotina de alumina. A barbotina é o nome utilizado nas indústrias cerâmicas para denominar uma suspensão aquosa de partículas sólidas (RIBEIRO; VENTURA; LABRINCHA, 2001). A suspensão usada neste trabalho foi adquirida junto à empresa Engecer Ltda. de São Carlos, a fim de se testar um material obtido a partir da secagem de uma suspensão, em condições conhecidas. Segundo informado pela empresa, em relação ao teor de sólidos totais, a suspensão contém 95,2% de alumina e 4,8% de outros óxidos (óxidos de silício, de sódio, de magnésio e de cálcio). Além disto, recebe 2% de aditivos orgânicos, que incluem PVAI (ligante), poliacrilato de amônio (dispersante) e ácido esteárico (lubrificante). O pó obtido a partir da secagem da barbotina de alumina é utilizado principalmente pelas indústrias cerâmicas para colagem e moldagem de peças. Por isso, o material seco obtido na secagem foi chamado de pó cerâmico. A suspensão fornecida pela Engecer foi seca no mini *spray dryer* da Büchi, modelo 190, disponível no Centro de Secagem do DEQ/UFSCar.

3.1.3. Leite em pó

O material orgânico analisado foi o leite em pó. Para a avaliação de como o teor de gordura influencia na escoabilidade do material foram estudados os leites em pó integral e desnatado. A escolha deste material foi feita por diversas razões: (i) sua imensa aplicabilidade na indústria alimentícia; (ii) é um material cuja escoabilidade já foi bastante investigada, o que garante informações e dados para comparação; (iii) é um material muito estudado no Centro de Secagem, onde é obtido pela técnica de secagem em leito de jorro com partículas inertes.

Os leites em pó, tanto o integral como o desnatado, foram obtidos no comércio local. A marca escolhida foi a Nestlé, devido à maior disponibilidade dos produtos nos pontos de venda. Assim, o leite integral utilizado foi o Ninho (não instantâneo) e o leite em pó Molico representou o leite desnatado. A Tabela 3.1 mostra a composição dos dois tipos de leite em pó utilizados.

Tabela 3.1: Composição dos leites em pó.

Composição*	Leite desnatado (porção de 20 g)	Leite integral (porção de 26 g)
Carboidratos	10,0 g	9,9 g
Proteínas	7,0 g	6,8 g
Gorduras totais	0 g	7,0 g
Fibra alimentar	0 g	0 g
Sódio	102 mg	95 mg
Cálcio	263 mg	246 mg
Vitamina A (retinol)	113 µg	225 µg
Vitamina D	0,94 µg	1,8 µg
Vitamina C	-	17 mg
Ferro	-	5,2 mg

*Dados fornecidos pelo fabricante.

3.2. Caracterização dos materiais

A caracterização dos pós foi realizada nos Departamentos de Engenharia Química (DEQ) e de Engenharia de Materiais (DEMa) da Universidade Federal de São Carlos.

3.2.1. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada a fim de examinar a morfologia de cada material particulado. Para isso, utilizou-se o microscópio MEV INSPECT S50 da FEI disponível no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE) do DEMa/UFSCar. As amostras foram depositadas em fitas de carbono e posteriormente foram recobertas com ouro para a visualização no microscópio.

3.2.2. Distribuição granulométrica

A distribuição granulométrica dos materiais particulados foi obtida através da utilização de equipamento Malvern Mastersizer, disponível no laboratório de Controle Ambiental do DEQ. O aparelho também forneceu o valor do diâmetro médio das partículas.

3.2.3. Massa específica das partículas

A determinação da massa específica da partícula foi realizada através do picnômetro digital a hélio modelo Accupyc 1330 da Micromeritics, também disponível no laboratório de Controle Ambiental do DEQ.

3.2.4. Densidades *bulk* aerada e consolidada

A densidade *bulk* solta foi obtida através da medição manual, ou seja, aferindo-se a massa de partículas em uma proveta com volume total de 250 ml. A densidade *bulk* compactada foi medida também de forma manual através da compactação de uma quantidade de massa conhecida de partículas. Todas as medidas foram realizadas com o mesmo padrão de despejamento e compactação das partículas. A compactação foi realizada através de batidas da proveta com o auxílio de um dispositivo de madeira, mostrado na Figura 3.1. Nota-se que a altura de elevação da proveta no batimento é a mesma, devido à presença de uma placa de madeira que impede que ela seja erguida em alturas diferentes a cada batida. Para avaliar a compactação dos materiais foram determinados os valores da densidade *bulk* compactada em função do número de batidas. O número de batidas adotado para este procedimento foi de 30, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350, 400, 450 e 500, a fim de garantir que as densidades *bulk* compactada dos materiais permanecessem constantes.

Figura 3.1: Dispositivo de madeira utilizado para a compactação padronizada dos pós.



3.2.5. Teor de umidade

O teor de umidade dos pós foi obtido através da metodologia gravimétrica. Para isso, amostras em triplicata dos materiais foram previamente pesadas e secas em estufas de convecção forçada, a temperatura de aproximadamente 105°C num tempo total de 24 horas. A seguir, a massa foi aferida novamente. Pôde-se então, determinar o teor de água perdida em base úmida através da diferença entre os valores inicial e final da massa da amostra. Este procedimento está de acordo com as normas da Associação Oficial de Análises Químicas (AOAC INTERNATIONAL). Para o leite em pó, foi utilizado o método proposto pelo Instituto Adolfo Lutz (1985). As amostras permaneceram em estufas de convecção forçada a 93°C até que a massa permanecesse constante. Este método foi utilizado, já que a 105°C as amostras de leite em pó escureciam, devido à possível degradação de proteínas e açúcares.

3.2.6. Isotermas de sorção

Para determinar as isotermas de sorção, foi utilizado o método estático, no qual as amostras foram mantidas em diferentes valores de umidades relativas. Estas foram obtidas através de soluções salinas saturadas, como cloreto de lítio (LiCl), acetato de potássio (CH₃COOK), cloreto de magnésio hexahidratado (MgCl₂·6H₂O), carbonato de potássio (K₂CO₃), nitrato de sódio (NaNO₂) e cloreto de sódio (NaCl), correspondendo a uma faixa de umidade relativa entre aproximadamente 11 e 75%. A Tabela 3.2 mostra as umidades

relativas de equilíbrio para cada solução salina utilizada na determinação das isotermas de sorção em diferentes temperaturas.

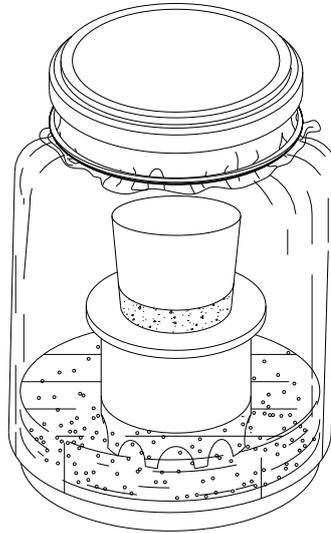
Tabela 3.2: Umidade relativa de equilíbrio de soluções salinas saturadas.

Sal	Temperatura (°C)	
	30	40
LiCl	11,28 ± 0,24	11,21 ± 0,21
CH ₃ COOK	21,61 ± 0,53	20,4 ^b
MgCl ₂ .6H ₂ O	32,44 ± 0,14	31,60 ± 0,13
K ₂ CO ₃	43,17 ± 0,50	42,30 ^a
Mg(NO ₃) ₂ .6H ₂ O	51,40 ± 0,24	48,42 ± 0,37
NaNO ₂	63,5 ^b	61,6 ^b
NaCl	75,09 ± 0,11	74,68 ± 0,13

Fonte: Greenspan (1977); ^a Bilali *et al.* (2000); ^b Barrozo (1995).

As soluções salinas foram inseridas em recipientes de vidro com 8,60 cm de diâmetro e 13,64 cm de altura. As amostras, contendo 3g de pó, foram colocadas em recipientes plásticos sobre plataformas de PVC, a uma distância de 4 cm a partir da base do recipiente de vidro a fim de se evitar qualquer contato direto do material com as soluções salinas. Então, os recipientes de vidro contendo as amostras juntamente com as soluções foram colocados em estufa com temperaturas controladas de (30 ± 3)°C e (40 ± 3)°C e mantidos até que a massa das amostras permanecesse constante, ou seja, até que a variação da massa entre as pesagens não excedesse 0,001 g, para assegurar que o equilíbrio foi atingido. A escolha do valor de 30°C foi baseada nas variações da temperatura ambiente local e a temperatura de 40°C foi utilizada para confirmar a validade dos ajustes das equações para diferentes temperaturas. A Figura 3.2 mostra o esquema dos recipientes de vidro utilizados nos ensaios.

Figura 3.2: Esquema dos recipientes de vidro com as soluções salinas para a determinação das isotermas de sorção.



A umidade de equilíbrio em base seca foi calculada de acordo com a seguinte equação:

$$M = \frac{m_e - m_s}{m_s} \quad (20)$$

onde: M é a umidade de equilíbrio em base seca; m_e é a massa da amostra no equilíbrio; e m_s é a massa seca da amostra.

Para uma determinada temperatura, foram obtidos diferentes valores de umidade de equilíbrio em função de cada umidade relativa das soluções salinas saturadas. Assim, o conjunto destes pontos forneceu uma curva de isoterma para cada temperatura estudada. Os ajustes das curvas aos pontos experimentais foram realizados com os modelos propostos por Brunauer - Emmett - Teller (BET), Guggenheim - Anderson - de Boer (GAB) e Kühn. Estes modelos foram escolhidos, pois são os mais utilizados para leite em pó desidratados (BOQUET; CHIRIFE; IGLESIAS; 1978). As curvas foram ajustadas aos pontos experimentais através do Solver do Excel[®] versão 2007, utilizando-se o método dos mínimos quadrados, ou seja, a soma dos quadrados dos resíduos (SQR) foi minimizada, variando-se os parâmetros de cada modelo. A equação abaixo mostra como foi calculada a SQR.

$$SQR = \sum_{i=1}^n (M_i - \widehat{M}_i)^2 \quad (21)$$

onde: M é o valor da umidade de equilíbrio em base seca medida experimentalmente e \widehat{M} é o valor da umidade de equilíbrio em base seca calculada através de cada equação dos modelos de isotermas.

Para avaliar os ajustes dos modelos aos pontos experimentais foram calculados o erro relativo médio (ERM) e o coeficiente de determinação (quadrado do coeficiente de correlação - R^2) como mostram as seguintes equações:

$$ERM = \sum_{i=1}^n \frac{M_i - \widehat{M}_i}{M_i} \quad (22)$$

$$R^2 = \left(\frac{\sum (M_i - \overline{M}_i)(\widehat{M}_i - \overline{\widehat{M}}_i)}{\sqrt{(\sum (M_i - \overline{M}_i)^2)(\sum (\widehat{M}_i - \overline{\widehat{M}}_i)^2)}} \right)^2 \quad (23)$$

Assim, foram considerados os melhores modelos aqueles que ajustados aos pontos experimentais forneceram um coeficiente de correlação mais próximo à unidade e um menor erro relativo.

3.3. Secador utilizado

O equipamento utilizado para a secagem da barbotina de alumina foi o mini *spray dryer* da Büchi, modelo 190, disponível no Centro de Secagem do Departamento de Engenharia Química da UFSCar. Ele permite que variações na temperatura e na vazão de alimentação do ar possam ser realizadas para a obtenção de um processo de secagem mais adequado a cada tipo de suspensão ou solução.

A alimentação foi atomizada através de um bocal, que utilizou a energia do ar comprimido para formar as gotas, conhecido como bocal duplo fluido ou pneumático. A pressão do ar comprimido utilizada nos procedimentos experimentais foi de 2 bar. O sistema de operação do mini *spray dryer* da Büchi permite que haja mistura interna da alimentação e do ar para que o processo de atomização seja mais eficiente.

A barbotina de alumina foi levada até o bocal atomizador pneumático de mistura interna através de uma bomba peristáltica. O bocal é composto por quatro partes principais: corpo, duas peças de inox, uma menor com orifício de saída de 0,75 mm e outra com orifício de saída de 1,5 mm e uma agulha que era acionada a cada 8 segundos por um sistema pneumático acoplado em sua parte superior para o desentupimento da menor peça de inox.

A Figura 3.3 mostra o equipamento, o agitador mecânico e o banho termostático utilizados na secagem da barbotina de alumina. É possível observar os principais medidores, reguladores e acessórios.

Figura 3.3: *Spray dryer* utilizado para a secagem da barbotina de alumina. (1) medidor da vazão de ar comprimido alimentado ao bocal do atomizador; (2) válvula de regulagem do ar comprimido; (3) ajuste da vazão de alimentação; (4) ajuste da vazão de ar; (5) ajuste da temperatura de entrada do ar; (6) botão para ligar e desligar o equipamento; (7) visor da temperatura de entrada do ar; (8) visor da temperatura de saída do ar; (9) bomba peristáltica; (10) fonte de ar comprimido; (11) banho termostático Tecnal modelo TE-184; (12) agitador mecânico Fisatom modelo 713.



A Figura 3.4 mostra o bocal atomizador e a agulha utilizada para o desentupimento do bico do atomizador. Na operação de secagem a agulha era inserida no bocal e as duas peças de inox eram conectadas na extremidade inferior do bocal.

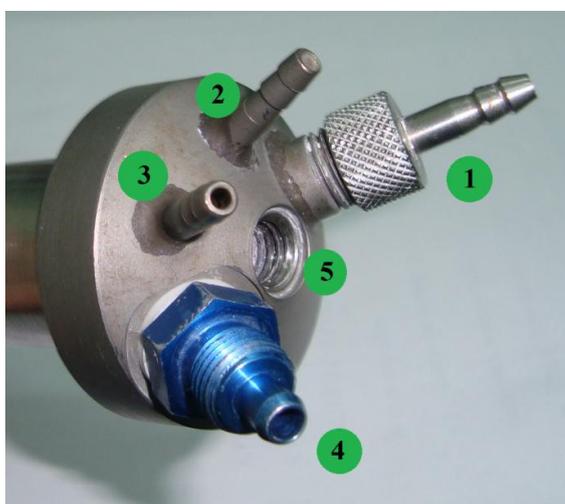
Figura 3.4: Bocal atomizador duplo fluido e seus componentes.



O resfriamento foi realizado para evitar superaquecimento do bocal. A vazão de água utilizada para tal resfriamento foi de aproximadamente 3 ml/s à temperatura ambiente ($\pm 25^{\circ}\text{C}$).

A Figura 3.5 mostra a disposição dos orifícios da cabeça do bocal atomizador.

Figura 3.5: Cabeça do bocal atomizador.



- 1- entrada da alimentação
- 2- entrada da água de resfriamento;
- 3- saída da água de resfriamento
- 4- entrada de ar comprimido
- 5- orifício onde acontece a mistura interna e onde a agulha de desentupimento é posicionada.

O procedimento experimental da secagem da barbotina de alumina constituiu-se inicialmente de uma agitação prévia por 30 minutos dentro de um banho termostático a 28°C para assegurar a mistura completa de seus componentes e temperatura constante da suspensão. Depois da agitação a barbotina foi passada em uma peneira com abertura de 425 µm, a fim de evitar o entupimento do atomizador. Durante todo o procedimento de secagem a agitação foi mantida.

Depois do período inicial de agitação, o *spray dryer* era ligado e a pressão do ar comprimido ajustada. Então, ligava-se o soprador com vazão máxima de ar (23,3 L/h) juntamente com o aquecimento. A temperatura de entrada do ar era mantida em (165 ± 5)°C. Até a estabilização da temperatura, alimentava-se água no equipamento. Abria-se a torneira da água de resfriamento e então a barbotina era alimentada ao equipamento com vazão de 0,3 ml/s. A temperatura de saída do ar manteve-se a (60 ± 5)°C. Cada ensaio teve duração de 50 minutos.

3.4. Determinação dos critérios quantitativos de escoabilidade

A escoabilidade dos materiais particulados foi avaliada segundo alguns critérios quantitativos, como: índice de Hausner, ângulo de repouso, índice de escoamento e ângulos de atrito.

3.4.1. Índice de Hausner

O índice de Hausner foi calculado a partir da razão entre as densidades *bulk* compactada ($\rho_{b,c}$) e solta ($\rho_{b,s}$), conforme mostra a Equação 16. As densidades foram determinadas conforme procedimento descrito no item 3.2.4.

$$HR = \frac{\rho_{b,c}}{\rho_{b,s}} \quad (16)$$

3.4.2. Ângulo de repouso

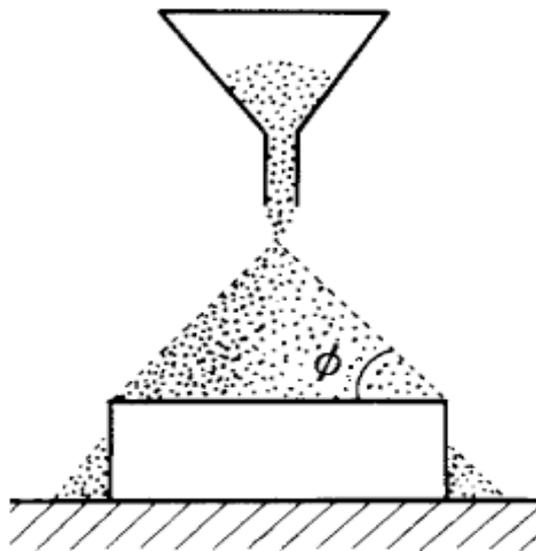
O ângulo de repouso foi determinado através do escoamento do material particulado a partir de um funil para uma superfície de acrílico, como mostra a Figura 3.6. O funil tinha diâmetro de saída de 2 cm e inclinação de 65° entre a parede externa e a horizontal. A distância entre o orifício de descarga do funil e a base da superfície de acrílico foi de 9 cm. Foi utilizado esse diâmetro de saída, porque alguns materiais testados eram muito coesivos e,

portanto, uma abertura maior facilitaria o escoamento dos pós, além de minimizar o efeito da parede sobre o escoamento dos materiais. Os testes foram realizados em triplicata e foram medidos o diâmetro e altura do monte formado após o despejamento dos materiais. Assim, o ângulo de repouso foi calculado com a seguinte equação:

$$\phi = \arctg\left(\frac{h}{D/2}\right) \quad (24)$$

onde: h é a altura e D é o diâmetro do monte formado após o escoamento dos materiais.

Figura 3.6: Método utilizado para medição do ângulo de repouso.



Fonte: Juliano e Barbosa-Cánovas (2010).

3.4.3. Função de fluxo da célula de Jenike

Para a determinação das curvas dos lugares geométricos de deslizamento foi utilizada a célula de cisalhamento padrão TSG 70-140-AVT do Laboratório de Madeiras e Estruturas de Madeira (LaMEM) localizado na Escola de Engenharia de São Carlos (EESC) da Universidade de São Paulo (USP). Este equipamento é conhecido internacionalmente por *Jenike Shear Tester*. Os ensaios realizados seguiram o procedimento descrito no *Standard Test Method for Shear Testing of Bulk Solids Using the Jenike Shear* (ASTM: D6128-06) baseado na norma proposta pela Federação Europeia de Engenharia Química. A Figura 3.7 apresenta fotos do aparelho de cisalhamento padrão do LaMEM.

Como pode ser visto na Figura 3.7, o equipamento de cisalhamento de Jenike é posicionado acima da base da máquina e é composto por uma célula de cisalhamento de

forma circular (que possui uma base, um anel de cisalhamento e uma tampa), um pendural com pesos para aplicar a carga vertical por gravidade, um suporte de carga eletro-mecânico, que realiza o cisalhamento através de seu movimento na direção horizontal com velocidade na faixa de 1 a 3 mm/min, uma célula que mede a força de cisalhamento, e, finalmente, um computador que registra a intensidade dessa força.

Figura 3.7: Aparelho de cisalhamento direto: (a) Vista geral do equipamento com o sistema de aquisição de dados; (b) vista detalhada da célula de Jenike.



(a)



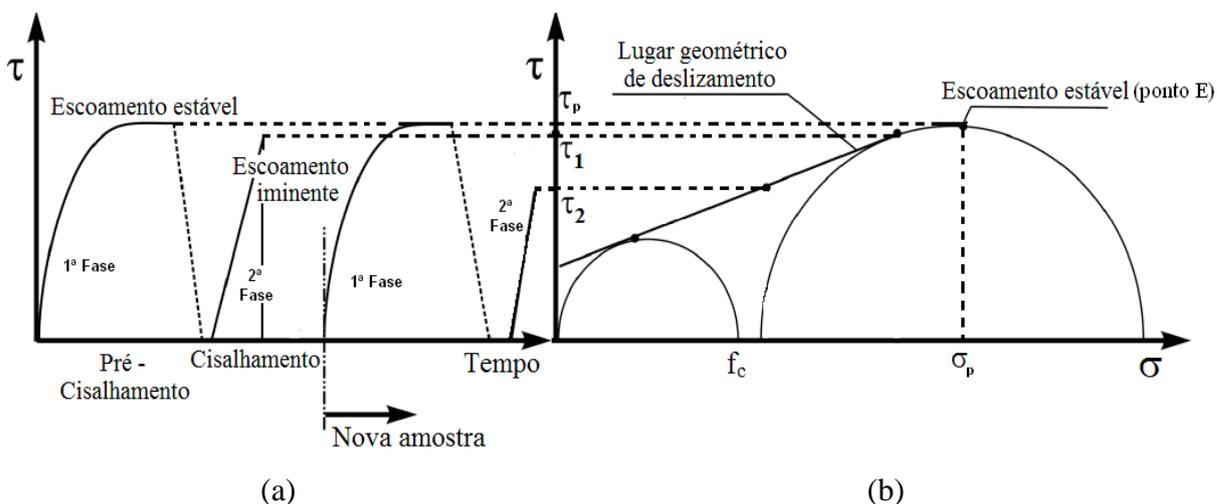
(b)

Os testes de cisalhamento foram realizados em duas etapas. A primeira fase consistiu na preparação de amostras criticamente consolidadas, que consiste na aplicação de tensões normais sobre o material, de maneira que não haja alterações no volume da amostra, conforme a teoria apresentada no item 2.5.3, para a realização do pré-cisalhamento, de modo que o escoamento estacionário ou estável fosse atingido.

Já na segunda etapa, aplicaram-se diferentes tensões normais sobre a amostra, para que assim pudessem ser determinadas as tensões de cisalhamento como função das tensões normais. As cargas de tensões normais aplicadas na segunda fase foram menores do que os valores utilizados na primeira fase do procedimento, pois desta maneira foi possível conhecer as tensões cisalhantes necessárias para o deslizamento do material.

A Figura 3.8 mostra as etapas do teste da célula de Jenike. Nela são mostradas as curvas de tensão de cisalhamento em função do tempo (Figura 3.8a), e de tensão de cisalhamento em função da tensão normal (Figura 3.8b). A curva obtida na construção do gráfico de tensão de cisalhamento em função da tensão normal na etapa de cisalhamento é conhecida como lugar geométrico de deslizamento LGD.

Figura 3.8: Etapas do ensaio de cisalhamento: (a) tensão de cisalhamento em função do tempo e (b) tensão cisalhante em função da tensão normal.



Fonte: Adaptado de Cheung (2007).

Conforme ilustra a Figura 3.8 (a), durante os ensaios, na fase de pré-cisalhamento, a tensão de cisalhamento inicialmente aumentou com o tempo e a seguir atingiu uma condição em que permaneceu constante. Neste ponto final, geralmente conhecido como

ponto E, considera-se que o material armazenado alcançou um estado de tensões de deslizamento estável ou estacionário, no qual não ocorre nenhuma nova mudança nas tensões e no volume do pó, e desta forma, a etapa de pré-cisalhamento foi concluída. Quando o material atingiu o estado estável, foi determinada a consolidação crítica do material. Na etapa de cisalhamento aconteceu o escoamento, que é caracterizado pela diminuição da densidade, correspondente a uma redução na tensão cisalhante. Várias amostras do mesmo material foram pré-cisalhadas sob as mesmas tensões normais, porém cisalhadas com diferentes valores de tensões normais, de modo que a tensão normal de pré-cisalhamento fosse maior que a tensão normal de cisalhamento.

Os ensaios foram realizados alterando-se as forças normais aplicadas na fase de pré-cisalhamento e de cisalhamento. A Tabela 3.3 ilustra os três diferentes níveis de força que foram utilizadas. Essas forças estão de acordo com a norma da D6128-06 da ASTM. Para cada nível foi possível construir uma curva de lugar geométrico de deslizamento.

Tabela 3.3: Forças normais aplicadas no pré-cisalhamento (N_p) e no cisalhamento (N_c).

Nível 1		Nível 2		Nível 3	
N_p (N)	N_c (N)	N_p (N)	N_c (N)	N_p (N)	N_c (N)
100	70	70	50	50	35
100	50	70	35	50	20
100	35	70	20	50	10

A Tabela 3.4 mostra os valores característicos da base (a), do anel (b), da tampa (c) e a área da célula de Jenike utilizada nos ensaios.

Tabela 3.4: Características da célula de Jenike.

Massa da base (g)	124,2
Massa do anel (g)	38,4
Massa da tampa (g)	89,5
Volume da base (cm³)	86,2
Volume do anel (cm³)	109,3
Área (cm²)	67,9

Ao final de cada ensaio foi aferida a massa do pó dentro da célula de Jenike. Com os dados da Tabela 3.4, foi possível calcular a densidade *bulk* do produto em cada nível de consolidação, com a seguinte equação:

$$\rho_b = \frac{m - (m_b + m_a + m_t)}{v_b + v_a} \quad (25)$$

onde: m é a massa após a pesagem (pó, base, anel e tampa da célula de Jenike); m_b é a massa da base da célula; m_a é a massa do anel da célula; m_t é a massa da tampa; v_b é o volume da base da célula e v_a é o volume do anel da célula.

As tensões normais (σ), tanto na etapa de pré-cisalhamento como na de cisalhamento, foram calculadas através da equação:

$$\sigma = \frac{(m_{p\ ou\ c} + p + m_a + m_t + \rho_b \times v_a) \times g}{A_a} \quad (26)$$

onde: $m_{p\ ou\ c}$ é a massa sobre o pendural na fase de pré-cisalhamento ou de cisalhamento, p é a massa do pendural, m_a é a massa do anel, m_t é a massa da tampa, ρ_b é a densidade *bulk* do produto, v_a é o volume do anel, g é a aceleração da gravidade e A_a é área do anel.

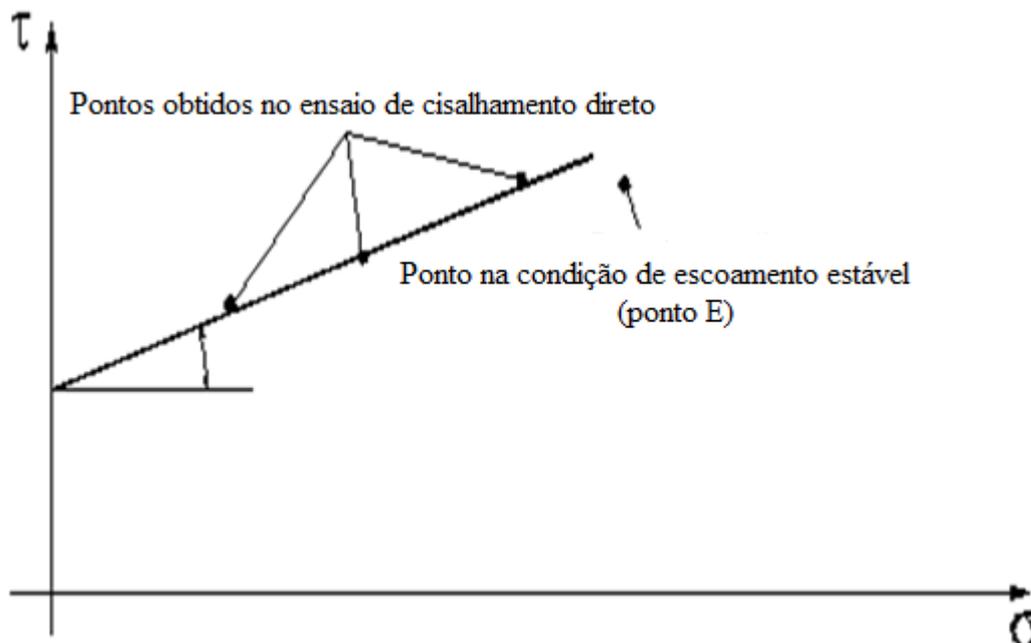
As tensões de cisalhamento (τ) foram calculadas pela equação:

$$\tau = \frac{F_{p\ ou\ c}}{A_a} \quad (27)$$

onde $F_{p\ ou\ c}$ é a força de cisalhamento medida na fase de pré-cisalhamento ou cisalhamento e A_a é a área do anel.

Foram gerados quatro pares de tensões, sendo que três eram referentes ao ensaio de cisalhamento direto e um era obtido no ponto de escoamento estável, que foram então representados num gráfico de tensão de cisalhamento em função da tensão normal, como mostrado na Figura 3.9.

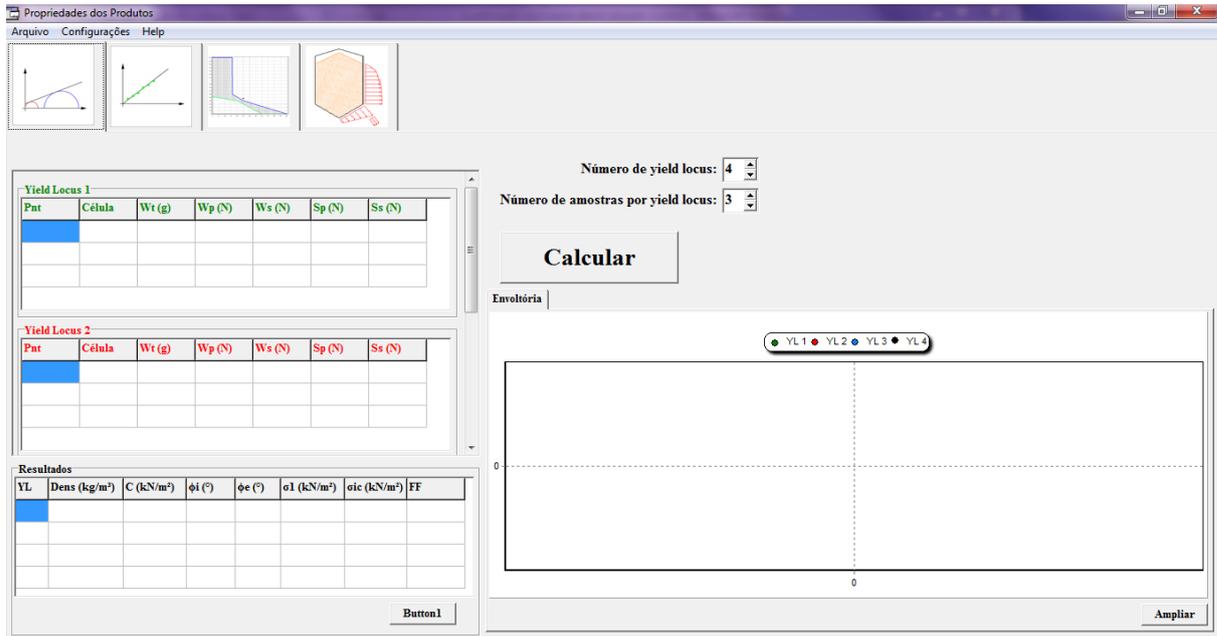
Figura 3.9: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal.



Fonte: adaptado de Calil Jr. e Cheung (2007).

Com os três pares de tensão normal e de cisalhamento, foram ajustadas as curvas de lugar geométrico de deslizamento (LGD), que representa a linha dos estados críticos de deslizamento, ou seja, a deformação plástica do material, traçados os dois círculos de Mohr e obtida a curva ELGD. Nota-se que o procedimento para a construção dos círculos de Mohr e obtenção das curvas já foi descrito detalhadamente no item 2.5.3. Utilizou-se o software desenvolvido no LaMEM (DINIZ, 2010) para os ajustes das curvas LGD e para a construção dos círculos de Mohr. A Figura 3.10 ilustra a interface do software utilizado para estes cálculos. Determinaram-se todos os outros parâmetros, como: coesão, tensão incondfinada de deslizamento (f_c) e tensão principal de consolidação (σ_1), conforme mostrado na Figura 2.11. O Anexo A mostra as equações utilizadas para determinar os círculos de Mohr e as tensões.

Figura 3.10: Interface do software utilizado nos cálculos.



Os gráficos de tensão confinada de deslizamento em função da tensão principal de consolidação foram construídos, a fim de se determinar as funções de fluxo para cada material particulado. Para cada pó foram obtidas três curvas de Lugar Geométrico de Deslizamento, já que foram utilizados três níveis de consolidação.

O índice de escoamento foi determinado através do cálculo do valor numérico correspondente ao inverso da tangente da função de fluxo.

3.4.4. Ângulos de atrito interno

Depois da obtenção das curvas LGD e ELGD para cada estado de consolidação foi possível determinar graficamente o ângulo de atrito interno (α) e o ângulo efetivo de atrito interno (δ), conforme mostra a Figura 2.16. As equações para a determinação dos ângulos estão apresentadas no Anexo A.

3.4.5. Ângulo de atrito com a parede

Para a determinação do ângulo de atrito com a parede, novos ensaios de cisalhamento foram realizados substituindo-se uma das superfícies da célula de Jenike por uma com o mesmo material da parede do recipiente de armazenamento do pó. Desta forma, aplicaram-se diferentes tensões normais (σ_w) para determinar quais são as tensões de cisalhamento (τ_w) necessárias para movimentar o pó através do material da parede. Foram

realizados ensaios em duplicata para a determinação do ângulo de atrito com a parede de aço galvanizado, que é um material comumente utilizado em silos industriais e uma amostra desse aço estava disponível no LaMEM. Foram colocados 5 pesos de um quilo, os quais foram retirados sequencialmente, um por vez quando o comportamento da curva mantinha-se uniforme, até o pendural ficar sem nenhuma carga. Assim, com os pares (σ_w, τ_w) foi possível construir um diagrama de tensão de cisalhamento em função da tensão normal e a curva obtida a partir da junção desses pontos experimentais é chamada de lugar geométrico de deslizamento com a parede. O ângulo formado entre a horizontal e a curva do lugar geométrico de deslizamento com a parede é o ângulo de atrito com a parede (ϕ).

A tensão normal (σ_w) foi calculada pela seguinte equação:

$$\sigma_w = \frac{(m_{wp} + p + m_{wt} + m_c) \times g}{A_a} \quad (27)$$

onde m_{wp} é a massa sobre o pendural, p é a massa do pendural, m_{wt} é a massa da chapa, do anel, da tampa e do produto no interior do anel, m_c é a massa da chapa da amostra da parede, g é a aceleração da gravidade e A_a é a área do anel.

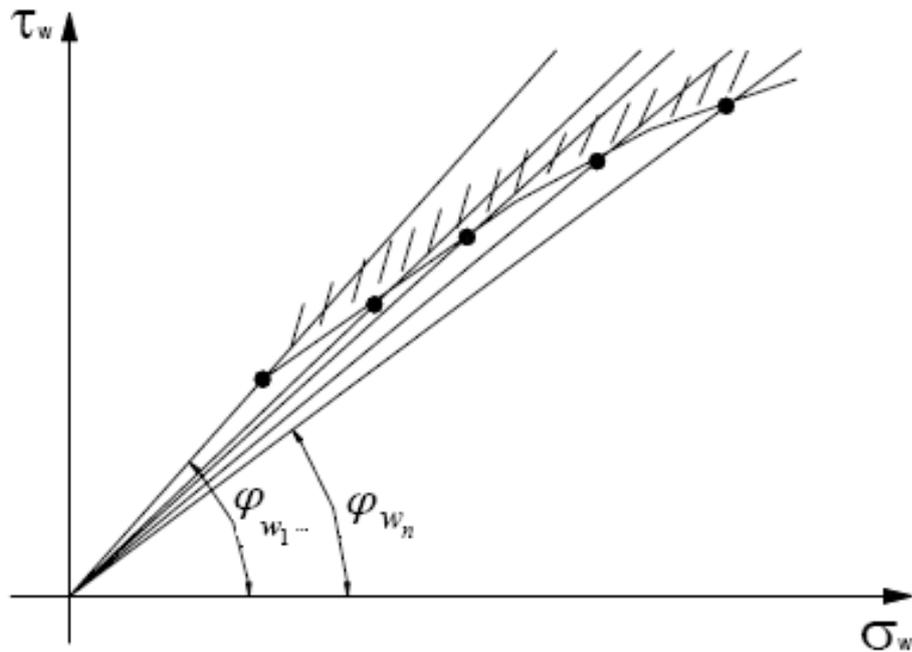
A tensão de cisalhamento (τ_w) foi calculada por:

$$\tau_w = \frac{F_w}{A_a} \quad (28)$$

sendo que F_w é a força de cisalhamento medida.

Assim, os pares ordenados das tensões (σ_w ; τ_w) puderam ser representados num gráfico de tensão de cisalhamento em função da tensão normal, conforme ilustrado qualitativamente na Figura 3.11.

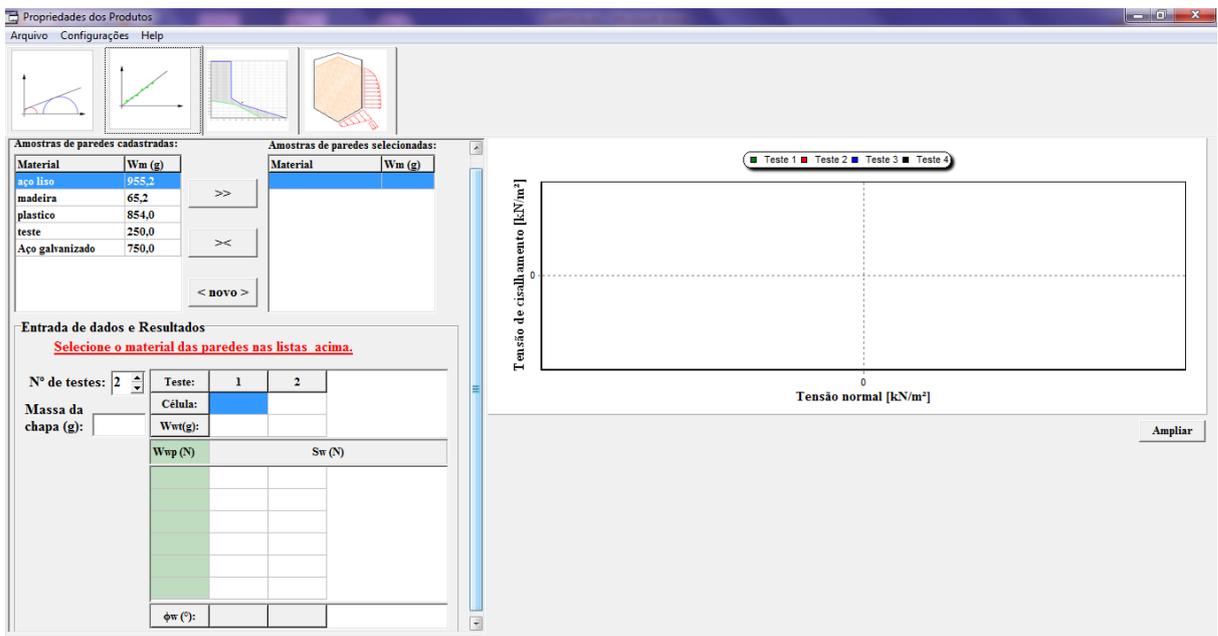
Figura 3.11: Determinação do ângulo de atrito com a parede.



Fonte: Adaptado de Calil Jr. e Cheung (2007).

Os cálculos realizados para a determinação do ângulo de atrito com a parede foram feitos no software desenvolvido no LaMEM. A Figura 3.12 mostra a interface do software utilizado.

Figura 3.12: Interface do software utilizado para a determinação do ângulo de atrito com a parede.



Segundo Cheung (2007), os envoltórios obtidos nos ensaios de cisalhamento com a parede podem apresentar uma curvatura que vai depender da tensão normal (σ_w), porém as teorias de escoamento e pressão desprezam a dependência entre ambos. Desta forma, a variação da tensão de cisalhamento em função da tensão normal pode ser considerada linear. Assim, o ângulo de atrito com a parede foi determinado através da média aritmética dos ângulos formados pelo eixo da tensão normal e pelas retas que passam pela origem e por cada ponto obtido experimentalmente (DINIZ, 2010).

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados obtidos estão apresentados neste capítulo. Primeiramente, constam os resultados da caracterização dos materiais e a seguir os resultados quantitativos das medidas de escoabilidade de pós.

4.1. Caracterização dos materiais

Os dados obtidos visando a caracterização dos leites em pó desnatado e integral, assim como, da alumina e do pó cerâmico estão apresentados neste item.

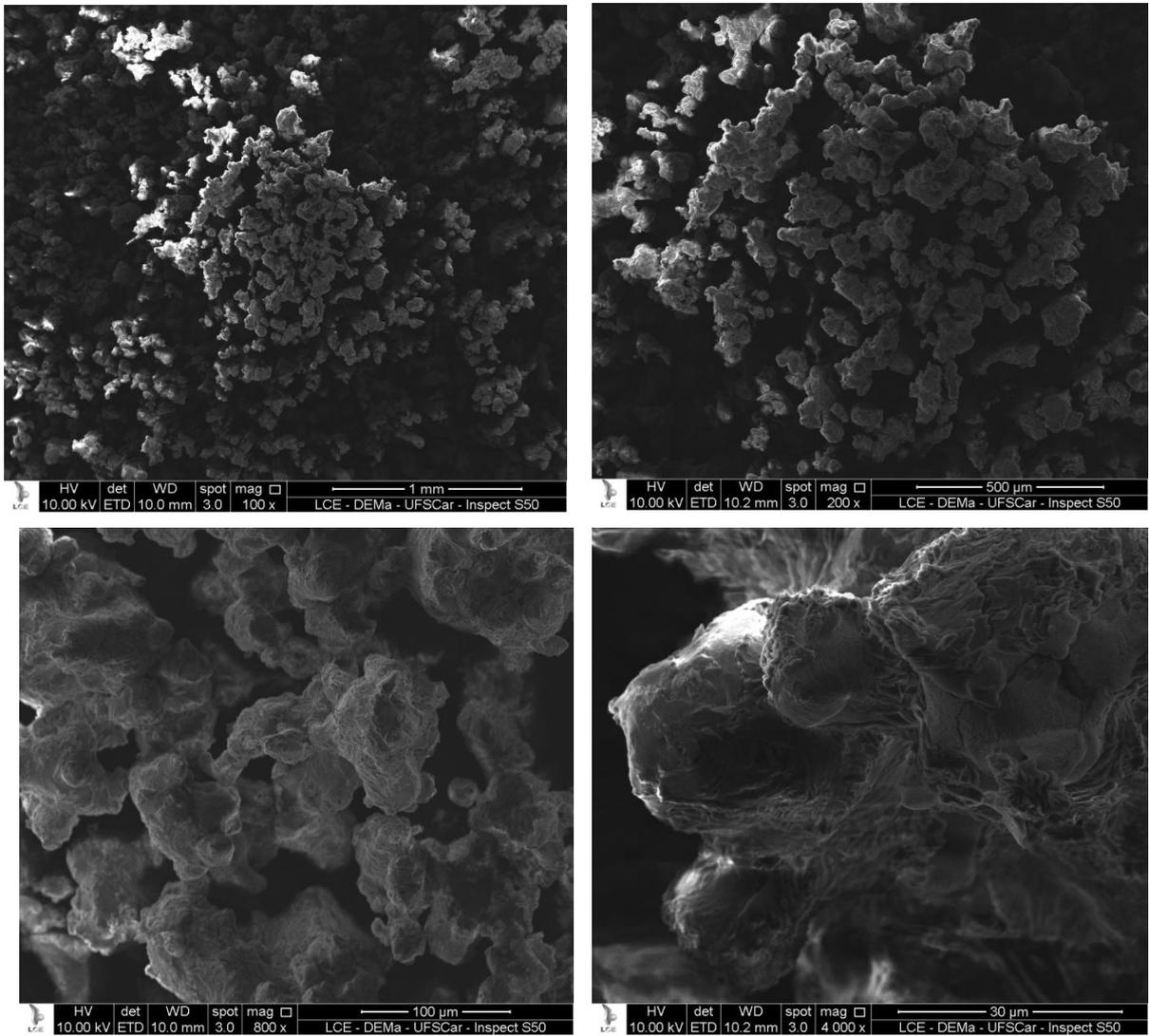
4.1.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As micrografias de cada material particulado (leite em pó desnatado, leite em pó integral, alumina e pó cerâmico) obtidas a partir do microscópio eletrônico de varredura, com diferentes magnitudes de ampliação, podem ser visualizadas na Figura 4.1.

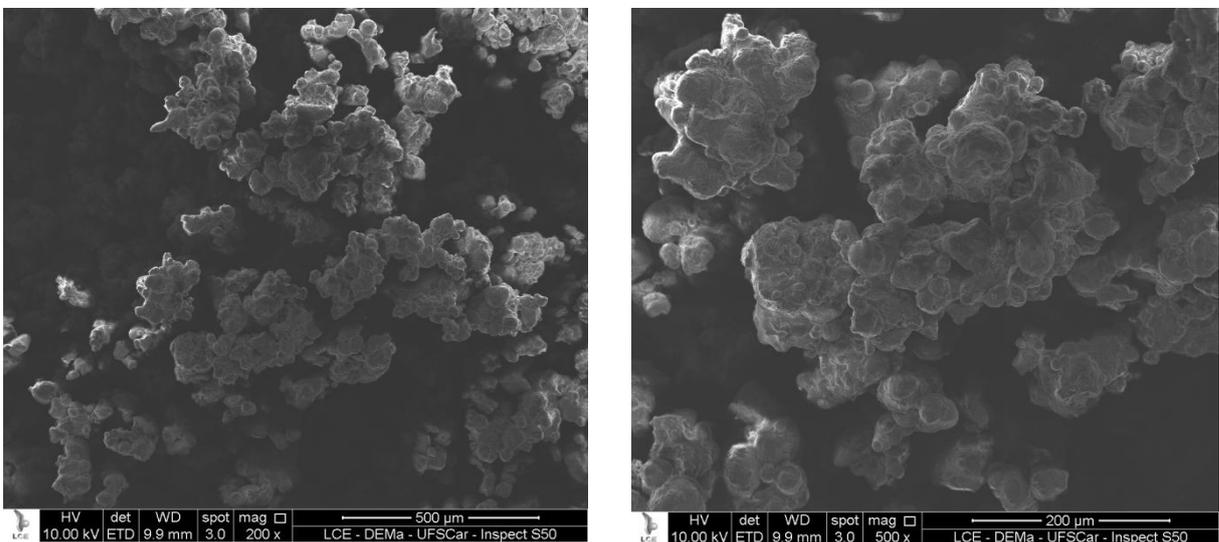
Como pode ser observado na Figura 4.1, tanto o leite em pó desnatado (parte a) como o leite em pó integral (parte b) apresentaram partículas de formato irregular. Analisando-se a parte (c) desta Figura, nota-se que a alumina também apresentou grânulos de formato irregular. Já, o pó cerâmico (parte d) apresentou partículas de formato mais regular, tendendo para o esférico. O que pode ter modificado o formato das partículas de alumina contidas no pó cerâmico, já que a barbotina possuía mais de 95% de óxido de alumínio, foi o processo de secagem efetuado em *spray dryer* e também a presença dos aditivos orgânicos (dispersante, ligante e lubrificante) que foram adicionados à suspensão e podem ter alterado as forças de interação interpartículas. Quanto à textura dos materiais, observa-se que ambos os leites em pó apresentaram um aspecto mais rugoso ("áspero"), enquanto a alumina apresentou uma superfície mais lisa e para o pó cerâmico nota-se uma textura superficial mais rugosa do que a da alumina. Além disto, as partículas de alumina parecem mais aglomeradas do que as do pó cerâmico.

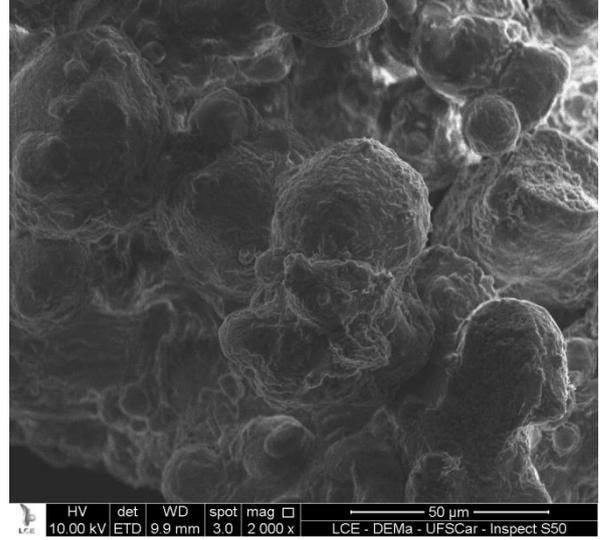
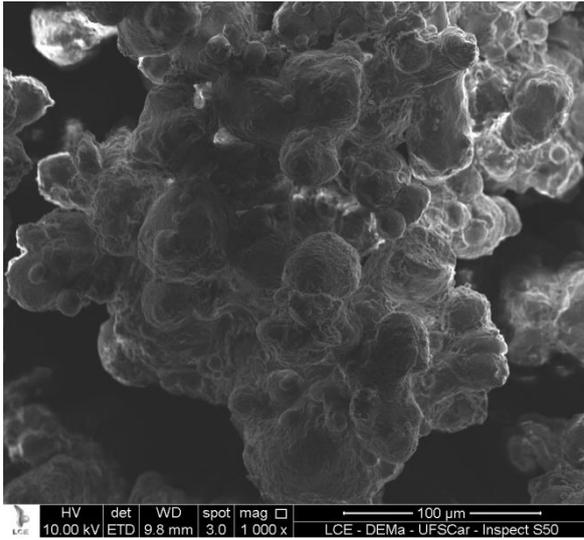
Figura 4.1: Microscopias eletrônicas de varredura dos materiais.

(a) Leite em pó desnatado

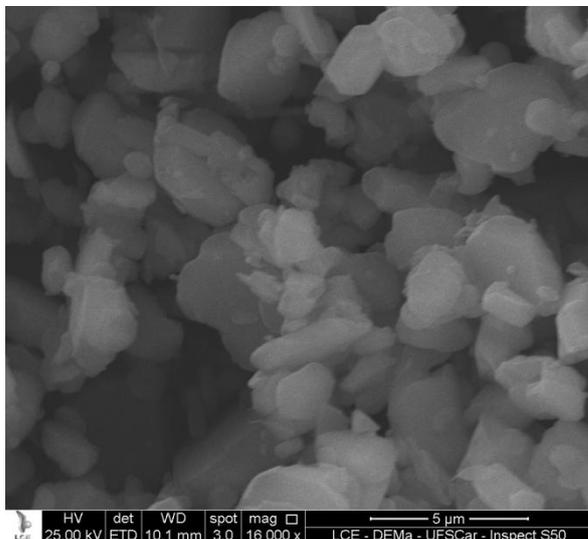
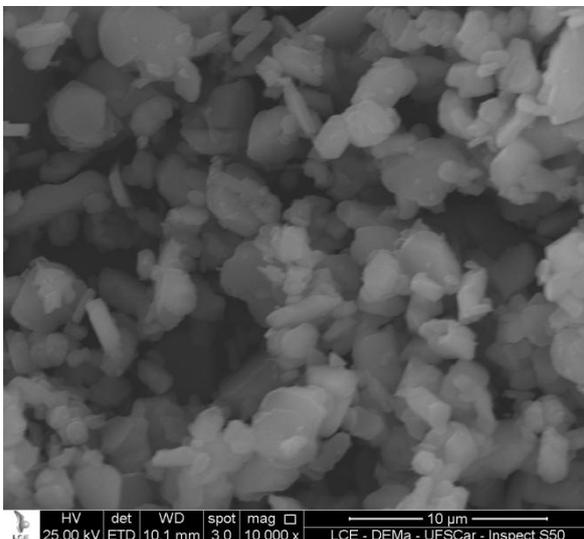
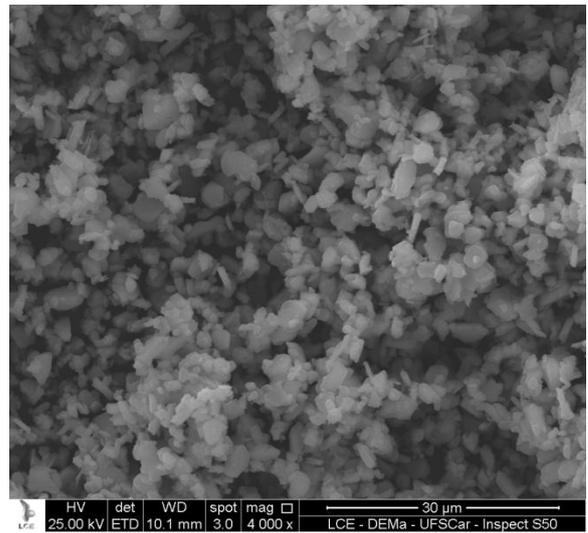
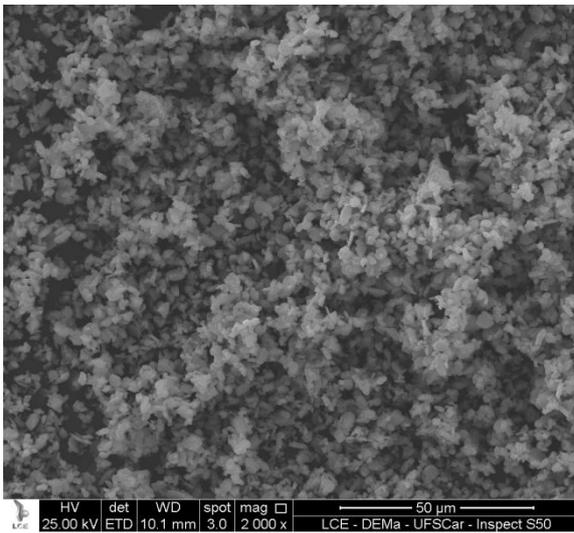


(b) Leite em pó integral

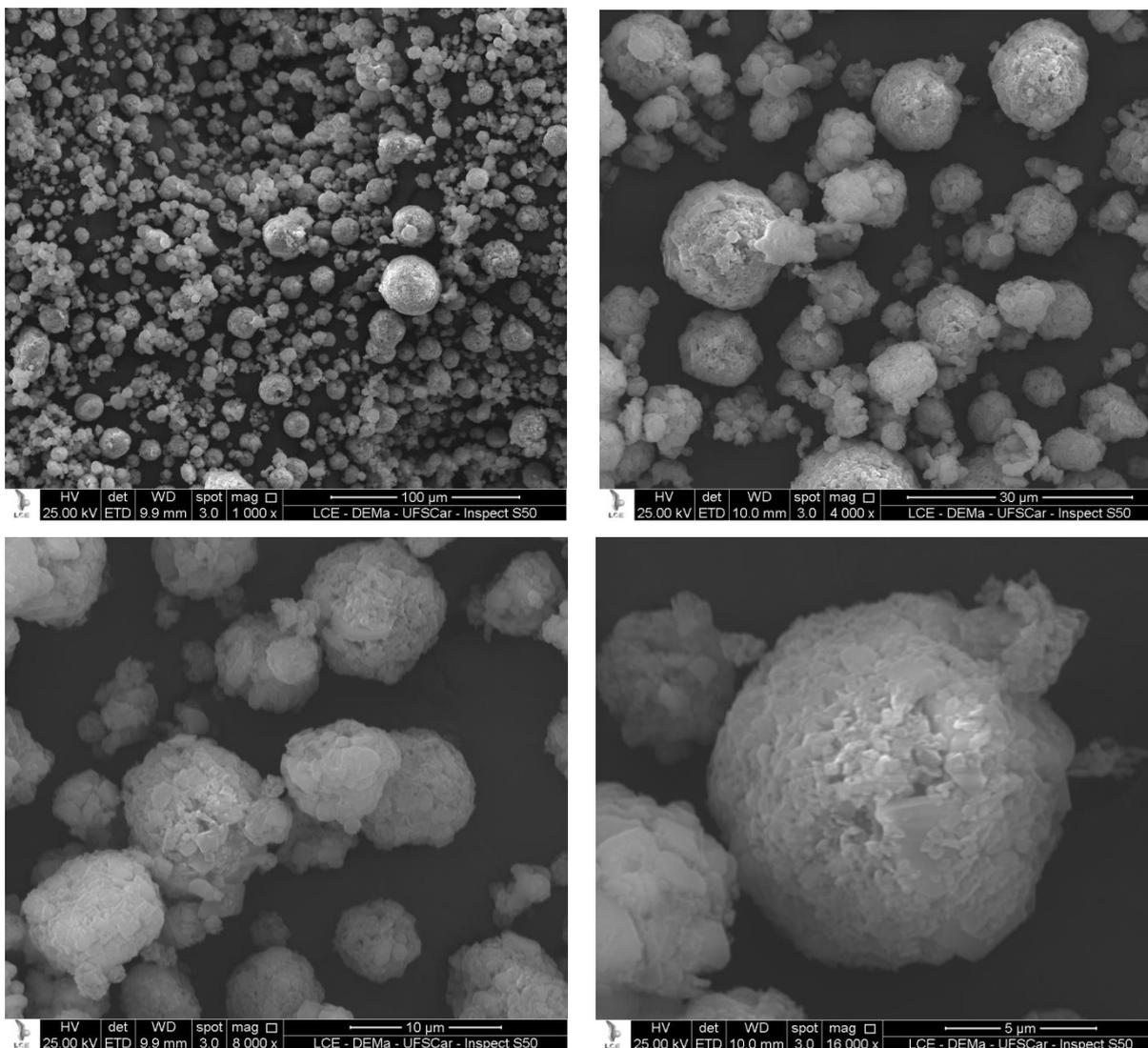




(c) Alumina



(d) Pó cerâmico



4.1.2. Massa específica

Os valores da massa específica dos leites em pó integral e desnatado, da alumina e do pó cerâmico advindo da secagem da barbotina estão apresentados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1: Massa específica dos materiais.

Material particulado	Massa específica (kg/m ³)
Leite em pó desnatado	1449
Leite em pó integral	1290
Alumina	4043
Pó cerâmico	3883

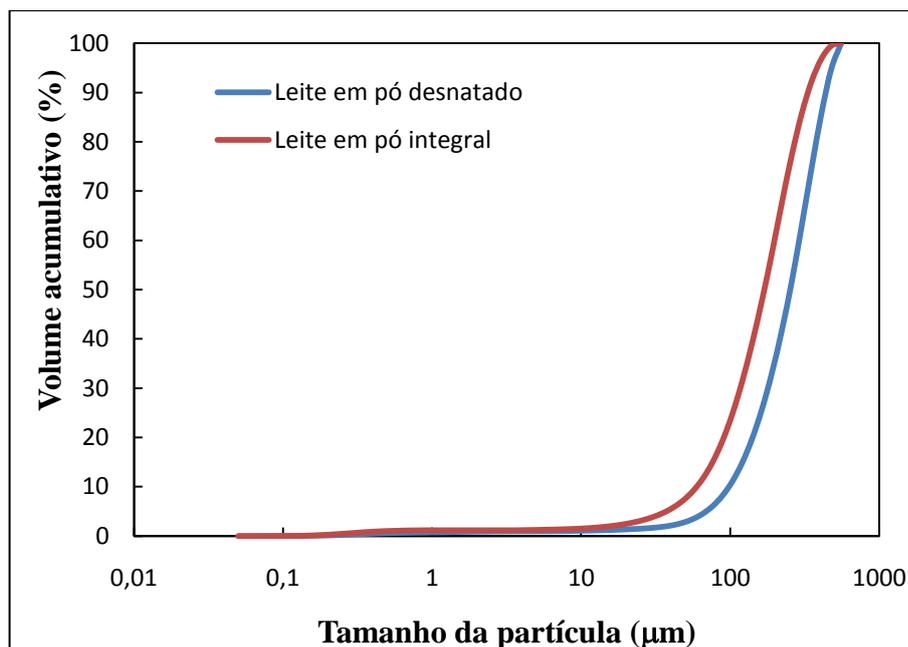
Como pode ser observado na Tabela 4.1, o leite em pó desnatado apresentou massa específica maior do que o leite em pó integral. Comparando-se os valores das massas específicas dos leites em pó, observa-se que, em relação ao leite desnatado, o valor da massa específica do leite em pó integral foi 11% menor. Os valores determinados por Fitzpatrick *et al.* (2004), que foram de 1133 kg/m³ para o leite em pó desnatado e de 1180 kg/m³ para o leite em pó integral, demonstram que, em relação ao leite em pó desnatado, a variação do valor da massa específica do leite em pó integral foi 4% maior. As diferenças nas propriedades físicas entre os materiais podem ser devido às variações no leite líquido usado como matéria-prima (composição, teor de sólidos), às dimensões do atomizador do *spray dryer* que determinam o tamanho da gota formada e a variações nas condições de secagem (temperatura, vazão).

Já, o pó cerâmico apresentou menor massa específica do que a alumina, pois tem menor quantidade de alumina, que é um material muito denso. Segundo Incropera e Dewitt (2003), o valor tabelado para a alumina é de 3970 kg/m³, ou seja, o resultado obtido está coerente com o da literatura.

4.1.3. Distribuição granulométrica

As distribuições granulométricas dos leites em pó estão ilustradas graficamente na Figura 4.2. Nota-se que o tamanho das partículas do leite em pó integral é menor do que as do desnatado. O diâmetro médio das partículas (d_{50} , que corresponde ao diâmetro de 50% do volume de partículas) do leite em pó desnatado foi de 252,61 μm , enquanto que o tamanho médio das partículas do leite em pó integral foi de 169,36 μm . De acordo com o Quadro 2.1, seriam classificados como pós “grosseiros”, sendo bem superiores aos do leite em pó desnatado e integral analisados por Fitzpatrick *et al.* (2004), como mostra a Tabela 2.4.

Figura 4.2: Volume acumulativo em função do diâmetro da partícula para o leite em pó.



Segundo Nijdam e Langrish (2006), o tamanho das partículas do leite em pó pode diminuir com o aumento da quantidade de gordura, devido a mudanças na tensão de superfície do leite alimentado ao bocal, que alteraria o processo de atomização. Este fenômeno pode ter ocorrido durante o processo de produção dos leites em pó no *spray dryer*, já que, neste caso, as partículas do leite em pó integral foram menores do que as do leite em pó desnatado.

A granulometria da alumina e do pó cerâmico está apresentada na Figura 4.3. As curvas das distribuições granulométricas dos dois materiais apresentaram comportamentos atípicos, com patamares constantes na faixa de tamanhos entre 0,5 e aproximadamente 3 μm . A Figura 4.4 apresenta as curvas de frequências, com a porcentagem de volume em função do tamanho. Normalmente, esta curva teria distribuição normal, entretanto, neste caso, as curvas de frequência apresentaram dois picos de tamanho, um menor para tamanhos em torno de 0,5 μm e outro maior em aproximadamente 11 μm no caso do pó cerâmico e de 9 μm para a alumina. Na indústria cerâmica, é comum a mistura de materiais com diferentes faixas granulométricas para aumentar o empacotamento do pó tornando o material mais denso e de baixa porosidade, a fim de aumentar a resistência mecânica dos produtos cerâmicos (Silva; Segadães; Devezas, 2004). Como os pós analisados foram obtidos em uma indústria cerâmica, é provável que isso possa ter acontecido. Os ensaios no Malvern Mastersizer foram feitos duas vezes para a confirmação dos resultados obtidos e não houve variação significativa entre

eles. Desta forma, o diâmetro médio das partículas de alumina foi de 6,41 μm , enquanto o pó cerâmico apresentou tamanho médio de 9,86 μm .

Figura 4.3: Volume acumulativo em função do diâmetro da partícula da alumina e do pó cerâmico.

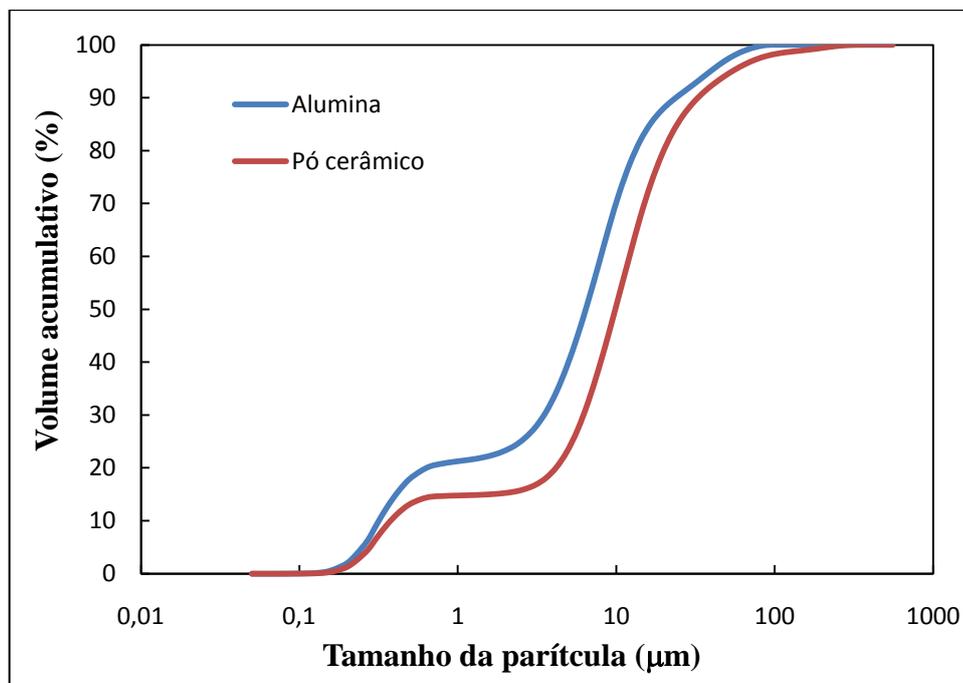
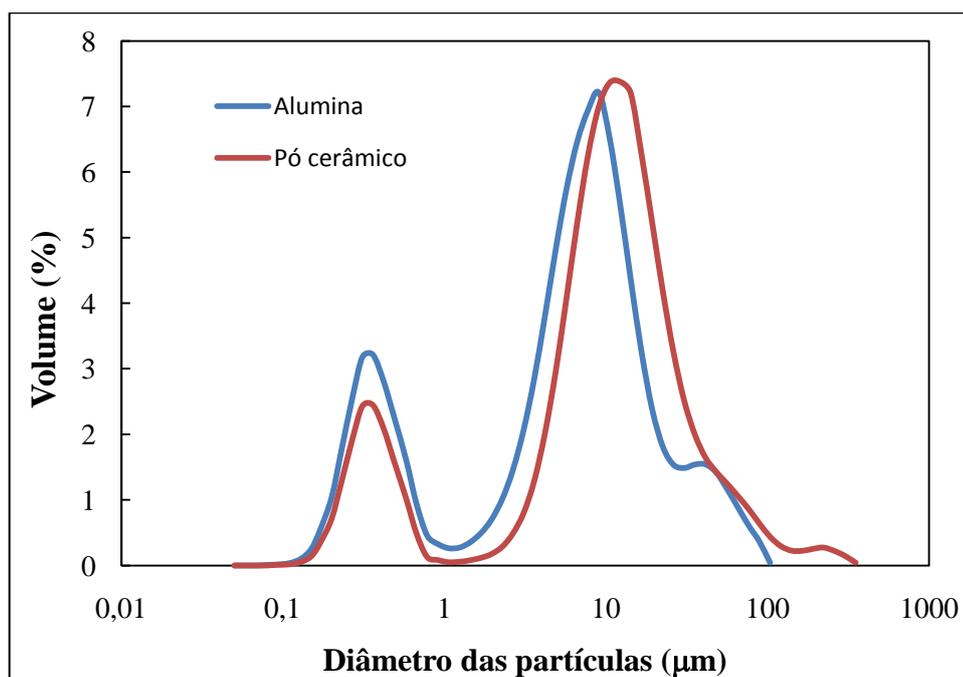


Figura 4.4: Volume em função do diâmetro de partículas da alumina e do pó cerâmico.



4.1.4. Teor de umidade

O teor de umidade dos materiais foi medido e os resultados obtidos encontram-se na Tabela 4.2. Nota-se que o leite em pó desnatado é um pouco mais úmido que o integral e a alumina tem teor de umidade muito baixo e inferior ao do pó cerâmico.

Tabela 4.2: Teor de umidade dos materiais.

Material particulado	Teor de umidade (% b.u.)
Leite em pó desnatado	4,15 ± 0,03
Leite em pó integral	3,15 ± 0,03
Alumina	0,16 ± 0,04
Pó cerâmico	1,07 ± 0,08

4.1.5. Densidades *bulk*

Os resultados obtidos nas medições da massa e dos volumes soltos e compactados para a determinação das densidades *bulk* aerada e compactada dos leites em pó estão apresentados na Tabela 4.3. Pode ser observado que as densidades *bulk* do leite desnatado são menores que as do integral. Propriedades físicas como distribuição granulométrica, força de adesão interpartículas e composição podem ser alguns dos fatores que contribuíram para os diferentes valores entre as densidades *bulk* dos materiais.

Tabela 4.3: Densidades *bulk* aerada e consolidada do leite em pó.

Material	Leite em pó desnatado	Leite em pó integral
Medidas e cálculos		
Massa (g)	80	100
Volume solto (ml)	213	222
Volume compactado (ml)	172	168
Densidade solta (g/cm³)	0,376	0,450
Densidade compactada (g/cm³)	0,465	0,595

Já, os resultados de massa e de volumes solto e compactados medidos para a determinação das densidades *bulk* da alumina e do pó cerâmico são mostrados na Tabela 4.4. Nota-se que a alumina apresentou densidades *bulk* inferiores às do pó cerâmico. A variação entre as densidades *bulk* solta dos dois materiais em relação ao pó cerâmico foi 18% maior

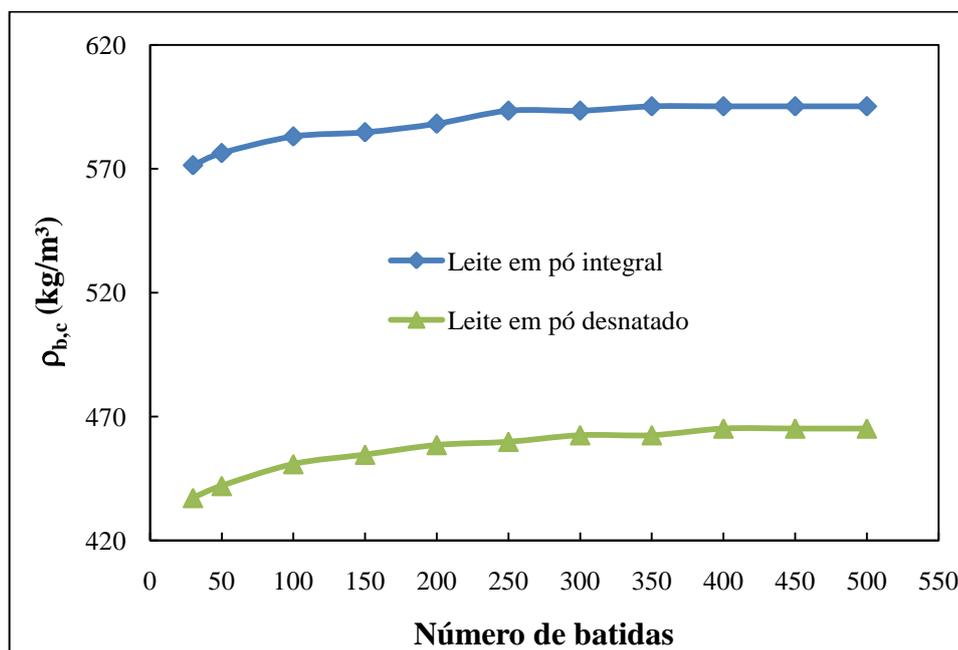
para o pó cerâmico, enquanto a densidade *bulk* compactada foi 6,3% maior também para o pó cerâmico. As variações entre a densidade *bulk* solta de cada material e as diferenças nos valores de densidade *bulk* compactada da alumina e do pó cerâmico estão associadas provavelmente a uma combinação de fatores relacionados a diferentes propriedades físicas, como: composição, distribuição granulométrica e formato das partículas.

Tabela 4.4: Densidades *bulk* aerada e consolidada da alumina e do pó cerâmico.

Material	Alumina	Pó cerâmico
Medidas e cálculos		
Massa (g)	100	100
Volume solto (ml)	148	121
Volume compactado (ml)	94	88
Densidade solta (g/cm³)	0,676	0,826
Densidade compactada (g/cm³)	1,064	1,136

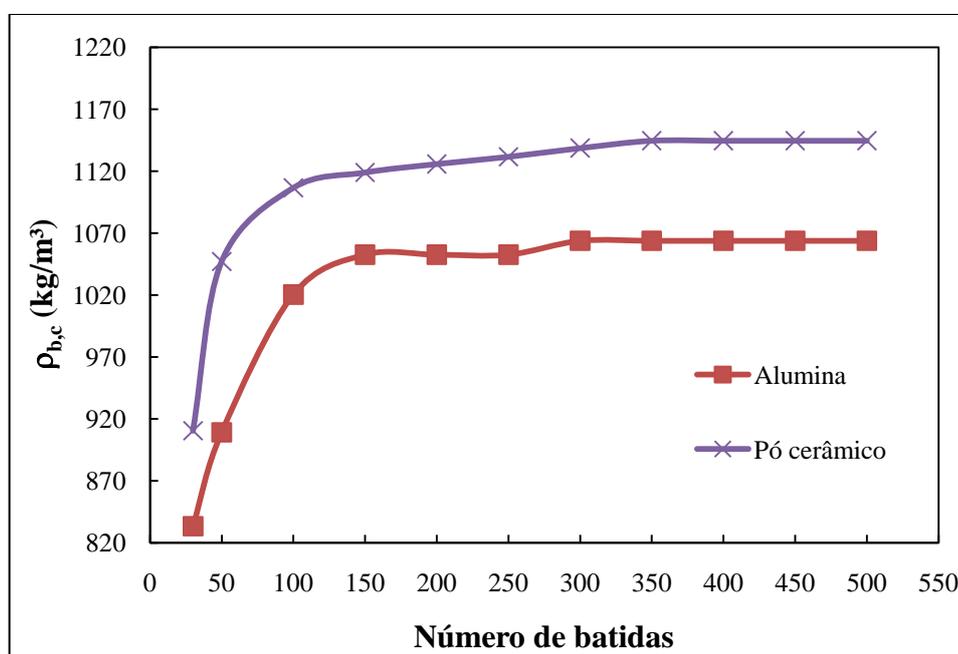
Foi realizada uma análise de como o número de batidas na proveta influencia no valor da densidade *bulk* compactada. Os resultados obtidos para os leites em pó estão na Figura 4.5, enquanto a Figura 4.6 mostra os valores encontrados para alumina e para o pó cerâmico.

Figura 4.5: Densidade *bulk* compactada em função do número de batidas na proveta para os leites em pó.



Comparando-se a Figura 4.5 e a Figura 4.6, nota-se que os valores constantes das densidades *bulk* compactada tanto do leite em pó desnatado como do integral foram atingidos com menor número de batidas em relação à alumina e ao pó cerâmico, devido às diferenças de forma e tamanho dos materiais (a alumina e pó cerâmico apresentaram distribuição de tamanho mais ampla, com maior teor de finos do que os leites em pó). Estas diferentes características contribuíram para uma maior compactação da alumina e do pó cerâmico.

Figura 4.6: Densidade *bulk* compactada em função do número de batidas na proveta para a alumina e para o pó cerâmico.



4.1.6. Isotermas de sorção

As isotermas de adsorção foram obtidas para os leites em pó desnatado e integral. Em testes preliminares, foi verificado que a alumina é um pó que praticamente não absorve água, por esta razão, não foram obtidas isotermas nem para este material e nem para o pó cerâmico.

Os valores experimentais de umidade de equilíbrio do leite em pó desnatado em função da atividade da água a 30°C e a 40°C estão apresentados na Tabela 4.5, na qual se pode observar que ao aumentar a temperatura o teor de umidade do material diminuiu. Segundo Al-Muhtaseb, McMinn e Magee (2002), as variações na temperatura afetam a mobilidade das moléculas de água e o equilíbrio dinâmico entre o vapor e as fases adsorvidas e, além disso, algumas pesquisas têm mostrado que se a atividade da água é mantida

constante, o aumento na temperatura causa uma diminuição na quantidade de água adsorvida. De acordo com Palipane e Driscoll (1992), em altas temperaturas algumas moléculas de água são ativadas a níveis de energia que permitem que elas escapem do local de sorção, diminuindo a umidade de equilíbrio.

Tabela 4.5: Umidade de equilíbrio experimental do leite em pó desnatado a 30 e a 40°C.

Temperatura de 30°C			Temperatura de 40°C		
Atividade da água	M (g/g sólido seco)	Desvio padrão	Atividade da água	M (g/g sólido seco)	Desvio padrão
0,1128	0,0354	0,0027	0,1121	0,0267	0,0004
0,2161	0,0466	0,0001	0,2040	0,0416	0,0028
0,3244	0,0560	0,0009	0,3160	0,0468	0,0002
0,4317	0,0582	0,0006	0,4230	0,0505	0,0000
0,5140	0,0675	0,0002	0,4842	0,0522	0,0009
0,6350	0,0840	0,0038	0,6160	0,0702	0,0001
0,7509	0,1148	0,0063	0,7468	0,1034	0,0028

As isotermas de adsorção foram obtidas através dos ajustes dos modelos mais utilizados para o leite em pó, que são: BET, GAB e Kühn (BOQUET; CHIRIFE; IGLESIAS, 1978), aos pontos experimentais de umidade de equilíbrio. A Figura 4.7 ilustra os resultados do leite em pó desnatado a 30°C e a Figura 4.8 a temperatura de 40°C. Observa-se que em ambas as temperaturas a isoterma obtida, de acordo com a classificação de Brunauer *et al.* (1940) é do tipo II, ou seja, com formato sigmoide. Conforme Al-Muhtaseb, McMinn e Magee (2002), as isotermas de sorção de muitos alimentos são não lineares e geralmente apresentam o formato sigmoide. Desta forma, as isotermas obtidas estão de acordo com o tipo esperado. Este comportamento é devido, segundo Caurie (1971), à maior parte da água contida nos alimentos frescos exercer uma pressão de vapor próxima a da água pura, ou seja, a unidade. Este nível de pressão de vapor é mantida até que o teor de umidade do alimento caia para 22%. Neste valor de umidade, o alimento não será mais capaz de sustentar a pressão do vapor do próximo de um, e, portanto, começa a diminuir a pressão de vapor, como numa solução. As mudanças com a umidade atmosférica desta última fração (22%) de água em alimentos desidratados resultam na forma sigmoide característica das isotermas de sorção de

água. E, como pode ser observado na Figura 4.7 e na Figura 4.8, o ponto de inflexão de todos os modelos ajustados está muito próximo ao valor de 0,22.

Figura 4.7: Umidade de equilíbrio em função da atividade da água para o leite em pó desnatado a 30°C.

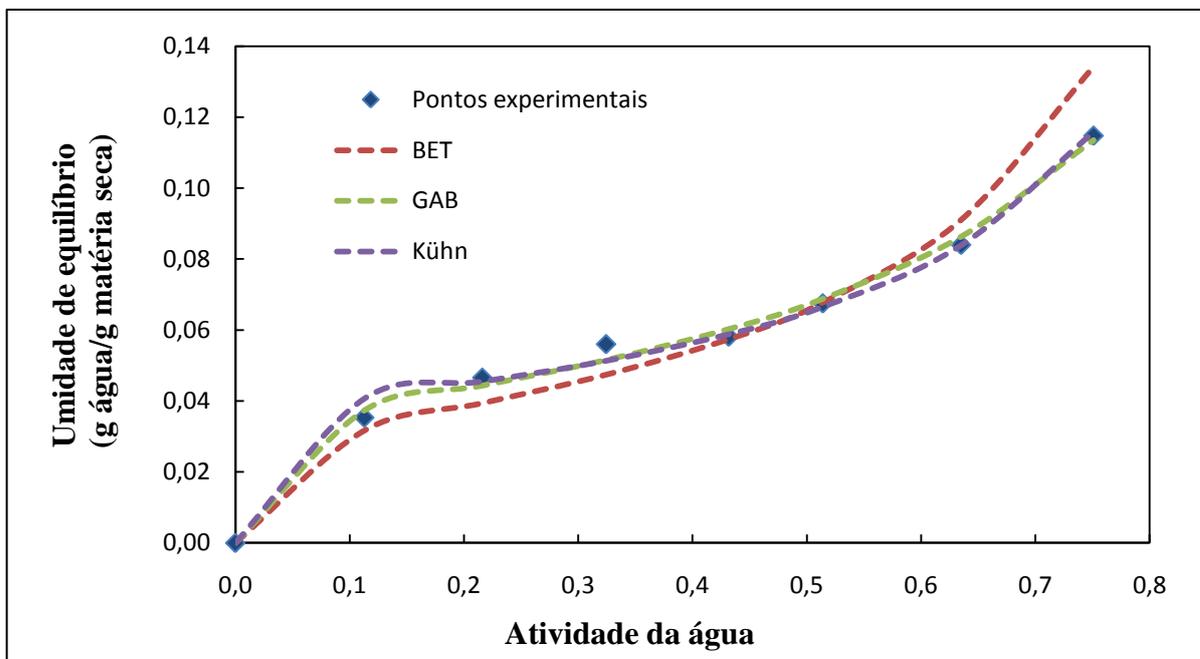
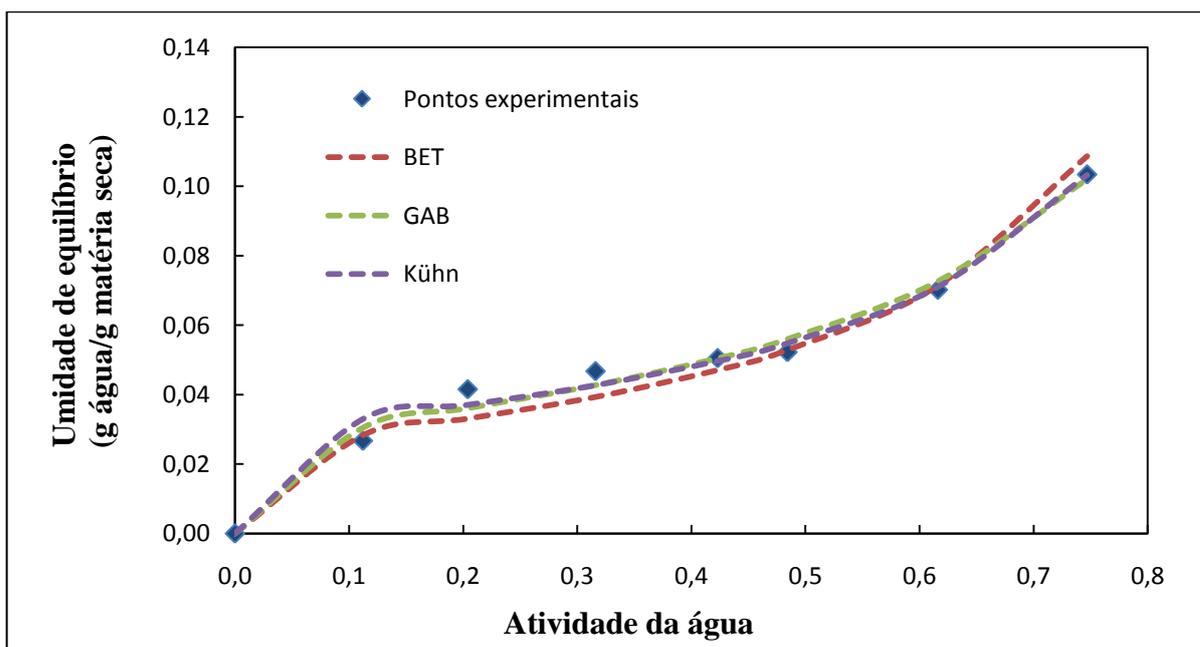


Figura 4.8: Umidade de equilíbrio em função da atividade de água para o leite em pó desnatado a 40°C.



Comparando-se os valores de umidades de equilíbrio do leite desnatado seco em *spray dryer* obtidos por Berlim, Anderson e Pallansch (1968) e considerando-se a diferença entre as temperaturas utilizadas de 24 e 30°C, nota-se que os valores estão compatíveis, já que para a atividade da água entre 0 e 0,75, os valores de umidade de equilíbrio obtidos por estes autores variaram de 0 a 0,13 g de água/g de pó. Como estes autores não fizeram o ajuste dos modelos aos pontos experimentais, não foi possível comparar os parâmetros e as constantes ajustadas nos modelos. Porém, os valores de umidade de equilíbrio obtidos experimentalmente por Jouppila e Roos (1994), que utilizaram leite em pó desnatado liofilizado e desidratado, não estão tão consistentes com este trabalho, já que eles obtiveram uma variação de umidade de equilíbrio de 0 a 0,17g de água/g de sólido para a atividade da água variando de 0 a 0,75. A adsorção de água pode ter sido maior, pois os pós foram liofilizados e a temperatura utilizada foi menor (24°C). Desta forma, ao analisar os valores dos parâmetros e das constantes das equações determinados de Jouppila e Roos (1994), conforme mostra a Tabela 2.2, nota-se que os valores da constante C, para a temperatura de 30°C, dos modelos de BET e GAB são cerca de 3,5 e de 5,5 vezes maiores, respectivamente. Esta diferença pode ser atribuída a fatores como: composição do leite, processo de secagem (*spray dryer* e liofilizador) e, além disso, também às diferentes temperaturas utilizadas.

A Tabela 4.6 mostra os valores das constantes, dos parâmetros, do erro relativo médio (ERM), da soma dos quadrados dos resíduos (SQR) e do coeficiente de correlação (R^2) para cada modelo ajustado aos pontos experimentais para o leite em pó desnatado a 30 e 40°C.

Para ambas as temperaturas, observa-se que, de acordo com os valores do coeficiente de correlação, os três modelos tiveram um bom ajuste aos pontos experimentais, com todos os critérios estatísticos satisfeitos. Entretanto, embora todos os modelos tenham fornecido valores altos (próximos de 1) de coeficiente de correlação, ainda assim, os coeficientes de correlação mais próximos de 1 foram obtidos com as equações de GAB e Kühn para a temperatura de 30°C e com as equações de GAB e BET para a temperatura de 40°C. Porém, para selecionar o melhor ajuste considerou-se, além dos resultados do coeficiente de correlação, o menor valor do erro relativo médio. Desta forma, a equação de GAB, para as duas temperaturas, foi a que melhor se ajustou aos valores experimentais de umidade de equilíbrio do leite em pó desnatado.

Tabela 4.6: Valores dos parâmetros, constantes, ERM, SQR e R² dos modelos para o leite em pó desnatado nas temperaturas de 30 e 40°C.

Temperatura de 30°C								
Modelo	Constantes e parâmetros					ERM	(R²)	SQR
	M₀ (g água/ g matéria seca)	C	K	k	B			
BET	0,034	39,188	-	-	-	0,683	0,975	5,690x10 ⁻⁴
GAB	0,038	68,166	0,889	-	-	0,278	0,997	4,219x10 ⁻⁵
Kühn	-	-	-	0,025	-0,029	0,295	0,993	5,422x10 ⁻⁵
Temperatura de 40°C								
Modelo	Constantes e parâmetros					ERM	(R²)	SQR
	M₀ (g água/ g matéria seca)	C	K	k	B			
BET	0,028	80,000	-	-	-	0,570	0,991	1,703x10 ⁻⁴
GAB	0,031	55,991	0,929	-	-	0,479	0,994	8,217x10 ⁻⁵
Kühn	-	-	-	0,024	-0,022	1,303	0,987	8,384x10 ⁻⁵

Os valores de umidade de equilíbrio do leite em pó integral em função da atividade da água obtidos experimentalmente estão apresentados na Tabela 4.7. Assim, como aconteceu com o leite em pó desnatado, para maiores temperaturas a adsorção de água do leite em pó integral foi menor. O efeito do aumento de temperatura já foi discutido para o leite em pó desnatado e para o integral valem as mesmas observações.

Tabela 4.7: Umidade de equilíbrio experimental do leite em pó integral a 30 e a 40°C.

Temperatura de 30°C			Temperatura de 40°C		
Atividade da água	M (g/g sólido seco)	Desvio padrão	Atividade da água	M (g/g sólido seco)	Desvio padrão
0,1128	0,0243	0,0015	0,1121	0,0206	0,0013
0,2161	0,0288	0,0008	0,2040	0,0276	0,0015
0,3244	0,0338	0,0004	0,3160	0,0312	0,0002
0,4317	0,0401	0,0002	0,4230	0,0328	0,0006
0,5140	0,0411	0,0007	0,4842	0,0347	0,0009
0,6350	0,0529	0,0002	0,6160	0,0485	0,0010
0,7509	0,0720	0,0015	0,7468	0,0700	0,0002

Comparativamente, o leite em pó integral absorveu menos água na condição de equilíbrio em relação ao leite desnatado. Segundo Fitzpatrick *et al.* (2007), tanto o leite em pó desnatado como o integral têm lactose na forma amorfa, pois foram obtidos a partir da secagem em *spray dryer*. Conforme a tabela nutricional do fabricante, o leite em pó desnatado possui maior quantidade de lactose (carboidrato) que o integral. Desta forma, como a lactose no estado amorfo é muito higroscópica (FITZPATRICK *et al.*, 2004), o leite em pó desnatado tende a absorver mais água que o integral.

Para o leite em pó integral, os ajustes das curvas aos pontos experimentais segundo os modelos de BET, GAB e Kühn, na temperatura de 30°C, podem ser visualizados na Figura 4.9 e para a temperatura de 40°C os ajustes estão apresentados na Figura 4.10. As isotermas obtidas para o leite em pó integral também podem ser classificadas como do tipo II.

Figura 4.9: Umidade de equilíbrio em função da atividade da água para o leite em pó integral a 30°C.

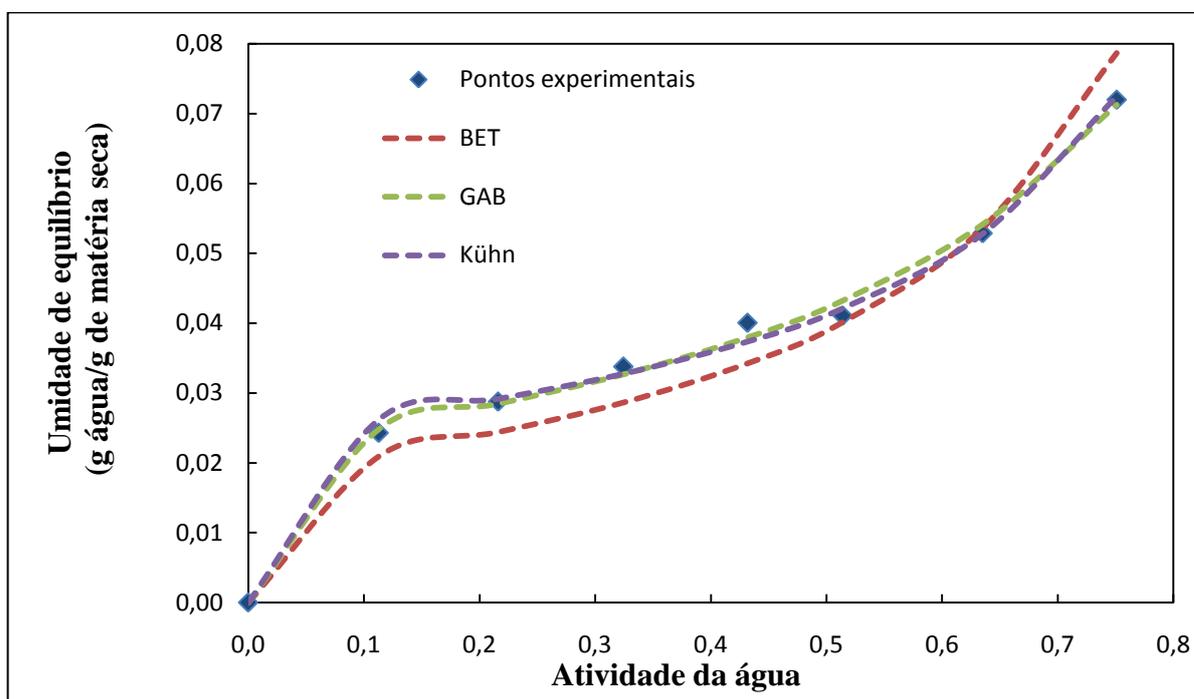
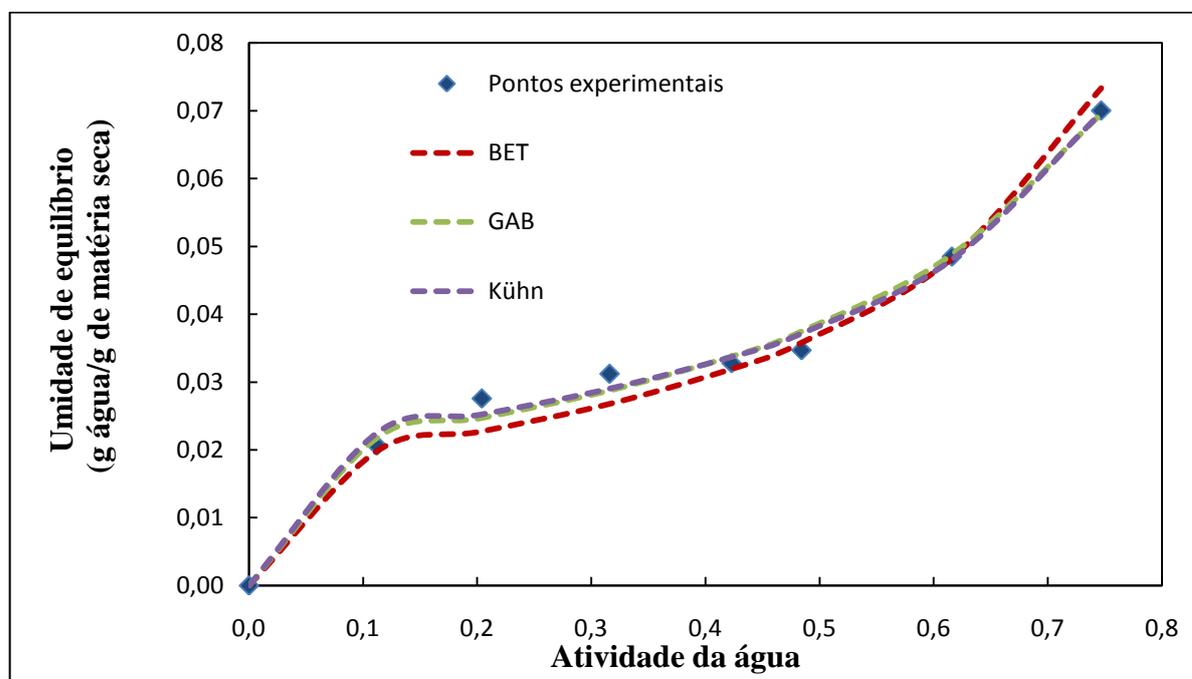


Figura 4.10: Umidade de equilíbrio em função da atividade da água para o leite em pó integral a 40°C.



Berlim, Anderson e Pallansch (1968), que utilizaram o *spray dryer* para a obtenção do leite em pó integral, determinaram que na temperatura de 25,5°C e na faixa de 0 a

0,75 de atividade de água, a umidade de equilíbrio variou de 0 a 0,08g de água/g de pó, portanto, os valores obtidos neste trabalho são compatíveis com os relatados por estes autores.

A Tabela 4.8 mostra os valores das constantes, dos parâmetros, do erro relativo médio (ERM), da soma dos quadrados dos resíduos (SQR) e do coeficiente de correlação (R^2) para cada modelo ajustado aos pontos experimentais para o leite em pó integral nas temperaturas de 30 e 40°C.

Tabela 4.8: Valores dos parâmetros, constantes, ERM, SQR e R^2 dos modelos para o leite em pó integral nas temperaturas de 30 e 40°C.

Temperatura de 30°C								
Modelo	Constantes e parâmetros					ERM	(R^2)	SQR
	M_0 (g água/ g matéria seca)	C	K	k	B			
BET	0,020	134,188	-	-	-	0,717	0,978	$1,366 \times 10^{-4}$
GAB	0,024	160,621	0,893	-	-	0,204	0,996	$1,276 \times 10^{-5}$
Kühn	-	-	-	0,015	-0,019	0,223	0,996	$1,337 \times 10^{-5}$
Temperatura de 40°C								
Modelo	Constantes e parâmetros					ERM	(R^2)	SQR
	M_0 (g água/ g matéria seca)	C	K	k	B			
BET	0,019	136,442	-	-	-	0,467	0,987	$5,661 \times 10^{-5}$
GAB	0,020	158,000	0,946	-	-	0,361	0,992	$2,464 \times 10^{-5}$
Kühn	-	-	-	0,016	-0,015	0,358	0,993	$2,096 \times 10^{-5}$

Observando-se os valores do coeficiente de correlação (R^2), nota-se que os três modelos forneceram bons ajustes aos pontos experimentais para ambas temperaturas, porém a avaliação do melhor ajuste foi feita com base no valor do menor erro relativo médio, conforme o critério estabelecido para o leite em pó desnatado. Desta forma, as equações de GAB e de Kühn foram as que apresentaram os melhores ajustes dos valores experimentais de umidade de equilíbrio do leite em pó integral a 30 e a 40°C.

4.2. Critérios quantitativos de escoabilidade

Foram determinados o índice de Hausner, o ângulo de repouso, a função de fluxo, o índice de escoamento, os ângulos de atrito e o ângulo de atrito com a parede para a avaliação da escoabilidade de cada material. Todos os resultados encontrados estão explicitados nesta seção.

4.2.1. Índice de Hausner

Com os valores de densidade *bulk* aerada e consolidada da Tabela 4.3 dos leites em pó e da Tabela 4.4 da alumina e do pó cerâmico, determinaram-se os valores do índice de Hausner de cada material. A Tabela 4.9 mostra esses valores.

Tabela 4.9: Índice de Hausner dos materiais.

Material	Índice de Hausner
Leite em pó desnatado	1,24
Leite em pó integral	1,32
Alumina	1,57
Pó cerâmico	1,38

De acordo com a classificação de escoamento segundo o Índice de Hausner, conforme mostra o Quadro 2.3, o leite em pó desnatado apresentou escoamento fácil, enquanto que o leite em pó integral foi considerado de escoamento médio. A alumina foi considerada como material coesivo de escoamento difícil e o pó cerâmico foi classificado como de escoamento médio. A diferença mais significativa foi observada para o leite em pó desnatado, que de acordo com o índice obtido, escoam mais facilmente que os demais materiais. Já, o pó cerâmico e o leite em pó integral apresentaram praticamente o mesmo nível de escoabilidade e segundo Abdullah e Geldart (1999) estes materiais pertencem a um grupo de transição e têm propriedades comuns com os materiais que escoam livremente e com aqueles que são difíceis de escoar. Nota-se que a compactação relativa dos materiais está relacionada com os diferentes tamanhos de partículas e também com a densidade, como foi observado na determinação das densidades *bulk* dos materiais.

Fatah (2009) quantificou o índice de Hausner da alumina em pó, cujas propriedades físicas eram: diâmetro de partículas de 3 μm e densidade *bulk* de 3969 kg/m^3 e

obteve como resultado o valor de 1,45, demonstrando que este tipo de material é coesivo e apresenta baixa escoabilidade.

Não foram encontrados valores de índice de Hausner para os leites em pó desnatado e integral na literatura consultada.

Apesar da técnica utilizada neste trabalho para a medição do índice de Hausner não ser a mesma que os equipamentos comerciais desenvolvidos especificamente para a determinação da densidade *bulk* compactada, que permitem que um número muito maior de batidas e vibrações sejam realizadas de forma padronizada até que a altura mínima de compactação seja atingida, a boa concordância com o valor da literatura para a alumina indica que metodologia empregada foi adequada para a determinação do índice de Hausner.

4.2.2. Ângulo de repouso

Foram calculados os ângulos de repouso de cada material. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 4.10.

Tabela 4.10: Ângulo de repouso dos materiais.

Material	Ângulo de repouso (°)
Leite em pó desnatado	36,3 ± 2,2
Leite em pó integral	46,4 ± 2,0
Alumina	50,2 ± 2,8
Pó cerâmico	44,3 ± 2,2

De acordo com a classificação de escoamento segundo o ângulo de repouso apresentada no Quadro 2.2, o leite em pó desnatado apresentou escoamento livre. O escoamento do pó cerâmico foi considerado médio e a alumina e o leite pó integral seriam classificados como materiais coesivos.

Tuohy (1989) determinou algumas propriedades físicas, como o ângulo de repouso, para o leite em pó desnatado e para o leite em pó integral. Segundo ele, o ângulo de repouso para o leite em pó desnatado estava na faixa de 33 a 38° e de 40 a 58° para o leite em pó integral. Portanto, comparando-se estes valores aos apresentados na Tabela 4.10 pode-se concluir que os valores obtidos estão de acordo com os da literatura.

De acordo com Fatah (2009) o ângulo de repouso obtido para a alumina em pó ($d_p = 3\mu\text{m}$ e $\rho_b = 3969 \text{ kg/m}^3$) foi de 68° , ou seja, alguns tipos de alumina são coesivas e de escoamento difícil.

4.2.3. Índice de escoamento e ângulos de atrito

Para a determinação do índice de escoamento, foram realizados ensaios de cisalhamento na célula de Jenike com os materiais orgânicos e inorgânicos. Para cada material particulado está apresentada uma curva típica da etapa de pré-cisalhamento e outra do cisalhamento, que foram obtidas com valores de forças normais específicos. As demais curvas estão no Apêndice A.

4.2.3.1. Leite em pó desnatado

A Figura 4.11 mostra uma curva típica obtida nos ensaios de pré-cisalhamento, ou seja, para exemplificar a variação da força em função do deslocamento da célula foi selecionada a curva obtida com força normal de 70 N, pois somente na etapa de pré-cisalhamento são geradas 9 curvas. Já, a Figura 4.12 mostra a curva obtida na fase de cisalhamento com força normal de 50 N e esta curva representa as demais, ou seja, no cisalhamento dos materiais são obtidas, no total, nove curvas diferentes.

Figura 4.11: Força em função do deslocamento para o leite em pó desnatado na fase de pré-cisalhamento com força normal de 70 N.

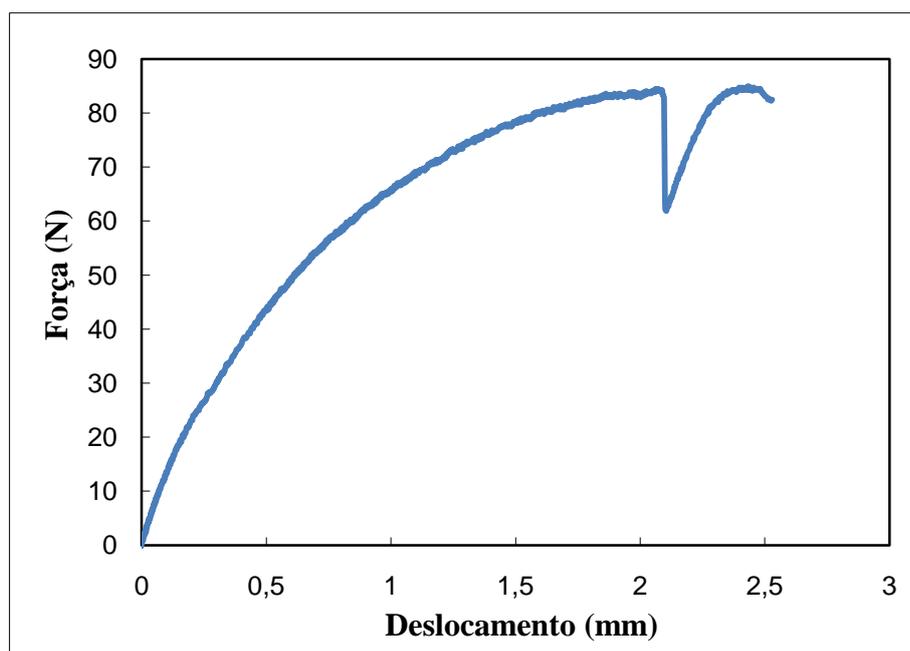
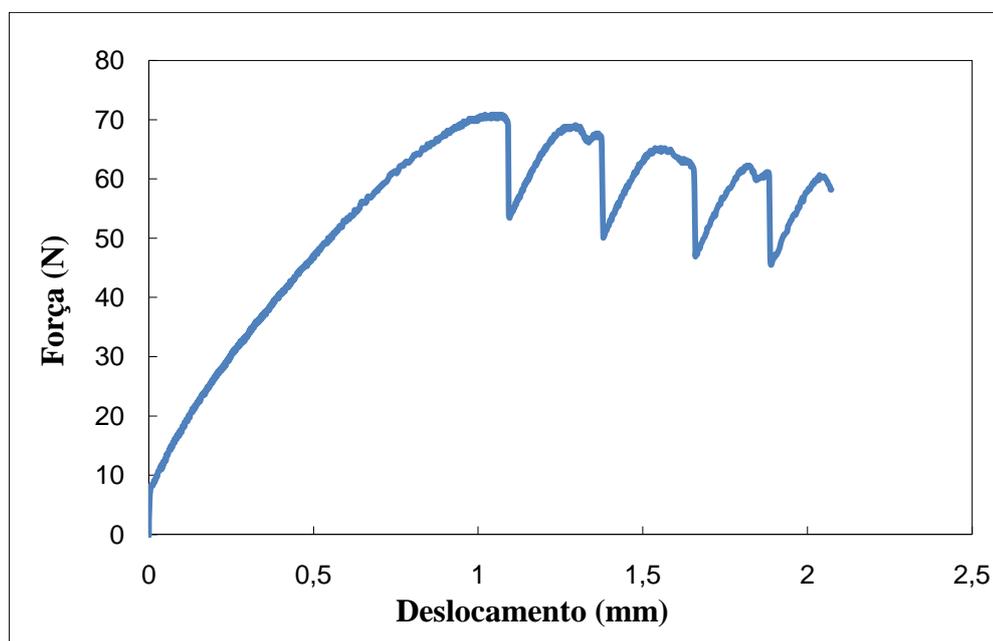


Figura 4.12: Força em função do deslocamento para o leite em pó desnatado na fase de cisalhamento com força normal de 50 N.

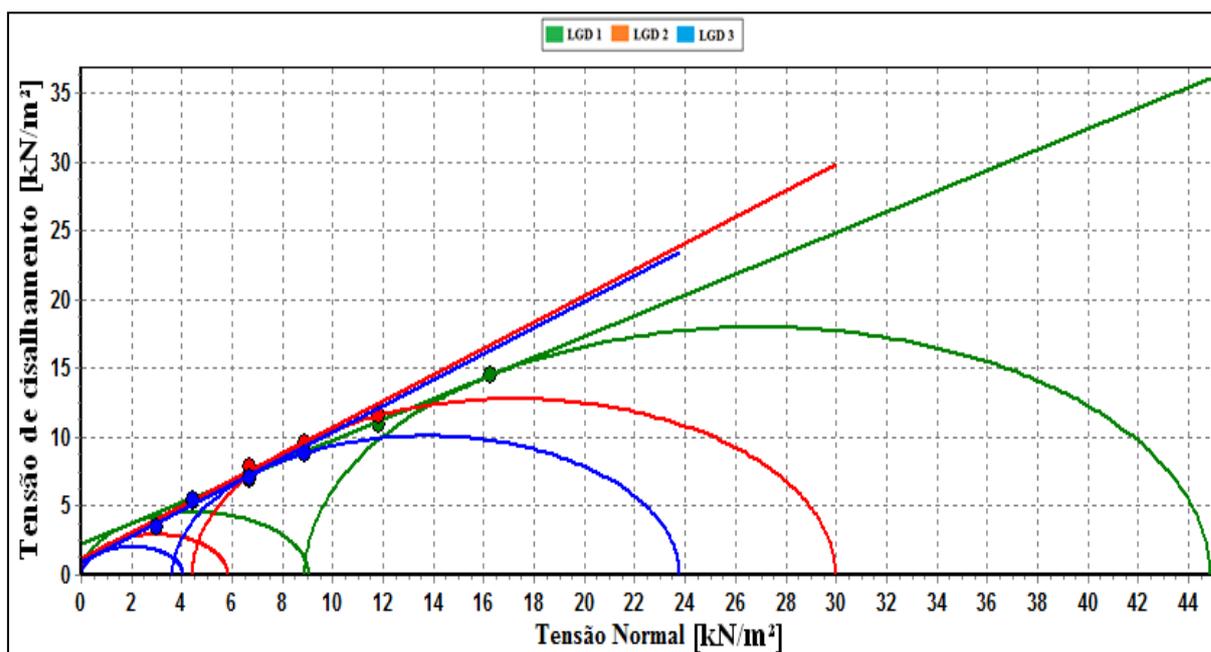


Como pode ser observado na Figura 4.12, nota-se que a força de cisalhamento não ficou constante devido ao fenômeno de *stick-slip* ("cola-desliza"), que acontece quando o escoamento não é contínuo. Segundo Bagga *et al.* (2011) o comportamento de *stick-slip* tem sido observado em muitos materiais, como: cimento, farinha de trigo, amido de batata, leite em pó, açúcar e polietileno e ocorre quando se alternam os fenômenos de *sticking* e *slipping* da superfície adjacente no plano de cisalhamento. Quando os aglomerados de partículas ficam organizados (*slip*), a força cisalhante aumenta. Porém, quando os aglomerados de partículas ficam desorganizados (*stick*), a força cisalhante diminui, já que a força necessária para deslocar os aglomerados com a mesma velocidade de deslocamento da célula de Jenike deveria ser maior.

Para se obter a curva de Lugar Geométrico de Deslizamento, deve-se inserir como dado de entrada no *software* o valor da força quando essa permanece constante. Porém, como ocorreu o fenômeno de *stick-slip*, foi adotado o seguinte procedimento: quando não houve variação na intensidade dos picos obtidos e as forças máximas atingiram sempre o mesmo valor, este valor da força foi utilizado como dado de entrada. Quando as intensidades dos picos do *stick-slip* variaram, foi estimado um valor médio para a força. Não foram encontrados na literatura como os valores das forças são determinados quando acontece o *stick-slip*. Por isso, foi adotado o procedimento descrito acima. Desta forma, esses valores podem ser uma fonte de erro no cálculo do índice de escoamento. Assim, com os valores de

força normal e de força de cisalhamento foi possível ajustar a curva LGD aos pontos experimentais no software desenvolvido no LaMEM. Com o mesmo software, foram calculados e traçados os círculos de Mohr. Os resultados obtidos podem ser visualizados na Figura 4.13.

Figura 4.13: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para o leite em pó desnatado.



Os valores dos parâmetros do leite em pó desnatado que foram calculados a partir da construção da Figura 4.13 e dos valores de massa de pó e de volume da célula de Jenike estão apresentados na Tabela 4.11.

Tabela 4.11: Resultados dos testes de cisalhamento direto para o leite em pó desnatado.

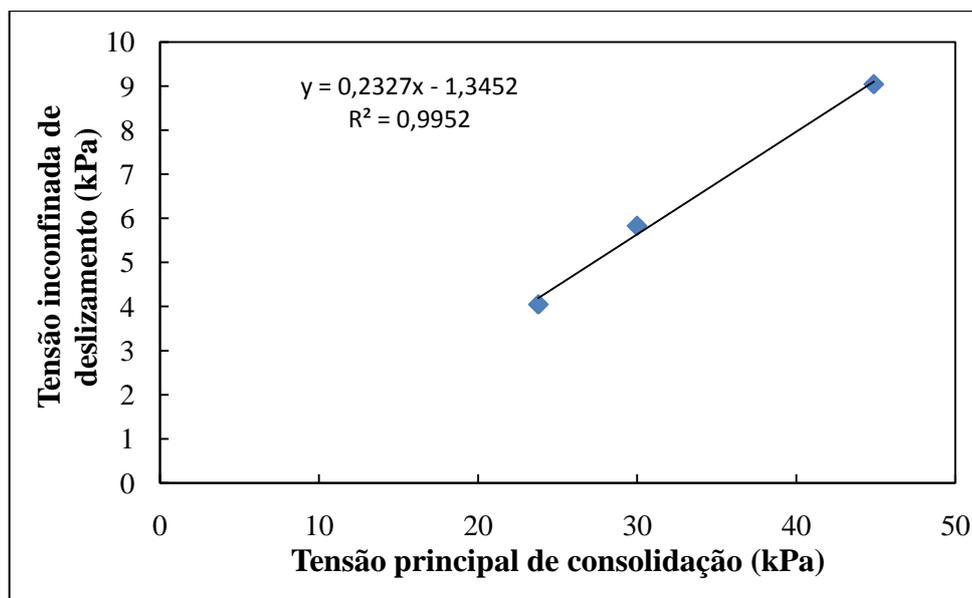
LGD	Densidade (kg/m ³)	C (kN/m ²)	α (°)	δ (°)	σ_1 (kN/m ²)	f_c (kN/m ²)
1	398,47	2,25	37,0	41,8	44,87	9,04
2	398,47	1,25	43,6	47,8	29,98	5,83
3	381,42	0,87	43,5	47,2	23,78	4,05

Observando-se a Tabela 4.11, nota-se que a densidade do leite em pó desnatado diminuiu, do nível 1 ao 3, com a diminuição da força normal, porque com menores cargas normais a compactação do material foi menor e, portanto, a quantidade de pó que ficou

na célula de Jenike, de volume constante, decresceu. A coesão do leite em pó desnatado também diminuiu com cargas normais menores, o que indica menores forças de interação entre as partículas. O ângulo de atrito interno (α) e o ângulo de atrito interno efetivo (δ) não tiveram grandes variações de um nível de consolidação para o outro. As tensões inconfina de deslizamento e principal de consolidação diminuíram do nível 1 ao 3, pois quanto menor a carga normal aplicada ao material, menor a resistência ao deslizamento.

Desta forma, com os valores de tensão principal de consolidação e de tensão inconfina de deslizamento foi possível construir a função de fluxo do leite em pó desnatado, como mostra a Figura 4.14.

Figura 4.14: Tensão inconfina de deslizamento em função da tensão principal de consolidação do leite em pó desnatado.

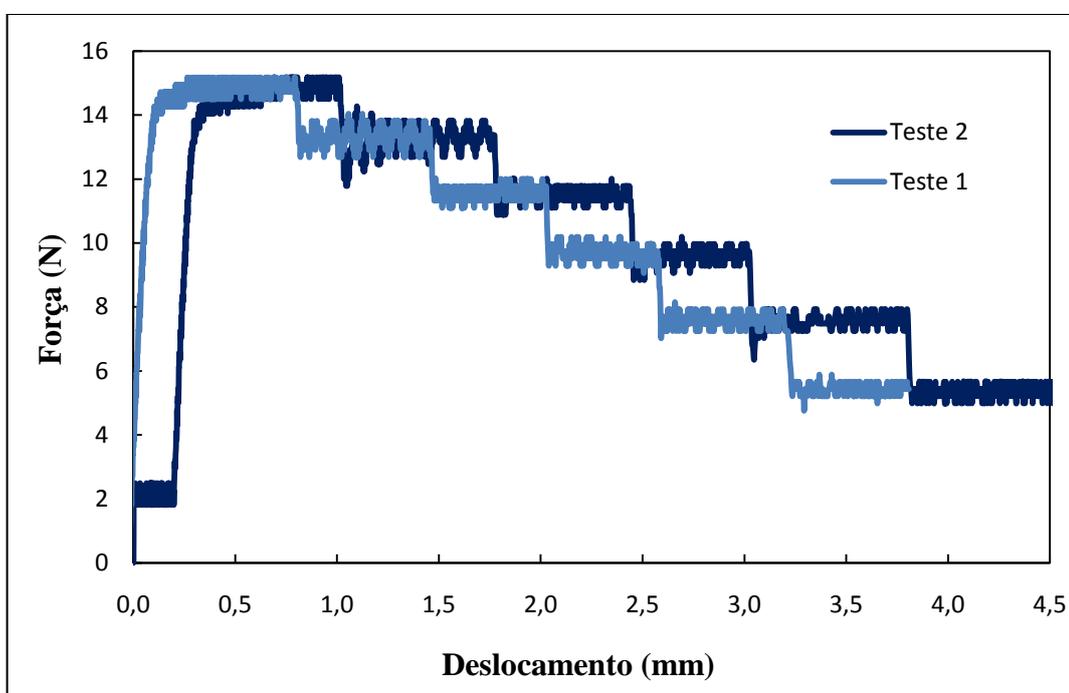


Com o valor do coeficiente linear da função de fluxo, determinou-se o índice de escoamento do leite em pó desnatado. O valor obtido foi de 4,3, e de acordo com a classificação de Jenike, o leite em pó desnatado foi considerado um material de escoamento fácil. Este índice está de acordo com os valores obtidos pelas demais metodologias, já que segundo o índice de Hausner e ângulo de repouso, o escoamento do leite em pó também foi classificado como fácil. Porém, este índice diverge do valor de 6,1 obtido por Fitzpatrick *et al.* (2004) para este material (cujas características estão apresentadas na Tabela 2.4 e na Tabela 2.5), embora ambos pertençam a mesma classificação de escoamento (valores de 4 a 10). Uma possível fonte de divergência pode ter sido o fenômeno de *stick-slip*, já que o valor da força

de cisalhamento não permaneceu constante, e o valor médio considerado pode não ter sido representativo. Por outro lado, a composição e distribuição granulométrica do leite desnatado usado por Fitzpatrick *et al.* (2004) diferem das do presente trabalho, o que também pode afetar nos resultados obtidos.

Foram realizados também ensaios para a determinação do ângulo de atrito do leite em pó desnatado com o aço galvanizado. A Figura 4.15 mostra a curva registrada pelo aparelho de cisalhamento.

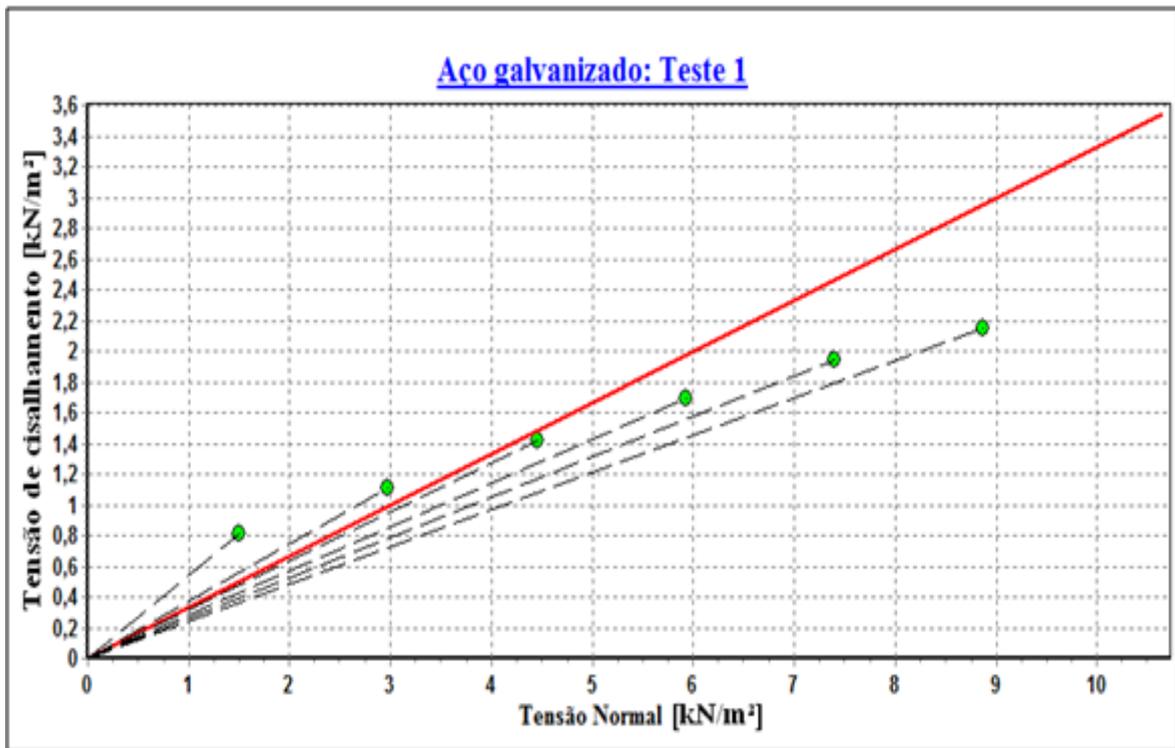
Figura 4.15: Força em função do deslocamento do ângulo de atrito do leite em pó desnatado com o aço galvanizado.



Com os valores de força de cisalhamento para cada uma das forças normais aplicadas, foi possível determinar o valor do ângulo de atrito como ilustra a Figura 4.16. O valor obtido do ângulo de atrito do leite em pó desnatado com o aço galvanizado foi de aproximadamente $18,4^\circ$, ou seja, o leite em pó desnatado quando armazenado em um silo de aço galvanizado escoará facilmente. De acordo com Fitzpatrick, Barringer e Iqbal (2004), não podem ser estabelecidas relações significativas entre as propriedades físicas dos materiais particulados e o atrito com a parede, não havendo também nenhuma relação entre esses e o índice de escoamento. Este comportamento é devido à complexidade de considerar as propriedades da parede do material e como elas interagem com o pó. Portanto, não existe uma correlação entre as propriedades físicas dos pós e suas características de atrito com a parede,

já que as forças adesivas na superfície entre as partículas do pó e a superfície da parede são dominantes.

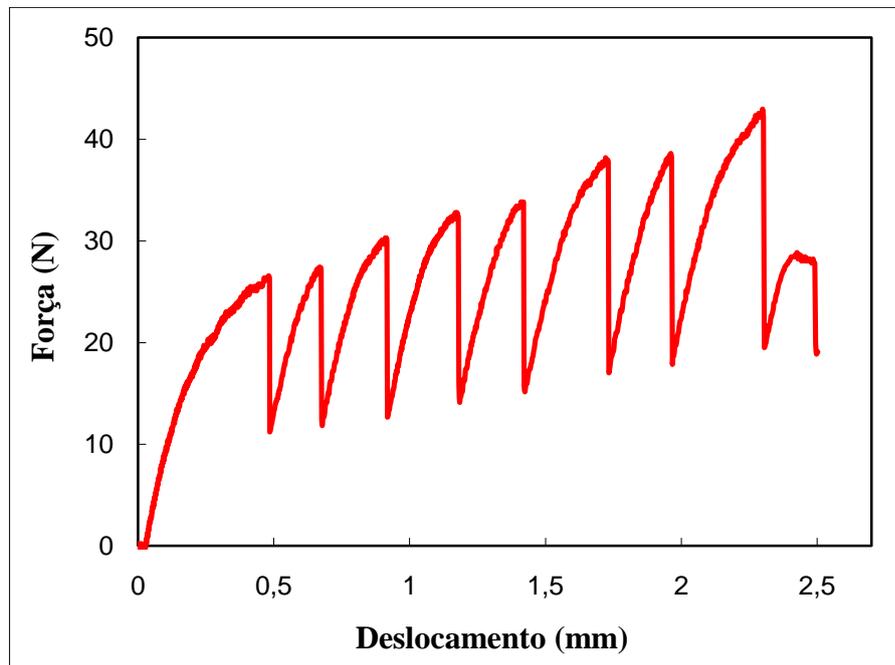
Figura 4.16: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para a determinação do ângulo de atrito do leite em pó desnatado com o aço galvanizado.



4.2.3.2. Leite em pó integral

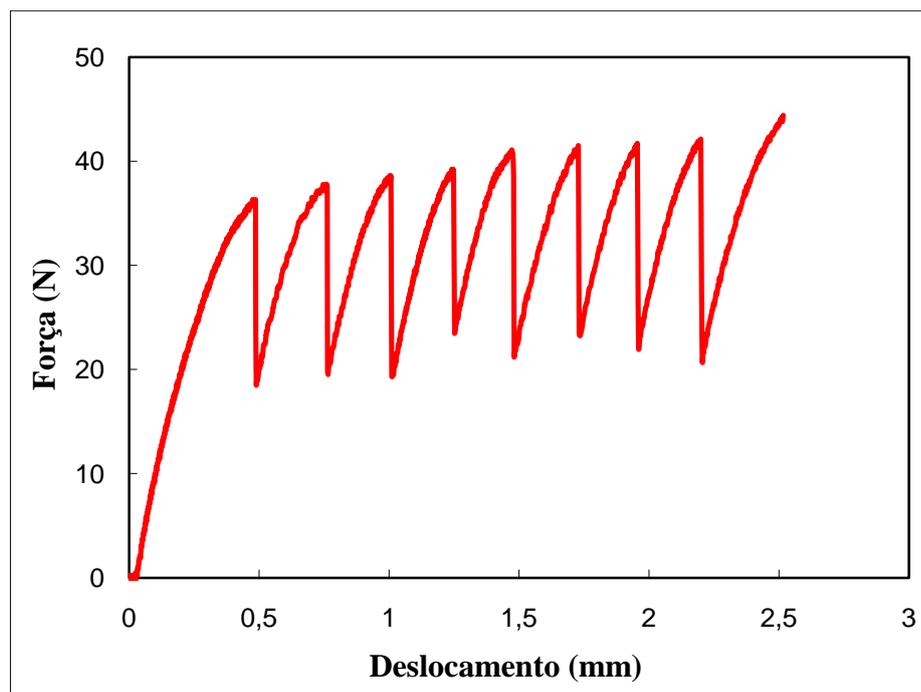
O comportamento típico obtido em todas as curvas de força em função do deslocamento para o leite em pó integral na etapa de pré-cisalhamento está representado pela Figura 4.17.

Figura 4.17: Força em função do deslocamento na etapa de pré-cisalhamento para o leite em pó integral com força normal de 50N.



A Figura 4.18 representa o comportamento das curvas obtidas na etapa de cisalhamento do ensaio de Jenike para o leite em pó integral.

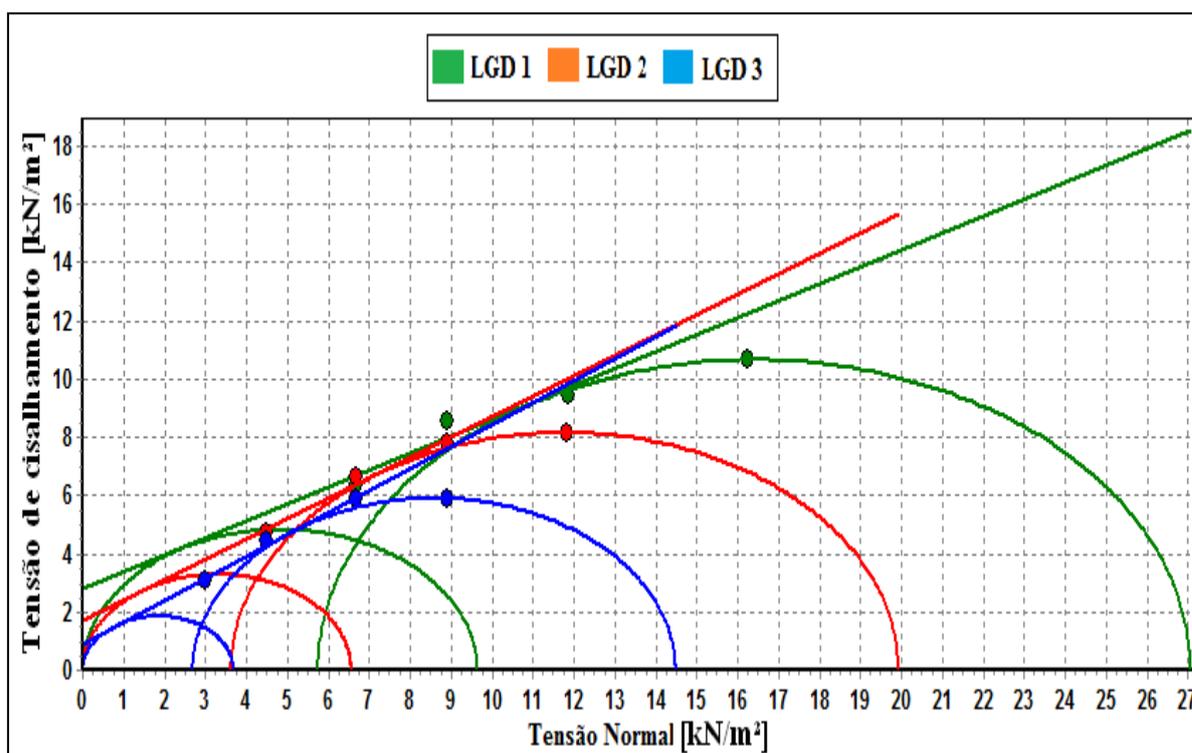
Figura 4.18: Força em função do deslocamento na etapa de cisalhamento para o leite em pó integral com força normal de 35N.



Comparando-se as curvas de força em função do deslocamento dos leites em pó desnatado e integral, nota-se que os picos de *stick-slip* do leite em pó integral foram bem mais acentuados e em maior quantidade em relação ao desnatado. Numericamente, pode ser observada esta diferença, por exemplo, comparando-se as curvas de pré-cisalhamento dos dois materiais (Figura 4.11 e Figura 4.17) pode ser observado que a variação do pico para o leite em pó desnatado foi de 22N, enquanto que para o leite em pó integral foi de 30N. Na etapa de cisalhamento, isso também aconteceu, já que a variação entre os picos do leite em pó desnatado foi de 13N e do leite em pó integral foi 20N. Estas variações podem ter ocorrido devido a diferenças na composição, umidade, rugosidade e formato das partículas de cada material.

Com os valores de força de pré-cisalhamento e cisalhamento dos três níveis de consolidação, foi possível construir as três curvas LGD. A Figura 4.19 mostra a família das curvas LGD, juntamente com os círculos de Mohr construídos pelo software desenvolvido no LaMEM.

Figura 4.19: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para o leite em pó integral.



Os valores dos parâmetros obtidos a partir das curvas LGD, dos círculos de Mohr, da massa de pó pesada após os ensaios e do volume da célula de Jenike estão apresentados na Tabela 4.12.

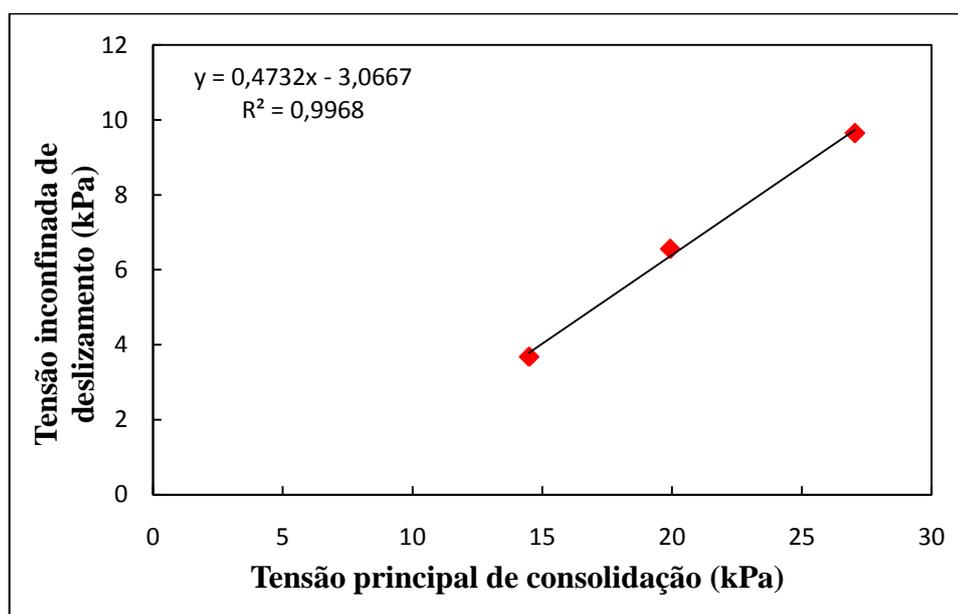
Tabela 4.12: Resultados dos testes de cisalhamento direto para o leite em pó integral.

LGD	Densidade (kg/m ³)	C (kN/m ²)	α (°)	δ (°)	σ_1 (kN/m ²)	f_c (kN/m ²)
1	526,34	2,77	30,2	39,8	27,05	9,65
2	492,24	1,71	35,0	43,2	19,93	6,56
3	475,19	0,92	37,0	43,1	14,49	3,68

Observando-se a Tabela 4.12, nota-se que a densidade do leite em pó integral diminuiu, do nível 1 ao 3, com a diminuição da força normal, porque com menores cargas normais a compactação do material foi menor e, portanto, a quantidade de pó que ficou na célula de Jenike de volume constante decresceu. A coesão do leite em pó integral também diminuiu com cargas normais menores, já que a força de interação entre as partículas foi menor. O ângulo de atrito interno (α) e o ângulo de atrito interno efetivo (δ) não tiveram grandes variações. A tensão principal de consolidação e a tensão inconfina de deslizamento diminuíram do nível 1 ao 3, já que a resistência ao deslizamento diminuiu com cargas normais menores.

Assim, a função de fluxo do leite em pó integral pôde ser construída com os valores de tensão principal de consolidação e tensão inconfina de deslizamento. A Figura 4.20 mostra essa função com os pontos experimentais obtidos e o ajuste linear.

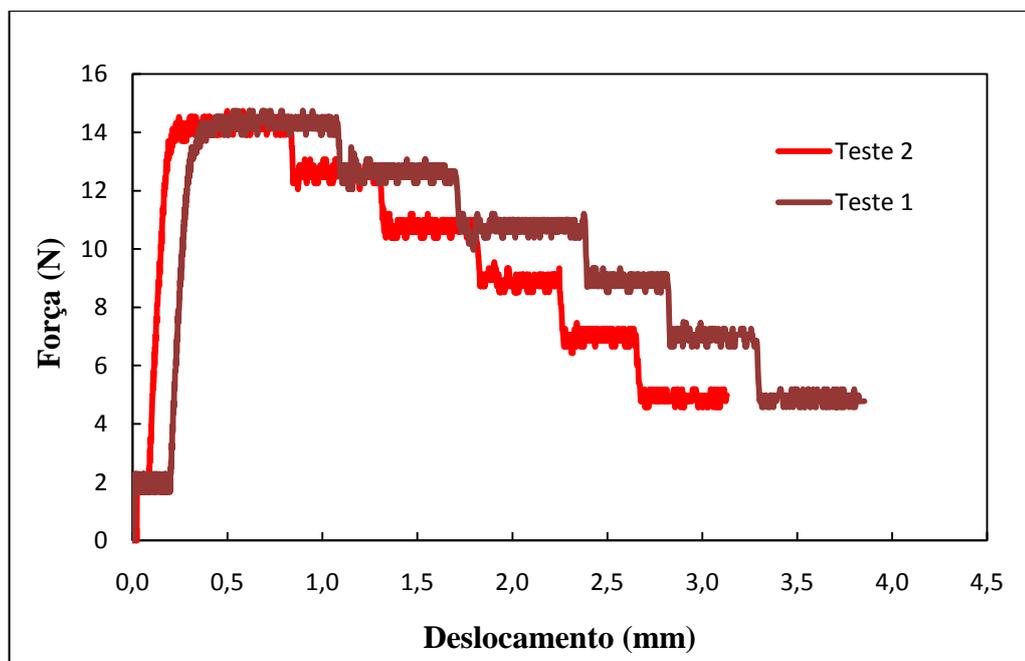
Figura 4.20: Tensão inconfina de deslizamento em função da tensão principal de consolidação do leite em pó integral.



Com o valor do coeficiente linear da função de fluxo, determinou-se o índice de escoamento do leite em pó integral. O valor obtido foi de 2,1. Como este resultado está próximo ao limite da classificação de Jenike entre um material que não escoo e um material coesivo (ver Quadro 2.4), o leite em pó integral foi classificado como um material coesivo que quase não escoo. A classificação como material coesivo está de acordo com a obtida pelo ângulo de repouso e coerente com os valores obtidos por Fitzpatrick *et al.* (2004) para o leite em pó integral com teor de gordura similar e diâmetro médio de 150 μm , que foi de 2,5.

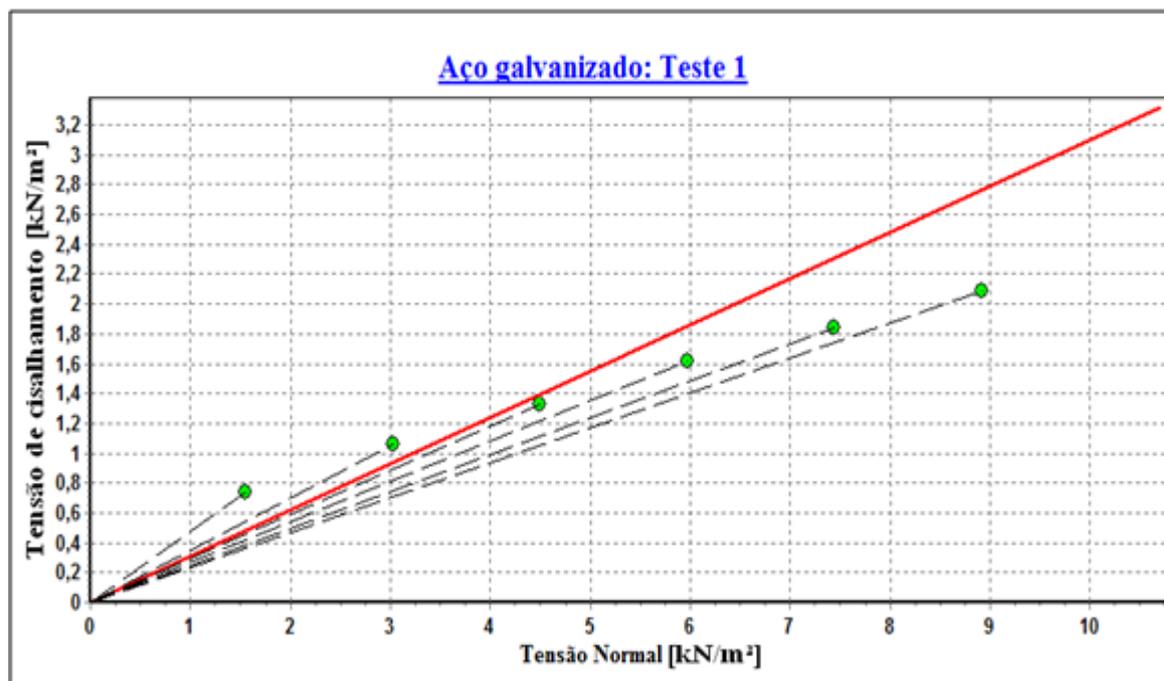
As curvas obtidas nos ensaios para a determinação do ângulo de atrito do leite em pó integral com o aço galvanizado estão apresentadas na Figura 4.21.

Figura 4.21: Força em função do deslocamento para a determinação do ângulo de atrito do leite em pó integral com o aço galvanizado.



Com os valores de força de cisalhamento para cada uma das forças normais aplicadas, foi possível determinar o valor do ângulo de atrito como ilustra a Figura 4.22. O valor obtido do ângulo de atrito do leite em pó integral com o aço galvanizado foi de aproximadamente 17,2°, ou seja, o leite em pó integral quando armazenado em um silo de aço galvanizado escoará facilmente.

Figura 4.22: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para o cálculo do ângulo de atrito do leite em pó integral com o aço galvanizado.



O ensaio de cisalhamento direto de Jenike determinou que o leite em pó integral fosse classificado como um material coesivo de escoamento difícil, porém quando este material esteve em contato com o aço galvanizado, o escoamento foi considerado fácil. A explicação para esta contradição é que, como discutido para o leite em pó desnatado, não existem relações de dependência entre as propriedades físicas dos materiais e o atrito com a parede e, além disso, as forças de adesão entre a superfície do material do recipiente de armazenamento e o pó são dominantes em relação às forças adesivas interpartículas.

Durante os ensaios de Jenike, foi observada maior compactação do leite em pó integral em relação ao desnatado, e comparando-se os valores dos índices de escoamento dos leites em pó desnatado e integral, pode-se concluir que o leite em pó desnatado escoava mais facilmente que o integral. Este resultado está de acordo com os da literatura, que atribuiu a maior coesividade das partículas do leite em pó integral ao fato delas possuírem maior teor de gordura, e, também porque, suas partículas são menores que as do desnatado, resultando em maior área de contato entre as partículas, aumentando a intensidade das forças coesivas. Embora, o leite em pó desnatado tenha um escoamento mais fácil que o integral, aquele adere mais à parede do aço galvanizado, segundo os resultados dos ângulos de atrito com a parede. Fitzpatrick *et al.* (2004) obtiveram resultados semelhantes para os ângulos de atrito com o aço inoxidável.

4.2.3.3. Alumina

A Figura 4.23 ilustra o comportamento da curva obtida na etapa de pré-cisalhamento, utilizando-se na alumina uma força normal de 70 N. Na fase de cisalhamento, a curva registrada pelo equipamento, aplicando-se 35 N de força normal, é apresentada na Figura 4.24.

As curvas mostradas correspondem a um ensaio do nível 2, e são representativas do comportamento observado nos demais casos com a alumina. Pode-se observar que diferentemente dos leites em pó, a alumina não apresentou o fenômeno de *stick-slip*.

Figura 4.23: Força em função do deslocamento na etapa de pré-cisalhamento da alumina com força normal de 70N.

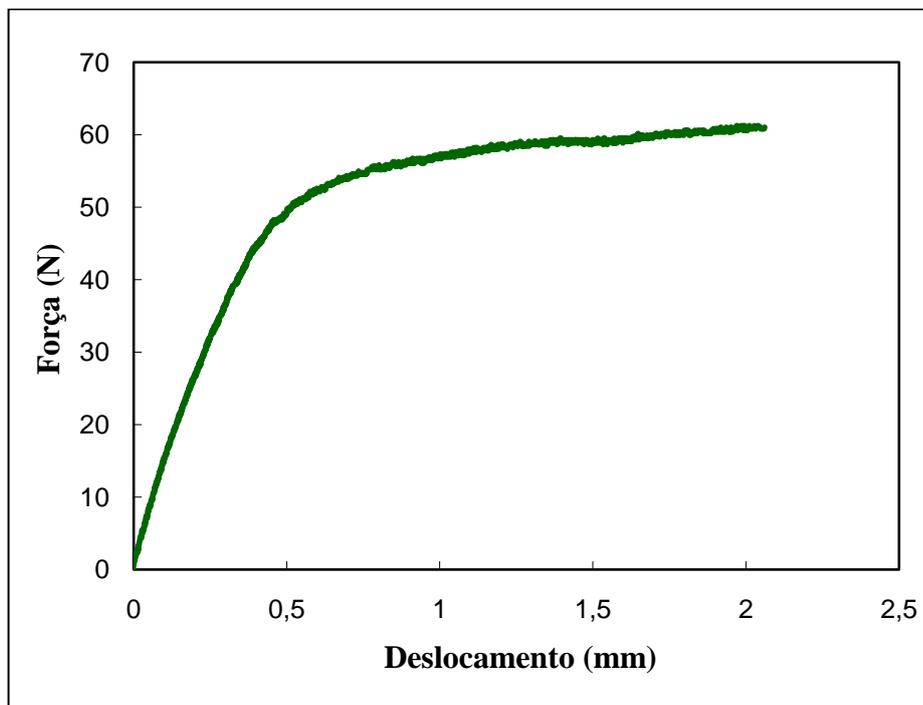
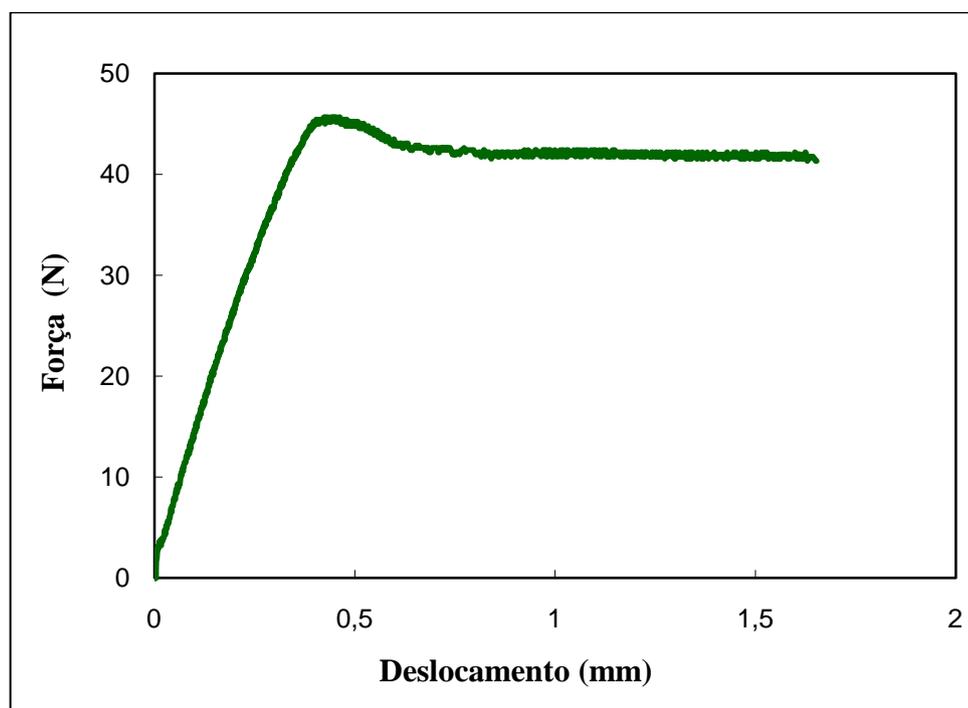


Figura 4.24: Força em função do deslocamento na etapa de cisalhamento da alumina com força normal de 35N.



O comportamento observado na Figura 4.24, com um pico no valor de aproximadamente 0,45 cm e 45,5 N, seguido por uma diminuição é atípico, indicativo de uma sobreconsolidação do pó (NASCIMENTO, 2008). Mas, como a curva de sobreconsolidação se justapõe à curva de consolidação crítica, como mostra a Figura 2.9, e como a sobreconsolidação aconteceu no cisalhamento e não no pré-cisalhamento (que determina o ponto de escoamento estável) foram utilizados nos cálculos os valores constantes das forças, conforme recomendação da norma da ASTM D6128-06 (2011).

Considerando-se os testes para os três diferentes níveis de consolidação, é possível obter três curvas LGD, calcular os círculos de Mohr e determinar os principais parâmetros. A Figura 4.25 mostra os resultados para os níveis de consolidação testados e na Tabela 4.13 são apresentados os valores obtidos dos principais parâmetros. Nota-se que diminuindo-se a força normal aplicada, a densidade *bulk* do produto no interior da célula também diminuiu, devido às mesmas justificativas discutidas anteriormente. Os ângulos de atrito interno e efetivo não tiveram variações significativas.

Figura 4.25: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para a alumina.

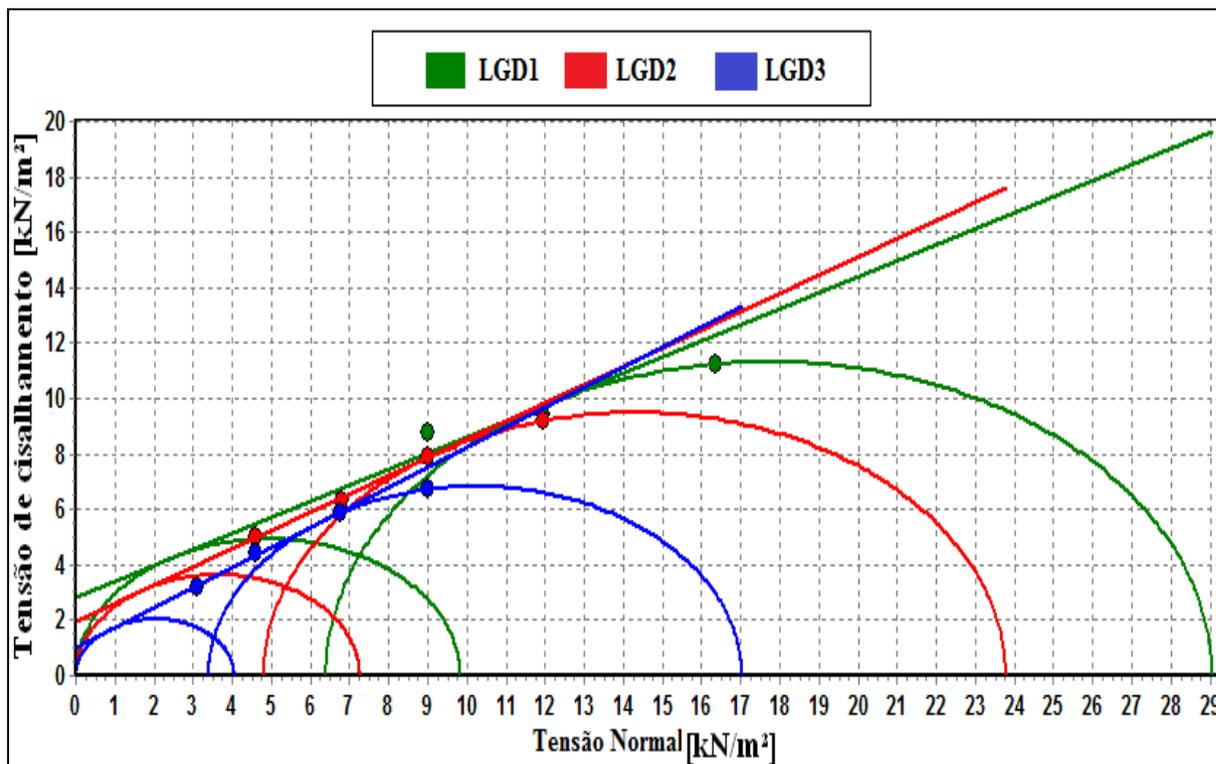
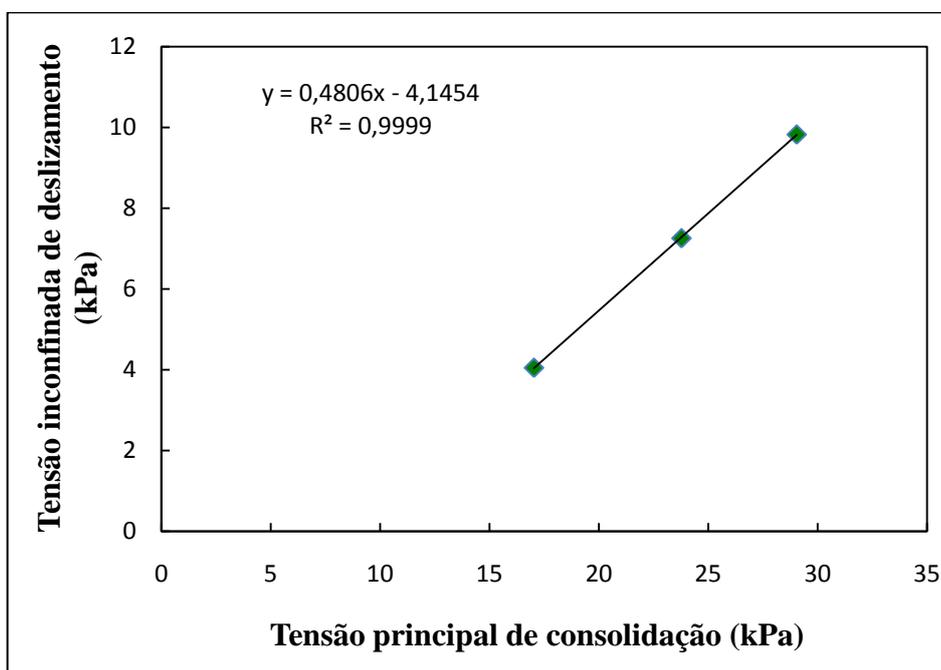


Tabela 4.13: Resultados do teste de cisalhamento direto de Jenike para a alumina em pó.

LGD	Densidade (kg/m ³)	C (kN/m ²)	α (°)	δ (°)	σ_1 (kN/m ²)	f_c (kN/m ²)
1	1174,30	2,84	30,1	39,1	29,05	9,83
2	1123,10	1,96	33,3	41,1	23,78	7,26
3	1123,10	1,04	35,8	41,6	17,03	4,05

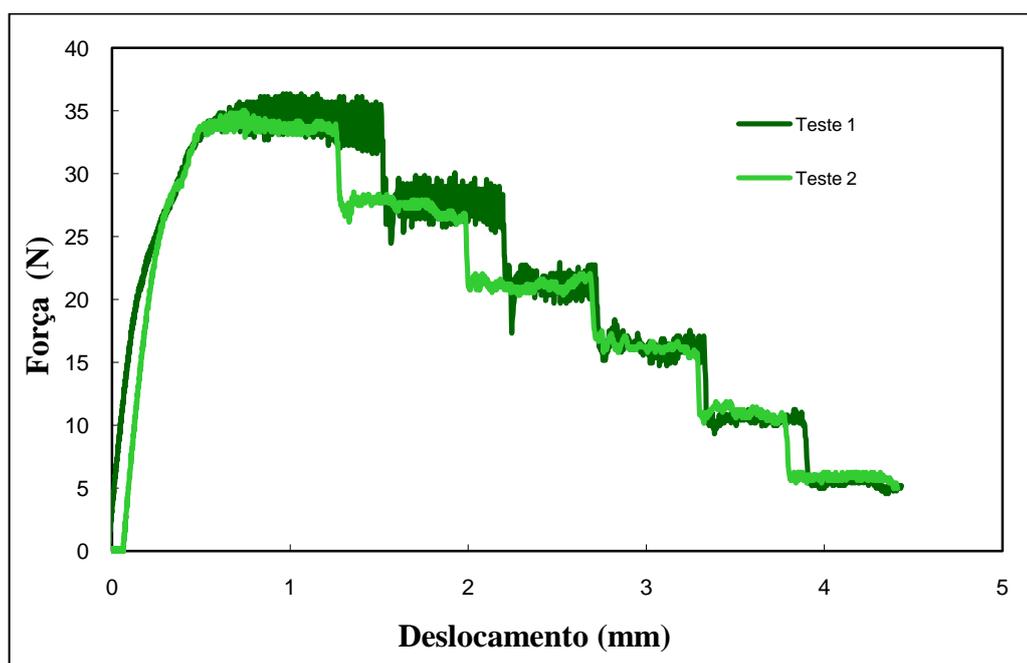
Com os valores de tensão principal de consolidação (σ_1) e tensão inconfina de deslizamento (f_c) foi possível construir a função de fluxo (ff) e determinar o índice de escoamento (ff_c) com a equação da reta obtida por ajuste linear, como mostra a Figura 4.26. Desta forma, o valor para o índice de escoamento é de 2,1, o que classificaria este material como no limite entre coesivo e muito coesivo, assim como o leite em pó integral.

Figura 4.26: Tensão principal de consolidação em função da tensão inconfínada de deslizamento para a alumina.



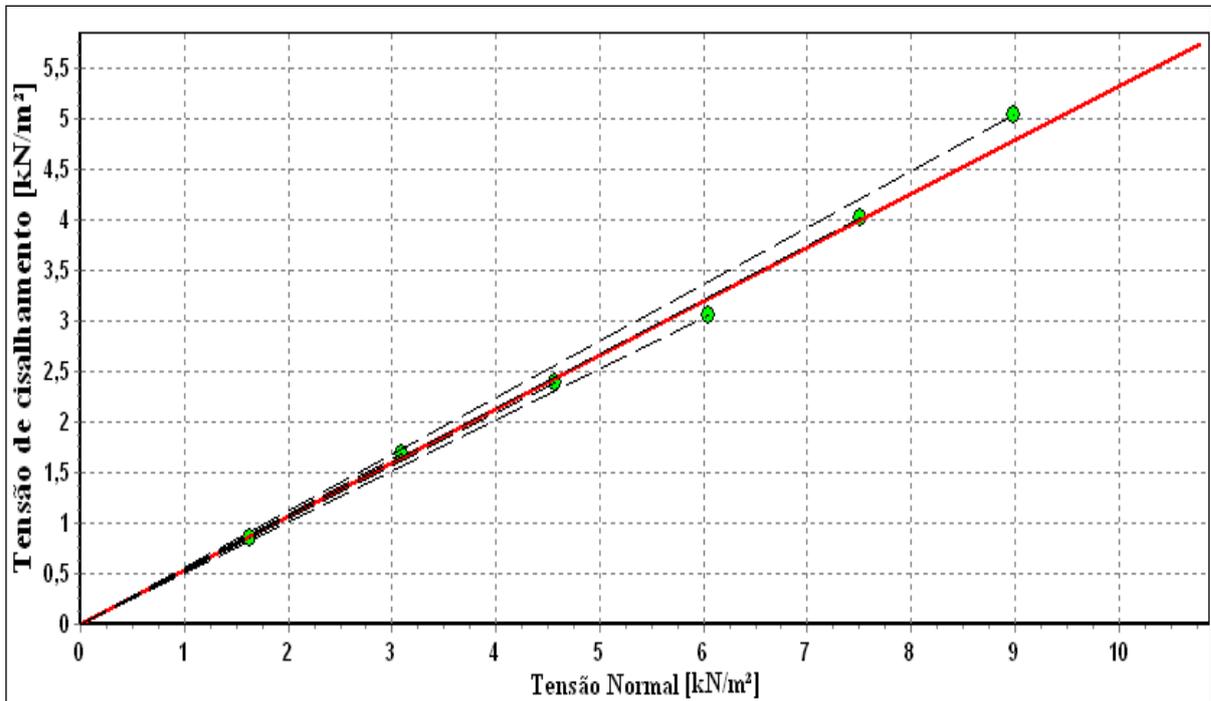
Foram realizados ensaios em duplicata para a determinação do ângulo de atrito da alumina com a parede de aço galvanizado. A Figura 4.27 mostra a curva registrada pelo equipamento durante o teste com a alumina em pó.

Figura 4.27: Força em função do deslocamento para a determinação do ângulo de atrito da alumina com o aço galvanizado.



Com os valores de tensão normal e de cisalhamento foi possível determinar o ângulo de atrito da alumina com a parede de aço galvanizado, como ilustra a Figura 4.28.

Figura 4.28: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal obtida no ensaio de atrito da alumina com o aço galvanizado.



O valor médio obtido para ângulo de atrito com a parede foi de 28° , indicando que se a alumina fosse armazenada em silos de aço galvanizado, o escoamento será difícil.

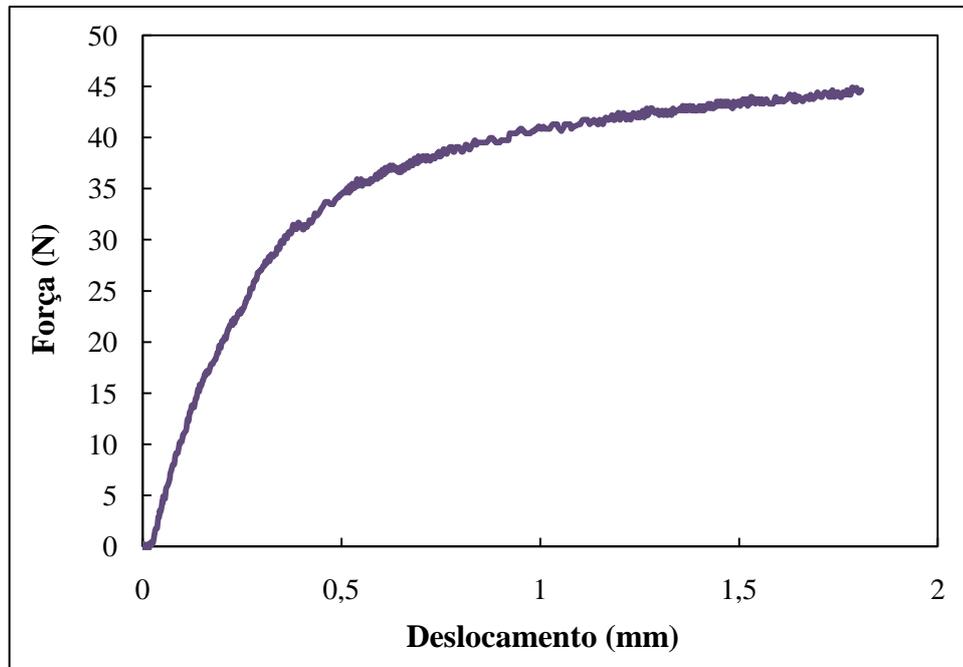
Entre outras informações, o procedimento descrito permitiu a estimativa de dois parâmetros importantes na caracterização da escoabilidade do material, que são o índice de escoamento e o ângulo de atrito com a parede. Os resultados encontrados (2,1 para o índice de escoamento e 28° para o ângulo de atrito com a parede) indicam que a alumina é um pó de escoamento difícil segundo a classificação proposta por Jenike. Este resultado, qualitativamente, está de acordo com o esperado, já que a tendência do material de se compactar era perceptível durante o manuseio.

4.2.3.4. Pó cerâmico

Com os ensaios no aparelho de Jenike foi possível calcular o índice de escoamento do pó cerâmico. Para este cálculo, foram realizadas as etapas de pré-cisalhamento e cisalhamento para os três níveis de consolidação utilizados, em que foi registrado o valor da

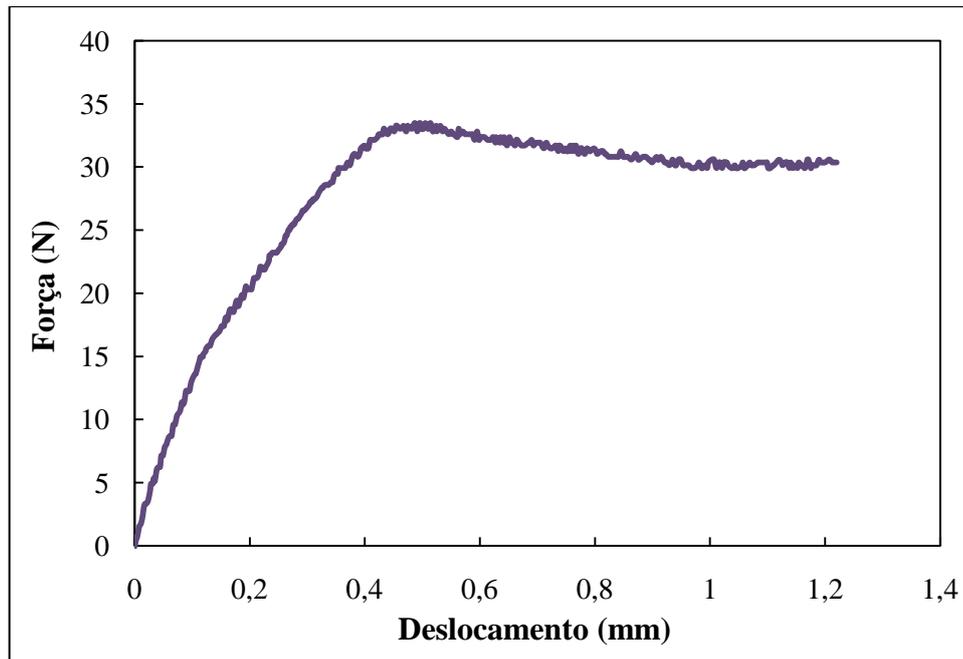
força em função do deslocamento. A Figura 4.29 ilustra uma das novas curvas obtidas na fase de pré-cisalhamento, que foi utilizado 50 N de força normal.

Figura 4.29: Força em função do deslocamento na etapa de pré-cisalhamento para o pó cerâmico.



Para ilustrar o comportamento típico observado nas curvas de cisalhamento, a Figura 4.30 mostra uma das nove curvas obtidas, em que neste caso, foi utilizado o valor de força normal de 20 N.

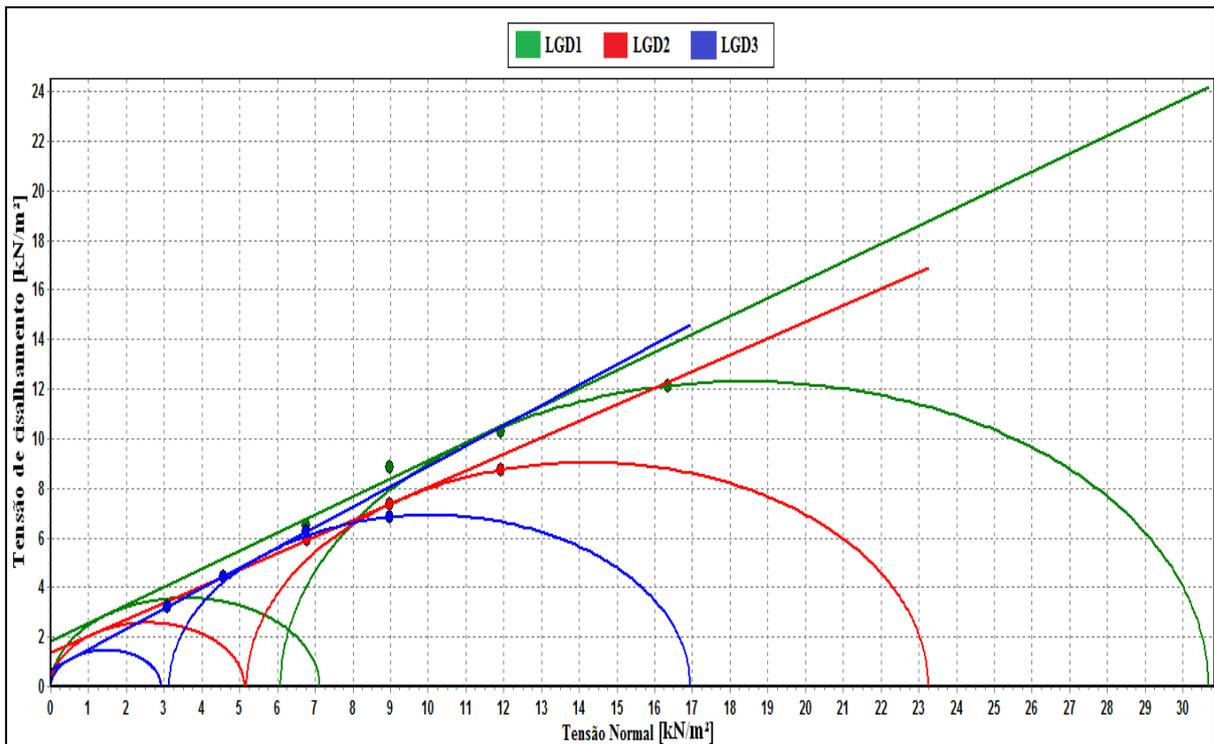
Figura 4.30: Força em função do deslocamento na fase de cisalhamento do pó cerâmico.



Assim como observado para a alumina na fase de cisalhamento, os ensaios do pó cerâmico também apresentaram sobreconsolidação do material.

Desta forma, com os valores de força de pré-cisalhamento e cisalhamento para os três níveis de consolidação foi possível determinar o ponto de escoamento estável, traçar a curva LGD, construir os círculos de Mohr e calcular todos os parâmetros com o auxílio do software desenvolvido no LaMEM. A Figura 4.31 mostra os resultados obtidos.

Figura 4.31: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para o pó cerâmico.



Os valores dos parâmetros obtidos a partir da Figura 4.31 estão apresentados na Tabela 4.14.

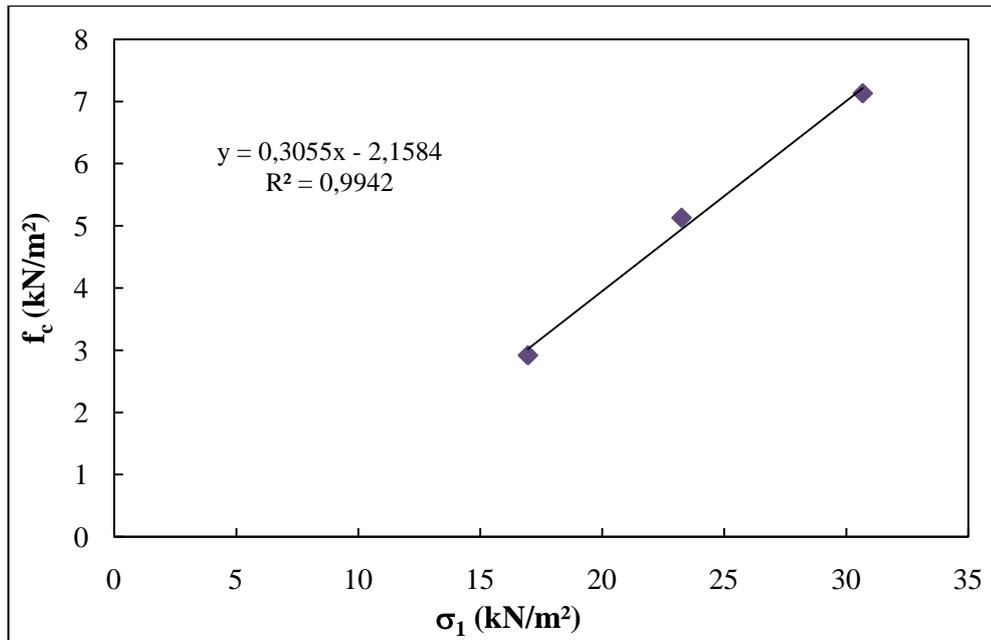
Tabela 4.14: Resultados dos testes de cisalhamento de Jenike para o pó cerâmico.

LGD	Densidade (kg/m ³)	C (kN/m ²)	α (°)	δ (°)	σ_1 (kN/m ²)	f_c (kN/m ²)
1	1080,50	1,81	36,1	41,7	30,68	7,13
2	1072,00	1,37	33,7	39,2	23,25	5,13
3	1063,40	0,69	39,4	43,3	16,95	2,92

Para o pó cerâmico foram encontrados os mesmos comportamentos obtidos pelos outros materiais, ou seja, a densidade *bulk* e a coesão do produto diminuíram com a aplicação de menores forças normais, os ângulos de atrito interno e atrito interno efetivo não tiveram grandes variações de um nível para outro e tanto a tensão principal de consolidação como a tensão confinada de deslizamento aumentaram para maiores forças normais aplicadas sobre o pó cerâmico. Tais fenômenos foram observados também nos outros pós e já foram explicados anteriormente.

Foi possível determinar a função de fluxo do pó cerâmico com os valores das tensões principal de consolidação e inconfina de deslizamento. A Figura 4.32 mostra essa função.

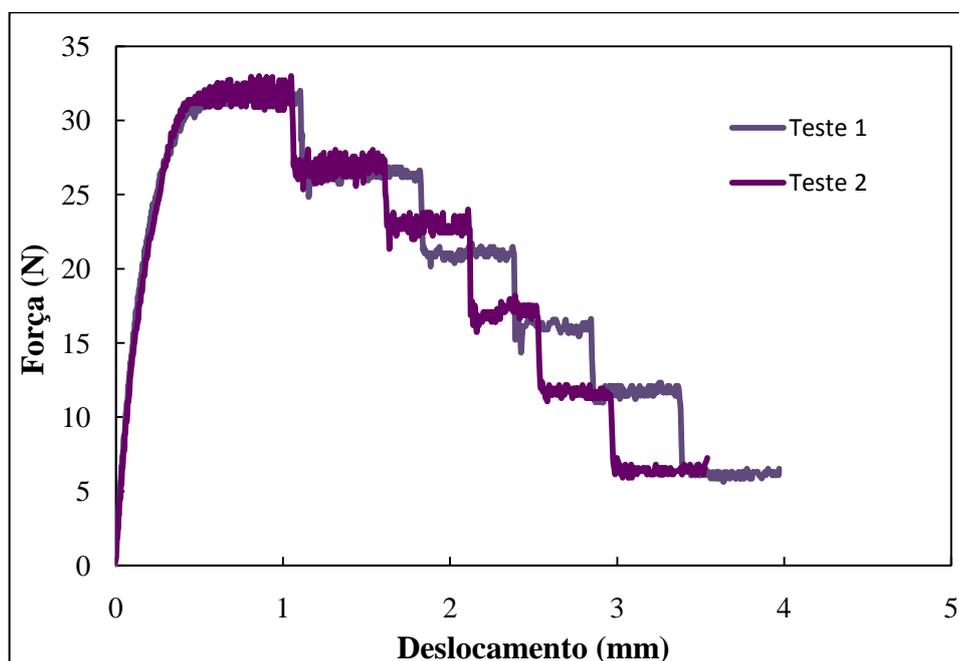
Figura 4.32: Tensão inconfina de deslizamento em função da tensão principal de consolidação para o pó cerâmico.



Com o valor do coeficiente angular da função de fluxo foi possível calcular o índice de escoamento. O valor encontrado foi de 3,3 e de acordo com a classificação de Jenike o pó cerâmico foi considerado como um material coesivo.

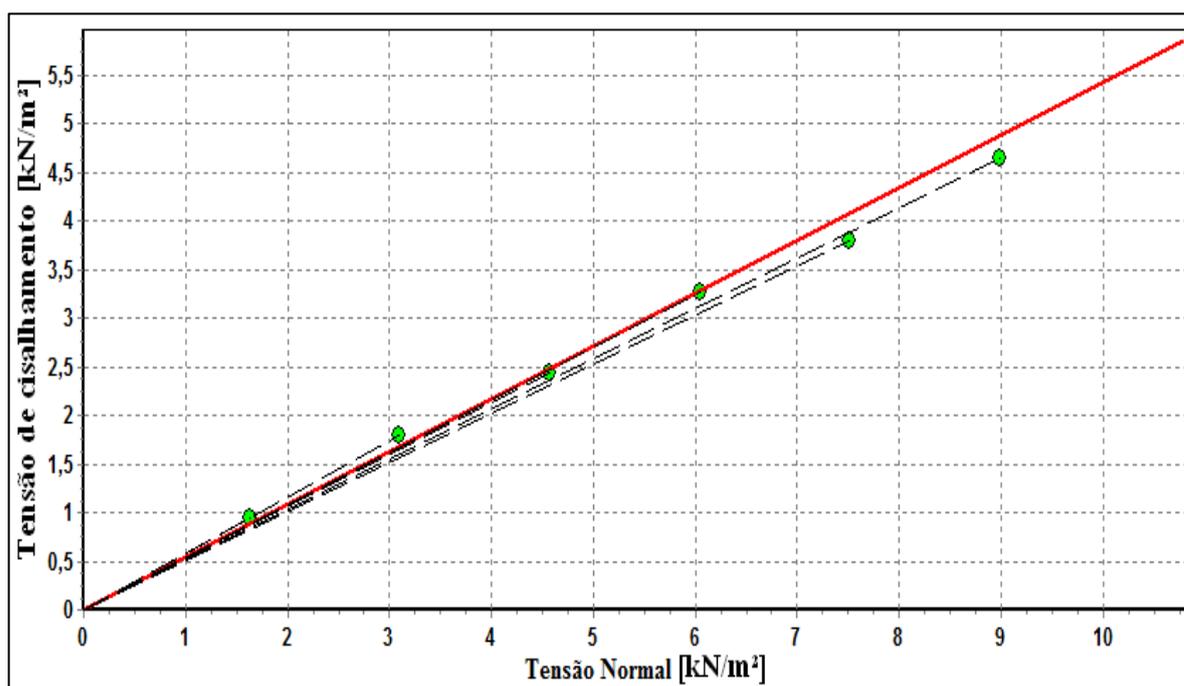
Para determinar o ângulo de atrito do pó cerâmico com a parede do aço galvanizado foram realizados dois ensaios. A Figura 4.33 mostra a curva registrada pelo equipamento durante este procedimento.

Figura 4.33: Força em função do deslocamento do ensaio do ângulo de atrito com a parede para o pó cerâmico.



Com os seis valores de força de cisalhamento para cada força normal aplicada foi possível construir o gráfico da Figura 4.34 e determinar o ângulo de atrito do pó cerâmico com o aço galvanizado.

Figura 4.34: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal do ângulo de atrito do pó cerâmico com o aço galvanizado.



Calculando-se o ângulo de atrito obteve-se como resultado 28,5°, indicando que, se o pó cerâmico fosse armazenado em silos confeccionados com aço galvanizado, o escoamento seria difícil.

Nos leites em pó foram observadas variações mais significativas do ângulo de atrito com a parede em função da tensão normal (leite em pó desnatado limite superior e inferior de 28° e 13,6°, respectivamente, e leite em pó integral de 26,6° e 13,3°, respectivamente) do que para a alumina (limite superior de 29,1° e inferior de 28,3°) e para o pó cerâmico (limite superior de 31,6° e inferior 26,6). Foi considerada a média dos valores devido às observações feitas por Cheung (2007) e Diniz (2010).

4.3. Análise geral

Este item visa sintetizar e efetuar uma comparação entre todas as metodologias utilizadas considerando os quatro tipos de pós estudados. Para isso, a Tabela 4.15 mostra os resultados obtidos para os procedimentos empregados.

Tabela 4.15: Classificação da escoabilidade: comparação das metodologias para os diferentes pós utilizados.

Material Metodologia	Leite em pó desnatado	Leite em pó integral	Alumina	Pó cerâmico
Índice de Hausner	Fácil (1,24)	Médio (1,32)	Difícil (1,57)	Médio (1,38)
Ângulo de repouso	Livre (36°)	Coesivo (46°)	Coesivo (50°)	Médio (44°)
Índice de escoamento	Fácil (4,3)	Coesivo (2,1)	Coesivo (2,1)	Coesivo (3,3)
Ângulo de atrito com a parede	18,4°	17,2°	28°	28,5°

Analisando-se os dados da Tabela 4.15, observa-se que, de maneira geral, as diferentes metodologias utilizadas apresentaram classificações de escoabilidade similares para os materiais particulados e todas elas forneceram resultados coerentes com as observações realizadas durante os ensaios experimentais. Apenas no caso do leite em pó integral, segundo o índice de Hausner, este pó foi considerado como de escoamento médio, diferentemente das classificações obtidas pelas metodologias de ângulo de repouso e índice de escoamento. Mas, deve-se considerar que, de acordo com Abdullah e Geldart (1999), os materiais classificados como de escoamento médio, são de transição, ou seja, podem apresentar características semelhantes aos de escoamentos fácil ou difícil e, observando-se os resultados dos outros

métodos, pode ser constatado que o leite em pó integral possuía propriedades mais comuns aos materiais coesivos.

Apesar do leite em pó integral ter sido classificado como um material coesivo, se ele for armazenado em silos de aço galvanizado, o escoamento será fácil, já que nestas condições a interação entre o pó e o material do recipiente é predominante sobre a interação interpartículas.

Outra divergência foi observada para o pó cerâmico, ou seja, a classificação obtida pelos testes de índice de Hausner e ângulo de repouso (escoamento médio) foram diferentes da classificação obtida pelo índice de escoamento (coesivo). Entretanto, a classificação de Jenike não apresenta uma faixa de escoamento intermediário, já que não há subdivisões entre os escoamentos coesivo e fácil. E, ao armazenar o pó cerâmico em silos de aço galvanizado, o escoamento desse pó será difícil.

Já, para o leite em pó desnatado e para a alumina, os resultados obtidos por todas as metodologias empregadas foram semelhantes, incluindo o valor do ângulo de atrito com a parede do aço galvanizado.

Portanto, avalia-se que para estes materiais analisados as metodologias utilizadas para a determinação dos níveis de escoabilidade forneceram boas estimativas do comportamento de cada pó, apesar da metodologia de Jenike ter um maior embasamento teórico para a determinação do índice de escoamento.

5. CONCLUSÕES

As principais conclusões obtidas a partir da análise dos resultados são:

- as isotermas de sorção obtidas para os leites em pó desnatado e integral foram indicativas de materiais pouco higroscópicos;
- o leite em pó desnatado adsorveu mais água que o integral nas temperaturas de 30 e 40°C;
- a melhor equação de ajuste de isotermas aos pontos experimentais de umidade de equilíbrio dos leites em pó integral e desnatado foi o modelo de GAB;
- a metodologia utilizada na determinação do índice de Hausner permitiu identificar diferenças na escoabilidade dos materiais e, segundo esse índice, o leite em pó desnatado foi considerado um material de escoamento fácil; o leite em pó integral, médio; a alumina, difícil e o pó cerâmico, médio;
- as medidas de ângulo de repouso indicaram que, dentre os materiais testados, o leite em pó desnatado apresentou melhor escoabilidade, seguida pelo pó cerâmico, leite integral e alumina;
- as medidas de índice de escoamento indicaram que o leite em pó desnatado escoou mais facilmente que o pó cerâmico, que o leite em pó integral e que a alumina, respectivamente;
- as diferentes metodologias utilizadas forneceram boas estimativas das propriedades de escoamento dos materiais particulados;
- as propriedades físicas interferem de maneira significativa na escoabilidade de pós, sendo que, neste trabalho, fatores como composição (teor de gordura) e tamanho de partícula foram determinantes nos resultados obtidos;
- não há uma correlação significativa entre as propriedades físicas do pó e interação dele com o material no qual está armazenado, já que as forças de adesão entre superfície do material de armazenamento e partícula é maior do que as interpartículas;

6. SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

As sugestões para trabalhos futuros são:

- determinação da vazão dos materiais em reservatórios com diferentes ângulos de tremonha e com diferentes diâmetros de orifícios de saída, para comparar como os pós se comportarão em uma situação envolvendo descarga de materiais;
- efetuar análises dos pós secos no Centro de Secagem, a fim de obter propriedades da escoabilidade destes materiais;
- estudar o comportamento do leite, avaliando quais são os fatores determinantes para a ocorrência do *stick-slip*, propondo uma avaliação mais completa sobre a análise dos dados obtidos experimentalmente;
- determinação dos modelos de escoamento de sólidos, considerando-se as instabilidades ocorridas nos escoamentos e as variações de geometria que acontecem num mesmo silo (nas partes cilíndrica e cônica, no orifício).

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDULLAH, E.C.; GELDART, D. The use of bulk density measurements and flowability indicators. Powder Technology, v. 102, p. 151-165, 1999.

AL-MUHTASEB, A.; MCMINN, W.; MAGEE, T. Moisture Sorption Isotherm Characteristics of Food Products: A Review. Food and Bioproducts Processing, v. 80, n° 2, p. 118-128, 2002.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS (ASTM). D6128 – 06: Standard Test Method for Shear Testing of Bulk Solids Using the Jenike Shear Cell. Pensilvânia, 2011, 20p.

AGUILERA, J.M.; DEL VALLE, J.M; KAREL, M. Caking phenomena in amorphous food powders. Trends in Food Science & Technology, v. 6, p. 149-155, 1995.

BAGGA, P. et al. Stick-slip behavior of dairy powders: Temperature effects. Powder Technology, Article in press, 2011.

BANDEIRA, I. S. A.; NASCIMENTO, J. W. B.; SILVA, F. A. S. Análise de fluxo de ração avícola e farelo de trigo em silos prismáticos. Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, Campina Grande, v. 3, n. 2, p. 233-238, 1999.

BARROZO, M. A. S. Transferência de calor e massa entre o ar e sementes de soja em leito deslizante e escoamentos cruzados. 163 p. Tese (Doutorado em Engenharia Química) do Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 1995.

BERLIN, E.; ANDERSON, B. A.; PALLANSC, M. J. Water Vapor Sorption Properties of Various Dried Milks and Wheys. Journal of Dairy Science, v. 51, n° 9, p. 1339-1344, 1968.

BILALI, L. et al. Application of the Henderson and the BET model to the moisture sorption isotherms of humid natural phosphate, 13., Amsterdam. Proceedings of the 12th International Drying Symposium IDS2000, Amsterdam: Elsevier Science, 2000.

BOQUET. R., CHIRIFE, J.; IGLESIAS, H. A. Equations for fitting water sorption isotherms of foods. International Journal of Food Science & Technology, v. 13, p.319-327, 1978.

BUMA, T. J. Free fat in spray-dried whole milk 5. Cohesion. Determination, influence of particle size, moisture content and free fat content. Netherlands Milk and Dairy Journal, v. 25, p. 107–122, 1971.

CALIL JR, C.; CHEUNG, A. B. Silos: pressões, fluxo, recomendações para o projeto e exemplos de cálculo. São Carlos: USP/EESC/SET, 2007.

CAURIE, M. A practical approach to water sorption isotherms and the basis of determination of optimum moisture levels of dehydrated foods. International Journal of Food Science & Technology, v.6, n°1, p. 85-93, 1971.

CHANG, K. S. et al. Bulk flow properties of model food powder at different water activity. International Journal Food Properties. v.1, n. 1, p. 45–55, 1998.

CHEUNG, A. B. Modelo estocástico de pressões de produtos armazenados para a estimativa da confiabilidade estrutural de silos esbeltos. 2007. 305 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Estruturas) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2007.

CONDOTTA, R. Coulabilité de poudres cohesives: mesures aux faibles contraintes, granulaires humides et application a une poudre industrielle. Tese de doutorado. L'Institut National Polytechnique de Toulouse, França, 2005.

DINIZ, L. G. Desenvolvimento de um programa para cálculo das propriedades dos produtos armazenados em silos: Determinação das propriedades físicas dos produtos armazenados em silos verticais. São Carlos: Engenharia de Estruturas – Escola de Engenharia de São Carlos, 2010. 68 p. Iniciação científica.

FATAH, N. Study and comparison of micronic and nanometric powders: Analysis of physical, flow and interparticle properties of powders. Powder Technology, v. 190, n° 1-2, p. 41-47, 2009.

FITZPATRICK, J. J.; AHRNÉ, L. Food powder handling and processing: Industry problems, knowledge barriers and research opportunities. Chemical Engineering and Processing, v. 44, p. 209-214, 2005.

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, vol. 61, pp. 399–405, 2004.

FITZPATRICK, J.J. et al. Effect of composition and storage conditions on the flowability of dairy powders. International Dairy Journal, v.17, p.383-392, 2007.

FITZPATRICK, J.J. et al. Effect of powder properties and storage conditions on the flowability of milk powders with different fat contents. Journal of Food Engineering, vol. 64, p. 435-444, 2004.

GREENSPAN, L. Humidity Fixed Points of Binary Saturated Aqueous Solutions. JOURNAL OF RESEARCH of the National Bureau of Standards, v.81, n°1, p. 89-96,1977.

HAMACKER, H. C. The London-Van der Waals attraction between spherical particles. Physica, v.4, n.10, p. 1058-1072, 1937.

HAUSNER, H. H. Friction conditions in a mass of metal powder. International Journal of Powder Metallurgy, v.3, n.4, p. 7-13, 1967.

HAYES, G. D. Food Engineering Data Handbook. New York: Wiley, p.83 1987.

INCROPERA, F. P.; DEWITT, D. P. Fundamentos de transferência de calor e massa. 5ª edição. Rio de Janeiro: LTC, 2003. 698 p.

INSTITUTION OF CHEMICAL ENGINEERS. Standard shear testing technique for particulate solids using the Jenike shear cell. Rugby,UK: Institution of Chemical Engineers 1989.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. Métodos químicos e físicos para análise de alimentos, v. 1, p.225, 1985.

IQBAL, T.; FITZPATRICK, J.J. Effect of storage on the wall friction characteristics of three food powders. Journal of Food Engineering, v. 72, pp. 273-280, 2006.

JENIKE, A. W. Storage and flow of solids. Bulletin 123 of the University of Utah, v.53, n.26 (Bull 123 of Utah engineering experiment station), 1964.

JOUPPILA, K.; ROSS, Y. H. Water sorption and time-dependent phenomena of milk powders. Journal of Dairy Science, v. 77, n° 7, p.1798-1808, 1994.

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

KIM, E. H. J.; CHEN, X. D.; PEARCE, D. Surface characterization of four industrial spray-dried powders in relation to chemical composition, structure and wetting property. Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, v. 26, p. 197–212, 2002.

LOPES NETO, J. P.; NASCIMENTO, J. W. B.; SILVA, V. R. Efeito do tempo de armazenamento de rações avícolas no dimensionamento de silos. Eng. Agríc., Jaboticabal, v. 29, n° 4, p. 518-527, 2009.

LU, H. et al. Study of the Flowability of Pulverized Coals. Energy Fuels, vol. 23, pp. 5529–5535, 2009.

MALAVÉ – LÓPEZ, J.; BARBOSA – CÁNOVAS, G.V.; PELEG, M. Comparison of the compaction characteristics of selected food powders by vibration, tapping and mechanical compression. Journal of Food Science, v. 50, p.1473–1476, 1985.

NASCIMENTO, F. C. A relação entre as pressões horizontais e verticais em silos elevados: o parâmetro K. 2008. 119p. Dissertação em Engenharia de Estruturas - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos - SP, 2008.

NELSON, R. D. Why Study Particle Science? Disponível em: <<http://www.erpt.org/misc/whystudy.htm>>. Acessado em julho de 2011, 1999.

NIJDAM, J. J.; LANGRISH, T. A. G. The effect of surface composition on the functional properties of milk powders. Journal of Food Engineering, v. 77, n° 4, p. 919-925, 2006.

PALIPANE, K. B.; DRISCOLL, R. H. Moisture sorption characteristics of in-shell macadamia nuts. Journal of Food Engineering, v.18, n°1, p. 63-76, 1992.

PELEG M. Flowability of food powders and methods for its evaluation - a review. Journal of Food Process and Engineering, v.1, p.303–328, 1978.

PRESCOTT, J. K.; BARNUM, R. A. On the powder flowability. Pharmaceutical Technology, v. 24, p. 60-84, 2000.

- RENNIE, P. R. et al. A study of the cohesion of dairy powders. Journal of Food Engineering, v. 39, p. 277–284, 1999.
- RIBEIRO, M. J.; VENTURA, J. M.; LABRINCHA, J. A. A atomização como processo de obtenção de pós para a indústria cerâmica. Cerâmica Industrial, v. 6, n°5, p. 34-40, 2001.
- SANTANU BASU; SHIVHARE, U. S.; MUJUMDAR, A. S. Models for Sorption Isotherms for Foods: A Review. Drying Technology, v. 24, n° 8, p. 917 - 930, 2006.
- SCHULZE, D. Flow Properties of Powders and Bulk Solids. Disponível em: www.dietmar-schulze.de/grdle1.pdf. Acesso em: setembro 2010.
- SCHWEDES, J. Review on testers for measuring flow properties of bulk solids (based on an IFPRI-Report 1999). Granular Matter, v. 5, p. 1–43, Springer-Verlag, 2003.
- SEVILLE, J. P. K.; TÜZÜN, U.; CLIFT, R. Processing of Particulate Solids. Powder Technology Series. Londres: Blackie Academic & Professional, 1997.
- SILVA, A. P.; SEGADAES, A. M.; DEVEZAS, T. C.. Aplicação de métodos estatísticos na otimização da densidade de empacotamento de distribuições de pós de alumina. Cerâmica [online], v.50, n° 316, p. 345-354, 2004.
- SUTTON, H. Flow properties of powders and the role of surface character. In: Parfitt, G.D.; Sing, K.S.W. Characterization of Powder Surfaces. New York: Academic Press, 1976. p. 107–158.
- TEUNOU, E.; FITZPATRICK, J. J. Effect of relative humidity and temperature on food powder flowability. Journal of Food Engineering, v. 42, p. 109-116, 1999.
- TENOU, E.; FITZPATRICK, J.J.; SYNNOTT, E. Characterization of food powder flowability. Journal of Food Engineering, v. 39, p. 31-37, 1999.
- THOMSON, F. M. Storage and flow of particulate solids. In: Handbook of Powder Science and Technology. New York: Chapman & Hall, 1997. p. 389–486.
- TUOHY, J. J. Some physical properties of milk powders. Irish Journal of Food Science and Technology, v.13, n.2, p. 141-152, 1989.

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

ZOU, Y.; BRUSEWITZ, G. H. Flowability of uncompacted marigold powder as affected by moisture content. Journal of Food Engineering, v. 55, p. 165-171, 2002.

APÊNDICE A

Este apêndice mostra os resultados obtidos para todas as forças normais aplicadas durante os ensaios de cisalhamento direto no aparelho de Jenike, que não constam no corpo da dissertação, para o leite em pó desnatado, para o leite em pó integral, para o pó cerâmico e para a alumina. A legenda na parte superior de cada gráfico indica a carga aplicada em kgf na fase de pré-cisalhamento (p) e de cisalhamento (c).

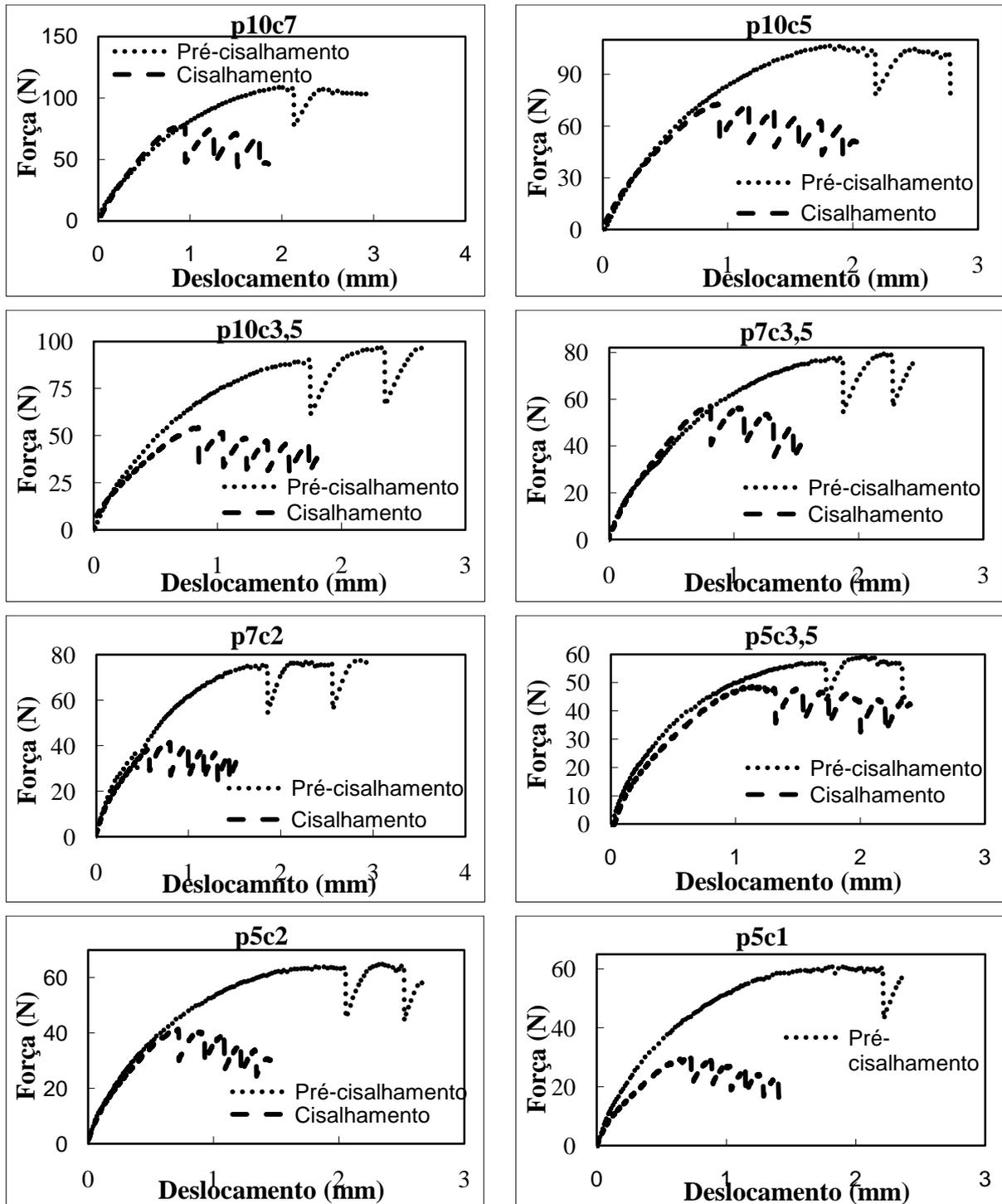


Figura A.1: Força em função do deslocamento para o leite em pó desnatado.

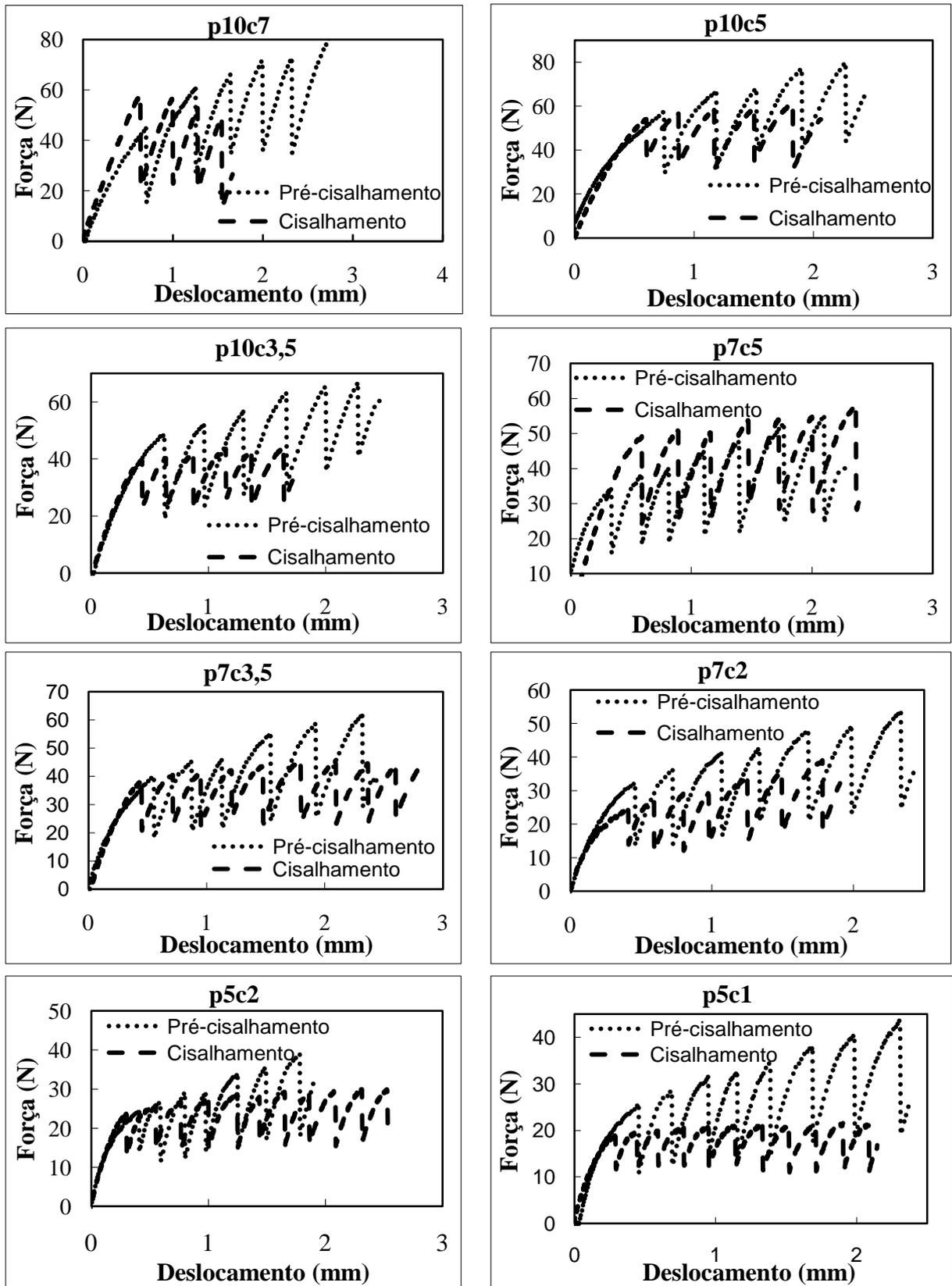


Figura A.2: Força em função do deslocamento para o leite em pó integral.

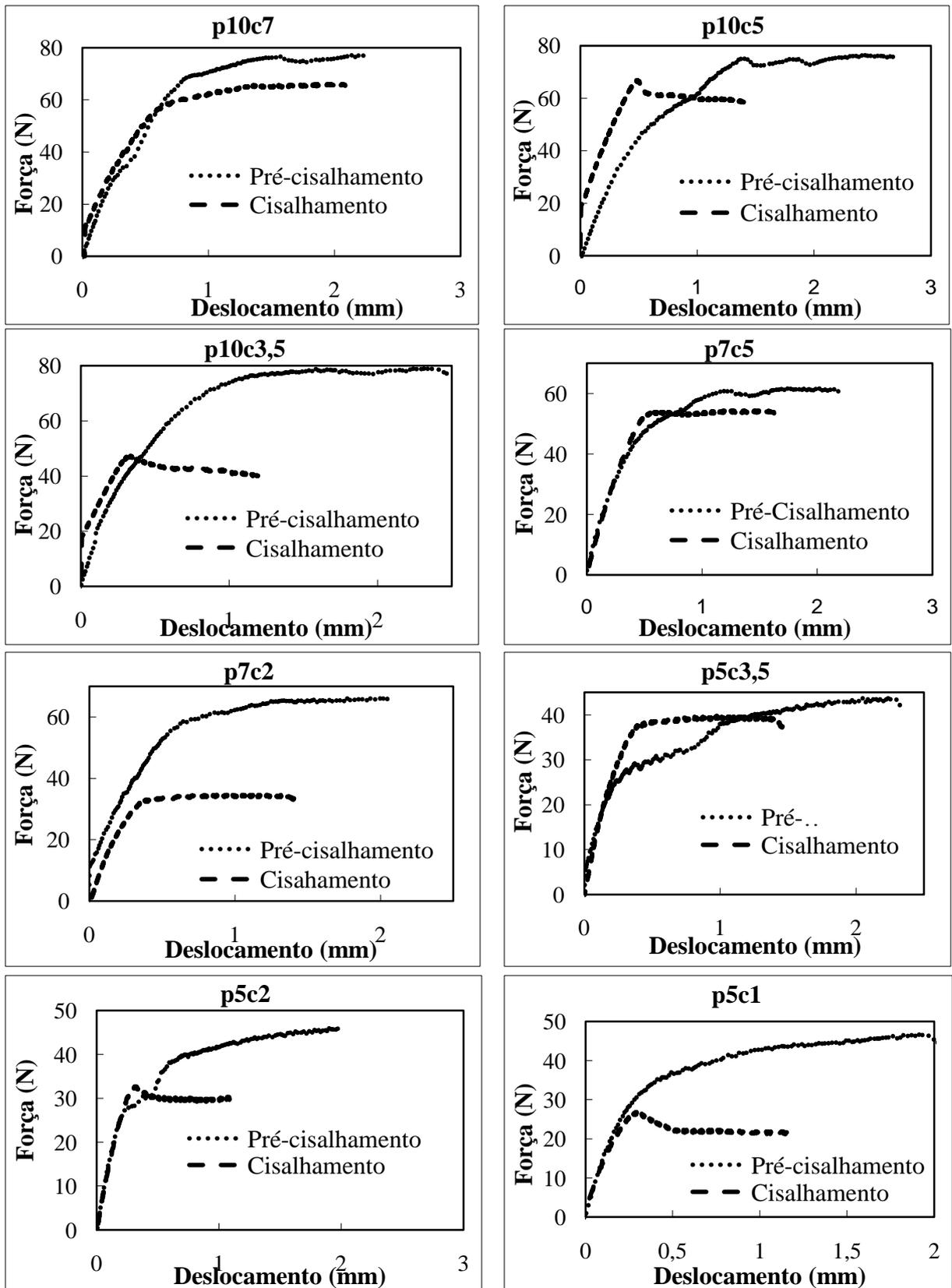


Figura A.3: Força em função do deslocamento para a alumina em pó.

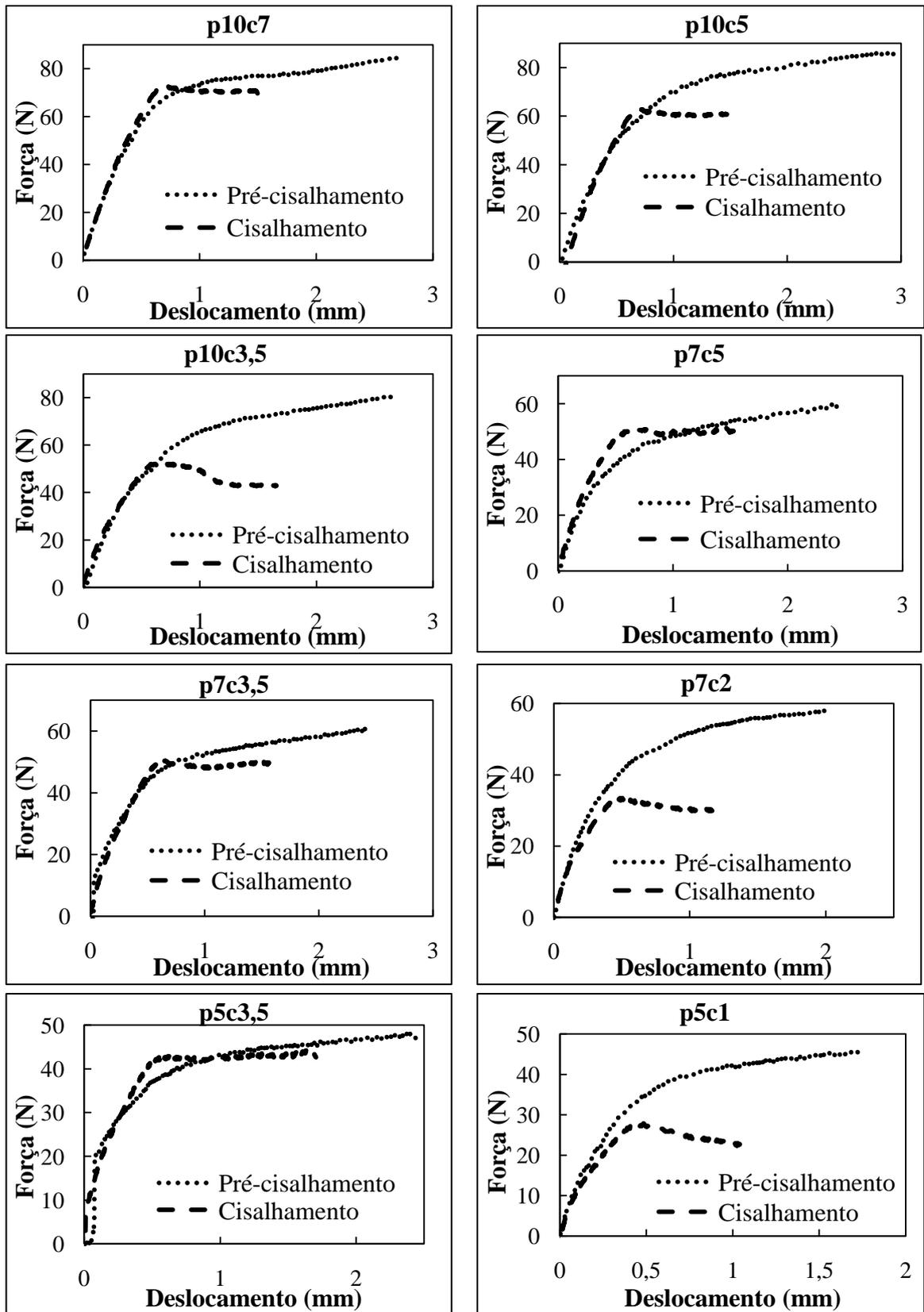


Figura A.4: Força em função do deslocamento para o pó cerâmico.

ANEXO A

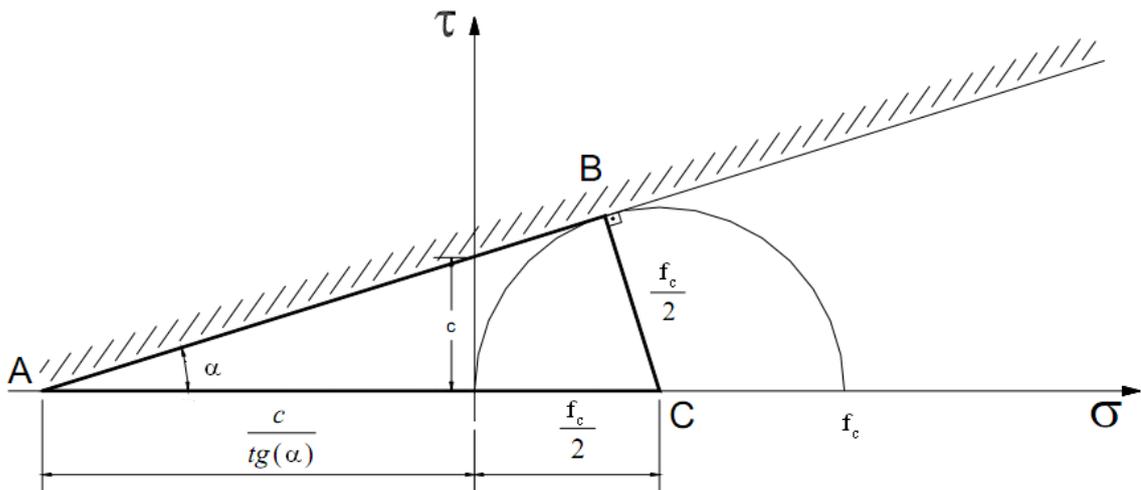
O Anexo A mostra como foram feitos os cálculos para a determinação das tensões principal de consolidação, tensão inconfiada de deslizamento, os círculos de Mohr e o ângulo efetivo de atrito interno através do software desenvolvido no LaMEM, de acordo com Calil Jr. e Cheung (2007).

O valor da tensão inconfiada de deslizamento (f_c) pode ser determinado pelo triângulo ABC da Figura A.5 através da seguinte equação:

$$f_c = 2 \left(\frac{\operatorname{sen} \alpha \times \frac{C}{\operatorname{tg} \alpha}}{1 - \operatorname{sen} \alpha} \right) \quad (29)$$

onde: C é a coesão do material e α é o ângulo de atrito interno.

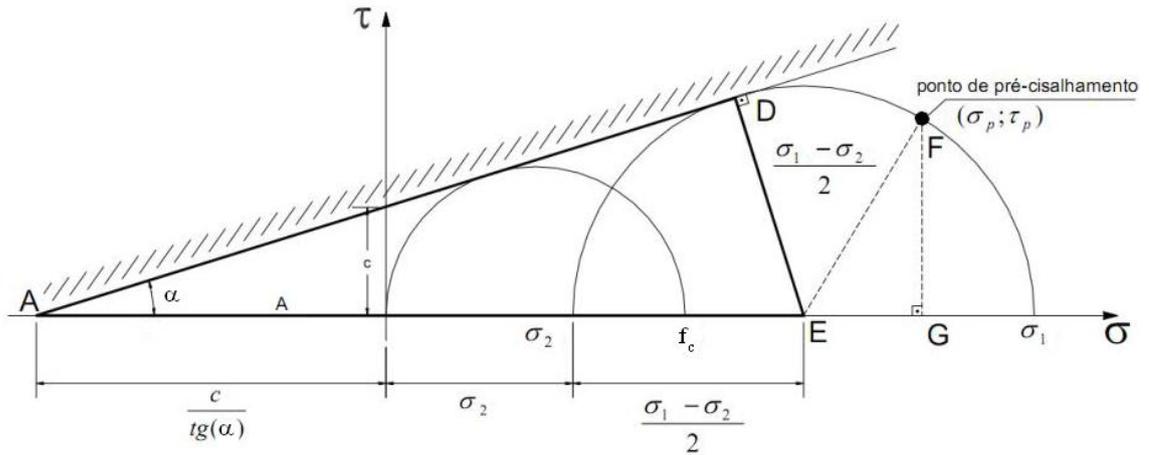
Figura A.5: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para a determinação da tensão inconfiada de deslizamento.



Fonte: Adaptado de Calil Jr. e Cheung (2007)

Para a determinação da tensão principal de consolidação (σ_1) são utilizadas as relações triangulares da Figura A.6.

Figura A.6: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para a determinação da tensão principal de consolidação.



Fonte: Calil Junior e Cheung (2007).

Com as relações do triângulo ADE, as seguintes equações podem ser obtidas:

$$\operatorname{sen} \alpha = \frac{\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2}}{\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} + \sigma_2 + \frac{C}{\operatorname{tg} \alpha}} \quad (30)$$

e isolando-se um dos termos de σ_2 da equação 30, obtemos:

$$\sigma_2 = \frac{\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} - \left(\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} \times \operatorname{sen} \alpha \right) - \left(\frac{C}{\operatorname{tg} \alpha} \times \operatorname{sen} \alpha \right)}{\operatorname{sen} \alpha} \quad (31)$$

Aplicando-se o teorema de Pitágoras no triângulo EFG da Figura A.6, é possível obter a relação:

$$\left(\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} \right)^2 = \tau_p^2 + \left(\sigma_p - \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} - \sigma_2 \right)^2 \quad (32)$$

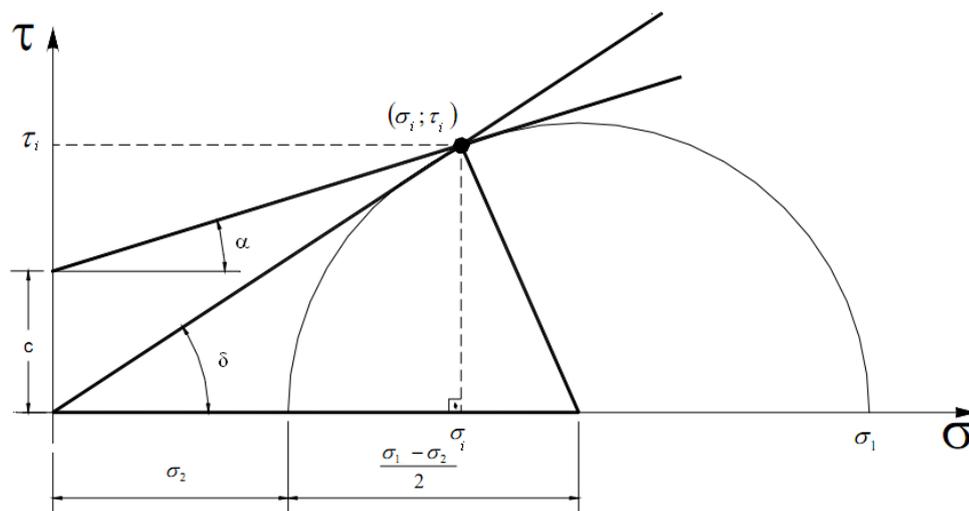
Substituindo-se a equação 31 na equação 32, agrupando-se os termos $\left(\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2}\right)^2$, em seguida os termos $\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2}$ e os termos independentes, obtém-se a equação de segundo grau:

$$\left(\frac{1}{\text{sen}^2 \alpha} - 1\right) \times \left(\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2}\right)^2 - \left(\frac{2\sigma_p + 2\frac{C}{\text{tg} \alpha}}{\text{sen} \alpha}\right) \times \left(\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2}\right) + \left(\tau_p^2 + \sigma_p^2 + 2\sigma_p \frac{C}{\text{tg} \alpha} + \left(\frac{C}{\text{tg} \alpha}\right)^2\right) = 0 \quad (33)$$

Finalmente é possível calcular o raio $\left(\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2}\right)$ do segundo círculo de Mohr através da resolução da equação 33. Assim, pode ser determinada a função de fluxo (ff), que graficamente representa os valores dos pares de tensão confinada de deslizamento (f_c) e de tensão principal de consolidação (σ_1) obtidos a partir dos pontos experimentais, utilizando-se vários níveis de consolidação do mesmo pó. Esses diferentes níveis de consolidação fornecem uma família de curvas de Lugar Geométrico de Deslocamento, e, portanto vários pares ordenados de $(\sigma_1; f_c)$.

A curva ELGD é construída a partir da origem e tangente ao círculo de Mohr dos estados das tensões principais, utilizando como raio o resultado obtido na equação 33. A Figura A.7 mostra graficamente como o cálculo do ângulo efetivo de atrito interno (δ) pode ser realizado.

Figura A.7: Tensão de cisalhamento em função da tensão normal para a determinação do ângulo efetivo de atrito interno.



Observando-se a Figura A.7, as equações dos planos de deslizamento são dadas por:

$$\tau_i = tg \delta \times \sigma_i \quad (34)$$

$$tg \alpha = \frac{\tau_i - C}{\sigma_i} \quad (35)$$

e a equação do estado das tensões é dada por:

$$\tau_i = \sqrt{\left(\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2}\right)^2 - \left(\sigma_i - \left(\sigma_2 + \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2}\right)\right)^2} \quad (36)$$

Assim, igualando-se as equações 34 e 36 e separando os termos com σ_i^2 , dos termos com σ_i e dos termos independentes, a seguinte equação do segundo grau é obtida:

$$\left((tg \alpha)^2 + 1\right)\sigma_i^2 + (2tg \alpha \times C - \sigma_1 - \sigma_2)\sigma_i + C^2 + \sigma_1 \times \sigma_2 + \sigma_2^2 = 0 \quad (37)$$

Com a determinação de σ_i e τ_i , é possível obter o ângulo efetivo de atrito interno através da equação:

$$\delta = \arctg \left(\frac{\sqrt{\left(\frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2}\right)^2 - \left(\sigma_i - \left(\sigma_2 + \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2}\right)\right)^2}}{\sigma_i} \right) \quad (38)$$