



UNIVERSIDADE FEDERAL DA FRONTEIRA SUL

CAMPUS LARANJEIRAS DO SUL

PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

RAQUEL BORIN

**FORÇA DE ADESÃO ENTRE O LEITE EM PÓ E O AÇO INOXIDÁVEL
UTILIZANDO A TÉCNICA CENTRÍFUGA**

LARANJEIRAS DO SUL

2020

RAQUEL BORIN

**FORÇA DE ADESÃO ENTRE O LEITE EM PÓ E O AÇO INOXIDÁVEL
UTILIZANDO A TÉCNICA CENTRÍFUGA**

Dissertação de Mestrado apresentada como requisito para
obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de
Alimentos da Universidade Federal da Fronteira Sul.

Orientador: Prof. Dr. Marcos Alceu Felicetti

Laranjeiras do Sul

2020

Bibliotecas da Universidade Federal da Fronteira Sul - UFFS

Borin, Raquel

FORÇA DE ADESÃO ENTRE O LEITE EM PÓ E O AÇO
INOXIDÁVEL UTILIZANDO A TÉCNICA CENTRÍFUGA / Raquel

Borin. -- 2020.

77 f.:il.

Orientador: DOUTOR Marcos Alceu Felicetti

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal da
Fronteira Sul, Programa de Pós-Graduação em Ciência e
Tecnologia de Alimentos, Laranjeiras do Sul, PR, 2020.

1. FORÇA DE ADESÃO. 2. TÉCNICA CENTRÍFUGA. 3. ADESÃO
PARTÍCULA SUPERFÍCIE. 4. FORÇA DE COMPRESSÃO. 5. FORÇA
DE DESCOMPRESSÃO. I. Felicetti, Marcos Alceu, orient.
II. Universidade Federal da Fronteira Sul. III. Título.

RAQUEL BORIN

**FORÇA DE ADESÃO ENTRE O LEITE EM PÓ E O AÇO INOXIDÁVEL
UTILIZANDO A TÉCNICA CENTRÍFUGA**

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-Graduação *Stricto sensu*, da Universidade Federal da Fronteira Sul – UFFS, para obtenção do título de Mestra em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Este trabalho de conclusão de curso foi defendido e aprovado pela banca em:

27 / 01 / 2020

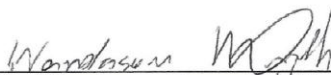
BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. Marcos Alceu Felicetti (UFFS – presidente/orientador)



Prof. Dr. Alexandre Manoel dos Santos (UFFS – 1º membro)



Prof. Dr. Wanderson Gonçalves Wanzeller (UFFS – 2º membro)

Prof. Dr. Thiago Bergler Bitencourt (UFFS – suplente)

AGRADECIMENTOS

A Deus, pelo dom da vida e pelo amor incondicional.

Ao meu esposo Gustavo por todo o apoio, amor e incentivo durante esta caminhada. Agradeço pelo auxílio no desenvolvimento deste trabalho e pelo companheirismo na vida. Sem você eu não teria chegado até aqui, amo você incondicionalmente!

Aos meus pais Adair e Noemi e minha irmã Vanessa por todo amor e aprendizado que me forneceram ao longo da vida. Grande parte do que sou hoje devo a vocês, muito obrigada por tudo, amo vocês!

Ao Professor Dr. Marcos Alceu Felicetti por me orientar, pela disponibilidade e pelo conhecimento repassado, por acreditar no meu trabalho e por me incentivar.

Aos Professores da Banca, Professor Dr. Alexandre Manoel dos Santos e Professor Dr. Wanderson Gonçalves Wanzeller pela disponibilidade em participar da avaliação deste trabalho e pelas valorosas contribuições.

Aos Professores e amigos Vânia e Vinicius que além da amizade e incentivo auxiliaram também na execução do trabalho e tratamento dos discos.

Aos amigos e compadres Cleiton pela amizade e companheirismo e a Andressa pela amizade, pelo carinho e principalmente por ser um exemplo de dedicação à vida acadêmica. Vocês dois são um presente de Deus em nossas vidas.

Aos amigos, compadres e irmãos Rafael e Janaína pela amizade, pelos momentos de alegria, de desabafos e de reflexão, pelo incentivo constante e por nos permitirem fazer parte da vida de vocês.

As colegas de mestrado em especial, Gabriela, Karina e Maiara pela amizade, por compartilhar momentos bons e não tão bons e pelo auxílio durante as disciplinas.

A Universidade Federal de São Carlos - UFSCAR pelo auxílio na construção do aparato para realização dos experimentos.

A Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP pela realização das análises de caracterização do leite em pó.

A Universidade Federal da Fronteira Sul, ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos e aos Professores do programa pela oportunidade de qualificação e pelo conhecimento adquirido.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi avaliar a adesão de partículas de leite em pó sobre uma superfície de aço inox utilizando a técnica centrífuga. Para tal finalidade, foi investigado a influência do tamanho das partículas do material orgânico e da velocidade de compressão sobre a força de adesão partícula-substrato. Nos ensaios experimentais, partículas de leite em pó foram dispersas sob vácuo sobre a superfície do disco de aço inox. Na aplicação da técnica centrífuga é avaliada as forças de compressão (*press-on*) e de desprendimento (*spin-off*) das partículas sobre a superfície do substrato. Para isso, foram variadas as velocidades angulares de compressão em 1000, 5500 e 10000 rpm e as velocidades angulares de desprendimento em 2000, 4000, 6000, 8000 e 10000 rpm. As faixas de diâmetro estudadas para as partículas de leite em pó foram 20 - 40, 40 - 60 e 60 - 80 μm . Após a aplicação da velocidade angular de compressão (*press-on*) foi realizado a contagem das partículas de leite em pó aderidas na superfície de aço inox a partir de imagens fotografadas por uma câmera digital com auxílio de microscópio. Cada imagem foi analisada em um *software* de análise de imagens (Image-Pro Plus 6.0). Em seguida, os discos retornaram à centrífuga para aplicação da velocidade angular de *spin-off* para as diferentes velocidades de rotação respeitando a ordem crescente. Após cada velocidade rotacional de desprendimento, foi realizada a contagem do número de partículas remanescentes. A partir dos dados obtidos pela análise de imagens foi possível determinar a força de adesão. Os resultados obtidos mostraram que as partículas de diâmetro médio menor tenderam a permanecer mais aderidas a superfície do disco do que as partículas de maior diâmetro médio. O aumento da velocidade angular de compressão aumentou a aderência das partículas na superfície do substrato. O leite em pó obedeceu a uma distribuição log-normal de porcentagens de partículas aderidas em função da força de adesão, e assim foi possível calcular a mediana geométrica da força de adesão. Foi verificado que a força de adesão aumentou com o aumento do tamanho das partículas e com o aumento da velocidade angular de *press-on*. A maioria dos valores obtidos para a distância de separação efetiva mantiveram-se constantes em relação a variação ao tamanho da partícula e reduziram com o aumento da força de compressão. Os valores da força de adesão experimentais foram comparados com valores calculados por meio de modelos matemáticos: teórico de Derjaguin-Müller-Toporov, obtido por ajustes aos dados experimentais e por meio de planejamento experimental. De forma geral, os valores resultantes dos três modelos matemáticos não se aproximaram dos valores da força de adesão experimentais, possivelmente devido a características das partículas não avaliadas pelos modelos, como a deformação elástica

conforme aumento das forças de compressão. Por fim, foi verificado a influência direta da variação da velocidade angular de compressão e do diâmetro médio das partículas na força de adesão do leite em pó em uma superfície de aço inox.

Palavras-chave: Força de adesão. Técnica centrífuga. Adesão partícula-superfície. Força de Compressão. Força de Descompressão.

ABSTRACT

The objective of this work was to evaluate the adhesion force between powdered milk particles and stainless steel surface using centrifugal technique. For this purpose, the influence of the particle size of the organic material and the compression speeds on the particle-substrate adhesion force was investigated. In the tests, powdered milk particles were dispersed under vacuum on the surface of the stainless steel disc. In the application of the centrifugal technique is evaluated press-on and spin-off forces of the particles on the substrate surface. For this, the press on were varied in 1000, 5500 and 10000 rpm and the spin off in 2000, 4000, 6000, 8000 and 10000 rpm. The diameter ranges studied for the powdered milk particles were 20-40, 40-60 and 60-80 μm . After applying press-on speeds, the powdered milk particles adhered to the stainless steel surface were counted from images photographed by a digital camera with microscope aid. Each image was analyzed using an image analyzer software (Image-Pro Plus 6.0). Then, the discs returned to the centrifuge to apply the spin-off for the different rotation speeds respecting the ascending order. After each rotational spin off speeds, the number of remaining particles was counted. From the data obtained by the image analysis it was possible to determine the adhesion force. The results showed that particles of smaller average diameter tended to remain more adhered to the disk surface than particles of larger average diameter. Increasing angular compression speeds increased particle adhesion to the substrate surface. The milk powder obeyed a log-normal distribution of percentages of adhered particles as a function of adhesion force, and thus it was possible to calculate the geometric median of adhesion force. It was found that adhesion force increased with increasing particle size and increasing press-on speeds. Most of the values obtained for the distance effective separation remained constant in relation to the variation in particle size and decreased with increasing compression strength. The values of experimental adhesion force were compared with values calculated by mathematical models: theoretical Derjaguin-Müller-Toporov, obtained by adjustments to experimental data and by experimental planning. In general, the values obtained by the three mathematical models did not approximate the values of the experimental adhesion force, possibly due to particle characteristics not evaluated by the models, such as elastic deformation as the compression forces increase. Finally, it was verified the influence of the press on speeds and the average particle diameter on the adhesion force of the powdered milk on a stainless steel surface.

Keywords: Adhesion force. Centrifugal technique. Particle-surface adhesion. Press on. Spin off.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Diagrama representativo da força de Van der Waals.....	15
Figura 2.2 – Perfil da superfície microscópica de dois corpos no momento do contato.....	16
Figura 2.3 – Força de adesão devido a um filme líquido.....	18
Figura 2.4 – Esquema das etapas da força de capilaridade.....	18
Figura 2.5 – Esquema simplificado do processo de secagem do leite.....	20
Figura 2.6 - Diagrama da força de <i>press-on</i> e de <i>spin-off</i> de uma partícula aderida a um substrato.....	24
Figura 2.7 – Contato entre uma esfera elástica (1) e uma superfície plana (2).....	28
Figura 3.1. – Tubo e adaptador para acomodação do disco de prova na centrífuga.....	30
Figura 3.2 – Conjunto câmara de dispersão e bomba de vácuo.....	31
Figura 3.3 – Centrífuga marca Hettich, modelo Rotina 380.....	31
Figura 3.4 – Conjunto microscópio/câmera para a captura de imagens.....	31
Figura 3.5 – Análise de imagem pelo <i>software</i> Image Pro Plus 6.0.....	35
Figura 4.1 – Microscopia eletrônica de varredura do leite em pó.....	40
Figura 4.2 – Distribuição granulométrica do leite em pó obtida no Horiba, do DEMA – UFSCar.....	42
Figura 4.3 - Porcentagem de partículas de leite em pó aderidas na superfície do substrato de aço inox em função da velocidade angular de desprendimento para compressão de 1000 rpm.....	44
Figura 4.4 - Porcentagem de partículas de leite em pó aderidas na superfície do substrato de aço inox em função da velocidade angular de desprendimento para compressão de 5500 rpm.....	45
Figura 4.5 - Porcentagem de partículas de leite em pó aderidas na superfície do substrato de aço inox em função da velocidade angular de desprendimento para compressão de 10000 rpm.....	45
Figura 4.6 – Porcentagem de partículas aderidas em função da força de adesão para a compressão de 1000 rpm.....	47
Figura 4.7 – Porcentagem de partículas aderidas em função da força de adesão para a compressão de 5500 rpm.....	48

Figura 4.8 – Porcentagem de partículas aderidas em função da força de adesão para a compressão de 10000 rpm.....	48
Figura 4.9 - Porcentagem de partículas aderidas em função da força de adesão para a faixa de diâmetro de 20 a 40 μm	50
Figura 4.10 - Porcentagem de partículas aderidas em função da força de adesão para a faixa de diâmetro de 40 a 60 μm	50
Figura 4.11 - Porcentagem de partículas aderidas em função da força de adesão para a faixa de diâmetro de 60 a 80 μm	51
Figura 4.12 – Força de adesão experimental em função do diâmetro da partícula de leite em pó para o substrato de aço inoxidável após aplicada a força de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.....	53
Figura 4.13 – Distância de separação efetiva entre as partículas de leite em pó e a superfície do substrato de aço inoxidável após aplicada a força de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.....	56
Figura 4.14 – Força de adesão em função do diâmetro médio das partículas de leite em pó, para a força de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.....	59
Figura 4.15 – Força de adesão em função da velocidade angular de compressão, para os diâmetros das partículas de leite em pó nas faixas granulométricas de 20 - 40, 40 - 60 e 60 - 80 μm	60
Figura 4.16 – Diagrama de Pareto dos efeitos do planejamento experimental para a resposta da força de adesão em função da faixa de granulometria das partículas de leite em pó e da velocidade angular de compressão.....	64
Figura 4.17 – Superfície de resposta para o efeito do diâmetro da partícula e velocidade de compressão sobre a força de adesão (N).....	67
Figura 4.18 – Curva de contorno para o efeito do diâmetro da partícula e velocidade de compressão sobre a força de adesão (N).....	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1. – Dados da força de adesão de diferentes materiais pulverulentos dispersos em diferentes substratos, e suas condições operacionais.....	25
Tabela 3.1 – Níveis codificados e valores reais das variáveis diâmetro médio da partícula e velocidade de compressão utilizadas no planejamento experimental..	38
Tabela 3.2 – Planejamento experimental 2^2 com três repetições no ponto central.....	38
Tabela 4.1 – Densidade real do leite em pó.....	40
Tabela 4.2 – Resultado análise de distribuição de tamanho de partícula por difração a laser.....	41
Tabela 4.3 – Volume médio e massa média das partículas de leite em pó aderidas no disco de aço inox após compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.....	43
Tabela 4.4 – Mediana Geométrica da Força de Adesão e desvio padrão.....	52
Tabela 4.5 – Distância de separação efetiva para as forças de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.....	55
Tabela 4.6 – Força de adesão experimental e teórica do leite em pó para as forças de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.....	57
Tabela 4.7 – Coeficiente de determinação (R^2) e constante k das curvas ajustadas da força de adesão em função do diâmetro médio da partícula de leite em pó, após aplicação da força centrífuga de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.....	60
Tabela 4.8 – Coeficiente de determinação (R^2) e constantes k_1 e α das curvas ajustadas da força de adesão em função da velocidade angular de compressão para as faixas granulométricas de 20 - 40, 40 - 60 e 60 - 80 μm	61
Tabela 4.9 – Força de adesão experimental e calculada pela Equação (18) do leite em pó para as forças de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.....	63
Tabela 4.10 – Matriz do planejamento fatorial 2^2 com três repetições no ponto central com a resposta da força de adesão.....	63
Tabela 4.11 - ANOVA e coeficiente de regressão para a resposta da força de adesão.....	65
Tabela 4.12 – Força de adesão experimental e calculada pela Equação (19) do leite em pó para as forças de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.....	66

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	12
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	14
2.1. Adesão	14
2.2. Força de Adesão.....	14
2.2.1. Forças de Van der Waals.....	15
2.2.2. Força de Capilaridade.....	17
2.2.3. Força eletrostática	19
2.3. Leite em pó	19
2.3.1. Adesão na indústria láctea.....	20
2.4. Métodos para medir força de adesão	21
2.4.1. Técnica centrífuga.....	23
2.5. Modelo teórico da força de adesão – Modelo de Derjaguin-Müller-Toporov (DMT) ..	28
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	30
3.1. MATERIAIS.....	30
3.1.1. Equipamentos.....	30
3.2. MÉTODOS	32
3.2.1. Caracterização do leite em pó	32
3.2.2. Tratamento dos discos.....	33
3.2.3. Ensaio experimentais para medir a força de adesão	33
3.2.4. Determinação da massa média das partículas aderidas na superfície do disco	35
3.2.5. Cálculo da força de adesão.....	36
3.2.6. Determinação da mediana geométrica da força de adesão e desvio padrão.....	36
3.2.7. Cálculo da distância de separação efetiva.....	37
3.2.8. Força de adesão teórica – Modelo de Derjaguin-Müller-Toporov (DMT)	37
3.2.9. Ajuste de equação para a força de adesão experimental	37
3.2.10. Planejamento experimental	37
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	39
4.1. Caracterização do leite em pó.....	40
4.2. Determinação da massa média das partículas aderidas na superfície do disco.....	42
4.3. Comportamento das partículas aderidas em função da velocidade angular de compressão.....	43

4.4. Cálculo da força de adesão	46
4.4.1. Força de adesão em função do tamanho da partícula.....	46
4.4.2. Força de adesão em função da velocidade angular de compressão.....	49
4.5. Determinação da mediana geométrica da força de adesão e desvio padrão	51
4.6. Cálculo da distância de separação efetiva.....	54
4.7. Força de adesão teórica – Modelo de Derjaguin-Müller-Toporov (DMT).....	57
4.8. Ajuste de equação para a força de adesão experimental.....	58
4.9. Planejamento experimental.....	63
5. CONCLUSÕES	69
6. SUGESTÕES	71
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	72

1. INTRODUÇÃO

O estudo do fenômeno da adesão de partículas em superfícies se tornou foco de interesse de diferentes setores industriais desde que materiais particulados começaram a ser manipulados (GOODE et al., 2013). Estes estudos são fundamentais para processos industriais que utilizam micro e nanopartículas, tais como a indústria alimentícia, a indústria farmacêutica, o transporte pneumático de materiais, a fabricação de semicondutores, a formação de aerossol, e atividades como revestimento, impressão, polimento e limpeza.

Na indústria de alimentos, este fenômeno pode causar efeitos indesejáveis em equipamentos e tubulações, como a formação de incrustações, obstruções e vazamentos, resultando em perda de produto e conseqüentemente na redução da eficiência de produção (ZAFAR et al., 2014).

A adesão pode ser compreendida como um somatório de várias forças da partícula sob uma superfície, como por exemplo, a força de Van der Waals que é predominante em casos de adesão de partículas de pequena granulometria, a força eletrostática que ocorre em partículas eletricamente carregadas, e a força de capilaridade presente em partículas que possuem elevada umidade (STEWART, 1986).

A investigação da adesão de partículas de alimentos em uma superfície pode ser realizada por métodos experimentais e teóricos. Dentre os métodos experimentais, destacam-se a técnica centrífuga, a técnica de microscopia de força atômica, o método de separação de campo elétrico, o método de descolamento aerodinâmico e o método de vibração (FILLINGHAM et al., 2019).

Dentre estes métodos, a técnica centrífuga tem sido amplamente investigada para medir a força de adesão entre partícula e superfície por apresentar vantagens como, permitir a determinação da força de adesão entre partículas de formas regulares e irregulares em superfícies lisas ou rugosas, e permitir a determinação da força de adesão através da distribuição da força adesiva dentro de um grupo grande de partículas (incluindo até 1000 partículas) sobre uma superfície em uma única medida (BÖEHME et al., 1962).

A técnica centrífuga consiste em comprimir ou remover partículas de uma superfície através do aumento da rotação da centrífuga. Ao se analisar as partículas que se desprendem da superfície após cada aumento na velocidade de rotação da centrífuga, é possível medir a força de adesão aproximada entre uma partícula em uma superfície (ERMIS et al., 2011). Esta técnica é recomendada em situações em que se trabalha com partículas de pequena

granulometria, pois as centrífugas podem não possuir velocidade suficiente para descomprimir partículas aderidas de elevada granulometria (PETEAN e AGUIAR, 2015).

A quantificação da força de adesão entre uma partícula e uma superfície é essencial para o entendimento, controle e gerenciamento dos processos industriais (YOU e WAN, 2014). No entanto, mesmo com o elevado interesse de muitos pesquisadores, mais investigações devem ser realizadas, por ser um fenômeno que está longe de ser plenamente compreendido. Isso é decorrente da adesão ser influenciada pelas características físico-químicas dos materiais pulverulentos e dos substratos (superfície), como por exemplo, o tamanho, o formato e a rugosidade da partícula, a composição da superfície e as condições ambientais.

O leite em pó é um produto lácteo de amplo consumo e apresenta problemas durante o processo de secagem e armazenamento devido a sua natureza adesiva (RENNIE; CHEN; MACKERETH, 1998). Logo, este estudo irá se concentrar em analisar e calcular as forças de adesão entre partículas do leite em pó e uma superfície de aço inoxidável utilizando a técnica centrífuga, investigando a influência do tamanho das partículas do leite em pó e da velocidade angular de compressão na força de adesão partícula-substrato. Além disso, os valores da força de adesão experimentais serão comparados com valores calculados por modelo matemático teórico (modelo de Derjaguin-Müller-Toporov), por modelo matemático obtido por observações do comportamento da adesão do leite em pó na superfície do aço inox e por modelo matemático estatístico obtido por meio de planejamento experimental fatorial 2^2 com 3 repetições no ponto central.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Adesão

Muitos processos industriais são afetados por interações partícula-superfície, pois materiais particulados ao passarem ou serem pressionados contra uma superfície acabam se aderindo à mesma, acarretando em efeitos indesejáveis, como perdas de produtos e incrustações ao longo do processo (BALACHANDRAN et al., 2012).

Partículas de pó aderem-se a superfícies sólidas com elevada tenacidade, e mesmo aplicando uma força contrária sobre a mesma superfície, apenas algumas destas partículas anteriormente aderidas serão expulsas da superfície. Apesar deste fenômeno normalmente ocorrer em processos industriais, o mecanismo da adesão e os aspectos quantitativos que envolvem as interações partícula-superfície não é extremamente claro (CORN, 1961a).

Dados experimentais de adesão de partículas pequenas, na escala de micron, são escassos na literatura, portanto, é necessário avaliar diversos parâmetros que influenciam na adesão, como o tamanho e a forma das partículas, a rugosidade superficial, a umidade relativa e a temperatura do ambiente, e a eletricidade estática das partículas (CORN, 1961b).

O estudo da adesão entre partículas de pó e a superfície de diferentes materiais é relevante em diversas áreas e processos tecnológicos, alimentícios e farmacêuticos, além de estar diretamente relacionado com a poluição ambiental e com a higiene industrial. Nestes processos industriais, a adesão partícula-partícula ou partícula-superfície pode causar efeitos inconvenientes, como por exemplo, em um processo de filtração, a adesão pode causar depósitos de material particulado no filtro, diminuindo a eficiência da operação. Outro exemplo é no processo de encapsulamento, em que partículas de pó se aderem nas superfícies metálicas dos equipamentos afetando a qualidade do produto e o desempenho do próprio equipamento (SALAZAR-BANDA et al., 2007).

A adesão se baseia nas forças superficiais dos materiais particulados que interagem com os diferentes tipos de superfície. Logo, para se compreender este fenômeno deve-se avaliar a força de adesão envolvida entre partícula e superfície.

2.2. Força de Adesão

A adesão que ocorre entre um material particulado e uma determinada superfície é o resultado de um somatório de forças de Van der Waals, de forças de capilaridade e de forças eletrostáticas. No entanto, a contribuição de cada força dentro deste somatório depende das

condições do ambiente em que o sistema se encontra, e também das propriedades físico-químicas da superfície e do material aderido. Logo, a força de adesão pode ser representada pela equação descrita a seguir:

$$F_{ad} = F_{vdw} + F_c + F_{es} \quad (1)$$

Em que F_{ad} é a força de adesão total (N), F_{vdw} é a força de Van der Waals (N), F_c é a força capilar (N) e F_{es} é a força eletrostática (N) (PETEAN e AGUIAR, 2015).

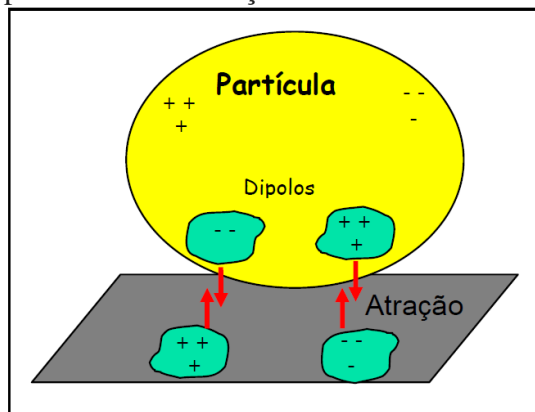
Como a força de adesão é resultado da contribuição da força de Van de Waals, da força capilar e da força eletrostática, a redução de uma ou mais dessas forças devido à alteração das condições operacionais, pode reduzir este somatório e assim minimizar a adesão da partícula sobre a superfície. Desta forma, segundo Chai et al. (2014), é importante ter conhecimento sobre todas as forças envolvidas e como cada uma influencia no fenômeno de adesão, e não apenas saber a força média de adesão.

2.2.1. Forças de Van der Waals

A força de adesão partícula-partícula, também chamada de força de coesão, e partícula-superfície usualmente ocorre devido as interações de Van der Waals. Esta força é predominante entre aglomerados secos e pós inertes que não apresentam ligações químicas.

Esta força ocorre em moléculas apolares e surge devido ao movimento aleatório e rápido dos elétrons, que acabam produzindo áreas com concentração de cargas transitórias chamadas dipolos. Estes dipolos provocarão a polarização de uma molécula vizinha, que formará um dipolo induzido, produzindo forças de atração, como ilustrado na Figura 2.1 (PETEAN e AGUIAR, 2015).

Figura 2.1 – Diagrama representativo da força de Van der Waals.

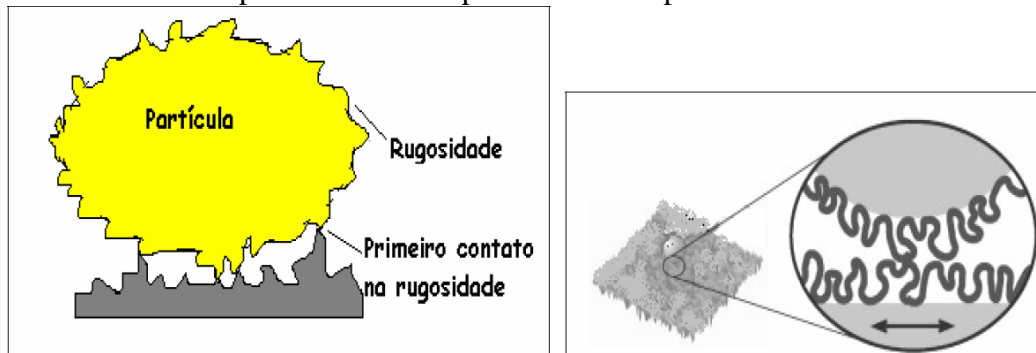


Fonte: FAUSTINO, 2010.

Segundo Krupp (1967), a diminuição da distância que separa as superfícies dos dois materiais provoca o aumento da força de Van der Waals, sendo que esta influência ocorre apenas por alguns diâmetros moleculares de afastamento da superfície, até uma maior distância de separação em que esta força se anula.

É difícil prever a adesão de uma partícula, devido a vários fatores que influenciam este fenômeno, como a rugosidade e a deformação da superfície aderente (KNOLL; KNOTT; NIRSCHL, 2015). Os materiais apresentam superfícies irregulares, e essa irregularidade é denominada rugosidade. Na aproximação entre dois corpos, o primeiro contato entre suas superfícies ocorre na rugosidade, conforme pode ser observado na Figura 2.2, sob um nível microscópico.

Figura 2.2 – Perfil da superfície microscópica de dois corpos no momento do contato.



Fonte: FAUSTINO, 2010.

Neste sentido, a rugosidade, por exemplo, reduz a força de adesão, pois reduz a área de contato entre dois corpos e conseqüentemente diminui a força de Van der Waals (CHAI et al., 2014).

Após o contato inicial da partícula com a superfície, a força de Van der Waals gradualmente deforma a superfície da partícula a fim de minimizar a distância de separação aumentando a área de contato entre as partículas até que as forças de atração equilibrem as forças de resistência à deformação. A área de contato final e, conseqüentemente, a força de adesão, é delimitada pela dureza dos materiais envolvidos. A força de adesão pode ser aumentada em até quinze vezes em metais leves e cem vezes em plásticos devido o achatamento das partículas (LAM e NEWTON, 1993).

Corn (1961a) demonstrou que a força de Van der Waals entre duas partículas esféricas de diâmetros diferentes, d_1 e d_2 , pode ser determinada integrando as forças entre todos os pares de moléculas de uma partícula esférica perto de uma superfície plana, representada pela Equação (2):

$$F_{VdW} = \frac{A.D}{12z_0^2} \quad (2)$$

Em que:

F_{VdW} : força de Van der Waals (N);

A: constante de Hamaker, que depende dos materiais envolvidos (J);

z_0 : distância de separação efetiva entre a superfície da partícula e a superfície do substrato (m);

D: média harmônica dos diâmetros das esferas, expresso pela Equação (3):

$$D = \frac{d_1 d_2}{d_1 + d_2} \cdot 2 \quad (3)$$

No caso em que o diâmetro de uma das partículas em contato é muito maior que o diâmetro da outra ($d_2 \gg d_1$), a equação é ajustada para:

$$F_{VdW} = \frac{A.d_p}{12z_0^2} \quad (4)$$

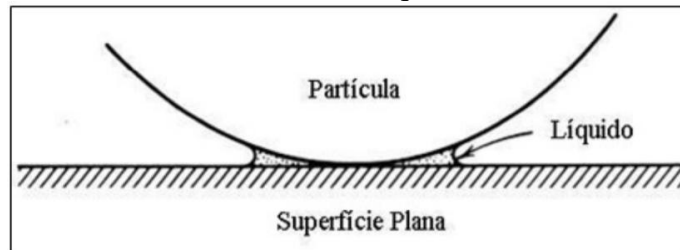
Em que d_p é o diâmetro da partícula maior.

As forças de Van der Waals ocorrem com a interação de átomos ou moléculas não carregados, e até mesmo gases inertes, como hélio e argônio que apresentam interações fracas e de curto alcance devido estas interações. É possível perceber a existência dessa força através do fenômeno de aderência de partículas, como ocorre, por exemplo, na agregação de pós finos ou no caso da coagulação em dispersões coloidais, mesmo na ausência de forças de repulsão. Outros fenômenos como atrito, tensão superficial, viscosidade e coesão também tem relação com as forças de Van der Waals (LEITE et al., 2012).

2.2.2. Força de Capilaridade

A força de capilaridade ocorre em casos em que moléculas líquidas encontram-se adsorvidas na superfície dos materiais. Uma força de atração entre o material particulado e a superfície do substrato, chamada de ponte líquida, surge devido a tensão superficial do líquido no espaço capilar no ponto de contato entre os materiais e devido à pressão de sucção capilar, conforme ilustrado na Figura 2.3 (NEWITT e CONWAY-JONES, 1958).

Figura 2.3 – Força de adesão devido a um filme líquido.

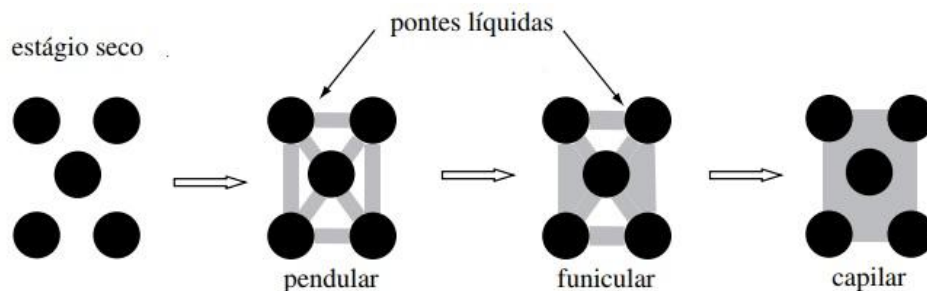


Fonte: HINDS, 1998.

Em muitas situações, a força capilar irá ocorrer dependendo da umidade entre os corpos. Segundo Schubert (1981), materiais porosos e hidrofílicos contêm umidade inserida nos poros e assim podem construir pontes líquidas nas superfícies aderidas. Outra fonte de força capilar é a umidade que se condensa na abertura entre os corpos em contato, e que se inicia quando a umidade relativa do ar está acima de 50%. Abaixo deste valor de umidade relativa não existe a força de capilaridade (ZIMON, 1982).

As propriedades das pontes líquidas variam de acordo com a quantidade de líquido que está presente na ligação. Existem três estados de ligações líquidas, são elas: a pendular, a capilar e a funicular, conforme ilustrado na Figura 2.4. Uma pequena quantidade de líquido cria as pontes líquidas entre as partículas, chamada de estado pendular. Aumentando-se a quantidade de líquidos, as pontes líquidas e alguns poros preenchidos com líquidos estão presentes, chamado de estado funicular. Por fim, o estado capilar ocorre quando todos os poros estão cheios de líquidos. Dentre estas, a etapa pendular é a que tem papel mais significativo em situações típicas de adesão (RENNIE; CHEN; MACKERETH, 1998).

Figura 2.4 – Esquema das etapas da força de capilaridade.



Fonte: BERNARDES, 2006 com modificações do autor.

Os efeitos da interação capilar devido à condensação de umidade dependem da geometria da abertura entre os corpos em contato e das propriedades dos materiais, podendo ser reduzida ou até mesmo eliminada em superfícies rugosas. Em contrapartida, a força desta camada líquida pode ser cerca de 50 vezes maior que a força de Van der Waals em superfícies

lisas. Além disso, quando a umidade relativa do ar do ambiente se encontra entre 65 e 80%, a força capilar domina a força de adesão (RENNIE; CHEN; MACKERETH, 1998).

2.2.3. Força eletrostática

As forças eletrostáticas ocorrem quando dois sólidos carregados eletricamente entram em contato e podem ser observadas quando estes dois sólidos são separados. Dois corpos carregados eletrostaticamente com o mesmo tipo de carga repelem-se entre si, porém dois carregados com cargas opostas se atraem (KNOLL; KNOTT; NIRSCHL, 2015). Estas forças tem maior intensidade entre dois sólidos compostos por materiais condutores do que não condutores (RENNIE; CHEN; MACKERETH, 1998).

No fenômeno de adesão, de acordo com Rumpf (1977), a força eletrostática é cerca de dez vezes menor que a força de Van de Waals. Quando uma partícula é comprimida contra uma superfície a força de Van der Waals aumenta ainda mais, cerca de cinco vezes. Por consequência esta força torna-se cerca de 50 vezes maior que a força eletrostática tornando a mesma muito pequena para influenciar significativamente a força de adesão medida após fornecimento de força externa (PETEAN e AGUIAR, 2015).

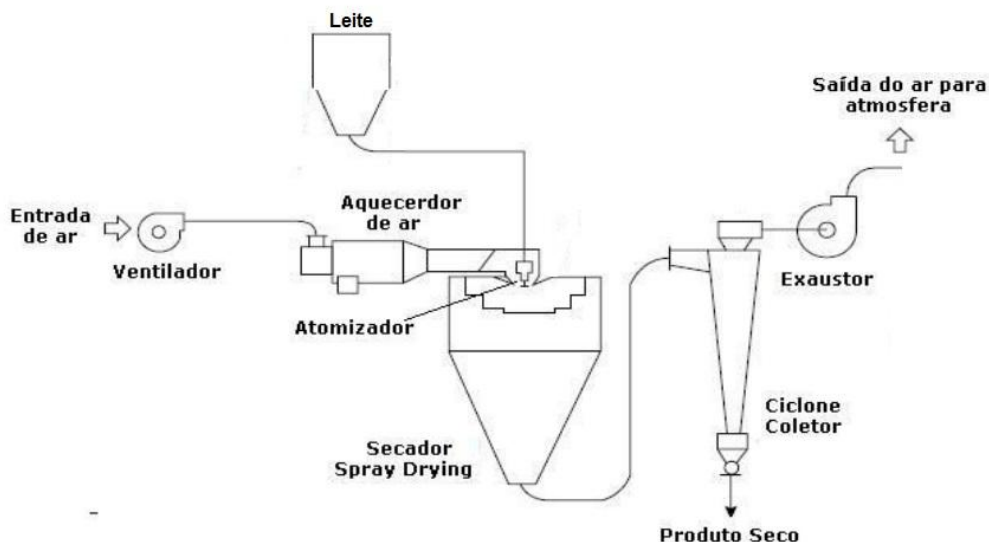
2.3. Leite em pó

O leite em pó é amplamente utilizado como insumo pela indústria alimentícia, além de ser um produto consumido pela população, por se tratar de um produto lácteo fácil de usar e por poder ser armazenado por um longo período a temperatura ambiente. A composição do leite em pó sofre modificações dependendo das condições do processo a que ele foi submetido. Estas modificações podem ser de natureza química, como por exemplo, desnaturação de proteínas, ou de natureza física, como por exemplo, cristalização da lactose e mudanças na viscosidade (PUGLIESE et al., 2016).

A produção do leite em pó consiste na secagem do leite *in natura*. Para isto, o fluxo de leite líquido deve ser inicialmente atomizado, e em seguida exposto a um fluxo intenso de ar ou gás quente em uma câmara de secagem. Quando as gotículas de leite e o ar entram em contato, ocorre a evaporação da água presente nas gotículas até que o teor de umidade se torne muito baixo para se difundir através da superfície da gota seca. O ar que entra no secador é previamente filtrado e posteriormente aquecido a uma temperatura que varia entre 150 e 220°C. O pó seco é recuperado com auxílio de um ciclone ou de um filtro (RIBEIRO Jr e

ANDRADE, 2004; KESHANI et al., 2015). Na Figura 2.5 é ilustrado um esquema reduzido deste processamento com as operações unitárias envolvidas.

Figura 2.5 – Esquema simplificado do processo de secagem do leite.



Fonte: o autor.

O *spray dryer* é o equipamento mais utilizado na produção de leite em pó, pois é uma operação fácil de ser controlada, a secagem ocorre de forma contínua, possui rápido tempo de resposta e permite que se produzam pós com tamanho e umidade específicos. Porém, uma das grandes desvantagens desta técnica é a deposição de partículas secas nas paredes do equipamento, acarretando em perdas e em má qualidade do produto final devido à degradação das partículas aderidas. Devido a isto, a adesão de partículas em secadores tem se tornado alvo de estudos. Além de estudos mais aprofundados a respeito do tamanho e projeto dos secadores, as propriedades das paredes dos equipamentos também vêm sendo analisadas devido o papel significativo na adesão de partículas (KESHANI et al., 2015).

Existem relatos de caracterização da viscosidade do pó com o intuito de reduzir a adesão de lácteos em secadores, porém é necessário incluir mais variáveis nesta análise, como massa da partícula, umidade, velocidade de impacto entre outros (WALMSLEY et al., 2014).

2.3.1. Adesão na indústria láctea

Em plantas de processamento de alimentos existe uma grande preocupação quanto a depósitos incrustantes. Insumos e matérias primas podem se acumular, por exemplo, em superfícies de trocadores de calor e de secadores, e caso não sejam removidos causarão limitações na produção como diminuição de transferência de calor, redução do fluxo de

produto, desvios na consistência e qualidade do produto, afetando inclusive a segurança alimentar do produto (PUGLIESE et al., 2016).

O transporte e o processamento de alimentos precisam ser conduzidos com cuidado e bem regulado. Inúmeras são as possibilidades de o produto ser danificado, seja por exemplo, pela proliferação de bactérias, entre outros problemas. Desta forma, a aplicação do aço inoxidável (ou aço inox) tem se tornado a cada dia uma solução para tais problemas na indústria de alimentos. Os aços inoxidáveis são ligas de ferro (Fe), carbono (C) e cromo (Cr), com um mínimo de 10,5% de cromo. Outros elementos metálicos podem integrar estas ligas, mas o cromo é considerado o elemento mais importante porque é o elemento responsável pela elevada resistência à corrosão dos aços inoxidáveis (CARBÓ, 2008).

Na indústria de alimentos, setores como laticínios, cervejarias e processamento de sucos são ambientes em que predominam os aços inoxidáveis, por além da resistência à corrosão, são considerados inertes, possuem uma superfície lisa (baixa rugosidade) e pouco porosa, o que dificulta a aderência de substâncias e facilita a limpeza. Em consequência disso, é um material que mesmo em contato prolongado com alimentos e bebidas, não altera sabor, cor e aroma, fazendo com que permaneça a integridade do produto (OLIVEIRA, 2016).

No processamento de produtos lácteos, a incrustação é resultado da adesão de componentes do produto e das variáveis do processo e deve ser estudado, pois é um problema dispendioso para este segmento industrial (GOODE et al., 2013). Para quantificar e caracterizar as forças de adesão de materiais particulados, como o leite em pó, muitas técnicas descritas na literatura podem ser aplicadas.

2.4. Métodos para medir força de adesão

Apesar de avanços teóricos, ainda é difícil prever o comportamento de adesão de partículas, pois a mesma depende de vários fatores, como por exemplo, a rugosidade da superfície, a deformação das partículas e dos materiais que estão em contato. Várias configurações experimentais têm sido desenvolvidas e estudadas para quantificar tal força, como por exemplo, a microscopia de forma atômica, o método de separação de campo elétrico, o método de descolamento aerodinâmico, o método de vibração e a técnica centrífuga (ZAFAR et al., 2014; KNOLL; KNOTT; NIRSCHL, 2015). Dentre estas técnicas, não é possível encontrar uma técnica universal que compreenda todos os materiais devido a ampla diversidade e geometrias existentes (OLÁH e VANCSO, 2005).

Cada técnica experimental para se medir a força de adesão produz medidas diferentes devido ao mecanismo envolvido no método. Fatores como formato da partícula, rugosidade

da superfície e variações na geometria de contato influenciam na medição, e com isso é necessário um número suficiente de medições para se obter resultados confiáveis (ZAFAR et al., 2014).

Normalmente, a microscopia de força atômica é utilizada apenas para medir força de adesão entre partículas. Esta técnica não é a mais indicada para avaliar a adesão entre uma partícula e uma superfície, pois avaliaria apenas uma partícula em contato com a superfície ao mesmo tempo (LEITE, 2002; NGUYEN et al., 2010).

O método de deslocamento eletrostático utiliza campos elétricos para remover partículas de uma superfície, porém esta técnica só se aplica para partículas condutoras (MALEKIAN et al., 2018).

O método aerodinâmico consiste em aplicar uma corrente de gás em uma superfície impregnada por partículas e analisar o seu desprendimento, porém colisões entre as partículas podem ocorrer e comprometer a medição devido a proximidade das partículas (FILLINGHAM et al., 2019).

O método de vibração utiliza uma tensão sinusoidal alterada para separar partículas, porém a força de adesão pode ser intensificada por este método devido ao achatamento das partículas (ZAFAR et al., 2014).

Na técnica centrífuga, a partícula e o substrato são submetidos a diversas velocidades de rotação. Após cada teste experimental, a quantidade de partículas é analisada para realizar o cálculo da força de adesão, que será estimada através da mediana da força de adesão que é a força de adesão correspondente a 50% das partículas aderidas (ERMIS et al., 2011).

Além dos métodos experimentais, várias teorias têm sido desenvolvidas para estimar a força de adesão. No entanto, em muitos casos, os modelos teóricos implicam erros na determinação da força de adesão por se limitarem a condições e a materiais específicos, ou em alguns casos, por utilizarem considerações inadequadas em sua elaboração e, por consequência, acabam não representando o comportamento de adesão. A estimativa da área de contato é um exemplo, pois geralmente utiliza-se uma peça esférica para estimá-la, no entanto, existem vários formatos de partículas, o que dificulta o cálculo da área e consequentemente o cálculo da adesão. Outro exemplo é a variação na aspereza da superfície das partículas, parâmetro que geralmente não é considerado, e que torna a previsão teórica da força de adesão praticamente impossível. Além destes exemplos, os modelos teóricos tendem a considerar apenas partículas mono dispersas, e não consideram a distribuição do tamanho das partículas (NGUYEN et al., 2010).

2.4.1. Técnica centrífuga

A técnica centrífuga tem sido amplamente utilizada para cálculo da força de adesão partícula-superfície por fornecer uma ampla quantidade de informações sobre a adesão de vários pós e materiais particulados. A variação na velocidade de rotação de uma centrífuga resulta em variação na força centrífuga aplicada sobre as partículas. Com isso, é possível medir a força de adesão entre uma partícula e um substrato analisando a descompressão que ocorre durante um aumento gradativo da velocidade de rotação (RENNIE; CHEN; MACKERETH, 1998).

Esta técnica pode ser aplicada para medir a adesão de partículas orgânicas ou inorgânicas em superfícies com formatos regulares ou irregulares (PETEAN e AGUIAR, 2015).

A força centrífuga é a base desta técnica, uma vez que a força de adesão é obtida por meio da observação do desprendimento de partículas de uma superfície plana. A técnica centrífuga baseia-se no princípio que a resultante da força de rotação excederá a força de adesão existente entre a partícula e a superfície acima de uma velocidade centrífuga crítica. A força centrífuga pode ser calculada pela seguinte equação:

$$F_{cen} = m \cdot d_c \cdot \omega^2 \quad (5)$$

Em que:

F_{cen} é a força centrífuga (N);

m é a massa da partícula do material pulverulento (kg);

ω é a velocidade angular (rad s^{-1});

d_c é a distância entre a amostra e o centro do rotor da centrífuga (m).

Assume-se que a força de adesão (F_{ad}) é igual a força centrífuga em magnitude, porém com o sinal oposto, logo:

$$F_{ad} = -F_{cen} \quad (6)$$

E, portanto:

$$F_{ad} = m \cdot d_c \cdot \omega_d^2 \quad (7)$$

Em que ω_d é a velocidade angular necessária para a descompressão (rad s^{-1}) (SALAZAR-BANDA et al., 2007).

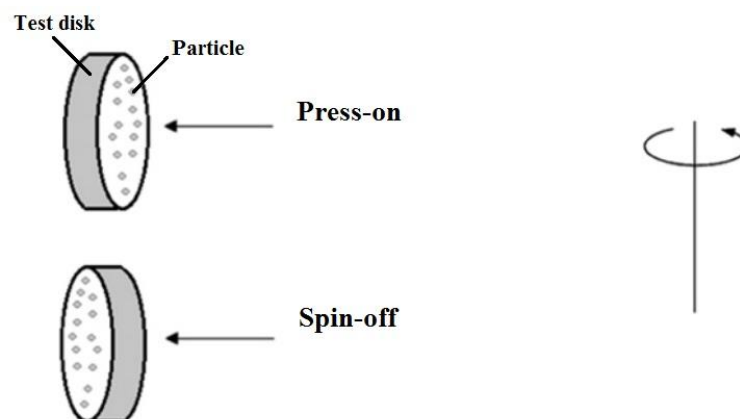
A técnica centrífuga descrita por Podczec e Newton (1995), mostra que duas forças centrífugas aplicadas devem ser diferenciadas:

- Força de *press-on*: aplicada para aumentar o contato entre as partículas e a superfície do substrato. A superfície do substrato com material pulverulento disperso é posicionada em um tubo adaptado à centrífuga, para que a força centrífuga possa atuar primeiramente sobre as partículas e após sobre a superfície.

- Força de *spin-off*: aplicada para separar as partículas aderidas à superfície do substrato. A superfície do substrato com material pulverulento aderido é posicionada em um tubo adaptado à centrífuga, para que a força centrífuga possa atuar primeiramente nas superfícies e após sobre as partículas.

A figura a seguir ilustra o efeito das forças centrífugas de compressão (*press-on*) e de descompressão (*spin-off*) de um material particulado em uma superfície.

Figura 2.6 - Diagrama da força de *press-on* e de *spin-off* de uma partícula aderida a um substrato.



Fonte: PETEAN e AGUIAR, 2015

Dentre as vantagens da técnica centrífuga, a principal é que durante um único experimento é possível avaliar a interação de um número relativamente grande de partículas de pó interagindo com o substrato, gerando um valor estatisticamente mais representativo. A desvantagem desta técnica é que as centrífugas possuem velocidade de rotação máxima limitada, restringindo o uso do método para partículas maiores que alguns microns (μm), uma vez que as centrífugas não possuirão velocidade suficiente para descomprimir partículas aderidas de maior tamanho (PETEAN e AGUIAR, 2015).

Na literatura encontra-se trabalhos que investigaram a força de adesão de diferentes materiais pulverulentos em diversos substratos utilizando a técnica centrífuga, expressos na Tabela 2.1, com os tamanhos da partícula e velocidade angular de compressão utilizados.

Tabela 2.1. – Dados da força de adesão de diferentes materiais pulverulentos dispersos em diferentes substratos, e suas condições operacionais.

Substrato	Material pulverulento	Tamanho da partícula (µm)	Velocidade angular de compressão (rpm)	Força de adesão x10 ⁶ (N)	Referência
Folheado de madeira	Sal	63 - 125	300 - 4000	0,5 - 900	ERMIS et al., (2011)
Aço inox	Amido	32 - 45	3000 - 17000	0,719 – 3,242	LAM e NEWTON, 1991
	Lactose	45 - 56		0,237 – 0,736	
Aço inox	Carbonato de cálcio			0,116 – 0,444	
	Amido pré-gelatinoso			0,56	
	Lactose monohidratada	32 - 45	NI	0,99	PODCZECK, 1999
Alumínio	Carbonato de cálcio			1,30	
	Lactose monohidratada	5 - 130	NI	0,62 – 5,04	PODCZECK et al., 1994
Aço inox	Salmeterol	15 - 160		0,58 – 7,84	
	Concentrado fosfático	9 – 47	1000	0,219 – 0,594	SALAZAR-BANDA et al., 2007
Vidro	Polvilho doce			0,078 – 0,332	
	Amido de milho	10 - 35		0,067	
	Amido de batata	18 - 60	NI	0,189	SHIMADA et al., 2002
Membrana de éster-celulose	Lactose	5 – 80		0,038	
	Fuligem			0,023 – 0,147	
Membrana de éster-celulose	Carvão ativado	11,1 - 29	1000 - 5000	0,023-0,164	ALMEIDA, 2013
	Filtro de papel de celulose			0,039-0,650	
Aço inox	Concentrado fosfático	9 – 77	500 - 1500	0,037-7,3	FAUSTINO, 2010
	Concentrado fosfático	10 - 31	1000 - 10000	0,066-0,553	FELICETTI et al., 2008
Aço inox	Calcário dolomítico			0,085-0,734	
	Concentrado fosfático			0,060-0,622	
Vidro	Polvilho doce	8 – 33	1000 - 10000	0,077-0,907	FELICETTI, 2008
	Concentrado fosfático			0,096-0,640	
Membrana de éster-celulose	Polvilho doce			0,119-1,534	
	Partículas comprimidas de celulose microcristalina			0,034-0,625	
	Celulose microcristalina	9 – 60	1000 - 5000	0,031-0,962	PETEAN e AGUIAR, 2015

*NI: não informado.

No trabalho de Ermis et al. (2011), o cálculo da força de adesão para partículas de sal em substrato de folheado de madeira foi realizado avaliando a contribuição das características físicas da partícula, como tamanho, forma e densidade. A força de adesão entre as partículas

do material pulverulento e a superfície do substrato aumentou com o aumento do tamanho da partícula e com o aumento da velocidade angular de compressão.

Lam e Newton (1991), investigaram a força de adesão de partículas de amido 1500, de lactose secas em *spray dryer* e de carbonato de cálcio em substrato de aço inoxidável por meio do cálculo da mediana da força de adesão. Em todos os casos, o aumento na força de adesão foi diretamente proporcional à força aplicada às partículas (velocidade angular de compressão). A força de aderência seguiu a seguinte ordem: Amido > Lactose > Carbonato de cálcio. E Lam e Newton (1992), concluíram para os mesmos materiais pulverulentos e mesmo substrato que o aumento do tamanho das partículas aumentou a força de adesão.

No trabalho de Podczek (1999), foi estudado a força de adesão dos materiais pulverulentos amido pré-gelatinoso, lactose monohidratada e carbonato de cálcio em substrato de aço inoxidável. A superfície do substrato foi revestida com nitreto de cromo, carbono, carboneto de cromo e plasma-cromo para avaliar a influência da rugosidade. O revestimento de carbono reduziu a força de adesão, no entanto, os revestimentos de metais reduziram significativamente a adesão das partículas em pó.

Podczek et al. (1994), investigaram a força de adesão entre partículas de lactose hidratada e salmeterol. Para ambos materiais pulverulentos, a relação entre a força de compressão e a força mediana de adesão dependeram das características das partículas, como tamanho, formato e morfologia de sua superfície. Foi avaliado a distância de separação efetiva entre partículas e a superfície do substrato, a qual diminuiu com o aumento da força de compressão e com o aumento do tamanho do tamanho das partículas para os dois materiais pulverulentos.

Na pesquisa de Salazar-Banda et al. (2007), foi estudado a influência do tamanho da partícula dos materiais pulverulentos concentrado fosfático e polvilho doce na força de adesão partícula-superfície no substrato de aço inox, que mostrou que para ambos materiais a força de adesão aumentou linearmente com o tamanho da partícula, sugerindo que a força de Van der Waals predominaram no processo de adesão.

Shimada et al. (2002), avaliaram a força de adesão partícula-superfície utilizando substrato de vidro. Dos três pós orgânicos utilizados, a força de adesão seguiu a seguinte ordem: amido de milho > amido de batata > lactose. A lactose apresentou adesividade especialmente fraca na superfície de vidro em comparação com os outros pós, provavelmente devido a diferença no tamanho, na forma e no teor de umidade das partículas. Também é possível que a falta de adesividade possa ter relação com a eletrificação do pó. Neste trabalho, o diâmetro e a distribuição das partículas claramente influenciaram na força de adesão.

Almeida (2013), trabalharam na determinação da força de adesão entre os materiais particulados fuligem e carvão ativado em substrato de membrana de éster-celulose, para avaliar a variação a porosidade de um substrato de origem orgânica. O desprendimento das partículas dependeu diretamente de seu diâmetro médio e da velocidade angular de desprendimento. E as superfícies com porosidades menores forneceram forças de adesão maiores.

Faustino (2010), investigou a influência na força de adesão de concentrado fosfático variando o material do substrato de origem orgânica: membrana de éster-celulose e filtro de papel de celulose. A força de adesão entre o material pulverulento e os dois meios filtrantes como substratos apresentou comportamento linear com o diâmetro das partículas e aumentou com o aumento da velocidade angular de compressão. O filtro de papel de celulose apresentou menor valor de rugosidade e maiores valores de força de adesão, logo, a força de adesão aumentou quanto menos rugosa foi a superfície do substrato.

Na pesquisa de Felicetti et al. (2008), a força de adesão entre partículas de materiais pulverulentos inorgânicos e uma superfície de aço inoxidável aumentou com o aumento do tamanho da partícula e com o aumento da velocidade de compressão. Foi estudada a distância de separação efetiva entre a partícula e a superfície do substrato, que apresentou valores menores para as partículas de calcário dolomítico do que as partículas de concentrado fosfático. Logo, foi constatado que quanto maior a força de adesão, menor o valor da distância de separação efetiva. Em Felicetti (2008), foi comparado a adesão entre um material pulverulento inorgânico (concentrado fosfático) e orgânico (polvilho doce) em diferentes substratos (aço inox e vidro). A força de adesão para os materiais pulverulentos e para os substratos apresentou comportamento linear com o diâmetro das partículas, e aumentou com o aumento da velocidade angular de compressão. O material orgânico apresentou maior aderência nas duas superfícies avaliadas quando comparada com o material inorgânico. A força de adesão entre as diferentes superfícies apresentou a seguinte ordem: vidro > aço inoxidável.

No trabalho de Petean e Aguiar (2015), foi avaliado a adesão partícula-superfície entre materiais de compostos iguais. A força de adesão entre o material pulverulento (celulose microcristalina) e os dois substratos (membrana de éster-celulose e partículas comprimidas de celulose microcristalina) aumentou linearmente com o aumento do tamanho das partículas do material pulverulento, sugerindo que as interações de adesão envolvidas no estudo foram governadas pela força de Van der Waals. O substrato de partículas comprimidas de celulose

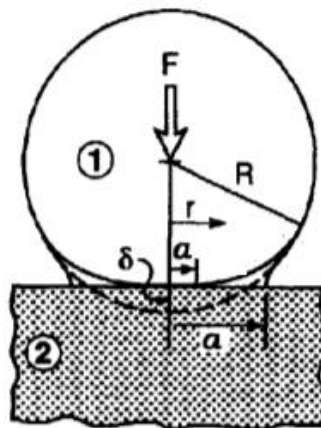
microcristalina apresentou força de adesão maior que o substrato de membrana de éster-celulose, provavelmente devido a diferença de rugosidade entre as superfícies.

2.5. Modelo teórico da força de adesão – Modelo de Derjaguin-Müller-Toporov (DMT)

Na literatura encontra-se diversos modelos mecânicos que tentam avaliar o contato entre partículas e superfícies, denominados como modelos para corpos elásticos, uma vez que desprezam o contato plástico entre as partículas e assumem somente o contato elástico (JOHNSON; KENDALL; ROBERTS, 1971; DERJAGUIN; MÜLLER; TOPOROV, 1975; MAUGIS, 1996). Tais modelos, como o modelo de Derjaguin-Müller-Toporov (DMT), estudam a interação entre uma esfera perfeita e uma superfície plana totalmente lisa, e o contato entre duas partículas esféricas. O modelo de DMT é válido para a atração entre partículas devido às forças de Van der Waals, sendo aplicável para sistemas com baixa adesão e raios pequenos.

A teoria do modelo de DMT considera que o contato entre uma esfera cilíndrica com uma superfície plana e rígida, na ausência de força de compressão, ocorre somente na superfície da esfera, não ocorrendo deformação. No entanto, se uma esfera for comprimida contra uma superfície plana com uma força F , irá ocorrer uma deformação em sua extremidade (δ), como mostrado na Figura 2.7.

Figura 2.7 – Contato entre uma esfera elástica (1) e uma superfície plana (2).



Fonte: LEITE, 2002 com modificações.

Além da força externa F , também é considerado as forças que agem entre a esfera e a superfície plana fora da região de contato, as quais produzem uma área finita de contato. Neste caso, quando uma força externa for aplicada, a área de contato irá aumentar. A Equação (8) apresenta equação para cálculo da força de adesão pelo modelo de DMT.

$$F_{ad} = 2\pi RW \quad (8)$$

Em que:

R: raio médio da partícula (m);

W: trabalho de adesão por unidade de área (J m^{-2} ou N m^{-1}).

Quando as partículas esféricas e a superfície plana são de materiais diferentes, o trabalho de adesão pode ser calculado pela Equação (9).

$$W = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12} \quad (9)$$

Em que γ_1 e γ_2 são as tensões superficiais dos meios 1 e 2, respectivamente e γ_{12} é a média harmônica das tensões superficiais da interface dos meios 1 e 2 (AHRENS et al., 2005).

A tensão superficial da interface pode ser calculada utilizando a regra de Antonow's, descrita por Adamson (1990), conforme mostrado na Equação (10).

$$\gamma_{12} = |\gamma_1 - \gamma_2| \quad (10)$$

De acordo com Wu (1985), no caso em que uma interface for formada entre duas superfícies individuais, o trabalho de adesão irá consistir da redução da Energia Livre de Gibbs por unidade de área.

Apresentada a revisão bibliográfica, no próximo capítulo será descrito materiais e métodos utilizados para atingir a finalidade do trabalho de avaliar a força de adesão entre partículas de leite em pó e substrato de aço inoxidável pela técnica centrífuga.

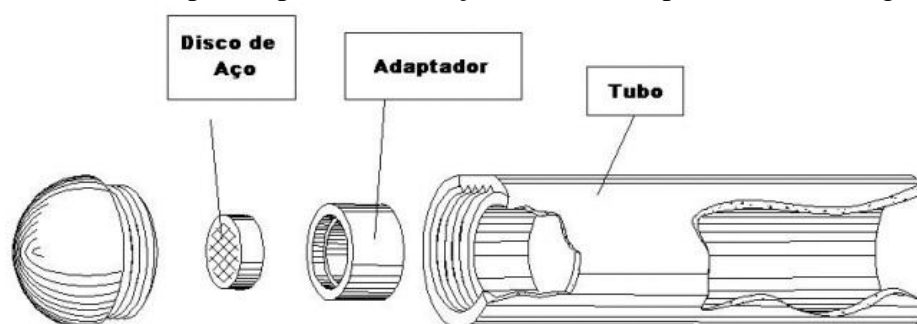
3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. MATERIAIS

O material pulverulento utilizado neste estudo foi leite em pó (Nestle®) comercialmente adquirido no varejo da cidade de Laranjeiras do Sul/PR.

Discos de aço inox foram utilizados como substrato para avaliação da adesão das partículas de leite em pó. Os discos de aço inox foram fabricados por empresa metalúrgica na cidade de Toledo/PR, com diâmetro de 22,23 mm e espessura de 4,95 mm. Tubos com adaptadores em aço inoxidável foram utilizados para acomodar os discos de inox (discos de prova), conforme ilustrado na Figura 3.1. Os tubos de inox tinham as dimensões do *slot* da centrífuga utilizada neste estudo, a fim de minimizar impactos no disco de prova durante a centrifugação.

Figura 3.1. – Tubo e adaptador para acomodação do disco de prova na centrífuga.



Fonte: FELICETTI, 2008.

3.1.1. Equipamentos

O módulo experimental utilizado para a realização dos experimentos era composto por conjunto dispersor de partículas, bomba de vácuo, centrífuga, microscópio e computador com *software* analisador de imagens (Image Pro Plus 6.0).

O módulo de dispersão de partículas foi construído na oficina da Universidade Federal de São Carlos – UFSCAR na cidade de São Carlos/SP. Bomba de vácuo (Profield) foi acoplada ao módulo dispersor de partículas para formação de vácuo no interior do mesmo a fim de evitar aglomerados de partículas, e conseqüentemente evitar a ocorrência de erros na contagem de partículas pelo analisador de imagens. A Figura 3.2 ilustra o conjunto dispersor de partículas e a bomba de vácuo.

Figura 3.2 – Conjunto câmara de dispersão e bomba de vácuo.



Fonte: o autor.

Nos ensaios experimentais foi utilizada centrífuga de bancada (marca Hettich, modelo Rotina 380) que possui velocidade máxima de rotação de 10000 rpm. A Figura 3.3 ilustra a referida centrífuga de bancada.

Figura 3.3 – Centrífuga marca Hettich, modelo Rotina 380.



Fonte: o autor.

O microscópio (marca Olympus, modelo SZ51, oculares WHSZ10X-H/22) foi utilizado para melhor visualização e análise da dispersão das partículas na superfície dos discos. O microscópio foi ajustado para uma ampliação de 40 vezes. Juntamente ao microscópio foi acoplado suporte para posicionar câmera digital com especificações de 13 mega pixels. A Figura 3.4 ilustra o conjunto microscópio e câmera digital.

Figura 3.4 – Conjunto microscópio/câmera para a captura de imagens.



Fonte: o autor.

Após captura das imagens, o *software* Image Pro Plus 6.0 foi utilizado para realizar o processamento e a análise das imagens obtidas pelo microscópio.

3.2. MÉTODOS

3.2.1. Caracterização do leite em pó

O leite em pó foi caracterizado quanto a densidade real, a morfologia e a distribuição granulométrica, conforme procedimentos descritos a seguir.

3.2.1.1. Determinação da Densidade

Para a determinação da densidade real do leite em pó, colocou-se amostra em um recipiente de alumínio de volume 10 mL e aferiu-se a massa utilizando balança analítica (Gehaka, modelo AG200). Em seguida, o recipiente foi colocado no equipamento Picnômetro de gás Hélio (Micromeritics, modelo AccuPyc 1330) para ser determinada a densidade real do leite em pó. As condições ambientais de temperatura e umidade relativa no eram 22 ± 2 °C e aproximadamente 40%, respectivamente. A análise foi realizada no laboratório de Recursos Analíticos e de Calibração – LRAC da Faculdade de Engenharia Química – UNICAMP.

3.2.1.2. Morfologia

A avaliação da morfologia das partículas de leite em pó foi realizada em um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) (marca LEO, modelo LEO 440i). Inicialmente foi necessário preparar as amostras, que consistiu em fixá-las em porta-amostras específicos com fita adesiva dupla face de carbono. Para aumentar a condutividade da superfície da amostra, as mesmas foram recobertas com uma fina camada do metal Au (ouro) por meio do processo de evaporação “Sputtering”. Utilizou-se equipamento para recobrimento metálico (marca EMITECH, modelo K450) e detector de elétrons secundários para obtenção das micrografias. As condições ambientais de temperatura e umidade relativa no laboratório eram 22 ± 2 °C e aproximadamente 50%, respectivamente. A análise foi realizada no Laboratório de Recursos Analíticos e de Calibração da Faculdade de Engenharia Química – UNICAMP.

3.2.1.3. Distribuição Granulométrica

A distribuição granulométrica do leite em pó foi obtida pelo equipamento Analisador de tamanho de partículas por difração a Laser Mastersizer (marca Malvern, modelo

MAZ3000). A faixa de análise foi de 0,01 a 3500 micrômetros. Foram obtidas 10 leituras para cada amostra. A análise de distribuição granulométrica foi realizada no Laboratório de Recursos Analíticos e de Calibração da Faculdade de Engenharia Química – UNICAMP.

3.2.2. Tratamento dos discos

Os discos de aço inox foram previamente tratados para minimizar rugosidades nas superfícies. Para o preparo das superfícies, os substratos foram submetidos a um processo de polimento metalográfico. Este processo consistiu em submeter as superfícies de interesse a lixamentos e polimentos sucessivos utilizando abrasivos especiais. As superfícies foram lixadas utilizando uma sequência de lixas d'água de granulometria 80, 120, 220, 320, 400, 600, 1000, 1200, 1500 e 2000, colocadas sobre um suporte inclinado com fluxo constante de água sobre a superfície das mesmas. O sentido de lixamento foi alterado em 90° entre cada troca de lixa. Após, os substratos foram polidos utilizando uma politriz metalográfica. Nesta etapa a superfície de interesse foi levemente pressionada contra um feltro rotativo e embebida em solução de alumina (Teclago, Al_2O_3) dispersa em água. Foram utilizadas aluminas de granulometria 1 μm , 0,5 μm e 0,3 μm (Teclago), respectivamente. Para retirada do abrasivo do último polimento, a amostra foi lavada com álcool etílico hidratado 92,8 INPM e submetida a secagem sob fluxo de ar quente. O procedimento de preparo dos discos foi realizado no IFSC – Instituto Federal de Santa Catarina, *campus* Xanxerê.

3.2.3. Ensaios experimentais para medir a força de adesão

3.2.3.1. Dispersão das partículas de leite em pó na superfície do disco de aço inox

Após o tratamento descrito no item acima, as partículas de leite em pó foram dispostas sob o disco de prova com o auxílio do conjunto dispersor de pó e bomba de vácuo (Figura 3.2). O dispersor de partículas foi operado sob vácuo para dispersar uniformemente as partículas de leite em pó sobre a superfície do disco de prova e para evitar a aglomeração de partículas sobre o disco, minimizando erros na contagem das partículas e no cálculo de adesão, uma vez que aglomerados tem comportamento diferente de partículas.

A umidade relativa do ar do laboratório foi controlada e mantida abaixo de 50% para evitar a formação de aglomerados e para evitar que a força de capilaridade influenciasse nos experimentos. O controle da umidade relativa do ar foi realizado utilizando aparelho de ar condicionado, mantendo a temperatura do ar entre 15 a 20 °C. O monitoramento da umidade relativa do ar do laboratório foi realizado por meio de um termo-higrometro. As partículas de

leite em pó foram armazenadas em dessecador com sílica gel, para minimizar a variação de umidade.

3.2.3.2. Compressão e descompressão das partículas na superfície do disco

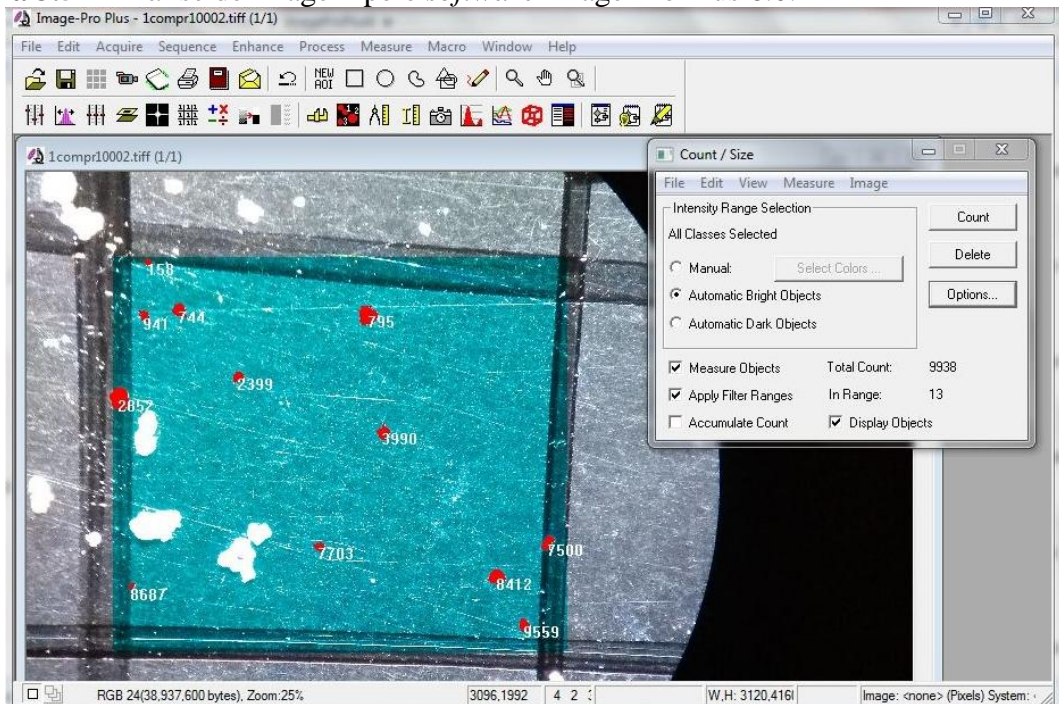
Após controle da umidade relativa do ar abaixo de 50% e da dispersão uniforme das partículas do leite em pó sobre a superfície do disco de prova, o disco foi acomodado no adaptador e no tubo (Figura 3.1), e o conjunto foi colocado na centrífuga (Figura 3.3). O disco foi disposto no equipamento de forma que a força centrífuga comprimissem as partículas sobre a superfície. Esta força de compressão, também denominada de *press-on* foi aplicada sobre o disco de prova nas velocidades de rotação de 1000, 5500 e 10000 rpm.

Depois da compressão das partículas, os discos de prova foram levados ao microscópio para a captura de imagens da dispersão das partículas do leite em pó na superfície do disco utilizando câmera digital (Figura 3.4). Estas imagens foram transferidas para o *software* analisador de imagens para realização da contagem de partículas aderidas no disco em 3 faixas de diâmetro diferentes: 20 - 40 μm , de 40 - 60 μm e 60 - 80 μm .

Em seguida, os discos foram levados novamente a centrífuga, porém em posição invertida da etapa de *press-on*, para a realização do desprendimento das partículas de leite em pó (*spin-off*). As velocidades de rotação aplicadas sobre os discos para o *spin-off* foram de 2000, 4000, 6000, 8000 e 10000 rpm respeitando a ordem crescente. Entre os intervalos de cada aplicação de velocidade de descompressão, os discos foram analisados no microscópio e as imagens foram capturadas pela câmera digital (Figura 3.4). O tempo de aplicação das forças de compressão (*press-on*) foi de um minuto para cada velocidade angular testada. O tempo de um minuto foi considerado a partir do momento em que a centrífuga atingiu a velocidade angular desejada. Este mesmo tempo (1 minuto) foi utilizado na descompressão (*spin-off*) do leite em pó para as diferentes velocidades.

Após captura das imagens, o *software* Image Pro Plus 6.0 foi utilizado para realizar o processamento e a análise das imagens ampliadas. Inicialmente o programa foi calibrado para analisar imagens ampliadas 40 vezes. Depois de calibrado, as imagens foram inseridas no programa computacional uma a uma e as partículas foram sendo contadas de acordo com as faixas de diâmetro médio pré-definidas (20 a 80 μm). Em cada imagem, o programa identificava e enumerava as partículas aderidas e desprendidas, além de fornecer o diâmetro médio e a área de cada partícula, que posteriormente será utilizada no cálculo da força de adesão. Um exemplo de uma das imagens analisadas no *software* Image Pro Plus 6.0 é ilustrada na Figura 3.5.

Figura 3.5 – Análise de imagem pelo *software* Image Pro Plus 6.0.



Fonte: o autor.

3.2.4. Determinação da massa média das partículas aderidas na superfície do disco

O cálculo da massa das partículas do material pulverulento aderidas na superfície do disco de aço inox foi realizado utilizando a Equação (11).

$$m = \rho_p V_p \quad (11)$$

Em que ρ_p é a massa específica do leite em pó (kg m^{-3}) e V_p é o volume médio das partículas de leite em pó (m^3). O volume das partículas foi determinado utilizando a equação de cálculo de volume da esfera (Equação 12).

$$V_p = \frac{4\pi r_p^3}{3} \quad (12)$$

Em que r_p é o raio médio da partícula (m). O raio médio foi obtido por meio da média dos diâmetros das partículas, fornecidos pelo analisador de imagem (Image-Pro Plus 6.0).

3.2.5. Cálculo da força de adesão

Após determinar a massa média das partículas do material pulverulento, foi realizado o cálculo da força de adesão entre a superfície de aço inoxidável e a partícula leite em pó utilizando a Equação (7), em que assume-se que a força de adesão (F_{ad}) é igual a força centrífuga em magnitude, porém com o sinal oposto, logo:

$$F_{ad} = -F_{cen} \quad (6)$$

e

$$F_{ad} = m \cdot d_c \cdot \omega_d^2 \quad (7)$$

Em que F_{cen} é a força centrífuga (N); F_{ad} é a força de adesão (N); m é a massa média das partículas de leite em pó (kg); ω é a velocidade angular necessária para a descompressão (rad s^{-1}) e d_c é a distância entre a amostra e o centro do rotor da centrífuga (m).

3.2.6. Determinação da mediana geométrica da força de adesão e desvio padrão

A partir dos valores de força de adesão foram construídos gráficos relacionando a força de adesão e a porcentagem de partículas que permaneceram aderidas ao substrato após a aplicação das velocidades angulares de desprendimento. Por meio de regressão linear foi possível calcular a força de adesão média, também denominada como mediana geométrica da força de adesão, para cada um dos diâmetros médios. A mediana geométrica da força de adesão foi definida por Zimon (1982), como sendo a força de adesão correspondente a 50% das partículas aderidas em uma superfície após aplicar a centrifugação.

O desvio padrão geométrico σ_g é definido como a razão entre a mediana geométrica e a força de adesão correspondente a 16% das partículas aderidas em uma superfície após aplicar a centrifugação, e serve como parâmetro para distinguir se os valores obtidos para força de adesão estão próximos ou distantes da média. O cálculo do desvio padrão geométrico foi realizado utilizando a Equação (13).

$$\sigma_g = \frac{\text{mediana geométrica da adesão}}{\text{força de adesão para 16\% das partículas aderidas}} \quad (13)$$

3.2.7. Cálculo da distância de separação efetiva

A partir da mediana da força de adesão foi determinada a distância de separação efetiva entre as partículas de leite em pó e a superfície de aço inox. Para isto utilizou-se a Equação (4), a mesma aplicada por Salazar-Banda et al. (2007), para calcular a distância efetiva de uma superfície e partículas de pós-secos, em que a força de Van der Waals é predominante.

$$F_{VdW} = \frac{A \cdot d_p}{12 \cdot z_0^2} \quad (4)$$

Rearranjando:

$$z_0 = \sqrt{\frac{A \cdot d_p}{12 \cdot F_{adesão}}} \quad (14)$$

Em que A corresponde a constante de Hamaker (J), d_p é o diâmetro médio do material pulverulento (m) e $F_{adesão}$ é a mediana da força de adesão (N).

3.2.8. Força de adesão teórica – Modelo de Derjaguin-Müller-Toporov (DMT)

A força de adesão teórica foi calculada a partir da teoria de Derjaguin-Müller-Toporov (DMT), definida por meio da Equação (8).

$$F_{ad} = 2\pi RW \quad (8)$$

Em que F_{ad} é a força de adesão teórica (N), R é o diâmetro da partícula (m) e W é o trabalho de adesão por unidade de área ($J m^{-2}$).

3.2.9. Ajuste de equação para a força de adesão experimental

Para ajuste de uma equação empírica para representar os resultados experimentais de força de adesão do leite em pó em substrato de aço inox foram realizados ajustes de diferentes funções polinomiais aos dados da força de adesão experimental em função do diâmetro da partícula e em função da velocidade de compressão utilizando o *software* Origin 8.5®.

3.2.10. Planejamento experimental

Para avaliar a influência de parâmetros como o tamanho da partícula (faixa granulométrica) e a pressão de aplicação do contato (velocidade angular de compressão) sobre

a variável resposta força de adesão, foi realizado um planejamento fatorial 2^2 com 3 repetições no ponto central, totalizando 7 ensaios. Na Tabela 3.1 estão descritos os níveis codificados e os valores de cada variável que serão utilizadas nos ensaios.

Tabela 3.1 – Níveis codificados e valores reais das variáveis diâmetro médio da partícula e velocidade de compressão utilizadas no planejamento experimental.

Variáveis independentes	Níveis codificados e valores reais		
	-1	0	1
Faixa granulométrica (μm)	20-40	40-60	60-80
Velocidade de compressão (rpm)	1000	5500	10000

O planejamento experimental, com as variáveis codificadas, para avaliar a influência da força de adesão em relação a faixa granulométrica das partículas de leite em pó e a velocidade angular de compressão (*press-on*) sobre a superfície do substrato, está apresentado na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Planejamento experimental 2^2 com três repetições no ponto central.

Ensaio	Variáveis codificadas	
	Faixa granulométrica	Velocidade de compressão
1	-1	-1
2	1	-1
3	-1	1
4	1	1
5	0	0
6	0	0
7	0	0

O tratamento dos dados experimentais foi realizado utilizando o *software* Statistica 10.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Conforme descrito anteriormente, o objetivo principal deste trabalho foi determinar a força de adesão entre partículas de leite em pó e uma superfície de aço inox (um dos principais materiais utilizados em linhas de produção e processamento de alimentos) utilizando a técnica centrífuga.

Neste estudo, o disco de prova foi um item importante, pois é no substrato que o material particulado, neste caso o leite em pó, foi depositado e posteriormente analisado. O disco foi fabricado em aço inoxidável para simular equipamentos de uma linha de produção para fabricação de leite em pó, já que este é um dos materiais mais utilizados para este fim. O processo de lixamento e polimento nos discos de prova foi realizado esperando-se que a rugosidade na superfície fosse minimizada e não influenciasse na adesão do material particulado, e propiciasse imagem com boa resolução no microscópio e no *software* analisador de imagem.

A dispersão das partículas na superfície do disco foi realizada utilizando o sistema de dispersão de pó para evitar a aglomeração das partículas sobre a superfície e, conseqüentemente, a minimização dos erros durante a contagem das partículas. A umidade relativa do ar no ambiente de trabalho foi controlada em 41%, ou seja, abaixo de 50%. Este controle foi importante, para evitar a força de capilaridade e para que predominasse as forças de Van der Waals na determinação da força de adesão.

A técnica centrífuga foi utilizada para estabelecer o efeito do tamanho da partícula no comportamento da força de adesão entre as partículas do leite em pó e uma superfície de aço inoxidável. Para isto, foram aplicadas forças centrífugas de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm e para cada força de compressão foram aplicadas as forças de descompressão de 2000, 4000, 6000, 8000 e 10000 rpm.

As velocidades de compressão foram determinadas desta forma para que fossem analisadas uma velocidade angular de compressão baixa, uma intermediária e uma alta, de acordo com a capacidade da centrífuga utilizada no experimento. Além disso, estes valores de velocidade angular de compressão foram definidos, avaliando utilizá-los como variável dependente em um planejamento experimental.

As velocidades de desprendimento foram determinadas seguindo os mesmos critérios da compressão, porém em intervalos menores para aumentar a confiabilidade dos resultados, já que a velocidade de desprendimento é utilizada nos cálculos para a obtenção da força de adesão.

4.1. Caracterização do leite em pó

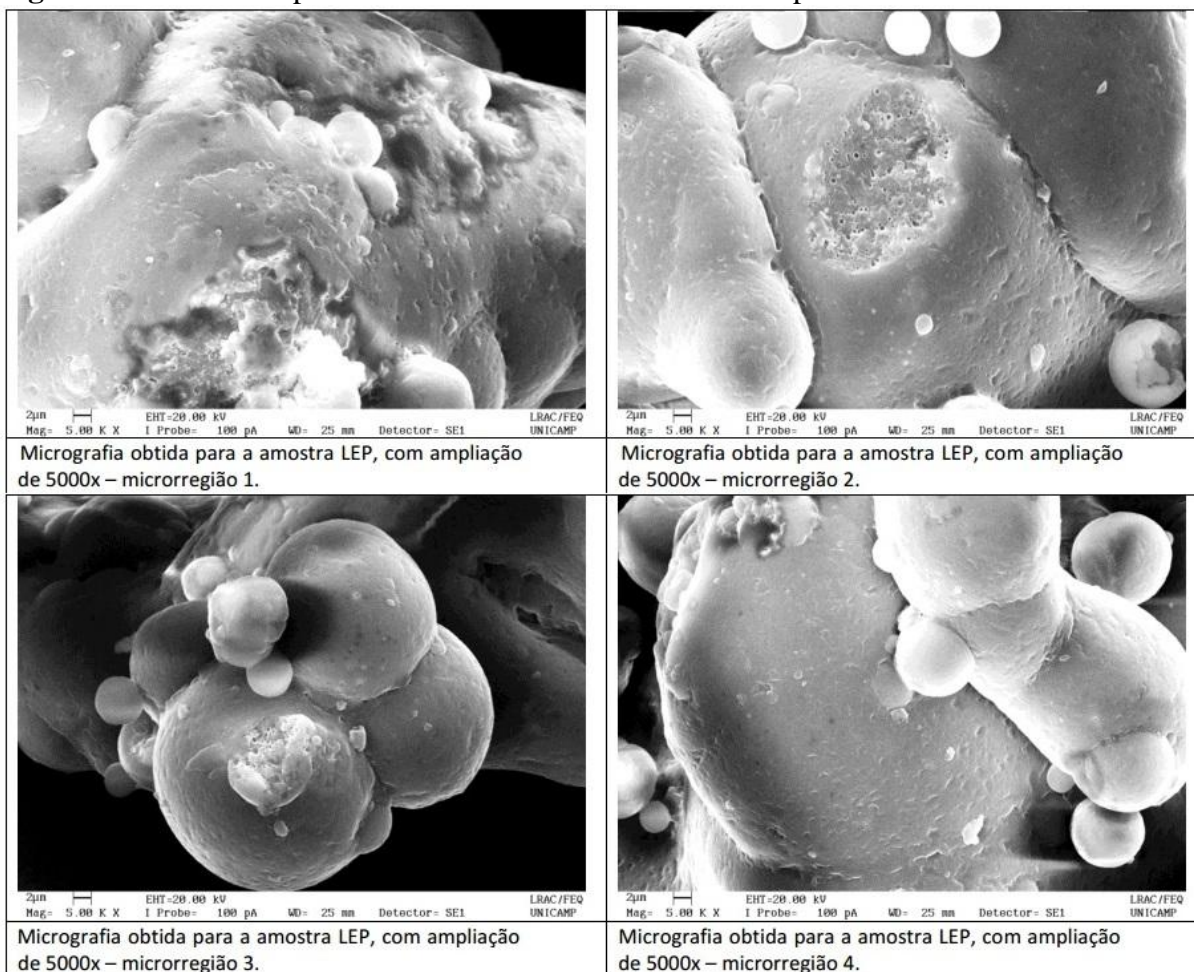
Para a determinação da força de adesão foi necessário primeiramente conhecer algumas características das partículas de leite em pó, como por exemplo, a densidade da amostra. A densidade real da amostra foi determinada por meio do método picnometria a gás e está apresentada na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Densidade real do leite em pó.

Amostra	Massa da amostra (g)	Volume amostra (cm ³)	Densidade amostra (g cm ⁻³)
Leite em pó	4,4333	3,485 ± 0,002	1,272 ± 0,001

Outra característica importante para a determinação da força de adesão foi o formato das partículas do material pulverulento. O formato da partícula foi determinado por análise morfológica por microscopia eletrônica de varredura (MEV). O resultado da análise com ampliação de 5000 vezes está ilustrado na Figura 4.1.

Figura 4.1 – Microscopia eletrônica de varredura do leite em pó.



Fonte: LRAC da Faculdade de Engenharia Química – UNICAMP.

Pela Figura 4.1, nota-se que a maior parte das partículas tem formato regular. Materiais pulverulentos orgânicos tendem a possuir formatos regulares, ao contrário do observado para materiais pulverulentos inorgânicos (FELICETTI, 2004; 2008). Além disso, as partículas de leite em pó possuem esfericidade de 0,77 (NIKOLOVA et al., 2015). Por estes motivos, para o cálculo do volume médio das partículas foi possível utilizar a Equação (12), que é a equação para cálculo de volume da esfera. Os resultados destes cálculos estão descritos no item 4.3 (Tabela 4.3).

Por fim, outra característica importante a ser analisada foi o tamanho médio das partículas e a distribuição granulométrica. Esta característica é importante para determinar as faixas de diâmetro médio que seriam analisadas no trabalho. Para isto foi realizada a análise de distribuição de tamanho de partícula por difração a laser. A análise foi repetida 10 vezes para aumentar a confiabilidade dos dados. A média e o desvio padrão das dez leituras da distribuição granulométrica estão apresentados em micrometros na Tabela 4.2.

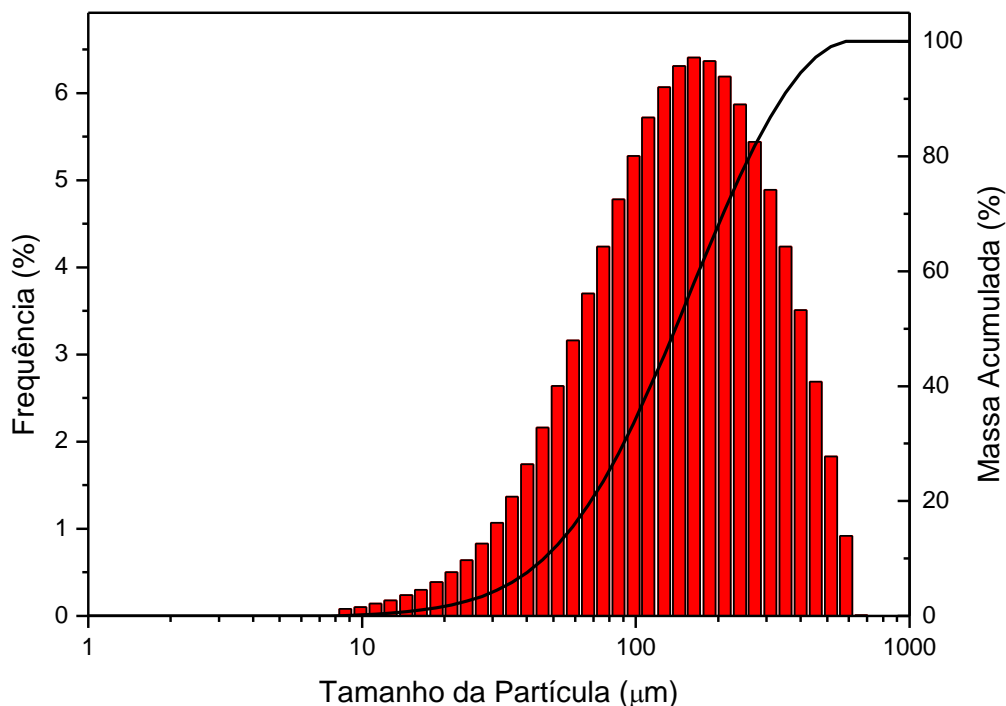
Tabela 4.2 – Resultado análise de distribuição de tamanho de partícula por difração a laser.

Amostra	Dv (10) ± Desvio (µm)	D [4,3] ± Desvio (µm)	Dv (50) ± Desvio (µm)	Dv (90) ± Desvio (µm)
Leite em pó	52,5 ± 0,2	192,0 ± 0,5	158,0 ± 0,5	387,0 ± 0,8

A Tabela 4.2 mostrou que o tamanho médio das partículas foi de 192 µm. Metade das partículas analisadas possui volume abaixo de 158 µm e 90% das partículas analisadas possui tamanho abaixo de 387 µm. A distribuição granulométrica do leite em pó está representada na Figura 4.2.

Pela Figura 4.2, verifica-se que o material pulverulento orgânico, o leite em pó, possui uma faixa de distribuição granulométrica aproximadamente entre 10 a 600 µm. Baseados nestes resultados foram realizados testes preliminares de compressão das partículas de leite em pó na superfície de aço inox. Notou-se com estes testes que as partículas maiores de 80 µm não aderiram à superfície de aço inox na forma de partículas isoladas. Partículas maiores apresentavam formatos muito irregulares, significando que ali havia a presença de um aglomerado, o que foi desconsiderado neste estudo, pois aglomerados apresentam comportamento diferente de partículas quando avaliado a força de adesão. Portanto, baseado nos estudos preliminares foram consideradas apenas as partículas contidas no intervalo de 20 a 80 µm, divididas em três faixas de diâmetro, sendo elas de 20 - 40 µm, 40 - 60 µm e 60 - 80 µm. Estes valores de faixas de diâmetros foram definidos, avaliando utilizá-los como variável dependente em um planejamento experimental.

Figura 4.2 – Distribuição granulométrica do leite em pó obtida no Horiba, do DEMA – UFSCar.



Fonte: o autor.

Após realização de procedimento experimental, as imagens foram analisadas e os dados de diâmetro médio foram obtidos. As partículas foram analisadas separadamente de acordo com a faixa de diâmetro médio em que se encontravam.

4.2. Determinação da massa média das partículas aderidas na superfície do disco

A partir dos dados de diâmetro médio das partículas de cada faixa granulométrica definida previamente (20 - 40 μm , 40 - 60 μm e de 60 - 80 μm), obtidos pelo *software* analisador de imagens, foi realizado o cálculo do volume médio de cada partícula aderida no disco pela Equação (12), e utilizando a densidade real (Tabela 4.1) foi calculado a massa média das partículas que ficaram aderidas no disco por meio da Equação (11). Os resultados de volume médio e massa média das partículas de leite em pó para cada faixa de diâmetro após a aplicação da força centrífuga de compressão (*press-on*) de 1000, 5500 e 10000 rpm estão expressos na Tabela 4.3.

Pela Tabela 4.3, nas três velocidades de compressão (*press-on*) avaliadas, a massa média das partículas de leite em pó aderidas na superfície do disco de aço inox aumentou proporcionalmente com o tamanho das partículas avaliadas no trabalho (20 - 40 μm , 40 - 60 μm e de 60 - 80 μm), resultado já esperado, uma vez que pela Equação (12), a massa das partículas é proporcional ao cubo do raio das partículas (r_p^3).

Tabela 4.3 – Volume médio e massa média das partículas de leite em pó aderidas no disco de aço inox após compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.

<i>Press-on</i> (rpm)	Faixa Diâmetro (μm)	Diâmetro Médio (μm)	Volume Médio (m^3)	Massa Média (kg)
1000	20 – 40	29,12	$1,47 \cdot 10^{-14}$	$1,87 \cdot 10^{-11}$
	40 – 60	49,70	$6,73 \cdot 10^{-14}$	$8,55 \cdot 10^{-11}$
	60 – 80	70,67	$1,08 \cdot 10^{-13}$	$1,37 \cdot 10^{-10}$
5500	20 – 40	27,74	$1,26 \times 10^{-14}$	$1,60 \times 10^{-11}$
	40 – 60	48,21	$6,09 \times 10^{-14}$	$7,75 \times 10^{-11}$
	60 – 80	64,77	$1,43 \times 10^{-13}$	$1,82 \times 10^{-10}$
10000	20 – 40	27,27	$1,18 \times 10^{-14}$	$1,50 \times 10^{-11}$
	40 – 60	48,17	$6,06 \times 10^{-14}$	$7,71 \times 10^{-11}$
	60 – 80	67,24	$1,62 \times 10^{-13}$	$2,06 \times 10^{-10}$

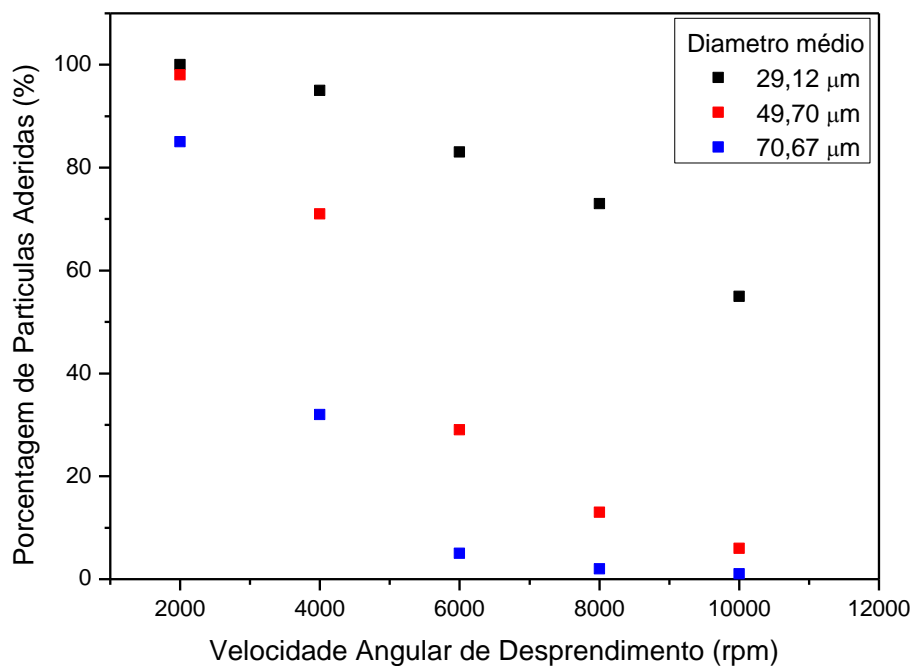
Na Tabela 4.3 foi possível observar nas faixas granulométricas menores (20 - 40 μm , 40 - 60 μm), a massa média das partículas reduziu com o aumento da velocidade angular de compressão, enquanto que para a faixa granulométrica de 60 - 80 μm ocorreu o oposto, a massa média das partículas aumentaram com o aumento da força de compressão.

4.3. Comportamento das partículas aderidas em função da velocidade angular de compressão

Com os dados obtidos nos ensaios experimentais aplicando velocidade de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm e velocidade de descompressão de 2000, 4000, 6000, 8000 e 10000 rpm, levando em consideração as faixas de diâmetro em que cada partícula estava inserida (20 - 40 μm , 40 - 60 μm e 60 - 80 μm), foram construídos gráficos relacionando a porcentagem de partículas que permaneceram aderidas no disco de prova com a velocidade angular de desprendimento, apresentados nas Figuras 4.3 a 4.5. Os diâmetros médios utilizados nas legendas destas figuras foram obtidos pela média dos diâmetros das partículas de leite em pó fornecido pelo *software* Image Pro-Plus 6.0. Na Figura 4.3 está apresentado os resultados obtidos para o ensaio experimental utilizando a velocidade de compressão de 1000 rpm.

Pelas Figuras 4.3 a 4.5, observa-se de forma geral, que com o aumento da velocidade angular de compressão, a porcentagem de partículas aderidas na superfície do disco diminuiram.

Figura 4.3 - Porcentagem de partículas de leite em pó aderidas na superfície do substrato de aço inox em função da velocidade angular de desprendimento para compressão de 1000 rpm.



Fonte: o autor.

Na Figura 4.3, foi observado que grande parte das partículas de diâmetro médio de 49,70 μm e 70,67 μm foram desprendidas da superfície do disco. No entanto, entre as partículas de menor diâmetro médio (29,12 μm) apenas 45% das partículas se desprenderam. Com isto, não é possível afirmar ao certo qual a velocidade de desprendimento deve ser aplicada no disco para desprender todas as partículas, uma vez que a velocidade máxima de operação da centrífuga de bancada utilizada no experimento, que era de 10000 rpm, foi aplicada e não foi suficiente para o desprendimento das partículas.

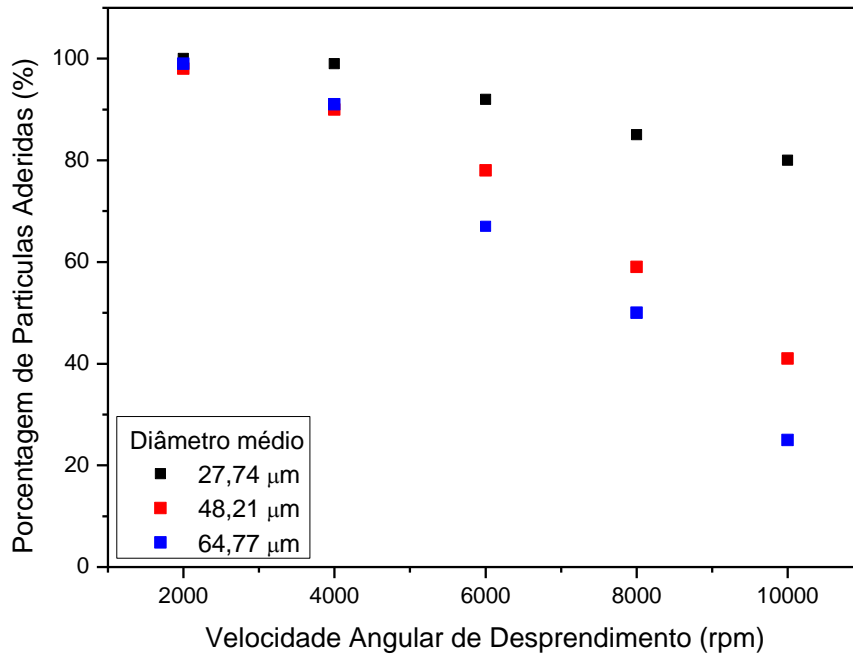
Nas Figuras 4.4 e 4.5 estão apresentados os resultados obtidos para os ensaios experimentais utilizando as velocidades angulares de compressão de 5500 e 10000 rpm, respectivamente.

Pela Figura 4.4, nota-se que o comportamento dos dados experimentais foi similar ao ocorrido na compressão de 1000 rpm (Figura 4.3). Apesar das partículas se desprenderem da superfície com o aumento da velocidade angular de desprendimento, o comportamento delas diferiu-se dependendo da faixa de diâmetro em que se encontravam. As partículas de diâmetro médio menor tenderam a permanecer aderidas a superfície por mais tempo do que as partículas de maior diâmetro.

Na Figura 4.4 também foi possível observar que para as três faixas de granulometrias avaliadas, as partículas não apresentaram 100% de desprendimento, ou seja, o aumento da

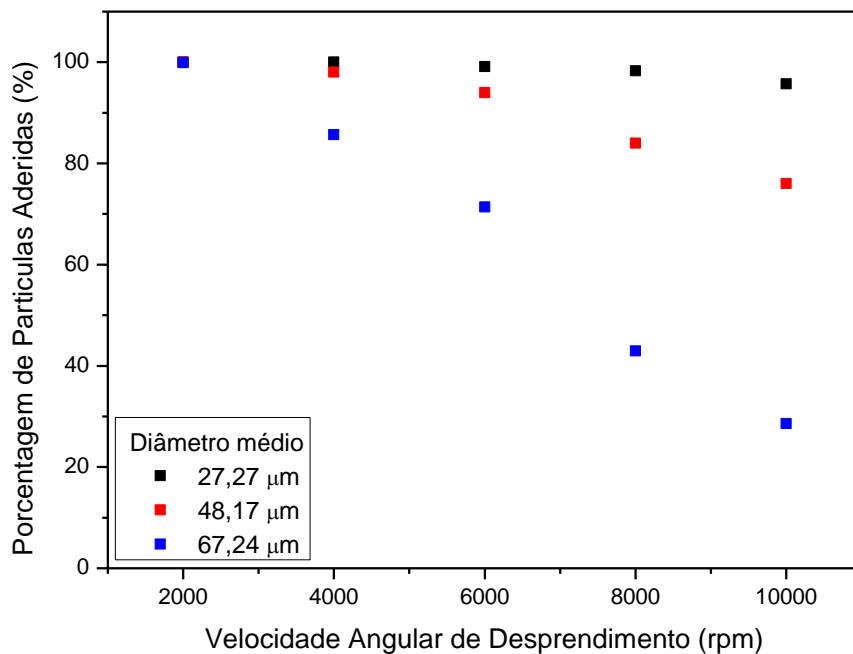
velocidade angular de compressão de 1000 para 5500 rpm fez com que as partículas permanecessem mais aderidas na superfície após serem submetidas às mesmas forças de desprendimento. Por isto, seria necessária uma velocidade angular de desprendimento maior ainda para desprender todas as partículas do disco.

Figura 4.4 - Porcentagem de partículas de leite em pó aderidas na superfície do substrato de aço inox em função da velocidade angular de desprendimento para compressão de 5500 rpm.



Fonte: o autor.

Figura 4.5 - Porcentagem de partículas de leite em pó aderidas na superfície do substrato de aço inox em função da velocidade angular de desprendimento para compressão de 10000 rpm.



Fonte: o autor.

Pela Figura 4.5, novamente foi observado que o aumento da velocidade de compressão aumentou a aderência das partículas na superfície do disco de aço inox. Nota-se que até a velocidade de desprendimento de 4000 rpm ocorreu a remoção de apenas 3 partículas, uma de cada faixa de diâmetro. Apenas a partir da velocidade angular de desprendimento de 6000 rpm, as partículas de leite em pó começaram a ser desprendidas de forma mais expressiva. As partículas maiores com diâmetro médio de 67,24 μm resultaram em uma curva com maior inclinação, pois partículas maiores tendem a se desprender com mais facilidade. Este comportamento não foi observado apenas para o desprendimento, mas também para a aderência, já que em comparação com os demais diâmetros médios, partículas com maior diâmetro médio foram as que menos aderiram ao disco durante a compressão, contando com apenas 7 partículas aderidas.

Comportamento similar aos resultados descritos acima foi encontrado também por Felicetti (2004), ao analisar a adesão de polvilho doce em uma superfície de aço inox. O leite em pó pode ser comparado ao polvilho doce devido aos dois serem materiais pulverulentos orgânicos e apresentarem formato regular quando comparados a materiais pulverulentos inorgânicos.

Uma das divergências de um estudo para outro é o tamanho da partícula, já que a maior partícula descrita por Felicetti (2004), equivalia a menor faixa de diâmetro analisada neste estudo. A velocidade máxima de desprendimento das partículas utilizada para o polvilho doce foi de 14000 rpm e não foi suficiente para desprender todas as partículas do disco, o que não quer dizer que esta velocidade não seja suficiente para desprender todas as partículas de leite em pó já que as partículas estudadas neste trabalho possuem diâmetro médio maior comparado ao polvilho doce.

4.4. Cálculo da força de adesão

4.4.1. Força de adesão em função do tamanho da partícula

De acordo com a Equação (7), a força de adesão é dependente da massa média das partículas de leite em pó, da velocidade angular de descompressão e a distância entre a amostra e o centro do rotor da centrífuga.

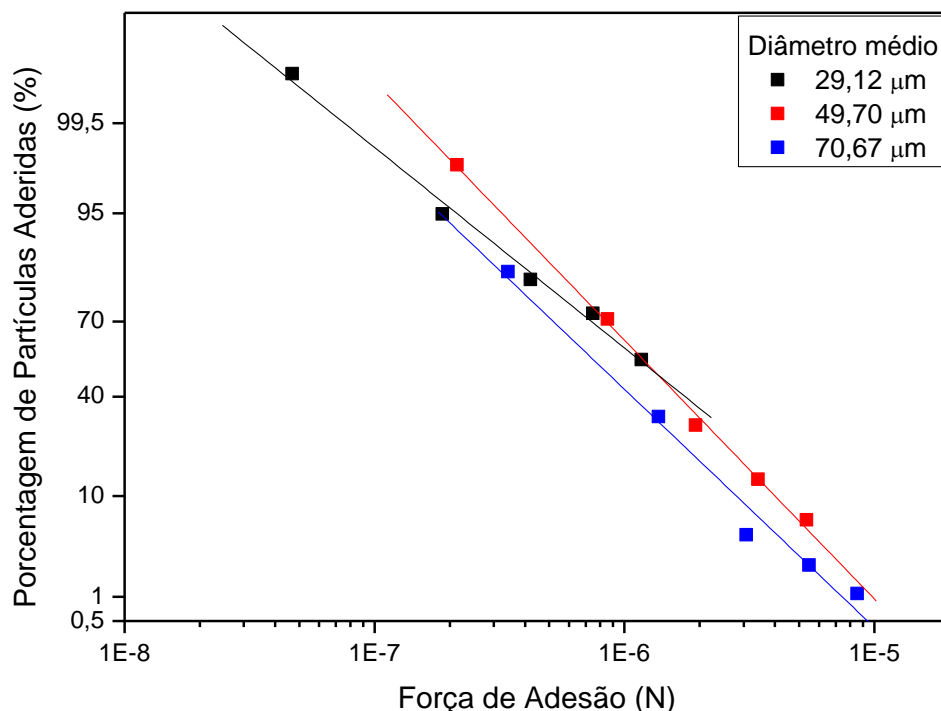
Desta forma, a partir das curvas apresentadas nas Figuras 4.3 a 4.5 com dados da porcentagem de partículas aderidas na superfície do substrato de aço inox em função da velocidade angular de descompressão foi possível avaliar a porcentagem de partículas de leite em pó aderidas no disco de aço inoxidável em função da força de adesão para as três faixas

granulométricas (20 - 40 μm , 40 - 60 μm e de 60 - 80 μm), após aplicação da força centrífuga de compressão (*press-on*) de 1000, 5500 e 10000 rpm.

Para cálculo das forças de adesão entre as partículas e a superfície para cada velocidade angular de desprendimento foi utilizado os dados de massa média das partículas apresentadas na Tabela 4.3 para as três faixas granulométricas (20 - 40 μm , 40 - 60 μm e de 60 - 80 μm) e para as três velocidades angulares de compressão. Além da massa e das velocidades angulares foi necessário mensurar a distância entre o centro da centrífuga e o centro do disco de prova. O valor aferido foi de 0,052 m.

Os resultados encontrados para porcentagem de partículas aderidas em função da força de adesão para as três faixas granulométricas (20 - 40 μm , 40 - 60 μm e de 60 - 80 μm), após aplicação da força centrífuga de compressão (*press-on*) de 1000, 5500 e 10000 rpm estão expressos nas Figuras 4.6, 4.7 e 4.8, respectivamente, em forma de gráficos em coordenadas do tipo logaritmo-probabilidade.

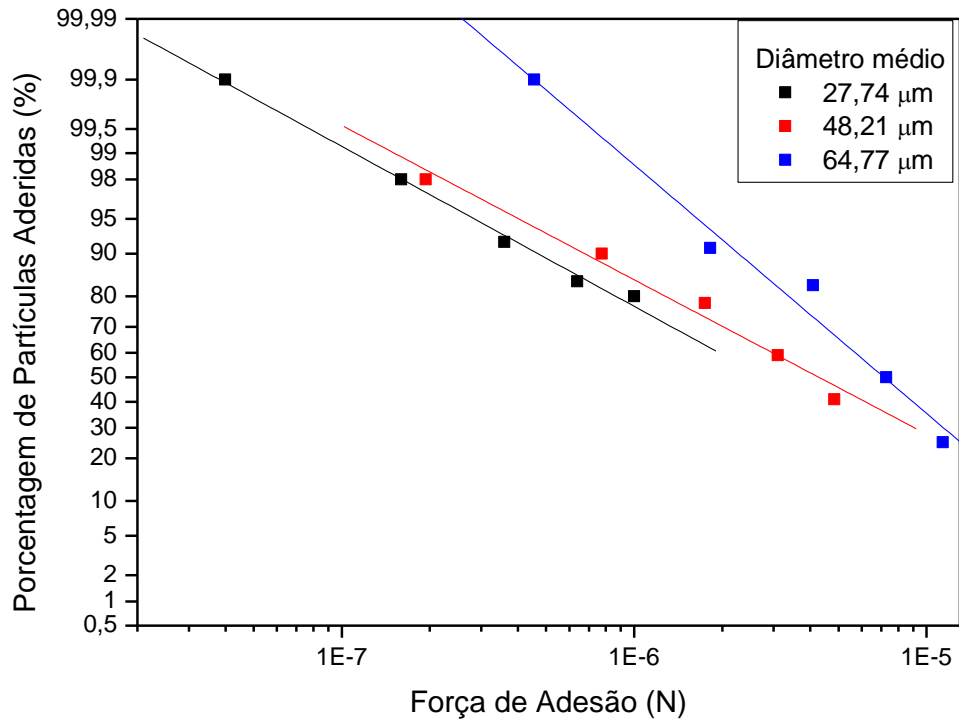
Figura 4.6 – Porcentagem de partículas aderidas em função da força de adesão para a compressão de 1000 rpm.



Fonte: o autor.

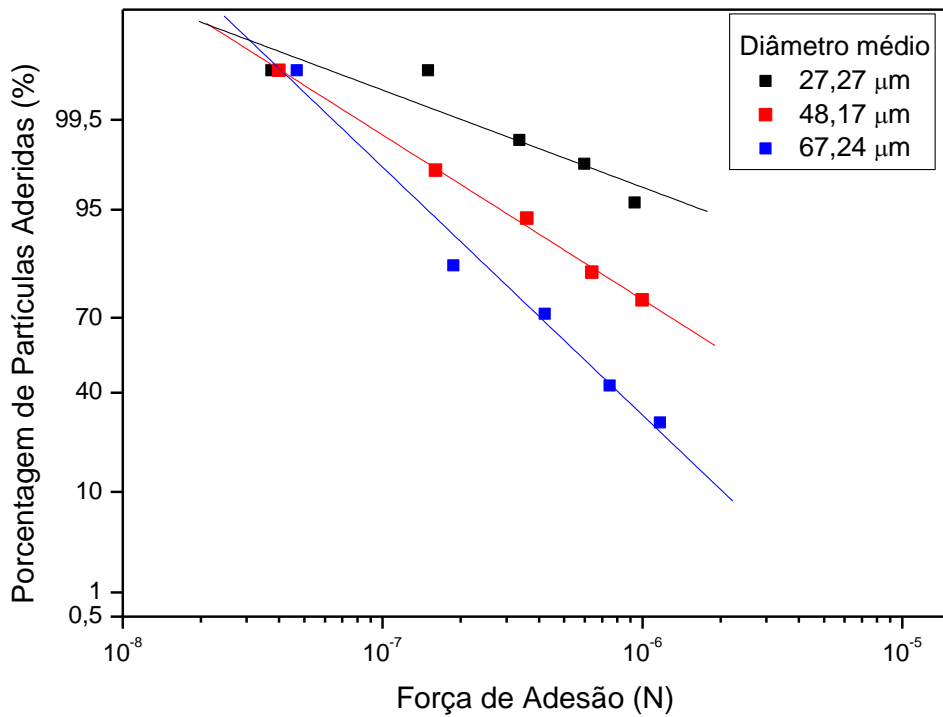
A distribuição de materiais pulverulentos em relação a força de adesão pode ser apresentada na forma de curvas integrais (ZIMON, 1982; LAM e NEWTON, 1991; PODCZECK, 1999). No entanto, estes resultados também podem ser representados em coordenadas do tipo logaritmo-probabilidade, conforme ilustrado nas Figuras 4.6 a 4.8.

Figura 4.7 – Porcentagem de partículas aderidas em função da força de adesão para a compressão de 5500 rpm



Fonte: o autor.

Figura 4.8 – Porcentagem de partículas aderidas em função da força de adesão para a compressão de 10000 rpm.



Fonte: o autor.

Nos três gráficos (Figuras 4.6 a 4.8), foi possível observar que as curvas para as faixas granulométricas avaliadas apresentaram comportamento linear. Nestas coordenadas, isto significa que os resultados obedeceram a uma distribuição log-normal, como observado por outros pesquisadores (ZIMON, 1982; LAM e NEWTON, 1991; PODCZECK, 1999; FELICETTI et al., 2008).

Pelos resultados apresentados nas Figuras 4.6 a 4.8, observa-se que a força de adesão apresentou comportamento linear com o diâmetro da partícula do material pulverulento, ou seja, a força de adesão entre as partículas do leite em pó e a superfície do substrato aumentou com o aumento do diâmetro médio da partícula. Desta forma, a granulometria da partícula apresentou influência direta na força de adesão partícula-superfície.

Comportamento similar relacionando força de adesão e o tamanho de partícula foram relatados por Felicetti et al. (2004) e Salazar-Banda et al. (2007), que estudaram a adesão de material pulverulento orgânico, o polvilho doce, em superfície de aço inox, utilizando uma centrífuga que atingia uma velocidade máxima de rotação de 14000 rpm. Valores semelhantes para a força de adesão utilizando a técnica centrífuga foram encontrados por Lam e Newton (1992), que realizaram o estudo da adesão de amido em uma superfície de aço inoxidável utilizando uma centrífuga que atingia velocidade máxima de rotação de 18000 rpm e por Shimada et al. (2002), que avaliaram a adesão de partículas de amido de milho e amido de batata sobre substrato de vidro.

O mesmo comportamento foi observado com partículas de natureza distinta, como no caso do estudo de Almeida (2013), que analisou a adesão de partículas de fuligem aderidas em um substrato de membrana de éster-celulose, Lam e Newton (1991), que avaliou a adesão de partículas de carbonato de cálcio em um substrato de aço inoxidável utilizando uma centrífuga em que a velocidade máxima de rotação era de 14000 rpm e Salazar-Banda et al. (2007), que estudou a força de adesão de partículas de concentrado fosfático e calcário dolomítico em substrato de aço inox. Nestes trabalhos, a força de adesão também aumentou com o aumento da partícula estudada.

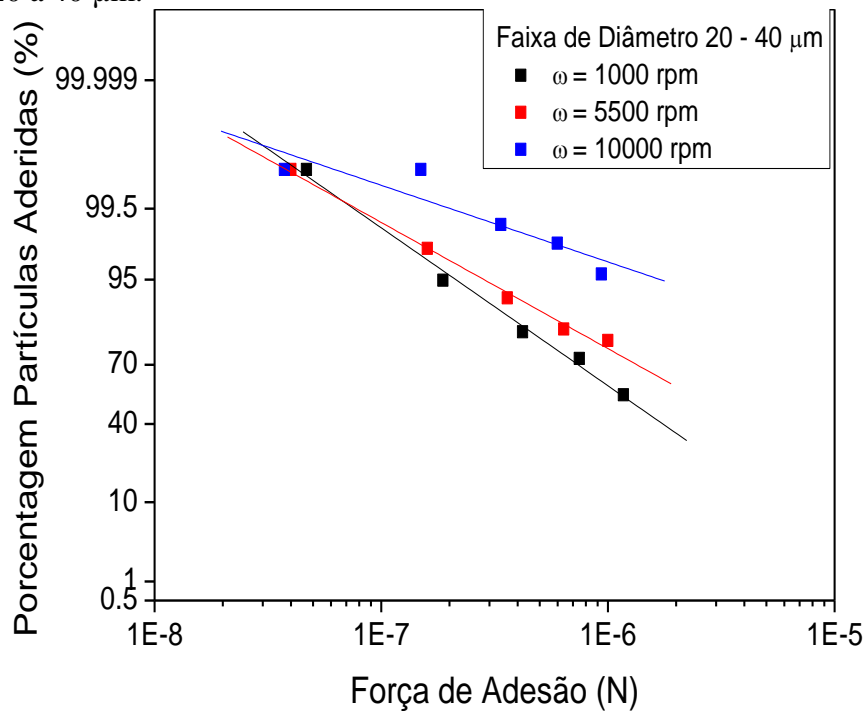
4.4.2. Força de adesão em função da velocidade angular de compressão

Em relação a determinação da força de adesão, também é possível correlacionar os valores obtidos para as forças de adesão com a porcentagem de partículas aderidas ao disco em função das velocidades de compressão.

Nas Figuras 4.9, 4.10 e 4.11 estão ilustrados os gráficos da porcentagem de partícula de leite em pó aderidas na superfície do substrato de aço inox em função da força de adesão

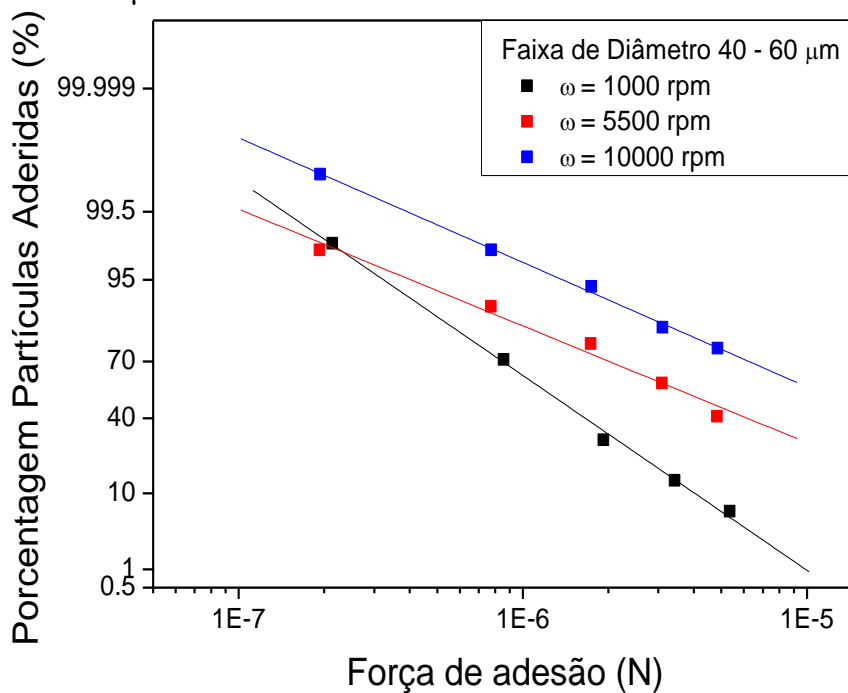
das partículas do material pulverulento após aplicação das velocidades centrífugas de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm, para as faixas de diâmetros de 20 - 40 μm , 40 - 60 μm e de 60 - 80 μm , respectivamente.

Figura 4.9 - Porcentagem de partículas aderidas em função da força de adesão para a faixa de diâmetro de 20 a 40 μm .



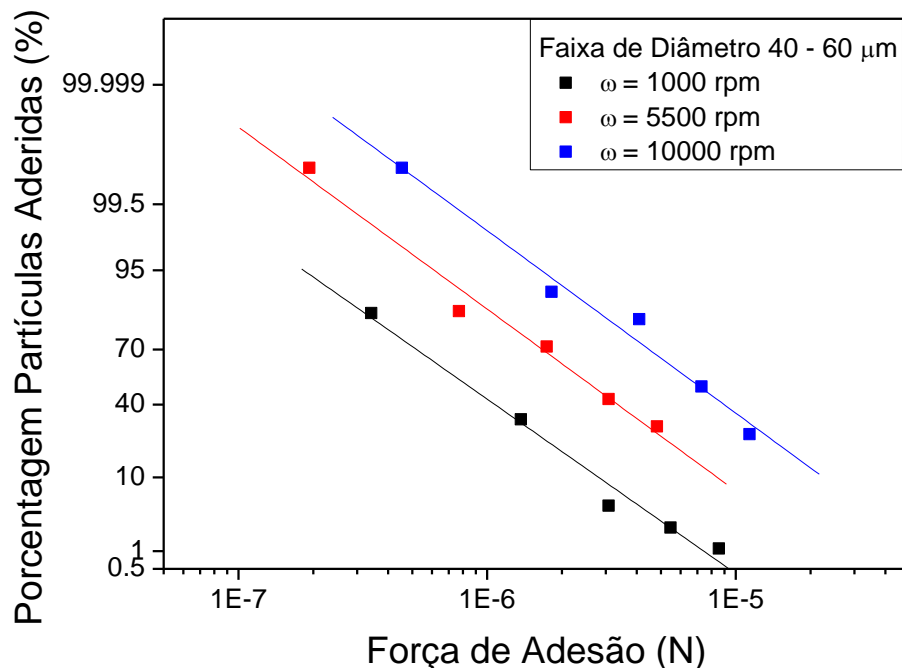
Fonte: o autor.

Figura 4.10 - Porcentagem de partículas aderidas em função da força de adesão para a faixa de diâmetro de 40 a 60 μm .



Fonte: o autor.

Figura 4.11 - Porcentagem de partículas aderidas em função da força de adesão para a faixa de diâmetro de 60 a 80 μm .



Fonte: o autor.

Analisando as Figuras 4.9 a 4.11, nota-se que nos três gráficos apresentados, as curvas possuem comportamento similar. O aumento das velocidades angulares de compressão (*press-on*) a que as partículas foram submetidas resultou em aumento da força de adesão, mesmo se tratando de partículas pertencentes a mesma faixa de diâmetro. Percebe-se que em um mesmo valor de força de adesão, mais partículas permaneceram aderidas ao substrato quanto maior a força de compressão que foi inicialmente empregada sobre elas.

Pelas Figuras 4.9 a 4.11, também observa-se tendência que as partículas de menor diâmetro permaneceram aderidas em maior quantidade quando comparadas às partículas de diâmetros maiores. Apesar de comportamento similar, nota-se que as retas de ajuste linear permaneceram mais próximas umas das outras quanto menor a faixa de diâmetro das partículas.

Comportamento similar foi observado por Felicetti (2004), em que foi relacionado a força de adesão às velocidades angulares de compressão (*press-on*) de 1000, 2000, 5000 e 10000 rpm em partículas de polvilho doce aderindo em substrato de aço inox.

4.5. Determinação da mediana geométrica da força de adesão e desvio padrão

Para cada curva da porcentagem de partículas aderidas na superfície do substrato de aço inox em função da força de adesão ilustradas acima, pôde-se caracterizar a força de adesão média (mediana geométrica) e o desvio padrão geométrico. Zimon (1982), definiu a

mediana geométrica da força de adesão como a força encontrada quando, após os ensaios experimentais com a centrífuga, houve 50% de probabilidade das partículas permanecerem aderidas ao substrato. O desvio padrão geométrico foi utilizado com o objetivo de calcular a medida numérica da dispersão mínima e máxima da força de adesão da partícula na seção linear do plano logaritmo-probabilidade.

A mediana geométrica foi obtida graficamente através da equação da reta das curvas apresentadas nas Figuras 4.6 a 4.8. O desvio padrão da mediana geométrica (σ_g) foi determinado a partir das mesmas curvas (Figuras 4.6 a 4.8), utilizando valores da força de adesão correspondentes a 16% das partículas aderidas ao substrato dos valores medidos projetados sobre a reta, e então calculados utilizando a Equação (13). Os valores obtidos da mediana geométrica e do desvio padrão da mediana geométrica para as velocidades de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm e para as faixas granulométricas de 20 - 40 μm , 40 - 60 μm e de 60 - 80 μm estão expressos na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Mediana Geométrica da Força de Adesão e desvio padrão.

Velocidade Angular de compressão (rpm)	Faixa de diâmetro (μm)	Diâmetro médio (μm)	Mediana Geométrica da Força de Adesão ($\times 10^{-6} \text{N}$)	Desvio Padrão Geométrico (σ_g)
1000	20 – 40	29,12	1,19	0,27
	40 – 60	49,70	1,52	0,30
	60 – 80	70,67	1,98	0,22
5500	20 – 40	27,74	4,62	0,15
	40 – 60	48,21	7,26	0,14
	60 – 80	64,77	9,93	0,29
10000	20 – 40	27,27	10,02	0,04
	40 – 60	48,17	24,28	0,15
	60 – 80	67,24	40,00	0,29

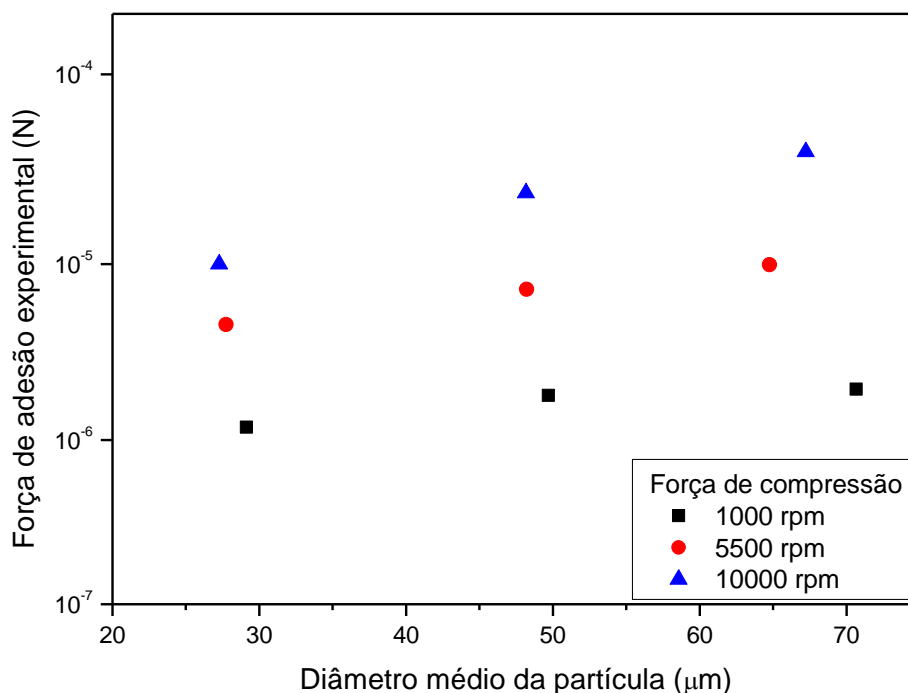
Os resultados apresentados na Tabela 4.4 mostraram que a força de adesão entre partículas de leite em pó e a superfície do substrato de aço inoxidável aumentou com o aumento do tamanho das partículas, ou seja, a força de adesão tem uma variação diretamente proporcional com o diâmetro da partícula. Logo, a granulometria da partícula tem influência direta na força de adesão partícula-superfície. Além disso, foi observado que a força de adesão das partículas de leite em pó na superfície de aço inox aumentou com o aumento da força de compressão (*press-on*).

No trabalho desenvolvido por Felicetti (2004), na avaliação da adesão de polvilho doce em substrato de aço inox, para as forças de compressão de 1000, 5000 e 10000 rpm, os resultados para a mediana geométrica para faixas granulométricas entre 10 a 30 μm variaram entre 0,12 a $1,53 \cdot 10^{-7}$ N.

Outros trabalhos encontraram resultados semelhantes na determinação da mediana geométrica da força de adesão, como por exemplo, Lam e Newton (1992), que utilizaram uma centrífuga de velocidade máxima de rotação de 10000 rpm para estudar a adesão de amido e de pós de lactose em uma superfície de aço inoxidável, variando o tamanho de partícula entre 32 a 75 μm , e chegou a valores entre 2,72 a $17,38 \cdot 10^{-6}$ N. Salazar-Banda et al. (2007), utilizaram uma centrífuga de velocidade máxima de 14000 rpm para avaliar a adesão de partículas de polvilho doce (9 a 47 μm) em uma superfície de aço inox, obtendo valores da mediana geométrica da força de adesão entre 0,78 a $3,32 \cdot 10^{-7}$ N.

Os resultados encontrados para a mediana geométrica (Tabela 4.4) foram utilizados para representar a força de adesão experimental de uma partícula no substrato. Na Figura 4.12 é apresentado o gráfico da força de adesão experimental em função do diâmetro médio das partículas de leite em pó para o substrato de aço inoxidável para as três velocidades centrífugas de compressão (*press-on*) investigadas neste trabalho.

Figura 4.12 – Força de adesão experimental em função do diâmetro da partícula de leite em pó para o substrato de aço inoxidável após aplicada a força de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.



Fonte: o autor.

Os resultados na Figura 4.12 mostraram que a força de adesão das partículas do leite em pó aumentou com o aumento do tamanho das partículas sobre a superfície do substrato, sendo possível observar um comportamento linear entre as duas variáveis. Este mesmo comportamento foi observado nos resultados expressos nas Figuras 4.6 a 4.8, corroborando que a granulometria da partícula apresentou influência direta na força de adesão partícula-superfície.

4.6. Cálculo da distância de separação efetiva

Para o cálculo da distância de separação efetiva (z_0) entre a partícula de leite em pó e o disco de aço inox foi considerado um sistema de duas esferas ligadas. Este parâmetro é definido como a distância de separação efetiva na qual inicia-se o achatamento entre as partículas esféricas. Dahneke (1972), definiu como a distância de separação quando as forças atrativas e repulsivas nas extremidades das esferas compensam uma a outra, resultando em uma força zero sobre as moléculas nas extremidades das esferas.

Como os ensaios experimentais foram realizados com umidade relativa de 41% (abaixo de 50%), foi assumido que o leite em pó estava seco, e assim a força de Van der Waals foi a componente mais importante, sendo ela a limitante da força de adesão (LAM et al., 1991). Desta forma, foi possível utilizar a Equação (14) para o cálculo da distância de separação efetiva.

O valor de A (constante de Hamaker) utilizado no trabalho foi de $1,3 \cdot 10^{-20}$ J (KIELY e OLSON, 2003). Segundo Yu et al. (2003), a constante de Hamaker está diretamente relacionada à propriedade do material, e geralmente seu valor está estabelecido entre 10^{-19} e 10^{-20} J. Os resultados da distância de separação efetiva para as forças de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm estão expressos na Tabela 4.5.

Os resultados apresentados na Tabela 4.5 mostraram que a maioria dos valores obtidos para z_0 (para as velocidades de compressão de 1000 e 5500 rpm) estão dentro da faixa de $4 \cdot 10^{-10}$ m a $4 \cdot 10^{-8}$ m. Esta faixa de valores para a distância de separação efetiva foi sugerida por Schubert (1981), que para partículas reais, o valor de z_0 deveria estar entre esta faixa. Segundo o autor, a menor distância possível entre duas partículas esféricas lisas em contato seria de $4 \cdot 10^{-10}$ m.

Os valores de z_0 encontrados para a velocidade de compressão de 10000 rpm (Tabela 4.5) são inferiores à $4 \cdot 10^{-10}$ m, ou seja, estão abaixo da faixa sugerida por Schubert (1981). Uma hipótese deste resultado pode ser devido à natureza elástica das partículas de leite em pó, que permitiu um contato muito próximo à superfície plana do substrato durante o processo de

compressão. Como o leite em pó é um material pulverulento orgânico, e por isso pode ser um material macio, pode ter apresentado uma maior deformação e suavização nas microrugosidades da superfície, reduzindo a distância de separação efetiva e aumentando a interação destas partículas com a superfície.

Tabela 4.5 – Distância de separação efetiva para as forças de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.

<i>Press-on</i> (rpm)	Diâmetro médio (μm)	Força de Adesão ($\times 10^{-6} \text{N}$)	Distância de separação efetiva ($\times 10^{-9} \text{m}$)
1000	29,12	1,19	1,54
	49,70	1,52	1,32
	70,67	1,98	1,26
5500	27,74	4,62	0,87
	48,21	7,26	0,84
	64,77	9,93	0,81
10000	27,27	10,02	0,38
	48,17	24,28	0,34
	67,24	40,00	0,30

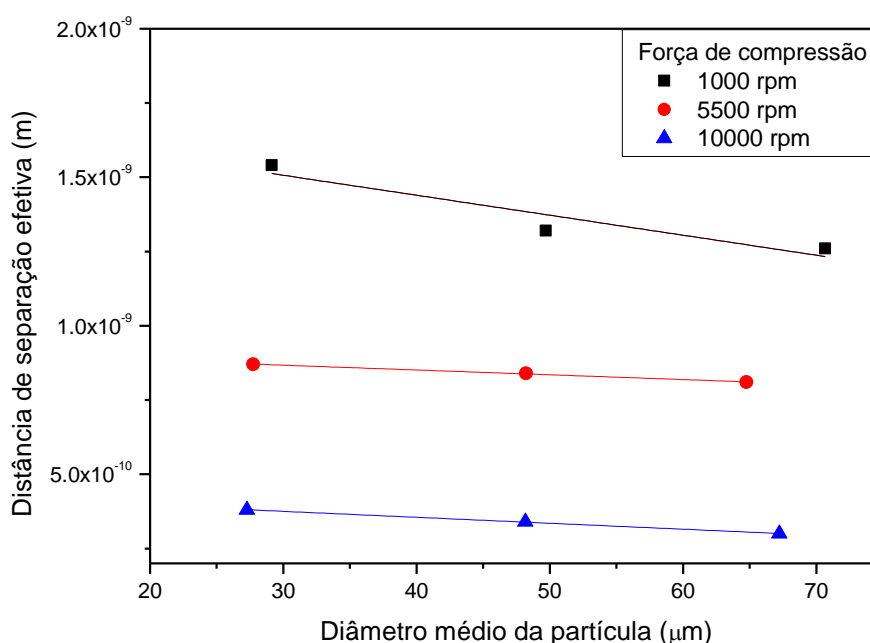
Materiais inorgânicos tendem apresentar uma maior dureza que materiais orgânicos, sendo menos sensíveis a deformações quando comprimidos. Este comportamento foi observado por Felicetti (2004), que avaliou a distância de separação efetiva de partículas de polvilho doce (material orgânico) e concentrado fosfático (material inorgânico) em substrato de aço inox. Podczeczek (1999), também observou este comportamento ao investigar a adesão de partículas de amido (material orgânico) e de carbonato de cálcio (material inorgânico) em substrato de alumínio. Em ambos os trabalhos, foi verificado que os materiais pulverulentos orgânicos são deformáveis mais facilmente que materiais pulverulentos inorgânicos devido às partículas de materiais orgânicos possuírem natureza mais elástica.

Desta forma, a deformação elástica das partículas de leite em pó durante o processo de compressão pode ser o motivo dos valores de z_0 , nos ensaios experimentais de velocidade angular de compressão de 10000 rpm, estarem fora da faixa sugerida por Schubert (1981). Um aumento na força de desprendimento (*spin-off*) das partículas na superfície do substrato poderia ter liberado energia elástica deste material para uma separação mais fácil das partículas. Para isto, seria necessária uma centrífuga com velocidade de rotação acima de 10000 rpm para provocar maior desprendimento das partículas sobre a superfície do substrato.

No trabalho de Felicetti (2004), que estudou a adesão de polvilho doce em substrato de aço inox, resultados semelhantes foram encontrados para valores de z_0 estarem fora da faixa sugerida por Schubert (1981) ao aumentar a velocidade de compressão, encontrando como a menor distância efetiva o valor de $3,45 \cdot 10^{-10}$ m.

A Figura 4.13 apresenta o gráfico da distância de separação efetiva entre as partículas de leite em pó e a superfície do substrato de aço inoxidável em função do diâmetro médio das partículas, após a aplicação da velocidade centrífuga de compressão (*press-on*) de 1000, 5500 e 10000 rpm.

Figura 4.13 – Distância de separação efetiva entre as partículas de leite em pó e a superfície do substrato de aço inoxidável após aplicada a força de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.



Fonte: o autor.

Pela Figura 4.13, observa-se que os valores da distância de separação efetiva obtidos para o leite em pó, aplicado às velocidades de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm, foram mantidos praticamente constantes. Como a variação apresentada foi muito pequena de z_0 em relação ao diâmetro da partícula, demonstra que a distância de separação efetiva é fracamente dependente do tamanho da partícula para a faixa de diâmetro investigada neste trabalho. Comportamento semelhante foi observado por Podczec et al. (1994).

Na Figura 4.13, os valores da distância de separação efetiva reduziram com o aumento da força de compressão (*press-on*). Tal comportamento pode ser justificado devido à uma diminuição entre as rugosidades das superfícies partícula-substrato quando as partículas foram submetidas à maiores velocidades de compressão, que acarretou no aumento da força de

adesão e conseqüentemente, na redução na distância de separação efetiva entre a superfície das partículas e a superfície do substrato.

4.7. Força de adesão teórica – Modelo de Derjaguin-Müller-Toporov (DMT)

A força de adesão teórica foi avaliada utilizando a teoria de Derjaguin-Müller-Toporov (DMT), pois é aplicável a sistemas com interação entre uma esfera e uma superfície plana lisa, e é válido para sistemas em que a distância entre a partícula e o substrato é menor que o raio da partícula (Tabela 4.5). Na Tabela 4.6 é apresentado os resultados da força de adesão teórica, obtidos pela Equação (8), para o leite em pó após aplicação da força centrífuga (*press-on*) de 1000, 5500 e 10000 rpm, utilizando o substrato de aço inox. Estes resultados foram comparados com a força de adesão experimental obtidas por meio da mediana geométrica.

Tabela 4.6 – Força de adesão experimental e teórica do leite em pó para as forças de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.

Velocidade Angular de compressão (rpm)	Faixa de diâmetro (μm)	Diâmetro médio (μm)	Força de Adesão Experimental ($\times 10^{-6}\text{N}$)	Força de Adesão Teórica ($\times 10^{-6}\text{N}$)
1000	20 – 40	29,12	1,19	6,74
	40 – 60	49,70	1,52	11,51
	60 – 80	70,67	1,98	16,36
5500	20 – 40	27,74	4,62	6,42
	40 – 60	48,21	7,26	11,16
	60 – 80	64,77	9,93	15,00
10000	20 – 40	27,27	10,02	6,31
	40 – 60	48,17	24,28	11,15
	60 – 80	67,24	40,0	15,57

A força de adesão teórica pode ser calculada a partir de valores da tensão superficial por unidade de área dos componentes da adesão (γ) pela Equação (9). Este procedimento foi realizado por Bernardes et al. (2012), que a partir dos dados de tensão superficial para os componentes leite em pó e aço inoxidável, obteve um valor de $73,7\text{ N m}^{-1}$, o qual foi utilizado neste trabalho.

Pela Tabela 4.6, observa-se que os valores da força de adesão teórica estão distantes dos valores da força de adesão experimental do material pulverulento investigado. Estas diferenças nos valores podem ser justificadas devido a força de adesão teórica, segundo o

modelo de DMT, ser influenciada somente pela interação das partículas com as superfícies por meio da energia superficial (γ), enquanto que a força de adesão experimental foi influenciada por meio da aplicação de velocidade angular de compressão (ω), que acaba por provocar a deformação elástica dessas partículas sobre a superfície dos substratos. Além disso, as partículas de leite em pó, por ser um material pulverulento orgânico, estão mais propensas a maior deformação sob tensão, alterando consideravelmente a área de adesão.

Os valores da força de adesão teórica para uma mesma faixa granulométrica não variaram em função da velocidade de compressão. Este resultado é justificado pelo modelo de DMT supor que as forças de atração agem na área de contato partícula-substrato (JOHNSON; KENDALL; ROBERTS, 1971) e inclui forças de superfície de longo alcance agindo fora da área de contato partícula-substrato, como é o caso das forças de Van der Waals de longa distância.

4.8. Ajuste de equação para a força de adesão experimental

Na avaliação da força de adesão entre corpos contíguos, é de conhecimento que alguns fatores que influenciam neste fenômeno são formato da partícula, rugosidade da superfície do substrato, tamanho da partícula, umidade relativa do ar, pressão aplicada para contato entre as partículas e propriedades físico-químicas dos materiais envolvidos como a densidade.

Neste sentido, os resultados da força de adesão experimental (Tabela 4.6) foram utilizados para estimar uma equação empírica que representasse de forma geral a força de adesão entre as partículas do leite em pó no substrato de aço inox.

Conforme apresentado na Equação (15), esta expressão empírica para a força de adesão pode ser utilizada para materiais duros, superfícies limpas e partículas com diâmetros maiores que 20 μm .

$$F_{ad} = 0,063d_p(1 + 0,009(\%RH)) \quad (15)$$

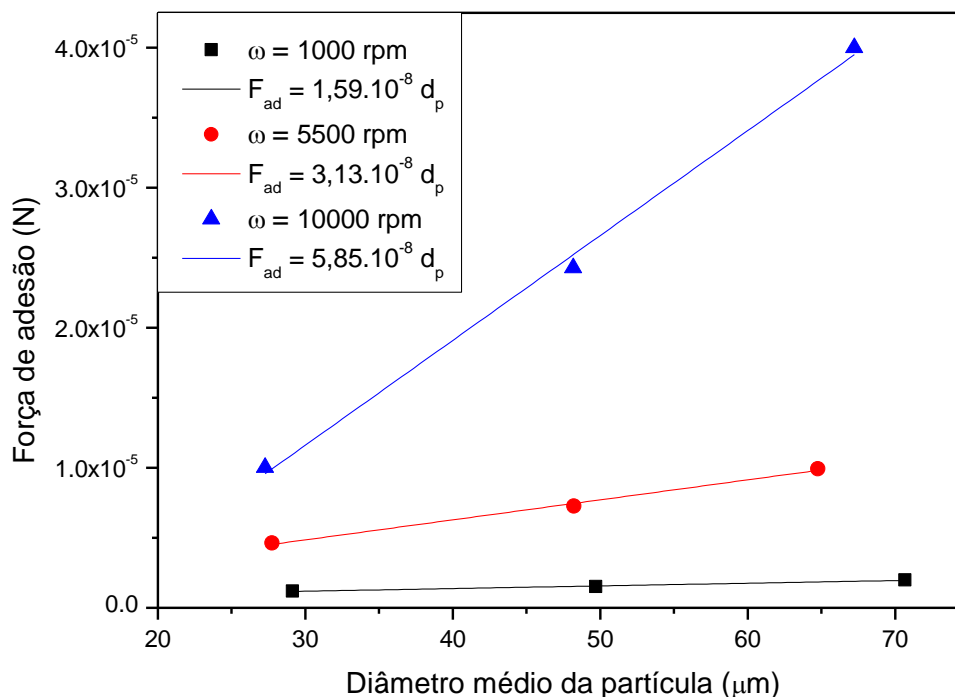
Nos ensaios experimentais, a umidade relativa do ar foi mantida constante em 41%. Desta forma, baseando-se na Equação (15) e desconsiderando a umidade relativa do ar como variável, foi realizado ajuste dos resultados experimentais a partir da seguinte equação:

$$F_{ad} = kd_p \quad (16)$$

Em que k é uma constante no qual está embutido a umidade relativa do ar e as características químicas e físicas do material pulverulento. Na Figura 4.14 está apresentando

as curvas da força de adesão em função do diâmetro médio das partículas de leite em pó, após aplicação da velocidade angular de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.

Figura 4.14 – Força de adesão em função do diâmetro médio das partículas de leite em pó, para a força de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.



Fonte: o autor.

Pela Figura 4.14, percebe-se que a força de adesão apresentou comportamento linear com o diâmetro médio das partículas do material pulverulento nas velocidades angulares de compressão avaliadas. Estes comportamentos foram observados por Felicetti (2004), utilizando polvilho doce nas velocidades de compressão de 1000, 2000 e 10000 rpm e por Lam e Newton (1992), estudando a adesão de polvilho e lactose para velocidade de compressão de 10000 rpm. Na Tabela 4.7 estão apresentados os parâmetros obtidos pelo ajuste linear realizado aos dados experimentais, como a constante k (coeficiente angular da reta) e o coeficiente de determinação (R^2), para as três forças centrífugas de compressão.

Os valores de coeficiente de correlação apresentados na Tabela 4.7 mostraram que as equações da reta se ajustaram aos dados experimentais, indicando a existência de uma relação linear entre a força de adesão e o diâmetro da partícula. Também é possível observar que os valores da constante k aumentaram com o aumento da velocidade de compressão. Como a umidade relativa do ar foi mantida constante durante os ensaios experimentais, este aumento no valor da constante k pode estar associado a mudanças nas características físicas e químicas

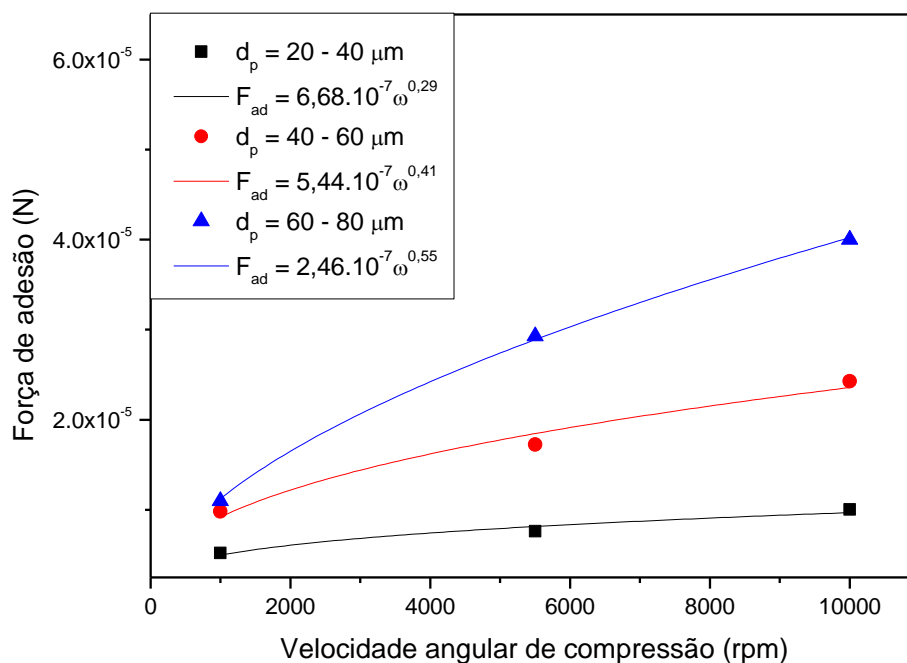
nas partículas do leite em pó, como por exemplo, e como já citado anteriormente, o aumento na força de compressão pode ter ocasionado maior deformação nas partículas.

Tabela 4.7 – Coeficiente de determinação (R^2) e constante k das curvas ajustadas da força de adesão em função do diâmetro médio da partícula de leite em pó, após aplicação da força centrífuga de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.

Velocidade Angular de compressão (rpm)	Constante k	Coeficiente de determinação (R^2)
1000	$1,59 \cdot 10^{-8}$	0,984
5500	$3,13 \cdot 10^{-8}$	0,992
10000	$5,85 \cdot 10^{-8}$	0,994

Na Figura 4.15 é apresentado o gráfico da força de adesão em função da velocidade angular de compressão das partículas de leite em pó.

Figura 4.15 – Força de adesão em função da velocidade angular de compressão, para os diâmetros das partículas de leite em pó nas faixas granulométricas de 20 - 40, 40 - 60 e 60 - 80 μm .



Fonte: o autor.

Pela Figura 4.15, é possível observar que a força de adesão aumentou com o aumento da velocidade angular de compressão sobre as partículas de leite em pó. No entanto, diferente do observado na Figura 4.14, a relação entre a força de adesão e a velocidade angular de compressão não se mostrou linear. Desta forma, a curva que se ajustou melhor aos dados experimentais foi uma função potência do tipo alométrica, conforme Equação (17)

$$F_{adesão} = k_1 \omega^\alpha \quad (17)$$

Em que k_1 é uma constante de proporcionalidade e α é o coeficiente alométrico da função, que estabelece a não proporcionalidade entre as variáveis. Na Tabela 4.8 estão apresentados os parâmetros k_1 e α obtidos pelo ajuste à função potência do tipo alométrica e o coeficiente de correlação (R^2), para as três forças centrífugas de compressão.

Tabela 4.8 – Coeficiente de determinação (R^2) e constantes k_1 e α das curvas ajustadas da força de adesão em função da velocidade angular de compressão para as faixas granulométricas de 20 - 40, 40 - 60 e 60 - 80 μm .

Faixa granulométrica (μm)	Constante k_1	Constata α	Coeficiente de determinação (R^2)
20 – 40	$6,68.10^{-7}$	0,29	0,992
40 – 60	$5,44.10^{-7}$	0,41	0,985
60 – 80	$2,46.10^{-7}$	0,55	0,999

Os valores de coeficiente de correlação apresentados na Tabela 4.8 mostraram que a função do tipo alométrica se ajustou aos dados experimentais, indicando uma possível relação potencial entre a força de adesão e a velocidade angular de compressão. Neste caso foi possível observar que os valores da constante k_1 diminuíram com o aumento do tamanho das partículas.

Os valores do expoente α se mostraram instáveis para as faixas granulométricas avaliadas, aumentando com o aumento do tamanho das partículas. Esta variação pode estar associada à limitação na velocidade angular máxima da centrífuga. Conforme já explicitado anteriormente, o leite em pó, por se tratar de um material macio, pode apresentar maior deformação e suavização nas microrugosidades de sua superfície, reduzindo desta forma a distância de separação efetiva, aumentando a interação das partículas com a superfície do substrato, e assim, contribuindo para o aumento da força de adesão.

Comportamento semelhante foi observado em alguns trabalhos, como por exemplo, Felicetti (2004) ao investigar a força de adesão de partículas de polvilho doce sobre um substrato de aço inoxidável, em que o expoente α variou entre 0,1 a 0,2. No trabalho de Faustino (2010), o valor encontrado para a constante α foi de 3,5, no estudo da adesão de partículas de concentrado fosfático em substrato de filtro de papel. Felicetti et al. (2008), estudou a adesão de concentrado fosfático e calcário dolomítico em superfície de aço inox, e o valor o expoente α encontrado foi de 0,6 e 0,2-0,3, respectivamente.

Pelas Figuras 4.14 e 4.15 pode-se observar o comportamento que a força de adesão assumiu com o diâmetro médio da partícula e com a velocidade angular de compressão. Desta forma, utilizando os resultados experimentais e baseando-se na Equação (15) e nos gráficos das Figuras 4.14 e 4.15, estimou-se a Equação (18) para representar de forma geral a influência do tamanho da partícula sobre a força de adesão partícula-substrato, utilizando a técnica centrífuga.

$$F_{ad} = kd_p \omega^\alpha \phi \quad (18)$$

Sendo k uma constante na qual está embutido a umidade relativa do ar e as características físicas e químicas do material pulverulento e do substrato, α é uma constante da equação, d_p é o diâmetro da partícula (m), ω é a velocidade angular de compressão (rad s^{-1}) e ϕ é a esfericidade da partícula. A esfericidade da partícula foi adicionada na equação com o intuito de representar uma importante característica do material pulverulento. Felicetti (2004), mostrou que a força de adesão do polvilho doce ($\phi = 0,94$) possuiu maiores valores do que o concentrado fosfático ($\phi = 0,64$). Ahrens et al. (2005), também avaliaram a força de adesão partícula-substrato, e verificaram que o tamanho da partícula, rugosidade da superfície do substrato e pressão aplicada para o contato influenciaram na adesão da partícula, justificando adicionar o termo da esfericidade.

Na Tabela 4.9 é apresentado os resultados da força de adesão calculada pela Equação (18), utilizando os parâmetros expressos nas Tabelas 4.9 e 4.10, para o leite em pó após aplicação da força centrífuga (*press-on*) de 1000, 5500 e 10000 rpm, utilizando o substrato de aço inox. O valor de esfericidade utilizado foi de 0,77 (NIKOLOVA et al., 2015). Estes resultados foram comparados com a força de adesão experimental obtidas por meio da mediana geométrica.

Pela Tabela 4.9, observa-se que os valores da força de adesão calculados pela Equação (18), para a faixa granulométrica de 20 a 40 μm apresentaram desvio pequeno, de aproximadamente 10%. No entanto, observa-se elevada distância dos valores da força de adesão experimental do material pulverulento investigado com os valores teóricos nas faixas granulométricas de 40 a 60 μm e 60 a 80 μm . Tal diferença aumentou conforme aumento da partícula. Estes resultados podem ser justificados devido às considerações do modelo, como o contato entre materiais duros, aplicável à partículas com diâmetros maiores que 20 μm , enquanto que, como já descrito, as partículas de leite, por ser material macio, pode ter de deformado conforme aumento das forças de compressão.

Tabela 4.9 – Força de adesão experimental e calculada pela Equação (18) do leite em pó para as forças de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.

Velocidade Angular de compressão (rpm)	Faixa de diâmetro (μm)	Diâmetro médio (μm)	Força de Adesão Experimental ($\times 10^{-6} \text{N}$)	Força de Adesão Teórica ($\times 10^{-6} \text{N}$)
1000	20 – 40	29,12	1,19	1,37
	40 – 60	49,70	1,52	4,10
	60 – 80	70,67	1,98	11,17
5500	20 – 40	27,74	4,62	4,22
	40 – 60	48,21	7,26	15,74
	60 – 80	64,77	9,93	51,48
10000	20 – 40	27,27	10,02	9,23
	40 – 60	48,17	24,28	37,55
	60 – 80	67,24	40,00	138,77

4.9. Planejamento experimental

A última etapa deste trabalho consistiu em realizar um planejamento experimental afim de verificar a influência da faixa granulométrica das partículas de leite em pó (diâmetro da partícula) e da força de compressão das partículas sobre o substrato de aço inox (velocidade angular de compressão) na força de adesão partícula-substrato. Os resultados do planejamento experimental estão apresentados na Tabela 4.10.

Tabela 4.10 – Matriz do planejamento fatorial 2^2 com três repetições no ponto central com a resposta da força de adesão.

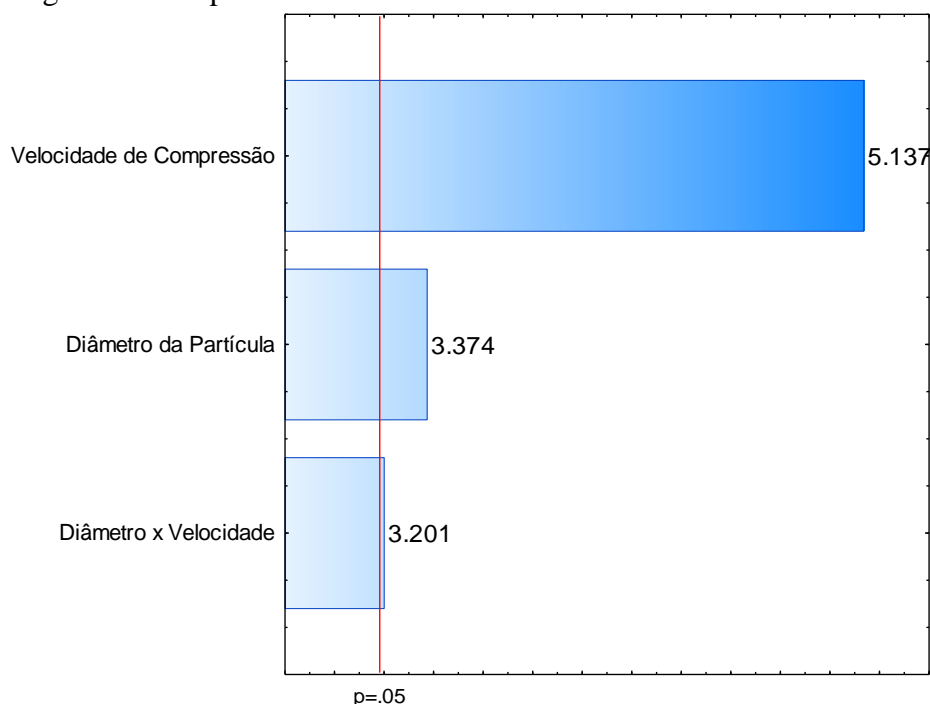
Ensaio	Diâmetro da partícula (μm)	Velocidade angular de compressão (rpm)	Força de Adesão Experimental ($\times 10^{-6} \text{N}$)
1	-1	-1	1,19
2	1	-1	1,98
3	-1	1	10,02
4	1	1	40,00
5	0	0	7,26
6	0	0	7,39
7	0	0	7,15

Por meio de um planejamento experimental é possível extrair o máximo de informações do sistema estudado com um número mínimo de ensaios experimentais. As

repetições no ponto central têm como objetivo avaliar a repetibilidade do processo. A associação da metodologia do planejamento fatorial, com análise de variância (ANOVA) dos resultados experimentais e de superfícies de resposta fornecem informações seguras sobre o processo, minimizando erros envolvidos em técnicas de tentativa e erro em equações empíricas, uma vez que se trata de uma ferramenta fundamentada na teoria estatística. Além disso, é possível obter-se um modelo matemático estatístico para descrever o sistema estudado na região experimental investigada, e com isso, comparar com os dados experimentais e com as equações empíricas (Equações 8 e 18).

Para avaliação dos resultados apresentados na Tabela 4.10, inicialmente foi analisado os principais efeitos que contribuíram de forma significativa para a força de adesão das partículas de leite em pó no substrato de aço inox por meio do diagrama de Pareto, que é apresentado na Figura 4.16.

Figura 4.16 – Diagrama de Pareto dos efeitos do planejamento experimental para a resposta da força de adesão em função da faixa de granulometria das partículas de leite em pó e da velocidade angular de compressão.



Fonte: o autor.

O diagrama de Pareto (Figura 4.16) evidencia o efeito significativo para as três variáveis avaliadas ao nível de significância de 5%. Logo, o efeito linear da velocidade angular de compressão e do diâmetro da partícula, além da interação entre ambas variáveis, mostraram-se significativos para o intervalo de confiança de 95%, influenciando de forma

proporcional a resposta da força de adesão. Assim, aumentando os valores destas variáveis, maior será o valor final da força de adesão.

Por meio da análise de variância (ANOVA), comparando o valor do F calculado (F_{calc}) com o F tabelado (F_{tab}) é possível afirmar se o modelo estatístico proposto é válido e se os parâmetros da equação se ajustam aos dados experimentais. Na Tabela 4.11 são apresentados os resultados da ANOVA e dos coeficientes de regressão para a força de adesão.

Tabela 4.11 - ANOVA e coeficiente de regressão para a resposta da força de adesão.

	Soma do Quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F calculado	R^2
Regressão	$9,98.10^{-10}$	3	$3,33.10^{-10}$	16,006	0,9412
Erro	$6,24.10^{-11}$	3	$2,08.10^{-11}$		
Total	$1,06.10^{-9}$	6			

$F_{\text{tab}}(3;3;0,05) = 9,277$.

Pela Tabela 4.11, a análise de variância apresentou coeficiente de determinação de 0,9412 e $F_{\text{calc}} = 16,006$. O resultado do teste F ($F_{\text{calc}} > F_{\text{tab}}$) indicou que o modelo linear é válido estatisticamente ao nível de significância de 5% e o valor de R^2 indicou que a curva descreveu a relação entre as variáveis independentes e a variável dependente, uma vez que 94,12% da variação total em torno da média são explicadas pela regressão. O modelo validado estatisticamente com as variáveis codificadas para a resposta da força de adesão a 5% de significância é apresentado na equação abaixo.

$$F_{ad} = 1,07. 10^{-5} + 7,69. 10^{-6}d_p + 1,17. 10^{-5}\omega + 7,30. 10^{-6}d_p\omega \quad (19)$$

Em que:

F_{ad} : força de adesão (N);

d_p : nível codificado do diâmetro médio da partícula;

ω : nível codificado da velocidade de compressão.

Na Tabela 4.12 é apresentado os resultados da força de adesão calculada pela Equação (19) para o leite em pó após aplicação da força centrífuga (*press-on*) de 1000, 5500 e 10000 rpm, utilizando o substrato de aço inox. Estes resultados foram comparados com a força de adesão experimental obtidas por meio da mediana geométrica.

Tabela 4.12 – Força de adesão experimental e calculada pela Equação (19) do leite em pó para as forças de compressão de 1000, 5500 e 10000 rpm.

Velocidade Angular de compressão (rpm)	Faixa de diâmetro (μm)	Diâmetro médio (μm)	Força de Adesão Experimental ($\times 10^{-6}\text{ N}$)	Força de Adesão Teórica ($\times 10^{-6}\text{ N}$)
1000	20 – 40	29,12	1,19	-1,39
	40 – 60	49,70	1,52	-1,00
	60 – 80	70,67	1,98	-0,61
5500	20 – 40	27,74	4,62	3,01
	40 – 60	48,21	7,26	10,70
	60 – 80	64,77	9,93	18,39
10000	20 – 40	27,27	10,02	7,41
	40 – 60	48,17	24,28	22,40
	60 – 80	67,24	40,0	37,39

Pela Tabela 4.12, observa-se que os valores da força de adesão calculados pela Equação (19), apresentaram desvio pequeno na velocidade angular de compressão de 10000 rpm (desvio de aproximadamente 10%). O desvio observado entre os valores da força de adesão experimental e calculada pela Equação (19) aumentou para a velocidade angular de compressão de 5500 rpm. Por fim, os valores de força de adesão na velocidade angular de 1000 rpm não foram representativos ao fenômeno físico, uma vez que os valores encontrados foram negativos ($F_{ad} < 0$).

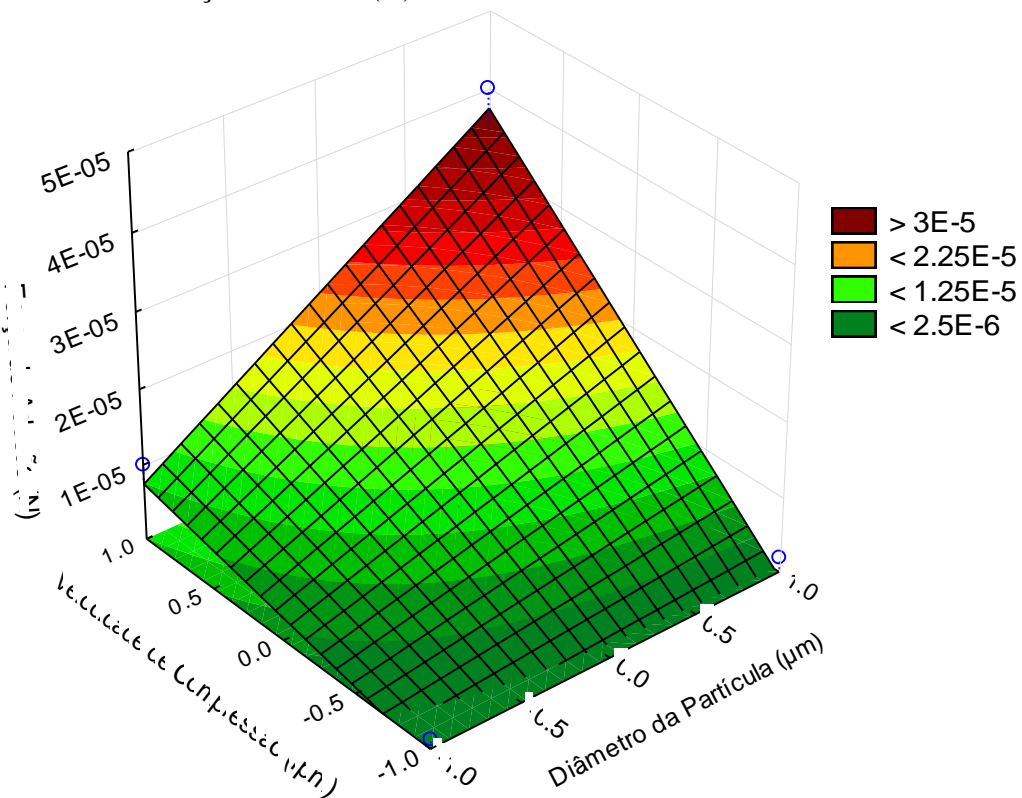
Desta forma, mesmo o modelo sendo estatisticamente válido ao nível de significância de 5%, não representou todos os valores de força de adesão experimentais. Logo, foi possível observar de forma geral, que a relação entre a força de adesão com a velocidade angular de compressão e o tamanho da partícula não foi linear, sendo necessário testar modelos polinomiais.

Ao realizar a análise de variância ignorando somente o efeito linear do diâmetro da partícula, o coeficiente de determinação reduziu para 0,7181. Ao ignorar somente o efeito linear da velocidade de compressão, o R^2 reduziu para 0,4239. E por fim, ao ignorar os dois efeitos lineares juntos, o coeficiente de determinação foi de 0,2008. Também foi possível observar que o efeito de interação entre o diâmetro da partícula e a velocidade de compressão são ambos lineares, diferente do observado na Equação (18), que mostrou que a força de adesão aumentava de forma não linear com o aumento da velocidade angular de compressão.

Desta forma, observa-se que as Equações (19) e (18) apresentaram diferenças, no entanto, os valores de força de adesão obtidas por ambas equações apresentaram diferenças significativas para alguns valores de velocidade angular de compressão e/ou faixa granulométrica das partículas. Estas diferenças podem ser justificadas, provavelmente, por algum erro experimental ocorrido durante os ensaios com a centrífuga.

Além do modelo matemático estatístico, foi possível estabelecer superfícies de resposta (Figura 4.17) e de contorno (Figura 4.18), que auxiliaram na avaliação dos efeitos das variáveis dependentes (diâmetro da partícula e velocidade angular de compressão) na força de adesão, indicando as condições ótimas.

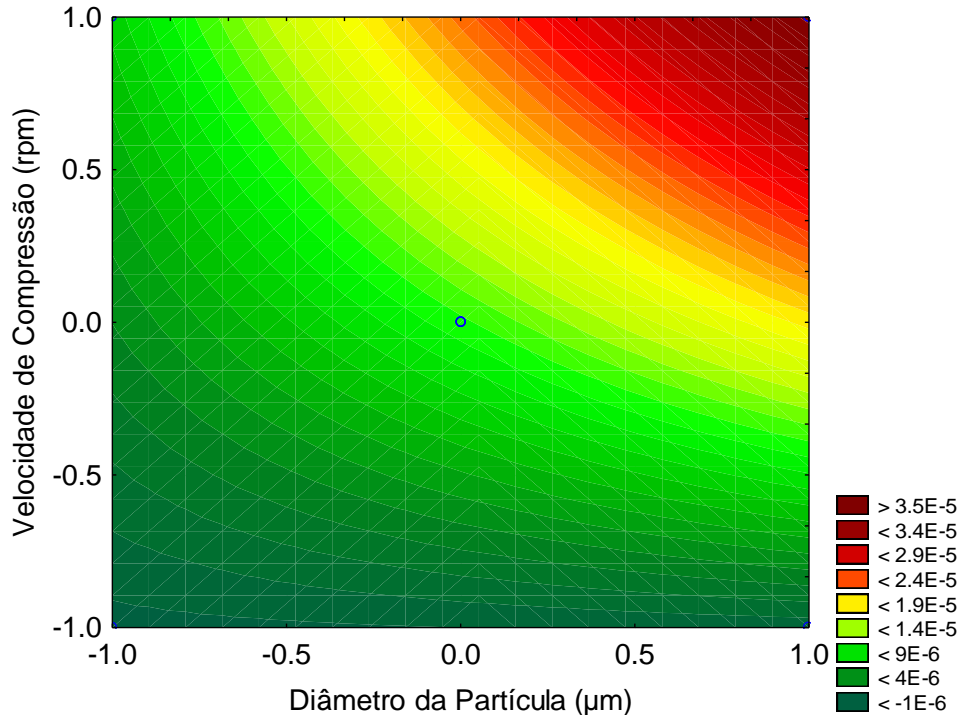
Figura 4.17 – Superfície de resposta para o efeito do diâmetro da partícula e velocidade de compressão sobre a força de adesão (N).



Fonte: o autor.

Nas Figuras 4.17 e 4.18 foi observado uma tendência de aumento na força de adesão substrato-partícula para quanto maior for a faixa granulométrica e a velocidade de compressão, indicando que os dois parâmetros influenciaram diretamente na variável resposta. Neste caso, ambos os parâmetros influenciaram positivamente na força de adesão, confirmando a influência direta do diâmetro da partícula e da velocidade angular de compressão, como já discutido no trabalho.

Figura 4.18 – Curva de contorno para o efeito do diâmetro da partícula e velocidade de compressão sobre a força de adesão (N).



Fonte: o autor.

O valor ótimo para a velocidade de compressão seria acima de 10000 rpm e para faixa granulométrica acima de 60 a 80 μm . No entanto, é necessário ter cuidado ao analisar estes resultados, uma vez que, como já afirmado, as partículas em faixas granulométricas maiores apresentaram formatos irregulares, provavelmente devido a formação de aglomerados de partículas de leite em pó, o que foi evitado neste estudo, pois a força de adesão de aglomerados pode apresentar comportamento diferente de partículas. Além disso, como já discutido, o modelo matemático estatístico não representou satisfatoriamente todos os dados experimentais.

Desta forma, para validar o modelo matemático estatístico no cálculo da força de adesão, na organização do planejamento experimental poderia ser realizado um planejamento composto rotacional, pois com os pontos axiais é considerado os termos quadráticos, e como já observado, a relação entre a força de adesão com a velocidade angular de compressão e com a faixa granulométrica não se mostrou linear, sendo uma alternativa buscar equações polinomiais. Além disso, poderia ser avaliado considerar aspectos operacionais que influenciam o sistema, como as características químicas e físicas do material pulverulento e do substrato, e também a umidade relativa.

5. CONCLUSÕES

Na elaboração deste trabalho foi utilizado a técnica centrífuga como método para avaliar a adesão de partículas de leite em pó em substrato de aço inoxidável, investigando a influência do tamanho das partículas do material pulverulento e a força centrífuga de compressão sobre a força de adesão partícula-substrato. A partir dos resultados experimentais, as principais conclusões deste trabalho foram:

- A força de adesão entre as partículas de leite em pó e a superfície do disco de aço inoxidável apresentou comportamento linear com o diâmetro das partículas, assim, a força de adesão aumentou com o aumento do tamanho das partículas.

- A força de adesão entre as partículas de leite em pó e a superfície do disco de aço inoxidável aumentou com o aumento da velocidade angular de compressão (*press-on*).

- O desprendimento das partículas de leite em pó depende diretamente de seu diâmetro médio com a variação da velocidade angular de desprendimento (*spin-off*).

- Nas três forças centrífugas de compressão (*press-on*) investigadas, a relação entre a porcentagem de partículas aderidas na superfície do disco e a força de adesão obedeceu à distribuição log-normal, e apresentou comportamento linear.

- Os valores da distância de separação efetiva obtidos para a adesão das partículas de leite em pó em substrato de aço inox apresentaram variação muito pequena com o diâmetro da partícula, indicando que z_0 é fracamente dependente do tamanho da partícula para a faixa de diâmetros estudadas neste trabalho.

- A distância de separação efetiva entre a superfície de aço inox e o leite em pó apresentou valores decrescentes conforme aumento da força centrífuga de compressão.

- Todos os valores estimados para a distância de separação efetiva encontraram-se dentro da faixa de valores sugeridos por Schubert (1981), ($4 \cdot 10^{-10} \text{ m} < z_0 < 4 \cdot 10^{-8} \text{ m}$), exceto para a velocidade angular de compressão (*press-on*) de 10000 rpm, devido a uma possível deformação elástica nas partículas de leite em pó durante o processo de compressão.

- A força de adesão teórica, calculada pelo modelo de Derjaguin-Müller-Toporov (DMT) não se aproximou dos valores da força de adesão obtidos experimentalmente, possivelmente devido à deformações elásticas que ocorrem nas partículas de leite em pó na aplicação da força de compressão, não consideradas pelo modelo de DMT, que considera apenas a interação entre a partícula e a superfície por meio da energia superficial.

- O modelo matemático empírico, obtido por meio da observação do comportamento da força de adesão assumido em função do diâmetro médio da partícula e da velocidade

angular de compressão, mostrou que a força de adesão pode aumentar de forma não linear com o aumento da velocidade de compressão. Os valores obtidos por este modelo não se aproximaram dos valores da força de adesão experimentais, possivelmente porque as partículas de leite podem ter se deformado conforme aumento das forças de compressão.

- O planejamento fatorial utilizado mostrou que o termo linear da velocidade angular de compressão, o termo linear do diâmetro da partícula e o termo de interação entre estas duas variáveis foram parâmetros significativos ao nível de confiança de 95% sobre a variável resposta força de adesão.

- Pelo teste da ANOVA e pelo teste F, o modelo matemático estatístico foi válido estatisticamente ao nível de significância de 5%, e por isso foi possível avaliar curvas de superfície e de contorno, para analisar a influência da velocidade angular de compressão e do diâmetro da partícula na força de adesão. No entanto, o modelo de forma geral não representou os dados experimentais da força de adesão experimental.

6. SUGESTÕES

- Utilizar uma centrífuga com velocidade rotacional maior do que a usada neste estudo, pois o aumento na força de desprendimento poderia ter liberado energia elástica do material para se conseguir uma separação mais fácil das partículas.

- Avaliar o comportamento da força de adesão ao se aplicar velocidades de compressão inferiores às utilizadas neste trabalho.

- Estudar a força de adesão das partículas de leite em pó em outros substratos, com rugosidades diferentes do aço inox.

- Utilizar materiais pulverulentos orgânicos com propriedades diferentes, sujeito a alterações diferentes quando comprimidos.

- Testar materiais pulverulentos orgânicos com distribuição granulométrica distinta à da utilizada neste trabalho.

- Estudar a influência da composição química do material pulverulento no comportamento da força de adesão.

- Investigar a influência da umidade relativa do ar e da temperatura na força de adesão entre as partículas de leite em pó e o substrato de aço inox.

- Realizar planejamento composto rotacional, pois com os pontos axiais será possível avaliar termos não lineares.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ADAMSON, A. W. *Physical Chemistry of Surfaces*, 5^a edition, John Wiley & Sons, Inc. California, 1990.
- AHRENS, F., PATTERSON, T., MUELLER, S., HOJJATIE, B. Investigation of paper dryer picking, web transfer quality issues using a new web adhesion and drying simulation. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, v. 22, n. 2, p. 217–225, 2005.
- ALMEIDA, A. F. Determinação da força de adesão através da técnica centrífuga entre partículas e membranas filtrantes. Dissertação de Mestrado, UFSCar, São Carlos, 2013.
- BALACHANDRAN, D. K., JALLO, L. J., DAVÉ, R. N., BEAUDOIN, S. P. Adhesion of dry nano-coated microparticles to stainless steel: A physical interpretation. *Powder Technology*, v. 226, p. 1–9, 2012.
- BERNARDES, L. J. L. A Granulação de materiais. *Cerâmica Industrial*, v. 11, n. 3, p. 17–22, 2006.
- BERNARDES, P. C., ARAÚJO, E. A., PIRES, A. C. S., FIALHO JÚNIOR, J. F. Q., LELIS, C. A., ANDRADE, N. J. Work of adhesion of dairy products on stainless steel surface. *Brazilian Journal of Microbiology*, v. 43, n. 4, p. 1261–1268, 2012.
- CARBÓ, H. M. Aços inoxidáveis: aplicações e especificações. Arcelor Mittal Inox Brasil, 2008.
- CHAI, Z., LIU, Y., LU, X., HE, D. Reducing adhesion force by means of atomic layer deposition of ZnO films with nanoscale surface roughness. *ACS Applied Materials & Interfaces*, v. 6, n. 5, p. 3325–3330, 2014.
- CORN, M., The adhesion of solid particles to solid surfaces, i. a review. *Journal of the Air Pollution Control Association*, v. 11, n. 11, p. 523–528, 1961a.
- CORN, M., The adhesion of solid particles to solid surfaces ii. *Journal of the Air Pollution Control Association*, v. 11, n. 12, p. 566–584, 1961b.
- BÖEHME, G., KRUPP, H., RABENHORST, H. and SANDSTEDT G., Adhesion measurements involving small particles. *Trans. Inst Chem. Eng.* v.40, p.252-259, 1962.

- DAHNEKE, B. Influence of flattening on adhesion of particles. *Journal of Colloid and Interface Science*, v. 40, n. 1, p. 1–13, 1972.
- DERJAGUIN, B. V., MÜLLER, V. M., TOPOROV, Y. P. Effect of contact deformations on the adhesion of particles. *Journal of Colloid Interface Science*, v. 53, p. 314-324, 1975.
- ERMIS, E., FARNISH, R. J., BERRY, R. J., BRADLEY, M. S. A. Centrifugal tester versus a novel design to measure particle adhesion strength and investigation of effect of physical characteristics (size, shape, density) of food particles on food surfaces. *Journal of Food Engineering*, v. 104, n. 4, p. 518–524, 2011.
- FAUSTINO, P. B. Determinação experimental da força de adesão entre partículas e meios filtrantes constituídos de celulose. Dissertação de Mestrado, UFSCar, São Carlos, 2010.
- FELICETTI, M. A., Determinação da força de adesão entre partículas e uma superfície aplicando a técnica centrífuga. Dissertação de Mestrado, UFSCar, São Carlos, 2004.
- FELICETTI, M. A. Investigação da influência do tamanho das partículas de materiais pulverulentos sobre a força de adesão em diferentes substratos aplicando a técnica centrífuga. Tese de Doutorado, UFSCar, São Carlos, 2008.
- FELICETTI, M. A., PIANTINO, F., COURY, J. R., AGUIAR, M. L. Influence of removal time and particle size on the particle substrate adhesion force. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, v. 25, n. 1, p. 71–82, 2008.
- FILLINGHAM, P., KOTTAPALLI, K., ZHAN, X., NOVOSSELOV, I. V. Characterization of adhesion force in aerodynamic particle resuspension - Technical Note. *Journal of Aerosol Science*, v. 128, p. 89–98, 2019.
- GOODE, K. R., BOWEN, J. AKHTAR, N. ROBBINS, P.T., FRYER, P.J. The effect of temperature on adhesion forces between surfaces and model foods containing whey protein and sugar. *Journal of Food Engineering*, v. 118, n. 4, p. 371–379, 2013.
- HINDS, W. C. *Aerosol technology: properties, behavior and measurement to airborne particle*. Wiley-Blackwell, 2ª Edition, p. 141–144, 1998.
- JOHNSON, K. L., KENDALL, L. K., ROBERTS, A. D. Surface energy and the contact of elastic solids. *Proceedings of the Royal Society A*, v. 324, p. 301–313, 1971.

- KESHANI, S., DAUD, W. R. W., NOUROUZI, M. M., NAMVAR, F. GHASEMI, M. Spray drying: An overview on wall deposition, process and modeling. *Journal of Food Engineering*, v. 146, p. 152–162, 2015.
- KIELY, L. J., OLSON, N. F. Short communication: estimate of non electrostatic interaction free energy parameters for milk fat globules. *Journal of Dairy Science*, v. 86, n. 10, p. 3110–3112, 2003.
- KNOLL, J., KNOTT, S., NIRSCHL, H. Characterization of the adhesion force between magnetic microscale particles and the influence of surface-bound protein. *Powder Technology*, v. 283, p. 163–170, 2015.
- KRUPP, H. Particle adhesion theory and experiment. *Colloid Interface Science*, v. 1, n. 2, p. 111–239, 1967.
- LAM, K. K., NEWTON, J. M. Investigation of applied compression on the adhesion of powders to a substrate surface. *Powder Technology*, v. 65, p. 167–175, 1991.
- LAM, K. K., NEWTON, J. M. Influence of particle size on the adhesion behaviour of powder, after application of an initial press-on force. *Powder Technology*, v. 73, p. 117–125, 1992.
- LAM, K. K., NEWTON, J. M. The influence of the time of application of contact pressure on particle adhesion to a substrate surface. *Powder Technology*, v. 76, p. 149–154, 1993.
- LEITE, F. L. Caracterização de forças de adesão em materiais utilizando a microscopia de força atômica. Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2002.
- LEITE, F. L., BUENO, C. C., DA RÓZ, A. L., ZIEMATH, E. C., OLIVEIRA Jr., O. N. Theoretical models for surface forces and adhesion and their measurement using atomic force microscopy - Review. *International Journal of Molecular Sciences*, v. 13, n. 10, p. 12773–12856, 2012.
- MALEKIAN, D., SAJADI, B., AHMADI, G., PIRHADI, M. A numerical study of electric force effects on detachment and deposition of particles due to a falling disk. *Journal of Aerosol Science*, v. 124, p. 133–145, 2018.
- MAUGIS, D. On the contact and adhesion of rough surfaces. *Journal Adhesion Science and Technology*, v. 10, n. 2, p. 161–175, 1996.

- NEWITT, D. M., CONWAY-JONES, J.M. A contribution to the theory and practice of granulation. *Transactions of the Institution Chemical Engineers*, v. 36, p. 422–441, 1958.
- NGUYEN, T. T., RAMBANAPASI, C., BOER, A. H., FRIJLINK, H. W., VEN, P. M. V. D., VRIES, J., BUSSCHER, H. J., MAARSCHALK, K. V. D. V. A centrifuge method to measure particle cohesion forces to substrate surfaces: The use of a force distribution concept for data interpretation. *International Journal of Pharmaceutics*, v. 393, n. 1–2, p. 88–95, 2010.
- NIKOLOVA, Y., PETIT, J., GIANFRANCESCO, A., SANDERS, C. F. W., SCHER, J., GAIANI, C. Impact of spray-drying process parameters on dairy powder surface composition and properties. *Drying Technology*, v. 33, p. 1654–1661, 2015.
- OLÁH, A., VANCISO, G. J. Characterization of adhesion at solid surfaces: Development of an adhesion-testing device - Review. *European Polymer Journal*, v. 41, n. 12, p. 2803–2823, 2005.
- OLIVEIRA, G. D. A aplicabilidade do uso do aço inoxidável em coberturas de edificações estruturadas em aço - estudos de caso. *Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto*, 2016.
- PETEAN, P. G. C., AGUIAR, M. L. Determining the adhesion force between particles and rough surfaces. *Powder Technology*, v. 274, p. 67–76, 2015.
- PODCZECK, F., NEWTON, J. M., JAMES, M. B. Assessment of adhesion and autoadhesion forces between particles and surfaces: Part I. The investigation of autoadhesion phenomena of salmeterol xinafoate and lactose monohydrate particles using compacted powder surfaces. *Journal of Adhesion Science and Technology*, v. 8, n. 12, p. 1459–1472, 1994.
- PODCZECK, F., NEWTON, J. M. Development of an ultracentrifuge technique to determine the adhesion and friction properties between particles and surfaces. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, v. 84, n. 9, p. 1067–1071, 1995.
- PODCZECK, F. Investigations into the reduction of powder adhesion to stainless steel surfaces by surface modification to aid capsule filling. *International Journal of Pharmaceutics*, v. 178, p. 93-100, 1999.

- PUGLIESE, A., PACIULLI, M., CHIAVARO, E., MUCCHETTI, G. Characterization of commercial dried milk and some of its derivatives by differential scanning calorimetry. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, v. 123, n. 3, p. 2583–2590, 2016.
- RENNIE, P. R., CHEN, X. D., MACKERETH, A. R. Adhesion characteristics of whole milk powder to a stainless steel surface. *Powder Technology*, v. 97, n. 3, p. 191–199, 1998.
- RIBEIRO Jr, C. P., ANDRADE, M. H. C. Analysis and simulation of the drying-air heating system of a brazilian powered milk plant. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, v. 21, n. 02, p. 345–355, 2004.
- RUMPF, H. Particle Adhesion. American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers, New York, p. 97–129, 1977.
- SALAZAR-BANDA, G. R., FELICETTI, M. A., GONÇALVES, J. A. S., COURY, J. R., AGUIAR, M. L. Determination of the adhesion force between particles and a flat surface, using the centrifuge technique. *Powder Technology*, v. 173, n. 2, p. 107–117, 2007.
- SCHUBERT, H. Principles of Agglomeration. *International Chemical Engineering*, v.21, p. 363–377, 1981.
- SHIMADA, Y., YONEZAWA, Y., SUNADA, H., NONAKA, R., KATOU, K., MORISHITA, H. Development of an apparatus for measuring adhesive force between fine particles. *KONA Powder and Particle Journal*, n. 20, p. 223–230, 2002.
- STEWART, P. J. Particle interaction in pharmaceutical systems. *Pharmaceutics International*, v. 7, 146–149, 1986.
- WALMSLEY, T. G., WALMSLEY, M. R. W., ATKINS, M. J., NEALE, J. R., SELLERS, C. M. An experimentally validated criterion for skim milk powder deposition on stainless steel surfaces. *Journal of Food Engineering*, v. 127, p. 111–119, 2014.
- WU, S. Phase-structure and adhesion in polymer blends: a criterion for rubber toughening. *Polymer*, v. 26, n.12, p. 1855–1863, 1985.
- YU, A. B., FENG, C. L., ZOU, R. P., YANG, R. Y. On the relationship between porosity and interparticle forces. *Powder Technology*, v. 130, p. 70–76, 2003.

YOU, S., WAN, M. P. Modeling and experiments of the adhesion force distribution between particles and a surface. *Langmuir*, v. 30, p. 6808–6818, 2014.

ZAFAR, U., HARE, C., HASSANPOUR, A., GHADIRI, M. Drop test: A new method to measure the particle adhesion force. *Powder Technology*, v. 264, p. 236–241, 2014.

ZIMON A. D. The adhesion of dust and powders. Consultants Bureau, New York, p.109–125, 1982.