



X Congresso Brasileiro de Engenharia Química Iniciação Científica

“Influência da pesquisa em Engenharia Química no desenvolvimento tecnológico e industrial brasileiro”

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Universidade Severino Sombra
Vassouras – RJ – Brasil

AVALIAÇÃO DE DENSIDADES *BULK* DE PÓS EM DIFERENTES ESTADOS DE COMPACTAÇÃO

SOUSA*¹, L. M. , FERREIRA², M. C.

¹Aluno do DEQ/UFSCar ²Professor do DEQ/UFSCar
Departamento de Engenharia Química - Universidade Federal de São Carlos
Rod. Washington Luís, km 235, São Carlos, CEP. 13.565-905, SP
email: mariaf@ufscar.br

RESUMO – Este trabalho tem como objetivo a avaliação das densidades *bulk* de alguns pós comumente utilizados em processos industriais de engenharia em diferentes condições de compactação. Trabalhou-se com pós de óxido de alumínio (alumina), em duas diferentes granulometrias, e com o leite em pó, tanto na sua forma integral quanto desnatada. Para a análise foram determinados: a distribuição granulométrica, o diâmetro médio de peneira e de Sauter, a massa específica das partículas dos pós, as densidades *bulk* em função do número de batidas utilizadas na compactação, as densidades *bulk* aerada e consolidada e o índice de Hausner. Os resultados mostraram que as densidades *bulk* aerada e consolidada aumentam com o aumento do tamanho das partículas e que a cinética de compactação é afetada pelas características dos materiais.

Palavras chave: alumina, leite em pó, índice de Hausner.

INTRODUÇÃO

Os meios particulados são formados por grãos ou partículas de diferentes tamanhos, que se agrupam formando um conjunto. A classificação dos pós é baseada no tamanho das partículas que os compõem, desde sólidos granulares (diâmetros médios entre 5 e 100 mm) até os pós (diâmetros médios inferiores a 100 μm) (Woodcock e Mason, 1987). De acordo com Nelson (1999), 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.

A caracterização completa de um material particulado requer o conhecimento de propriedades de uma partícula isoladamente e

também as do conjunto de partículas, que definem as propriedades conhecidas como propriedades *bulk*. Assim, por exemplo, a massa específica de uma partícula (ρ_p) é definida como a razão entre a massa e o volume ocupado pela partícula. Já a densidade *bulk* do material (ρ_b) depende do estado de compactação do leito de partículas. Esta é definida como a massa total de partículas pelo volume total ocupado pelo conjunto de partículas (incluindo sólidos e espaços “vazios”, que podem ser preenchidos total ou parcialmente por uma fase fluida).

Em indústrias cerâmicas, alimentícias, farmacêuticas, etc., os pós frequentemente sofrem compactação durante operações industriais típicas, tais como empacotamento, descarga de reservatórios, transporte e

*Bolsista FAPESP.

armazenamento. Assim, é importante do ponto de vista tecnológico conhecer como a densidade bulk dos pós altera-se com a compactação. Uma boa caracterização do material pode contribuir para a melhoria do processo e otimização da planta.

O presente trabalho teve como objetivo avaliar as densidades *bulk* de alguns pós utilizados industrialmente e sua alteração em função da compactação do material. Para avaliar a influência do tamanho das partículas e composição do produto nas densidades *bulk*, foram selecionados quatro pós: óxido de alumínio, com duas diferentes granulometrias, leite em pó desnatado e leite em pó integral. No caso dos leites, a distribuição de tamanhos é similar, mas a composição difere basicamente pelo teor de gordura (0% no leite desnatado e 26,9% no leite integral). As densidades *bulk* de cada pó foram determinadas experimentalmente em função do número de batidas aplicadas para a compactação.

Além disso, foram determinados os índices de Hausner dos materiais e os valores foram comparados com os previstos por uma equação empírica sugerida por Mallol *et al.* (2008) para pós de quartzo.

Principais definições

A densidade *bulk* de um pó depende de vários fatores, como a distribuição de tamanhos e forma das partículas, a composição química do material, e também da maneira que é realizado o empacotamento, entre outros (German, 1989). De forma geral, a densidade *bulk* é definida pela equação:

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

Onde $m_{\text{sólidos}}$, m_{vazios} , $V_{\text{sólidos}}$ e V_{vazios} representam a massa de sólidos, a massa de vazios, o volume de sólidos e o volume de vazios do leito de partículas.

Para avaliar o estado de consolidação de um pó são definidas propriedades como a porosidade (ϵ), a densidade *bulk* aerada (ρ_a) e a consolidada (ρ_c). A densidade *bulk* aerada representa o estado de consolidação mínimo do material particulado, no qual existe a maior quantidade possível de espaços vazios entre as

partículas do pó sendo este definido como volume aerado. Em contraposição, a densidade *bulk* consolidada representa a densidade no qual o leito de partículas sofreu máxima compactação, resultando no menor volume possível de vazios entre as partículas do pó.

O processo de compactação pode ser feito de diferentes formas, por exemplo, submetendo-se o pó a vibrações mecânicas ou batidas sucessivas. A razão entre o volume de vazios e o volume total define a porosidade do leito (ϵ). Desenvolvendo a Equação 1, em termos da massa específica do fluido (ρ_f) presente nos espaços vazios entre as partículas do pó, (Woodcock e Mason, 1987), e da própria massa específica da partícula (ρ_p), obtém-se:

$$\rho_b = (\rho_p - \rho_f)(1 - \epsilon) + \rho_f \quad (2)$$

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

$$\rho_b = \rho_p(1 - \epsilon) \quad (3)$$

De acordo com o modelo proposto por Copper-Eaton (1962), o processo de compactação pode ser entendido como a composição de dois fenômenos que podem ser considerados independentes e estão ilustrados na Figura 1.

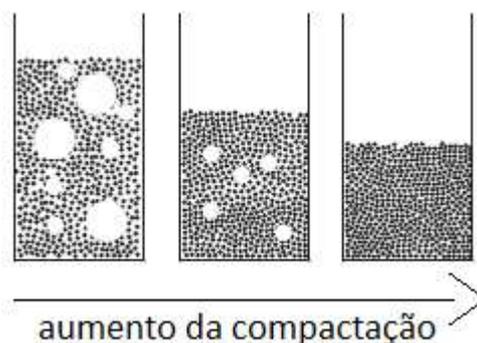


Figura 1 - Rompimento de poros de ar entre partículas. Adaptação de Mallol (2008).

O primeiro fenômeno, característico do início da compactação, é a redução do volume de vazios ou de poros grandes (muito maiores do que o tamanho médio das partículas) a

volumes com tamanhos menores, da mesma ordem de grandeza do volume das partículas. Por fim, tem-se o rearranjo das partículas do pó para posições mais favoráveis nos vazios do leito, diminuindo o volume total ocupado pelo pó.

A razão entre as densidades *bulk* consolidada e aerada define o índice de Hausner, que é um parâmetro indicativo da escoabilidade de um dado pó, segundo a equação:

$$HR = \frac{\rho_c}{\rho_a} \quad (4)$$

De acordo com Hayes (1987) a seguinte classificação se aplica: pós com HR acima de 1,4 são considerados coesivos, entre 1,4 e 1,25 são classificados como de escoamento difícil, entre 1,25 e 1,1 de escoamento médio e abaixo de 1,1 como um pó que escoo facilmente, sem características coesivas.

METODOLOGIA

Os pós de alumina foram adquiridos da ELUMA (São Paulo) e os leites em pó integral e desnatado da marca Nestlé-Ninho e Nestlé-Molico, respectivamente, foram adquiridos em supermercados na cidade de São Carlos. As distribuições granulométricas dos pós avaliados foram efetuadas utilizando o equipamento Malvern Mastersizer 2000, com dispersão em via úmida. As medidas foram efetuadas em triplicata. A partir das distribuições foram obtidos os diâmetros médios de peneira (d_{50}) e de Sauter (d_s).

A massa específica das partículas (ρ_p) foi determinada por picnometria líquida com água (para a alumina) ou tolueno (leites em pó). As medidas foram efetuadas em duplicata.

As densidades *bulk* aerada e consolidada foram obtidas segundo a técnica utilizada por Campos (2012). Uma proveta graduada de 250 ml e 22 cm de diâmetro, encaixada em um dispositivo de madeira, mostrado na Figura 2, possibilitava que a proveta fosse vibrada verticalmente, mantendo-se alturas de deslocamento constantes para cada vibração. O pó era inserido na proveta por gravidade a partir da descarga de um funil encaixado no bocal da proveta. Uma determinada massa de

pó era pesada e adicionada à proveta. A compactação era feita manualmente elevando-se a proveta até a barra horizontal, localizada a uma distância de 3 cm da base da proveta, e soltando-se a mesma em seguida.

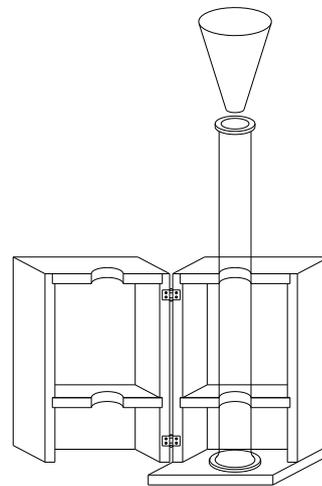


Figura 2 – Dispositivo para medição da densidade *bulk* de pós, Campos (2012).

A densidade *bulk* aerada era obtida medindo-se o volume ocupado pelo pó na condição inicial (ρ_a), enquanto o empacotamento máximo era obtido na condição em que o volume não era mais alterado pela vibração, (ρ_c). Estes ensaios foram realizados 4 vezes para cada material, e os valores médios foram utilizados.

Os índices de Hausner foram estimados de acordo com a Equação 4.

RESULTADOS

Propriedades das partículas

As massas específicas aparentes dos pós estão mostradas na Tabela 1.

Tabela 1 – Massas específicas dos pós.

Material	ρ_p (g/cm ³)
Leite desnatado	1,41 ± 0,01
Leite integral	1,330 ± 0,001
Alumina ALR100	3,91 ± 0,03
Alumina ALR180	3,80 ± 0,04

A massa específica do leite desnatado é cerca de 6% superior a do leite integral e os valores são próximos aos obtidos por Campos (2012) para estes pós. As massas específicas

aparentes dos dois pós de alumina são similares e compatíveis com o valor citado na literatura, igual a $3,97 \text{ g/cm}^3$ (Incropera e DeWitt, 2003).

As curvas de distribuição granulométrica, utilizando os valores médios das repetições, são mostradas na Figura 3. Os diâmetros médios dos pós, obtidos a partir destas curvas estão mostrados na Tabela 2.

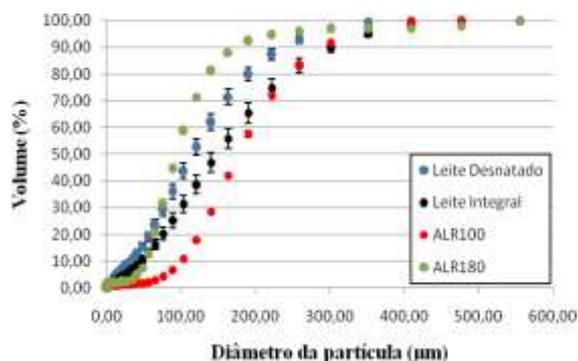


Figura 3 – Curva da análise granulométrica dos pós utilizados, com seus respectivos desvios padrões.

Tabela 2 – Diâmetros médios de peneira e de Sauter.

Material	d_{50} (μm)	d_s (μm)
Desnatado	107 ± 3	47 ± 2
Integral	149 ± 4	20 ± 2
ALR100	$177,2 \pm 0,8$	$42,02 \pm 0,03$
ALR180	$94,3 \pm 0,3$	$23,5 \pm 0,1$

Observa-se na Figura 3 que a alumina ALR100 apresentou a distribuição com maiores diâmetros de peneira, seguida pelo leite em pó integral, leite desnatado e alumina ALR180.

Além da massa específica e distribuição de tamanhos, a forma das partículas também afeta diretamente o empacotamento dos leitos. Embora neste trabalho não tenha sido feita uma análise do formato das partículas, pós dos mesmos materiais foram avaliados por Campos (2012). Segundo a autora, análises da morfologia obtidas pela técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV), mostraram que os pós de alumina são formados por partículas de formato irregular e superfície lisa, enquanto os pós de leite são constituídos por aglomerados com superfície áspera e formato irregular.

Densidade *bulk*

O comportamento da densidade *bulk* dos pós em função do número de batidas usadas no empacotamento do leito pode ser visto nas Figuras 4 e 5.

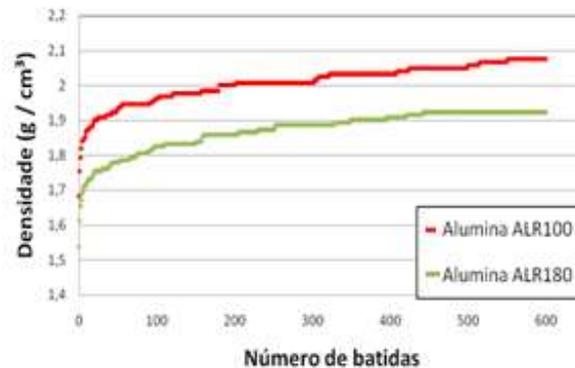


Figura 4 – Densidades *bulk* das aluminas em função do número de batidas na compactação.

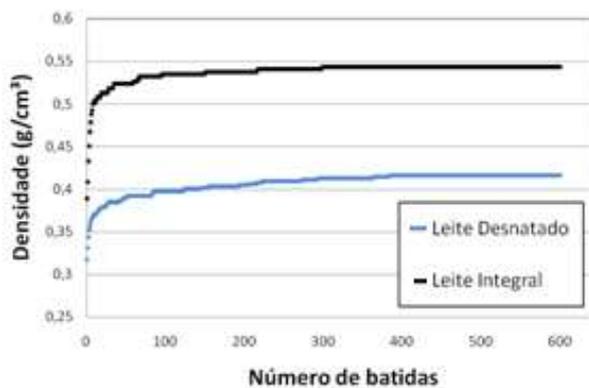


Figura 5 – Densidade *bulk* dos leites em pó em função do número de batidas na compactação.

Para o número de batidas zero, obtém-se a densidade *bulk* aerada para cada pó. Quando o valor de densidade se torna constante nas curvas, tem-se a densidade *bulk* consolidada. Os valores das densidades *bulk* aerada e consolidada cada pó, são mostrados na Tabela 3.

Tabela 3 – Densidades *bulk* aerada e compactada.

Material	ρ_a (g/cm^3)	ρ_c (g/cm^3)
Desnatado	$0,32 \pm 0,01$	$0,42 \pm 0,01$
Integral	$0,39 \pm 0,01$	$0,54 \pm 0,01$
ALR100	$1,68 \pm 0,01$	$2,08 \pm 0,02$
ALR180	$1,54 \pm 0,01$	$1,92 \pm 0,01$

Observa-se na Tabela 3 que os pós de alumina apresentam densidades *bulk* muito maiores do que as dos leites, o que é esperado em razão da elevada massa específica das partículas. Consta-se também, para ambos os pós, que os valores das densidades diferem significativamente entre as condições aerada e totalmente compactada.

Ao se comparar os valores para os materiais similares, constata-se que as densidades aumentam com o aumento do tamanho das partículas. Assim, as densidades *bulk* da alumina ALR100 são maiores do que as da alumina ALR180 e as do leite integral são maiores do que as do leite desnatado. Segundo Mallol et al. (2008), para um mesmo pó, a densidade *bulk* tende a aumentar com o aumento do diâmetro de Sauter particularmente na faixa de tamanhos menores que 200 µm, quando as forças de adesão interpartículas tendem a ser predominantes. No caso dos leites, além do tamanho, as densidades possivelmente sofrem a influência da composição dos pós, pois a presença de gordura no leite em pó integral favorece a adesão entre as partículas (Fitzpatrick et al., 2004). Observa-se que os valores de densidade *bulk* aerada e consolidada obtidos para os leites foram compatíveis aos relatados por Campos (2012).

Analisando-se inicialmente o comportamento dos pós de alumina (Figura 4), observa-se que a variação da densidade ao longo da compactação é similar para os dois pós, com um aumento inicial acentuado da densidade, até um número de batidas N~50. A partir desta condição, a densidade *bulk* passa a aumentar lentamente em função do número de batidas, até atingir valores constantes. O valor constante foi atingido para N aproximadamente igual a 450 e 550, para as aluminas ALR180 e ALR100, respectivamente.

Para os leites em pó (Figura 5), nota-se que o integral apresenta compactação muito rápida, atingindo após cerca de 30 batidas um valor de densidade *bulk* igual a 0,518 g/cm³, que já corresponde a 95% do valor da densidade totalmente consolidada. A compactação do leite em pó desnatado não é tão rápida quanto a do leite integral (são

necessárias cerca de 85 batidas para atingir a densidade *bulk* equivalente à 95% da máxima compactação), mas ambas apresentam cinéticas de compactação mais rápidas do que as da alumina. Os valores constantes de densidade *bulk* foram obtidos para N=298 para o leite em pó integral e N=384 para o leite desnatado.

De acordo com o modelo proposto por Cooper-Eaton, a variação de volume inicial está associada à eliminação dos maiores espaços vazios, com tamanhos da mesma ordem de grandeza do diâmetro médio das partículas do pó. Este mecanismo parece ser determinante na compactação das partículas dos leites. Já para as aluminas, a compactação é mais lenta, possivelmente por estar associada à eliminação de espaços vazios de tamanho pequenos, que são gradualmente reduzidos pelo reposicionamento das partículas do pó no pacote, a cada nova batida.

Índice de Hausner (HR)

O índice de Hausner é um parâmetro bastante utilizado na caracterização da escoabilidade de pós. Mallol et al. (2008) propuseram uma equação empírica para a estimativa do índice de Hausner de partículas de quartzo, em função do diâmetro de Sauter do material, dada por:

$$HR = \frac{10,5}{d_s} + 1,15 \quad (5)$$

Embora esta equação tenha sido ajustada para partículas diferentes das usadas no presente trabalho, avaliou-se a concordância da Equação 5 com os dados experimentais obtidos neste trabalho. Os resultados podem ser vistos na Tabela 4.

Tabela 4 - Comparação entre os valores de HR experimentais e pela correlação de Mallol et al. (2008).

Material	HR _{exp.}	HR _{calc.}	Desvio. (%)
Desnatado	1,31 ± 0,06	1,37	4,4
Integral	1,39 ± 0,02	1,68	17,3
ALR100	1,23 ± 0,01	1,40	12,1
ALR 180	1,24 ± 0,01	1,60	22,5

Com base nos valores de HR, e de acordo com a classificação apresentada anteriormente, o leite em pó desnatado e o integral podem ser classificados como pós de escoamento difícil e as aluminas ALR100 e ALR180 como de escoamento intermediário, entre fácil e difícil.

Nota-se que, embora os desvios não sejam muito altos (entre 4 e 22,5%), a Equação 5 não se ajustou aos dados experimentais, visto que a classificação do comportamento dos pós fica comprometida, com exceção do leite desnatado que permaneceu na faixa de escoamento difícil. O fato da Equação 5 ser simples e função apenas do diâmetro médio dos pós possivelmente contribuiu para este resultado. Segundo Campos (2012), a escoabilidade é afetada não apenas pelo tamanho, mas também por diversas propriedades que afetam as forças de interação interpartículas, tais como a forma, textura superficial, composição química, teor de umidade, entre outras.

CONCLUSÕES

Foi observado, a partir dos dados experimentais, que a densidade *bulk* dos pós de alumina variou entre 1,54 e 2,08 g/cm³, dependendo da distribuição de tamanhos e do estado de compactação. Para os leites integral e desnatado a densidade *bulk* variou entre 0,32 e 0,54 g/cm³. A compactação do pó constituído por partículas de leite integral foi a mais rápida, enquanto a da alumina ALR100, com maior diâmetro médio, foi a mais lenta. De acordo com os índices de Hausner estimados, os leites podem ser classificados como pós de escoamento difícil e as aluminas como de escoamento intermediário. A correlação proposta por MalloI et al. (2008) não forneceu uma boa estimativa dos valores de HR, possivelmente por considerar apenas o diâmetro de Sauter como variável significativa.

REFERÊNCIAS

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

CAMPOS, M.M. Análise da escoabilidade de pós. Dissertação de Mestrado – Universidade Federal de São Carlos. São Carlos - SP, 2012.

COOPER, A.R., EATON, L.E. Compactation behaviour of several ceramic powders. *Journal of the American Ceramic Society* 45 (3), 97-101, 1962.

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.

GELDART, D. et al. Characterization of powder flowability using measurement of angle of repose. *China Particuology*, vol. 4, p. 104-107, 2006.

GERMAN, R. M. *Particle packing characteristics*. Princeton: Metal Powder Industries Federation, 1989.

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.

MALLOL, G.; AMORÓS, J. L.; ORTS, M. J.; LLORENS, D. Densification of monomodal quartz particle beds by tapping. *Chemical Engineering Science*, vol. 63, p. 5447-5456, 2008.

NELSON, R. D. Why Study Particle Science? Disponível em: <http://www.erpt.org/misc/whystudy.html>, acessado em novembro de 2013.

SCHULZE, D. *Flow Properties of Powder and Bulk Solids*. Disponível em: <www.dietmar-schulze.de/grdle1.pdf>. Acesso em: Outubro, 2013.

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

AGRADECIMENTOS

À FAPESP (proc. 2013/07031-9), pela bolsa de IC, ao Centro de Secagem/DEQ pelo espaço físico e à família pelo amor e pelas lições de vida que me motivam todos os dias.