



DESENVOLVIMENTO DE SISTEMA DE AQUISIÇÃO DE DADOS DE DENSIDADE *BULK* DE MATERIAIS GRANULARES: EFEITO DAS CONDIÇÕES OPERACIONAIS E OTIMIZAÇÃO

HEITOR O. N. ALTINO^{1,*}, GIOVANI A. LOURENÇO², CARLOS H. ATAÍDE^{1,†}

¹Universidade Federal de Uberlândia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química
Faculdade de Engenharia Química

²Instituto Federal de Goiás

*e-mail: heitor.engquimica@gmail.com, [†]*in memoriam*

RESUMO - O presente estudo apresenta o desenvolvimento de um sistema para determinação das densidades *bulk* aerada e compactada, utilizando medidas de volume de material durante o processo de compactação por batidas. A técnica de regressão múltipla vinculada a experimentos planejados foi utilizada para estudar os efeitos do número (500-3000), frequência (150-300 batidas/min) e amplitude (3-16 mm) das batidas na densidade *bulk* de dez materiais. A densidade *bulk* compactada aumentou com o número de batidas até atingir um estado estacionário. O incremento da frequência e amplitude das batidas causou um aumento seguido de uma redução na variável resposta. Todos os materiais apresentaram regiões de densidade *bulk* compactada ótima.

INTRODUÇÃO

Os materiais granulares constituem uma parcela significativa dos produtos manipulados, transportados e armazenados por diversas indústrias, como farmacêutica, química, alimentícia, agrícola e cosmética, o que demanda conhecimento das propriedades desses materiais, como a densidade *bulk* (Antony *et al.*, 2004). Essa propriedade expressa a massa de material que pode ser empacotado em um volume específico (Abdullah; Geldart, 1999). Tal propriedade pode variar drasticamente durante o transporte, manipulação e armazenamento de materiais granulares, o que é causado por diversos fatores, como vibrações, batidas e métodos de empacotamento. Portanto, é importante estudar o comportamento de compactação e descompactação de materiais granulares, visando o dimensionamento da capacidade de abastecimento e logística destes (Fasina, 2006; Woodcock; Mason, 1987).

A definição de densidade *bulk* pode ser classicamente dividida em duas, densidade *bulk* aerada e compactada. A primeira é a densidade obtida pela introdução do material em um recipiente na ausência de qualquer compactação aplicada. A segunda é a

densidade *bulk* resultante da aplicação de compactação, por exemplo, impacto por batidas ou vibração (ASTM, 2009; USP, 2018). O conhecimento dessas densidades permite o acesso a várias outras propriedades *bulk* importantes, como porosidade *bulk* aerada, compactada e adicional, além de indicadores de escoabilidade e compressibilidade, como por exemplo, a razão de Hausner e o índice de Carr (Schulze, 2008; Traina *et al.*, 2013; WHO, 2012). Entretanto, devido à diversidade de fatores que influenciam na obtenção dessas densidades, como método de empacotamento, número, frequência e amplitude das batidas, além da precisão na medição do volume do material, a aquisição dessas propriedades deve ser realizada de forma metódica (Fayed; Otten, 1997; Figura; Teixeira, 2007; Ribière *et al.*, 2007; Schulze, 2008).

Os métodos de obtenção das densidades *bulk* aerada e compactada são regidos por diversas normas (ASTM, 2009; USP, 2018; WHO, 2012). Embora existam algumas diferenças entre as normas, os métodos podem ser resumidos no procedimento a seguir. Uma massa conhecida de material é introduzida em um cilindro graduado. A leitura do volume inicial de material é realizada a olho nu. O

cilindro é sujeito a um processo de compactação, batendo-o contra uma superfície plana até atingir um estado estacionário, onde a variação do volume do material é menor que a incerteza da medição. O volume final do material é lido. A densidade *bulk* aerada é calculada pela razão entre a massa e o volume inicial, e a densidade *bulk* compactada pela razão entre a massa e o volume final.

Este procedimento apresenta três principais desvantagens: o método de empacotamento do leito não é padronizado, o volume de material é medido a olho nu, que tem baixa precisão e é suscetível a medições incorretas do operador, e a dinâmica de compactação do leito, entre as medidas finais e iniciais, é completamente perdida. Para solucionar esses problemas, várias técnicas têm sido desenvolvidas na literatura. Destaca-se o uso de câmeras para medir o volume do material (Lumay, Vandewalle, 2009), o uso de métodos capacitivos e de varredura por raios X para medir a densidade *bulk* (Knight *et al.*, 1995; Mendez *et al.*, 2011; Philippe; Bideau, 2002; Ribière *et al.*, 2007; Richard *et al.*, 2005), e o uso de sensores de distância para a medida indireta do volume de material a cada batida, conforme relatado em alguns trabalhos (Saker *et al.*, 2019; Traina *et al.*, 2013) e registrado em patentes (Heya *et al.*, 2004; Sasabe *et al.*, 2011). Este último método é descrito como rápido, preciso e confiável por alguns fabricantes, além disso, permite a obtenção da dinâmica de compactação (Granutools, 2020; Sasabe *et al.*, 2011).

Outro destaque é que as normas mencionam duas condições de frequência e amplitude das batidas que podem ser utilizadas: 300 batidas/min e $14,0 \pm 2,0$ mm ou 250 batidas/min e $3,0 \pm 0,3$ mm. Pohorecki *et al.* (2010) e Mendez *et al.* (2011) destacam que a frequência e amplitude das batidas devem ser suficientes para que as forças interparticulares sejam superadas e o material sofra a compactação adequada. No entanto, em alguns casos, altas amplitudes e frequências podem levar à descompactação do material (Philippe; Bideau, 2002; Ribière *et al.*, 2007; Rosato; Zhang, 2006; Saker *et al.*, 2019). Portanto, as condições utilizadas na determinação da densidade *bulk* compactada podem levar a resultados diferentes, mesmo

que o critério do número de batidas seja atendido (Figura; Teixeira, 2007; Ribière *et al.*, 2007). Assim, para cada material existem condições de frequência e amplitude de batidas que proporcionam a máxima densidade *bulk* (ótima), como descrito por diversos autores, utilizando os diferentes sistemas experimentais citados anteriormente (Rosato; Zhang, 2006; Saker *et al.*, 2019; Knight *et al.*, 1995; Ribière *et al.*, 2007).

Apesar dos diversos trabalhos já citados, observa-se a necessidade de metodologias específicas para determinação da densidade *bulk*, principalmente em função das diferentes propriedades dos materiais e condições operacionais, que influenciam consideravelmente nos resultados alcançados. Desta forma, o desenvolvimento de um sistema preciso para a aquisição de dados de densidade *bulk* aerada e compactada, com a possibilidade de estabelecer a dinâmica de compactação, se faz necessário. Tal sistema permitiria o estudo detalhado da influência de variáveis operacionais na densidade *bulk* de materiais com diferentes características físico-químicas, bem como o estabelecimento da região de compactação ótima do leito desses materiais, o que ainda foi estabelecido na literatura.

Nesse contexto, o objetivo deste trabalho foi apresentar o desenvolvimento de um sistema para determinação das densidades *bulk* aerada e compactada, utilizando medidas do volume do material durante o processo de compactação por batidas. Além disso, a técnica de regressão múltipla vinculada a experimentos planejados foi utilizada para quantificar os efeitos do número, frequência e amplitude das batidas na densidade *bulk*. Dez materiais com diferentes umidades, formas, densidades, coesividades e tamanhos de partículas foram analisados. Um estudo de otimização foi realizado para estabelecer a região de densidade *bulk* compactada máxima (ótima) de cada material, o que reforça a novidade deste trabalho.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais Granulares

A Tabela 1 mostra detalhes da caracterização dos dez diferentes materiais

estudados, os quais foram divididos em cinco classes diferentes. Buscou-se estudar materiais em uma ampla gama de esfericidades, densidades e tamanhos de partículas visando testar os limites do sistema desenvolvido. As esferas de vidro foram obtidas de Potters Industries LLC, as areias foram fornecidas pelo Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT) e o sabugo de milho moído foi fornecido pela JC Rações e Insumos Siderúrgicos. As sementes, cascas de arroz moídas e pós-alimentícios foram adquiridos em um mercado local em Uberlândia, Minas Gerais, Brasil. Para facilitar a identificação dos materiais ao longo deste trabalho, os mesmos foram codificados conforme a Tabela 1.

Caracterização dos Materiais Granulares

O conteúdo de umidade dos materiais foi determinado em triplicata por secagem em estufa microprocessada (Quimis[®], Q314M252) com circulação de ar a 105 °C por 24 h. A relação entre a massa de água retirada por secagem e a massa total inicial do material forneceu o conteúdo de umidade.

A densidade real (ρ_r) dos materiais foi determinada em triplicata usando um picnômetro de gás (He) (Micromeritics[®], Accupyc 1330).

A esfericidade (ϕ) de sessenta ou mais partículas foi determinada usando a técnica de análise de imagens. Um microscópio óptico (Nikon[®], Eclipse E-200) equipado com uma câmera digital (Motic[®], Moticam 5) foi utilizado na captura das imagens nas

ampliações de 4x e 100x. O *software* Image-Pro Plus[®] 6.0 foi utilizado no estabelecimento da área (A) e perímetro (P) das partículas. A esfericidade foi calculada pela equação:

$$\phi = \frac{4\pi A}{P^2} \quad (1)$$

A determinação do diâmetro médio de Sauter (D_{Sauter}) foi realizada em duplicata pelo método de peneiramento, conforme procedimentos descritos ASTM (2015).

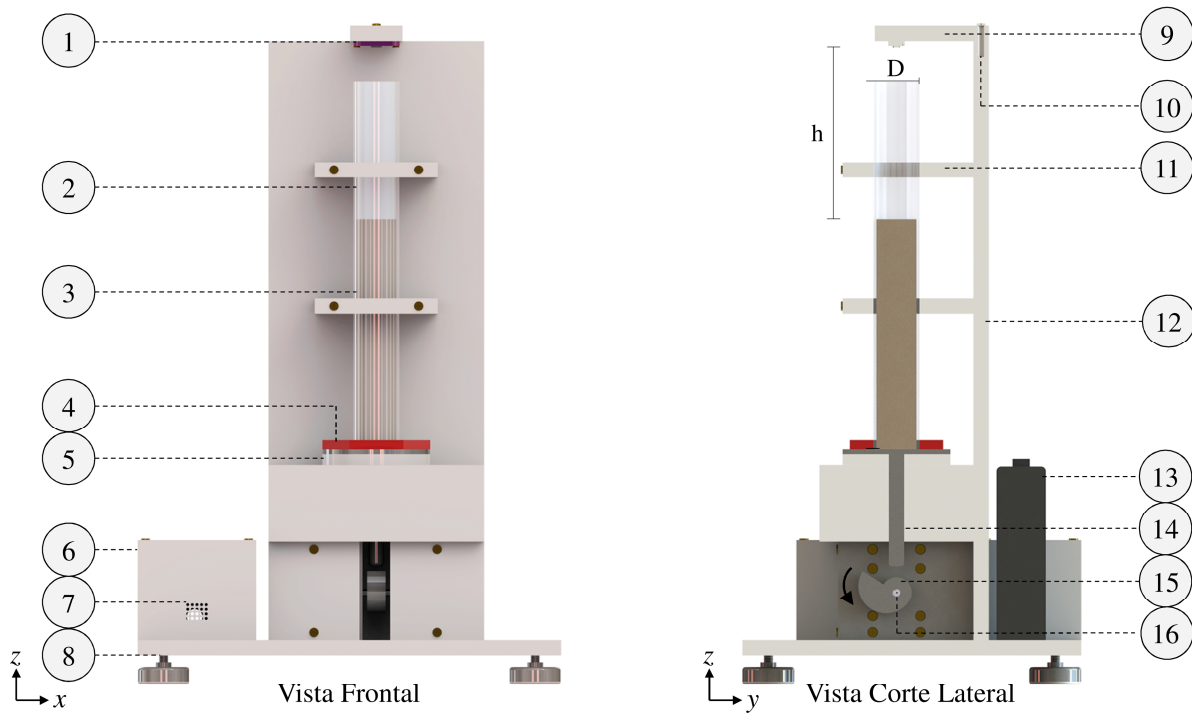
Sistema de Determinação da Densidade *Bulk*

A Figura 1 mostra o sistema desenvolvido para aquisição dos dados do processo de compactação por batidas. O sistema foi desenvolvido com base nas principais normas para estabelecimento de densidade *bulk*, com a adição de algumas modificações para melhor precisão das medições e controle das batidas (ASTM, 2009; USP, 2018; WHO, 2012).

O procedimento para determinação das densidades *bulk* aerada e compactada consistiu em determinar inicialmente a massa da proveta graduada (2) utilizando uma balança digital (Shimadzu[®], AUY220). Em seguida, o material foi passado por uma peneira de aço com aberturas de 1,00 mm (malha ASTM 18) para quebrar os aglomerados. Para materiais com partículas maiores, utilizou-se peneiras com aberturas de 2,00 mm ou até 3,36 mm.

Tabela 1: Materiais granulares analisados.

Classe	Material	Código	Grupo Geldart	Umidade (g.g ⁻¹ %)	ρ_r (g.cm ⁻³)	ϕ	D_{Sauter} (μ m)
Esferas de vidro	Grandes	GLB	B	0,20 ± 0,05	2,524 ± 0,001	0,92 ± 0,02	527,35 ± 0,60
	Pequenas	GSB	A	0,21 ± 0,05	2,403 ± 0,003	0,91 ± 0,02	65,05 ± 0,65
Areias	IPT 50	S50	B	0,12 ± 0,04	2,681 ± 0,001	0,77 ± 0,02	509,25 ± 17,16
	IPT 100	S100	B	0,11 ± 0,06	2,676 ± 0,002	0,76 ± 0,02	176,06 ± 4,18
Pós alimentícios	Café	FCF	A	4,39 ± 0,06	1,041 ± 0,010	0,51 ± 0,02	194,70 ± 1,52
	Cacau	FCC	A	6,02 ± 0,01	1,468 ± 0,003	0,68 ± 0,02	19,30 ± 2,74
Biomassas	Sabugo de milho	BCC	B	6,47 ± 0,05	1,444 ± 0,004	0,67 ± 0,02	501,52 ± 81,77
	Casca de arroz	BRH	B	7,55 ± 0,04	1,547 ± 0,002	0,63 ± 0,02	247,77 ± 40,89
Sementes	Chia	SC	B	6,60 ± 0,06	1,188 ± 0,001	0,90 ± 0,01	835,69 ± 0,28
	Endro	SD	D	8,20 ± 0,02	1,205 ± 0,002	0,59 ± 0,02	1369,18 ± 20,96



Legendas

- | | |
|---|---|
| 1 – Sensor de distância a laser | 7 – Entrada de ar |
| 2 – Cilindro graduado de vidro | 8 – Pé de ajuste de nível |
| 3 – Material analisado | 9 – Suporte de polietileno para sensor de distância |
| 4 – Base removível do cilindro graduado | 10 – Parafuso de suporte do sensor |
| 5 – Anel de ajuste da amplitude de batida | 11 – Suporte de polietileno do cilindro graduado |
| 6 – Estojo de proteção de polietileno para:
Microcontrolador (Arduino®, Nano V3) | 12 – Estrutura de polietileno do dispositivo |
| Driver do motor de passo | 13 – Fonte de energia |
| Sensor de umidade/temperatura | 14 – <i>Follower</i> de aço inoxidável |
| Conversor <i>boost step up</i> | 15 – <i>Snail cam</i> de aço inoxidável |
| | 16 – Eixo do motor de passo |

Figura 1: Sistema de aquisição de dados da compactação por batidas de materiais granulares

O sistema foi nivelado utilizando os pés de ajuste (8) com auxílio de um nível de bolha. A base removível do cilindro graduado (4) foi colocada acima da superfície superior do *follower* (14). O suporte do sensor de distância (9) foi girado para próximo da estrutura do sistema (12) permitindo a introdução do cilindro graduado (2) no suporte (11) até o encaixe com a base removível (4). Vale ressaltar que o suporte do sensor de distância (9) foi fixado na estrutura do sistema por apenas um parafuso central (10), permitindo que ele gire em torno do parafuso no plano xy , mantendo-se constante em z . O material foi introduzido na proveta graduada (2) até 100 mL da graduação despejando quantidades constantes de material, da mesma altura, com auxílio de um funil (Vitlab®, Art. 709). O suporte do sensor de distância (9) foi novamente girado para que o sensor (1) ficasse centralizado com o cilindro graduado (2). O

volume inicial de material (V_0) foi então lido (média de mais de 500 dados) através do sensor de distância (1), de acordo com o método descrito na seção a seguir. Os dados foram processados por um microcontrolador (6), transferidos para um computador (Dell®, Inspiron 15) e apresentados e registrados por meio de um *software* supervisor (National Instruments®, Labview™ 2017). A Figura 2 mostra a leitura inicial do volume do material de todos os experimentos. Foi realizado um teste Z entre os valores de V_0 obtidos e o valor de referência de 98,89 mL, obtido medindo-se o diâmetro e a altura do cilindro graduado até o grau de 100 mL com paquímetro digital (MTX®, 316119). Observou-se, com 95% de confiabilidade, que não há diferença significativa entre os dados (p -valor = 0,444), o que indica que o método de empacotamento adotado era reprodutível e confiável.

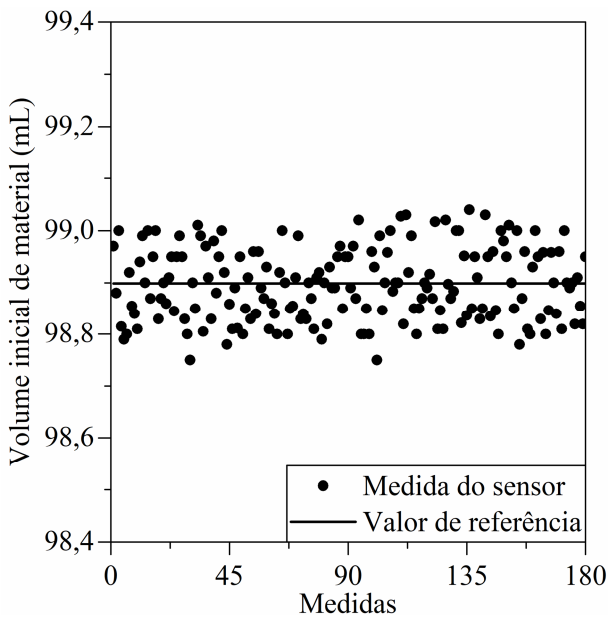


Figura 2: Volume inicial dos materiais para todos os experimentos realizados.

Para realizar as batidas do cilindro graduado, o *follower* (14) que suportava o cilindro graduado (2) foi alinhado a um *snail cam* (15), que foi acoplado ao eixo de um motor de passo (16), alimentado por uma fonte de energia de corrente contínua (13). Enquanto o eixo do motor e *snail cam* giravam no sentido anti-horário, a ponta do eixo do *follower* deslizava sobre a superfície do *snail cam*, elevando o cilindro graduado até certa altura, quando então, devido ao formato do *snail cam* e à força gravitacional, ele sofria uma queda. A velocidade e o número de rotações do eixo do motor e, conseqüentemente, a frequência e o número de batidas do cilindro graduado puderam ser escolhidos e controlados através do *software* supervisor. O computador transmitia os dados para o microcontrolador, que os retransmitia para um driver de motor de passo (6), que controlava efetivamente a velocidade e o número de rotações do eixo do motor (16). A amplitude das batidas do cilindro graduado foi controlada por meio de anéis de polietileno (5). Os anéis possuíam as espessuras de 1,70, 6,50, 11,30 e 13,00 mm, que, considerando o desnível de 16,00 mm do *snail cam*, produziram as respectivas amplitudes (a) de batida de 14,30, 9,50, 4,70, 3,00 mm. O diâmetro interno dos anéis (10 mm) foi o mesmo do eixo *follower*, de modo que os anéis ficaram justos ao eixo.

Ao final do número de batidas escolhido (n), o sistema realizava, através de um sensor de distância, a medição (média de mais de 500 dados) do volume do material e indicava por um sinal sonoro que o processo havia terminado. O suporte do sensor (9) foi então girado e a proveta foi retirada e pesada em balança digital (Shimadzu®, AUY220). A massa do material foi determinada, descontando-se a massa da proveta graduada, e então fornecida ao referido *software*, que calculava as densidades *bulk* aerada (ρ_0) e compactada ($\rho_c(n)$).

Os dados de temperatura e umidade do ar foram obtidos ao longo de todo o processo por meio de um sensor de umidade e temperatura (6), que também foi conectado ao microcontrolador. Os experimentos foram realizados em temperatura ambiente ($26,0 \pm 0,3^\circ\text{C}$) com umidade relativa do ar de $40,7 \pm 1,7\%$, o que foi suficiente para eliminar visualmente as cargas estáticas.

Calibração e Verificação do Sistema de Medição de Densidade *Bulk*

Para realizar a calibração do sistema de medição de volume de material empacotado, diversas curvas de correção foram utilizadas, uma para cada material. Tais curvas foram obtidas correlacionando-se o volume de material empacotado aerado, estimado por medidas de um paquímetro digital (MTX®, 316119), o qual foi utilizado como valor de referência, e o volume estimado utilizando a medida do sensor (1).

Para verificar a confiabilidade da metodologia de obtenção da densidade *bulk*, foram realizadas diversas medições da densidade *bulk* aerada em cada um dos materiais estudados, utilizando todos os anéis de ajuste da amplitude das batidas. Em cada uma das medições, o material foi empacotado e nivelado no cilindro graduado até um volume específico da graduação (60, 70, 80, 90 e 100 mL). O volume de material foi estimado simultaneamente pelo sensor de distância (média de mais de 500 dados) e por medidas da altura e diâmetro do material na proveta graduado com paquímetro digital (média de 3 dados) (MTX®, 316119). Em seguida, a massa do material foi determinada

em balança digital (Shimadzu[®], AUY220) e a densidade *bulk* foi calculada pela razão entre a massa e o volume do material. As densidades *bulk* obtidas por medidas de volume do material com o paquímetro foram utilizadas como referência. Todos os experimentos foram realizados em triplicata. Os desvios entre os valores de densidade *bulk* obtidos utilizando medições do sensor de distância e os valores de referência são mostrados na Figura 3.

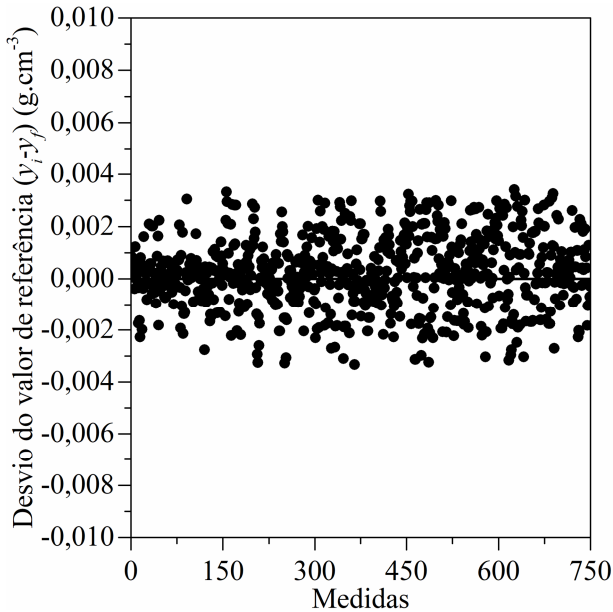


Figura 3: Desvio do valor de referência de densidade *bulk* dos materiais estudados.

Os dados foram analisados utilizando os principais indicadores de desempenho das medidas, como precisão, exatidão e erro médio. A precisão representa os erros aleatórios do sistema e quantifica quão bem uma medição pode ser realizada sem um valor de referência real (Kilpela, 2004; Li *et al.*, 2018). No presente trabalho, a precisão foi estimada pelo desvio padrão (*SD*) entre os dados obtidos pelos sensores (y_i) e a média entre eles (\bar{y}):

$$SD = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2} \quad (2)$$

A exatidão representa os erros sistemáticos e pode ser definida como o grau de conformidade de uma medida em relação ao seu valor real (Kilpela, 2004; Li *et al.*, 2018). A exatidão foi estimada através do desvio médio absoluto (*MAD*) entre os dados

obtidos pelo sensor (y_i) e os valores de referência (y_f), conforme a equação:

$$MAD = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (y_i - y_f) \quad (3)$$

Outro indicativo da exatidão do método utilizado foi o erro percentual médio absoluto (*MAPE*), que foi calculado pela equação:

$$MAPE = \frac{100}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{y_i - y_f}{y_f} \right| \quad (4)$$

Os resultados obtidos mostraram os respectivos baixos valores de 0,002 g.cm⁻³, 0,001 g.cm⁻³ e 0,2% para *SD*, *MAD* e *MAPE*, que indicam uma baixa dispersão dos dados, além de um pequeno desvio em relação ao valor de referência. Tais resultados mostraram que a metodologia desenvolvida era confiável, precisa e exata, sendo adequada para o estabelecimento da densidade *bulk* de diversos materiais.

Planejamento Experimental

Os efeitos das variáveis operacionais na densidade *bulk* dos materiais estudados foram investigados por meio de um planejamento composto central (PCC) com três repetições no ponto central, conforme apresentado na Tabela 2 ($\alpha = 1,353$). As massas que proporcionaram um volume de material empacotado de 100 mL no cilindro graduado foram fixadas entre os experimentos de cada material. Tomando como referência as faixas de condições operacionais mencionadas nas normas, o número (n), frequência (f) e amplitude (a) das batidas foram variados nas respectivas faixas de 500-3000 batidas, 150-300 batidas.min⁻¹ e 3,0-16,00 mm (ASTM, 2009; USP, 2018; WHO, 2012). As Equações (5)-(7) foram utilizadas para adimensionalização das variáveis n , f e a , em x_1 , x_2 e x_3 respectivamente.

$$x_1 = \frac{n - 1750,0}{924,0} \quad (5)$$

$$x_2 = \frac{f - 225,0(\text{batidas} / \text{min})}{55,2(\text{batidas} / \text{min})} \quad (6)$$

$$x_3 = \frac{a - 9,50(\text{mm})}{4,80(\text{mm})} \quad (7)$$

em que x_1 , x_2 e x_3 são as formas adimensionais das variáveis n , f e a , respectivamente.

Os experimentos foram realizados de acordo com os procedimentos descritos anteriormente. Os dados coletados foram analisados no *software* STATISTICA 7.1TM por meio de regressões múltiplas não lineares, com seus parâmetros estimados pelo método dos mínimos quadrados (Box *et al.*, 2005; Khuri, 1996). A equação empírica ajustada à variável resposta de cada material é dada em notação matricial por:

$$\hat{y} = b_0 + x'b + x'Bx \quad (8)$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}; b = \begin{bmatrix} b_1 \\ b_2 \\ b_3 \end{bmatrix}; B = \begin{bmatrix} b_{11} & b_{12}/2 & b_{13}/2 \\ b_{12}/2 & b_{22} & b_{23}/2 \\ b_{13}/2 & b_{23}/2 & b_{33} \end{bmatrix}$$

em que \hat{y} é a variável de resposta prevista, b_1 , b_2 , b_3 , b_{11} , b_{22} , b_{33} , b_{12} , b_{23} e b_{33} são os coeficientes da regressão e x_1 , x_2 e x_3 representam as variáveis codificadas.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Análise Estatística dos Resultados do Planejamento Experimental

A Tabela 2 apresenta os resultados do PCC para cada material estudado da Tabela 1. Dez equações, semelhantes à Equação (8), foram ajustados aos resultados experimentais para representar a densidade *bulk* em função de x_1 , x_2 e x_3 , conforme as Equações (9)-(18) para os respectivos materiais: GLB, GSB, S50, S100, FCF, FCC, BCC, BRH, SC e SD. Nessas equações, os parâmetros apresentados foram aqueles significativos em um teste de hipótese com distribuição *t* de Student (erro máximo de 5,0%). Os valores do coeficiente de determinação (R^2) foram 0,948, 0,960, 0,968, 0,978, 0,974, 0,978, 0,975, 0,980, 0,955 e 0,935 respectivamente para as Equações (9)-(18). A análise dos resíduos de regressão

indicou que os resíduos estavam distribuídos aleatoriamente e independentemente em torno de zero. Tais resultados indicam que as equações ajustadas são representativas dos dados experimentais.

Observa-se que em todos os casos x_1 , x_2 e x_3 influenciaram significativamente, e de diferentes formas, a densidade *bulk* dos materiais, com efeitos lineares e quadráticos na maioria dos casos. A presença de efeitos negativos da interação entre x_2 e x_3 para GSB, S100 e SD, e entre x_1 e x_2 para S50 também foi observada. Os materiais estudados possuem diferentes formas, diâmetros e densidades, conforme apresentado na Tabela 1, portanto, era esperado que eles fossem influenciados de diferentes formas pelas variáveis operacionais. Para a maioria dos materiais, a frequência e amplitude das batidas foram os fatores mais influentes, conforme relatado por vários autores (Fayed; Otten, 1997; Figura; Teixeira, 2007; Mendez *et al.*, 2011; Ribière *et al.*, 2007). Tais variáveis estão relacionadas à energia aplicada ao leito de material para provocar o rearranjo das posições relativas das partículas e, conseqüentemente, a densificação do leito (Mendez *et al.*, 2011; Podczek; Jones, 2007).

$$\hat{y}_{GLB}(g.cm^{-3}) = 1,5633 + x'b + x'Bx \quad (9)$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}; b = \begin{bmatrix} 0,0064 \\ 0,0070 \\ 0,0058 \end{bmatrix}; B = \begin{bmatrix} -0,0043 & 0,0 & 0,0 \\ 0,0 & -0,0036 & 0,0 \\ 0,0 & 0,0 & -0,0049 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_{GSB}(g.cm^{-3}) = 1,4779 + x'b + x'Bx \quad (10)$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}; b = \begin{bmatrix} 0,0044 \\ 0,0080 \\ 0,0059 \end{bmatrix}; B = \begin{bmatrix} -0,0039 & 0,0 & 0,0 \\ 0,0 & -0,0034 & -0,0013 \\ 0,0 & -0,0013 & -0,0059 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_{S50}(g.cm^{-3}) = 1,4755 + x'b + x'Bx \quad (11)$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}; b = \begin{bmatrix} 0,0163 \\ 0,0075 \\ 0,0085 \end{bmatrix}; B = \begin{bmatrix} -0,0058 & -0,0018 & 0,0 \\ -0,0018 & -0,0041 & 0,0 \\ 0,0 & 0,0 & -0,0045 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_{S100}(g.cm^{-3}) = 1,4924 + x'b + x'Bx \quad (12)$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}; b = \begin{bmatrix} 0,0118 \\ 0,0063 \\ 0,0111 \end{bmatrix}; B = \begin{bmatrix} -0,0067 & 0,0 & 0,0 \\ 0,0 & -0,0031 & -0,0015 \\ 0,0 & -0,0015 & -0,0085 \end{bmatrix}$$

Tabela 2: Resultados do planejamento experimental para densidade *bulk* compactada dos materiais.

#	Condições operacionais			Resultados experimentais de densidade <i>bulk</i> compactada (g.cm^{-3})										
	x_1 (-)	x_2 (batida/min)	x_3 (mm)	Esferas		Areias		Alimentícios		Biomassas		Sementes		
				GLB	GSB	S50	S100	FCF	FCC	BCC	BRH	SC	SD	
1	(-1)	826	(-1) 170	(-1) 4,70	1,531	1,445	1,421	1,440	0,391	0,476	0,307	0,320	0,704	0,563
2	(-1)	826	(-1) 170	(+1) 14,30	1,541	1,459	1,440	1,468	0,433	0,564	0,313	0,340	0,707	0,569
3	(-1)	826	(+1) 280	(-1) 4,70	1,549	1,467	1,449	1,460	0,402	0,470	0,314	0,332	0,707	0,590
4	(-1)	826	(+1) 280	(+1) 14,30	1,554	1,471	1,460	1,480	0,439	0,555	0,318	0,349	0,710	0,579
5	(+1)	2674	(-1) 170	(-1) 4,70	1,542	1,452	1,462	1,465	0,398	0,497	0,311	0,328	0,708	0,572
6	(+1)	2674	(-1) 170	(+1) 14,30	1,556	1,467	1,481	1,494	0,439	0,569	0,316	0,347	0,710	0,578
7	(+1)	2674	(+1) 280	(-1) 4,70	1,562	1,476	1,472	1,489	0,404	0,486	0,316	0,337	0,710	0,607
8	(+1)	2674	(+1) 280	(+1) 14,30	1,567	1,481	1,489	1,501	0,439	0,561	0,321	0,353	0,713	0,591
9	(- α)	500	(0) 225	(0) 9,50	1,547	1,464	1,448	1,465	0,423	0,517	0,314	0,336	0,708	0,589
10	(+ α)	3000	(0) 225	(0) 9,50	1,564	1,477	1,489	1,494	0,433	0,534	0,317	0,345	0,712	0,603
11	(0)	1750	(- α) 150	(0) 9,50	1,549	1,464	1,464	1,482	0,422	0,541	0,312	0,336	0,708	0,589
12	(0)	1750	(+ α) 300	(0) 9,50	1,565	1,479	1,480	1,490	0,434	0,525	0,318	0,345	0,711	0,600
13	(0)	1750	(0) 225	(- α) 3,00	1,542	1,455	1,459	1,461	0,400	0,476	0,312	0,331	0,709	0,580
14	(0)	1750	(0) 225	(+ α) 16,00	1,567	1,478	1,483	1,491	0,439	0,566	0,319	0,350	0,711	0,584
15	(0)	1750	(0) 225	(0) 9,50	1,563	1,478	1,472	1,492	0,431	0,554	0,317	0,344	0,711	0,602
16	(0)	1750	(0) 225	(0) 9,50	1,564	1,478	1,473	1,493	0,432	0,551	0,316	0,345	0,712	0,601
17	(0)	1750	(0) 225	(0) 9,50	1,562	1,478	1,472	1,494	0,431	0,553	0,317	0,346	0,711	0,600

$$\hat{y}_{FCF} (\text{g.cm}^{-3}) = 0,4322 + x'b + x'Bx \quad (13)$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}; b = \begin{bmatrix} 0,0024 \\ 0,0034 \\ 0,0177 \end{bmatrix}; B = \begin{bmatrix} -0,0030 & 0,0 & 0,0 \\ 0,0 & -0,0030 & 0,0 \\ 0,0 & 0,0 & -0,0076 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_{FCC} (\text{g.cm}^{-3}) = 0,5491 + x'b + x'Bx \quad (14)$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}; b = \begin{bmatrix} 0,0060 \\ -0,0047 \\ 0,0380 \end{bmatrix}; B = \begin{bmatrix} -0,0103 & 0,0 & 0,0 \\ 0,0 & -0,0062 & 0,0 \\ 0,0 & 0,0 & -0,0126 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_{BCC} (\text{g.cm}^{-3}) = 0,3167 + x'b + x'Bx \quad (15)$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}; b = \begin{bmatrix} 0,0013 \\ 0,0025 \\ 0,0025 \end{bmatrix}; B = \begin{bmatrix} -0,0006 & 0,0 & 0,0 \\ 0,0 & -0,0010 & 0,0 \\ 0,0 & 0,0 & -0,0007 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_{BRH} (\text{g.cm}^{-3}) = 0,3448 + x'b + x'Bx \quad (16)$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}; b = \begin{bmatrix} 0,0031 \\ 0,0043 \\ 0,0084 \end{bmatrix}; B = \begin{bmatrix} -0,0021 & 0,0 & 0,0 \\ 0,0 & -0,0023 & 0,0 \\ 0,0 & 0,0 & -0,0023 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_{SC} (\text{g.cm}^{-3}) = 0,7111 + x'b + x'Bx \quad (17)$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}; b = \begin{bmatrix} 0,0016 \\ 0,0012 \\ 0,0010 \end{bmatrix}; B = \begin{bmatrix} -0,0009 & 0,0 & 0,0 \\ 0,0 & -0,0009 & 0,0 \\ 0,0 & 0,0 & -0,0006 \end{bmatrix}$$

$$\hat{y}_{SD} (\text{g.cm}^{-3}) = 0,6021 + x'b + x'Bx \quad (18)$$

$$x = \begin{bmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{bmatrix}; b = \begin{bmatrix} 0,0057 \\ 0,0085 \\ 0,0 \end{bmatrix}; B = \begin{bmatrix} -0,0040 & 0,0 & 0,0 \\ 0,0 & -0,0048 & -0,0025 \\ 0,0 & -0,0025 & -0,0116 \end{bmatrix}$$

Determinação da Região de Densidade *Bulk* Compactada Ótima

Para analisar as superfícies de resposta e determinar a região de densidade *bulk* compactada ótima em face das variáveis operacionais, uma análise canônica das Equações (9)-(18) foi realizado, conforme descrito por Altino *et al.* (2021). As equações na forma canônica foram expressas em termos das novas variáveis w_1 , w_2 e w_3 de acordo com as Equações (19)-(28). Ao analisar as raízes características (λ_i) dessas equações, observa-se que todas apresentaram valores negativos, indicando a presença de pontos de densidade *bulk* máxima (ótima) para todos os materiais. As condições operacionais e os valores dos pontos ótimos são apresentados na Tabela 3.

$$\hat{y}_{GLB} (\text{g.cm}^{-3}) = 1,5707 - 0,0049w_1^2 - 0,0043w_2^2 - 0,0036w_3^2 \quad (19)$$

$$\hat{y}_{GSB} (\text{g.cm}^{-3}) = 1,4842 - 0,0065w_1^2 - 0,0040w_2^2 - 0,0029w_3^2 \quad (20)$$

$$\hat{y}_{S50} (\text{g.cm}^{-3}) = 1,4913 - 0,0069w_1^2 - 0,0044w_2^2 - 0,0030w_3^2 \quad (21)$$

$$\hat{y}_{S100} (\text{g.cm}^{-3}) = 1,5029 - 0,0089w_1^2 - 0,0067w_2^2 - 0,0027w_3^2 \quad (22)$$

$$\hat{y}_{FCF} (\text{g.cm}^{-3}) = 0,4439 - 0,0076w_1^2 - 0,0030w_2^2 - 0,0030w_3^2 \quad (23)$$

$$\hat{y}_{FCC} (\text{g.cm}^{-3}) = 0,5795 - 0,0126w_1^2 - 0,0103w_2^2 - 0,0062w_3^2 \quad (24)$$

$$\hat{y}_{BCC} (\text{g.cm}^{-3}) = 0,3214 - 0,0010w_1^2 - 0,0007w_2^2 - 0,0006w_3^2 \quad (25)$$

$$\hat{y}_{BRH}(\text{g.cm}^{-3}) = 0,3557 - 0,0023w_1^2 - 0,0023w_2^2 - 0,0021w_3^2 \quad (26)$$

$$\hat{y}_{SC}(\text{g.cm}^{-3}) = 0,7127 - 0,0009w_1^2 - 0,0009w_2^2 - 0,0006w_3^2 \quad (27)$$

$$\hat{y}_{SD}(\text{g.cm}^{-3}) = 0,6021 - 0,0124w_1^2 - 0,0040w_2^2 - 0,0040w_3^2 \quad (28)$$

As equações (9)-(18) foram utilizadas para a construção das superfícies de resposta na forma decodificada, apresentadas na Figura 4. Nesta figura, optou-se por mostrar apenas a influência da frequência (x_2) e amplitude (x_3) das batidas, uma vez que essas foram as variáveis mais influentes na maioria dos casos. Assim, x_1 foi fixado nos valores ótimos de cada material (Tabela 3). Levando em conta a exatidão do sistema de medição ($0,001 \text{ g.cm}^{-3}$), curvas de nível foram marcadas em torno do ponto ótimo de cada material da Figura 4, formando as regiões ótimas. Vale destacar que o conhecimento da região ótima, por vezes, é mais importante do que o ponto ótimo em si, pois permite explorar uma gama de condições que fornecem respostas ótimas. Para confirmar os pontos ótimos previstos, foram realizados experimentos utilizando condições operacionais dentro das regiões ótimas de cada material. Os resultados experimentais (ρ_{opt}), bem como os desvios (D_{pred}) em relação aos dados ótimos previstos pela análise canônica (ρ_{pred}), são mostrados na Tabela 3. Os baixos desvios obtidos, inferiores a 1%, confirmam a presença dos pontos ótimos previstos.

Influência das Variáveis Operacionais na Densidade *Bulk* Compactada

Observou-se que para todos os materiais a densidade *bulk* aumentou com o número de batidas até atingir o estado estacionário,

conforme amplamente relatado na literatura (Ribièrre *et al.*, 2007; Saker *et al.*, 2019; Traina *et al.*, 2013). O número de batidas necessárias para atingir o estado estacionário depende da velocidade e amplitude das batidas (Figura; Teixeira, 2007). Como cada material apresentou suas próprias condições ótimas de operação, diferentes dinâmicas de compactação foram evidenciadas, sem correlações claras entre as características dos materiais e o número de batidas ótimo.

Observou-se que a densidade *bulk* aumentou com a frequência e amplitude das batidas até a região ótima, quando sofreu uma redução (Figura 4). A frequência e amplitude das batidas estão relacionadas com a energia fornecida ao leito para superar as forças interparticulares e rearranjar as partículas em uma configuração de leito mais denso (Mendez *et al.*, 2011). Tais variáveis devem permitir que as partículas tenham um contato mínimo umas com as outras durante o “salto forçado”, de modo que as forças de coesão e atrito sejam mínimas e as partículas possam alterar suas posições relativas (Podczec; Jones, 2007). No entanto, em frequências e amplitudes elevadas observou-se que, em alguns casos, as partículas viajaram de forma coletiva do topo do leito para o fundo. Tal fenômeno é conhecido como convecção (Richard *et al.*, 2005; Rosato; Zhang, 2006; Saker *et al.*, 2019), e corresponde à transição entre os comportamentos do tipo sólido para o tipo fluido. O movimento das partículas acaba gerando auto-aspiração de ar para o leito, induzindo um aumento dos espaços interparticulares e resultando na descompactação do leito.

Tabela 3: Verificação dos resultados ótimos previstos pelos modelos empíricos.

Código	Fatores máximos			Resultados		D_{pred} (%)
	x_1 (-)	x_2 (batida/min)	x_3 (mm)	ρ_{pred} (g.cm ⁻³)	ρ_{opt} (g.cm ⁻³)	
GLB	0,74 (2433)	0,98 (279)	0,59 (12,35)	1,571	1,571 ± 0,001	0,03
GSB	0,57 (2272)	1,06 (284)	0,27(10,77)	1,484	1,484 ± 0,002	0,03
S50	1,28 (2934)	0,36 (245)	0,95 (14,07)	1,491	1,490 ± 0,001	0,11
S100	0,88 (2566)	0,51(268)	0,51 (11,96)	1,503	1,506 ± 0,003	0,23
FCF	0,41 (2125)	0,57 (256)	1,16 (15,05)	0,444	0,443 ± 0,001	0,20
FCC	0,29 (2019)	-0,38 (204)	1,50 (16,72)	0,579	0,581 ± 0,002	0,21
BCC	1,11 (2775)	1,31 (297)	1,89 (18,59)	0,321	0,322 ± 0,001	0,12
BRH	0,74 (2433)	0,92 (276)	1,84 (18,31)	0,356	0,357 ± 0,001	0,41
SC	0,95 (2624)	0,70 (264)	0,77 (13,21)	0,713	0,713 ± 0,001	0,02
SD	0,71 (2408)	1,00 (281)	-0,22 (8,45)	0,602	0,603 ± 0,001	0,10

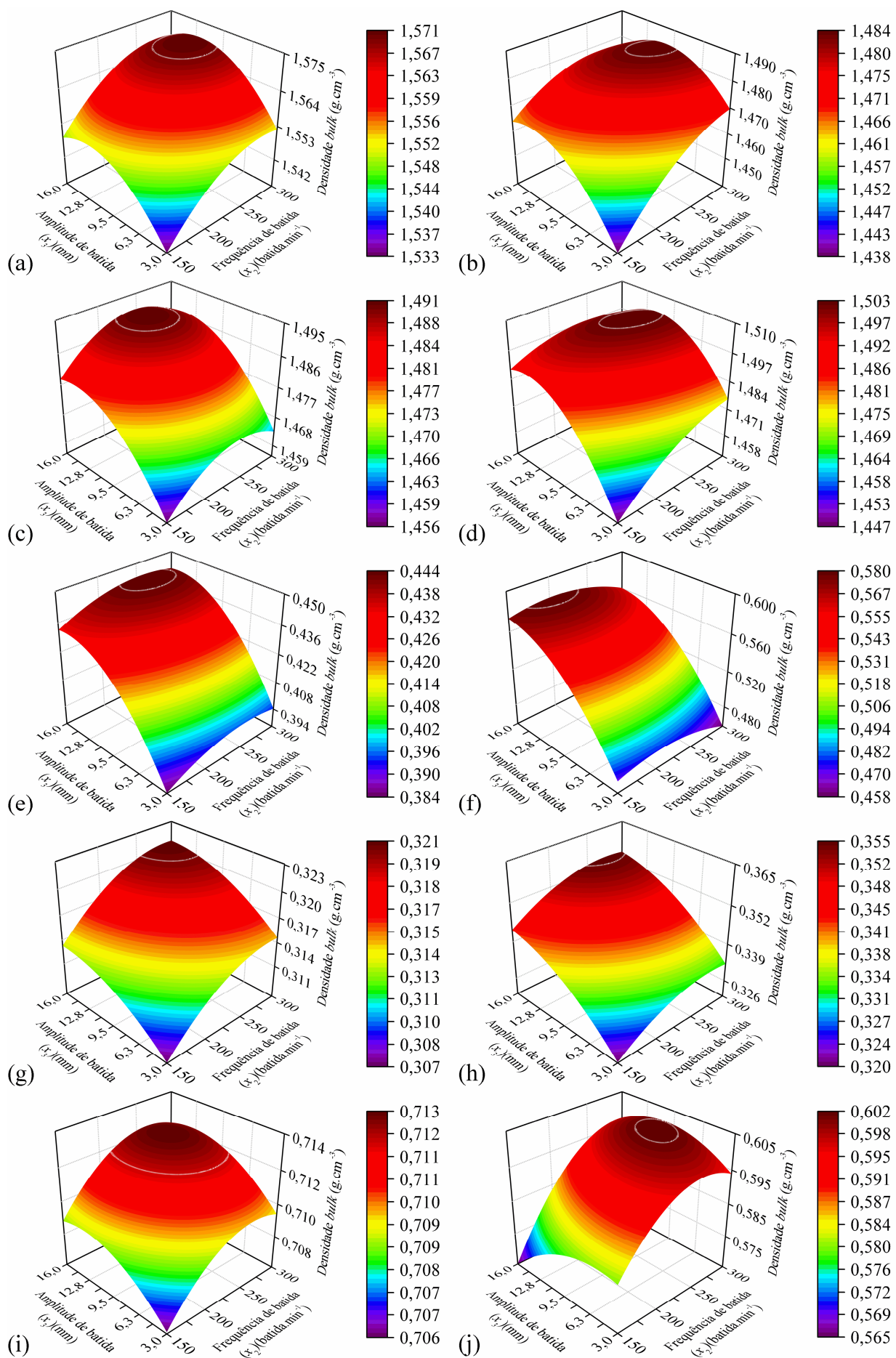


Figura 4: Influência da frequência (x_2) e amplitude (x_3) das batidas na densidade *bulk* de: GLB (a), GSB (b), S50 (c), S100 (d), FCF (e) FCC (f), BCC (g), BRH (h), SC (d) e SD (e).

Os materiais estudados sofreram diferentes influências da frequência e amplitude das batidas, o que pode estar ligado às diferentes características dos materiais. No entanto, como observado por Mendez *et al.* (2011) a coesividade é um fator dominante. Analisando a Tabela 3 e a Figura 4, observa-se que BRH e BCC, os quais podem ser classificados como materiais coesivos, conforme Altino *et al.* (2021), apresentaram regiões ótimas em condições extremas de amplitude e frequência de batidas, sendo necessário um número elevado de batidas para atingir este estado. Os materiais coesivos FCF e FCC também apresentaram regiões ótimas em condições de grande amplitude de batidas, sendo que, em alguns casos, os pontos ótimos desses materiais encontravam-se até mesmo fora das condições operacionais analisadas. Isso significa que os materiais coesivos precisavam de mais energia sendo fornecida ao leito para que as forças interparticulares fossem superadas e a compactação ocorresse. Destaca-se ainda que a baixa esfericidade das partículas de BRH, BCC, FCF e FCC (Tabela 1) também pode contribuir para esses resultados, visto que a forma irregular das partículas pode dificultar seu rearranjo em uma configuração de leito mais denso (German, 1989).

As regiões ótimas dos materiais da mesma classe foram interpoladas e os resultados foram destacados em cinza na Figura 5. Para a maioria das classes, observou-se a presença de regiões ótimas comuns relativamente amplas. Vale ressaltar que tais resultados não representam as regiões ótimas definitivas ou gerais para cada classe de material. No entanto, podem direcionar a escolha das melhores condições de amplitude e frequência de batidas para um material que pertença a uma dessas classes.

De maneira geral, observou-se que as regiões ótimas de densidade *bulk* dos materiais estudados não foram alcançadas com menos de 1585 batidas (não mostrado). Quanto às outras duas variáveis operacionais, as regiões só foram alcançadas com frequências e amplitudes de batida superiores a 175 batidas.min⁻¹ (Figura 5 (c), FCC) e 5,50 mm (Figura 5 (e), SD), respectivamente. Tais resultados concordam com a afirmação de Podczek e Jones (2007), de que pequenas amplitudes de batidas, como os 3,0 mm popularmente utilizados, não permitem a obtenção de valores confiáveis de densidade *bulk* compactada, principalmente para materiais coesivos.

CONCLUSÃO

A densidade *bulk* pôde ser estimada com alta precisão (0,002 g.cm⁻³) e exatidão (0,001 g.cm⁻³) por medidas indiretas do volume de material empacotado usando um sensor de distância a laser.

A densidade *bulk* dos materiais foi mais influenciada pela frequência e amplitude das batidas, de modo que baixos valores não foram suficientes para proporcionar a compactação adequada do leito, enquanto que valores muito altos induziram a descompactação.

Altas amplitudes e frequências de batidas foram necessárias para promover a compactação ótima do leito de materiais coesivos e de baixas esfericidades.

Observou-se a presença de uma região de compactação máxima (ótima) para cada material, sendo possível interpolar essas regiões para obtenção das regiões ótimas comuns aos materiais de uma mesma classe.

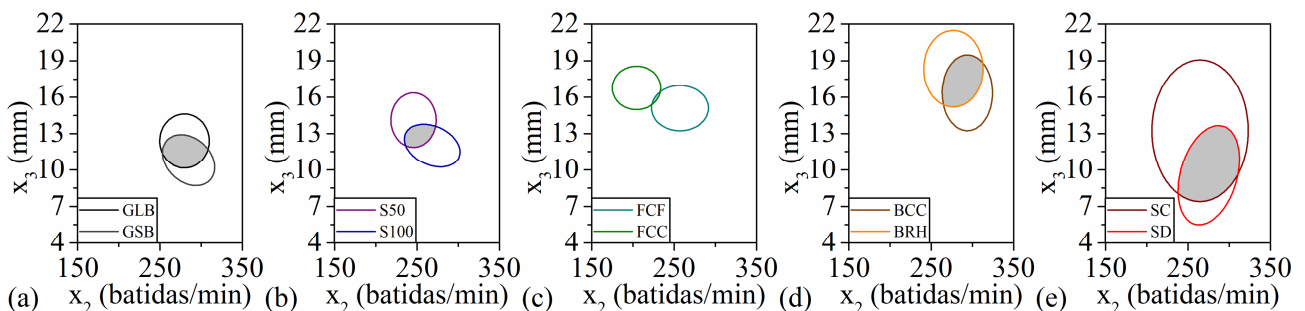


Figura 5: Interpolação das regiões de densidade *bulk* ótimas em estado estacionário de acordo com as classes de material: esferas de vidro (a), areias (b), pós alimentícios (c), biomassas (d) e sementes (e).

REFERÊNCIAS

- ABDULLAH, E. C.; GELDART, D. (1999), The use of bulk density measurements as flowability indicators. *Powder Technology*, v. 102, n. 2., p. 151-165.
- ALTINO, H. O. N.; LOURENÇO, G. A.; ATAÍDE, C. H.. (2021), System development for bulk density data acquisition of granular materials: Effect of operational conditions and optimization. *Powder Technology*, v. 391, p. 184-197.
- ANTONY, S. J.; HOYLE, W.; DING, Y. (2004), *Granular Materials..* Cambridge: RSC.
- ASTM (2009), D7481-09, Standard test methods for determining loose and tapped bulk densities of powders using a graduated cylinder. ASTM International.
- ASTM. (2015), C136-06, Standard Test Method for Sieve Analysis of Fine and Coarse Aggregates. ASTM International.
- BOX, G.E.P.; HUNTER, J.S.; HUNTER, W.G. (2005), *Statistics for Experiments*. 2. ed. Hoboken: John Wiley & Sons.
- FAYED, M. E; OTTEN, L. (1997), *Handbook of Powder Science and Technology*. 2. ed. New York: Chapman & Hall.
- FIGURA, L. O.; TEIXEIRA, A. A. (2007), *Food physics*. Leipzig: Springer.
- GERMAN, R. M. (1989), *Particle Paking Characteristics*. Princeton: Metal Powder Industries Federation.
- GRANUTOOLS. (2020), GranuPack: High resolution tapped density analyzer. Disponível em: <granutools.com>.
- HEYA, N.; EITOKU, H.; SANADA, K.. (2004), Device for measuring apparent specific gravity of powder. JP4368738B2.
- KHURI, I.A. (1996), *Response Surfaces Design and Analyses*. New York: Marcel Dekker.
- KILPELA, A.. (2004), Pulsed time-of-flight laser range finder techniques for fast, high precision measurement applications. University of Oulu.
- KNIGHT, J. B et al. (1995), Density relaxation in a vibration. *Physical Review E*, v. 51., p. 3957- 3963
- LI, X. et al. (2018), Influence of waveform characteristics on LiDAR ranging accuracy and precision. *Sensors*, v. 18.
- LUMAY, G.; VANDEWALLE, N. (2009), Packing fraction and compaction dynamics of magnetic powders. AIP Conference Proceedings, v. 1145., p. 131-134.
- MENDEZ, R.; ROMANSKI, F. S.; TOMASSONE, M. S.. (2011), Density behavior of cohesive granular materials. *Powder Technology*, v. 211., p. 189-198.
- FASINA, O. O. (2006), Flow and Physical Properties of Switchgrass, Peanut Hull, and Poultry Litter. *Transactions of the ASABE*, v. 49, n. 3, p. 721–728.
- PHILIPPE, P.; BIDEAU, D. (2002), Compaction dynamics of a granular medium under vertical tapping. *Europhysics Letters*, v. 60, n. 5., 677-683.
- PODCZECK, F.; JONES, B. E. (2007), *Pharmaceutical Capsules*. London: Pharmaceutical Press.
- POHORECKI, R. et al. (2010), *Chemical Engineering and Chemical Process Technology - Volume II*. United Kingdom: EOLSS.
- RIBIÈRE, P. et al. (2007), On the existence of stationary states during granular compaction. *European Physical Journal E*, v. 22, n. 3, p. 249–253.
- RICHARD, P. et al. (2005), Slow relaxation and compaction of granular systems. *Nature Materials*, v. 4, n. 2., p. 121-128.
- ROSATO, A. D.; ZHANG, N.. (2006), Experiments and simulations on vibration induced densification of bulk solids. *KONA Powder and Particle Journal*, v. 24., p. 93-103.
- SAKER, A. et al. (2019), Powders flowability assessment in granular compaction: What about the consistency of Hausner ratio? *Powder Technology*, v. 354., p. 52-63.
- SASABE, S. et al. (2011), Tapping device for powder measuring apparatus. JP2012237722A
- SCHULZE, D. (2008) *Powders and Bulk Solids*. New York: Springer.
- TRAINA, K. et al. (2013), Flow abilities of powders and granular materials evidenced from dynamical tap density measurement. *Powder Technology*, v. 235., p. 842-852.
- USP. (2018), *The United States Pharmacopeia: the National Formulary*. Rockville: The United States Pharmacopeia Convention.
- WOODCOCK, C. R.; MASON, J. S. (1987), *Bulk solids handling: an introduction to the practice and technology*. Glasgow: Blackie Academic & Professional.
- WHO. (2012), *Bulk density and tapped density of powders*.