

INDICADORES DA QUALIDADE DE MISTURA DE SÓLIDOS PARTICULADOS

Geraldo Luiz Palma, glpalma@feb.unesp.br¹
Augusto Ronchi Junior, ronchi@feb.unesp.br¹

¹Universidade Estadual Paulista – UNESP, Av. Luiz Edmundo C. Coube 14–01, CEP 17033–360, Bauru, SP.

Resumo: *Materiais sólidos na forma de granulados, partículas ou pós são amplamente usados em inúmeros processos produtivos na fabricação de produtos de limpeza, higiene, alimentos, medicamentos e outros, representando milhares de itens a disposição da sociedade de consumo moderna. Ao mesmo tempo, são escassas e por vezes conflitantes as informações sobre tais processos, permanecendo essa tecnologia restrita apenas aos grandes fabricantes, sendo que muitas vezes mesmo estes desconhecem os melhores processos e equipamentos de mistura e os meios para atingir a otimização da qualidade para a obtenção do produto final dentro das normas. O objetivo deste trabalho foi pesquisar os indicadores da qualidade da mistura, hoje encontrados na maioria das aplicações correntes e foi constatado que esses indicadores estão relacionados à análise estatística das amostras coletadas. Verificou-se ainda que estão propostos na literatura inúmeros procedimentos estatísticos para apontar a mistura ótima. Para estabelecer o grau de mistura são necessários estudos específicos das amostras obtidas durante a operação de mistura. Alguns desses indicadores foram avaliados num processo de mistura de material particulado, para dados previamente obtidos de experimentos realizados. A maneira mais adequada para caracterizar um produto que é resultado de uma mistura é o quanto esta produz as características esperadas do produto acabado. Para uma maior utilidade e praticidade, os indicadores do grau da mistura devem ser relacionados com as propriedades do produto final, além de ser viável a sua rápida e fácil determinação. Ainda, esses indicadores devem representar a variação da uniformidade no interior da mistura e serem válidos para uma grande variedade de materiais. Verificou-se que foram encontradas grandes variações nos valores dos indicadores mostrando a necessidade de trabalhos adicionais para se aprimorar e estabelecer critérios mais precisos e confiáveis na avaliação de uma mistura de materiais particulados.*

Palavras-chave: *mistura de pós, particulados, qualidade de mistura*

1. INTRODUÇÃO

Os materiais sólidos na forma de granulados, partículas ou pós, fazem parte do cotidiano da sociedade de consumo em inúmeras áreas de aplicação, sejam elas, doméstica, comercial, agrícola ou industrial. A mistura de materiais sólidos particulados, apesar de utilizada praticamente desde o início das civilizações, é ainda uma operação realizada com certo empirismo dependendo do fabricante. Apenas instituições com conhecimento e estrutura necessários tratam do assunto de modo adequado ou pelo menos apontam para essa direção.

É comum o desconhecimento dos mecanismos e equipamentos envolvidos na produção desses produtos, ficando essa tecnologia apenas para os poucos que participam mais diretamente de tais processos nas indústrias de base. Por vezes ocorre que mesmo aqueles que atuam próximos a esses setores produtivos desconhecem os processos de mistura, o funcionamento dos equipamentos e meios que buscam a qualidade, necessários para a obtenção do produto final dentro da qualidade exigida para as diversas aplicações específicas.

A utilização desse tipo de material, tanto os que servem de base para outros como os de destinação final, é de grande abrangência e é difícil encontrar setores onde não são necessários. Indústrias como as de fertilizantes, ração animal, cimento, cosméticos, fármacos, alimentos, metalurgia são exemplos de setores que, de alguma forma, estão envolvidos com esse processo.

Para a produção de tais componentes são necessários equipamentos especiais que contribuam para o atendimento das necessidades específicas de escala, higiene, qualidade, tempo e, particularmente, propriedades de cada material granulado. Isso envolve os mecanismos de mistura necessários para cada conjunto formado pelo equipamento e material. Cada tipo de material final tem em sua cadeia produtiva todos esses componentes anteriores que visam a final sua qualidade e atendimento ao objetivo proposto.

Um dos objetivos desse trabalho é enfatizar a importância do processo de mistura e suas especificidades. Outro objetivo é mostrar os equipamentos e mecanismos que atuam no processo de obtenção de mistura de materiais na forma granular. O objetivo final é indicar alguns métodos utilizados nos processos produtivos visando encontrar a melhor qualidade dos produtos e o que pode ocorrer no caso da não observação de algumas regras básicas.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1. O processo

Já em meados do século XX, preocupado com o problema, Danckwerts (1953) citou a diversidade dos processos de mistura encontrados na indústria em relação às características dos materiais a serem misturados, as razões para misturá-los e os métodos utilizados para tal finalidade. O autor relatou a exigência de capital para as máquinas nas operações de mistura, além do tempo e da energia consumidos que contribuem para os custos de operação do processo. O conhecimento dos materiais a serem misturados também afeta a eficiência do processo, sendo importante, em termos financeiros, ser hábil na especificação do equipamento de modo que o produto final atenda as especificações esperadas.

Posteriormente, Clump (1967) definiu mistura ideal como aquela na qual, tomadas várias amostras, suas composições são idênticas, considerando-se então que os diversos materiais estão perfeitamente misturados. Essa definição é aplicada para misturas perfeitas, uma vez que, para sólidos particulados é limitada, pois o tamanho das amostras tem papel importante. Mesmo amostras contendo muitas partículas, sua composição não é constante devendo oscilar em torno de algum valor médio e uma mistura ideal pode ser entendida como aquela na qual existirá uma variação estatisticamente aleatória na composição das várias amostras retiradas.

O propósito então é obter informações sobre os processos de mistura de sólidos particulados, auxiliando em questões como: o que é entendido como uma mistura adequada, o que ocorre durante a operação de mistura, quais os efeitos das características físicas dos sólidos sobre o tempo necessário para a obtenção de produto satisfatório, quais características do projeto do misturador são necessárias para corrigir fenômenos físicos que se opõem a uma boa mistura e qual teste de desempenho padrão é aceitável para a operação de mistura de sólidos.

Para Fan et al. (1970) a mistura de sólidos particulados é uma operação na qual dois ou mais tipos de materiais na fase sólida e em forma de grânulos são dispersos em um equipamento misturador através do movimento aleatório induzido às partículas. Esse tipo de processo há muito tem sido amplamente utilizado em diversos setores industriais, agrícolas e farmacêuticos. Contudo, essa importante operação não tem merecido a atenção tanto teoricamente quanto na prática quando comparado com outros processos. Desse modo, a prática muitas vezes domina a operação, o projeto dos equipamentos e ainda a avaliação da qualidade da mistura produzida.

Gourdon et al. (1988) mostraram os possíveis estados de misturas. Um sistema granulado pode, em muitos casos, ser composto por partículas com características morfológicas, mecânicas e físico-químicas muito diferentes. Um equipamento deve ser usado para que as partículas evoluam de um estado de mistura a outro, iniciando-se normalmente em um estado estratificado e o objetivo final é um estado perfeitamente ou idealmente ordenado, enfim, um meio isotrópico, como na Fig. (1).

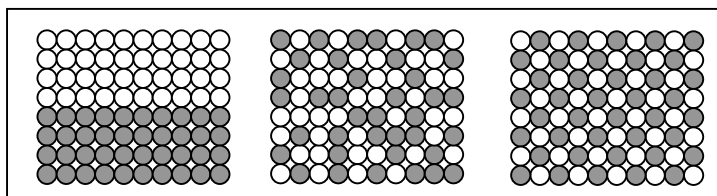


Figura 1 – Estados de misturas: estratificado, aleatório e idealmente ordenado. Fonte Gourdon et al. (1988).

A noção mais usual de homogeneidade é caracterizada pela igual probabilidade da presença de cada um dos constituintes em todos os pontos do sistema. A observação dos estados de misturas indica que os métodos de análises práticas influenciam o resultado e uma atenção quando da tomada de amostras pode evitar ou pelo menos minimizar erros.

Para Fan et al. (1990), na mistura de diferentes tipos de materiais particulados o interesse deve estar centrado em quatro grandes questões:

- tipo de equipamento utilizado e modo de operação.
- mecanismo de mistura que originou esse estado.
- caracterização do estado da mistura resultante.
- taxa do processo de mistura que originou esse estado.

O processo de mistura é influenciado profundamente pelas características de fluidez do material particulado a ser submetido à operação. Portanto, o reconhecimento da existência dos tipos de materiais sólidos granulados, os de escoamento livre e os coesivos, forma a base para a classificação e caracterização das misturas e processos de mistura.

Idealmente, segundo Poux et al. (1991), o objetivo de uma operação de mistura é obter uma distribuição na qual cada partícula de um dos componentes está ao lado de uma partícula do outro componente no caso de uma mistura binária. Para esse tipo foi sugerido o nome de mistura idealmente ordenada.

O conhecimento do mecanismo de mistura, das características dos materiais particulados e dos equipamentos onde se processará a mistura é essencial para a preparação de uma mistura homogênea adequada acrescentando-se ainda que dependendo da finalidade do produto pode-se exigir um determinado grau de homogeneidade melhor ou pior.

Para Vaizoglu (1999) o processo de mistura é a manipulação de dois ou mais componentes de tal modo que partículas individuais dos diferentes materiais presentes na mistura se encontrem uniformemente distribuídas e,

posicionadas umas próximas das outras com a mais alta probabilidade possível. Sob quais condições pode-se alcançar uma mistura homogênea é uma questão importante a ser respondida e as possíveis respostas são que se deve ter espaço suficiente no equipamento misturador que permita o livre movimento do material particulado, ou seja, o nível de enchimento do compartimento onde ocorre a mistura é fundamental e a energia fornecida aos componentes da mistura deve permitir o cisalhamento do conjunto, ou seja, o tipo de equipamento misturador também é importante.

A energia adicionada ao sistema de partículas deve ser o suficiente para ultrapassar a adesão e a coesão entre os componentes, ou seja, a velocidade da mistura aliada ao tipo de equipamento é importante. Para atingir uma mistura adequada existem diversos parâmetros importantes a serem observados dos quais depende o sucesso da operação. Os principais são:

- projeto e construção do equipamento misturador;
- tempo necessário para realização da operação;
- quantidade de material particulado no equipamento;
- proporção, em peso, dos diferentes componentes;
- propriedades físicas individuais dos componentes;
- modo de adição dos diferentes componentes no equipamento.

Gyenis (1999) enfatizou a mistura de sólidos como um processo complexo para a obtenção de uma mistura de ingredientes o mais uniforme possível. Para cumprir esta exigência é necessário entender processos elementares que agem durante esta operação onde as questões centrais são como, a que taxa e em qual extensão o processo de mistura acontece. Para responder estas questões, o mecanismo e a cinética do processo devem ser resolvidas. O mecanismo pode ser considerado como uma característica qualitativa a qual revela o modo de mistura dos componentes.

O mecanismo influencia significativamente a taxa do processo e também a obtenção da homogeneidade. Desse modo, a informação sobre o mecanismo possibilita melhorar e controlar a operação, sendo que o mecanismo afeta também o tipo e os parâmetros das equações que descrevem a cinética do processo. Por isso o mecanismo, a cinética e a modelagem estão intimamente relacionados.

Para Young (2001) mistura é uma operação unitária cujo resultado final é um aglomerado, relativamente uniforme, obtido a partir de dois ou mais componentes.

O grau de uniformidade alcançada varia muito nesse tipo de operação industrial. É virtualmente fácil obter uma homogeneidade completa quando os componentes da mistura são líquidos miscíveis ou quando são adicionados sólidos solúveis em líquidos, mas pode ser difícil alcançar um resultado homogêneo quando são misturados dois sólidos, dois líquidos muito viscosos ou misturam-se materiais com grandes variações na densidade, especialmente se a quantidade de um componente é muito pequena se comparada à quantidade do outro material. A eficiência do processo de mistura depende do uso eficiente da energia disponível para gerar o fluxo dos componentes.

No projeto de um equipamento misturador adequado às necessidades específicas do processo incluem-se aspectos importantes como:

- fornecimento de energia adequada à operação;
- tempo apropriado à realização da operação;
- projeto adequado dos mecanismos para introduzir a energia;
- propriedades dos componentes.

Segundo Ortega-Rivas (2003), mistura é uma operação unitária na qual dois ou mais materiais são colocados em contato num espaço comum para que se dispersem uns em relação aos outros, sendo uma das mais antigas e, ao mesmo tempo, menos compreendidas operações unitárias da engenharia.

Essa operação é utilizada em inúmeros setores industriais com a finalidade de reduzir diferenças nas propriedades dos materiais tais como concentração, cor, textura, sabor, entre diferentes partes de um sistema.

Casos de mistura envolvendo materiais na fase fluida são mais frequentemente encontrados e por essa razão mais intensivamente estudados. Apesar da importância da mistura de materiais sólidos particulados em inúmeros processos, trabalhos de projetistas e usuários de equipamentos são ainda relativamente esparsos. É através de estudos em muitos campos específicos, tais como tecnologia dos pós e escoamentos multifásicos, que importantes avanços tem sido feitos no entendimento da mistura de particulados.

A mistura de materiais em forma de pós é mais difícil de definir e avaliar do que a mistura de líquidos, mas algumas medidas quantitativas podem auxiliar na avaliação do desempenho dos equipamentos misturadores. Na prática, contudo, a prova do desempenho de um misturador está nas propriedades do sistema particulado produzido.

Amin et al. (2004) comentam que as operações de mistura são bastante utilizadas em muitos processos industriais e essenciais em inúmeras aplicações envolvendo transformações físicas e químicas. Em consequência, existem interesses industriais fundamentais no acompanhamento e estimativa da qualidade da mistura. Isso é tradicionalmente alcançado através da retirada de amostras da linha de mistura, medindo suas concentrações e então calculando índices de misturas apropriados.

Para Ehrhardt et al. (2005) existe um aumento em variedade de produtos formulados a partir de materiais granulados os quais são lançados por outros inúmeros tipos de indústrias, tais como as de fármacos, de cosméticos, as agroindústrias, de alimentos, de cimento, de cerâmica, de plástico, entre outras. Desse modo, os processos envolvendo partículas em geral e os processos de mistura em particular, são levados a uma luta sem fim contra seus próprios desempenhos. Isso se deve ao fato de que as propriedades finais dos produtos fabricados atualmente são cada vez mais complexas e especialmente porque estes devem satisfazer cada vez mais funções específicas. Pelo fato da engenharia de produto ter se tornado uma ciência que produz suas próprias ferramentas, tanto na área da pesquisa quanto na área

educacional, um produto deve se tornar um “sistema de entrega inteligente” ou um pequeno processo apto a otimizar sua própria ação quando utilizado.

Contudo é de conhecimento geral que misturadores, assim como muitos outros equipamentos que processam materiais particulados, são todos projetados e operados a partir de puro empirismo. De fato, existe importante discrepância entre o refinamento atingido na etapa de formulação e o desenvolvimento do processo apto a fabricar os produtos projetados e desejados.

Em muitos processos industriais a palavra chave, em se tratando de misturadores de pós ou de materiais granulados, é sem dúvida a “reprodutibilidade”, significando que, uma vez o equipamento sendo qualificado e validado a desempenhar determinada função, as condições de operação são fixadas e o custo de qualquer variação nos parâmetros do processo pode inviabilizá-lo. Como exemplo, no campo farmacêutico, uma pequena alteração no processo de mistura pode levar a um procedimento clínico com a finalidade de garantir que o efeito terapêutico não foi alterado. Além disso, o procedimento de retirada de amostras é amplamente contestado, especialmente por causa do número limitado de amostras.

Em outras palavras, o surgimento e o desenvolvimento de produtos que passam por um processo de mistura em alguma etapa de fabricação, não implica que equipamentos que executam essa mistura foram desenvolvidos na mesma medida. Assim, sugere-se maior atenção, pesquisa e desenvolvimento dos equipamentos misturadores como, por exemplo, em sua instrumentação de monitoramento e controle. Deve-se ainda buscar, para cada caso de sistema particulado uma melhor descrição de suas propriedades, sejam elas físicas, químicas ou outras quaisquer.

Van Der Wel (2006) comenta que, independentemente do equipamento misturador avaliado operar de modo contínuo ou por batelada é preferível realizar o procedimento de retirada de amostras quando do seu descarregamento. Dessa maneira todo o volume processado pode ser observado sem a perda de pontos mortos no volume do misturador cuja localização não poderia ser atingida quando amostras são tomadas diretamente do interior do equipamento.

Por causa disso é preferível muitas vezes avaliar toda a mistura ao invés de retirar um número limitado de amostras, embora também em muitos casos isso seja impossível. Normalmente por questões econômicas o número de amostras é limitado. Cuidados também devem ser tomados quando da retirada de amostras em conjunto com algum parâmetro de processo de mistura como, por exemplo, a ação de algum elemento mecânico rotativo do equipamento.

Especialmente misturas de particulados secos, com facilidade de escoamento, são sensíveis a esse tipo de amostragem, pois esses materiais possuem tendência à segregação. Além disso, o número de amostras e o tamanho das amostras são importantes para avaliar a qualidade da mistura.

2.2. Os mecanismos

Passados mais de 40 anos, Lacey (1954) apud Gyenis (1999) já assumia que três mecanismos agem no processo de mistura. Um desses mecanismos é a mistura convectiva na qual existe a transferência de grandes grupos de partículas de um local para outro. Outro mecanismo é a mistura difusiva definida inicialmente como a distribuição de partículas sobre uma superfície recentemente desenvolvida e, sendo mostrado posteriormente que ocorre também no interior do sistema de partículas. Por fim, o mecanismo de cisalhamento que é o estabelecimento de planos de deslizamento de partículas no interior da mistura.

Operações de mistura reais são mais complexas, pois na maioria dos equipamentos misturadores mais de um mecanismo ocorre simultaneamente. Considerando esses conceitos, deve ser enfatizado que principalmente os mecanismos convectivos e de cisalhamento não podem ser totalmente separados um do outro. A convecção, especialmente em sistemas de partículas densas, sempre causa cisalhamento entre regiões adjacentes movendo-se com velocidades diferentes, e vice-versa. Cisalhamento não pode existir sem deslocamentos relativos, ou seja, convecção. Naturalmente, a relação entre eles depende das propriedades dos materiais envolvidos e em condições reais do sistema de partículas.

O mecanismo de mistura de partículas do tipo difusivo é análogo à difusão molecular, que ocorre em fluidos, com respeito ao movimento aleatório desses sólidos. Essa analogia não é sem falha, pois além da grande diferença entre seus tamanhos e propriedades físicas, a diferença crucial é que a difusão molecular acontece espontaneamente enquanto as partículas sólidas recebem energia para movimentar-se. Em alguns sistemas o movimento aleatório de grupos de partículas também pode ocorrer junto com sua dispersão e combinação, analogamente à dispersão turbulenta em fluidos.

Mecanismos de mistura difusivo e convectivo-cisalhante também podem agir em conjunto, ocorrendo simultaneamente em determinadas regiões do misturador ou por todo o volume de partículas. O cisalhamento e a difusão podem causar segregação enquanto a convecção geralmente age ao contrário, ou seja, auxiliando a mistura.

Como existe uma relativa simplicidade na construção desse tipo de equipamento a variedade produzida e pesquisada é bastante ampla, diferindo entre si por algum detalhe.

Apesar do grande número de tipos de projetos existentes, a maioria dos misturadores pode ser classificada de acordo com o mecanismo produzido nas partículas ou movimento dos misturadores.

Revisando a literatura, Fan et al. (1970) se depararam com os três mecanismos fundamentais para a mistura. A convecção, que é a transferência de grupos de partículas adjacentes de um local a outro, sendo caracterizado pelo movimento de blocos de partículas dentro do sistema. O sistema é subdividido em grupos que se deslocam relativamente uns aos outros e tem seus tamanhos reduzidos ao longo do processo. Esse movimento relativo cria áreas de contato entre as diferentes espécies e conduz a uma mistura em larga escala.

A difusão, que é a distribuição de partículas sobre uma nova superfície desenvolvida, como nos misturadores tipo tambor rotativo e sendo o movimento individual das partículas o que assegura a mistura em pequena escala.

O cisalhamento ou também chamada de difusão-convecção, pois é considerado como uma combinação dos dois mecanismos anteriores. Uma ação mecânica deve ser imposta e a mistura ocorre pelo deslizamento de planos de partículas no interior da mistura.

Harnby (1985), levando em conta o mecanismo de mistura do material, resumiu a classificação dos equipamentos misturadores em quatro grandes grupos:

- tipo tambor rotativo;
- tipo convectivo;
- tipo fluxo por gravidade;
- tipo leito fluidizado.

Poux et al. (1991), revendo a literatura, encontraram aproximadamente as mesmas classificações anteriores, apenas diferindo das demais pela proposta de classificação segundo os grupos citados a seguir:

- corpo móvel;
- corpo fixo e pás internas móveis;
- leito fluidizado.

Nas operações de mistura, todo tipo de misturador tem um modo de ação predominante, mas os três modos normalmente ocorrem simultaneamente com maior ou menor intensidade. A convecção pode ser comparada ao movimento turbulento dos líquidos e a difusão é um movimento semelhante à difusão molecular. Essas analogias devem ser feitas apenas em escala macroscópica.

Foi observado que a mistura de partículas sólidas diferem da mistura de líquidos em alguns aspectos de acordo com Poux et al. (1991). O movimento de difusão não é equivalente para sistemas gasosos, líquidos e particulados. No caso de sólidos não existe movimento relativo de partículas sem a adição de energia na mistura. Componentes de uma mistura de partículas usualmente não possuem as mesmas propriedades e diferem nas características físicas. A mistura de tais componentes pode produzir segregação o que evita a formação de um produto final adequado. Em sistemas líquidos, a segregação é atribuída aos elementos fluidos com diferentes densidades e isso desaparece com a melhor distribuição aleatória possível dentro do sistema.

Wightman et al. (1998) apresentaram os mecanismos de mistura do material particulado no interior de um misturador tipo tambor rotativo, mostrados na Fig. (2). Em relação à movimentação do material no interior do equipamento pode-se ter desde um simples deslizamento até a completa centrifugação do material. As situações extremas não contribuem para uma mistura adequada, ou seja, isso é alcançado nas situações intermediárias principalmente, com movimentos de rolamento, tipo cascata e tipo catarata.

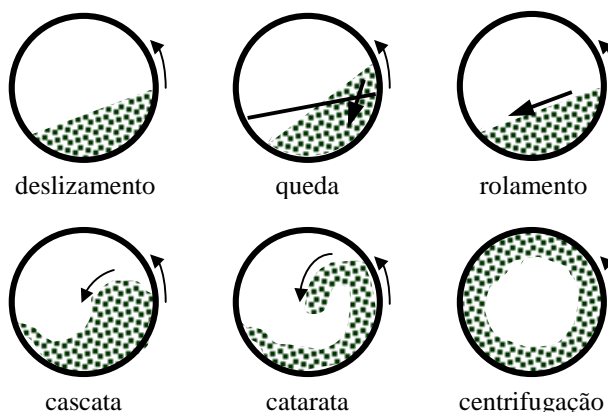


Figura 2. Modos de movimentação de partículas em cilindro rotativo. Fonte: Wightman et al. (1998).

2.3. Equipamentos

Fan et al. (1970) encontraram equipamentos misturadores classificados em dois grandes grupos:

- segregativos, que operam com uma combinação de difusão e cisalhamento;
- não segregativos, cujo mecanismo predominante é a convecção.

Essa classificação não é adequada uma vez que a maioria dos equipamentos produz algum tipo de segregação dependendo das partículas a serem processadas.

Em relação às características construtivas dos misturadores é necessário observar: dimensão física, exigência de fundação, necessidade de equipamento auxiliar, potência exigida, facilidade de enchimento e/ou esvaziamento, facilidade de limpeza, disponibilidade de material de construção, finalidade, manipulação e contaminação do produto, segurança de operação e flexibilidade para diferentes condições de operação.

Quanto às características de mistura, os seguintes fatores devem ser considerados: precisão da mistura, reprodução dos resultados, tempo de mistura, tipo de mistura exigida, tendência a segregar, tendência a danificar o produto, tendência a elevar a temperatura, adequação à adição de líquidos, quantidade a ser misturada e processo intermitente ou contínuo.

É possível encontrar desempenhos semelhantes entre os vários equipamentos e quando isso acontece o fator custo é decisivo. Quanto aos fatores de custos envolvidos nesse tipo de processo, são destacados os seguintes aspectos: custo do equipamento principal, custo do equipamento auxiliar, custo da mão-de-obra e custos operacionais como, potência instalada, depreciação e manutenção.

Como é possível notar existe a necessidade de um compromisso entre os vários aspectos que influem no processo, e é preciso realizar um levantamento prévio dos produtos a serem misturados, do produto final e dos equipamentos disponíveis para uma decisão mais acertada possível. Apenas uma característica isolada não é parâmetro para a escolha adequada e o resultado será no mínimo duvidoso se tal fato ocorrer.

O conhecimento e estudo contínuo dos mecanismos, equipamentos e aplicações envolvendo o processo de mistura de material sólido granulado afetam as tarefas cotidianas daqueles que, direta ou indiretamente, dependem dos mesmos. Setores industriais como os de fármacos, alimentícios, metalúrgicos, cosméticos, químicos, entre outros, possuem em seus quadros profissionais que lidam com esse tipo de processo, diretamente ligados à qualidade do produto final.

2.4. A qualidade

Para Ehrhardt et al. (2005), a definição estatística do desvio padrão ou da variância, comumente usados na prática industrial pode ser utilizada no caso se estimar a qualidade de uma mistura com amostragem aleatória. Contudo, o problema principal nessa análise global está no fato conhecido no qual duas estruturas diferentes podem se equivaler em relação aos mesmos critérios para verificar a intensidade de segregação. A Fig. (3) ilustra essa idéia a qual tem um senso prático no contexto do processo de mistura, principalmente no ramo farmacêutico.

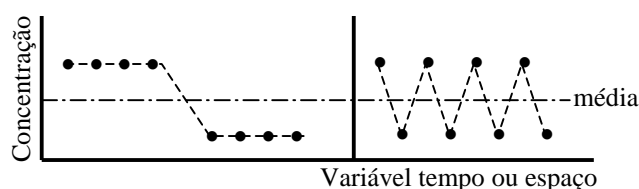


Figura 3 – Duas misturas de idênticos estados de macro-misturas podem exibir diferentes estruturas de micro-misturas que podem resultar em produtos de diferentes qualidades e efeitos. Fonte: Ehrhardt et al. (2005).

É possível avaliar a qualidade da mistura de um sistema particulado com vários componentes em bases quantitativas através dos seus estados de mistura. São importantes no processo os estados de mistura a seguir:

- estado não misturado ou segregado;
- estado real da mistura;
- estado aleatório da mistura;
- estado ideal da mistura.

O estado não misturado ou segregado é observado imediatamente após o carregamento do equipamento misturador com os componentes que sofrerão o processamento. Uma vez que nenhuma operação de mistura foi realizada uma amostra de um sistema binário, por exemplo, deverá consistir de um componente (A) ou do componente (B). O desvio padrão ou variância é definido com uma função da fração de um dos componentes na mistura (p), Eq. (1).

$$\sigma_0^2 = p(1 - p) \quad (1)$$

Uma vez realizada a operação surge o estado real da mistura onde são tomadas (n) amostras do produto no interior do equipamento ou no seu descarregamento. O desvio padrão ou variância na concentração (x) de um dos componentes é definido pela Eq. (2)..

$$\sigma_m^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (x_j - \bar{x})^2 \quad (2)$$

onde

(\bar{x}) é a concentração média desse componente em (n) amostras.

O estado aleatório da mistura é o objetivo que na prática é procurado para a maioria das aplicações do processo de mistura. Esse estado pode ser representado pela Eq. (3).

$$\sigma_\infty^2 = \frac{p(1 - p)}{z} \quad (3)$$

onde

(z) é o número de partículas na amostra.

Alternativamente, o estado aleatório da mistura pode ser escrito pela equação (4) em função do peso de uma única partícula e da massa total da amostra.

$$\sigma_{\infty}^2 = \frac{w_p [p(1-p)]}{m} \quad (4)$$

onde

(w_p) é o peso de uma única partícula da amostra.

(m) é a massa total da amostra.

2.5. Grau de mistura

É esperado que, no início do processo de mistura, pequenas amostras tomadas em diversos pontos de um leito de material depositado no equipamento contenham quase a totalidade de um ou outro componente. Portanto a composição como função da localização das amostras no interior do equipamento deve ser bastante desigual.

Com o prosseguimento da operação, as composições das amostras tomadas, naquelas mesmas posições anteriores devem tornar-se mais uniformes. Idealmente, quando o processo é completado todas as amostras devem conter o mesmo percentual de cada componente daquela proporção que foi inicialmente colocada no equipamento misturador no seu carregamento.

Poux et al. (1991) apresentaram vários índices de mistura, mas alguns deles são de difícil interpretação enquanto outros são mais práticos. Alguns desses índices (M_i) práticos propostos são mostrados nas equações (5) até (9).

$$M_1 = \frac{\sigma_m - \sigma_{\infty}}{\sigma_0 - \sigma_{\infty}} \quad (5)$$

$$M_2 = \frac{\log \sigma_m - \log \sigma_{\infty}}{\log \sigma_0 - \log \sigma_{\infty}} \quad (6)$$

$$M_3 = \frac{\sigma_m^2 - \sigma_{\infty}^2}{\sigma_0^2 - \sigma_{\infty}^2} \quad (7)$$

$$M_4 = 1 - \frac{\sigma_m}{\mu} \rightarrow \mu = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_{i,m} \quad (8)$$

$$M_5 = \sqrt{\frac{\log \sigma_m^2 - \log \sigma_{\infty}^2}{\log \sigma_0^2 - \log \sigma_{\infty}^2}} \quad (9)$$

onde

(σ_0) é o desvio padrão no tempo $t = 0$.

(σ_m) é o desvio padrão no tempo t_m .

(σ_{∞}) é o desvio padrão de uma amostra “completamente aleatória”.

(μ) é a concentração média das amostras.

3. MATERIAL E MÉTODOS

Para avaliação dos índices de qualidades indicados neste trabalho foram utilizados os resultados obtidos por Okada (1997) que estudou a mistura de sólidos granulados, cloreto de sódio e areia, com diâmetros médios de 0,225mm e 0,300mm, respectivamente. A Fig. (4) mostra, esquematicamente, o equipamento para mistura e as posições para coleta das amostras.

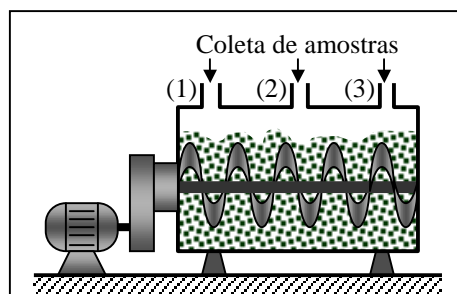


Figura 4 – Equipamento e as posições para coleta. Fonte: Okada (1997).

A quantidade total de material introduzida no equipamento para cada ensaio foi de 4kg, dividida igualmente entre os componentes. O equipamento utilizado foi um misturador experimental, em aço inoxidável, dotado de pás do tipo helicoidal, operando em rotações de 60, 120 e 350rpm. O tempo para a realização de cada operação de mistura foi de

420s. Em intervalos de tempo previamente definidos, 30s, foram retiradas amostras através de sondas, dotadas de cavidade coletoras, introduzidas em três posições ao longo do corpo do equipamento. As posições de retirada de amostras foram designadas de (1), à esquerda do equipamento, (2), a central e (3), localizada a direita. As amostras foram avaliadas em relação às concentrações em massa dos componentes da mistura através de processo de separação por diluição do cloreto de sódio, posteriormente filtração e secagem.

4. RESULTADOS

Os resultados apresentados foram obtidos a partir dos dados fornecidos em Okada (1997) e aplicando-os para a obtenção dos índices de mistura indicados nas equações (5) até (9) como M_1 , M_2 , M_3 , M_4 e M_5 .

Fig. (5) estão representados os resultados dos índices de qualidades nas posições (1), (2) e (3) para uma mistura de cloreto de sódio e areia, realizada no equipamento dotado de um rotor tipo helicoidal com uma rotação de 60rpm.

É possível constatar diferenças importantes entre os índices de qualidade propostos em relação ao andamento do processo uma vez que alguns índices possuem comportamento oposto a outros. Quanto ao processo de mistura verifica-se uma não uniformização ao longo do tempo observando as tendências dos índices. Isso indicou que ao longo do corpo do equipamento misturador, ou seja, posições (1), (2) e (3), existem diferenças significativas nas concentrações dos materiais. Observando o comportamento dos índices M_2 , M_4 e M_5 na posição (1) a melhor avaliação, índice M_4 , está próxima da unidade enquanto que a pior avaliação, índice M_2 , está próxima de 0,70. Na posição (2) é notada uma proximidade nos índices M_2 e M_4 enquanto que na posição (3) a proximidade é entre os índices M_4 e M_5 .

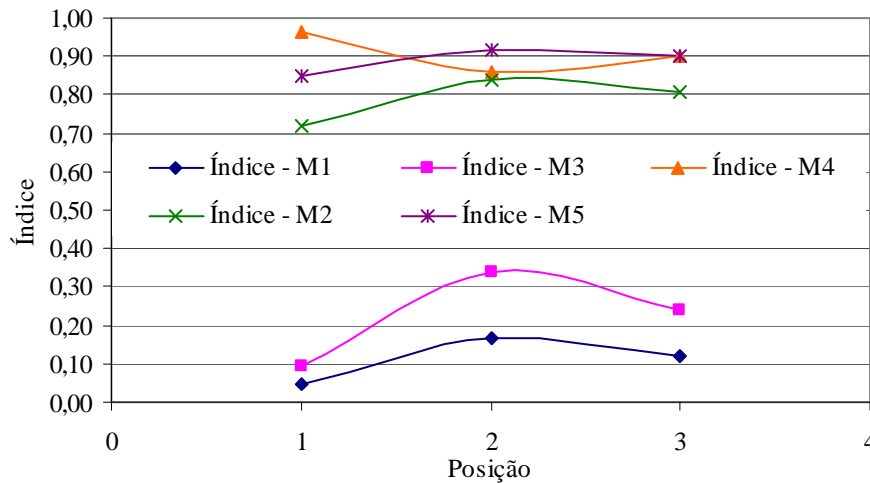


Figura 5 – Índices de qualidade de mistura, M_1 , M_2 , M_3 , M_4 e M_5 , para uma rotação de 60rpm.

Os índices M_1 e M_3 também mostraram que o processo não produziu uma mistura uniforme ao longo do equipamento, mas de maneira diferente dos índices anteriores. Para a posição (1) ambos se aproximaram de zero, mas entre si ainda persiste uma pequena diferença. Na posição (2) é observado um distanciamento entre os índices M_1 e M_3 , o mesmo ocorrendo em relação à posição (3), indicando uma piora na qualidade da mistura produzida.

A Fig. (6) apresenta os resultados dos mesmos índices de qualidades para a mesma mistura de cloreto de sódio e areia.

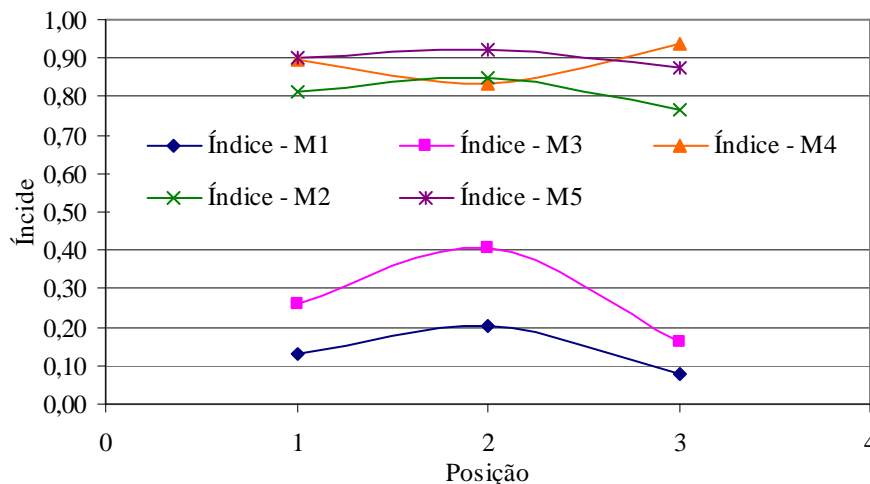


Figura 6 – Índices de qualidade de mistura, M_1 , M_2 , M_3 , M_4 e M_5 , para uma rotação de 120rpm.

Essa operação de mistura foi realizada no mesmo equipamento misturador, para uma rotação, agora de 120rpm e mesma carga e proporções para cada componente.

O tempo total para o experimento foi o mesmo e as amostras foram retiradas nos mesmos intervalos de tempo e posições. Nesse experimento os índices de qualidade propostos indicaram tendência de comportamento semelhante aos anteriores, mas pontualmente diferentes. Na posição (1) os índices M_2 , M_4 e M_5 se aproximaram, mas ainda com diferenças em relação ao processo de mistura. Os índices M_1 e M_3 por sua vez se afastaram em relação ao experimento anterior.

Na posição (2) os índices M_2 e M_4 indicam mesma qualidade enquanto o índice M_5 mostrou qualidade melhor em relação a esses dois índices. Nessa mesma posição M_1 e M_3 se distanciaram, indicando que a qualidade da mistura não é tão adequada quanto a mostrada nos índices M_2 , M_4 e M_5 .

Para a posição (3) ocorreu o mesmo que na posição (1) do experimento a 60rpm, ou seja, o melhor indicador, índice M_4 , está mais próximo da unidade enquanto que a pior avaliação, índice M_2 , está próxima de 0,80. O mesmo comportamento observado para os índices M_1 e M_3 no experimento a 60rpm na posição (1) foi notado para 120rpm na posição (3), com pequena diferença.

Os resultados mostrados na Fig. (7), experimento realizado a 350rpm, repetem as mesmas tendências anteriores dos índices de qualidades, ou seja, os índices M_2 , M_4 e M_5 mostraram comportamento com tendência para o valor unitário enquanto os índices M_1 e M_3 mostram tendências que indicam misturas mais adequadas na direção do zero da escala.

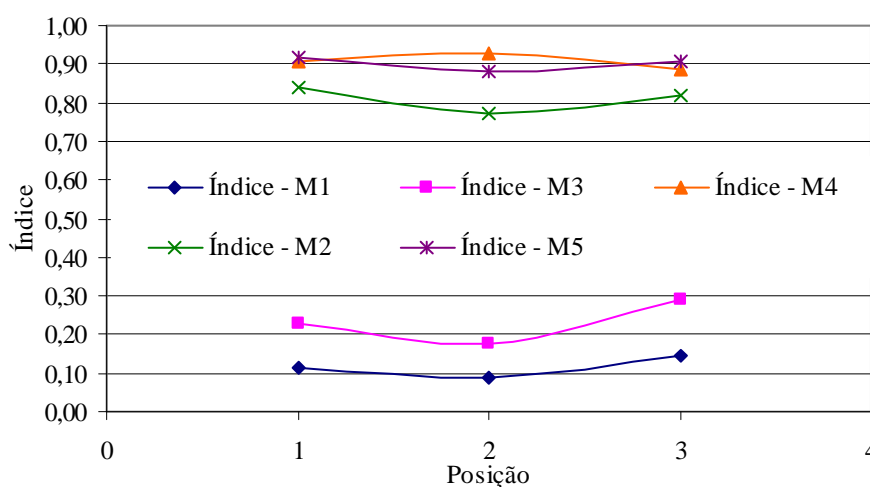


Figura 7 – Índices de qualidade de mistura, M_1 , M_2 , M_3 , M_4 e M_5 , para uma rotação de 350rpm.

Observam-se diferenças no comportamento dos índices de qualidade mostrados nas figuras 5 e 6 em relação aos apresentados na Fig. (7). Neste caso M_4 e M_5 mostram praticamente os mesmos comportamentos em todas as posições de coleta enquanto que o índice M_2 se distanciou dos demais.

Quanto aos índices de qualidade M_1 e M_3 mantiveram-se com tendência de comportamento semelhante entre si, mas com diferenças importantes nos valores absolutos como pode ser observado.

5. CONCLUSÕES

Os índices para avaliar a qualidade de uma mistura de sólidos na forma particulada são importantes nas diversas áreas de aplicações, pois indicam o estado da mistura alcançado em determinado processo produtivo. Por outro lado torna-se necessário uma padronização nos procedimentos e principalmente na eleição daquele índice pelo qual será feita a avaliação de um determinado produto, pois como pode ser constatado, na mesma posição de coleta a interpretação sobre a qualidade da mistura obtida apresenta diferenças importantes, conduzindo a erros na avaliação do produto final.

Foram apontadas discrepâncias entre os índices, tanto em relação ao comportamento geral, ou seja, um grupo tende para um valor unitário enquanto outro grupo tende para direção do valor zero, quanto para valores de um mesmo grupo de índices, ou seja, o grupo formado pelos índices M_2 , M_4 e M_5 e pelo grupo formado pelos índices M_1 e M_3 .

Nesse conjunto de experimentos não foi possível verificar claramente a influência das diferentes rotações no processo de mistura sendo necessários estudos adicionais para avaliar a verdadeira participação da rotação ou de outros parâmetros que possam interferir na qualidade da mistura dos materiais envolvidos.

Os índices são, certamente, indicadores para a qualidade da mistura obtida, mas é necessário desenvolver estudos mais aprofundados para eleger qual, ou quais, desses índices melhor avalia o produto dessa operação.

Finalmente, deve-se trabalhar no sentido de estabelecer critérios e procedimentos mais confiáveis quando se trata com material na forma de grânulos ou pó e com o processo de mistura dos mesmos.

6. REFERÊNCIAS

- Amin, M. H. G., Hall, L. D., Wang, W. and Ablett, S., 2004, "In situ quantification of the index of mixing in a single-screw extruder by magnetic resonance imaging", *Measurement Science and technology*, No. 15, pp.1871-1876.
- Clump, C. W., 1967, "Mixing of Solids". In: Uhl, V. M. e Gray, J. B., "Mixing, Theory and Practice", Academic Press, New York.
- Danckwerts, P. V., 1953, "Theory of Mixtures and Mixing", *Science and Its Application in Industry*, No. 9, pp.355-361.
- Ehrhardt, N., Montagne, M., Berthiaux, H., Dalloz-Dubrujeaud, B. and Gatamel, C., 2005, "Assessing the homogeneity of powder mixtures by on-line electrical capacitance", *Chemical Engineering and Processing*, Vol. 44, No. 44, pp. 303-313.
- Fan, L. T., Chen, S. J. e Watson, C. A., 1970, "Solids Mixing", *Industrial and Engineering Chemistry*, No. 7, pp.53-69.
- Fan, L. T., Chen, Y., 1990, "Recent Developments in Solids Mixing", *Powder Technology*, No. 61, pp.255-286.
- Gourdon, J., Charonnat, Y. and Robin, P., 1988, "Évaluation par échantillonnage des procédés de mélange de grains", *Bulletin Liaison Laboratoire des Ponts et Chaussées*, No. 153, pp.117-121.
- Gyenis, J., 1999, "Assessment of mixing mechanism on the basis of concentration pattern", *Chemical Engineering and Processing*, No. 38, pp.665-674.
- Harnby, N., 1985, "Characterization of powder mixtures", In: Harnby, N., Edwards, M. F., Nienow, A. W., "Mixing in the process industries", Butterworths, London.
- Okada, A., 1997, "Influência da geometria e da rotação do rotor sobre o desempenho de um misturador helicoidal", Tese de doutorado – Universidade Estadual Paulista – Faculdade de Ciências Agrônômicas do Campus de Botucatu, pp. 116.
- Ortega-Rivas, E., 2003, "Handling and Processing of Food Powders and Particles". In: Onwulata, C. I. and Konstance E, R. P., *Encapsulated and Powdered Foods*, CRC Taylor&Francis.
- Poux, M., Fayolle, P., Bertrand, J., Bridoux, J. and Bousquet, J., 1991, "Powder mixing: some practical rules applied to agitated systems", *Powder Technology*, No. 68, pp.213-234.
- Vaizoglu, O., 1999, "Assessment of the degree of Mix of Powder Mixtures", *Turkey Journal of Physics*, No. 23, pp.97-104.
- Van Der Wel, P., 2006, "Powder mixing", www.hosokawamicron.com/web/hmbv/POWDERMIXINGENG.PDF.
- Wightman, C., Muzzio, F. J., 1998, "Mixing of granular material in a drum mixer undergoing rotational and rocking motions. I. Uniform particles", *Powder Technology*, No. 98, pp.113-124.
- Young, G., 2001, "Mixing Operations", Educational Resource for Particle Technology, Disponível em <<http://www.erpt.org/014Q/youa-00.htm>>. Acesso em: set. 2008.

7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo conteúdo do material impresso incluído no seu trabalho.

INDICATORS OF QUALITY OF THE SOLIDS PARTICULATE MIXING

Geraldo Luiz Palma, gpalma@feb.unesp.br¹

Augusto Ronchi Junior, ronchi@feb.unesp.br¹

¹Universidade Estadual Paulista – UNESP, Av. Luiz Edmundo C. Coube 14–01, CEP 17033–360, Bauru, SP.

Abstract: *Solid materials shaped as granulated, particles or powder, are widely used in many productive processes on manufacturing of cleaning, hygienic, food, medicine, among others products, representing thousands of articles available to the contemporary consumption society. At the same time, there are only a few and many times clashing information about such processes and thus, this technology remains private to the major manufacturers, although sometimes even these do not know the best mixing processes and equipments, not to mention the means to achieve the quality optimization to get the final product within the standards. The goal of this paper was to research the quality parameters of the mixing, nowadays found in most of the applications and it was found out that these indicators have a relationship to the statistical analysis of the collected samples. It was found, as well, at the literature that many statistical procedures are available to point out the optimal mixing. In order to establish the mixing level, specific studies are necessary from the samples gained during the mixing operation. Some of these parameters were evaluated in a mixing process of particulate material, to previously data gained from accomplished experiments. The most suitable way to characterize one product, which is result of a mixing, is how much this one produces the expected characteristics of the final product. In order to achieve a better utility and usefulness, the parameters of the mixing level must be correlated with the final product characteristics and it must be feasible their quick and easy determination. Furthermore, those indicators must represent the uniformity variation at the mixing core and be valid for a large number of materials. It was observed that were found large variations at the indicators, showing the necessity of further research in order to improve and establish more accurate and reliable criteria on the evaluation of a particulate materials mixing.*

Keywords: *powder mixing, particulate, mixing quality.*