

DESENVOLVIMENTO DE DISPOSITIVO AUXILIAR PARA A DETERMINAÇÃO DE DENSIDADE APARENTE DE PÓS COM GARRAFA DE REFRIGERANTE

Marina Piasentini Oliva ¹; Edison Paulo De Ros Triboli ²

¹ Aluna de Iniciação Científica da Escola de Engenharia Mauá (EEM/CEUN-IMT);

² Professor da Escola de Engenharia Mauá (EEM/CEUN-IMT).

Resumo. Os índices de Hausner e de compressibilidade de pós são uma propriedade de importância tecnológica para a caracterização e manuseio industrial de materiais particulados. Estes índices são normalmente obtidos de forma manual por meio da determinação da densidade aerada. Investigou-se a influência de um dispositivo auxiliar, em forma de funil, que padronizasse as condições de dispersão do pó para o ensaio de densidade aerada, com auxílio da análise de variância (ANOVA). O dispositivo foi construído com a utilização de uma garrafa de refrigerante. Os resultados revelaram que o funil tem influência significativa na determinação dos valores da densidade aparente, auxilia na padronização do teste e melhora sua precisão.

Introdução

Para a utilização industrial, os produtos em pó são muito vantajosos quando à conservação. O baixo teor de água inibe o crescimento microbiano e aumenta sua vida de prateleira. O transporte de matéria-prima é facilitado e tem custo menor, em relação ao produto hidratado. Contudo, a produção de pós em escala industrial envolve problemas referentes à equipamentos e técnicas que necessitam ser estudados, como operações unitárias de mistura e transporte pneumático. Assim, para o projeto de equipamentos devem ser determinadas as características e propriedades de escoamento para o armazenamento e transporte de pós (Staniforth, 2005).

Os pós são formados por um conjunto de partículas sólidas. Tais partículas estão sujeitas a forças internas, que tendem a restringir o seu movimento, e a forças externas, como a força gravitacional ou as de impacto, que causam movimento de zonas do pó. Assim, os pós são classificados em dois grupos: pós coesivos e pós soltos, ou de fluxo livre.

Portanto, a fluidez de um pó é um índice de importância tecnológica que pode ser caracterizada pelos índices de Hausner e de Carr, também conhecido como índice de compressibilidade (Triboli, 2014). O equipamento utilizado para a determinação da densidade compactada dos pós, que combinada com o valor da densidade aerada, ou não compactada, permite o cálculo dos referidos índices custa relativamente caro, de forma que, frequentemente, essas determinações são feitas manualmente em laboratório com o uso de condições padronizadas. O objetivo deste estudo foi o desenvolvimento de um funil feito com garrafa de refrigerante (PET) que, com pequenas intervenções no desenho do recipiente gerou um dispositivo que padroniza as condições de queda do material para a realização do ensaio de densidade aerada.

Materiais e Métodos

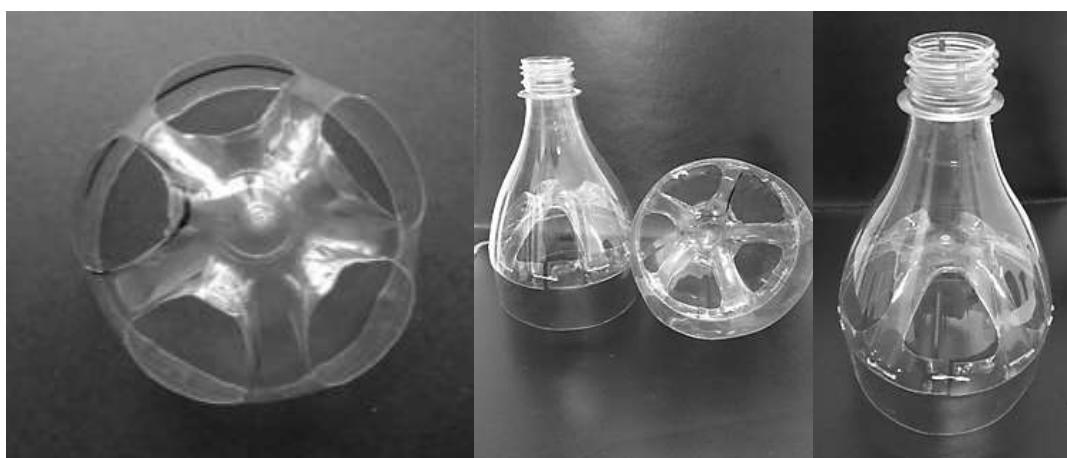
Foram selecionados oito pós obtidos por diferentes processos de secagem de iogurte por atomização. Para cada amostra foram feitas determinações da densidade aerada em quadruplicata, com e sem a utilização do funil desenvolvido, totalizando 64 ensaios, que foram executados em ordem aleatória previamente determinada por sorteio.

A densidade aerada foi determinada de acordo com o método descrito na monografia 616 (USP 37, 2014) adaptado para uma proveta de 100 mL. Para cada réplica foi transferida

uma quantidade de aproximadamente 30 mL do pó considerado. Para isso, a proveta foi colocada em cima de balança de precisão Metler Toledo PB1502-L, evitando qualquer tipo de impacto no conjunto para evitar interferências na medida do volume aerado do pó.

O funil proposto foi feito com o bocal e o fundo de uma garrafa PET de 1,5 litros do refrigerante Coca-Cola®. A base foi recortada conforme mostra a Figura 1, e adaptada em sua posição invertida no bocal da garrafa por meio de grampos. Esse arranjo faz com que o pó alimentado no centro do funil caia primeiramente na base existente no centro e depois escoe para a proveta por meio do bocal, padronizando as condições de queda, que é um fator crítico para o resultado desse ensaio. Os pós foram alimentados por meio de uma colher e para todos os testes a distância entre colher e proveta ou colher e funil foram padronizadas.

Figura 1 — Aspectos dos cortes e da montagem do funil.



Fonte: A autora, 2016.

Ao serem transferidos cerca de 30 mL de pó para a proveta, foram registrados os valores de massa e de volume iniciais lidos. O valor desse volume pode ser considerado uma leitura subjetiva e, assim, variar, uma vez que a leitura é dificultada pelo fato do pó não cair de forma uniforme na proveta. Para que isso não ocorra, além de ser desejável que a leitura seja feita sempre da mesma forma e, por isso, é recomendável que a análise seja feita sempre pelo mesmo operador, réplicas também são necessárias para melhor avaliação do parâmetro e de sua variabilidade. Qualquer impacto sofrido à proveta invalida o ensaio. Nesse caso, ele deve ser realizado novamente por alterar o valor do volume aerado, ao compactá-lo.

A etapa seguinte consistiu na obtenção do volume compactado. A proveta é retirada da balança e apoiada sob um pano, sempre dobrado quatro vezes. A compactação consiste na repetição de choques da proveta contra uma superfície dura por um período de tempo até que não se observe mais redução no volume do pó. A superfície deve ser sempre igual para manter padronizada a compactação dos testes, assim como o tempo utilizado para realizá-la e a forma e intensidade do choque. O choque empregado apresentava intensidade moderada e sua repetição era rápida, sendo o tempo fixado em dois minutos e meio. A determinação do tempo se deu com base na observação de que cerca de quinhentos choques eram suficientes para boa compactação do pó, de forma que ao final desse processo se obtém o volume compactado do pó.

A densidade aparente aerada (ρ_a) é definida pela relação obtida pela massa de produto vertida por derramamento lento por meio de funil em cilindro graduado até volume determinado (V_i), sem perturbar ou alterar o empacotamento. A densidade aparente na condição de máximo empacotamento (ρ_c) é obtida pela relação entre a massa de produto já determinada e o volume compactado (V_c) da amostra por meio de procedimento padronizado de impactos até que se obtenha volume constante. Dessa forma foram calculados os índices de Hausner (I_H) e de Carr (I_C), conforme as expressões a seguir (USP 37, 2014).

$$I_H = \frac{\rho_c}{\rho_a} = \frac{V_i}{V_c} \quad \therefore \quad I_C = 100 \times \frac{(\rho_c - \rho_a)}{\rho_c} = 100 \times \frac{(V_i - V_c)}{V_i}$$

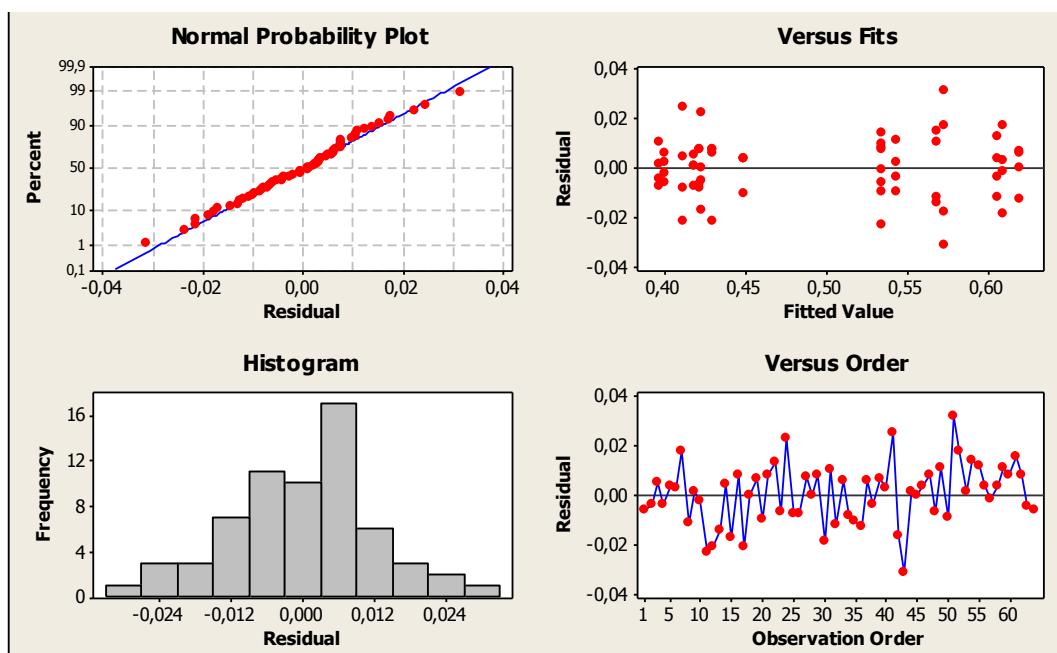
O coeficiente de variação (CV) de uma amostra é dado pela razão entre o desvio-padrão e a média dessa amostra. Alternativamente, seu valor pode ser multiplicado por 100 para ser expresso como porcentagem. Esse parâmetro é uma medida de dispersão relativa e serve para estimar a precisão de experimentos, sendo sua qualidade principal a capacidade de comparar distribuições de diferentes naturezas (Costa, 1992). A comparação dos coeficientes de variação dos valores dos índices de Hausner e de Carr pode revelar se a utilização do dispositivo desenvolvido afetou ou não a precisão dos resultados.

Por fim, os dados foram tratados com auxílio do programa Minitab 16 (*State College, PA, EUA*) por meio de análise de variância com fator duplo (delineamento de blocos ao acaso) para determinar se o tratamento com o funil teve influência significativa na obtenção de resultados mais precisos de densidade aerada e compactada.

Resultados e Discussão

Para o tratamento deve-se verificar primeiro se os dados seguem uma distribuição normal (*Normal probability plot*) e se a ordem de realização dos ensaios produziu resíduos distribuídos de forma aleatória (*Observation order*). Já em *Versus Fit*, que apresenta os resíduos em função da ordem de coleta de dados, as faixas de dispersão dos resíduos em cada tratamento apresentam comprimentos aproximadamente iguais, o que leva à suposição de que é válido considerar a igualdade de variância. Por fim, o histograma tem como principal objetivo apresentar os dados de maneira concisa e permitir a extração de informações sobre seu comportamento, revelando visualmente a tendência de uma distribuição normal. A Figura 2 mostra que essas condições são observadas no conjunto dos dados analisados e, portanto, a análise de variância pode ser aplicada aos dados.

Figura 2 — Diagrama de resíduos para os valores da densidade aparente.



Fonte: Minitab, 2016.

Os resultados foram tratados por meio de análise de variância (ANOVA) com os dados organizados em blocos (*two-way*) para nível de significância de 5 % e o resultado está apresentado na Tabela 1.

Tabela 1 — Análise de variância com blocos para os efeitos significativos dos fatores.

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Fator (com ou sem funil)	1	0,009805	0,0098053	50,88	0,000
Bloco (pós)	7	0,396827	0,0566896	249,19	0,000
Interação	7	0,019966	0,0028522	14,80	0,000
Erro	48	0,009249	0,0001927		
Total	63	0,435847			

Fonte: Minitab, 2016.

Nota: $R^2 = 97,9\%$; $\alpha = 0,05$.

Pela análise da Tabela 1, verifica-se que tanto o bloco (os pós), o fator (utilização ou não do funil) e a interação apresentam influências significativas nos resultados de densidade encontrados experimentalmente.

Para avaliar a influência da utilização ou não do funil na precisão dos resultados se realizou nova análise de variância, de forma semelhante à já realizada e os resultados são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 — Análise de variância com blocos para os coeficientes de variação.

Fonte	GL	Soma quadrática	Média quadrática	F	p
Fator (com ou sem funil)	1	4,8666	4,86658	6,54	0,038
Bloco (pós)	7	11,3749	1,62499	2,18	0,162
Erro	7	5,2091	0,74415		
Total	15	21,4506			

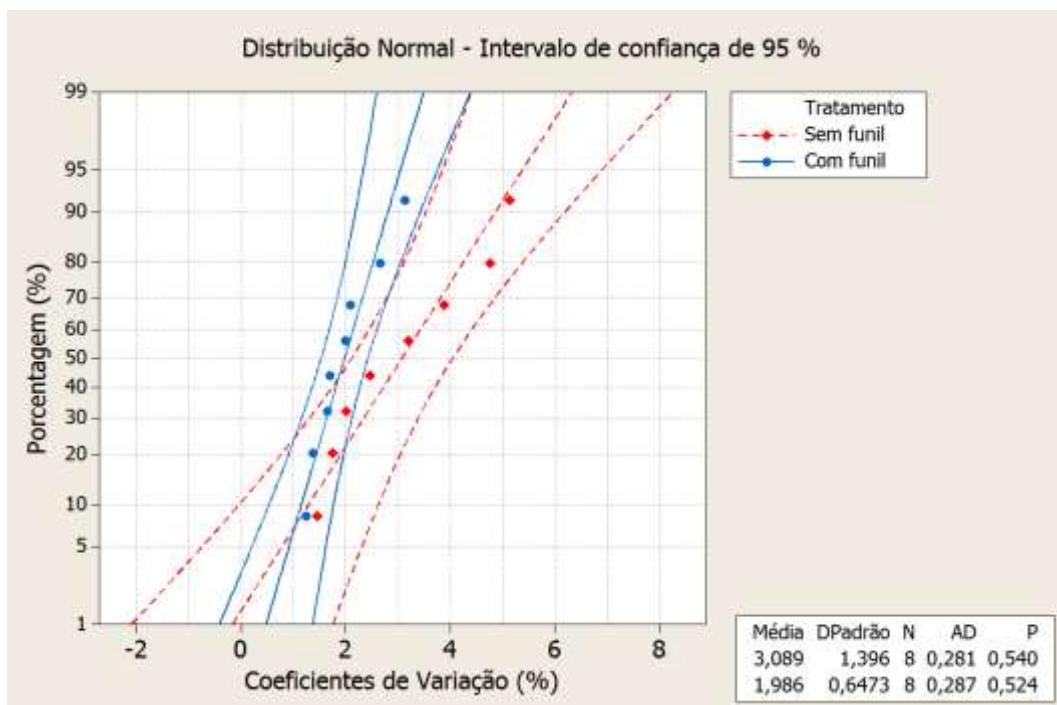
Fonte: Minitab, 2016.

Nota: $R^2 = 75,7\%$; $\alpha = 0,05$.

O resultado da análise da variância para o coeficiente de variação mostra que a presença ou não do funil é significativa e que a natureza dos pós utilizados no estudo não afeta a precisão dos resultados de forma significativa para o nível de significância considerado. Com os valores dos coeficientes de variação foi possível construir a Figura 3, o diagrama de probabilidade da distribuição normal dos valores com intervalo de confiança de 95 % para as situações sem e com o uso do funil. É possível verificar que os valores obedecem razoavelmente uma distribuição normal e que os valores dos coeficientes de variação obtidos com o uso do funil sempre são inferiores àqueles determinados sem a utilização do dispositivo. Para os coeficientes de variação determinados com o uso do funil foi obtido o valor médio de $(1,9 \pm 0,6)\%$, enquanto que para os determinados sem o auxílio do dispositivo, o valor médio foi de $(3,1 \pm 1,4)\%$. Além disso, é possível observar que o intervalo de confiança com 95 % de confiabilidade é visivelmente mais estreito para os valores obtidos com o auxílio do funil.

Dessa forma, fica evidenciado que o dispositivo desenvolvido tem a capacidade de afetar a determinação da densidade aerada e, consequentemente, todos os parâmetros calculados com base nela. A utilização do funil produziu resultados com menor variabilidade e mais precisos, demonstrando ser uma proposta válida a ser adotada no procedimento analítico para a determinação da densidade aerada.

Figura 3 — Diagrama de probabilidade para os Coeficientes de Variação.



Fonte: Minitab, 2016.

Conclusões

O resultado da análise estatística comprova que o dispositivo desenvolvido tem influência significativa no ensaio, contribuindo para a padronização do teste de determinação da densidade aerada e aumentando a precisão dos resultados. A construção do funil foi feita com material de fácil obtenção, barato e com auxílio de tesoura e grampos, agregando valor e utilidade a um produto que seria descartado, contribuindo para o uso racional e sustentável de recursos.

Referências Bibliográficas

- COSTA, S. F. (1992) *Introdução ilustrada à estatística*. 2. ed. São Paulo, Harbra.
- STANIFORTH, J. (2005) Fluxo de pós. In: AULTON, M. E. *Delineamento de formas farmacêuticas*. Porto Alegre: Artmed. Cap. 14, p. 208-221.
- TRIBOLI, E. P. D. R. (2014) *Estudo e otimização de processo de secagem de iogurte por atomização com secador em escala piloto*. Universidade de São Paulo. São Paulo, p. 340. Tese de doutorado.
- USP 37. (2014) Bulk density and tapped density of powders. In: _____ United States Pharmacopeia. 37. ed. Rockville: [s.n.]. Cap. Physical tests. Disponível em: <<http://www.uspnf.com/>>. Acesso em: 16 julho 2014. Monografia 616, p. 298.