



UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA
DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA INDUSTRIALE

TESI DI LAUREA MAGISTRALE IN
INGEGNERIA CHIMICA E DEI PROCESSI INDUSTRIALI

SVILUPPO DI TECNICHE ALTERNATIVE PER LA
CARATTERIZZAZIONE DELLA SCORREVOLEZZA
DI MATERIALI GRANULARI

Relatore: Prof. ANDREA CLAUDIO SANTOMASO

Laureando: ALESSANDRO BIZZOTTO

ANNO ACCADEMICO 2011–2012

Dedicato ai miei genitori

Riassunto

In questo lavoro di tesi si è cercato di approfondire la caratterizzazione della scorrevolezza (*flowability*) dei materiali granulari, considerata uno strumento per valutare le condizioni operative di un processo industriale. Si è deciso di sviluppare e migliorare le tecniche di caratterizzazione della scorrevolezza basate sui rapporti di densità apparenti (o di *bulk*), che permettono di quantificare la scorrevolezza delle polveri tramite degli indici che stimano il grado di impaccamento del materiale granulare. Per raggiungere questi obiettivi si sono implementate due nuove apparecchiature per lo sviluppo di una tecnica standard, la misurazione di densità versata, e di una tecnica alternativa, la misurazione di densità dispersa. Inoltre si è deciso di indagare l'effetto della portata di materiale sul grado di impaccamento delle polveri tramite degli opportuni accorgimenti costruttivi delle nuove apparecchiature. Infine tramite queste implementazioni si è cercato di sviluppare e confrontare un indice standard, Hausner ratio, e un indice alternativo, Packing ratio, dimostrando le potenzialità che quest'ultimo indice riesce a raggiungere nella capacità descrittiva del grado d'impaccamento di una polvere.

Indice

INTRODUZIONE	1
CAPITOLO I – La scorrevolezza dei materiali granulari	3
1.2 PROPRIETÁ DELLE POLVERI CHE RIGUARDANO LA SCORREVOLEZZA.....	4
1.1 INDICI PER QUANTIFICARE LA SCORREVOLEZZA.....	6
1.1.1 Shear cells	8
1.1.2 Angolo di riposo	10
1.1.3 Rapporti di densità apparenti	12
1.1.3.1 Densità apparente versata.....	14
1.1.3.2 Densità apparente dispersa.....	17
1.1.3.3 Densità apparente battuta	18
1.3 OBIETTIVI DI RICERCA.....	19
1.3.1 Miglioramento metodi di misurazione della densità apparente	20
1.3.2 Valutazione dell’effetto della portata sull’impaccamento	20
1.3.3 Sviluppo di indici di scorrevolezza con rapporti di densità apparenti	21
CAPITOLO II – Metodi e apparecchiature sperimentali	23
2.1 DENSITÁ VERSATA.....	23
2.1.1 Metodo standard ISO 3923 Parte I	24
2.1.2 Metodo innovativo	27
2.2 DENSITÁ DISPERSA	34
2.2.1 Metodo “Santomaso”	35
2.2.2 Metodo innovativo	38
2.3 DENSITÁ BATTUTA	49
2.4 DENSITÁ INTRINSECA	52
2.5 PORTATA SPERIMENTALE.....	54
2.6 ANGOLO DI RIPOSO	56
CAPITOLO III – Materiali e risultati.....	59
3.1 PREPARAZIONE DEI CAMPIONI.....	59
3.1.1 Vagliatura.....	59
3.1.2 Analisi di immagine.....	62
3.2 MATERIALI	63
3.2.1 Caffè 400-710	66
3.2.2 Caffè 710-1000	67
3.2.3 Zucchero 400-710	68

3.2.4 Zucchero 710-1000	69
3.2.5 Pan grattato 600-1000	70
3.2.6 Farina di mais 400-710	71
3.2.7 Farina di mais 710-1000	72
3.2.8 Cellulosa 500-600	73
3.2.9 Eccipienti farmaceutici 710-1000	74
3.2.10 TAED 600-800	75
3.2.11 TAED 500-600	76
3.2.12 TAED 355-500	77
3.2.13 Cous cous 850-1410.....	78
3.2.14 Cous cous 1410-1600.....	79
3.2.15 Polveri metalliche	80
3.2.15.1 ARS-10.....	82
CAPITOLO IV –Analisi ed elaborazioni dei risultati	85
4.1 METODI DI MISURAZIONE DELLE DENSITÁ APPARENTI	85
4.2 EFFETTO DELLA PORTATA SULL’IMPACCAMENTO	91
4.3 SVILUPPO DI INDICI DI SCORREVOLEZZA BASATI SUI RAPPORTI DI DENSITÁ APPARENTI.....	100
CONCLUSIONI	115
RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI	119

Introduzione

In questo lavoro di tesi si è cercato di approfondire una delle caratteristiche fondamentali dei materiali granulari, ovvero la scorrevolezza (*flowability*), considerata come una conseguenza della combinazione di vari effetti di tipo fisico, chimico e ambientale. La caratterizzazione della scorrevolezza delle polveri è uno strumento per valutare le condizioni operative di un processo industriale qualsiasi, in cui sono coinvolti dei materiali in polveri o granuli, risultando, dunque, trasversale in vari settori (farmaceutico, alimentare, metallurgico, ecc.).

In campo scientifico esistono molte tecniche, basate su principi fisici diversi, per determinare la scorrevolezza delle polveri. Purtroppo non esiste un metodo universale per misurare le proprietà di scorrevolezza delle polveri, per il fatto che queste non sono univocamente determinabili, dunque la ricerca si mantiene ancora molto attiva in questo ambito.

In questa tesi si è lavorato sulle tecniche di caratterizzazione della scorrevolezza basate sui rapporti di densità apparenti (o di *bulk*, cioè della totalità della massa di polvere), che permettono di quantificare la scorrevolezza delle polveri tramite degli indici che stimano il grado di impaccamento del materiale granulare. Alla base della costruzione di questi indici ci sono delle tecniche standard (e non) di misurazione della densità apparente, da cui si ricavano varie modalità e gradi di impaccamento. Dunque ci si è posti come obiettivo il miglioramento di queste tecniche di misurazione e dei relativi indici. Per raggiungere questi obiettivi si sono implementate due nuove apparecchiature per lo sviluppo di una tecnica standard, la misurazione di densità versata, e di una tecnica alternativa, la misurazione di densità dispersa. Inoltre si è deciso di indagare l'effetto della portata di materiale sul grado di impaccamento delle polveri tramite degli opportuni accorgimenti costruttivi delle nuove apparecchiature. Infine tramite queste implementazioni si è cercato di sviluppare e confrontare un indice standard, Hausner ratio, e un indice alternativo, Packing ratio, per poter dimostrare le potenzialità descrittive di quest'ultimo ai fini di un suo maggior utilizzo nel campo didattico e industriale.

La tesi si articola in quattro capitoli ed è strutturata secondo un percorso conoscitivo che porta gradualmente all'obiettivo del lavoro.

Il primo capitolo contiene una presentazione della scorrevolezza e delle modalità con cui viene misurata. In particolare nella prima parte viene fatta una veloce panoramica sulle proprietà che caratterizzano la scorrevolezza dei materiali granulari. Nella seconda parte vengono presentati gli indici di scorrevolezza più utilizzati in campo industriale e didattico e ci si focalizza sulla descrizione delle tecniche di misurazione su cui si basano gli indici di rapporto di densità apparente. Infine si espongono gli obiettivi di ricerca del lavoro di tesi.

Il secondo capitolo analizza uno per uno i metodi e le apparecchiature sperimentali utilizzati. In particolare nei paragrafi dedicati ai metodi di misurazione di densità versata e dispersa, prima si approfondisce la descrizione dei metodi standard o già esistenti, e poi si presentano dettagliatamente le nuove apparecchiature e le relative procedure, descrivendo il processo con cui si sono state progettate e realizzate. Anche per gli altri metodi di misurazione sperimentali (la densità battuta, la densità intrinseca, la portata sperimentale, l'angolo di riposo) vengono descritti dettagliatamente le apparecchiature e le procedure utilizzate.

Il terzo capitolo presenta nella prima parte le modalità con cui sono stati preparati i campioni di polveri utilizzati nelle prove sperimentali. Nella seconda parte sono esposti per campione tutti i valori dei risultati raccolti.

Il quarto ed ultimo capitolo è dedicato alla presentazione dell'elaborazione dei risultati finalizzata agli obiettivi del lavoro di tesi. Si è cercato di costruire dei grafici che tentano di dimostrare gli sviluppi a cui si è giunti con le implementazioni realizzate.

Capitolo I

La scorrevolezza dei materiali granulari

In molti settori industriali le materie prime, gli intermedi o i prodotti finali sono spesso presenti allo stato granulare in forma di polveri, granuli e pastiglie. Diventa quindi fondamentale saper controllare il comportamento fisico-chimico di questi materiali granulari.

In questo lavoro di tesi si è cercato di approfondire una delle caratteristiche fondamentali dei materiali granulari, ovvero la scorrevolezza, chiamata comunemente anche *flowability*. Potenzialmente, quantificare la scorrevolezza consente di avere uno strumento per valutare in base al granulato che si ottiene da un processo qualsiasi, se le condizioni operative siano quelle adeguate; ma serve anche a chi opera sul processo a controllare se il granulato abbia le caratteristiche idonee ad ottenere un prodotto finito adeguato all'uso.

Nei processi di lavorazione in cui sono impiegate le polveri vengono usati vari tipi di silos e tramogge per il trasporto e lo stoccaggio dei materiali, dunque i problemi di scorrimento, di flusso (“flow”) delle polveri sono comuni e di svariata natura.

Per esempio, nell’operazione di svuotamento di un silos, potrebbero formarsi degli archi di massa solida allo scarico della tramoggia che conducono ad uno scenario di flusso intermittente o di non flusso. Oppure l’esposizione della massa di materiale granulare ad aria umida potrebbe causare un incremento di contenuto in acqua, specialmente se il materiale è igroscopico. Questo porterebbe all’aumento della forza coesiva a causa della formazione di ponti liquidi tra le particelle vicine, causando alla fine una condizione di flusso anomala.

Si può affermare che, in accordo con Freeman (2000), la scorrevolezza delle polveri è una conseguenza della combinazione di vari effetti di tipo fisico, chimico e ambientale. Le dimensioni delle particelle, la forma, la composizione della superficie, la distribuzione dimensionale, il contenuto in umidità, le condizioni di compattamento, la non ottimale geometria delle apparecchiature, etc. hanno un impatto sullo scorrimento della polvere.

E’ stato appurato che le proprietà fisiche hanno un maggior impatto sulla *flowability* delle polveri rispetto alle proprietà chimiche. Inoltre proprietà come la compressibilità, la forza coesiva e l’attrito sono una risultante di forze dovute alla interconnessione delle particelle, dunque una stessa polvere può scorrere come un liquido oppure arrestarsi, sostenere e trasmettere sforzi interni come farebbe un solido.

Affrontare il problema della scorrevolezza è molto insidioso perché questa non è facilmente definibile né misurabile e quantificabile. Parlare di polveri scorrevoli o polveri coesive è quindi una approssimazione grossolana, intendendo con questo distinguere una polvere che scorre rispetto ad una che non scorre.

Dunque caratterizzare la scorrevolezza dei materiali granulari è sempre stato uno degli obiettivi della ricerca applicata. Purtroppo non esiste, né probabilmente esisterà mai, un metodo universale per misurare le proprietà di scorrevolezza delle polveri per il fatto che queste non sono univocamente determinabili. Per questo motivo esistono tanti modi per misurare la scorrevolezza delle polveri tutti più o meno utilizzati ma nessuno completamente soddisfacente e la ricerca si mantiene ancora molto attiva in questo settore (Santomaso, 2003).

1.2 Proprietà delle polveri che riguardano la scorrevolezza

In questo paragrafo vengono citati molti lavori di ricerca in cui sono state indagate le relazioni tra le proprietà delle polveri e la scorrevolezza. Ogni citazione verrà trattata in modo abbastanza generalizzato e non approfondito nell'intenzione di continuare l'introduzione all'argomento della scorrevolezza.

In accordo con Freeman (2000), Cain (2002), Behera et al. (2002) and Juliano et al. (2006), il comportamento coesivo dei materiali granulari (o di bulk) è causato da numerosi meccanismi come la presenza di condensa (effetti di umidità, liquidi liberi, ingressi di condensa, ecc.), forze interparticellari (Van der Waals, forze elettrostatiche, condensa, ecc.), tempo di consolidamento e capacità di interconnessione geometrica dei materiali granulari.

In accordo con Seville et al. (1997), le forze interparticellari potrebbero potenzialmente superare il peso della particella per granuli di dimensioni minori a 1 mm. Le forze di Van der Waals sono delle forze attrattive tra gli atomi o le molecole apolari causate dal temporaneo cambiamento del momento di dipolo derivato da un piccolo cambiamento dell'orbita degli elettroni su un lato di un atomo o di una molecola, creando un simile cambiamento negli atomi o molecole adiacenti. I materiali igroscopici sono conosciuti per la capacità di costituire dei forti legami interparticellari sotto forma di ponti liquidi. Inoltre c'è da sottolineare che la misurazione delle forze coesive nei polveri fini risulta molto difficoltosa.

Yamane et al. (1995) hanno effettuato delle simulazioni per lo studio dei flussi di particelle attraverso il DEM (Distinct Element Method) e il MRI (Magnetic Resonance Imaging) in un tamburo rotante, utilizzando semi non sferici di senape. È stato osservato

che la non sfericità delle particelle causa un aumento dell'angolo di riposo dinamico per una data velocità di rotazione.

Negli studi proposti da Popov et al. (1996) e Oshima et al. (1995), si ritiene che la struttura superficiale o ruvidità (roughness) abbia un maggior impatto sulla scorrevolezza rispetto alla forma delle particelle e alla distribuzione dimensionale (size distribution).

Lahdenpää et al. (1996) hanno studiato le proprietà di base dei tre gradi della cellulosa microcristallina dopo averla tenuta sotto condizioni controllate di temperatura e umidità. È stato osservato una riduzione della densità di bulk e una riduzione di scorrevolezza al contemporaneo aumento nel numero di particelle irregolari, a forma allungata nella miscela di polveri. Inoltre è stato riportato che la cellulosa contiene particelle più grandi che scorrono meglio, e che queste migliori proprietà di scorrevolezza sono raggiunte attraverso la miscelazione dei tre gradi microcristallini in certe precise proporzioni.

Wouters e Geldart (1996) hanno cercato di spiegare il meccanismo di incastro delle particelle irregolari come causa della bassa scorrevolezza. È stato osservato una evidente relazione inversa tra l'angolo di riposo e il diametro medio delle particelle.

Zou e Yu (1996) hanno effettuato degli studi sperimentali per indagare sull'effetto delle caratteristiche dell'impaccamento come la porosità sulla forma delle particelle. Hanno osservato una riduzione dell'Hausner ratio con un conseguente incremento della sfericità.

Chan e Page (1997) hanno osservato dei risultati simili con degli studi di scorrevolezza su polveri di varia forma. Si è riscontrato che polveri di rame dalla forma irregolare esibiscono più bassa densità di impaccamento, più bassa scorrevolezza, più alto Hausner ratio e più alto coefficiente di attrito interna. Inoltre hanno spiegato che il comportamento delle particelle irregolari come può essere l'aderenza temporanea o l'incastro tra particelle, siano gli ostacoli al moto delle particelle e di conseguenza crei un aumento di attrito interparticellare durante il flusso della polvere.

Iida et al. (1997) hanno osservato che un incremento della scorrevolezza e una riduzione della coesione associati alla forma delle particelle di cellulosa possano approssimare che i granuli siano sfere.

Jensen et al. (1999) hanno utilizzato le simulazioni DEM per comparare lo sforzo di taglio di particelle agglomerate (clustered) e non agglomerate, facendo una variazione sulla ruvidità della superficie. È stato dimostrato che le rotazioni delle particelle possono essere ridotte in agglomerati di particelle attraverso l'incastramento (interlocking) dei granuli, in questo modo l'incremento dello sforzo di taglio può essere comparato alle particelle non agglomerate.

Cain (2002), ha osservato che una riduzione del suo valore dell'indice di scorrevolezza associato ad un incremento della dimensione media della particella può portare ad un incremento della scorrevolezza. Il suo indice di scorrevolezza è basato su una equazione

di correlazione che coinvolge l'Hausner Ratio, la dimensione media della particella e l'angolo di riposo.

Fitzpatrick et al. (2004) hanno effettuato studi di scorrevolezza su polveri alimentari analizzando differenti proprietà fisiche. È stato osservato una debole relazione tra le proprietà fisiche delle polveri misurate e i loro indici di scorrevolezza

La teoria dello stato critico sviluppata nella meccanica dei suoli del 1968, come descritta da Juliano et al. (2006), riconosce che il picco dello sforzo nei suoli è dovuto alla forze di attrito e interconnessione tra le particelle. Juliano et al. (2006) hanno effettuato studi sulla scorrevolezza delle polveri alimentari utilizzando misure di sforzo di taglio e hanno osservato angoli più elevati di frizione interna, dovuti maggiormente all'interconnessione tra particelle durante i test di taglio.

In sintesi gli studi citati confermano un'influenza della dimensione, della distribuzione delle dimensione, della forma e della ruvidità della superficie come caratteristiche per polveri specifiche. Ma allo stesso tempo non si è riscontrato un metodo sistematico che utilizzi le misure di queste proprietà per poter predire come una data polvere possa essere scorrevole o meno.

1.2 Indici per quantificare la scorrevolezza

In campo scientifico esistono molte tecniche, basate su principi fisici diversi, per determinare la scorrevolezza delle polveri. Dunque la sua determinazione non è univoca, non esiste un'unica definizione di scorrevolezza; inoltre se anche si riuscisse a definire una scorrevolezza in maniera univoca la varietà dei metodi indicherebbe che questi non funzionano come ci aspetteremmo o funzionano solo parzialmente in limitati intervalli operativi. La causa di questo è da ricercarsi nella varietà degli stati di consolidamento nei quali si possano ritrovare le polveri che si utilizzano.

Ogni applicazione industriale come ha riassunto De Jong (1999) in figura 1.1 è caratterizzata da un particolare stato di consolidamento e quindi da un diverso grado di scorrevolezza. In alcune operazioni unitarie la polvere è presente in più stati di consolidamento rendendo più difficile operare. La stessa cosa accade con gli strumenti che cercano di caratterizzare il comportamento delle polveri.

	Slightly Consolidated	Loosely Packed	Fluidized	Suspended
Storage and Transport				
Storage in silos, heaps, etc.	X	-	-	-
Discharge from silos	-	X	X	-
Mechanical transport	X	X	-	-
Pneumatic transport	-	X	X	-
Hydraulic transport	-	-	-	X
Dosing	X	X	X	-
Technical Operations				
Mixing	-	X	X	-
Agglomeration (in mixers)	-	X	X	-
Comminution	-	X	X	-
Separation	-	X	X	-
Drying	X	X	X	-
Reactors				
Packed-bed reactors	X	X	-	-
Fluid-bed reactors	-	-	X	-

Figura 1.1. Stati di consolidamento per diverse operazioni unitarie, De Jong (1999).

Una possibile classificazione può essere fatta dividendo le tecniche tra metodi diretti e metodi indiretti (Santomaso, 2003). Per i metodi diretti il materiale granulare viene analizzato nella sua condizione di flusso all'atto del cedimento. Essa si trova in uno stato consolidato. Sono metodi laboriosi che tuttavia descrivono in maniera completa il comportamento della polvere per lo meno in un intervallo operativo ben definito. Appartengono a questo gruppo le shear cells, come le Jenike cell, le annular cells, le triaxial cells (Schewdes, 1996). I metodi indiretti invece osservano grandezze che si suppone siano collegate con la scorrevolezza e analizzano il materiale granulare in uno stato non consolidato, debolmente impaccato. A queste tecniche si riferiscono prove di angolo di riposo statico e dinamico, grado di fluidizzazione e rapporti tra densità apparenti, come il rapporto di Hausner (HR). Sono metodiche perlopiù veloci, semplici, che non richiedono un operatore particolarmente addestrato, e sono pertanto preferite nella comune pratica industriale. Tuttavia non definiscono lo stato della polvere così compiutamente come fanno i metodi diretti.

In generale in questo lavoro di tesi verranno presi in considerazione i metodi indiretti, cioè con l'utilizzo di materiali granulari non compattati.

Nei prossimi paragrafi vengono brevemente descritti i test delle *shear cells* (celle che misurano lo sforzo di taglio), dell'angolo di riposo statico e dei rapporti tra le densità apparenti che sono tra i metodi più comunemente utilizzati.

Per mettere a confronto queste tre categorie di indice ci si riferirà spesso alla tabella 1.1 riadattata dal lavoro di De Jong (1999), che riporta le classificazioni di scorrevolezza e relativi intervalli di applicabilità del flow factor (ff), del rapporto di Hausner (HR) e dell'angolo di riposo statico (α_r).

Tabella 1.1. Classificazione di scorrevolezza attraverso gli intervalli di applicabilità alcuni indici comuni

	ff	HR	α_r
Non flowing	< 2	> 1.4	> 60
Cohesive	2-4	> 1.4	> 60
Fairly free flowing	4-10	1.25-1.4	45-60
Free flowing	> 10	1-1.25	30-45
Excellent flowing	> 10	1-1.25	10-30
Aerated	> 10	1-1.25	< 10

1.2.1 Shear cells

In accordo con Bell (1999), le tramogge e i silos erano storicamente progettati in gran parte in base a delle congetture, fino al lavoro di ricerca di Janssen nel 1985, seguito da quello di Jenike nel 1964. La teoria di Jenike, basata sulla quantificazione degli sforzi di taglio (*shear strength*), rimane alla base per la determinazione della scorrevolezza della polvere, per la progettazione di un silo per il flusso di massa e per il dimensionamento degli apparati di scarico di un silo. Lo sforzo di taglio è la resistenza della massa del materiale al cedimento o al flusso.

Dalla Tabella 1.1 si può vedere che il *flow factor* riesce a distinguere il diverso comportamento alla scorrevolezza delle polveri solo per valori inferiori a 10. Per valori superiori esso perde di validità e di risoluzione. In pratica non distingue tra vari gradi di scorrevolezza per polveri nello stato debolmente consolidato. Funziona invece bene per polveri nello stato consolidato.

Il *flow factor* (ff) è ottenuto utilizzando una *Shear Cell*, che misura la variazione in sforzo di taglio richiesta per indurre un flusso con dei cambiamenti in sforzo normale per i materiali di bulk (o massa).

Immaginando un esperimento ideale (non necessariamente riferito ad un cella di shear) nel quale il nostro campione di polvere viene confinato lateralmente e sottoposto in direzione verticale ad uno sforzo principale di consolidamento σ_1 . Dopo aver consolidato il campione rimuoviamo le pareti di confinamento e quindi sottoponiamolo a ad uno sforzo che porti al suo cedimento. Tale valore dello sforzo di cedimento del materiale viene chiamato f_c . Se ripetessimo l'esperimento partendo da un diverso grado di consolidamento iniziale, applicando cioè σ_{1*} , otterremmo una nuova coppia di valori σ_1 , f_c . La figura 1.2 mostra il possibile andamento di tali coppie di valori e definisce la cosiddetta flow function, (FF), che è funzione solo del tipo di polvere impiegato.

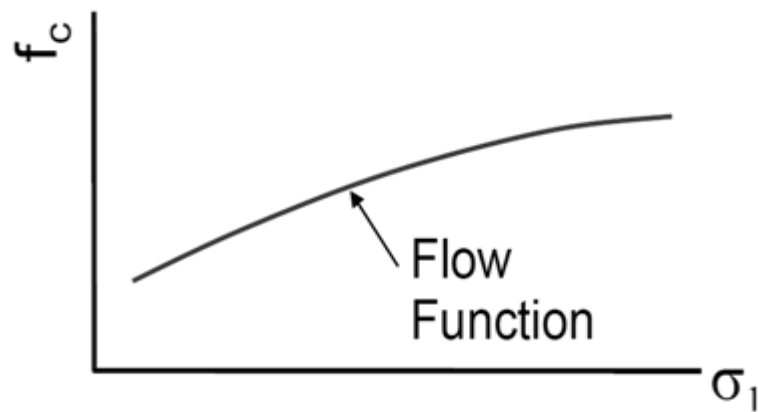


Figura 1.2. Curva della Flow Function ricavata da una Jenike shear cell, in funzione del tipo di polvere impiegato

Ogni punto della FF identifica in funzione dello sforzo di consolidamento un valore dello sforzo di cedimento del materiale. Si capisce pertanto che la polvere può essere scorrevole cioè cedere e muoversi in funzione del suo stato di consolidamento. E questo varia da punto a punto. Una stessa polvere quindi può esibire comportamenti completamente differenti a seconda del suo stato di consolidamento. Per questo motivo risulta arbitrario dividere in maniera rigida le polveri tra coesive e scorrevoli. Il rapporto tra σ_1 e f_c viene chiamato flow factor (ff), come descritto in figura 1.3, e permette di distinguere il comportamento della polvere come è già stato mostrato in tabella 1.1.

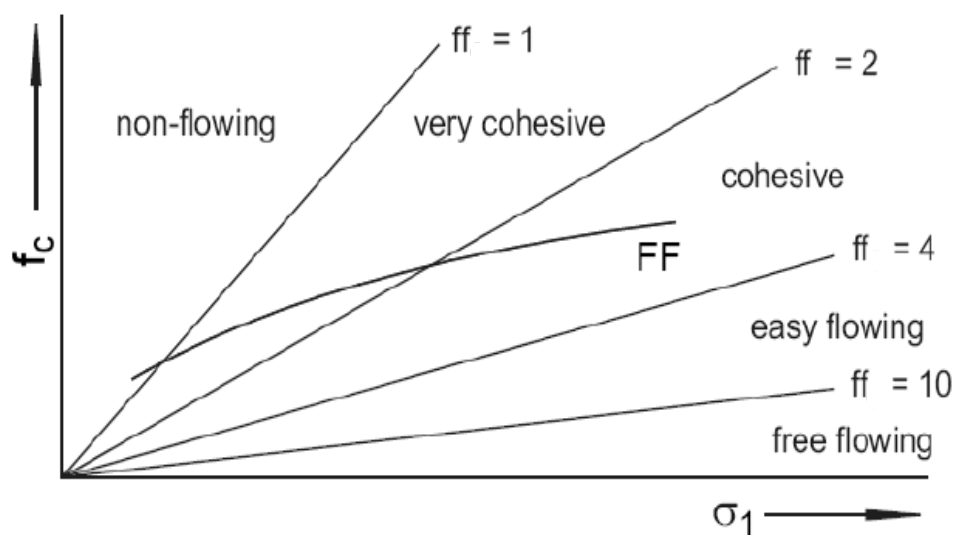


Figura 1.3. Definizione grafica del flow factor, che descrive il grado di scorrevolezza di un materiale di bulk

Il problema del flow factor consiste nel fatto che esso può essere impiegato solo nel momento in cui noi conosciamo il valore di σ_1 , il valore cioè degli sforzi di consolidamento (compressione) che caratterizzano la nostra polvere all'interno del processo. Purtroppo nella stragrande maggioranza dei casi noi non conosciamo il valore di σ_1 e pertanto non possiamo nemmeno risalire al valore dello sforzo di cedimento f_c e quindi al valore del ff.

Nel caso del dimensionamento di una tramoggia, la teoria di Jenike (1964) ci consente di predire gli sforzi σ_1 (ipotesi del campo radiale degli sforzi, sforzo di cedimento alla parete massimo ecc. ecc.). Quindi attraverso la relazione tra σ_1 e f_c si può trovare l' f_c critico, da usare per dimensionare il foro di uscita della tramoggia e l'inclinazione delle sue pareti. Il flow factor (ff) a differenza della flow function (FF) dipende non solo dalle proprietà della polvere ma anche dalla geometria del sistema. Non solo ma le celle di shear caratterizzano materiali nel loro stato consolidato tipico ad esempio di sili o della meccanica di suoli (sforzi elevati pari a 10-100 kN/m²). Tuttavia molte applicazioni dell'industria di processo sono caratterizzate da sforzi di consolidamento molto più bassi (~1 kN/m²) si pensi ad esempio allo stato di moto di una polvere in un miscelatore o nell'industria farmaceutica al flusso per il riempimento di una capsula o di un blister.

1.2.2 Angolo di riposo

Esistono varie categorie di angolo di riposo, che si differenziano per le modalità con cui viene determinato l'indice. L'angolo di riposo può essere misurato in condizioni statiche o dinamiche come mostrato in figura 1.4.

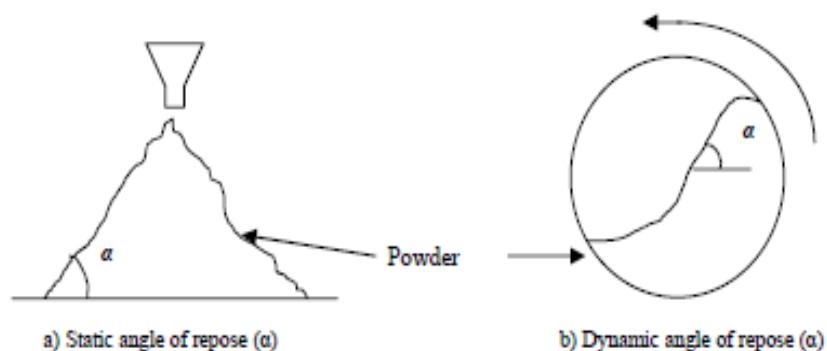


Figura 1.4. a) Angolo di riposo statico, b) Angolo di riposo dinamico

L'angolo di riposo statico (α_r), definito come l'angolo della superficie libera di una pila di polvere rispetto ad un piano orizzontale come è rappresentato in figura 1.5.

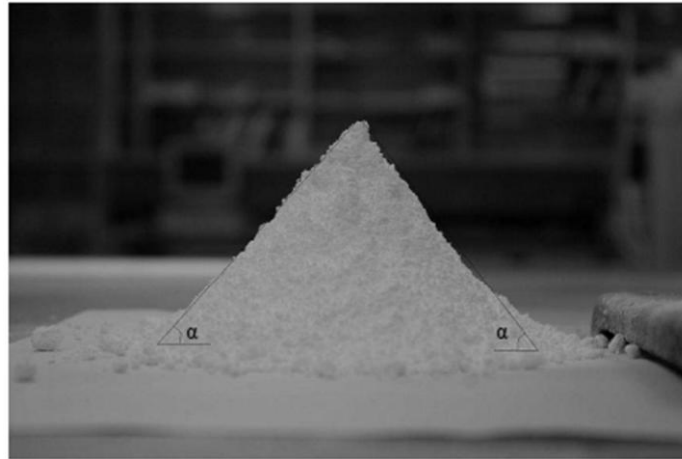


Figura 1.5. *Rappresentazione della definizione di angolo di riposo statico*

L'angolo di riposo statico è da ritenersi l'indice più indipendente dal compattamento, perché per ottenere il cumulo la polvere deve essere fatta scorrere, distruggendo un suo eventuale compattamento iniziale (Santomaso, 2003). Per questo motivo sarà spesso utilizzato come parametro di confronto in questo lavoro di tesi che si propone di analizzare tecniche alternative per la caratterizzazione della scorrevolezza di materiali granulari con lo sviluppo di indici legati ai rapporti di densità.

Altri tipologie di angolo per lo studio dei materiali granulari presentato delle caratteristiche non idonee, ad esempio l'angolo di riposo drenato è significativo solamente per i materiali granulari non coesivi ed è fortemente influenzato dal grado di compattamento iniziale (Svarosky, 1987).

L'angolo di scivolamento e affini non sono univocamente determinati come è stato dimostrato da Poliquen et al (1996) e Santomaso e Canu (2001). Queste tipologie di angoli sono fortemente dipendenti dalla natura della superficie su cui il materiale granulare scorre (Augustein & Hogg, 1978) e quindi anche sullo spessore iniziale dello strato di scorrimento.

Rifacendoci alla tabella 1.1, possiamo notare come gli angoli di riposo statico (α_r) siano in grado di distinguere diversi comportamenti di scorrevolezza per polveri catalogate semplicemente come scorrevoli, secondo il criterio del flow function. Le polveri invece che hanno un comportamento coesivo, non vengono risolte efficacemente da questo indice di scorrevolezza.

1.2.3 Rapporti di densità apparenti

La densità apparente (o di bulk) è definita come il rapporto tra la massa e il volume da lei occupato. Tale volume include lo spazio tra le particelle oltre a quello da loro occupato. Essa non deve essere confusa con la densità particellare, ossia la densità intrinseca, vera (ρ_s) della particella, per la quale il volume è determinato escludendo sia i pori chiusi che quelli aperti. La densità apparente è spesso utilizzata nello studio dei letti di polvere impaccati, che sono formati nel loro complesso da una miscela di aria e di particelle solide. Di conseguenza la densità apparente assume sempre un valore compreso tra quelle delle due fasi.

Il significato di una generica densità apparente (ρ_{bulk}) può essere formulato (1.2) attraverso l'utilizzo della porosità (ε), che è definita (1.1) come il rapporto tra il volume di vuoto (V_{vuoto}) all'interno del letto di materiale granulare (ad esempio il volume occupato dall'aria) e quello totale del letto (V_{totale}). Il volume di vuoto include anche i micropori delle particelle se esse sono porose.

$$\varepsilon = \frac{V_{vuoto}}{V_{totale}} \quad (1.1)$$

$$\rho_{bulk} = \rho_s(1 - \varepsilon) + \rho_{aria}\varepsilon \quad (1.2)$$

La densità apparente dipende, oltre che dalle condizioni d'impaccamento del materiale granulare, anche dalla distribuzione di dimensione e forma del sistema. In particolare le particelle più fini vanno ad occupare gli interstizi che si formano tra le particelle più grandi, rendendo il sistema maggiormente impaccato (Lantz & Schwarz, 1990).

L'impaccamento è dunque considerato come la capacità di sistemazione delle particelle verso una riduzione dello spazio di vuoto interparticellare senza che vengano intaccate le originali caratteristiche di forma e dimensione del granulo. Inoltre è bene ricordare che l'impaccamento non deve essere confuso con la compattazione, che implica una modifica morfologica dei granuli.

Un confronto tra differenti gradi di impaccamento può essere una misurazione delle difficoltà riscontrate dalle particelle nel trovare la loro posizione nel letto e di conseguenza nello scorrere a livello macroscopico. Ad esempio un campo esterno di forza, come può essere la gravità, può promuovere un alto impaccamento del materiale granulare, che si manifesta attraverso il moto relativo delle particelle.

In base alle precedenti considerazioni la propensione all'impaccamento può essere considerato un indice di scorrevolezza. È stato osservato (Santomaso, 2003) che la scorrevolezza è connessa con un rapporto tra un "alto" e un "basso" valore di densità apparente. L' "alta" condizione di densità apparente deve essere ottenuta da qualche tipo

di forza che impacchi la polvere quanto più possibile, senza compattarla (dense random packing), mentre il “basso” stato di densità apparente è il minor grado di impaccamento che i granuli riescono a mantenere naturalmente, senza che intervenga una qualche forza aggiuntiva (loose random packing).

In questa descrizione teorica si è tentato di spiegare da dove nasca l’idea di utilizzare i rapporti tra densità apparenti come indice di scorrevolezza, quindi si sono utilizzati aggettivi vaghi come “alto” o “basso” perché esistono molte tipologie di densità apparente che si differenziano per le procedure con cui si ottengono. Le differenti formulazioni a cui faremo riferimento (come la densità apparente versata, la densità apparente battuta e la densità apparente dispersa) sono basate sul raggiungimento del tipo di impaccamento desiderato (Svarosky, 1987) e verranno successivamente descritte in maniera più particolareggiata.

Ci sono molti indici di scorrevolezza basati sul precedente approccio, sicuramente tra i più noti usati a livello industriale c’è l’Hausner ratio. HR, che solitamente è il risultato del rapporto tra la densità apparente battuta (“alta”) e la densità apparente versata (“bassa”).

La sua efficacia è dovuta al fatto che al numeratore appare la polvere in uno stato di consolidamento forzato. Al denominatore invece appare la densità versata che rappresenta la condizione spontanea (non forzata) della polvere debolmente impaccata.

Tanto più una polvere sarà scorrevole tanto più il processo di impaccamento spontaneo sarà efficace e la densità elevata. Il numeratore tenderà quindi ad essere confrontabile con la situazione forzata presente al denominatore e pertanto l’indice tenderà a 1. Una polvere coesiva invece presenterà un denominatore piccolo perché la densità sarà bassa in conseguenza alla difficoltà della polvere di impaccarsi efficacemente. L’indice HR sarà allora maggiore di 1. Questo fatto giustifica l’utilizzo di HR come indice di scorrevolezza. Tuttavia è necessario chiarire che qualsiasi altro indice basato sulle medesime densità apparente, come ad esempio l’indice di Carr o la compressibilità (De Jong, 1999), sarà perfettamente equivalente (qualitativamente e quantitativamente) al Hausner ratio.

La tabella 1.1, già precedentemente vista, indica anche la classificazione ottenibile con l’Hausner ratio. Come si può notare questo indice ha in genere una bassa risoluzione nel senso che riesce a raggruppare il comportamento delle polveri in tre macro gruppi. All’interno di ogni gruppo non riesce però a distinguere sfumature di comportamento.

Per questi motivi di incapacità di distinguere bene i gradi di scorrevolezza HR è già stato oggetto di critiche. Inoltre si è verificato (Santomaso, 2003) che alla base di questi limiti ci possa essere l’utilizzo del metodo di densità apparente battuta. Le procedure non uniformi che adotta questo metodo non permettono di avere un controllo sulle modalità

di impaccamento, tanto che si potrebbe tranquillamente ottenere una compattazione del materiale granulare, perdendo le caratteristiche di dense random packing o “alta” condizione di densità apparente.

Dunque analizzando criticamente il modo con cui HR viene misurato abitualmente Santomaso et al (2003) hanno cercato di introdurre un nuovo indice alternativo, denominato Packing ratio, PR, che presenta la stessa impostazione concettuale, in modo da poter confrontare i due indici. Quest’ultimo, il PR, viene definito come il rapporto tra la densità apparente dispersa (“alta”) e la densità apparente versata (“bassa”).

Secondo le intenzioni per cui è stato elaborato PR, l’utilizzo di nuovo metodo di misurazione, come la densità apparente dispersa, consentirebbe di ottenere una condizione di dense random packing (ovvero un altro grado di impaccamento) senza indurre la compattazione delle polveri. Dopo numerosi confronti è stato verificato che il PR risulta più sensibile alle variazioni di scorrevolezza, anche nei casi in cui HR non riusciva ad apprezzare alcuna significativa differenza tra materiali granulari.

Ci sono numerosi aspetti che non sono stati verificati nello sviluppo del PR, soprattutto nei metodi di misurazione e nella riproducibilità delle loro procedure. Inoltre si può affermare che la scorrevolezza delle polveri non dipenda puramente dal grado di impaccamento, come descritto dal PR, ma la compattazione può anche influire sulle proprietà di scorrevolezza. Proprio quest’ultima caratteristica è parzialmente inclusa in HR ed è l’informazione che lo differenzia da PR.

Dunque un’opportuna combinazione dei due indici potrebbe aumentare le capacità descrittive per la caratterizzazione e la predizione della scorrevolezza dei materiali granulari.

Da quanto si è detto finora si può intuire che questo lavoro di ricerca si è focalizzato sullo studio dei rapporti di densità apparente e sui possibili sviluppi di questi indici partendo da quelli appena descritti.

Per completare ulteriormente l’introduzione dell’argomento, nei prossimi paragrafi vengono brevemente descritti alcuni metodi di misurazione di densità apparente che sono già stati citati e che saranno esaminati anche in seguito.

1.2.3.1 Densità apparente versata

Secondo l’International Standard ISO3923, determinato per lo studio delle polveri meccaniche, esistono tre diverse procedure, da applicare secondo le polveri in uso, per stimare la densità apparente versata (che d’ora in poi chiameremo solo densità versata per semplicità d’uso); ognuna di queste procedure prevede che siano effettuate almeno

tre prove su diversi campioni. Inoltre con tutti i seguenti metodi, è bene ricordare che si ottiene un impaccamento casuale debole, ovvero un cosiddetto *loose random packing*.

- Parte I. Metodo della tramoggia

Applicabile a polveri che scorrono liberamente attraverso un orifizio di 2.5 o 5 mm. L'apparecchiatura necessaria (Figura 1.3), consiste in un contenitore cilindrico, cup, di volume pari a 25 cm³ e di diametro interno di 30 mm, una tramoggia di specificate dimensioni (angolo interno 60°, foro di scarico 2.5 o 5 mm) ed un piedistallo con una base orizzontale libera di vibrare.

La procedura prevede di caricare il campione da testare all'interno dell'imbuto, tenendone chiuso lo scarico, e poi di lasciarlo cadere all'interno della cup (da un'altezza di versata pari a 25 mm), fintanto che questa si riempia.

Qualora inizialmente le polveri non scorrano, è permesso l'uso di una bacchetta di ferro di diametro di 1mm, per agevolarne la discesa.

Dopo aver livellato le polveri con una lama affilata od un righello (evitando di scuoterle o compattarle), la polvere viene pesata.

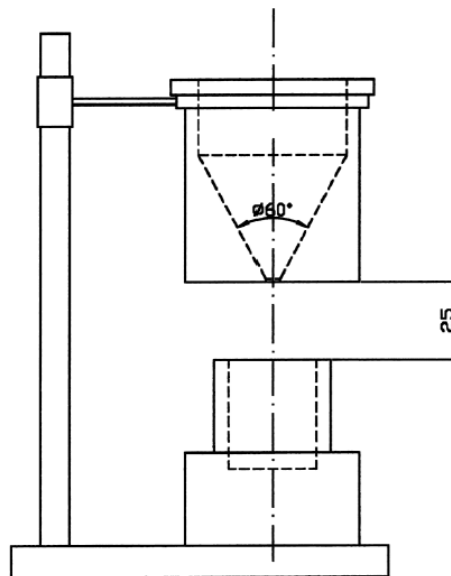


Figura 1.3. Densità apparente versata, Metodo della tramoggia, ISO3923-I

- Parte II. Metodo della tramoggia oscillante (B.S.I)

Applicabile a polveri che non scorrono liberamente attraverso un orifizio di 5 mm, ma non q a quelle che possono disintegrarsi durante la vibrazione (es. agglomerati).

L'apparecchiatura necessaria (Figura 1.4) consiste in una cup di volume 25 cm³ e diametro interno 30 mm, una tramoggia con angolo di scolo di 60° e foro di scarico da

7.5 mm, ed un meccanismo di vibrazione operante ad una frequenza di 50 o 60 Hz, capace di oscillare orizzontalmente la tramoggia ad una frequenza da 100 a 120 Hz con ampiezza da 50 a 100 μm .

La procedura prevede di versare le polveri nella tramoggia posta a 25 mm dal cup, con lo scarico chiuso, quindi con l'oscillatore acceso aprire il foro di uscita e lasciar scendere le polveri fino a che il contenitore è pieno; asportare l'eccesso evitando di scuotere o comprimere le polveri, infine pesare.

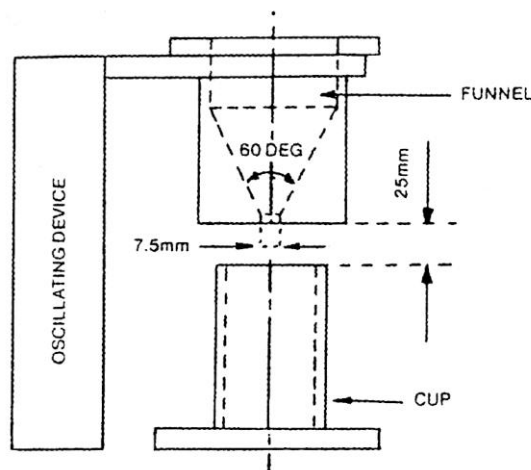


Figura 1.4 Densità apparente versata. Metodo della tramoggia oscillante, ISO3923-II

- Parte III. Metodo volumetrico di Scott (1981)

Procedura da applicare quando le polveri non passano attraverso il foro da 5 mm, e non possono essere analizzate con il secondo metodo, poiché le vibrazioni previste ne altererebbero la proprietà.

L'attrezzatura (Figura 1.5) consiste in un cilindro di volume di 25 cm^3 e di diametro interno di 30 mm, una tramoggia di scarico a doppio cono, quello grande alimenta quello piccolo passando attraverso una sezione cilindrica ed una setaccio con maglie di 1.18 mm di luce netta.

Tra la tramoggia e il cup test è posto un tubo con quattro diaframmi in vetro, attraverso il quale le polveri devono defluire. Lo scarico di questo tubo deve essere a 20 mm dalla cup. Ci si può aiutare con un pennello per fare passare le polveri attraverso il setaccio.

L'eccesso di polveri è poi levato dal cilindro con un righello evitando di comprimerle o vibrarle, il tutto è poi pesato.

Questo metodo può essere usato solo se le polveri passano liberamente attraverso il setaccio, altrimenti il metodo volumetrico di Scott non è adatto.

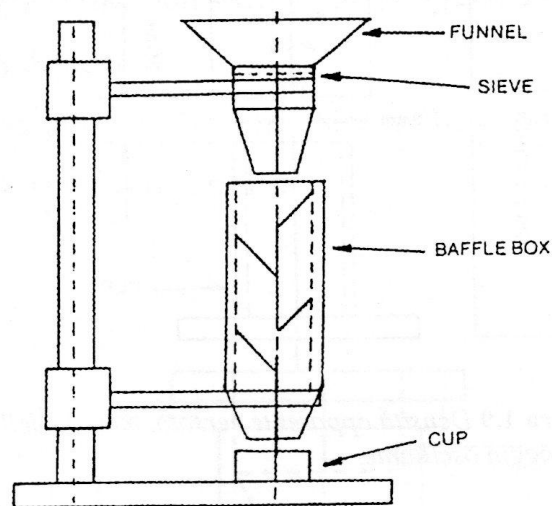


Figura 1.5 Densità apparente versata, metodo volumetrico di Scott. ISO3923-III

1.2.3.2 Densità apparente dispersa

La densità apparente dispersa (che sarà successivamente chiamata solamente densità dispersa) è una tipologia di impaccamento ad “alta” condizione di densità (dense random packing) che è stato sviluppato da Santomaso et al. (2003) per poter ottenere un nuovo indice di scorrevolezza, il PR, basato sui rapporti di densità apparente attraverso un approccio innovativo brevemente spiegato sopra.

Il metodo è stato ispirato dall'Hosowaka Powder Characteristics Tester (Savarosky, 1987; Harnaby et al., 1987; Abdullah & Geldart, 1999) e dagli standard ISO 3932-3 (o Metodo volumetrico di Scott per la densità versata) e BS EN 725-8. Tutti questi metodi suggeriscono di aiutare lo scarico del flusso di polvere con delle tramogge vibranti o facendo passare la polvere attraverso un setaccio vibrante. Le procedure utilizzate da Santomaso (Figura 1.6) prevedono delle modifiche dagli standard citati a cominciare dall'altezza di scarico della tramoggia che può variare da 5 cm fino ad 1 m

Per le polveri scorrevoli (free-flowing), il materiale è alimentato da una tramoggia attraverso un setaccio statico posto alla distanza di 1.5-2 cm dall'orifizio di scarico (Figura 1.6a). Il setaccio serve allo scopo di disperdere il più possibile il flusso particelle scaricato dall'orifizio, in modo che il materiale granulare formi una specie di pioggia uniforme. La mesh (maglia) del setaccio deve essere abbastanza larga a prevenire la formazioni di archi di materiali che occludono i fori. La cup in cui viene raccolto il materiale è di 25 cm³ (come nello standard ISO 3923), l'eccesso di polveri è poi levato dal cilindro con un righello evitando di comprimerle o vibrarle, infine il tutto è poi pesato.

Proprio per le modalità procedura, che prevedono una sorta di dispersione della polvere attraverso un setaccio, il metodo è denominato densità dispersa.

La capacità di disperdere le polveri coesive è più difficoltosa. Di conseguenza, Santomaso ha implementato un metodo che si differenzia dal precedente solo per le modalità di alimentazione della polvere. La procedura (Figura 1.6b) prevede l'uso di un cilindro di alimentazione di 4 cm di diametro interno direttamente appoggiato sul setaccio e accuratamente riempito in modo da evitare la compattazione. Lo scarico è indotto dalla traslazione del cilindro avanti e indietro sul piano del setaccio, sempre in contatto con lo stesso. In questo modo si ottiene un flusso disperso abbastanza omogeneo.

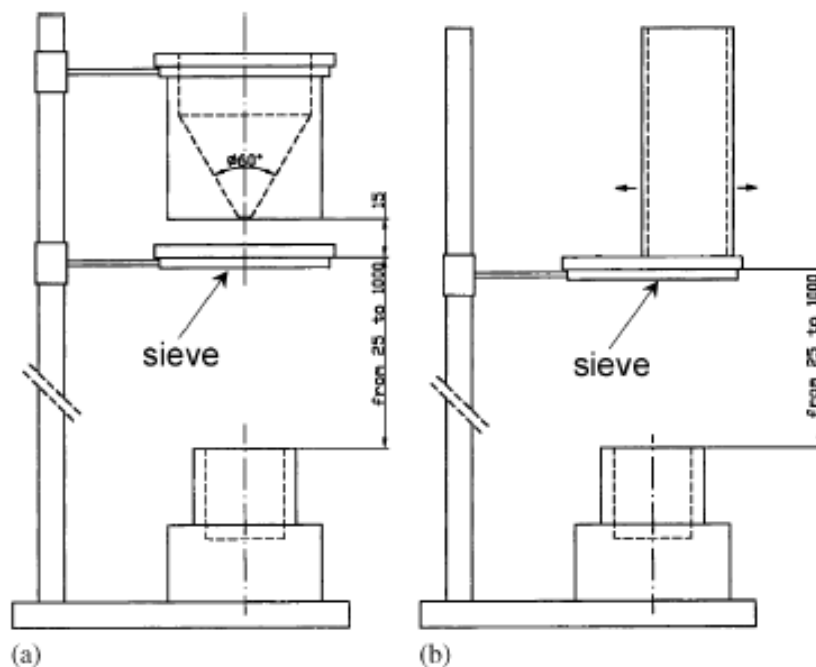


Figura 1.6 Apparecchiatura per densità apparente dispersa. a) Per polveri scorrevoli
b) per polveri coesive

1.2.3.3 Densità apparente battuta

Per la misurazione della densità apparente battuta (che d'ora in poi per semplicità verrà chiamata densità battuta), che fa parte dei dense random packing, non esiste ancora uno standard universalmente riconosciuto sebbene esistano molte procedure, manuali e meccaniche, proposte da diversi autori.

Poiché essa dipende fortemente dal numero, dall'ampiezza e dalla frequenza dei colpi forniti è meglio utilizzare un congegno meccanico.

Kostelnik e Beddow propongono lo “Hall test cup”, accettato come uno standard dalla ASTM (American Society for Testing Materials). Tale metodo prevede l'utilizzo di una cup di volume di 25 cm³ ed un'estensione d'altri 25 cm³ da applicare come in figura 1.6.

L'estensione va usata per essere certi di avere inizialmente abbastanza polvere, così che si possano ottenere almeno 25 cm³ di campione impaccato.

Il contenitore test, va riempito di polvere, l'eccesso deve essere levato, e quindi battuto meccanicamente, ad esempio con il congegno a camma (che verrà adeguatamente spiegato nei capitoli successivi). Al termine della battitura l'estensione va tolta, l'eccesso delle polveri rimosso prestando attenzione a non modificare il sistema, alla fine il tutto viene pesato.

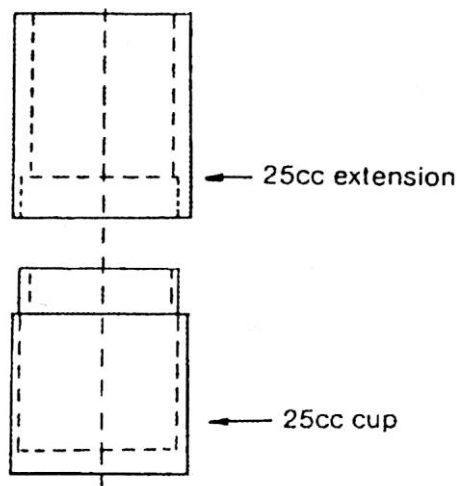


Figura 1.6 Contenitore per la densità apparente battuta secondo Kostelik e Beddow

1.3 Obiettivi di ricerca

Finora si è fatta una panoramica delle tecniche di misurazione su cui si basano gli indici di scorrevolezza dei materiali granulari e in particolare ci si è concentrati sui rapporti di densità apparente.

Da questa prima analisi emergono molti possibili ambiti di sviluppo, proprio perché la ricerca in questo settore risulta molto attiva e applicata agli eventuali problemi che si riscontrano nell'industria. Tra i vari sviluppi sperimentali, si è deciso di focalizzare il lavoro sulle tecniche di misurazione della densità apparente e sui relativi indici di scorrevolezza. Di seguito vengono brevemente introdotti nello specifico gli ambiti su cui si è lavorato.

1.3.1 Miglioramento metodi di misurazione della densità apparente

Si è analizzato molto il lavoro fatto da Santomaso (2003) nello sviluppo di una nuova tecnica di misurazione, ovvero la densità dispersa. Si è notato che questa tecnica può

risultare molto interessante per possibili applicazioni industriali, in quanto potrebbe permettere di ottenere degli impaccamenti elevati senza l'uso di strumenti di vibrazione che compattano il letto, poiché viene impiegato solo la forza di gravità. Dagli studi di Santomaso emerge che il grado di impaccamento può essere maggiore o simile a quello che si ottiene con la densità battuta.

Partendo da questo lavoro si è tentato di implementare una procedura per la densità dispersa che raggiunga dei criteri di miglioramento nella qualità del dato misurato e nella maggior riproducibilità della prova.

Inoltre si è lavorato anche nel miglioramento della tecnica di misurazione della densità versata partendo dai molti standard visti in precedenza.

Questi vaghi concetti verranno espressi in modo completo nei capitoli seguenti facendo riferimento a cosa si è fatto nello specifico per ottenere i miglioramenti desiderati. In sintesi i miglioramenti sono stati implementati con la costruzione di nuove apparecchiature.

In ogni caso l'obiettivo ultimo di questo sviluppo di tecniche alternative è il miglioramento della capacità di descrizione del processo di impaccamento delle polveri.

1.3.2 Valutazione dell'effetto della portata sull'impaccamento

Poliquen et al. (1997) all'interno del loro studio sulla cristallizzazione di sfere non browniane sotto effetto di scuotimento orizzontale, propongono un'interessante relazione dell'effetto che può avere la portata scaricata di polvere sul grado di impaccamento che si ottiene.

Partendo da questa studio si è voluto indagare l'effetto della portata sugli impaccamenti che vengono ottenuti con le tecniche di misurazione della densità apparenti. In particolare si sono analizzate questo tipo di relazioni per le tecniche di densità versata e dispersa.

Nei capitoli successivi vedremo nel dettaglio come si è cercato di affrontare il problema legandolo ovviamente fin dall'inizio con l'altro obiettivo di ricerca sul miglioramento delle procedure e delle tecniche di misurazione della densità apparente.

1.3.3 Sviluppo di indici di scorrevolezza con rapporti di densità apparenti

Si è cercato di proseguire e sviluppare il lavoro Santomaso (2003) riguardante il nuovo indice di scorrevolezza chiamato PR (Packing ratio). In sintesi si è tentato di migliorare la "potenzialità" di questo indice di scorrevolezza, attraverso l'utilizzo di nuovi dati

ottenuti tramite nuove apparecchiature e procedure, in modo da aumentarne la validità scientifica e la capacità descrittiva.

Inoltre si è cercato di superare le lacune descrittive che sono insite in questo indice e nel più famoso e più utilizzato HR (Hausner ratio). In modo particolare ci si riferisce al fatto che HR e PR sono basati sui rapporti di densità e introducono delle grandezze che risentono in maniera diversa dalle proprietà intrinseche del materiale ma non ne tengono conto; ad esempio la densità intrinseca del ferro peserà diversamente da quella della cellulosa. Le modalità con cui si è tentato di affrontare questi problemi saranno oggetto dei capitoli successivi.

Capitolo II

Metodi e apparecchiature sperimentali

In questo capitolo sono illustrate le metodologie e le apparecchiature sperimentali utilizzate per raggiungere gli obiettivi del lavoro di ricerca.

Il progetto di lavoro prevede, come si è già detto, lo sviluppo di tecniche alternative per la caratterizzazione della scorrevolezza delle polveri. In particolare si sono sviluppate tecniche basate sui rapporti di densità apparenti di materiali granulari e di conseguenza si sono incentrate le prove sperimentali sullo sviluppo dei metodi già esistenti per la misurazione delle densità.

Essenzialmente si è partiti da metodologie e procedure già standardizzate o tradizionali per creare ulteriori sviluppi o modifiche con l'obiettivo di raggiungere maggiori riproducibilità e attendibilità. In alcuni casi si sono percorse delle strade innovative per verificare degli effetti associati alla modalità di impaccamento delle polveri, come la portata.

Molte spesso i dettagli di una procedura possono creare la differenza nel dato che si ottiene da una specifica prova, per questo motivo nei prossimi paragrafi si tratteranno separatamente i vari metodi e le relative apparecchiature. Si cercherà di approfondire nel dettaglio le tecniche e il percorso con il quale si è arrivati ad adottare l'apparecchiatura specifica per gli obiettivi desiderati.

2.1 Densità versata

La procedura di misurazione denominata densità versata è sicuramente una delle tipologie più utilizzate sia in campo industriale, che accademico, per la quantificazione della densità di bulk (o apparente) di una polvere (o materiale granulare).

Esistono molti metodi standard che codificano questa procedura e in questo progetto si è deciso di usare come riferimento lo Standard ISO-3923 parte I.

Partendo da questo standard si è voluto sviluppare un'altra procedura che risulta molto simile, ma riesce contemporaneamente ad indagare l'effetto della portata sull'impaccamento del materiale granulare. In sintesi si è costruito una nuova apparecchiatura che permette di ottenere dati sperimentali con la stessa riproducibilità e la stessa attendibilità del metodo standard e allo stesso tempo permette di elaborare i dati in funzione della portata di materiale che viene scaricata.

Nei seguenti paragrafi esporremo nel dettaglio il metodo standard e poi il successivo sviluppo elaborato in questo progetto.

2.1.1 Metodo standard ISO 3923 parte I

Il metodo standard ISO 3923 parte I, prevede la misurazione della densità apparente versata di un materiale granulare attraverso l'utilizzo di un'apparecchiatura rappresentata in figura 2.1.

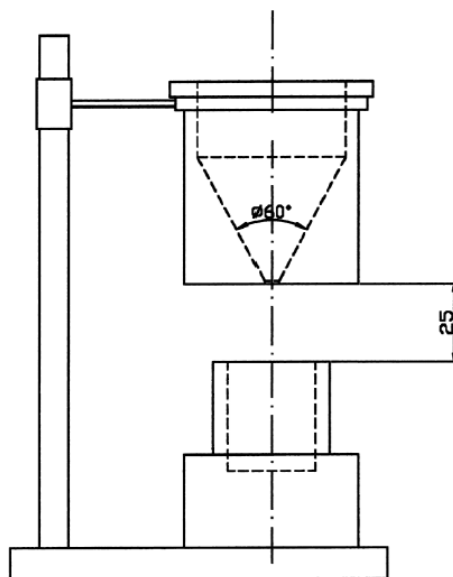


Figura 2.1 Apparecchiatura per la misurazione della densità versata con il metodo standard ISO3923-I

L'apparecchiatura è costituita dalla tramoggia di carico del materiale granulare, posta ad un'altezza di 25 mm, tra il suo foro di scarico e la base superiore del contenitore o cup in cui viene versata la polvere, chiamata anche altezza di caduta.

Il tipo di contenitore non è specificato nel metodo standard a cui si sta facendo riferimento, ma per questa misurazione si è utilizzata una cup rappresentata in figura 2.2. Questa cup è un contenitore cilindrico in polivinilcloruro PVC, di volume interno pari $25 \pm 0.05 \text{ cm}^3$, di diametro interno di $30 \pm 1 \text{ mm}$ ed altezza di $35 \pm 1 \text{ mm}$. Inoltre, questo recipiente sarà utilizzato per tutte le prove sperimentali effettuate in cui è servito un contenitore di volume noto per misurare le densità del materiale granulare.

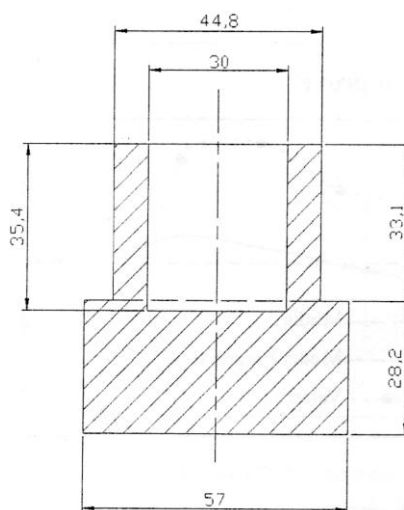


Figura 2.2 Cup o contenitore cilindrico utilizzato nelle prove sperimentali come volume noto

La tramoggia di carico delle polveri ha un foro di scarico di diametro 5 ± 0.5 mm, l'angolo di scorrimento di 30° rispetto alla verticale ed è realizzata in PVC (figura 2.3).

Sia la cup, che la tramoggia utilizzate non sono levigate e neppure in acciaio come prevede lo standard, però ciò non ha influenzato la qualità delle prove svolte, poiché si è ritenuto che non c'era nessuna necessità di fornire particolari accelerazioni al flusso di scarico delle polveri, in quanto l'interesse si è focalizzato sulla caduta libera del materiale granulare.

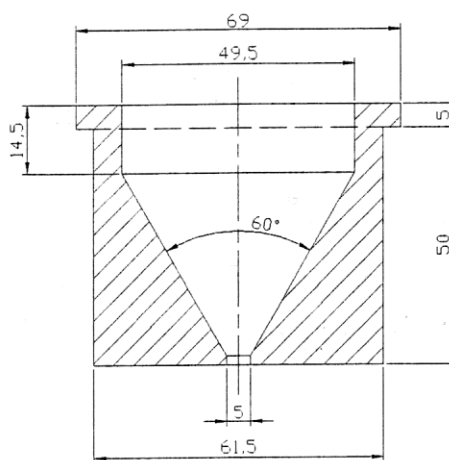


Figura 2.3 Tramoggia di scarico utilizzata per la misurazione della densità versata con il metodo standard

La procedura per il calcolo della densità versata consiste nel caricare la tramoggia di materiale da testare tenendo tappato, anche con un dito, il foro di scarico; tale foro deve essere coassiale con il contenitore cilindrico. Una volta che si è completato il caricamento, viene liberato il foro così che la polvere possa scendere con una portata uniforme. La quantità di polvere caricata dovrà essere sufficiente a riempire la cup.

Proseguendo con la procedura per la misurazione della densità versata, una volta terminata la fase di versamento, si andrà a togliere l'eccesso di polveri dalla cup con una lama, in modo che rimanga riempito solo il volume noto del contenitore. Quest'ultima operazione va fatta prestando molta attenzione a non perturbare il sistema con scossoni, colpi o comprimendo le polveri. Anche a questo dettaglio viene portata particolare attenzione per il discorso appena citato sull'attendibilità del dato in relazione agli obiettivi di ricerca.

Infine il contenitore riempito di polveri viene pesato su una bilancia elettronica con accuratezza del ± 0.01 g. Dal rapporto tra questo peso e il volume interno noto della cup si ottiene il dato di densità versata del materiale granulare in questione.

Un'importante precisazione è da segnalare nell'uso di polveri poco scorrevoli o coesive. In questo caso è permesso l'utilizzo di un'asta di sezione minima pari a 1mm^2 per agevolare la discesa del materiale dalla tramoggia. A tal proposito, in tutte le prove sperimentali effettuate in questo progetto è stato usato un fil di ferro rispondente ai vincoli imposti dallo standard.

Per quanto riguarda le modalità di carico della tramoggia vanno fatte alcune precisazioni che non sono contenute nel metodo standard, ma sono che sono state adottate per le prove sperimentali effettuate e rientrano nell'ottica dello sviluppo dei metodi che si è posti come obiettivo in questo progetto di ricerca. In particolare, la quantità delle polveri caricate sulla tramoggia prima dell'operazione di versamento dovranno essere leggermente superiore per non rischiare di dover caricare nuovamente la tramoggia. Infatti la prova risulta sicuramente più attendibile se l'operazione di versamento viene fatto in un solo step, perché in questo modo si presuppone che la forza risultante dai disturbi esterni (come la temperatura, l'umidità, la presenza di aria ecc) sia omogenea. Mentre se l'operazione viene fatta in due o più fasi potrebbe essere che la risultante dei disturbi non sia della stessa intensità tra i vari step e quindi non ci sia quell'omogeneità citata in precedenza che porterebbe ad una minore attendibilità del dato sperimentale. Inoltre, per completare questo discorso, bisogna sottolineare che la quantità di polveri caricate non deve neanche essere eccessiva, perché la forza impressa dall'eccesso di polveri che vengono scaricate potrebbe aumentare il grado di impaccamento all'interno del contenitore. Questa spiacevole eventualità andrebbe ad inficiare la qualità del dato, poiché tutto il lavoro delle prove sperimentali e delle relative apparecchiature si basa

sull'ottenimento di gradi di impaccamento diversi per lo stesso materiale in funzione proprio allo strumento che si utilizza. Questi particolari accorgimenti sul carico della tramoggia saranno tenuti in considerazione per tutte le prove sperimentali fatte in questo lavoro di ricerca.

2.1.2 Metodo innovativo

Il metodo innovativo è stato elaborato come uno sviluppo del metodo standard, in cui si è tentato di migliorare il grado di conoscenza del comportamento delle polveri mantenendo l'attendibilità dei dati sperimentali. Lo sviluppo innovativo della misurazione della densità versata sul quale si è voluto concentrare lo sforzo di ricerca, è la capacità di poter elaborare l'effetto che può avere la portata del materiale granulare scaricato sul grado di impaccamento dello stesso. Si è partiti dal concetto che per poter analizzare l'effetto della portata si debba progettare un nuovo strumento (apparecchiatura) di misurazione che consenta di poter variare la portata della polvere scaricata tra una prova e l'altra.

L'idea che sta alla base della nuova apparecchiatura è l'impiego di una nuova tramoggia di scarico, rispetto al metodo standard, in cui è possibile variare il foro di scarico per ottenere diverse portate del materiale versato.

Si è cercato di raggiungere l'obiettivo voluto ottimizzando le risorse a disposizione e in compatibilità con queste premesse si è progettato una tramoggia il cui fondo piatto è costituito da un disco con un unico foro centrale. Il disco forato in questione risulta facilmente removibile in modo da poterlo sostituire con un altro che abbia un foro di diametro diverso. In questo modo si ottengono delle misurazioni di densità versata della stessa polvere al variare della portata.

La tramoggia a fondo piatto realizzata per il metodo innovativo è rappresentata in figura 2.4. Lo strumento è costituito da un tubo cilindrico trasparente in polimetilmetacrilato (PMMA), comunemente chiamato plexiglass, di diametro 58 ± 0.1 mm e altezza 100 ± 0.1 mm, incastrato in un piattaforma rotonda in PVC con unico foro centrale di diametro 20 ± 0.1 mm. Quest'ultima funge da supporto per i dischi forati intercambiabili (esempio in figura 2.4 b) che si utilizzano per avere portate differenti. In pratica, ad ogni prova viene appoggiato un disco con il foro di un certo diametro, variabile a seconda delle esigenze, sulla base in PVC e sopra viene incastrato con il tubo in plexiglass; in questo modo si forma un corpo unico saldo che non ha problemi di tenuta, ma allo stesso tempo risulta facilmente scomponibile per poter effettuare molte prove in tempi brevi. Inoltre, come si può notare dalla figura 2.4 a, la piattaforma in PVC prevede nella parte inferiore

la possibilità di incastro per altri tubi; la funzione di questo particolare accorgimento verrà spiegato più avanti.

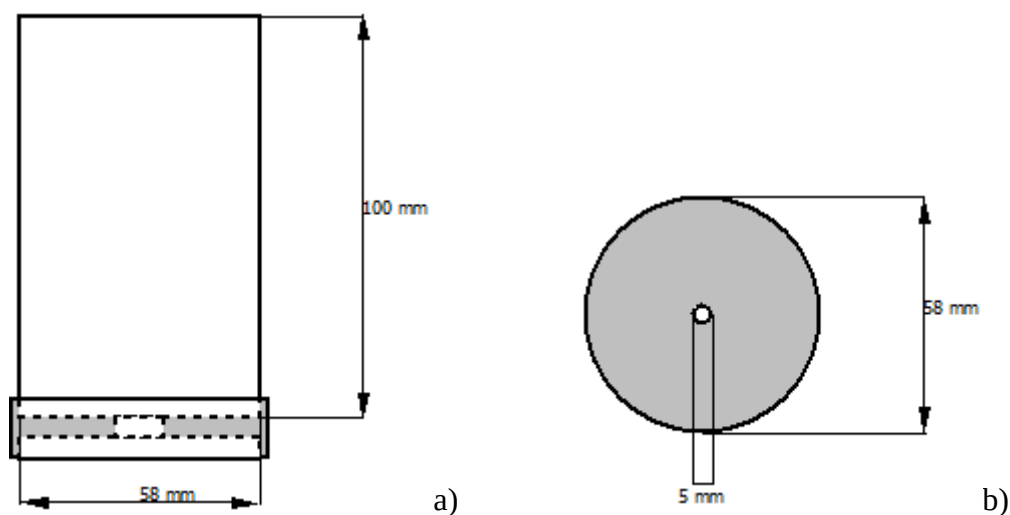


Figura 2.4 a) Tramoggia di scarico a fondo piatto utilizzata per la misurazione della densità versata con il metodo innovativo. b) Disco forato con diametro 5 mm utilizzato come fondo della tramoggia per il confronto con il metodo standard

Dopo la realizzazione pratica dello strumento si è deciso di fare dei test prova con la nuova tramoggia a fondo piatto accoppiata al resto dell'apparecchiatura standard ISO 3926-I. In sintesi, si sono effettuate delle prove per poter verificare se i dati sperimentali che si ottengono possono essere paragonabili per attendibilità e riproducibilità ai dati misurabili con la tramoggia a fondo inclinato del metodo standard. Per poter realizzare questo confronto si è impiegato un disco con foro di diametro 5 ± 0.5 mm, cioè con le stesse dimensioni del foro di scarico della tramoggia standard.

I test di confronto tra i due metodi sono stati fatti misurando la densità versata (ρ_{versata}) di alcuni materiali granulari cambiando solo i due tipi di tramogge e mantenendo la procedura standard.

Si è voluto che i granulati fossero polveri utilizzate in vari settori industriali (alimentare, farmaceutico, metallurgico) per avere una validità più generale del confronto. Le polveri utilizzate sono: farina di mais ($d_{\text{medio particella}} = 300 \mu\text{m}$), zucchero ($d_{\text{medio particella}} = 300 \mu\text{m}$), cellulosa a grani sferici ($d_{\text{medio particella}} = 400 \mu\text{m}$), granulati di miscele metalliche e rutilici ($d_{\text{medio particella}} = 257 \mu\text{m}$).

Per ogni tipo di misurazione sono state svolte tre prove indipendenti su campioni diversi dello stesso materiale, come previsto da alcuni standard tipo EN 23923 parte I - II o EN23953. Dalle varie prove indipendenti si ottiene una media della ρ_{versata} e una deviazione standard per ogni materiale e metodo, che saranno i dati su cui si baserà il confronto.

I test sono stati effettuati in condizioni ambientali di temperatura tra i 22 e i 24 °C e umidità atmosferica intorno al 50 %. I risultati ottenuti sono riportati nelle seguenti tabelle 2.1, 2.2, 2.3, 2.4.

Tabella 2.1. Confronto misurazione $\rho_{versata}$ tra i metodi standard e innovativo per la farina di mais

Farina di mais ($d_{medio\ particella} [\mu m]$ 300)		
	$\rho_{versata} [kg/m^3]$	
	Metodo standard	Metodo innovativo
Prove	588.80	605.60
	592.80	600.00
	592.00	600.80
Media	592.32	601.60
Deviazione standard	2.12	3.03

Tabella 2.2. Confronto misurazione $\rho_{versata}$ tra i metodi standard e innovativo per lo zucchero

Zucchero ($d_{medio\ particella} [\mu m]$ 300)		
	$\rho_{versata} [kg/m^3]$	
	Metodo standard	Metodo innovativo
Prove	870.80	882.40
	872.00	880.40
	873.20	874.00
Media	872.56	878.16
Deviazione standard	1.20	4.39

Tabella 2.3. Confronto misurazione $\rho_{versata}$ tra i metodi standard e innovativo per la cellulosa a grani sferici

Cellulosa a grani sferici ($d_{medio\ particella}$ [μm] 400)		
	$\rho_{versata}$ [kg/m^3]	
	Metodo standard	Metodo innovativo
Prove	886.00	896.40
	888.80	896.00
	890.00	896.00
Media	887.84	896.24
Deviazione standard	2.05	0.23

Tabella 2.4. Confronto misurazione $\rho_{versata}$ tra i metodi standard e innovativo per polvere di metalli rutilici

Polvere di metalli rutilici ($d_{medio\ particella}$ [μm] 257)		
	$\rho_{versata}$ [kg/m^3]	
	Metodo standard	Metodo innovativo
Prove	1514.40	1599.20
	1520.00	1602.00
	1518.00	1597.60
Media	1522.48	1600.64
Deviazione standard	2.84	2.23

Dai dati sperimentali ottenuti si può notare che, per tutti materiali, le $\rho_{versata\ media}$ sono rappresentate con delle grandezze dimensionali sull'ordine delle centinaia o delle migliaia di kg/m^3 . Se si va confrontare lo scostamento tra le misurazioni del metodo standard e quello innovativo, il delta tra le $\rho_{versata\ media}$ si attesta per tutti materiali sull'ordine delle unità di kg/m^3 . Dunque, si può affermare che differenze dell'ordine di unità risultano trascurabili su ordini di grandezza due o tre volte superiori dei dati in valore assoluto. In pratica queste piccole differenze trascurabili non inficiano la qualità e l'attendibilità del dato sperimentale.

Inoltre è da notare che, per tutti i materiali, i dati delle misurazioni con il metodo innovativo risultano sempre più elevati rispetto alle misurazioni con il metodo standard. È bene sottolineare che non ci sono sufficienti campioni per evidenziare una tendenza che abbia valore scientifico, però si può dire che questo trend comune a tutti materiali

rafforzi l'idea dell'attendibilità del dato sperimentale misurato con la nuova tramoggia a fondo piatto.

Un'ultima importante analisi sulle prove effettuate va fatta per la deviazione standard delle prove indipendenti. Come ci si poteva attendere, per le misurazioni con il metodo standard la deviazione standard risulta molto bassa e trascurabile rispetto agli ordini di grandezza dei valori assoluti. Inoltre con grande soddisfazione, si è notato che anche per il metodo innovativo la deviazione standard risulta bassa e trascurabile; questo risultato è sicuramente indice di buona riproducibilità delle prove con la procedura e lo strumento nuovo.

In sintesi, questo confronto tra i due metodi, fatto con la stessa procedura e simili parametri (come il foro di scarico e l'altezza di caduta), ci ha permesso di valutare la nuova tramoggia a fondo piatto come uno strumento attendibile e utilizzabile per i nostri obiettivi di ricerca.

Dai test realizzati nel confronto sono emersi alcuni dettagli nella procedura e nell'apparecchiatura standard che potrebbero essere migliorati al fine di sviluppare la tecnica, in particolare si sono notate delle piccole difficoltà nell'utilizzo dello strumento standard.

Si sono riscontrate della difficoltà nel posizionare le varie parti dell'apparecchiatura a inizio e durante la prova. La tramoggia è sorretta da una asta esterna e la cup invece è libera nel piano d'appoggio, dunque risulta difficile posizionare la tramoggia alla giusta altezza di caduta (25 mm tra foro di scarico e piano superiore del contenitore) e coassiale alla cup. Inoltre, finita l'operazione di versamento, bisogna spostare la tramoggia se si vuole effettuare correttamente l'operazione di rimozione dell'eccesso di polvere dalla cup, che va effettuata con un uncio e deciso movimento di taglio della lama senza portare delle perturbazioni al sistema che comprometterebbero l'attendibilità della prova.

Altro problema è la perdita di materiale ad ogni prova, perché il granulato che viene versato in eccesso cade sul piano d'appoggio e non può più essere recuperato perché risulta contaminato. A questa osservazione si lega anche l'eventuale miglioramento della pulizia dello strumento e del piano di lavoro su cui si effettuano le prove sperimentali.

Per analizzare l'ultimo dettaglio da migliorare si è partiti dalla considerazione che le polveri durante la fase di versamento sono esposte all'aria aperta e potrebbero essere influenzate dallo spostamento di aria circostante, poiché si tratta di polveri costituite da particelle con diametri medi sull'ordine delle centinaia di μm .

In base a tutte le considerazioni appena presentate si è implementato un nuovo strumento (rappresentato in figura 2.5) con una relativa nuova procedura che costituiscono il vero e proprio metodo innovativo di misurazione della densità versata.

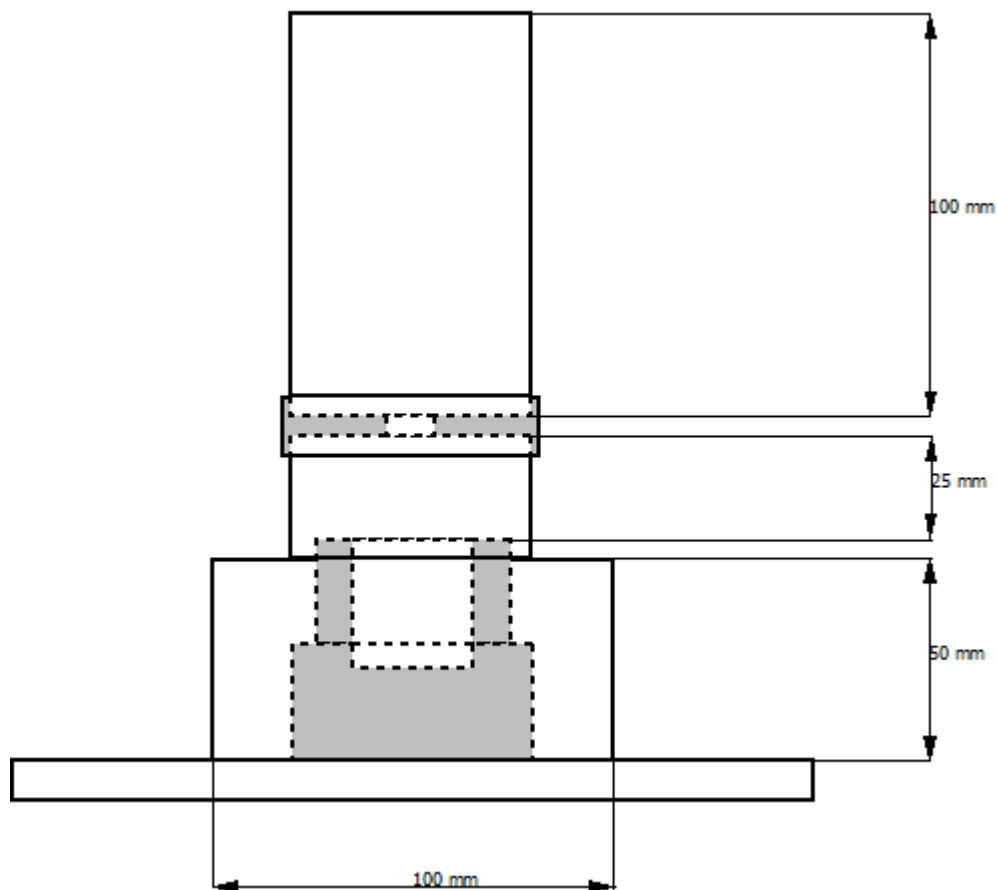


Figura 2.5 Apparecchiatura completa per la misurazione della densità versata con il metodo innovativo.

La nuova apparecchiatura si basa sul concetto di ottenere uno strumento con una struttura compatta, che riesca a sorreggersi autonomamente e allo stesso tempo sia scomponibile in modo rapido per poter fare molte prove in tempi relativamente brevi.

L'apparecchio, come si vede dalla figura 2.5, è costituito da una base circolare in plexiglass su cui è appoggiato ad incastro un tubo cilindrico in plexiglass, tramite un'apposita sede circolare, ovvero una fresatura circolare. Il tubo ha un diametro pari a 10 ± 0.01 mm, un'altezza di 50 ± 0.01 mm e assieme alla base con cui è vincolato costituisce il contenitore di raccolta delle polveri. All'interno di questo è appoggiata, ma non vincolata, la cup, che risulta la stessa utilizzata anche nel metodo standard. La cup è disposta coassialmente a tutto lo strumento tramite un segno di posizione realizzato sulla base. Il contenitore di raccolta viene chiuso con una specie di coperchio forato centralmente al quale è vincolato ad incastrato un altro tubo cilindrico in plexiglass con diametro di 58 ± 0.01 mm, chiamato tubo di protezione. Sopra il quest'ultimo tubo è posta la tramoggia a fondo piatto, che costituisce l'elemento fondamentale del metodo innovativo. La tramoggia è appoggiata ad incastro sul tubo di protezione tramite

l'accorgimento sottolineato nella descrizione della piattaforma di appoggio della tramoggia fatta precedentemente.

Il coperchio è il tubo di protezione risultano un unico elemento, che svolge più funzioni: permette di proteggere le polveri da eventuali spostamenti esterni di aria, collega il contenitore di raccolta alla tramoggia creando uno strumento compatto e infine permette di posizionare la tramoggia coassiale alla cup e alla giusta distanza indicata dallo standard.

La procedura che si utilizza per la misurazione della densità versata con il nuovo metodo è simile a quella standard con alcune piccole modifiche dovute agli sviluppi strumentali. Come prima operazione si predispose sul fondo della tramoggia il disco forato a seconda delle dimensioni del campione di polvere a seconda di quante variazioni di portata si vuole analizzare. Dunque si monta tutta l'apparecchiatura, che risulta scomponibile in tutti i suoi elementi, con le modalità descritte sopra e rappresentate in figura 2.5. Prima di caricare la polvere si occlude il foro di scarico tramite una sfera di dimensioni opportune rispetto al diametro dell'orifizio. La sfera è legata con uno spago sufficientemente lungo e per capirne meglio la funzione si pensi ad un tappo legato ad una catenella che si utilizza nei comunissimi lavandini domestici, mantiene le polveri ferme nella tramoggia durante la fase di carico per avere un successivo flusso di versamento omogeneo. Nel metodo standard questa funzione poteva essere svolta anche da un dito, ma nella nuova tecnica non sarebbe possibile questa soluzione perché il fondo esterno della tramoggia non è raggiungibile liberamente in quanto è incastrato all'interno del tubo di protezione.

Dunque, proseguendo nella spiegazione della procedura, si effettua la fase di carico ponendo la giusta quantità di polveri, come per il metodo standard, e si dà inizio alla fase di versamento togliendo la sfera di occlusione. Concluso il flusso di versamento si toglie il coperchio del contenitore di raccolta assieme a tutti gli elementi appoggiati ad incastro sopra. A questo punto il piano superiore della cup è leggermente rialzato rispetto al piano del contenitore di raccolta, in questo modo si può effettuare la fase di taglio dell'eccesso di polveri dalla cup in maniera agevole e consona alle modalità previste anche dal metodo standard, che sono state precedentemente descritte. Successivamente, con molta cautela ed evitando di perturbare il sistema, si alza la cup dal fondo e con un pennello si puliscono le pareti laterali esterne da eventuali tracce di polvere. Infine il contenitore riempito di polveri viene pesato su una bilancia elettronica con accuratezza del ± 0.01 g. Dal rapporto tra questo peso e il volume interno noto della cup si ottiene il dato di densità versata del materiale granulare in questione.

Un importante precisazione è da segnalare nell'uso di polveri poco scorrevoli o coesive. Come per il metodo standard è permesso l'utilizzo di un'asta di sezione minima pari a 1mm² per agevolare la discesa del materiale dalla tramoggia.

La procedura viene completata con il recupero delle polveri rimaste nel contenitore di raccolta e con la pulitura di tutti gli elementi dell'apparecchiatura da eventuali tracce rimaste di materiale, a questo punto lo strumento si ricompone ed è pronto per effettuare un'altra prova.

Lo strumento che si è realizzato ha conseguito gli obiettivi di compattezza e praticità che ci si erano preposti rendendo il suo utilizzo semplice e abbassando notevolmente i tempi di completamento di una prova rispetto al metodo standard. Inoltre la procedura implementata rende le prove altamente riproducibili da qualsiasi operatore, e permette un notevole riduzione dello spreco dei materiali attraverso il contenitore di raccolta.

Un ulteriore caratteristica dello strumento è la sua trasparenza, derivata dall'utilizzo del plexiglass per quasi tutti gli elementi, che permette una immediata valutazione visiva dello svolgimento della prova. Sicuramente la trasparenza ha aiutato nell'ottimizzazione del metodo aumentando l'attendibilità della prova con la convalida visiva dell'omogeneità del flusso del versamento e con la riduzione degli sprechi di materiale a partire dalle quantità di polveri caricate nella tramoggia.

In questo lavoro di ricerca l'apparecchiatura per la misurazione della densità versata è stata utilizzata per l'analisi di molti tipi di polvere, per questo motivo sono stati realizzati molti dischi forati, ma i più utilizzati sono quelli a diametro di 6 ± 0.01 mm, 9 ± 0.01 mm e 12 ± 0.01 mm, simili a quello rappresentati in figura 2.4 a.

2.2 Densità dispersa

La misurazione della densità dispersa dei materiali granulari è una tipologia che rientra nella categoria delle densità di bulk (o apparente) ed è la metodologia sulla quale si è concentrato maggiormente lo sforzo di ricerca di questa tesi, soprattutto nella fase di elaborazione e analisi dei dati.

Questa particolare tipologia di misurazione, che non è uno standard, è stata sviluppata da Santomaso et al. (2003) per ottenere, in modo nuovo e alternativo, un impaccamento casuale del materiale granulare ad elevata densità (dense random packing). In modo specifico questa misurazione viene poi utilizzata per costruire un nuovo indice di scorrevolezza per le polveri, il Packing ratio (PR).

Si è pensato di partire da questa procedura innovativa e poco conosciuta, per implementarla, renderla più riproducibile, renderla più attendibile e fare in modo che l'indice ottenibile tramite questa prova possa trovare più consensi in campo scientifico e industriale. Inoltre si è cercato di condurre delle prove sull'effetto che ha la portata su questa misurazione e quindi sull'impaccamento dei letti di materiale granulare.

2.2.1 Metodo "Santomaso"

Il metodo di misurazione ideato da Santomaso et al. (2003) chiamato della densità dispersa (ρ_{dispersa}), prende il nome dal tipo di flusso di caduta delle polveri; questo tipo di flusso ricorda una specie di "pioggia". A causare questa dispersione è un setaccio, d'appropriata dimensione, posto lungo il flusso di polveri. Lo strumento utilizzato per misurare polveri free-flowing, scorrevoli è raffigurato in figura 2.6.

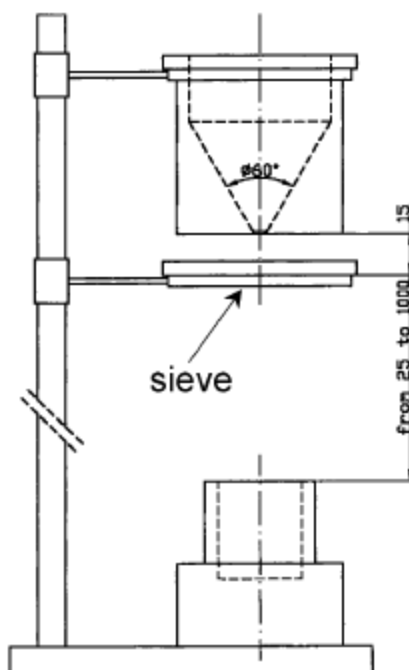


Figura 2.6 Apparecchiatura per la misurazione della densità dispersa delle polveri free-flowing con il metodo "Santomaso"

La procedura di misurazione prevede il caricamento del campione di materiale nella tramoggia, la stessa utilizzata per il metodo standard della densità versata, mentre il cui foro di scarico è tappato (anche con un dito). Tolto il tappo, le polveri, essendo scaricate da unica sorgente, scendono in un flusso omogeneo e compatto. Durante il percorso di caduta il flusso incontra il setaccio e alcune particelle passano attraverso i fori in corrispondenza dello scarico, altre rimbalzano sulle maglie per poi cadere in altri punti. In pratica ogni foro della griglia funge da "sorgente" di polvere, quindi si avrà che sopra

il setaccio ci sia un flusso compatto, a valle un flusso disperso a pioggia. La griglia di setaccio è posta ad una distanza tra 1.5 e 2 mm dal foro di scarico della tramoggia, questa distanza è denominata altezza di scarico (h_{scarico}).

Le polveri proseguendo per caduta cadono nella cup (la stessa utilizzata nei metodi di densità versata) fino a che il contenitore non si riempie. Come per gli altri metodi già visti, l'eccesso di polvere sopra la cup è asportato con una lama, prestando attenzione a non perturbare il sistema. Si pesa il tutto con una bilancia elettronica con accuratezza del ± 0.01 g, e il rapporto tra il peso ottenuto e il volume del contenitore rappresenta la densità dispersa.

Il dato sperimentale che si ottiene è in funzione dell'altezza tra la griglia di setaccio e la superficie superiore della cup, denominata altezza di caduta (h_{caduta}). Santomaso et al. hanno condotto molte prove di ricerca per analizzare questo importante aspetto, infatti come si nota dalla figura 2.6. l'apparecchiatura è in grado di variare l'altezza di caduta dai 25 ai 1000 mm. I risultati ottenuti da Santomaso (2003), facendo variare l' h_{caduta} per uno stesso tipo di materiale possono essere esemplificati dalle seguenti figure 2.7 e 2.8, che prendono in esame due campioni con dimensioni diversi ($d_{\text{medio particella}}$ di 825 μm e 220 μm) dello stesso materiale (Iron).

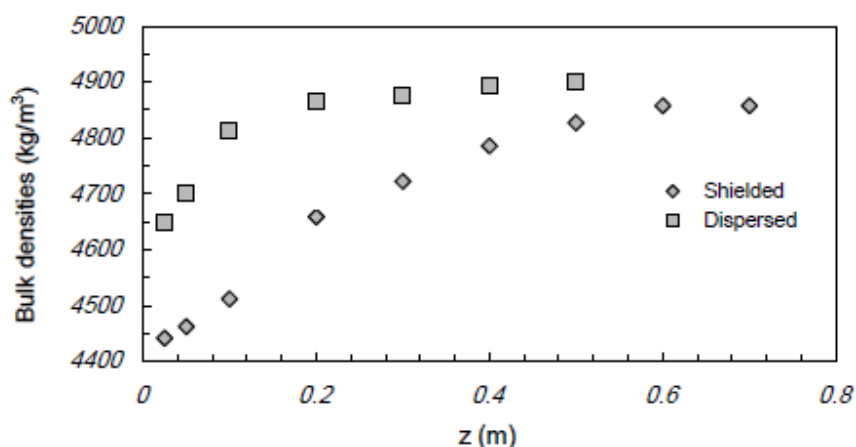


Figura 2.7. Effetti dell'altezza di caduta su alcuni tipi di densità apparenti. Iron 825 μm

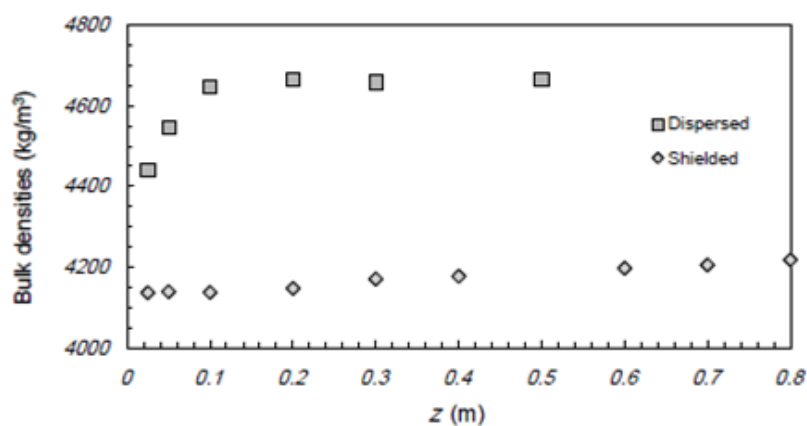


Figura 2.8. Effetti dell'altezza di caduta su alcuni tipi di densità apparenti. Iron 220 μm

L'effetto dell'altezza di caduta (chiamata z nelle immagini) è presentato per due tipi di misurazione di densità di bulk, in questo momento ci interessa solo l'effetto sulla densità dispersa. In sintesi i risultati ottenuti da Santomaso mostrano che aumentando l' h_{caduta} aumentano con un andamento logaritmico i valori assoluti della densità dispersa raggiungendo l'asintoto per valori attorno ai 500 mm di h_{caduta} . Dunque intorno a questi valori si raggiunge il massimo grado di impaccamento con la tecnica di densità dispersa di Santomaso. Le figure mostrate a titolo esemplificativo riguardano l'analisi di solo due campioni, in realtà Santomaso ha riscontrato gli stessi effetti per molti altri campioni analizzati.

Altro dettaglio molto rilevante di questo metodo è la scelta del setaccio da utilizzare. La griglia che si utilizza deve permettere di ottenere la miglior dispersione possibile, ovvero il flusso a "pioggia" deve avere un raggio o fronte d'azione il più esteso possibile e al tempo stesso deve essere omogeneo. In pratica la maglia non deve essere troppo larga, altrimenti il flusso scaricata rimarrà compatto e non si avranno molte "sorgenti", ma nemmeno troppo piccola, altrimenti si formano dei grumi, degli archi di polvere che bloccano il flusso o lo rendono disomogeneo.

Ovviamente i parametri del setaccio vengono scelti in base alla dimensione del campione da analizzare. Nel suo lavoro di ricerca Santomaso (2003) ha determinato che per raggiungere gli obiettivi voluti, le maglie del setaccio debbano essere circa 5-6 volte il diametro medio delle particelle del campione da analizzare.

Lo strumento per la misurazione della densità dispersa di campioni di polveri coesive o poco scorrevoli (figura 2.9), prevede l'utilizzo di una tramoggia differente rispetto all'apparecchiatura delle polveri free-flowing.

Santomaso ha predisposto una diversa tramoggia e una relativa procedura per le difficoltà incontrate nel disperdere le polveri coesive. Di conseguenza ha implementato un metodo che si differenzia dal precedente solo per le modalità di alimentazione della polvere. La procedura prevede l'uso di un cilindro di alimentazione di 4 cm di diametro interno direttamente appoggiato sul setaccio e accuratamente riempito in modo da evitare la compattazione. Lo scarico è indotto dalla traslazione del cilindro avanti e indietro sul piano del setaccio, sempre in contatto con lo stesso. In questo modo si ottiene un flusso controllato disperso e abbastanza omogeneo. Come per il metodo con le polveri free-flowing, anche in questo caso è prevista la possibilità di analisi al variare dell'altezza di caduta.

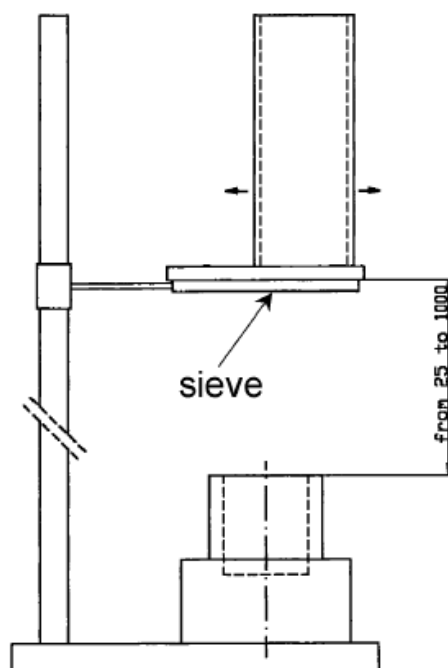


Figura 2.9 Apparecchiatura per la misurazione della densità dispersa delle polveri coesive o poco scorrevoli con il metodo "Santomaso"

2.2.2 Metodo innovativo

Il metodo innovativo di misurazione della densità dispersa che si è voluto sviluppare si basa su due concetti fondamentali:

- l'implementazione di uno strumento capace di migliorare l'attendibilità e la riproducibilità del dato sperimentale, mantenendo le caratteristiche fondamentali della tipologia di misurazione (ovvero le caratteristiche di un impaccamento casuale ad alta densità)
- la possibilità di valutare l'effetto della portata di scarico delle polveri sugli impaccamenti ad alta densità.

Il lavoro è iniziato tenendo conto del background acquisito durante il tentativo di innovazione del metodo di densità versata. Partendo da queste considerazioni si è ritenuto opportuno di utilizzare la tramoggia di scarico a fondo piatto, implementata per le misurazioni della ρ_{versata} , per valutare l'effetto della portata di scarico. In particolare come si vedrà in seguito nelle prove sperimentali si è utilizzato proprio la stessa tramoggia e gli stessi dischi forati di figura 2.4, già precedentemente descritti.

In seconda battuta si è cercato di analizzare i punti forti e punti deboli degli strumenti e delle procedure del metodo di Santomaso in modo da poter esaltare il potenziale che questo metodo può avere in campo scientifico e industriale.

Come si già detto il punto forte di questo tipo di misurazione è la capacità di ottenere un'informazione di buona qualità su un letto impaccato casualmente ad alta densità (dense random packing). In fase di elaborazione il dato sperimentale che si ottiene permette di ricavare un indice di scorrevolezza, il Packing Ratio, che grazie alle sue particolari caratteristiche potrebbe diventare utile per dei confronti con altri indici o per delle particolari valutazioni sugli impaccamenti di letti di materiali granulari.

Dagli studi effettuati da Santomaso risulta che la procedura e lo strumento sono efficaci nella capacità di ottenere un dato riproducibile e poco influenzato dall'operatore e dall'ambiente esterno. Invece, ad esempio, la procedura di misurazione di densità battuta (che verrà descritta più avanti) con la quale si ottiene un dense random packing e che costituisce una parte dell'elaborazione delle indice di scorrevolezza HR (Hausner Ratio), risulta influenzata dall'operatore e dallo strumento con cui si effettua la prova.

Aspetti molto importanti che sono stati indagati nel lavoro di Santomaso sono l'effetto dell'altezza di caduta e la scelta della griglia di setaccio in base alle polveri da analizzare. Gli studi effettuati su questi due dettagli sono sembrati soddisfacenti nel loro grado di sviluppo, quindi si è ritenuto che le soluzioni adottate siano da inglobare senza modifiche nel nuovo progetto di innovazione.

In pratica si vuole dire che l'altezza di caduta delle polveri nel nuovo strumento sarà posta fissa a 500 mm, poiché è stato dimostrato che è la misura asintotica oltre il quale il valore assoluto della ρ_{versata} non aumenta. Inoltre le maglie della griglia di setaccio saranno sempre circa 5-6 volte il diametro medio delle particelle da analizzare.

Per quanto riguarda i punti deboli del metodo di Santomaso si è visto che è non stata focalizzata molta attenzione nell'ottimizzare l'altezza di scarico, ovvero la distanza tra il foro di scarico della tramoggia e la griglia di setaccio. In base a queste considerazioni si è deciso di impostare un serie di prove con campioni di varie dimensioni dello stesso materiale a tre livelli di altezza di scarico (h_{scarico}).

I test sono stati effettuati con gli stessi elementi del metodo Santomaso ad unica eccezione della tramoggia di scarico a fondo piatto, che nel complesso non altera la procedura di misurazione.. Il materiale utilizzato è polvere di tetraacetiletilendiammina, TAED, un composto organico utilizzato nei detergenti e nei prodotti sbiancanti come attivatore degli agenti sbiancanti.

I campioni sono 4 frazioni di TAED con $d_{\text{medio particella}}$ 900 μm , 700 μm , 550 μm , 427,5 μm ; i 3 livelli di h_{scarico} sono 10 mm, 50 mm, 100 mm. Inoltre per valutare anche l'effetto portata sono stati impiegati 3 tipi di dischi forati per la tramoggia, con d_{foro} da 6 mm, da 9 mm e da 12 mm. Come previsto dagli standard di misurazione, i test prevedono la ripetizioni di 3 prove per ogni campione con lo stesso setting di parametri (h_{scarico} e d_{foro}), da cui si ottiene un dato medio e una deviazione standard. Nelle seguenti tabelle sono esposti i risultati dei test.

Tabella 2.5 Test di densità dispersa per valutazione h_{scarico} e d_{foro} .
Campione TAED 900 μm

TAED ($d_{\text{medio particella}} [\mu\text{m}]$ 900)			
$d_{\text{foro}} = 6 \text{ mm}$			
	$\rho_{\text{dispersa}} [\text{kg/m}^3]$		
	$h_{\text{scarico}} = 10 \text{ mm}$	$h_{\text{scarico}} = 50 \text{ mm}$	$h_{\text{scarico}} = 100 \text{ mm}$
Prove	562,00	560,00	560,80
	562,80	561,60	561,60
	562,80	562,40	562,40
Media	562,53	561,33	561,60
Deviazione standard	0,46	1,22	0,80
$d_{\text{foro}} = 9 \text{ mm}$			
	$\rho_{\text{dispersa}} [\text{kg/m}^3]$		
	$h_{\text{scarico}} = 10 \text{ mm}$	$h_{\text{scarico}} = 50 \text{ mm}$	$h_{\text{scarico}} = 100 \text{ mm}$
Prove	557,20	554,80	557,20
	558,80	558,40	556,80
	558,40	556,80	557,20
Media	558,13	556,67	557,07
Deviazione standard	0,83	1,80	0,23
$d_{\text{foro}} = 12 \text{ mm}$			
	$\rho_{\text{dispersa}} [\text{kg/m}^3]$		
	$h_{\text{scarico}} = 10 \text{ mm}$	$h_{\text{scarico}} = 50 \text{ mm}$	$h_{\text{scarico}} = 100 \text{ mm}$
Prove	552,40	550,80	547,60
	550,80	550,80	546,00
	550,40	549,60	548,40
Media	551,20	550,40	547,33
Deviazione standard	1,06	0,69	1,22

Tabella 2.6 Test di densità dispersa per valutazione h_{scarico} e d_{foro} .
Campione TAED 700 μm

TAED ($d_{\text{medio particella}} [\mu\text{m}]$ 700)			
$d_{\text{foro}} = 6 \text{ mm}$			
	$\rho_{\text{dispersa}} [\text{kg/m}^3]$		
	$h_{\text{scarico}} = 10 \text{ mm}$	$h_{\text{scarico}} = 50 \text{ mm}$	$h_{\text{scarico}} = 100 \text{ mm}$
Prove	582,40	584,80	584,40
	583,60	583,20	584,40
	584,00	585,20	584,80
Media	583,33	584,40	584,53
Deviazione standard	0,83	1,06	0,23
$d_{\text{foro}} = 9 \text{ mm}$			
	$\rho_{\text{dispersa}} [\text{kg/m}^3]$		
	$h_{\text{scarico}} = 10 \text{ mm}$	$h_{\text{scarico}} = 50 \text{ mm}$	$h_{\text{scarico}} = 100 \text{ mm}$
Prove	580,40	580,00	580,00
	579,60	578,40	579,20
	582,00	580,00	581,20
Media	580,67	579,47	580,13
Deviazione standard	1,22	0,92	1,01
$d_{\text{foro}} = 12 \text{ mm}$			
	$\rho_{\text{dispersa}} [\text{kg/m}^3]$		
	$h_{\text{scarico}} = 10 \text{ mm}$	$h_{\text{scarico}} = 50 \text{ mm}$	$h_{\text{scarico}} = 100 \text{ mm}$
Prove	567,20	567,60	564,80
	565,60	569,20	564,40
	564,40	568,40	566,40
Media	565,73	568,40	565,20
Deviazione standard	1,40	0,80	1,06

Tabella 2.7 Test di densità dispersa per valutazione $h_{scarico}$ e d_{foro} .
Campione TAED 550 μm

TAED ($d_{medio\ particella}$ [μm] 555)			
$d_{foro} = 6\ mm$			
	$\rho_{dispersa}\ [kg/m^3]$		
	$h_{scarico} = 10\ mm$	$h_{scarico} = 50\ mm$	$h_{scarico} = 100\ mm$
Prove	604,80	607,60	608,00
	602,80	606,80	608,40
	603,20	605,60	606,80
Media	603,60	606,67	607,73
Deviazione standard	1,06	1,01	0,83
$d_{foro} = 9\ mm$			
	$\rho_{dispersa}\ [kg/m^3]$		
	$h_{scarico} = 10\ mm$	$h_{scarico} = 50\ mm$	$h_{scarico} = 100\ mm$
Prove	601,20	600,40	601,20
	600,00	600,80	600,40
	598,80	600,80	601,60
Media	600,00	600,67	601,07
Deviazione standard	1,20	0,23	0,61
$d_{foro} = 12\ mm$			
	$\rho_{dispersa}\ [kg/m^3]$		
	$h_{scarico} = 10\ mm$	$h_{scarico} = 50\ mm$	$h_{scarico} = 100\ mm$
Prove	582,40	586,40	583,20
	583,60	582,00	584,00
	582,80	586,40	582,00
Media	582,93	584,93	583,07
Deviazione standard	0,61	2,54	1,01

Tabella 2.8 Test di densità dispersa per valutazione $h_{scarico}$ e d_{foro} .
Campione TAED 427,5 μm

TAED ($d_{medio\ particella}$ [μm] 427.5)			
$d_{foro} = 6\ mm$			
	$\rho_{dispersa}\ [kg/m^3]$		
	$h_{scarico} = 10\ mm$	$h_{scarico} = 50\ mm$	$h_{scarico} = 100\ mm$
Prove	621,60	626,00	627,20
	624,00	625,20	625,60
	624,80	625,60	626,80
Media	623,47	625,60	626,53
Deviazione standard	1,67	0,40	0,83
$d_{foro} = 9\ mm$			
	$\rho_{dispersa}\ [kg/m^3]$		
	$h_{scarico} = 10\ mm$	$h_{scarico} = 50\ mm$	$h_{scarico} = 100\ mm$
Prove	622,40	618,80	621,20
	620,40	618,40	619,60
	622,40	619,60	620,80
Media	621,73	618,93	620,53
Deviazione standard	1,15	0,61	0,83
$d_{foro} = 12\ mm$			
	$\rho_{dispersa}\ [kg/m^3]$		
	$h_{scarico} = 10\ mm$	$h_{scarico} = 50\ mm$	$h_{scarico} = 100\ mm$
Prove	593,60	600,80	598,80
	592,80	603,20	598,40
	596,00	602,00	602,40
Media	594,13	602,00	599,87
Deviazione standard	1,67	1,20	2,20

Analizzando i numerosi risultati sperimentali ottenuti, la prima caratteristica da evidenziare sono i bassi valori di deviazione standard, che risultano spesso essere delle frazioni di unità a fronte dei valori assoluti che si attestano su ordini di grandezza delle

centinaia. In base a questa considerazione le deviazioni standard sono trascurabili sui valori assoluti dei dati sperimentali di misurazione, dimostrando la buona riproducibilità della prova ottenuta con questo strumento.

Inoltre si può notare un evidente effetto della portata sullo stesso campione nei termini che ci si attendeva, ovvero al crescere della dimensione del foro di scarico aumenta anche il valore della densità dispersa. Ulteriori considerazioni sull'effetto portata sono premature perché si è previsto l'impostazione di ulteriore test con differenti campioni, quindi eventuali altre analisi su questo effetto sono rimandate ai capitoli successivi.

Dalle considerazioni appena fatte si può affermare che in questo caso l'utilizzo della tramoggia a fondo piatto ha superato il test di attendibilità e riproducibilità.

Infine entrando nello specifico della h_{scarico} , vero parametro per il quale sono stati pianificati questi test, si può dire che non si evidenziano delle differenze significative di valori al variare delle altezze di scarico. Questa impressione è supportata dal fatto che non si rilevano neppure degli andamenti generalizzati di aumento o di diminuzione della densità dispersa al variare del parametro.

Dalle fasi di lavoro osservate durante i test, si è notato quando si è impostata l'altezza di scarico a 10 mm, c'è stata una significativa tendenza alla formazione di grumi e di archi di polvere sul setaccio. Si pensa che sia dovuto al poco spazio tra il foro e il setaccio, poichè in questi casi sembra che le particelle non abbiano sufficiente spazio per rimbalzare liberamente e andare a riposizionarsi costituendo quel famoso effetto di aumento delle sorgenti di scarico che costituisce una delle idee basi per l'ottenimento di un flusso disperso e omogeneo. Da questa importante osservazione si è ritenuto che l'altezza di scarico pari a 10 mm si insufficienti e quindi non ottimale.

Gli altri due livelli di altezza presentano uguale incidenza sul dato finale, poiché il flusso ha lo spazio sufficiente per allargarsi e impattare con il setaccio senza il pericolo che la successiva "pioggia" di polveri non sia omogeneo e ben dispersa. L'unica osservazione plausibile resta il fatto che con un'altezza di caduta di 100 mm si vada a utilizzare più materiale per una prova rispetto ad h_{caduta} di 50 mm e questo sarebbe contro i principi con cui si è cercato di sviluppare il progetto fino a questo momento.

Riassumendo tutte le precedenti considerazioni si è dimostrato che l'altezza di caduta ottimale risulta di 50 mm e si è deciso di tenere questa misura come parametro fisso.

Determinati i 3 fondamentali parametri del metodo di misurazione della densità dispersa, ovvero h_{caduta} , h_{scarico} e le dimensioni delle maglie dei setacci, non resta che andare a valutare gli aspetti di compattezza, praticità di utilizzo dello strumento e riduzione dello spreco di materiali. Per questi ultimi aspetti si sono fatti delle considerazioni simili quelle a fatte per l'innovazione dello strumento di densità versata e ovviamente si sono adottate

le stesse soluzioni. Inoltre si è cercato di evitare l'utilizzo di strumenti diversi per la misurazioni di polveri free-flowing e coesive, come nel metodo Santomaso, cercando di adottare delle soluzioni generali.

Dunque si è cercato di progettare un strumento compatto e solido che vada bene tutti i tipi di polvere (free-flowing o meno), capace di auto sorreggersi e allo stesso tempo facilmente scomponibile in tutti i suoi elementi base, in modo che l'operatore sia veloce nel cambiare i setting di parametri tra una prova e l'altra. Il tutto finalizzato anche a una minimizzare degli sprechi di materiale. L'apparecchiatura realizzata e rappresentata in figura 2.10.

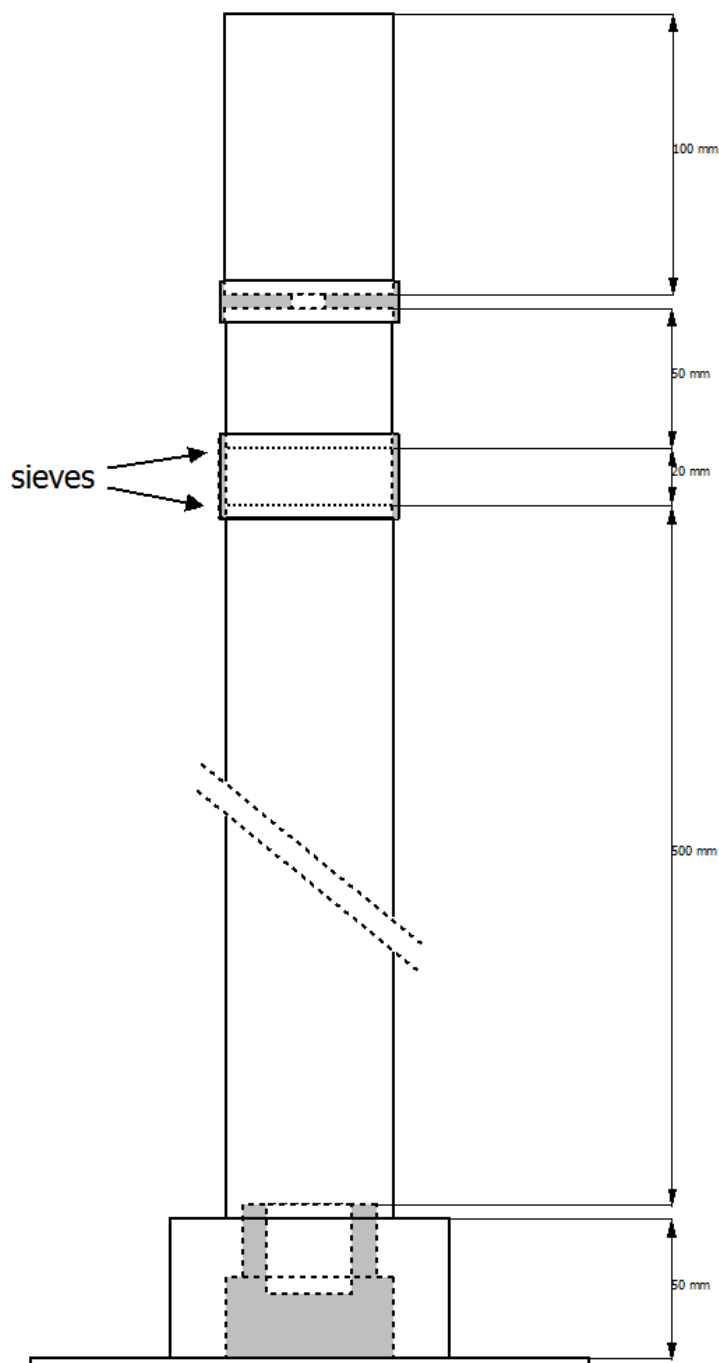


Figura 2.10 Apparecchiatura del metodo innovativo della misurazione di densità dispersa.

In pratica come elementi base della nuova apparecchiatura si sono adottati la stessa tramoggia a fondo piatto, lo stesso contenitore di raccolta polveri (composto dal tubo di raccolta dalla piattaforma e dal coperchio forato centralmente) e la stessa cup utilizzati anche nel metodo innovativo della densità versata. Ovviamente gli elementi hanno la stessa funzione che avevano in precedenza. Inoltre si è ipotizzato che l'utilizzo della tramoggia a fondo piatto permetta le misurazioni di tutte le tipologie di polveri (free-flowing, coesive, ecc.), come si è fatto per la densità versata, attraverso l'eventuale

utilizzo di un'asta di sezione minima pari a 1 mm^2 per agevolare la discesa del materiale coesivo dalla tramoggia.

Uno dei nuovi elementi realizzati è il tubo tra la zona setacci e il contenitore di raccolta, denominato tubo di caduta. Quest'ultimo è realizzato in plexiglass, ha un'altezza di 500 mm , un diametro di $58 \pm 0.01\text{ mm}$ e viene incastrato sul coperchio del contenitore di raccolta. In questo modo mantiene fissa l' h_{caduta} , svolge una funzione di protezione del flusso a pioggia delle polveri da agenti ambientali esterni, e una funzione di collegamento e di sostegno degli elementi posti sopra nell'ottica di strumento compatto e capace di auto sorreggersi.

Altro elemento innovativo, rispetto al metodo Santomaso, è la zona setacci. Si è considerato il fatto che due griglie di setacci poste a una distanza di 20 mm una dall'altra possano creare una miglior dispersione del flusso. La prima griglia rompe il flusso compatto scaricato dalla tramoggia creando le prime sorgenti di flusso e la seconda griglia va a moltiplicare ulteriormente queste sorgenti, andando a creare un flusso ancora più disperso e omogeneo. Questa ipotesi potrebbe essere dimostrata dal fatto che si aumenta la probabilità che una particella impatti sulla griglia e che si riposizioni in maniera casuale. Inoltre si è valutato che siano sufficienti 20 mm di distanza tra le griglie, poiché lo spazio è sufficiente al riposizionamento casuale delle particelle senza che si formino grumi o archi di polvere che occludono la maglia. La zona dei setacci è un tubo in PVC (figura 2.11.a) di diametro interno di $58 \pm 0.01\text{ mm}$, con 2 profili sulle pareti interne uno superiore e l'altro inferiore posti alla distanza di 20 mm su cui si appoggiano le griglie (esempio in figura 2.11.b) che vengono cambiate ad ogni prova in funzione della dimensione della polvere da analizzare.

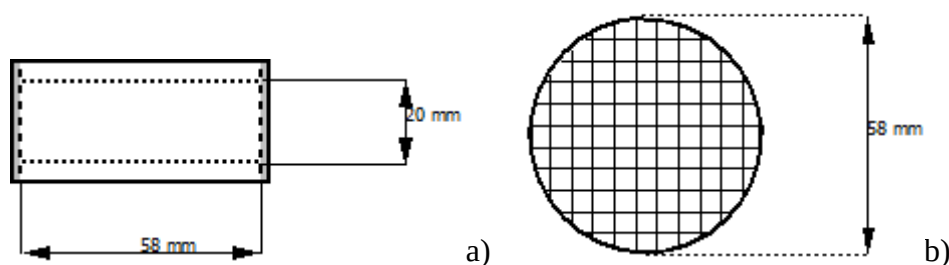


Figura 2.11 Elementi dell'apparecchiatura del metodo innovativo della densità dispersa. a) Zona setacci b) Esempio di griglia di setaccio

In pratica come si vede dalla figura 2.11.a la griglia inferiore viene bloccata dall'incastro tra il tubo di caduta e il profilo inferiore della zona setacci, mentre quella superiore è bloccata dall'incastro tra il profilo superiore e un altro tubo.

Quest'ultimo tubo citato è l'ultimo elemento innovativo dello strumento, ed è denominato tubo di scarico. È realizzato in plexiglass, è alto 50 mm e ha un diametro di 58 ± 0.01 mm; svolge la funzione di mantenere fissa l' h_{scarico} , proteggere da eventuali agenti ambientali esterni e collega e sorregge la tramoggia di scarico a fondo piatto incastrato con la base inferiore della piattaforma in PVC.

Per capire meglio come è fatta la struttura portante e come il tutto faccia a rimanere stabilmente in piedi si deve precisare che i tubi in plexiglass hanno uno spessore di 3 ± 0.01 mm e i tubi in PVC hanno uno spessore di 5 ± 0.01 mm. Inoltre si pensi che tutto gli elementi sono impilati uno sopra l'altro alcuni più vincolati e altri meno a seconda delle esigenze di praticità di utilizzo dello strumento. Di conseguenza la leggerezza dei materiali usati unita alla struttura di incastri permette all'apparecchiatura, alta complessivamente attorno ai 730 ± 0.01 mm, di essere solida, stabile e facilmente utilizzabile da qualsiasi operatore

La procedura di ottenimento di misurazioni segue lo schema ciclico di fasi già citato per il metodo innovativo di densità versata: carico della polvere sulla tramoggia, scarico della polvere attraverso il sistema *water closed* (sistema del tappo), taglio delle polveri in eccesso dalla fase di cup, pesatura, recupero polveri, pulitura.

In sintesi finale si può riassumere che si è progettato e realizzato con bassi costi, un kit di elementi che permettono di montare due apparecchiature per la misurazione di due tipologie di densità di bulk per polveri free-flowing e non, da cui si ottiene l'indice PR di scorrevolezza di materiali granulari (formato proprio dal rapporto di densità dispersa a versata)

2.3 Densità battuta

L'apparecchiatura sperimentale utilizzata per misurare la densità battuta delle polveri, rappresentata in figura 2.12, permette, attraverso la rotazione di una camma, fissata ad un albero di trasmissione azionato manualmente, di causare bruschi assestamenti al contenitore con dentro le polveri, da ciò deriva il nome di densità battuta.

L'obiettivo di questo metodo è ottenere un letto di materiali granulari con caratteristiche di dense random packing per poterne misurare la densità.

Lo strumento e la procedura di utilizzo sono basati sull'apparecchio di Copley per la battitura delle polveri, oggetto dello standard internazionale ISO 3953 (oppure ASTM B 527-93 o EN 23953). L'unica modifica è stata effettuata in base alle proposte da Kostelnik e Beddow nel loro "Hall test cup", accettato come uno standard dalla ASTM (American Society for Testing Materials). Seguendo quest'ultime indicazioni si è utilizzata una cup diversa, che corrisponde al contenitore cilindrico già utilizzato di

volume interno pari a 25 mm³, e una estensione cilindrica d'altezza pari a 65 mm e di diametro interno pari a quello del cilindro di riferimento della cup. (figura 1.6 e 2.12). In pratica i due elementi accoppiati formano un contenitore “esteso” di volumi pari a 51 cm³, più che sufficiente a contenere una carica tale che, in seguito alla battitura, il volume residuo sia superiore ai 25 cm³ di riferimento per ottenere il valore di misura dopo la pesatura.

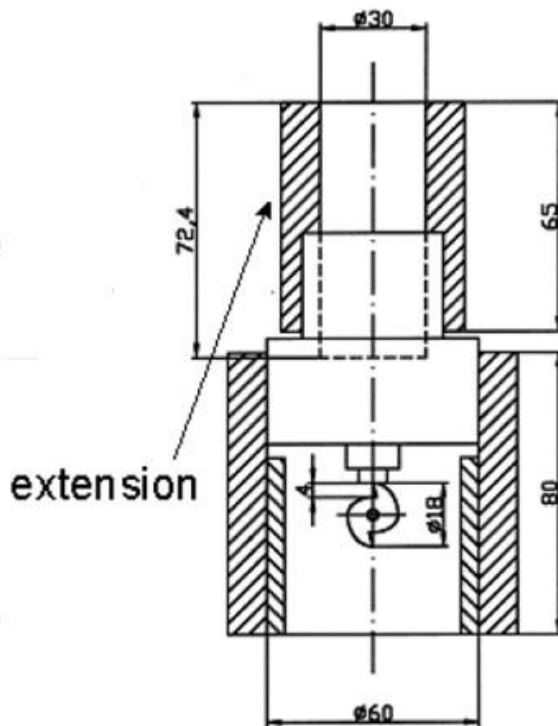


Figura 2.12 Apparecchiatura per la misurazione della densità battuta

La procedura prevede il riempimento per versamento del contenitore “esteso” con il campione di polvere da analizzare, che successivamente viene alloggiato all’interno dell’apparato di battitura (fig 2.12). La rotazione delle camme solleva di 4 mm il contenitore “esteso” che dopo avere superato il punto di massimo ridiscende per gravità urtando contro un piano di battuta posto a 4 mm più in basso. Il piano di battuta è costituito anch’esso da un cilindro interno all’apparato di battitura. Per ogni rotazione completa dell’albero il contenitore “esteso” subisce due colpi e l’escursione del moto da esso compiuto è sempre di 4 mm. Finita la fase di battitura, si leva il contenitore “esteso” dall’apparato e si toglie l’estensione ponendo attenzione nel non perturbare il sistema. L’eccesso di polvere è livellato con il solito taglio con lama già descritto, poiché si utilizza sempre la stessa cup degli altri metodi. Il tutto viene pesato su una bilancia

elettronica con accuratezza del ± 0.01 g, e il rapporto tra il peso ottenuto e il volume del contenitore rappresenta la densità battuta.

Tutta l'apparecchiatura deve essere posta su una superficie rigida, altrimenti l'energia trasmessa con il colpo può non essere costante, e la risposta deve essere il più possibile elastica. Inoltre bisogna cercare di ruotare l'albero con una frequenza costante, evitando per quanto possibile delle pause visto che è ad azione manuale. La misura di densità battuta, infatti, è sensibile all'intensità, all'ampiezza e alla frequenza della battuta.

Con questo apparecchiatura si possono analizzare tutti i tipo di polvere (*free-flowing*, coesivi, ecc.), poiché la tipologia con cui è costruito lo strumento e la procedura di misurazione non sono influenzate dal grado di scorrevolezza del materiale granulare.

Nel lavoro di ricerca effettuato da Santomaso (2003) è stato analizzato l'effetto del numero di colpi (N) sul valore finale di densità battuta, i risultati ottenuti sono riassunti in figura 2.13.

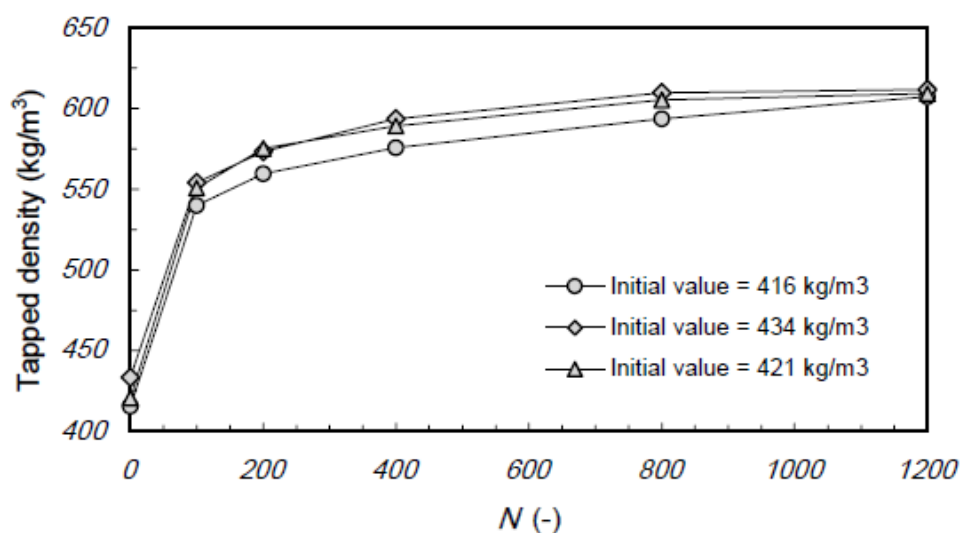


Figura 2.13 Effetto del numero di colpi N sul valore finale della densità battuta (tapped)

Analizzando questi dati esemplificativi di 3 prove differenti si nota, che pur partendo da differenti valori iniziali di densità (dove $N = 0$), dovuti alla casualità del versamento delle polveri all'interno della cup, si raggiungono dei valori finali asintotici simili a tutte le prove con per un numero di colpi N superiore a 1000.

In base a queste considerazioni si è deciso di usare come parametro fisso N colpi pari a 1000 per tutte le misurazione che verranno effettuate con il metodo della densità battuta.

2.4 Densità intrinseca

La densità intrinseca ($\rho_{\text{intrinseca}}$) di un materiale granulare è la vera densità della particella di polvere, il cui volume è determinato escludendo sia i pori chiusi che quelli aperti. Questo tipo di misurazione è fondamentale per gli obiettivi di ricerca da raggiungere, ma non è così facilmente ottenibile visto la difficoltà di pesare una singola particella e di misurarne il volume vero.

Dunque per ottenere i valori sperimentali di densità intrinseca dai vari campioni di polvere da analizzare si è deciso di utilizzare il metodo suggerito dalla norma ISO 1183-1: 2005 e ASTM D854. Questo metodo prevede l'impiego di un picnometro a liquido per misurazioni di solidi, chiamato anche picnometro di Regnault (figura 2.14).

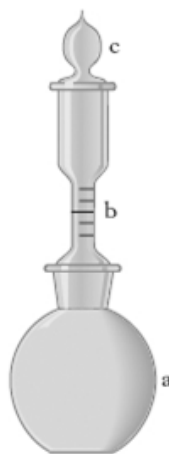


Figura 2.14 Picnometro a liquido per la misurazione di densità intrinseca dei materiali granulari

Il picnometro è un apparecchio per la misurazione della densità di solidi costituito da una boccetta di vetro (a) a collo largo, da un tubo capillare sul quale è inciso un tratto di riferimento (b) e da un tappo smerigliato (c). L'apparecchio è denominato “a liquido” perché è legato all'utilizzo di un liquido di riferimento (come l'acqua) di cui bisogna conoscere la densità reale alle condizioni ambientali a cui si effettua la prova.

La tecnica prevede l'utilizzo di 4 pesate (figura 2.15) con una bilancia elettronica di accuratezza del ± 0.01 g, dalle quali si ricava il valore di $\rho_{\text{intrinseca}}$ del materiale. La prima pesata P1 è la tara dell'apparecchio; la P2 è il peso del campione di polvere da analizzare; la P3 è il peso del campione di polvere sommato al liquido di riferimento con cui si è riempito il picnometro fino al volume di riferimento; la P4 è il peso del solo liquido di riferimento occupante tutto il volume di riferimento del picnometro.

È importante ricordare che prima della pesatura di P3 e P4 bisogna far fuoriuscire le eventuali bolle di aria dal sistema, per ottenere una misurazione esatta. Questa

operazione viene effettuata mantenendo aperto il sistema durante la fase di riempimento con il liquido di riferimento in modo che le bolle di aria escano dal tubicino capillare. Una volta completata questa fase si rimette il tappo al picnometro e si va a pesare il tutto.

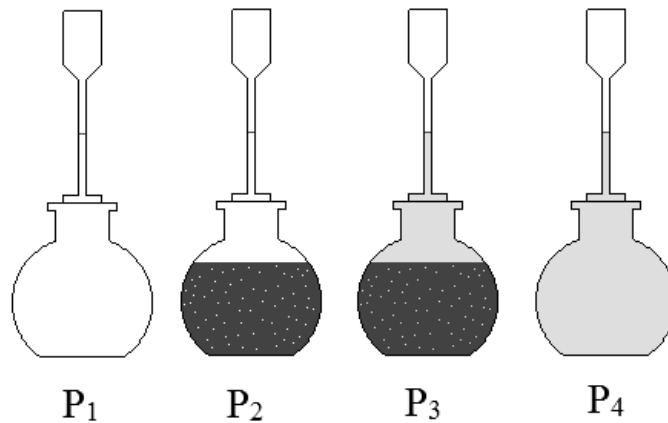


Figura 2.15 Sintesi schematica della procedura di utilizzo del picnometro a liquido per ottenere la densità intrinseca di una polvere.

Dalle pesate si ottengono i valori della massa della polvere da analizzare (m_{solido}), della massa del liquido di riferimento (m_{liquido}) e della massa totale della miscela di polvere e liquido (m_{totale}):

$$m_{\text{solido}} = P_2 - P_1 \quad (2.1)$$

$$m_{\text{liquido}} = P_4 - P_1 \quad (2.2)$$

$$m_{\text{totale}} = P_3 - P_1 \quad (2.3)$$

Infine il valore di densità intrinseca si ottiene con una semplice equazione (2.4):

$$\rho_{\text{intrinseca}} = \frac{1}{V_{\text{riferimento}}} \frac{m_{\text{solido}}}{m_{\text{liquido}} + m_{\text{solido}} - m_{\text{totale}}} \quad (2.4)$$

Oppure se non si conosce il valore esatto del volume di riferimento, si utilizza il valore della densità del liquido di riferimento alle condizioni ambientali della prova, poichè $V_{\text{riferimento}}$ è il rapporto tra ρ_{liquido} e m_{liquido} :

$$\rho_{\text{intrinseca}} = \rho_{\text{liquido}} \frac{m_{\text{liquido}}}{m_{\text{liquido}} + m_{\text{solido}} - m_{\text{totale}}} \quad (2.5)$$

Un'ultima importante considerazione va fatta sul tipo di materiali da analizzare e sul liquido di riferimento. Solitamente si usa come riferimento l'acqua (H_2O) poichè è facilmente reperibile e ci sono moltissimi dati da letteratura. Se il materiale è solubile in

acqua, si utilizza l'etanolo (C_2H_5OH) che è un liquido apolare altrettanto presente in letteratura con molti dati. Inoltre da sottolineare è che il liquido di riferimento abbia una densità intrinseca inferiore a quella del materiale da analizzare, altrimenti le particelle di polvere galleggiano e fuoriescono dal tubo capillare.

Durante i test per ricavare la densità intrinseca del caffè macinato (una delle polveri analizzate in questo lavoro di ricerca), si è riscontrato che la densità intrinseca di questo materiale è inferiore sia a quella dell'acqua che a quella dell'etanolo. Non avendo a disposizione un liquido con densità inferiori si è implementato un metodo alternativo per ricavare il valore voluto.

Si è utilizzato un contenitore di volume noto (V_1) e peso noto (P_5) si è riempito di polvere di caffè, si è fatto l'operazione di taglio standard (la stessa eseguita in altri metodi) e si è pesato (P_6). A questo punto si è cercato di occupare gli spazi d'aria vuoti del contenitore con dell'acqua, inserendola tramite l'uso di una siringa graduata, perché il contenitore è stato tappato con un coperchio per mantenere il volume costante; infine si è pesato il tutto (P_7). Il volume di acqua inserito (V_2) è stato calcolato tramite la siringa con scala graduata. Questo metodo è alternativo è schematizzato con le seguenti equazioni 2.6 e 2.7:

$$m_{caffè} = P_6 - P_5 \quad (2.6)$$

$$V_{caffè} = V_1 - V_2 \quad (2.7)$$

Si sono ottenuti la massa intrinseca e il volume intrinseco del caffè da cui si è ricavata la densità (massa/volume) intrinseca. Questo metodo alternativo non è da considerarsi uno standard ed è stato implementato in modalità molto empirica quindi risulta difficilmente riproducibile. In realtà il valore che si è ottenuto rientra nel range ipotizzato quindi si è potuto utilizzare perché la qualità del dato era sufficiente alle nostre esigenze.

2.5 Portata sperimentale

Per poter elaborare più accuratamente l'effetto portata sugli impaccamenti dei materiali granulari si è deciso di implementare un metodo per misurare la portata sperimentale che si ottiene utilizzando la tramoggia a fondo piatto progettata per i metodi di densità versata e dispersa. La tramoggia in considerazione può variare la portata di polvere scaricata attraverso l'utilizzo di tre dischi forati centralmente con diametri di foro pari a 6 ± 0.01 mm, 9 ± 0.01 mm, 12 ± 0.01 mm (figura 2.16 b).

Il sistema implementato è molto semplice (Figura 2.16 a) ed è costituito dalla tramoggia di scarico a fondo piatto, una bilancia elettronica con un accuratezza di ± 0.01 g collegata

ad un computer per la registrazione dei dati, e un contenitore di raccolta polveri cilindrico. In pratica si appoggia il contenitore di raccolta sul piano della bilancia, mentre la tramoggia è posta sopra in asse ed sostenuta da un'asta esterna attaccata ad una base. Inoltre, seguendo l'ottica comune a tutto il progetto di ricerca, si è deciso di lasciare uno spazio minimo tra il contenitore e il fondo della tramoggia per proteggere il flusso di polveri da parte di agenti esterni e per di ridurre al minimo gli sprechi di materiale.

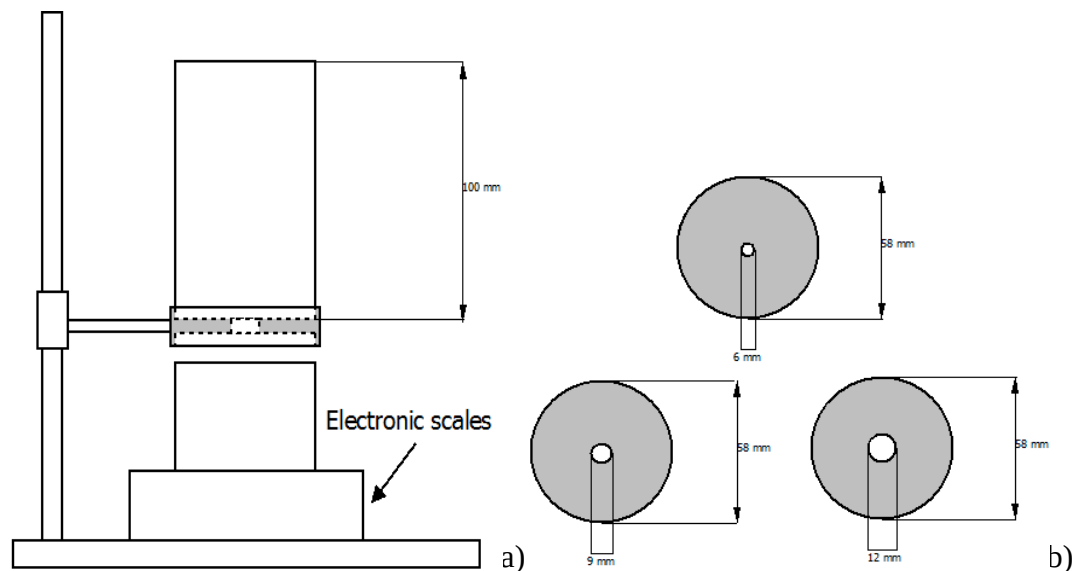


Figura 2.16 a) Apparecchiatura per la misurazione della portata sperimentale delle polveri scaricate dalla tramoggia a fondo piatto. b) Dischi con diversi diametri di foro usati per variare la portata sperimentale

Le polveri del materiale da analizzare vengono caricate sulla tramoggia chiusa con il sistema di tappo “water closed”. Terminata questa operazione il materiale viene versato all'interno del contenitore di raccolta appoggiato sulla bilancia elettronica, che registra sul terminale la variazione di peso (g) in funzione del tempo trascorso (s). I dati di output della bilancia forniscono un grafico come quello rappresentato in figura 2.17. Dalla lettura dal grafico si rileva un momento “morto” all'inizio della prova dovuto al fatto che lo strumento registra prima che effettivamente il flusso di polvere tocchi la bilancia. Questo momento è seguito da una brevissima fase iniziale con un tipico andamento esponenziale che muta in una curva retta nella fase stazionaria. Nella fase finale si raggiunge un plateau dovuto all'interruzione dello scarico delle polveri. In sintesi si può dire che durante la fase stazionaria si nota un flusso omogeneo di polveri e in base a questa considerazione si è deciso di utilizzare come portata sperimentale di riferimento (W_{exp} [g/s]) la pendenza della curva nella fase stazionaria.

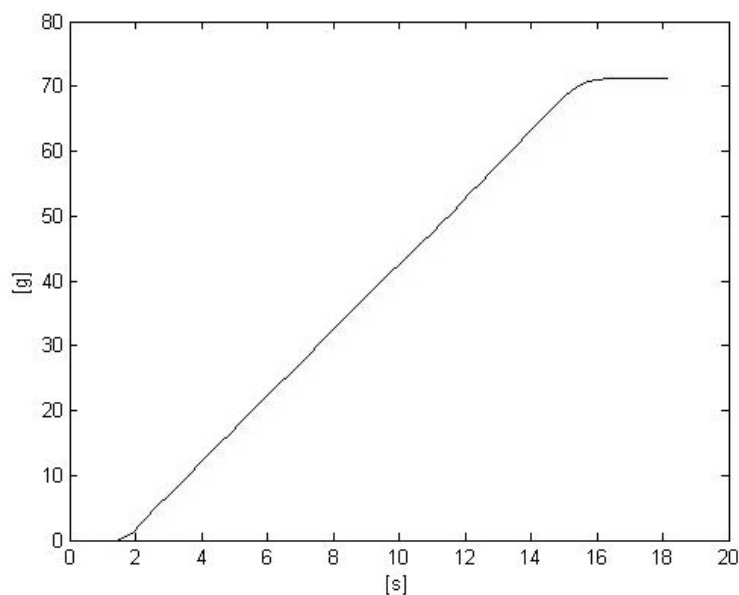


Figura 2.17 Esempio di grafico registrato dai dati di output della bilancia elettronica durante lo scarico delle polveri.

Il bisogno di avere un adeguato numero di dati sperimentali da elaborare ci ha spinti ad utilizzare per ogni campione di polvere analizzato i 3 dischi forati a disposizione. Quindi per ogni campione si otterranno 3 curve differenti in base al disco forato utilizzato.

2.6 Angolo di riposo

L'obiettivo del lavoro di ricerca è lo sviluppo dei rapporti di densità per la caratterizzazione di un indice di scorrevolezza di materiali granulari. In base a questo si è deciso di scegliere il metodo dell'angolo di riposo statico per poter comparare i risultati sperimentali basati sui rapporti di densità che si ottengono con gli strumenti implementati. Esistono altri indici di scorrevolezza, ma l'angolo di riposo statico è dimostrato essere uno dei più insensibili all'iniziale grado di compattazione delle polveri. L'angolo di riposo statico di polveri *free flowing* e non, è stato misurato in base alla procedura suggerita dallo standard ASTM C 1444 (1999b), sviluppata per polveri stampate. L'apparecchiatura utilizzata, rappresentata in figura 2.18, è composta da una tramoggia sorretta da un'asta esterna e un piano su cui sono tracciate delle scale di riferimento accumulano le polveri versate.

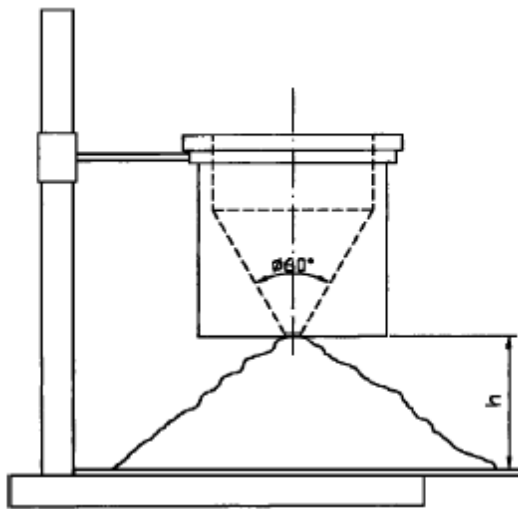


Figura 2.18 Apparecchiatura utilizzata per la misurazione dell'angolo di riposo statico

La tramoggia (figura 2.3) è del tipo a fondo inclinato, la stessa usata anche nel metodo standard per la misurazione di densità versata. Il piano è un foglio usa e getta su cui sono tracciati dei cerchi concentrici graduati coassiali all'orifizio dello scarico, in accordo con gli standard per le polveri di ossido di alluminio BS 4140 (1986) e ISO 902 (1976). Il foglio deve essere posto su una superficie piana rigida e centrato rispetto al foro di scarico della tramoggia.

La procedura consiste nel versare la polvere in continuo attraverso la tramoggia fino a che il cumulo conico che si forma non ostruisca il foro di scarico. A questo punto sul foglio graduato si rileva la configurazione assunta dalla polvere e si segnano con la matita almeno 5 punti della base del cono, evitando di modificare la struttura assunta dalle polveri, motivo per cui la superficie di lavoro deve essere rigida.

In pratica i 5 segni sul foglio corrispondono a dei valori sulla base della scala graduata; la media di questi valori costituisce il vero dato sperimentale che si misura con questo metodo, ovvero il diametro medio della base (D) del cono di polvere cumulate. Gli altri parametri fondamentali su cui si basa il metodo e che vengono impostati ad inizio prova sono: il diametro dell'orifizio di scarico (d) e l'altezza di caduta (h), cioè la distanza tra il foro di scarico della tramoggia e la superficie su cui è appoggiato il foglio.

Dunque l'angolo di riposo statico (α_r) è dato da una semplice costruzione geometrica, esplicitata nell'equazione 2.6:

$$\alpha_r = \tan^{-1} \left[\frac{2h}{D-d} \right] \quad (2.6)$$

Per comprendere meglio i parametri utilizzati per ottenere la misura dell'angolo di riposo si guardi lo schema in figura 2.19.

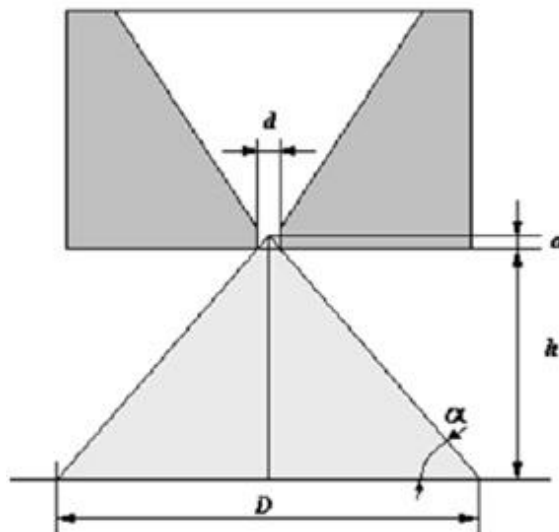


Figura 2.19 Schema dei parametri utilizzati per ottenere la misura dell'angolo di riposo

In ultima analisi va precisato che l'altezza di caduta è funzione del materiale che si analizza. Polveri poco coesive assumono configurazioni finali molto schiacciate, cioè coni con una base molto estesa rispetto all'altezza, perciò per evitare uno spreco di materiale si è posto la tramoggia vicina al foglio. Il contrario è stato fatto per le polveri *free flowing*. In realtà è sconsigliato usare altezze di caduta troppo basse poichè l'errore di misura viene distribuito meglio se si hanno delle grandi superficie di base del cono.

Dunque la scelta dell'altezza è un compromesso tra la quantità di materiale a disposizione e le considerazioni tecniche appena esposte. Per questi motivi è stata effettuata una valutazione su questo parametro ad ogni campione di materiale analizzato.

Nei test effettuati si è usato un h_{caduta} pari a 30 mm fissandola per quasi tutti i campioni analizzati, tranne che per i campioni di polvere di TAED per cui si è utilizzato un h_{caduta} di 40 mm.

Capitolo III

Materiali e risultati

In questo capitolo vengono esposti i materiali campione utilizzati per i test e i relativi risultati sperimentali ottenuti.

Prima viene presentata la preparazione dei campioni di polvere per l'utilizzo con le varie apparecchiature sperimentali e di seguito sono esposti in tabella tutti i risultati delle prove effettuate per tipo di materiale.

3.1 Preparazione dei campioni di polveri

I materiali che sono stati utilizzati come campioni per i test sperimentali sono delle polveri granulari farmaceutiche, alimentari e metallurgiche. Queste polveri in parte sono state acquistate, in parte provengono da altre prove sperimentali all'interno del laboratorio di Materiali Granulari del dipartimento di Ingegneria industriale dell'Università di Padova e in parte provengono dall'azienda FILEUR S.p.a. di Cittadella (PD).

I tipi di polvere indipendentemente dalla loro natura o dalla loro provenienza, non risultano adatte ad eseguire i test sperimentali con la giusta procedura. Quindi si sono dovuti preparare i campioni per i test.

In generale la preparazione consiste nel vagliare con dei setacci le polveri per ottenere dei campioni con delle caratteristiche granulometriche definite, ad eccezione delle polveri metalliche provenienti dalla FILEUR S.p.a, per le quali ci si è avvalsi dell'analisi di immagine.

3.1.1 Vagliatura

Le polveri sono state vagliate per ottenere dei campioni con degli intervalli granulometrici ben definiti. Per effettuare questa operazione è stato impiegato un vagliatore Retsch AS200 control'g', raffigurato in figura 3.1, le cui caratteristiche tecniche sono riportate in tabella 3.1.

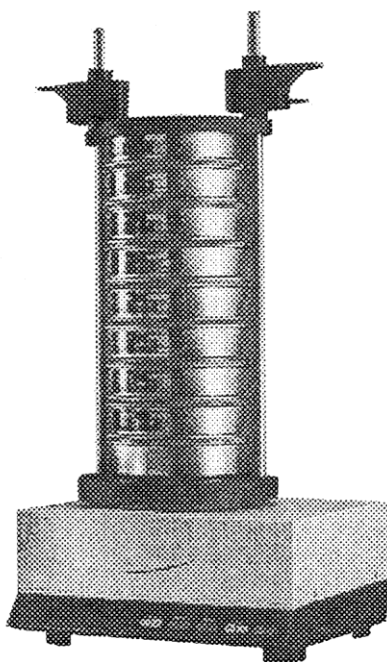
In pratica l'apparecchio utilizzato è un vibro vagliatore composto da una serie di setacci impilati in ordine decrescente di luce netta; parametro utilizzato per determinare l'area di passaggio di una particella attraverso un setaccio.

Tabella 3.1 *Caratteristiche tecniche vagliatore Retsch AS200 control 'g'*

Ampiezza oscillazione [mm]	0,20 – 3,00
Accelerazione impressa al fondo[g]	1 – 15
Tempo di vagliatura [min]	0 – 99

Per ogni materiale vagliato si sono usati si seguenti parametri fissi:

- Ampiezza oscillazione: 1,50 mm
- Accelerazione impressa al fondo: 7,5 g
- Tempo di vagliatura: 3 serie da 8 min ciascuna.

**Figura 3.1** *Vagliatore Retsch AS200 control 'g'*

I setacci utilizzati per formare la pila sono stati scelti a secondo del materiale in oggetto e a seconda degli intervalli granulometrici desiderati. Inoltre va precisato che sono stati scelti i campioni negli intervalli granulometrici in cui si riscontrava la maggiore quantità di materiale, per poter avere più polvere a disposizione nei test sperimentali.

In generale per tutti i materiali la torre di setacci è stato composta in questo modo: un setaccio di luce netta maggiore al limite superiore dell'intervallo, per togliere le impurezze; un setaccio di luce netta pari al limite superiore desiderato, uno pari al limite inferiore ed il contenitore per raccogliere le polveri fini.

Ad ogni operazione il granulato da vagliare è stato caricato in quantità pari alla metà del volume del primo setaccio (il più alto della pila), ritenendo tale quantità un buon

compromesso tra la “vagliato” e la difficoltà di setacciare. Una carica troppo elevata impedirebbe il libero movimento delle singole particelle sulla griglia a causa del peso di quelle sopra, permettendo a particelle di granulometrie superiori alla luce netta del setaccio di occludere il passaggio non lasciando spazio al resto della carica. Anche a causa di questo motivo si è suddiviso ogni singola operazione in tre serie, infatti dopo ogni serie da 8 minuti si è mescolato manualmente il residuo su ogni setaccio.

Al termine delle operazioni si sono ottenuti dei campioni in cui le particelle sono distribuite in precisi intervalli granulometrici. Proprio a queste modalità operative è dovuta la catalogazione adottata per i campioni, infatti questi sono stati nominati in base al tipo di materiale e all'intervallo granulometrico, riferito alla luce netta dei setacci, con cui sono stati preparati.

Inoltre, per ogni campione di materiale vagliato, si è deciso di approssimare il $d_{\text{medio particella}}$ con il valore medio dell'intervallo granulometrico con cui è stato preparato.

Di seguito nelle tabelle 3.2, 3.3, 3.4 sono riportate le liste dei setacci utilizzati nella preparazione dei campioni, tutti conformi agli standard ASTM. Inoltre va precisato che di seguito, quando si parlerà di un setaccio, se ne indicherà la sola luce di passaggio.

Tabella 3.2 Setacci S.a.s Vaschetti e Grosso

Setaccio numero	Luce netta [μm]	Numero maglie per cm^2
5	4000	4
6	3360	5,5
7	2830	7,3
10	2000	13,4
14	1410	24,3
18	1000	45
35	500	158
50	297	425

Tabella 3.3 Setacci D. 200 AISI 304

Luce netta [μm]	Mesh
1180	16
710	25
425	40

Tabella 3.4 Setacci Retsch

Luce netta [μm]	Mesh
600	30
500	35
425	40
355	45
300	50
212	60

3.1.2 Analisi di immagine

L'analisi d'immagine è stata utilizzata solo per i campioni di polveri metalliche provenienti dalla FILEUR S.p.a. Questi campioni non sono stati preparati con la vagliatura, poiché sono arrivati in basse quantità e con la richiesta da parte dell'azienda di fare dei test sui campioni così come sono stati forniti. Di conseguenza non potendo fare la vagliatura, non si era in possesso delle caratteristiche dimensionali di questi campioni, quindi si è ricorso all'analisi d'immagine.

In particolare questa operazione è stata fatta solo per un campione di polveri, l'ARS 10 - 4637 (una miscela di polvere di metalliche e rutilici), che si è preso come campione di riferimento.

L'analisi d'immagine consiste nell'acquisire con uno scanner, impostato ad una risoluzione di 1200 dpi, l'immagine bidimensionale di un campione rappresentativo delle polveri in oggetto; analizzando almeno 100 particelle si riesce a ridurre l'errore di campionamento.

L'immagine viene analizzata con il programma "Image Tool 2.0", il quale permette di ricavare alcune caratteristiche della particella: la sfericità media, il diametro medio, il numero di particelle appartenenti ad intervalli preimpostati e l'andamento dimensionale. In particolare, per quanto riguarda questo lavoro di ricerca, si è utilizzato solamente il valore del diametro medio della particella ricavato attraverso il diametro di Feret.

3.2 Materiali

I materiali utilizzati, come si è già detto sono di varie tipologie (alimentare, farmaceutico metallurgico) e da una stessa polvere sono stati ricavati anche più campioni con intervalli granulometrici diversi. In totale i campioni analizzati sono 16 e di seguito nelle tabella 3.5(a), (b) e (c) sono riassunti i valori principali ricavati dai test descritti nel capitolo II. Nei paragrafi successivi per ogni campione si è costruito una tabella con tutti i valori sperimentali raccolti.

Un'ultima importante precisazione è da fare sui valori dei dati. Nelle tabelle si possono incontrare dei valori con (*), che indicano l'uso dell'asta metallica (diametro 1 mm) utilizzata per facilitare lo scarico dalla tramoggia con foro di diametro da 6 mm, nei test di densità versata, di densità dispersa e portata sperimentale. La nota sta a significare la possibilità che il valore del dato risenta di un flusso di scarico non completamente omogeneo.

Il valore della densità intrinseca dei campioni di caffè è stato ricavato con un metodo alternativo ed è stato segnato con (**), perché la qualità del dato non è pari ai valori ottenuti con il metodo del picnometro a liquido.

Infine si può notare che non sono riportati i valori di densità versata, densità dispersa e portata sperimentale con un foro di diametro di 6 mm per il Cous cous 850-1410 e Cous cous 1410-1600, perché le dimensioni dei granuli sono troppo grandi per il foro di scarico

Tabella 3.5 Dati sperimentali principali a) Densità versata e densità dispersa b) Portata sperimentale b) Diametro medio particelle, densità battuta, densità intrinseca e angolo di riposo

(a)	$\rho_{\text{versata}} [\text{kg/m}^3]$			$\rho_{\text{dispersa}} [\text{kg/m}^3]$		
	$d_{\text{foro}} 6 [\text{mm}]$	$d_{\text{foro}} 9 [\text{mm}]$	$d_{\text{foro}} 12 [\text{mm}]$	$d_{\text{foro}} 6 [\text{mm}]$	$d_{\text{foro}} 9 [\text{mm}]$	$d_{\text{foro}} 12 [\text{mm}]$
Caffè 400_710	325,40*	327,73	328,53	391,87*	389,73	386,00
Caffè 710_1000	357,47	350,13	353,33	424,53*	422,13	416,00
Zucchero 400_710	870,93	853,07	865,47	1004,93	994,80	980,00
Zucchero 710_1000	852,00	837,20	834,67	973,73	963,47	947,33
Pan Grattato 600_1000	384,67	384,67	372,00	452,00*	452,67	441,33
Farina di mais 400_710	662,27	666,13	663,60	796,13	787,60	767,33
Farina di mais 710_1000	678,27	681,07	678,53	798,53	790,40	774,67
Cellulosa 500_600	894,13	888,67	885,07	1004,27	994,80	981,20
ARS-10	1595,73	1639,47	1638,27	2036,27	1950,93	1911,60
Ecc. Farmac. 710_1000	580,00	556,67	555,60	643,20	638,00	630,00
TAED 800_1000	492,40	486,80	481,07	561,33	556,67	550,40
TAED 600_800	503,47	496,53	497,07	584,40	579,47	568,40
TAED 500_600	517,20	516,80	516,13	606,67	600,67	584,93
TAED 355_500	530,93	528,93	531,60	625,60	618,93	602,00
Cous Cous 850_1410	-	734,67	724,27	817,33*	813,73	801,60
Cous Cous 1410_1600	-	712,80	705,60	-	770,93	763,33

(b)	$W_{exp} [kg/m^3]$		
	$d_{foro} 6 [mm]$	$d_{foro} 9 [mm]$	$d_{foro} 12 [mm]$
Caffè 400_710	0,35*	2,27	7,60
Caffè 710_1000	0,41*	2,26	7,41
Zucchero 400_710	2,05	7,10	24,12
Zucchero 710_1000	1,54	5,79	20,46
Pan Grattato 600_1000	0,39*	2,03	7,14
Farina di mais 400_710	1,40	5,10	16,68
Farina di mais 710_1000	1,14	4,61	15,54
Cellulosa 500_600	2,22	7,75	25,54
ARS-10	4,33	14,03	44,29
Ecc. Farmac. 710_1000	0,45*	2,80	10,53
TAED 800_1000	0,83	2,92	10,44
TAED 600_800	0,98	3,43	11,72
TAED 500_600	1,15	3,95	13,15
TAED 355_500	1,32	4,49	14,70
Cous Cous 850_1410	0,67*	3,90	13,74
Cous Cous 1410_1600	0,40*	2,66	11,17

(c)	$d_m \text{ partiel. } [\mu m]$	$\rho_{battuta} [kg/m^3]$	$\rho_{intrinseca} [kg/m^3]$	$\alpha_r [^\circ]$
Caffè 400_710	555,00	359,200	565,64**	42,974
Caffè 710_1000	855,00	375,600	565,64**	41,591
Zucchero 400_710	555,00	895,600	1594,20	36,193
Zucchero 710_1000	855,00	866,000	1594,20	37,854
Pan Grattato 600_1000	800,00	486,800	1242,84	43,242
Farina di mais 400_710	555,00	690,000	1435,60	37,147
Farina di mais 710_1000	855,00	702,400	1435,60	36,733
Cellulosa 500_600	550,00	930,000	1486,66	29,373
ARS-10	256,86	1649,600	3296,16	36,733
Ecc. Farmac. 710_1000	855,00	599,467	1320,77	39,650
TAED 800_1000	900,00	480,400	1251,13	37,711
TAED 600_800	700,00	515,600	1251,13	29,236
TAED 500_600	550,00	528,000	1251,13	36,127
TAED 355_500	427,50	558,000	1251,13	27,190
Cous Cous 850_1410	1130,00	741,200	1381,41	35,797
Cous Cous 1410_1600	1505,00	718,800	1381,41	34,470

3.2.1 Caffè 400 – 710

Tabella 3.6 Risultati sperimentali raccolti per Caffè 400-710

Caffè 400-710 (d _{medio} particella [µm] 555)							
ρ _{versata} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	325,20		332,00		330,80		
	325,60		326,00		326,40		
	-		325,20		328,40		
Media	325,40 (*)		327,73		328,53		
Dev.St	0,28		3,72		2,20		
ρ _{dispersa} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	394,80		389,20		387,20		
	391,20		388,80		390,00		
	389,60		391,20		380,80		
Media	391,87 (*)		389,73		386,00		
Dev.St	2,66		1,29		4,72		
W _{exp} [g/s]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
	0,349 (*)		2,265		7,596		
ρ _{battuta} [kg/m ³]							
	359,20						
ρ _{intrinseca} [kg/m ³]							
	565,64						
α _r [°]							
	42,97						
	Prove					Media	Dev. St
Dbase [mm]	65,00	68,00	62,00	61,00	66,00	64,40	2,88

3.2.2 Caffè 710 – 1000

Tabella 3.7 Risultati sperimentali raccolti per Caffè 710-1000

Caffè 710-1000 ($d_{\text{medio particella}} [\mu\text{m}]$ 855)							
$\rho_{\text{versata}} \text{ [kg/m}^3\text{]}$							
	$d_{\text{foro } 6} \text{ [mm]}$		$d_{\text{foro } 9} \text{ [mm]}$		$d_{\text{foro } 12} \text{ [mm]}$		
Prove	354,00		350,40		353,20		
	358,00		349,60		352,80		
	360,40		350,40		354,00		
Media	357,47		350,13		353,33		
Dev.St	3,23		0,46		0,61		
$\rho_{\text{dispersa}} \text{ [kg/m}^3\text{]}$							
	$d_{\text{foro } 6} \text{ [mm]}$		$d_{\text{foro } 9} \text{ [mm]}$		$d_{\text{foro } 12} \text{ [mm]}$		
Prove	424,00		422,00		416,00		
	424,80		422,80		416,00		
	424,80		421,60		416,00		
Media	424,53 (*)		422,13		416,00		
Dev.St	0,46		0,61		0,00		
$W_{\text{exp}} \text{ [g/s]}$							
	$d_{\text{foro } 6} \text{ [mm]}$		$d_{\text{foro } 9} \text{ [mm]}$		$d_{\text{foro } 12} \text{ [mm]}$		
	0,410 (*)		2,260		7,413		
$\rho_{\text{battuta}} \text{ [kg/m}^3\text{]}$							
	375,60						
$\rho_{\text{intrinseca}} \text{ [kg/m}^3\text{]}$							
	565,64						
$\alpha_r \text{ [} ^\circ \text{]}$							
	41,59						
	Prove					Media	Dev. St
Dbase [mm]	66,00	68,00	68,00	66,00	70,00	67,60	1,67

3.2.3 Zucchero 400 – 710

Tabella 3.8 Risultati sperimentali raccolti per Zucchero 400-710

Zucchero 400-710 (d _{medio} particella [μm] 555)							
ρ _{versata} [kg/m ³]							
		d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]	
Prove		872,00		853,60		865,20	
		870,80		853,60		869,20	
		870,00		852,00		862,00	
Media		870,93		853,07		865,47	
Dev.St		1,01		0,92		3,61	
ρ _{dispersa} [kg/m ³]							
		d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]	
Prove		1005,60		996,40		982,00	
		1005,20		994,80		980,40	
		1004,00		993,20		977,60	
Media		1004,93		994,80		980,00	
Dev.St		0,83		1,60		2,23	
W _{exp} [g/s]							
		d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]	
		2,051		7,102		24,117	
ρ _{battuta} [kg/m ³]		866,00					
ρ _{intrinseca} [kg/m ³]		1594,20					
Liquido	P ₁ [g]	P ₂ [g]		P ₃ [g]		P ₄ [g]	
C ₂ H ₅ OH	38,39	51,18		69,02		62,56	
α _r [°]		36,19					
	Prove					Media	Dev. St
Dbase [mm]	87,00	83,00	82,00	78,00	80,00	82,00	3,39

3.2.4 Zucchero 710 – 1000

Tabella 3.9 Risultati sperimentali raccolti per Zucchero 710-1000

Zucchero 710-1000 ($d_{\text{medio}} \text{ particella } [\mu\text{m}] \text{ 855}$)							
$\rho_{\text{versata}} \text{ } [\text{kg/m}^3]$							
	$d_{\text{foro}} \text{ 6 } [\text{mm}]$		$d_{\text{foro}} \text{ 9 } [\text{mm}]$		$d_{\text{foro}} \text{ 12 } [\text{mm}]$		
Prove	853,20		834,80		834,40		
	852,40		838,00		835,20		
	850,40		838,80		834,40		
Media	852,00		837,20		834,67		
Dev.St	1,44		2,12		0,46		
$\rho_{\text{dispersa}} \text{ } [\text{kg/m}^3]$							
	$d_{\text{foro}} \text{ 6 } [\text{mm}]$		$d_{\text{foro}} \text{ 9 } [\text{mm}]$		$d_{\text{foro}} \text{ 12 } [\text{mm}]$		
Prove	973,60		965,60		948,40		
	974,80		962,40		948,00		
	972,80		962,40		945,60		
Media	973,73		963,47		947,33		
Dev.St	1,01		1,85		1,51		
$W_{\text{exp}} \text{ } [\text{g/s}]$							
	$d_{\text{foro}} \text{ 6 } [\text{mm}]$		$d_{\text{foro}} \text{ 9 } [\text{mm}]$		$d_{\text{foro}} \text{ 12 } [\text{mm}]$		
	1,535		5,794		20,462		
$\rho_{\text{battuta}} \text{ } [\text{kg/m}^3]$							
	866,00						
$\rho_{\text{intrinseca}} \text{ } [\text{kg/m}^3]$							
	1594,20						
Liquido	$P_1 \text{ } [\text{g}]$	$P_2 \text{ } [\text{g}]$	$P_3 \text{ } [\text{g}]$	$P_4 \text{ } [\text{g}]$			
C ₂ H ₅ OH	38,39	51,18	69,02	62,56			
$\alpha_r \text{ } [^\circ]$							
	37,85						
	Prove				Media		Dev. St
Dbase [mm]	81,00	79,00	75,00	74,00	77,00	77,20	2,86

3.2.5 Pan grattato 600 - 1000

Tabella 3.10 Risultati sperimentali raccolti per Pan grattato 600-1000

Pan grattato 600-1000 ($d_{\text{medio particella}} [\mu\text{m}]$ 800)							
$\rho_{\text{versata}} [\text{kg/m}^3]$							
	$d_{\text{foro}} 6 [\text{mm}]$		$d_{\text{foro}} 9 [\text{mm}]$		$d_{\text{foro}} 12 [\text{mm}]$		
Prove	378,40		373,20		371,20		
	383,60		374,00		372,40		
	392,00		373,20		372,40		
Media	384,67		373,47		372,00		
Dev.St	6,86		0,46		0,69		
$\rho_{\text{dispersa}} [\text{kg/m}^3]$							
	$d_{\text{foro}} 6 [\text{mm}]$		$d_{\text{foro}} 9 [\text{mm}]$		$d_{\text{foro}} 12 [\text{mm}]$		
Prove	452,00		452,00		440,80		
	450,80		452,40		442,00		
	453,20		453,60		441,20		
Media	452,00 (*)		452,67		441,33		
Dev.St	1,20		0,83		0,61		
$W_{\text{exp}} [\text{g/s}]$							
	$d_{\text{foro}} 6 [\text{mm}]$		$d_{\text{foro}} 9 [\text{mm}]$		$d_{\text{foro}} 12 [\text{mm}]$		
	0,392 (*)		2,031		7,143		
$\rho_{\text{battuta}} [\text{kg/m}^3]$							
	486,80						
$\rho_{\text{intrinseca}} [\text{kg/m}^3]$							
	1242,84						
Liquido	$P_1 [\text{g}]$		$P_2 [\text{g}]$		$P_3 [\text{g}]$		$P_4 [\text{g}]$
H ₂ O	38,39		45,67		70,46		69,02
$\alpha_r [^\circ]$							
	43,24						
	Prove				Media		Dev. St
Dbase [mm]	67,00	69,00	64,00	59,00	60,00	63,80	4,32

3.2.6 Farina di mais 400 – 710

Tabella 3.11 Risultati sperimentali raccolti per Farina di mais 400-710

Farina di mais 400-710 (d _{medio} particella [µm] 555)							
ρ _{versata} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	665,20		669,60		662,40		
	661,60		666,00		664,00		
	660,00		662,80		664,40		
Media	662,27		666,13		663,60		
Dev.St	2,66		3,40		1,06		
ρ _{dispersa} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	796,40		786,80		767,60		
	795,60		787,60		765,60		
	796,40		788,40		768,80		
Media	796,13		787,60		767,33		
Dev.St	0,46		0,80		1,62		
W _{exp} [g/s]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
	1,405		5,097		16,676		
ρ _{battuta} [kg/m ³]							
	690,00						
ρ _{intrinseca} [kg/m ³]							
	1435,60						
Liquido	P ₁ [g]	P ₂ [g]		P ₃ [g]		P ₄ [g]	
H ₂ O	38,39	52,17		73,23		62,56	
α _r [°]							
	37,15						
	Prove					Media	Dev. St
Dbase [mm]	79,00	82,00	80,00	79,00	76,00	79,20	2,17

3.2.7 Farina di mais 710 – 1000

Tabella 3.12 Risultati sperimentali raccolti per Farina di mais 710-1000

Farina di mais 710-1000 ($d_{\text{medio}} \text{ particella } [\mu\text{m}] \text{ 855}$)							
$\rho_{\text{versata}} \text{ [kg/m}^3\text{]}$							
	$d_{\text{foro}} \text{ 6 [mm]}$		$d_{\text{foro}} \text{ 9 [mm]}$		$d_{\text{foro}} \text{ 12 [mm]}$		
Prove	680,00		681,60		736,40		
	677,60		678,80		731,60		
	677,20		682,80		736,00		
Media	678,27		681,07		734,67		
Dev.St	1,51		2,05		2,66		
$\rho_{\text{dispersa}} \text{ [kg/m}^3\text{]}$							
	$d_{\text{foro}} \text{ 6 [mm]}$		$d_{\text{foro}} \text{ 9 [mm]}$		$d_{\text{foro}} \text{ 12 [mm]}$		
Prove	798,40		452,00		774,80		
	797,20		452,40		776,40		
	800,00		453,60		772,80		
Media	798,53		452,67		774,67		
Dev.St	1,40		0,83		1,80		
$W_{\text{exp}} \text{ [g/s]}$							
	$d_{\text{foro}} \text{ 6 [mm]}$		$d_{\text{foro}} \text{ 9 [mm]}$		$d_{\text{foro}} \text{ 12 [mm]}$		
	1,1369		4,6105		15,5413		
$\rho_{\text{battuta}} \text{ [kg/m}^3\text{]}$							
	702,40						
$\rho_{\text{intrinseca}} \text{ [kg/m}^3\text{]}$							
	1435,60						
Liquido	$P_1 \text{ [g]}$		$P_2 \text{ [g]}$		$P_3 \text{ [g]}$		$P_4 \text{ [g]}$
H ₂ O	38,39		52,17		73,23		62,56
$\alpha_r \text{ [}^\circ \text{]}$							
	36,73						
	Prove				Media		Dev. St
Dbase [mm]	80,00	81,00	79,00	85,00	77,00	80,40	2,97

3.2.8 Cellulosa 500 – 600

Tabella 3.13 Risultati sperimentali raccolti per Cellulosa 500-600

Cellulosa 500 - 600 (d _{medio particella} [μm] 550)							
ρ _{versata} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	892,40		892,40		888,00		
	894,40		888,80		884,80		
	895,60		884,80		882,40		
Media	894,13		888,67		885,07		
Dev.St	1,62		3,80		2,81		
ρ _{dispersa} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	1005,20		996,80		982,40		
	1004,00		992,40		980,80		
	1003,60		995,20		980,40		
Media	1004,27		994,80		981,20		
Dev.St	0,83		2,23		1,06		
W _{exp} [g/s]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
	2,217		7,751		25,543		
ρ _{battuta} [kg/m ³]							
	930,00						
ρ _{intrinseca} [kg/m ³]							
	1486,66						
Liquido	P ₁ [g]	P ₂ [g]	P ₃ [g]	P ₄ [g]			
C ₂ H ₅ OH	38,39	53,69	69,74	62,56			
α _r [°]							
	29,37						
	Prove					Media	Dev. St
Dbase [mm]	109,00	107,00	104,00	103,00	110,00	106,60	3,05

3.2.9 Eccipienti farmaceutici 710-1000

Tabella 3.14 Risultati sperimentali raccolti per Eccipienti farmaceutici 710-1000

Eccipienti farmaceutici 710-1000 ($d_{\text{medio particella}}$ [μm] 855)								
ρ_{versata} [kg/m ³]								
		d_{foro} 6 [mm]		d_{foro} 9 [mm]		d_{foro} 12 [mm]		
Prove		579,20		558,80		554,80		
		580,00		556,40		556,00		
		580,80		554,80		556,00		
Media		580,00		556,67		555,60		
Dev.St		0,80		2,01		0,69		
ρ_{dispersa} [kg/m ³]								
		d_{foro} 6 [mm]		d_{foro} 9 [mm]		d_{foro} 12 [mm]		
Prove		642,40		996,80		630,00		
		644,40		992,40		628,80		
		642,80		995,20		631,20		
Media		643,20		994,80		630,00		
Dev.St		1,06		2,23		1,20		
W_{exp} [g/s]								
		d_{foro} 6 [mm]		d_{foro} 9 [mm]		d_{foro} 12 [mm]		
		0,449*		2,803		10,533		
ρ_{battuta} [kg/m ³]								
		599,47						
$\rho_{\text{intrinseca}}$ [kg/m ³]								
		1320,77						
Liquido	P_1 [g]	P_2 [g]		P_3 [g]		P_4 [g]		
H ₂ O	38,39	50,22		71,92		69,02		
α_r [°]								
		39,65						
	Prove						Media	Dev. St
Dbase [mm]	77,00	78,00	69,00	68,00	70,00	72,40	4,72	

3.2.10 TAED 600 – 800

Tabella 3.16 Risultati sperimentali raccolti per TAED 600-800

TAED 600-800 (d _{medio} particella [μm] 700)							
ρ _{versata} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	504,80		496,40		496,80		
	502,40		497,60		496,40		
	503,20		495,60		498,00		
Media	503,47		496,53		497,07		
Dev.St	1,22		1,01		0,83		
ρ _{dispersa} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	584,80		580,00		567,60		
	583,20		578,40		569,20		
	585,20		580,00		568,40		
Media	584,40		579,47		568,40		
Dev.St	1,06		0,92		0,80		
W _{exp} [g/s]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
	0,979		3,433		11,720		
ρ _{battuta} [kg/m ³]							
	515,60						
ρ _{intrinseca} [kg/m ³]							
	1251,13						
Liquido	P ₁ [g]	P ₂ [g]	P ₃ [g]	P ₄ [g]			
C ₂ H ₅ OH	38,39	48,38	66,25	62,56			
α _r [°]							
	29,24						
	Prove					Media	Dev. St
Dbase [mm]	106,00	106,00	104,00	108,00	112,00	107,20	3,03

3.2.11 TAED 500-600

Tabella 3.17 Risultati sperimentali raccolti per TAED 500-600

TAED 500-600 (d _{medio particella} [µm] 550)							
ρ _{versata} [kg/m ³]							
		d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]	
Prove		518,00		516,40		518,00	
		516,40		517,20		514,80	
		517,20		516,80		515,60	
Media		517,20		516,80		516,13	
Dev.St		0,80		0,40		1,67	
ρ _{dispersa} [kg/m ³]							
		d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]	
Prove		607,60		600,40		586,40	
		606,80		600,80		582,00	
		605,60		600,80		586,40	
Media		606,67		600,67		584,93	
Dev.St		1,01		0,23		2,54	
W _{exp} [g/s]							
		d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]	
		1,149		3,951		13,146	
ρ _{battuta} [kg/m ³]		528,00					
ρ _{intrinseca} [kg/m ³]		1251,13					
Liquido	P ₁ [g]	P ₂ [g]		P ₃ [g]		P ₄ [g]	
C ₂ H ₅ OH	38,39	48,38		66,25		62,56	
α _r [°]		36,13					
	Prove					Media	Dev. St
Dbase [mm]	84,00	87,00	82,00	78,00	80,00	82,20	3,49

3.2.12 TAED 355-500

Tabella 3.18 Risultati sperimentali raccolti per TAED 355-500

TAED 355-500 (d _{medio particella} [µm] 427,50)							
ρ _{versata} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	530,40		529,20		532,40		
	531,60		530,00		531,60		
	530,80		527,60		530,80		
Media	530,93		528,93		531,60		
Dev.St	0,61		1,22		0,80		
ρ _{dispersa} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	625,60		600,40		586,40		
	625,60		600,80		582,00		
	625,60		600,80		586,40		
Media	625,60		600,67		584,93		
Dev.St	0,40		0,23		2,54		
W _{exp} [g/s]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
	1,318		4,485		14,696		
ρ _{battuta} [kg/m ³]							
	558,00						
ρ _{intrinseca} [kg/m ³]							
	1251,13						
Liquido	P ₁ [g]	P ₂ [g]	P ₃ [g]	P ₄ [g]			
C ₂ H ₅ OH	38,39	48,38	66,25	62,56			
α _r [°]							
	27,19						
	Prove					Media	Dev. St
Dbase [mm]	110,00	120,00	116,00	118,00	120,00	116,80	4,15

3.2.13 Cous cous 850-1410

Tabella 3.19 Risultati sperimentali raccolti per Cous cous 850-1410

Cous cous 850-1410 (d _{medio} particella [μm] 1130)								
ρ _{versata} [kg/m ³]								
		d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove		-		736,40		725,60		
		-		731,60		725,60		
		-		736,00		721,60		
Media		-		734,67		724,27		
Dev.St		-		2,66		2,31		
ρ _{dispersa} [kg/m ³]								
		d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove		820,40		816,00		802,40		
		815,60		812,00		802,00		
		816,00		813,20		800,40		
Media		817,33*		813,73		801,60		
Dev.St		2,66		2,05		1,06		
W _{exp} [g/s]								
		d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
		0,672*		3,895		13,741		
ρ _{battuta} [kg/m ³]		741,20						
ρ _{intrinseca} [kg/m ³]		1381,41						
Liquido	P ₁ [g]	P ₂ [g]		P ₃ [g]		P ₄ [g]		
H ₂ O	38,39	50,68		72,44		69,02		
α _r [°]								
	35,80							
	Prove						Media	Dev. St
Dbase [mm]	86,00	83,00	85,00	84,00	78,00	83,20	3,11	

3.2.14 *Cous cous* 1410-1600Tabella 3.20 Risultati sperimentali raccolti per *Cous cous* 1410-1600

Cous cous 355-500 (d _{medio} particella [μm] 1505)							
ρ _{versata} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	-		713,20		704,40		
	-		712,00		706,40		
	-		713,20		706,00		
Media	-		712,80		705,60		
Dev.St	-		0,69		1,06		
ρ _{dispersa} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	-		1938,40		762,40		
	-		1958,00		767,20		
	-		1956,40		760,40		
Media	-		1950,93		763,33		
Dev.St	-		10,88		3,49		
W _{exp} [g/s]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
	-		2,661		11,169		
ρ _{battuta} [kg/m ³]							
	718,80						
ρ _{intrinseca} [kg/m ³]							
	1381,41						
Liquido	P ₁ [g]	P ₂ [g]	P ₃ [g]	P ₄ [g]			
H ₂ O	38,39	50,68	72,44	69,02			
α _r [°]							
	34,47						
	Prove					Media	Dev. St
Dbase [mm]	87,00	89,00	88,00	83,00	90,00	87,40	2,70

3.2.15 Polveri metalliche FILEUR

I campioni di miscele di polveri metalliche fornite dalla Fileur S.p.a sono in totale 21 e appartengono a quattro tipologie di metalli denominate dall'azienda stessa: Rutilici (ARS), Metalcored (AMC), DUR, Basici (AB). Inoltre i campioni sono classificati secondo delle numerazioni (es. ARS 10-4537), che corrispondono al tipo di lavorazione, di cui le caratteristiche ci risultano sconosciute. Tutti i campioni sono stati analizzati con la misurazione di densità versata (metodo innovativo) e i risultati sono esposti in tabella 3.21.

Tabella 3.21 Risultati sperimentali di misurazione $\rho_{dispersa}$ dei campioni di polveri metalliche Fileur

$\rho_{dispersa} \text{ [kg/m}^3\text{]}$					
Metalli Rutilici	Prove			Media	Dev.St
ARS 5 – 4562	1845,20	1866,00	1873,20	1861,47	14,54
ARS 8 – 4546	1892,80	1900,00	1915,20	1902,67	11,44
ARS 10 – 4459	1886,40	1883,20	1888,00	1885,87	2,44
ARS 10 – 4537	2028,80	2044,00	2045,20	2039,33	9,14
ARS 10 – 4547	1984,40	1980,00	1985,60	1983,33	2,95
ARS 10 – 4551	1872,40	1880,40	1879,20	1877,33	4,31
ARS 10 – 4552	1973,20	1986,80	1978,00	1979,33	6,90
ARS 10 – 4563	1890,40	1886,80	1889,20	1888,80	1,83
ARS 11 – 4488	1867,60	1868,40	1872,80	1869,60	2,80
ARS 15 – 4553	2051,60	2034,80	2044,80	2043,73	8,45
ARS 15 – P60	2140,00	2140,40	2136,00	2138,80	2,43
ARS 30 – 4556	1961,60	1975,20	1982,40	1973,07	10,56
Metalli Metalcored	Prove			Media	Dev.St
AMC 1 – 4549	2616,40	2617,20	2639,20	2624,27	12,94
AMC 15 – 4558	2671,20	2664,40	2670,40	2668,67	3,72
AMC 30 – 4548	2596,80	2620,00	2604,80	2607,20	11,78
AMC 30 – 4561	2682,40	2680,40	2705,20	2689,33	13,78
AMC 35 – 4542	3038,00	3035,60	3044,00	3039,20	4,33

Tabella 3.21 Risultati sperimentali di misurazione $\rho_{dispersa}$ dei campioni di poveri metalliche Fileur

$\rho_{dispersa} \text{ [kg/m}^3\text{]}$					
Metalli DUR	Prove			Media	Dev.St
DUR 352 – 4543	1647,20	1668,40	1670,40	1662,00	12,86
DUR 606 – 4544	2223,60	2228,00	2230,40	2227,33	3,45
Metalli Basici	Prove			Media	Dev.St
AB – 4526	1635,20	1635,20	1645,20	1638,53	5,77
AB – 4564	1720,00	1736,00	1737,20	1731,07	9,60

Inoltre, sotto richiesta dell'azienda, sono state eseguiti per alcuni campioni di prova delle misurazioni di densità versata con la modifica di alcuni parametri fissi nel metodo innovativo, come altezza caduta (h_{caduta}), volume della cup (V_{cup}), e con un nuovo diametro (d_{foro}) del disco forato.

Tabella 3.22 Risultati sperimentali di misurazione $\rho_{dispersa}$ con modifiche dei parametri di alcuni campioni delle poveri metalliche Fileur

$\rho_{dispersa} \text{ [kg/m}^3\text{]} - (d_{foro} \text{ 6 [mm]}, h_{caduta} \text{ 200 [mm]}, V_{cup} \text{ 25 [cm}^3\text{]})$					
Metalli Rutilici	Prove			Media	Dev.St
ARS 10 – 4537	1995,60	2007,20	2020,00	2007,60	12,20
$\rho_{dispersa} \text{ [kg/m}^3\text{]} - (d_{foro} \text{ 6 [mm]}, h_{caduta} \text{ 100 [mm]}, V_{cup} \text{ 25 [cm}^3\text{]})$					
Metalli Rutilici	Prove			Media	Dev.St
ARS 10 – 4537	1940,80	1925,60	1911,60	1926,00	14,60
ARS 10 – 4551	1842,40	1851,60	1846,80	1846,93	4,60
Metalli Basici	Prove			Media	Dev.St
AB – 4528	1575,20	1569,20	1578,00	1574,13	4,50
AB – 4564	1698,00	1702,00	1681,20	1693,73	11,04

Tabella 3.22 Risultati sperimentali di misurazione $\rho_{dispersa}$ con modifiche dei parametri di alcuni campioni delle poveri metalliche Fileur

$\rho_{dispersa} \text{ [kg/m}^3\text{]} - (d_{foro} \text{ 6 [mm]}, h_{caduta} \text{ 200 [mm]}, V_{cup} \text{ 21,2 [cm}^3\text{]})$					
Metalli Rutilici	Prove			Media	Dev.St
ARS 10 – 4537	2011,39	2008,09	2014,70	2011,39	3,31

Tabella 3.22 Risultati sperimentali di misurazione $\rho_{dispersa}$ con modifiche dei parametri di alcuni campioni delle poveri metalliche Fileur

$\rho_{dispersa} \text{ [kg/m}^3\text{]} - (d_{foro} \text{ 2,5 [mm]}, h_{caduta} \text{ 500 [mm]}, V_{cup} \text{ 25 [cm}^3\text{]})$					
Metalli Metalcored	Prove			Media	Dev.St
AMC 30 – 4548	2660,40	2672,80	2680,40	2671,20	10,10
AMC 30 – 4561	2635,20	2636,00	2639,20	2636,80	2,12
AMC 35 – 4542	3087,20	3088,80	3080,40	3085,47	4,46

3.2.15.1 ARS-10

Si è ritenuto opportuno scegliere un unico campione di polvere metallica, da inserire nella lista delle poveri test di tutto il lavoro di ricerca. Si è selezionato una delle miscele polveri rutiliche della famiglie di ARS-10, poiché rappresentano la percentuale maggiore di materiali metallici a disposizione, in particolare è stata scelta l'ARS -10 4537, con cui sono state fatte anche alcune delle prove con i parametri modificati di densità versata. Nella tabella 3.23 ci sono tutti i risultati raccolti per l'ARS 10- 4537.

Tabella 3.23 Risultati sperimentali raccolti per ARS 10-4537

ARS 10 – 4537 (d _{medio} particella [µm] 256,86)							
ρ _{versata} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	1570,00		1630,40		1647,20		
	1588,00		1635,20		1643,60		
	1629,20		1652,80		1624,00		
Media	1595,73		1639,47		1638,27		
Dev.St	30,35		11,79		12,49		
ρ _{dispersa} [kg/m ³]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
Prove	2029,20		1938,40		1929,20		
	2037,60		1958,00		1904,00		
	2042,00		1956,40		1901,60		
Media	2036,27		1950,93		1911,60		
Dev.St	6,50		10,88		15,29		
W _{exp} [g/s]							
	d _{foro} 6 [mm]		d _{foro} 9 [mm]		d _{foro} 12 [mm]		
	4,333		14,031		44,286		
ρ _{battuta} [kg/m ³]							
	1649,60						
ρ _{intrinseca} [kg/m ³]							
	3296,16						
Liquido	P ₁ [g]		P ₂ [g]		P ₃ [g]		P ₄ [g]
H ₂ O	38,39		68,31		89,89		69,02
α _r [°]							
	36,73						
	Prove				Media		Dev. St
Dbase [mm]	85,00	81,00	78,00	76,00	82,00	80,40	3,51

Capitolo IV

Analisi ed elaborazione dei risultati

In questo capitolo si sono analizzati ed elaborati i dati sperimentali ottenuti con le apparecchiature descritte nei capitoli precedenti.

L'analisi dei dati risulta funzionale agli obiettivi di lavoro che ci si è posti, ovvero il miglioramento dei metodi di misurazione della densità apparente, la valutazione dell'effetto della portata sull'impaccamento e lo sviluppo di indici di scorrevolezza con rapporti di densità apparenti.

Si è deciso di trattare punto per punto ogni obiettivo analizzando i risultati attraverso dei grafici costruiti secondo le diverse esigenze di interpretazione, poiché si sono raccolti molti dati sperimentali.

4.1 Metodi di misurazione delle densità apparenti

L'obiettivo che ci si è posti è stato il miglioramento dei metodi di misurazione della densità versata e della densità dispersa. I miglioramenti legati alle apparecchiature e alle procedure di utilizzo delle prove sono stati ampiamente descritti nel capitolo II, dunque in questo paragrafo si cerca di evidenziare la qualità e l'attendibilità dei dati sperimentali ottenuti con le apparecchiature implementate.

Dagli studi effettuati da Santomaso (2003) sui metodi definiti *dense random packing*, si evidenzia che i valori assoluti di densità dispersa risultano quasi sempre più elevati rispetto a quelli di densità battuta. Quindi si può ragionevolmente ipotizzare che la densità dispersa permette di ottenere un grado di impaccamento più elevato.

Questi riscontri numerici sono stati rilevati anche per i risultati sperimentali ottenuti con le apparecchiature innovative sviluppate in questo lavoro. Per effettuare un confronto tra i due metodi *dense random packing* si è pensato un grafico in cui si visualizzano le due serie di dati sperimentali raccolti dai campioni di materiale presentati nel capitolo III, una serie rappresenta la densità dispersa e l'altra la battuta. Per risaltare le caratteristiche di questi metodi i dati sono messi in relazione anche con i dati di densità versata, che rappresenta un metodo *loose random packing*.

In pratica nei grafici (figure 4.1, 4.2, 4.3), costruiti con il programma Matlab, ogni punto rappresenta in ascissa il valore di densità dispersa o battuta e in ordinata il valore di densità versata. Per ogni serie si è fatto un *fitting* dei dati con una polinomiale di secondo

grado, fornita da una *function* di Matlab, da cui si ottiene una retta tratteggiata per poter distinguere meglio le serie. Inoltre i punti della serie di densità dispersa sono dei pallini, mentre le serie di densità battuta sono dei triangoli e ad ogni colore corrisponde un campione di materiale segnalato nella legenda. Infine si può notare che in ogni grafico c'è una linea rossa che rappresenta la diagonale ($x = y$), con cui si vuole evidenziare la qualità o meno dei risultati; cioè se un punto resta sopra la diagonale allora il metodo *dense random packing* raggiunge un valore assoluto più alto rispetto al metodo *loose random packing*, che in sostanza è quello che ci si dovrebbe attendere se la misurazione e di conseguenza le apparecchiature risultano attendibili. In sintesi i grafici di figura 4.1, 4.2, 4.3 raccolgono tutti i dati relativi alle prove di densità apparente e in particolare vorrebbero evidenziare la bontà dello sviluppo dei metodi di densità versata e dispersa. Proprio per questo motivo nella figura 4.1 ci sono i dati di densità dispersa e versata relativi al foro di scarico della tramoggia del diametro di 6 mm, nel grafico 4.2 ci sono quelle relativi al diametro di 9 mm e nel grafico 4.3 ci sono quelli relativi al diametro di 12 mm. Infine è da sottolineare che i dati relativi alla densità battuta rimangono gli stessi nei tre grafici, quindi la serie con i dati di densità battuta serve più che altro ad un confronto poiché il metodo non ha subito degli sviluppi in questo lavoro.

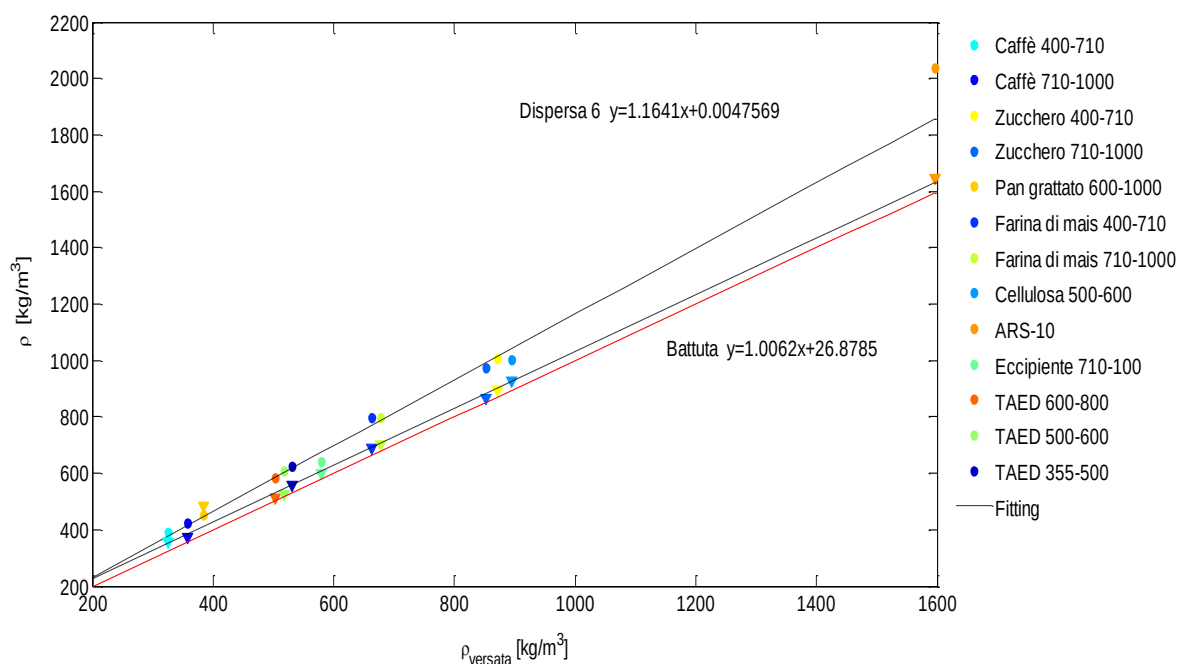


Figura 4.1 Grafico confronto tra serie $\rho_{dispersa}$ (d_{foro} 6 mm) e serie $\rho_{battuta}$ in relazione a $\rho_{versata}$ (d_{foro} 6 mm)

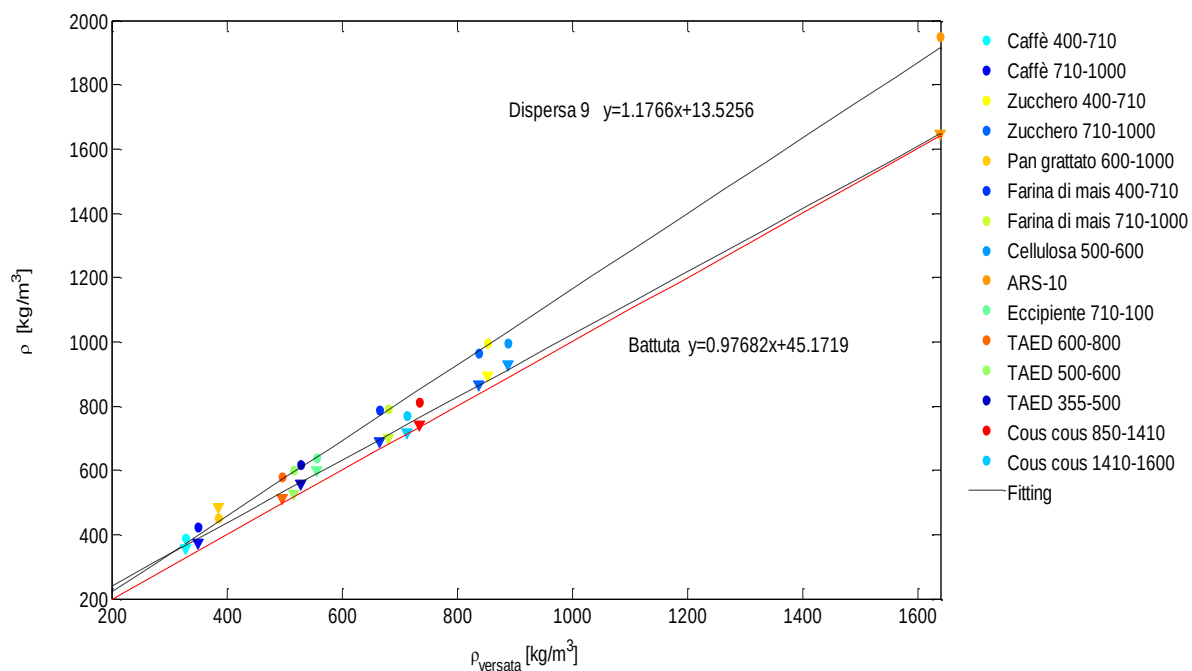


Figura 4.2 Grafico confronto tra serie ρ_{dispersa} (d_{foro} 9 mm) e serie ρ_{battuta} in relazione a ρ_{versata} (d_{foro} 9 mm)

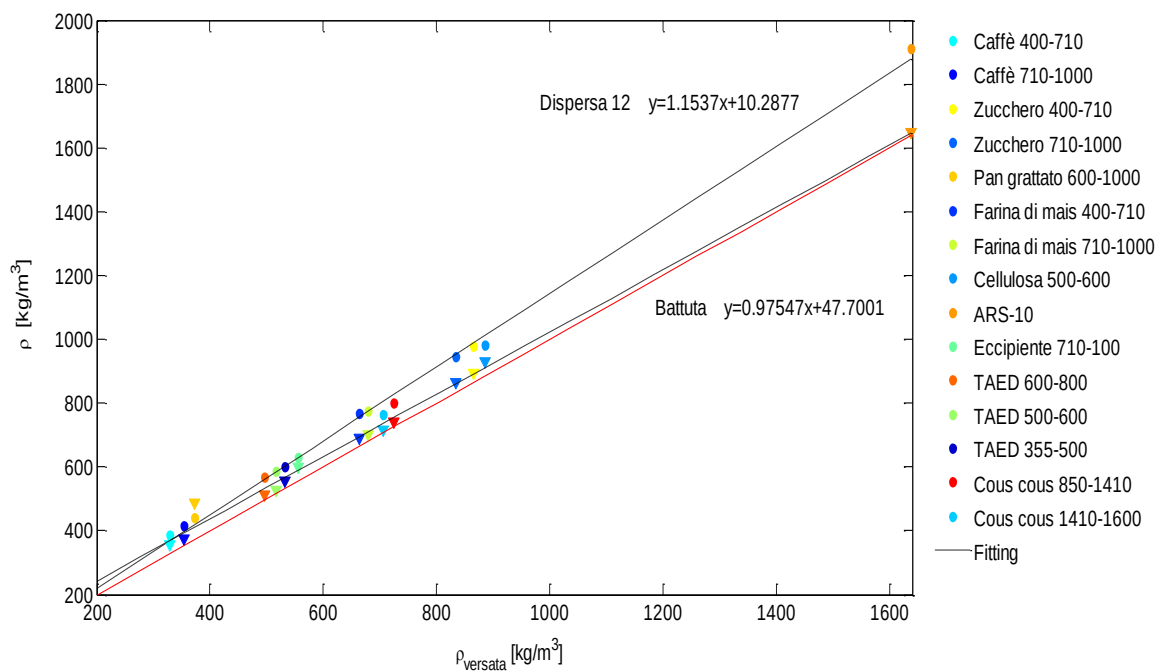


Figura 4.3 Grafico confronto tra serie ρ_{dispersa} (d_{foro} 12 mm) e serie ρ_{battuta} in relazione a ρ_{versata} (d_{foro} 12 mm)

Analizzando i grafici sopra si nota che tutti punti stanno al di sopra della diagonale rossa, quindi le prove effettuate con i metodi *dense random packing* e *loose random packing* potrebbero risultare attendibili poiché i valori assoluti di densità dispersa e battuta sono più elevati rispetto ai valori di densità versata. Inoltre si può notare che le rette di *fitting* di tutte le serie di dati di densità dispersa si trovano sopra a quelle delle serie di densità battuta quindi nel complesso le densità disperse sono maggior in valore assoluto delle densità battuta. In realtà se si vanno a considerare i singoli punti si può notare che per un solo campione, il Pan grattato 600-1000, si ha che la densità battuta più alta rispetto a quella dispersa. Questa particolarità risulta strana rispetto a tutti i dati ottenuti con gli altri campioni. Si può ipotizzare che il pan grattato 600-1000, abbia un comportamento non convenzionale che non si riesce a ben definire con il solo aiuto di questi grafici iniziale. Più avanti nello sviluppo degli indici di scorrevolezza si ritornerà su questo comportamento anomalo.

Un ultimo importante considerazione viene fatta sulla deviazione standard dei valori dei dati sperimentali. Come si può vedere dalle tabelle dei vari campioni di polvere analizzate nel capitolo III in cui sono riportati tutti i dati raccolti per ogni singola prova, i valori di deviazione standard sono da considerarsi trascurabili sui valori medi in base alla differenza di ordine di grandezza. In questi grafici ovviamente sono riportati i valori medi delle varie prove e non sono raffigurati i margini di deviazione standard proprio perché risulterebbero non visibili in questi scale di visualizzazione

In sintesi dalle precedenti considerazioni si può affermare che i grafici confermano l'attendibilità e la riproducibilità dei metodi e delle apparecchiature implementate. In realtà questa affermazione potrebbe essere non completamente accettabile per il fatto che tutti i valori di densità apparente raccolti non tengono conto delle proprietà intrinseche di ogni materiale, ad esempio la densità intrinseca del ferro peserà diversamente da quella della cellulosa.

Per questi motivi si è pensato di utilizzare un valore adimensionale denominato frazione volumetrica di solido (v) che tenga conto della densità intrinseca per ogni materiale e che in ogni caso rappresenti le caratteristiche del dato di densità apparente. Quindi a seconda di ogni densità apparente si avrà una relativa frazione volumetrica di solido che è stata costruita con le seguenti modalità:

$$v = \frac{\rho_{apparente}}{\rho_{intrinseca}} = 1 - \varepsilon \quad (4.1)$$

$$v_{dispersa} = \frac{\rho_{dispersa}}{\rho_{intrinseca}} ; \quad v_{battuta} = \frac{\rho_{battuta}}{\rho_{intrinseca}} ; \quad v_{versata} = \frac{\rho_{versata}}{\rho_{intrinseca}} \quad (4.2)$$

Dunque si sono elaborati i dati relativi alle densità, ottenendo dei valori adimensionali di frazioni volumetriche di solido e sempre con l'aiuto di Matlab si sono costruiti dei grafici concettualmente identici a quelli di figura 4.1, 4.2, 4.3, e che vengono esposti in figura 4.4, 4.5, 4.6. In pratica si ha il vantaggio di avere dei valori adimensionali all'interno di un range da 0 a 1, e soprattutto i valori sono "pesati" sulle caratteristiche intrinseche dei singoli materiali, in modo da poter fare un confronto più "oggettivo" sui metodi innovativi implementati.

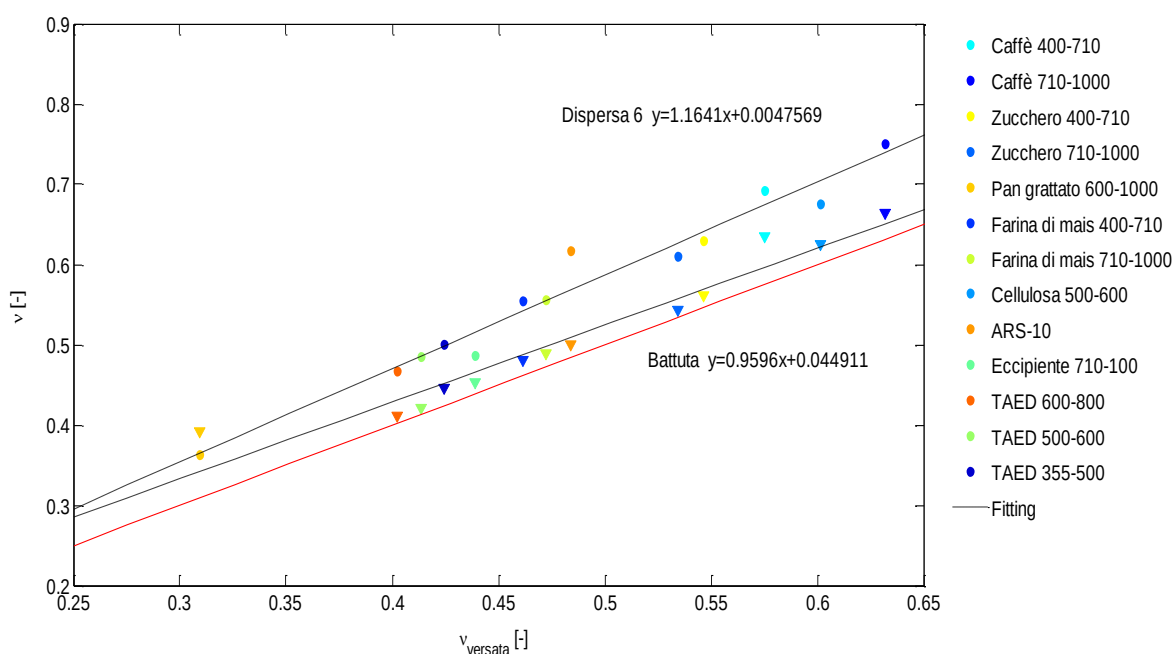


Figura 4.4 Grafico confronto tra serie $v_{dispersa}$ (d_{foro} 6 mm) e serie $v_{battuta}$ in relazione a $v_{versata}$ (d_{foro} 6 mm)

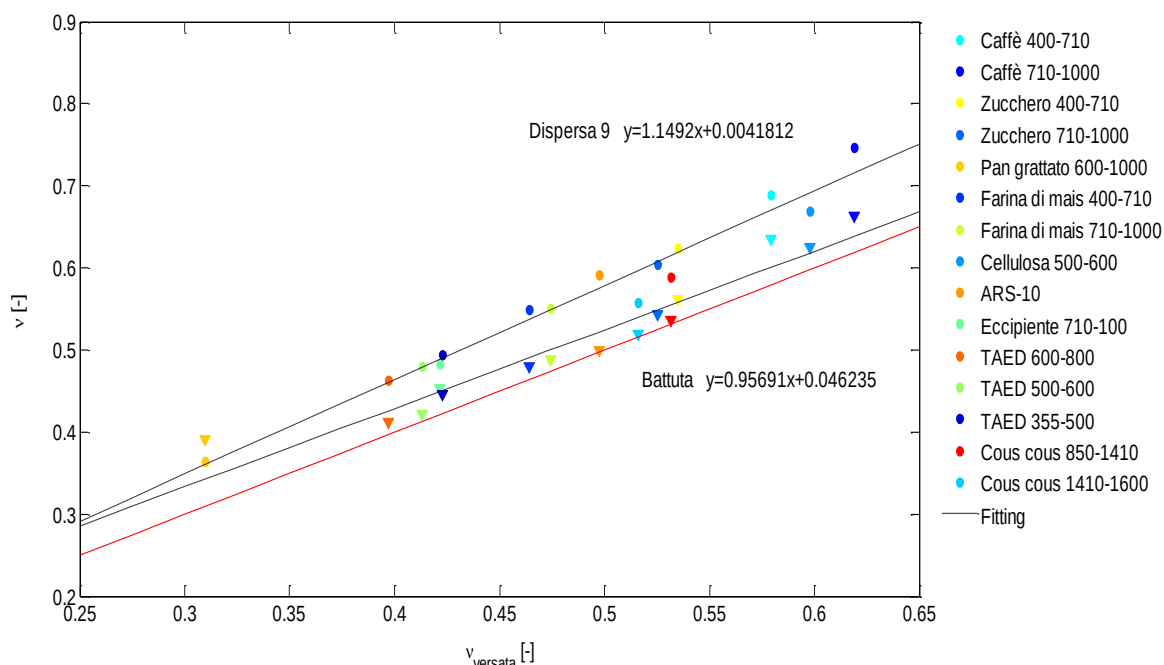


Figura 4.5 Grafico confronto tra serie $v_{dispersa}$ (d_{foro} 9 mm) e serie $v_{battuta}$ in relazione a $v_{versata}$ (d_{foro} 9 mm)

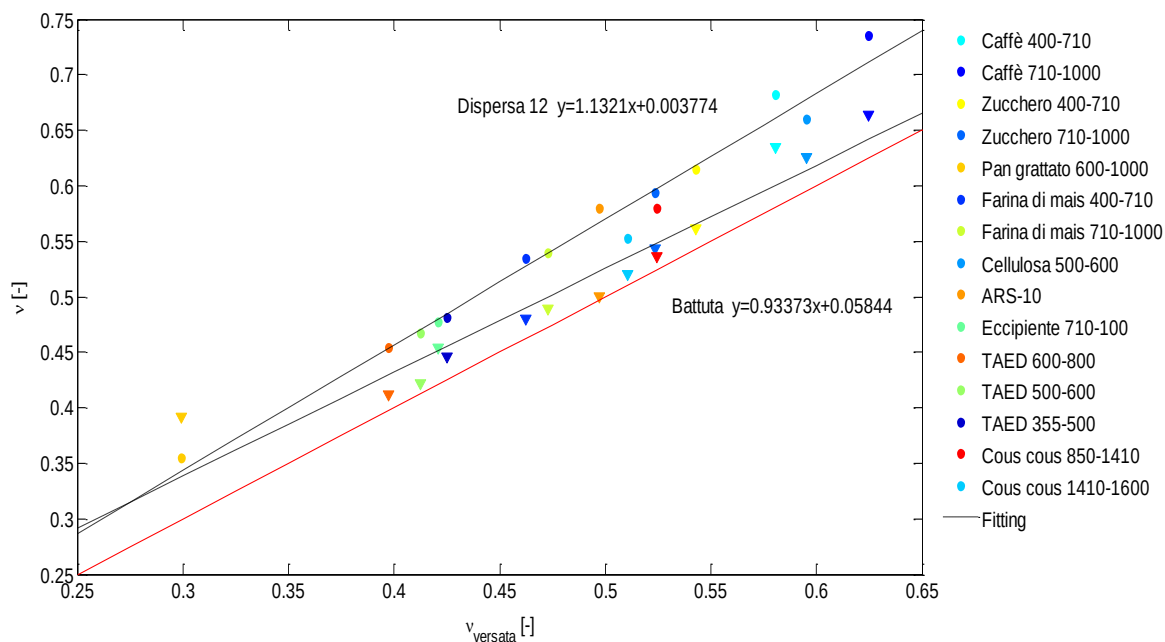


Figura 4.6 Grafico confronto tra serie $v_{dispersa}$ (d_{foro} 12 mm) e serie $v_{battuta}$ in relazione a $v_{versata}$ (d_{foro} 12 mm)

Innanzitutto si può subito notare che questi ultimi grafici a frazioni volumetriche di solido, oltre ai pregi già descritti, permettono una migliore visualizzazione dei singoli punti grazie proprio al *range* con cui sono stati costruiti. Inoltre si possono riscontrare tutte le altre notazioni viste con i grafici a densità apparente, cioè che i valori delle frazioni volumetriche di solido a densità dispersa sono quasi sempre maggiore (tranne

che per il solito pan grattato 600-1000) dei valori delle frazioni di solido a densità battuta e che tutti i valori rappresentati rimangono sopra la diagonale rossa. Di conseguenza l'ipotesi di attendibilità e qualità dei metodi innovativi viene maggiormente rafforzata.

In seguito i dati sperimentali verranno riportati sempre secondo l'elaborazione con le frazioni volumetriche di solido per seguire questa linea di "oggettività" improntata in questo paragrafo.

4.2 Effetto della portata sull'impaccamento

In questo paragrafo vengono esposti gli studi effettuati sull'effetto della portata nel grado di impaccamento di un letto di materiale granulare.

Si è partiti considerando gli studi effettuati da Poliquen et al (1997), in cui è evidenziato come la portata di materiale risulti uno dei parametri fondamentali per il controllo del grado di impaccamento del materiale granulare. Poliquen, utilizzando come materiale granulare delle sfere di vetro di diametro di 1980 μm e densità intrinseca di 2640 kg/m^3 , ha effettuato delle prove sperimentali in cui i granuli vengono versati per caduta e la portata di materiale varia attraverso l'utilizzo di fori di scarico con diametri differenti. In sintesi lo studioso francese ha osservato che la portata influisce in modo significativo sul grado di impaccamento, in particolare più la portata risulta bassa più la frazione volumetrica di solido sarà elevata (in modo non lineare), quindi sarà maggiore il grado di impaccamento. Inoltre ipotizza che questa condizione è dettata dal fatto che la bassa portata permette alla superficie libera della particelle di avere più tempo a disposizione per organizzarsi in un *pattern* regolare prima che venga coperta da nuove particelle versata dall'alto.

Avendo deciso di approfondire questo ambito di studio si è stati ispirati dalle modalità sperimentali da Poliquen nello sviluppo dei metodi di densità versata e dispersa. Infatti le apparecchiature costruite sono state pensate appositamente anche per lo studio dell'effetto della portata di materiale come è stato ben descritto nel capitolo II.

Inoltre Poliquen nei suoi studi si è limitato all'utilizzo di un solo materiale di forma regolare, mentre in questo lavoro si hanno a disposizione materiali granulari di diverso genere (farmaceutico, alimentare, metallurgica), dalla forma non regolare e polidispersi (cioè in ogni campione le dimensioni delle particelle sono distribuite all'interno di un *range*).

Dunque si sono incrociati i dati sperimentali ottenuti per tutte le prove di densità versata e dispersa con i dati di portata sperimentali effettuate con la stessa tramoggia a fondo piatto usati nelle apparecchiature di densità. I risultati sono esposti nelle tabelle del

capitolo III e in questo paragrafo sono stati esposti nei grafici i valori medi per poterli confrontare. Per ogni campione si sono fatte delle prove con 3 differenti portate rispettivamente per fori di scarico con diametro a 6 mm, 9 mm e 12 mm, ovviamente ogni campione avrà una sua portata sperimentale in g/s, a questi dati sono stati associati quelli raccolti con le misurazioni di densità versata e dispersa e rielaborati con i relativi valori di frazione volumetriche di solido. Nei grafici in figura 4.7 e 4.8, i punti corrispondono in ascissa alle portate sperimentali ($Q_{\text{sperimentale}}$ [g/s]) e in ordinata alle frazioni volumetriche di solido (v_{versata} [-] e v_{dispersa} [-]), inoltre i punti dello stesso campione a differenti portate sono uniti tramite una linea spezzata dello stesso colore per poter meglio visualizzare la serie. Ovviamente per ogni serie il punto con $Q_{\text{sperimentale}}$ più bassa corrisponde al dato con foro di scarico di 6 mm e di conseguenza gli altri punti corrispondono in ordine crescente ai fori di 9 mm e di 12 mm

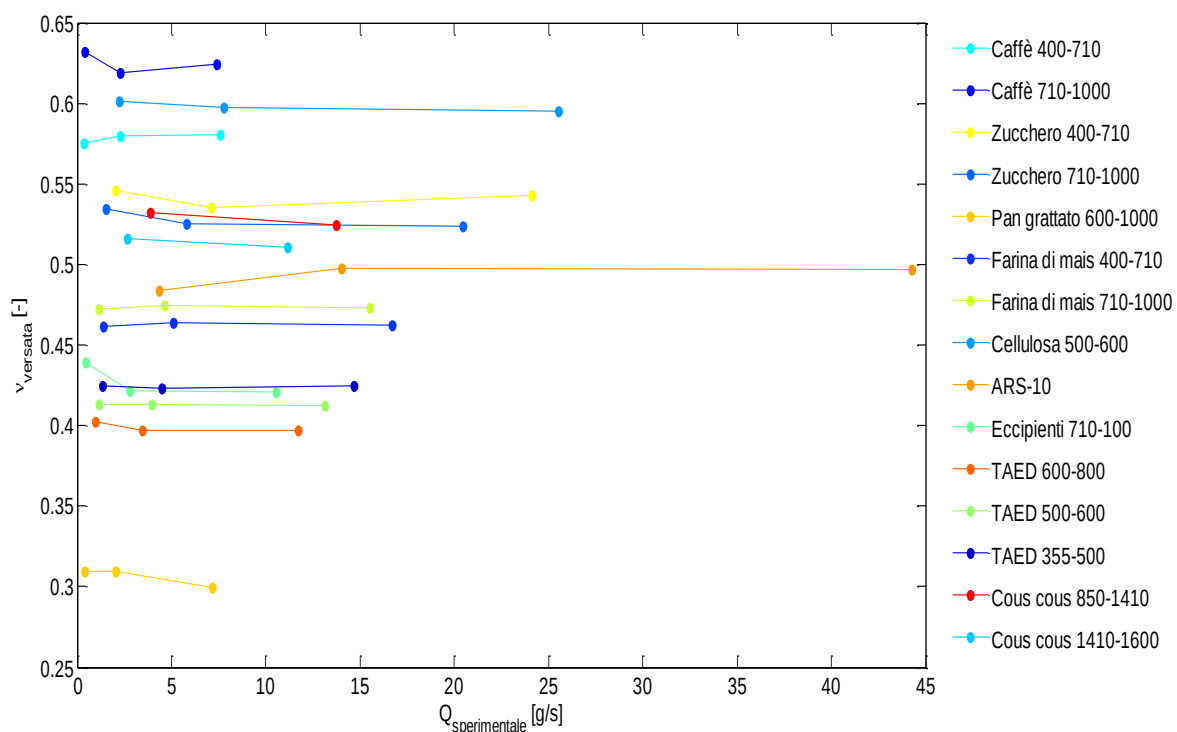


Figura 4.7 Grafico effetto portata per v_{versata}

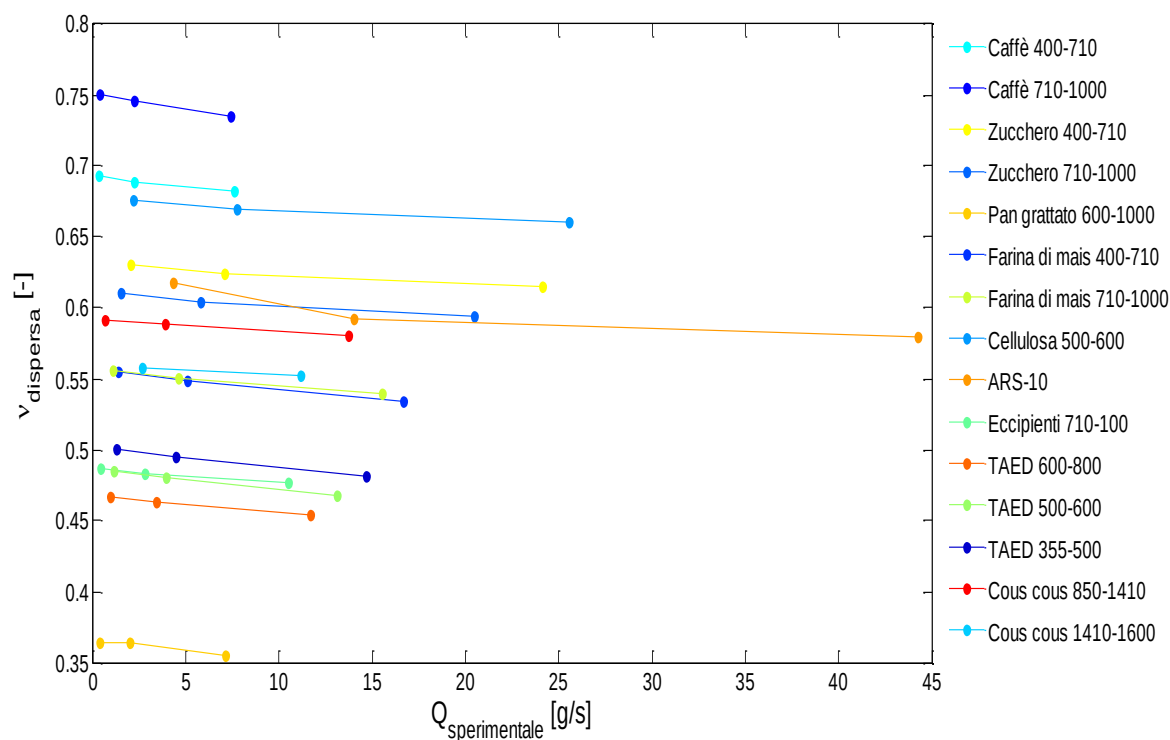


Figura 4.8 Grafico effetto portata per $v_{dispersa}$

Analizzando le linee spezzate che collegano i punti di una serie dello stesso campione del grafico di figura 4.7 si può notare che non ci sono particolari andamenti che possono accumulare tutte le serie, cioè gli andamenti di queste linee spezzate si sviluppano in modo differente per ogni serie, ci può essere un relazione sia crescente, che decrescente e anche non lineare tra la $v_{versata}$ e la $Q_{sperimentale}$. In pratica si può ipotizzare che non esiste un andamento costante da cui si possa ricavare una relazione o un modello unico per tutti i campioni tra la $v_{versata}$ e la $Q_{sperimentale}$.

Se invece si analizzano le linee spezzate delle serie di campioni del grafico di figura 4.8, si può notare che c'è un andamento comune nella relazione tra $v_{dispersa}$ e la $Q_{sperimentale}$ per tutti i materiali. Non si può affermare che ci sia una vera e propria linearità costante, però si può dire che esiste un comportamento semi-lineare per tutte le serie caratterizzato proprio da un "armonia" visiva. In pratica per tutti i campioni all'aumentare della $Q_{sperimentale}$ si ha un semi-lineare diminuzione di $v_{dispersa}$, quindi si ha un diminuzione del grado di impaccamento. In sostanza quest'ultima affermazione porta alle stesse conclusioni a cui si è giunti con il lavoro di Poliquen. Inoltre si osserva che questa linearità di comportamento, derivata dall'analisi di dati sperimentali, viene ulteriormente confermata dalla varietà in genere e forma dei campioni utilizzati, andando a rinforzare le ipotesi di Poliquen.

Il fatto che questo andamento lineare tra v_{dispersa} e $Q_{\text{sperimentale}}$ non sia riscontrato anche per la v_{versata} è presumibilmente da imputarsi all'apparecchiatura utilizzata per le misurazioni. Infatti Poliquen nelle sue prove sperimentali oltre a versare il materiale in un contenitore provvedeva a far vibrare il piano del contenitore per raggiungere un miglior impaccamento, creando un *pattern* di particelle più ordinato. Questo concetto è ripreso dall'apparecchiatura per la misurazione di densità dispersa, anche se viene raggiunto con modalità differenti (vedi cap. II), mentre nell'apparecchiatura per la densità versata non viene implementato questo sviluppo.

Un'ultima considerazione delle figure 4.7 e 4.8 è da farsi sui valori numerici di v che vengono raggiunti. Per la v_{versata} si raggiungono valori massimi in linea con i dati ottenuti da Poliquen, che si attestano attorno ad un massimo di v di 0,67, mentre per v_{dispersa} si raggiunge il valore massimo di circa 0,75 per il campione di Caffè 710-100 a d_{foro} 6 mm. Questo dato ci conferma la qualità dello strumento di densità dispersa nella capacità di ottenere un elevato grado di impaccamento, principale motivo per cui è stato sviluppato. Inoltre questi alti valori di impaccamento possono essere attribuiti al fatto che i materiali sono di forma non regolare, polidispersi in un intervallo dimensionale e di minore dimensione rispetto al campione utilizzato da Poliquen.

Per approfondire queste ultime considerazioni, si è deciso di analizzare le varie serie di v_{dispersa} per famiglie di campioni, definite come gli insiemi composti dai vari campioni di uno stesso materiale. In pratica si sono costruiti per ogni famiglia di campione gli stessi grafici con in ascissa i valori di $Q_{\text{sperimentale}}$ e in ordinata i valori di v_{dispersa} . Inoltre si sono tracciati a punto e linea degli andamenti aggiuntivi alle linee spezzate colorate che collegano della serie di uno stesso campione, per definire delle eventuali relazioni generali e tra le varie famiglie. Si sono analizzate la famiglia dei TAED, composta da 3 serie di campioni, la famiglia dello Zucchero e della Farina di Mais, tutte composte da 2 serie di campioni; i grafici sono esposti nelle seguenti figure 4.9, 4.10, 4.11.

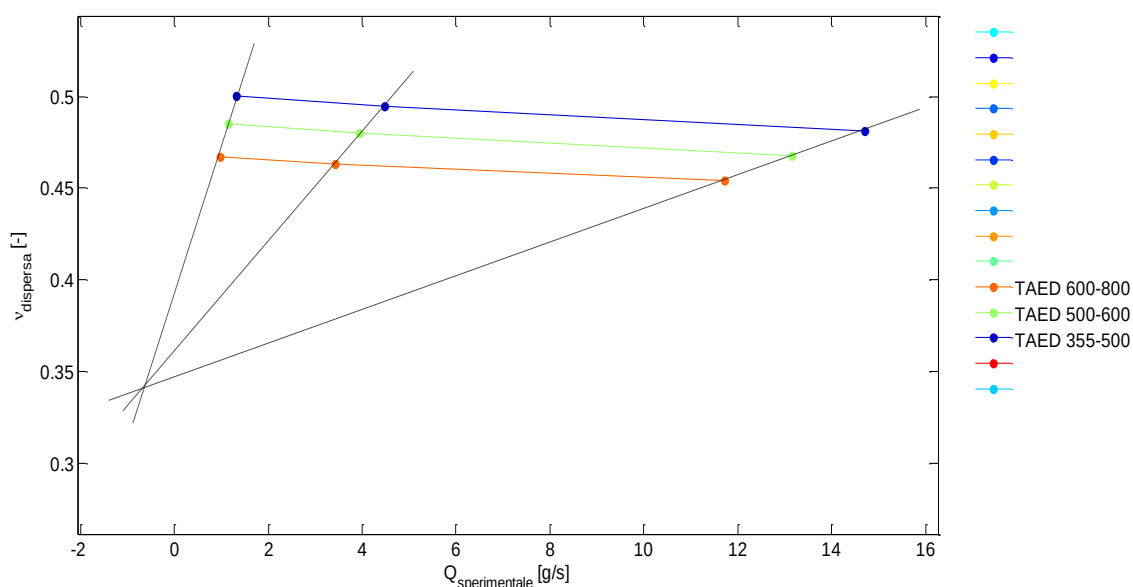


Figura 4.9 Grafico effetto portata per $v_{dispersa}$ per famiglia del TAED

Gli andamenti punto linea del grafico di figura 4.9 sono composti da 3 rette che passano rispettivamente per ogni punto della famiglia ottenuto con lo stesso diametro di foro di scarico. In pratica si ha una retta che passa per i 3 punti (essendo la famiglia del TAED composta da 3 serie di campioni) ottenuti con diametro di foro di scarico da 6 mm, un'altra per i punti da 9 mm e l'ultima per i punti da 12 mm. Le tre rette che si ottengono convergono in un punto, che sembra quasi il centro di un fascio di rette. Questa convergenza ottenuta con dei dati sperimentali non elaborati, ci permette di ipotizzare dei comportamenti comuni all'interno della famiglia del TAED. In sintesi, si può affermare che, questa convergenza lineare abbia la capacità di dimostrare che al diminuire delle dimensioni medie della particella si ha un aumento lineare costante di $v_{dispersa}$ e $Q_{sperimentale}$. In pratica al diminuire della dimensione del grano si ottiene un aumento proporzionale dell'organizzazione del pattern delle particelle sul letto e cioè un impaccamento più elevato. Inoltre, come ci si aspetta, al diminuire della dimensione del grano si ha anche un aumento della portata a parità di diametro di foro di scarico.

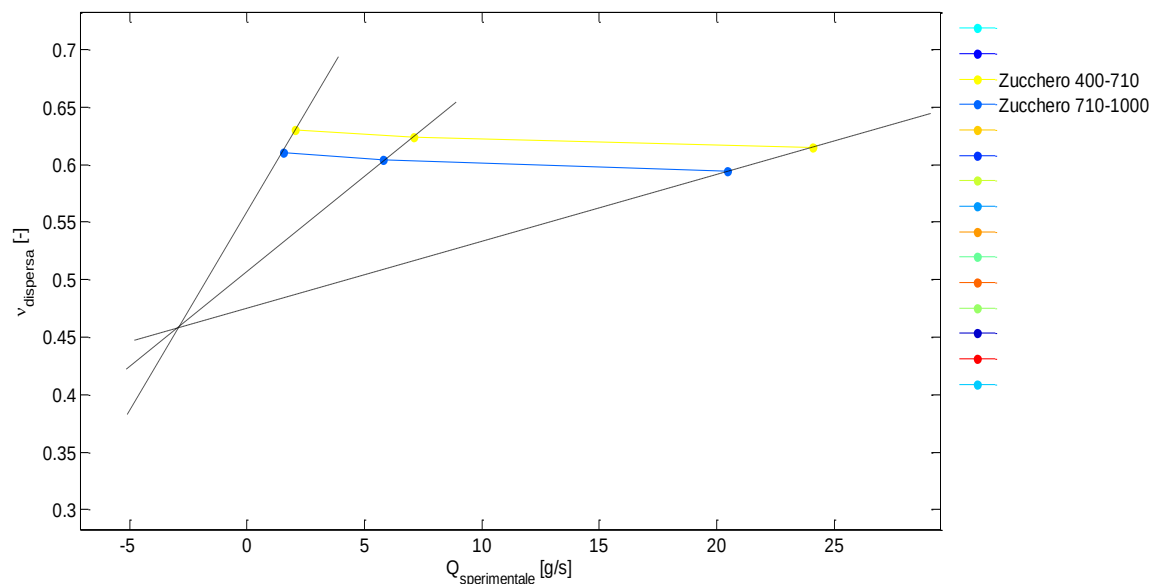


Figura 4.10 Grafico effetto portata per $v_{dispersa}$ per famiglia dello Zucchero

Gli andamenti delle rette punto linea (costruite come in precedenza), per la famiglia dello Zucchero del grafico di figura 4.10, portano alle stesse considerazioni fatte per la famiglia del TAED e ne rafforza le ipotesi presentate. Inoltre anche se non viene rappresentato con una figura si ha lo stesso comportamento per la famiglia del Cous cous.

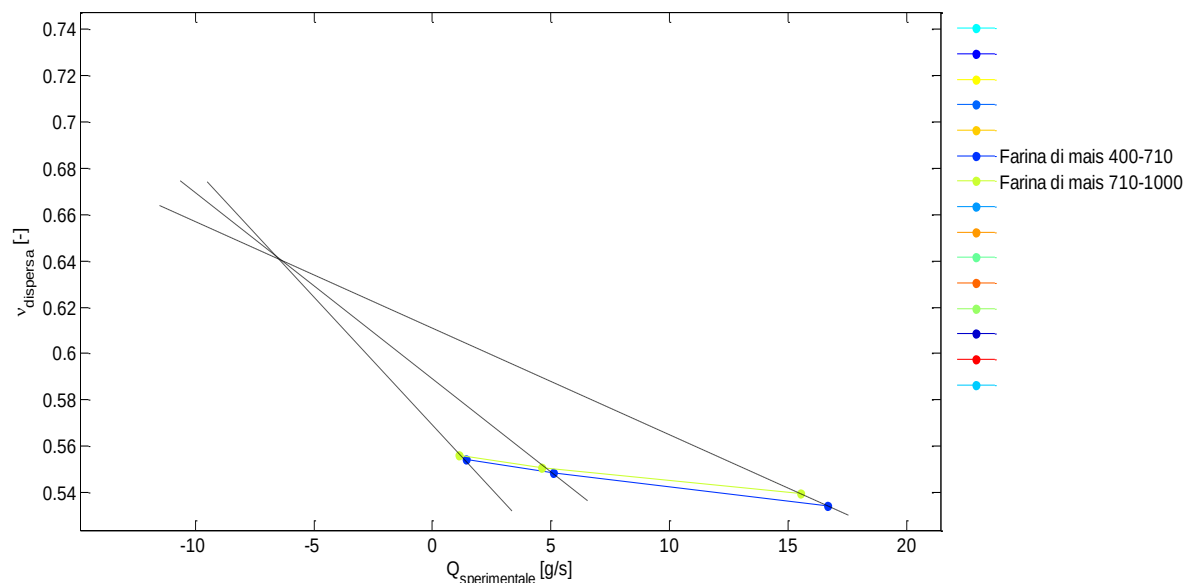


Figura 4.11 Grafico effetto portata per $v_{dispersa}$ per famiglia del Caffè

Analizzando il grafico di figura 4.11, costruito per analizzare la famiglia della Farina di Mais, si possono notare dei comportamenti diversi rispetto alle precedenti considerazioni.

Infatti le rette punto linea denotano un convergenza lineare con un andamento inverso rispetto a quello delle famiglie di TAED, Zucchero e Cous cous. In particolare da questa convergenza lineare si evince che al crescere del *size* della particella, si ha un crescita lineare del grado di impaccamento, definito da $v_{dispersa}$. Mentre la relazione tra $Q_{sperimentale}$ e *size* del grano rimane la stessa, cioè al diminuire del diametro medio della particella aumenta linearmente la portata. Il comportamento della farina di mais risulta differente dalle altre famiglie in contrasto con i comportamenti che ci si attendevano. In realtà è da sottolineare che i valori dei dati sperimentali tra le due serie della famiglia di farina di mais, sono molto ravvicinati, differenziano nell'ordine di circa 10^{-2} . Si può ipotizzare che proprio questa poca differenza nei valori tra le due serie, infici la qualità della convergenza lineare e le relative conclusioni che si ottengono. Inoltre la situazione di unicità rispetto agli altri materiali può essere un ulteriore prova per considerare in modo più marginale il comportamento della farina di mais rispetto al comportamento della altre famiglie.

Per quanto riguarda gli altri materiali non è possibile analizzarne gli aspetti delle famiglie in quanto le serie sono costituite da un unico campione per materiale.

Prima di trarre delle conclusioni complessive sull'effetto della portata sul grado di impaccamento, si è voluto elaborare i dati sperimentali delle portate per poter fare un ulteriore confronto con gli studi di Poliquen. Infatti i suoi dati di portata da cui trae le conclusioni sono espressi in flussi di particelle ovvero numero di particelle in relazione al tempo e alla superficie, definito come $N_{particelle}$ [particelle/s*cm²]. Per questi motivi si è cercato di elaborare i dati di portata sperimentale per ottenere dei dati di flusso di particelle. Per poter effettuare questa elaborazione si è ipotizzato che il flusso di particelle sia omogeneo su tutta la sezione di caduta, come avviene per l'apparecchiatura di densità dispersa. Dunque le portate sperimentali vengono elaborate solo per l'analisi con i dati di densità dispersa e proprio la superficie di riferimento per i calcoli è la sezione circolare del tubo di caduta di raggio (r) pari a 25 mm.. Per ricavare il flusso di particelle ($N_{particelle}$), si ha bisogno del volume di una singola particella (V) che si ricava dal diametro medio (d_{medio}) e dall'indice di sfericità (ϕ_s) della particella. Da questi si ricava il peso di una particella (m) attraverso la sua densità intrinseca ($\rho_{intrinseca}$), di conseguenza si ricava la portata particelle (Q) attraverso i dati di portata sperimentale e infine si ricava il flusso particelle attraverso la sezione di riferimento. I passaggi per ricavare i vari N sono descritti nelle seguenti equazioni:

$$V = \frac{\pi d_{medio} \phi_s}{6} \quad (4.3)$$

$$m = \rho_{intrinseca} V \quad (4.4)$$

$$Q = \frac{Q_{sperimentale}}{m} \quad (4.5)$$

$$N_{particelle} = \frac{Q}{\pi r^2} \quad (4.6)$$

Si può facilmente intuire che per ogni campione si è ottenuto un suo specifico flusso derivato dal valore sperimentale della portata. Questi dati sono stati graficati in figura 4.12 in relazione a $v_{dispersa}$ con le stesse modalità utilizzate per i grafici con la portata sperimentale, con unica eccezione di aver utilizzato una scala logaritmica per l'asse delle ascisse, per poter visualizzare meglio i risultati.

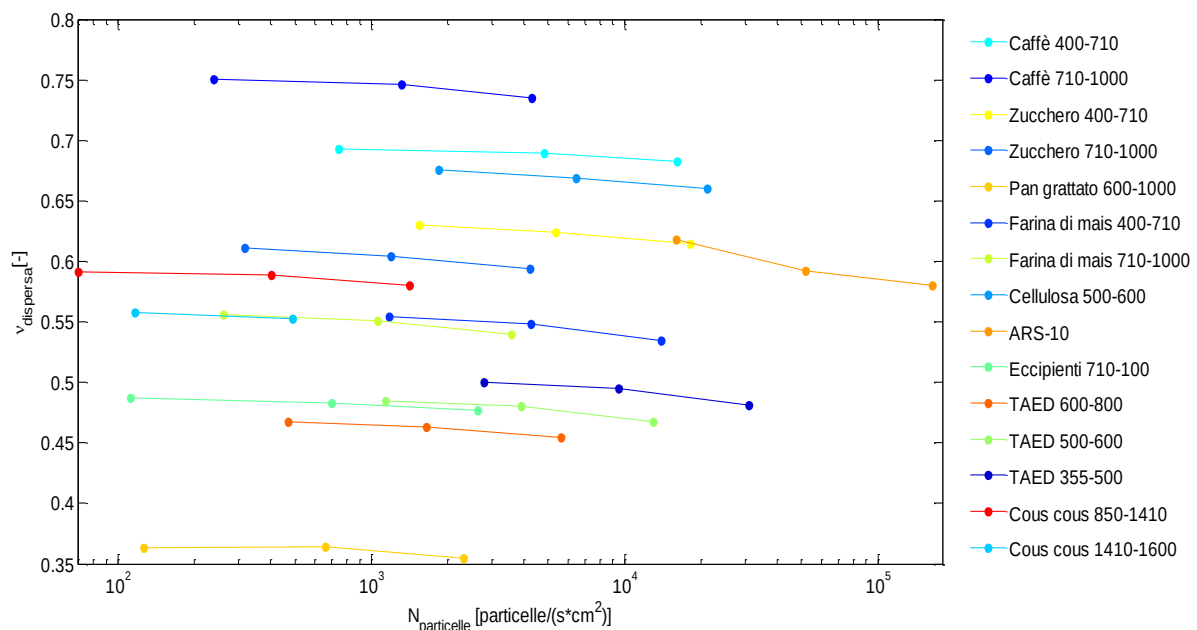


Figura 4.12 Grafico effetto portata per $v_{dispersa}$ con utilizzo di $N_{particelle}$

Per quanto riguarda l'analisi che si sta sviluppando in questo paragrafo il grafico di figura 4.12 presenta le stesse peculiarità riscontrate nel grafico di figura 4.8, quindi si possono trarre le stesse conclusioni sia generali che per famiglie di campioni sull'effetto della portata nel grado di impaccamento. Si è voluto costruire questo grafico per approfondire il confronto con i risultati ottenuti con Poliquen e si può affermare che le conclusioni ipotizzate finora rimangono confermate ed eventualmente rafforzate. In particolare si può dire che sembra più opportuno per fare un'analisi critica utilizzare i grafici che riportano la portata sperimentale, poiché i valori che si utilizzano sono meno elaborati (essendo solo sperimentali "diretti") e non si è costretti ad utilizzare una scala logaritmica che potrebbe falsare la visualizzazione di eventuali relazioni e convergenze lineari.

In conclusione in base all'analisi e alle considerazioni fatte in questo paragrafo si può affermare che per l'apparecchiatura implementata per la misurazione di densità dispersa risulta molto efficace nella valutazione dell'effetto della portata sul grado di impaccamento. Questa considerazione è confermata dalla uniformità di comportamento dei molti dati di densità dispersa analizzati, sia in generale che per famiglie di campioni. Inoltre indipendentemente dal genere e dalla forma del campione si è evidenziato un andamento in sintonia con le considerazioni fisiche di Poliquen sull'influenza del tempo che si dà alle superfici libere di particelle per potersi organizzare in un pattern regolare.

Partendo da questa considerazione si può ipotizzare la possibilità di costruire un modello generalizzato indipendente dai materiali, che sia capace di inglobare gli effetti del tempo di organizzazione delle particelle in funzione del grado di impaccamento.

Risulta ragionevole ipotizzare che questo tempo di organizzazione non sia influenzato solo dalla portata (Q), ma anche da altri parametri come il coefficiente di restituzione elastica della particelle (e) e la velocità di caduta o impatto della particella (v_{caduta}).

Dunque, volendo semplificare il grado di impaccamento con la frazione volumetrica di solido (v), per ipotesi si può definire il tempo di organizzazione delle particelle come un parametro adimensionale chiamato $\tau_{organizzazione}$. Quest'ultimo può essere costruito in funzione di altri due parametri adimensionali: un tempo di "arrivo" τ_{arrivo} , caratterizzato dall'effetto della portata e un tempo di "rilassamento" $\tau_{rilassamento}$ caratterizzato dall'effetto del coefficiente di restituzione e della velocità di caduta.

In sintesi questa ipotesi di modello si può riassumere con le seguenti equazioni:

$$v = f(\tau_{organizzazione}) \quad (4.7)$$

$$\tau_{organizzazione} = f(\tau_{arrivo}, \tau_{rilassamento}) \quad (4.8)$$

$$\tau_{arrivo} = f(Q); \quad \tau_{rilassamento} = f(e, v_{caduta}) \quad (4.9)$$

Per il momento in questo lavoro di tesi non si è riusciti a trovare delle interessanti relazioni generali che diano un significato fisico al modello ipotizzato. Si crede, però, che attraverso ulteriori studi si potrebbe trovare un modello generalizzato abbastanza credibile partendo da questi idee.

4.3 Sviluppo di indici di scorrevolezza basati sui rapporti di densità apparenti

Gli studi presentati sullo sviluppo di apparecchiature di misurazione di densità apparente, le relative discussioni sui meccanismi di impaccamento e sulla capacità di ottenere un impaccamento elevato senza compattazione introducono l'argomento finale di questa tesi. In sintesi, con i dati sperimentali raccolti, si è cercato di rafforzare e sviluppare le conclusioni a cui è giunto Santomaso (2003) in merito alla capacità descrittiva degli indici di scorrevolezza dei materiali granulari basati sui rapporti di densità apparente.

Nell'ottica della quantificazione della scorrevolezza, dai dati sperimentali si sono ricavati due indici adimensionali: l'*Hauser ratio*, HR, e il *Packing ratio*, PR, costruiti secondo le seguenti modalità:

$$HR = \frac{\rho_{battuta}}{\rho_{versata}} ; \quad PR = \frac{\rho_{dispersa}}{\rho_{versata}} \quad (4.10)$$

Il rapporto adimensionale di Hausner, (HR) è sicuramente il più conosciuto e utilizzato, grazie alla sua buona capacità di comparare le condizioni di impaccamento per uno stesso materiale. L'HR è definito come il rapporto tra la densità battuta e la densità versata.

L'HR è basato sui valori di $\rho_{battuta}$ al numeratore, per questo viene considerato molto dipendente dall'operatore che esegue la prova e di conseguenza il suo utilizzo può essere critico per applicazioni industriali. Queste considerazioni sono supportate dalle indagini sperimentali sulle misurazioni di densità, riportate nel capitolo II, dunque si può affermare che i limiti descrittivi di HR sono connessi con le misurazioni di densità battuta. Come si è già detto, le misurazioni di densità battuta sono parzialmente standardizzate e anche quando vengono indicate rimangono abbastanza ambigue. In questo studio è stato utilizzato un metodo manuale, in cui le frequenze e l'intensità dei colpi non sono risultati sempre costanti, appunto perché sono dipendenti dall'operatore, e il numero dei colpi fissato, non è detto che abbia lo stesso effetto su materiali. Quindi la maggior criticità della procedura di densità battuta ricade nella bassa capacità di controllare l'impaccamento ottenibile, che potrebbe causare degli indesiderati fenomeni di compattazione; se per esempio l'azione è troppo forzata le particelle potrebbero modificare la loro forma.

L'altro indice, il *Packing ratio*, PR, definito come il rapporto tra densità dispersa e versata, è stato ideato da Santomaso (2003), per superare le criticità di HR, pur mantenendo le stesse caratteristiche concettuali di impostazione. Infatti l'idea che sta dietro a questi indici di scorrevolezza è la comparazione tra una condizione di *loose random* e *dense random packing*. Nel caso del PR si è utilizzato al numeratore il valore

di densità dispersa, rappresentate della condizione di *dense random packing*, al posto della densità battuta. Le caratteristiche della densità dispersa sono ampiamente riportate nel capitolo II.

Dagli studi di Santomaso emerge che il PR abbia un maggior capacità di comparare due configurazioni a differente grado di impaccamento, risultando più sensibile alla variazioni tra un comportamento scorrevole e uno coesivo, mentre HR fa un distinzione in classi più che in gradi di scorrevolezza.

Queste considerazioni preliminari verranno riprese in seguito, dopo l'analisi dei dati ottenuti in questo lavoro, che sono presentati in tabella 4.1.

Tabella 4.1 Dati di indici di scorrevolezza, HR, PR e α_r per tutti campioni

	HR [-]			PR [-]			α_r [°]
	d _{foro} 6	d _{foro} 9	d _{foro} 12	d _{foro} 6	d _{foro} 9	d _{foro} 12	
Caffè 400_710	1,104	1,096	1,093	1,204	1,189	1,175	43,0
Caffè 710_1000	1,051	1,073	1,063	1,188	1,206	1,177	41,6
Zuccherò 400_710	1,028	1,050	1,035	1,154	1,166	1,132	36,2
Zuccherò 710_1000	1,016	1,034	1,038	1,131	1,131	1,143	37,9
Pan Grattato 600_1000	1,266	1,303	1,309	1,175	1,212	1,186	43,2
Farina di mais 400_710	1,042	1,036	1,040	1,202	1,182	1,156	37,1
Farina di mais 710_1000	1,036	1,031	1,035	1,177	1,161	1,142	36,7
Cellulosa 500_600	1,040	1,047	1,051	1,123	1,119	1,109	29,4
ARS-10	1,034	1,006	1,007	1,276	1,190	1,167	36,7
Ecc. Farmac. 710_1000	1,034	1,077	1,079	1,109	1,146	1,134	39,7
TAED 600_800	1,024	1,038	1,037	1,161	1,167	1,144	29,2
TAED 500_600	1,021	1,038	1,037	1,173	1,162	1,133	36,1
TAED 355_500	1,051	1,055	1,050	1,178	1,170	1,132	27,2
Cous Cous 850_1410	-	1,009	1,023	1,098	1,108	1,107	35,8
Cous Cous 1410_1600	-	1,008	1,019		1,082	1,082	34,5

Se si fa riferimento alla già citata classificazione di De Jong (1999) sugli indici di scorrevolezza (tabella 4.2), si può evidenziare che i campioni analizzati in questo lavoro risultano tutti classificabili come scorrevoli. Infatti dai valori ottenuti dagli indici di tabella 4.1, per nessun campione l'HR supera l' 1,25 e l'angolo di riposo supera i 45 ° ad eccezione dell' α_r del Pan grattato 600-1000 che si avvicina molto al limite, perché la

barra di errore su questa misura è di circa $\pm 1^\circ$. Quindi si può affermare che i materiali risultano *free-flowing* e *excellent flowing* secondo gli intervalli di De Jong.

Tabella 4.2 *Classificazione di scorrevolezza di De Jong (1999) attraverso gli intervalli di applicabilità di alcuni indici comuni*

	ff [-]	HR [-]	α_r [°]
Non flowing	< 2	> 1.4	> 60
Cohesive	2-4	> 1.4	> 60
Fairly free flowing	4-10	1.25-1.4	45-60
Free flowing	> 10	1-1.25	30-45
Excellent flowing	> 10	1-1.25	10-30
Aerated	> 10	1-1.25	< 10

Analizzando ulteriormente i dati di Tabella 4.1, si è deciso di fare un grafico di confronto tra i valori di HR e PR per ciascun campione. Si ottengono tre grafici, riferiti ai tre diametri di foro di scarico utilizzati per ottenere i dati, in cui i valori degli indici sono riportati in ordinata per il relativo materiale in ascissa. I punti dello stesso indice sono collegati da una linea spezzata di colore blu per HR e rossa per PR, in modo da visualizzare gli andamenti degli indici.

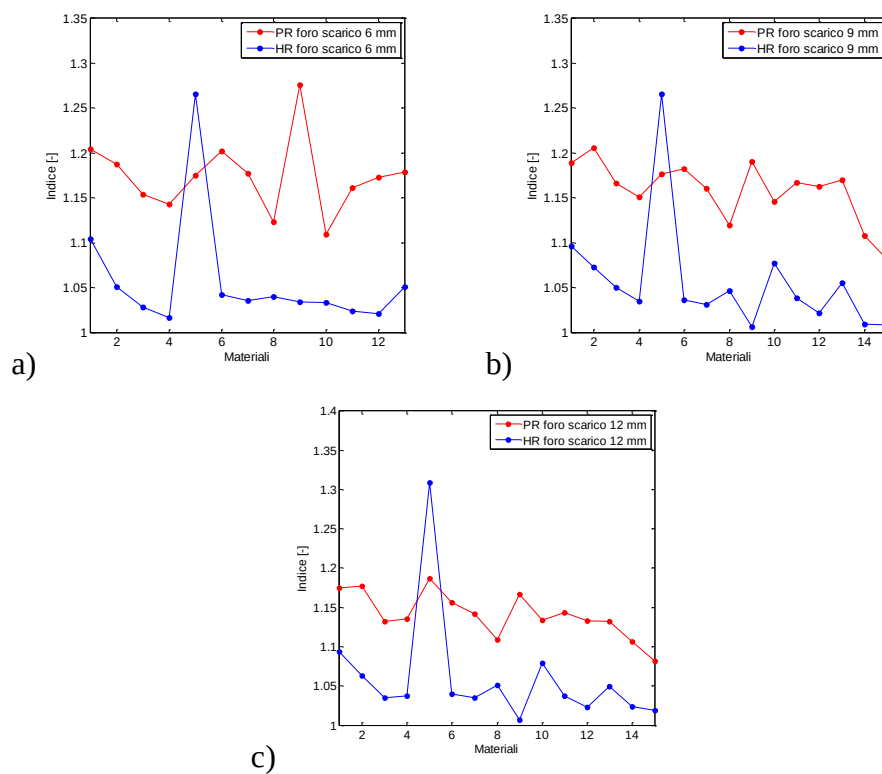


Figura 4.13 Grafici confronto valori HR e PR. a) Dati per $d_{\text{foro}} 6 \text{ mm}$, b) Dati per $d_{\text{foro}} 9 \text{ mm}$, c) Dati per $d_{\text{foro}} 12 \text{ mm}$

Come era lecito attendersi i valori di PR sono costantemente superiori ai valori di HR, per tutti e tre i diametri di foro utilizzati, infatti come si era già visto nel primo paragrafo di questo capitolo, i valori di densità dispersa sono costantemente più elevati rispetto ai valori di densità battuta. L'analisi dei tre grafici di figura 4.13 sono un'ulteriore conferma sulla qualità e riproducibilità della procedura e dell'apparecchiatura di densità dispersa.

Ci sono da rilevare alcune eccezioni, la prima è ben visibile tramite dei picchi negli andamenti di HR rappresentati dai dati del Pan grattato 600-1000, infatti i suoi valori di HR sono superiori a quelli di PR in tutti e tre i grafici. Questa situazione era prevedibile, visto che nei precedenti paragrafi si era notato che i valori di densità battuta del Pan grattato 600-1000 risultavano superiori a quelli di densità dispersa. Il comportamento di questo campione risulta anomalo rispetto agli altri, perché se si va a vedere il valore del suo angolo di riposo ($43,2^\circ$) si nota che secondo la classificazione di De Jong risulta molto vicino al limite del *free-flowing*, quindi potrebbe presentare un comportamento differente. Molto probabilmente questa eccezione è dovuta al fatto che nelle prove di densità battuta il materiale vada oltre l'impaccamento subendo una compattazione, cioè una modifica della forma di particella che permette il raggiungimento di alti valori di

densità. Questa situazione è da evitarsi, poiché i dati risultano falsati per gli studi di impaccamento che si stanno effettuando, come conferma la presenza del picco nell'andamento di HR, in corrispondenza del Pan grattato 600-1000. Questa anomalia conferma i problemi della procedura di densità battuta e verrà riscontrata anche nelle seguenti elaborazioni dei dati.

L'altra eccezione è il picco nell'andamento di PR per diametro di scarico 6 mm che rappresenta il campione ARS-10. In questo caso si può ipotizzare un'anomalia sperimentale forse dovuto ai valori della dimensione dei grani, che risultano i più piccoli tra tutti i campioni.

Terminate queste considerazioni preliminari sui valori, si è deciso di analizzare i confrontare dati degli indici di HR e PR utilizzando come scala indipendente di scorrevolezza un altro indice, l'angolo di riposo, i cui dati sono ottenuti con una procedura standard descritta nel capitolo II. Quindi sono stati riportati tutti i dati sperimentali, senza distinzioni tra diametri di fori di scarico, nei due grafici in figura 4.14 e 4.15, i cui punti rappresentano in ordinata i valori, rispettivamente per ogni grafico, di HR e PR e in ascissa i valori dell'angolo di riposo.

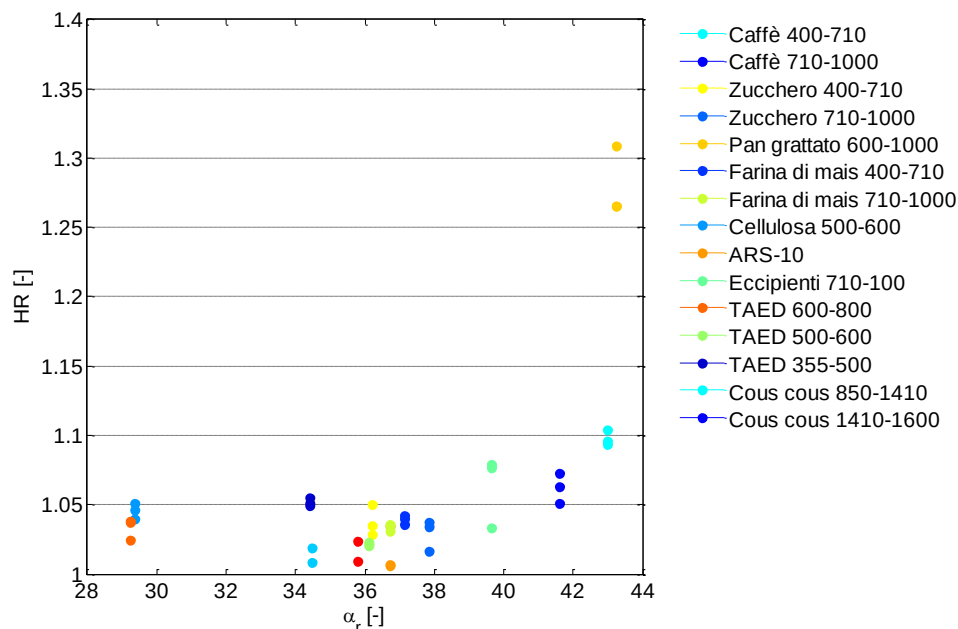


Figura 4.14 Grafico HR vs. angolo di riposo per tutti i campioni sperimentali

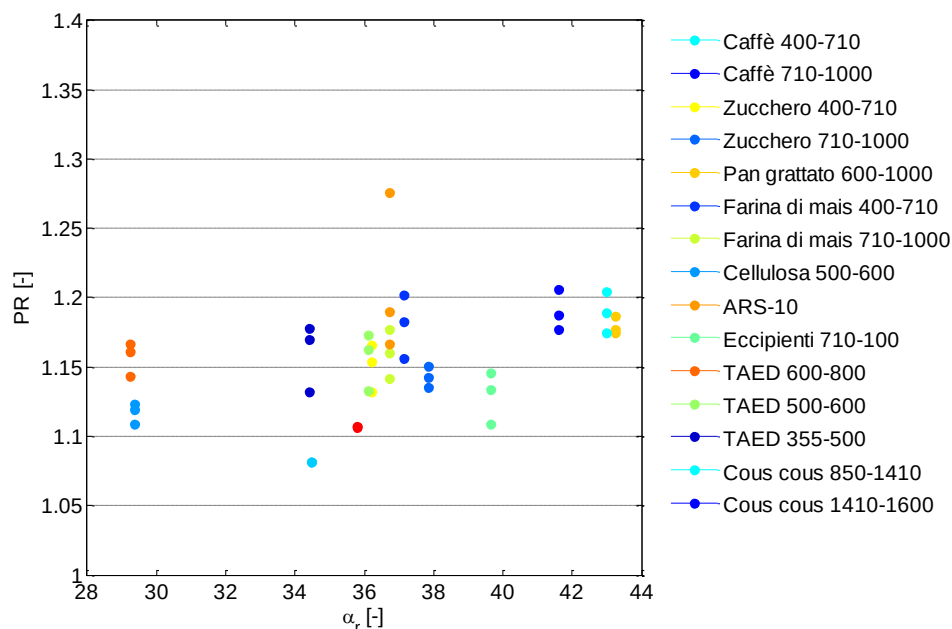


Figura 4.15 Grafico PR vs. angolo di riposo per tutti i campioni sperimentali

Nella figura 4.14, si può notare il *range* di valori degli angoli di riposo dei vari campioni sia abbastanza ampio, tra i 28° e 44°, nonostante i materiali siano tutti considerati *free-flowing*. Invece i valori degli indici di HR rimangono intorno a 1,05 (sempre ad eccezione del Pan grattato 600-100), pur essendoci una variazione degli angoli di riposo di quasi 20°. Questa considerazione è fondamentale nel definire l'indice HR come poco sensibile alla variazione del grado di scorrevolezza. Infatti come si vede anche dalla tabella 4.2 di De Jong, l'indice HR non distingue le ultime 3 categorie di differenti gradi di scorrevolezza, mentre l'angolo di riposo riporta significative differenze tra queste categorie.

Analizzando i dati di figura 4.15, si nota una variazione più ampia tra i valori di PR, all'interno dello stesso intervallo tra i valori degli angoli di riposo (circa 20°). I valori di PR variano tra 1,1 e 1,2 con un andamento leggermente crescente, pur rimanendo sempre all'interno della categoria dei materiali *free-flowing*. Unica eccezione è un punto del campione ARS-10 per diametro di scarico 6 mm, che era già emersa nei precedenti grafici e come si è già detto è da ritenersi un'anomalia sperimentale forse dovuta ai valori del *size* dei grani di questo campione. Se tralasciamo quest'ultima considerazione si può affermare che il PR sia più sensibile alle variazioni di scorrevolezza, caratteristica legata sicuramente all'introduzione della densità dispersa.

Per approfondire le analisi esposte si ha bisogno di una gamma di materiali, per cui si è deciso di utilizzare i dati dei campioni analizzati da Santomaso (2003), in cui

ci sono anche materiali dal comportamento coesivo. I valori degli indici di scorrevolezza ricavati da questi dati sono esposti in tabella 4.3

Tabella 4.3 *Indici di scorrevolezza dai dati dei campioni di Santomaso (2003)*

	HR [-]	PR [-]	$\rho_{dispersa} / \rho_{battuta}$	$\alpha_r [^\circ]$
ballottini d88	1,048	1,087	1,037	28,5
ballottini d177	1,054	1,099	1,042	25,5
iron d177	1,060	1,127	1,064	29,3
iron d710	1,062	1,109	1,044	27,5
sand d200	1,057	1,138	1,076	34,9
sand d300	1,064	1,157	1,087	35,5
TAED d425	1,093	1,170	1,070	37,4
TAED d500	1,053	1,175	1,116	38,5
TAED d1000	1,068	1,148	1,075	41,0
sol.barley rh40%	1,351	1,234	0,913	54,8
lactose rh35%	1,676	1,373	0,820	68,5
lactose rh40%	1,656	1,494	0,902	67,0
lactose rh45 %	1,668	1,428	0,856	74,1
lactose rh52%	1,675	1,376	0,821	70,1
lactose rh60%	1,620	1,493	0,921	76,9
lactose rh70%	1,674	1,560	0,932	79,0
cellulose rh56%	1,280	1,180	0,922	53,0
cellulose rh78%	1,278	1,194	0,935	51,0
starch rh52%	1,458	1,357	0,931	64,0
starch rh82%	1,728	1,483	0,858	79,0
gypsum rh52%	1,670	1,386	0,830	67,0
gypsum rh82%	1,715	1,420	0,828	67,0
starch1500 rh43%	1,289	1,216	0,943	50,7

Dunque i dati degli indici dai dati di Santomaso, sono stati aggiunti ai dati raccolti sperimentalmente per un totale di 66 campioni da elaborare, che chiameremo complessivamente “dati globali”. Nella seguente figura 4.16 sono esposti in un grafico gli andamenti dei valori degli indici PR e HR per i dati globali.

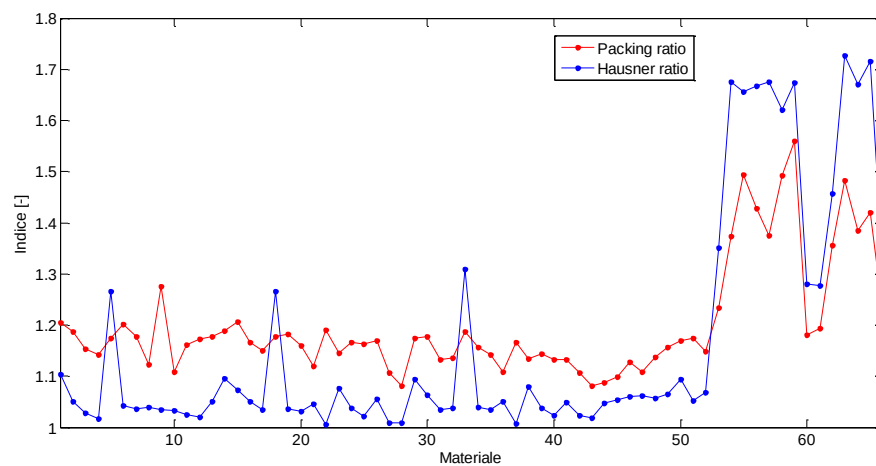


Figura 4.16 Grafici confronto valori HR e PR. di tutti i dati globali

Analizzando gli andamenti degli indici rappresentato dagli andamenti delle linee spezzato, si può notare che per i materiali dal comportamento coesivo (posti dal valore 53 a 66 in ascissa) i valori di HR sono superiori a quelli di PR, assumendo un andamento opposto rispetto ai materiali *free-flowing*. In pratica i valori di densità battuta sono più elevati rispetto ai valori di densità dispersa.

Proseguendo nell'elaborazione dei dati globali si sono costruiti dei grafici analoghi a quelli delle figure 4.14 e 4.14 per confrontare gli indici HR e PR tramite la scala indipendente di scorrevolezza, rappresentata dall'angolo di riposo. In particolare in figura 4.17 si sono graficati tutti i dati globali per gli indici HR (punti blu) e PR (punti rossi) insieme, senza fare distinzioni tra i materiali.

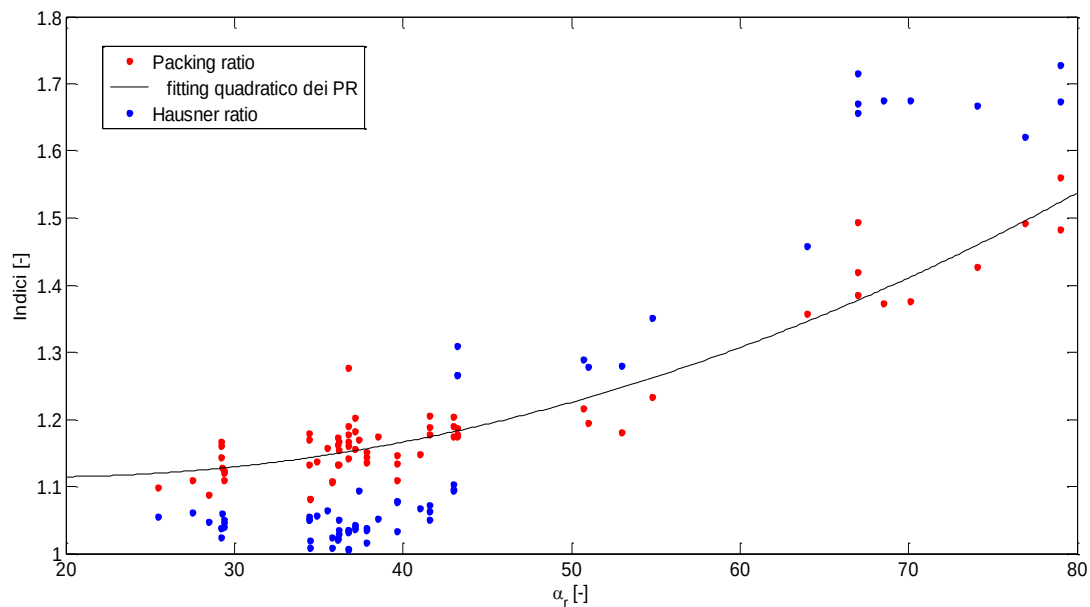


Figura 4.17 Grafico HR e PR vs. angolo di riposo per tutti i dati globali

In questo grafico risulta più evidente la differenza di comportamento tra materiali *free-flowing* e quelli coesivi. Infatti per angoli di riposo superiori a 45° (valori di confine tra comportamento *free-flowing* e coesivo proposto da De Jong), si nota che i valori di HR sono superiori a quelli di PR, ad eccezione del solito Pan grattato 600-1000. Questa ulteriore prova, conferma che gli indici HR e PR basati sui rapporti di densità sono effettivamente capaci di misurare la scorrevolezza, e per di più utilizzati insieme sono in grado di dare un'informazione precisa sul comportamento coesivo o meno di un materiale.

Inoltre approfondendo il discorso sulla sensibilità al grado di scorrevolezza degli indici si è fatto un *fitting* quadratico dei dati di PR, che dimostra come i valori di questi indici siano distribuiti secondo un andamento costante in modo crescente all'aumentare dell'angolo di riposo. Mentre per i dati di HR non si può estrapolare un andamento uniforme con una variazione continua, confermando il fatto che questo indice è capace di distinguere solo classi di scorrevolezza e non il grado di scorrevolezza, quindi perde sensibilità descrittiva per ampie classi di materiali.

Per visualizzare meglio l'andamento costante e crescente del PR nei confronti dell'angolo di riposo si è deciso di graficare in figura 4.18 i dati di PR con i valori di radice quadrata della tangente dell'angolo di riposo $[\tan(\alpha_r)]^{1/2}$.

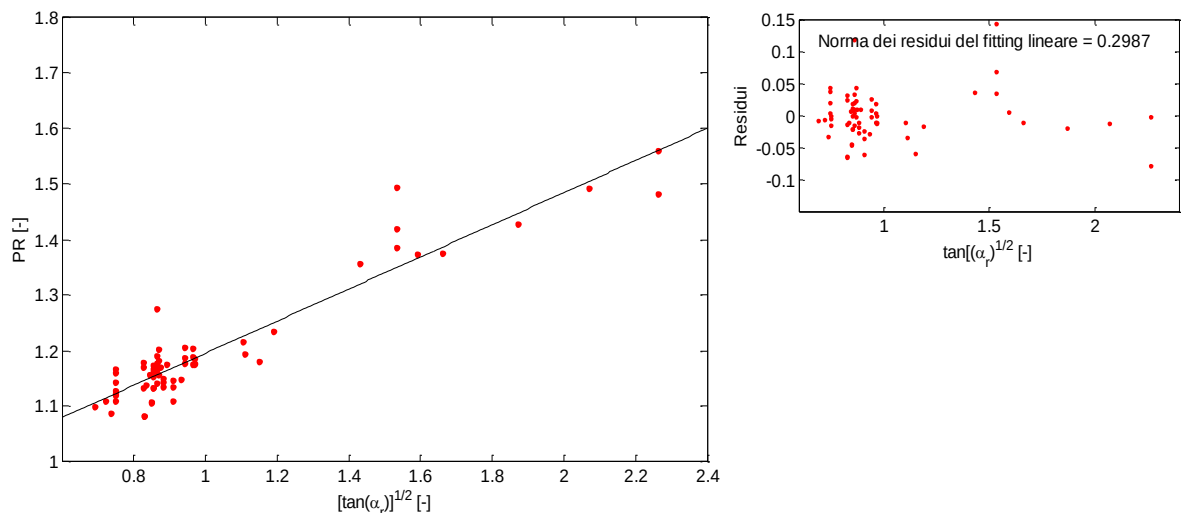


Figura 4.18 Grafico PR vs. $[\tan(\alpha_r)]^{1/2}$ per tutti i dati globali e relativo grafico dei residui sul fitting lineare dei dati

Attraverso le modalità con cui si è costruito il grafico di figura 4.18 è possibile estrapolare un andamento lineare crescente dei valori di HR, considerando il valore della norma dei residui del *fitting* pari a 0,299 abbastanza bassa visto che i valori sono sperimentali. Questa linearità rafforza le ipotesi sulla sensibilità del PR, in pratica questo indice risulta efficace nella capacità descrittiva del grado di scorrevolezza.

L'indice HR compara due metodi che non sono basati su uno stesso meccanismo fisico, infatti si può affermare che le procedure per ottenere la densità battuta possono causare delle compattazioni, mentre utilizzando la densità versata difficilmente si verificano queste situazioni proprio per le modalità su cui si basa la misurazione. In sintesi, anche dalle analisi svolte finora si può dire che HR sarà in parte sensibile al grado di compattamento e in parte a quello di impaccamento, e dunque, per questa ragione, capace di descrivere la scorrevolezza solo in classi.

Dall'altra parte invece la densità dispersa è stata progettata in modo da prevenire ogni possibile forma di compattazione, quindi venendo accoppiato alla densità versata in un indice, si può affermare che il PR sia in grado di descrivere il puro effetto dell'impaccamento. Un'ulteriore conferma di questa affermazione può essere la variazione lineare del PR in funzione dell'angolo di riposo, come mostrato in figura 4.18. Il confine tra l'impaccamento, la compattazione e le relazioni con la scorrevolezza sono difficili da definire, però si ritiene che unendo i due indici HR e PR si possa ottenere una sorta di classificazione o misura della propensione di un materiale all'impaccamento e alla compattazione. Gli studi di Santomaso suggeriscono un rapporto tra PR e HR per

creare un indice adatto allo scopo, formato dal rapporto tra densità dispersa e densità battuta:

$$\frac{PR}{HR} = \frac{\rho_{dispersa}}{\rho_{battuta}} \quad (4.11)$$

L'andamento di questo nuovo indice per classificare la propensione all'impaccamento e alla compattazione è stato graficato al variare dell'angolo di riposo in figura 4.19 per tutti i dati globali. In realtà si è scelto di rappresentare i punti dell'angolo di riposo secondo l'elaborazione in $[\tan(\alpha_r)]^{1/2}$, per continuare la visualizzazione di un comportamento lineare intrapresa per il PR.

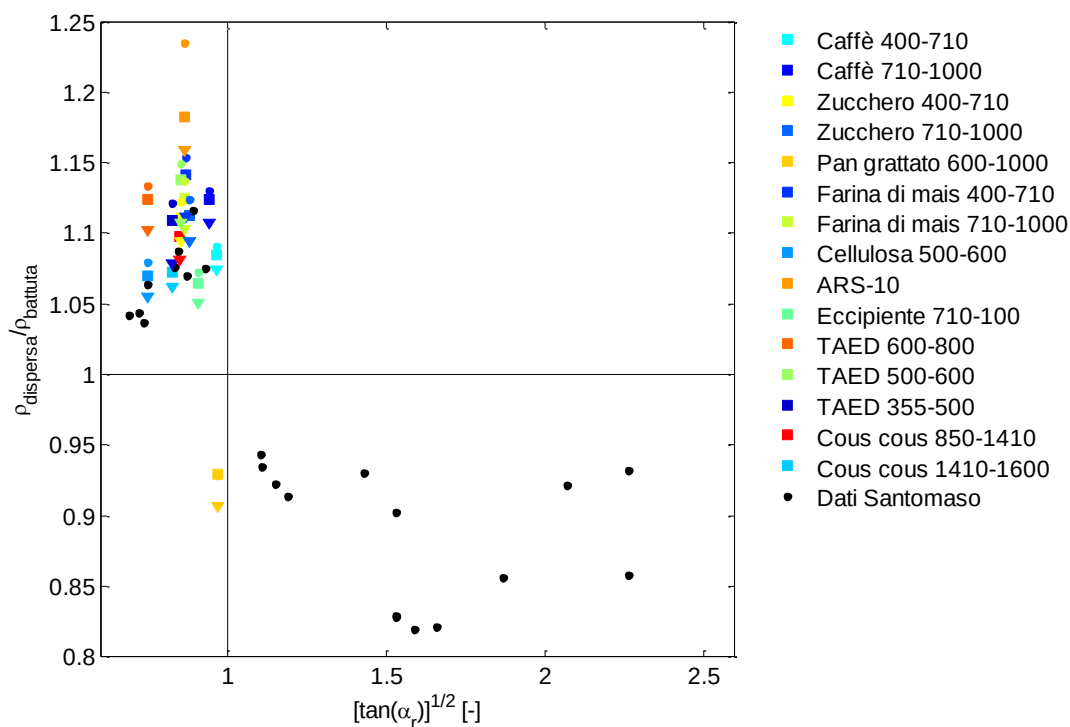


Figura 4.19 Grafico sulla classificazione della propensione all'impaccamento e alla compattazione dei materiali granulari

Nel grafico sono ben distinte due zone una in alto a sinistra in cui si ritrovano i materiali *free-flowing* soggetti ad impaccamento puro, mentre i materiali nel quadrante in basso a destra risentono della compattazione. Inoltre è interessante verificare che il centro degli assi che delimitano i quadranti è in posizione (1;1), poiché i valori degli angoli di riposo sono elaborati secondo $[\tan(\alpha_r)]^{1/2}$. In termini assoluti, viene nuovamente confermato, che le polveri soggette a impaccamento puro presentano il valore di densità dispersa più elevato rispetto al valore di densità battuta e l'angolo di riposo inferiore a 45° , mentre le polveri soggette a fenomeni di impaccamento hanno un comportamento contrario. Questa

considerazione fornisce un criterio per la distinzione tra materiali a basso stato di consolidamento e coesivi.

Al solito si nota l'eccezione per il Pan grattato 600-1000, che non ricade in nessuna categoria perché presenta un comportamento coesivo secondo gli indici basati sui rapporti di densità, mentre risulta *free-flowing* secondo l'indice dell'angolo di riposo. Arrivati a questo punto della trattazione si può ipotizzare che alcune procedure o apparecchiature dei metodi sperimentali non siano adatte al comportamento di questo materiale; oppure si può ipotizzare che le caratteristiche intrinseche del materiale inducano un comportamento che non si è riusciti a definire.

L'ultima elaborazione degli indici riguarda il tentativo di evitare l'utilizzo dell'angolo di riposo come grandezza di riferimento. In pratica si vorrebbe poter interpretare i dati di scorrevolezza utilizzando dati tra loro omogenei provenienti tutti da un unico tipo di misurazione. Dunque si è costruito un grafico, figura 4.20, in cui si confrontano direttamente i valori di PR con quelli di HR per tutti i dati globali, distinguendoli tra quelli raccolti in questa tesi e quelli del lavoro di Santomaso.

Per rendere più completa la capacità descrittiva del grafico PR vs. HR, ai punti è stato associato un colore relativo al valore dell'angolo di riposo attraverso una scala di riferimento dei colori. Questa ultima tipologia di grafico rappresentata in figura 4.21, comprende tutti i dati globali (senza distinzione di provenienza dei dati) e viene usata per trarre dei commenti generali al confronto diretto tra HR e PR. In pratica è come se ci fosse un ipotetico asse z (oltre agli x e y), in cui sono inseriti i valori dell'angolo di riposo e la scala di riferimento dei colori è espressa con una barra graduata a fianco del grafico.

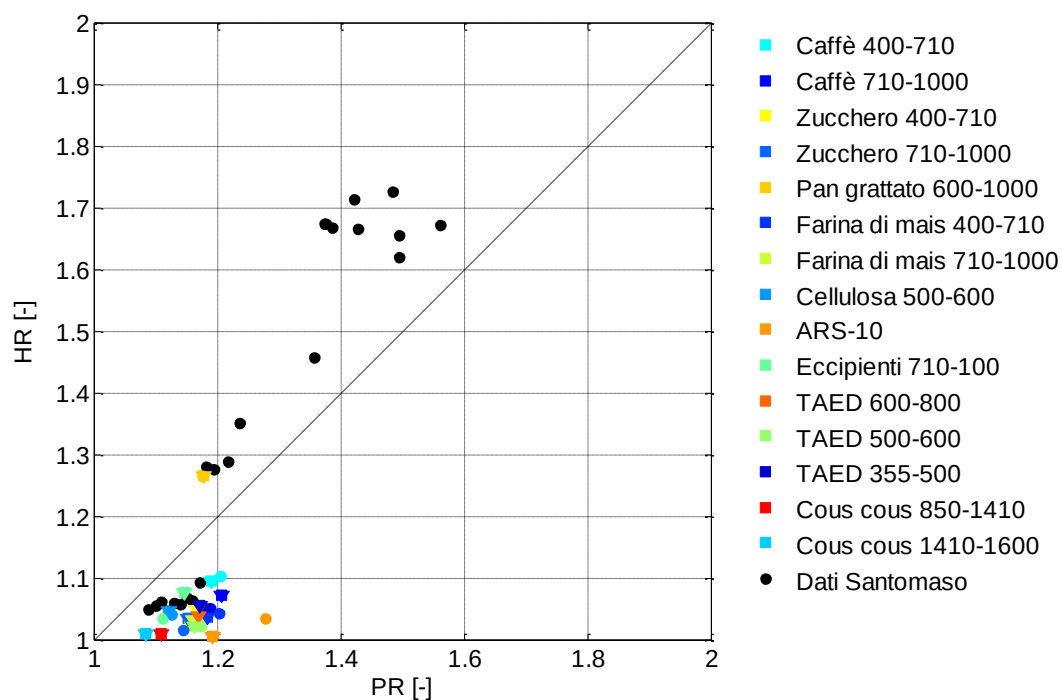


Figura 4.01 Grafico PR vs HR per tutti i dati globali, con distinzione tra dati raccolti in tesi e dati del lavoro di Santomaso.

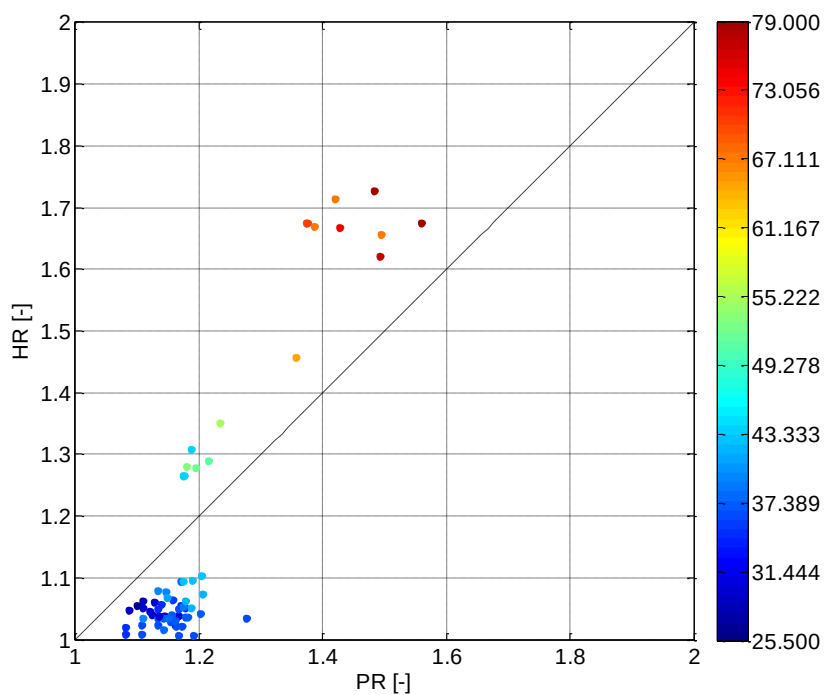


Figura 4.21 Grafico PR vs HR per tutti i dati globali con riferimento colorato all'angolo di riposo

Come si può notare lo spazio diviso dalla bisettrice dei quadranti separa nettamente le polveri che hanno comportamento coesivo rispetto a quelle che hanno comportamento nettamente scorrevole, tuttavia non è individuabile un andamento ordinato tra i punti. Inoltre si può verificare dai colori dei punti che le zone in cui si dispongono i valori degli indici sono coerenti con i dati di scorrevolezza secondo l'angolo di riposo.

Questa rappresentazione separa nettamente le polveri che risentono della compattazione rispetto a quelle che non ne risentono e sono soggette a puro impaccamento.

Nel creare i rapporti di densità vengono introdotte delle grandezze che risentono in maniera diversa dalle proprietà intrinseche del materiale ma non ne tengono conto; la densità intrinseca dello zucchero peserà diversamente da quella del TAED. Se pertanto si volesse rendere veramente confrontabili i risultati bisognerebbe considerare anche questa variabile.

Tenendo presente che la densità apparente generica si esprime con la seguente espressione:

$$\rho_{\text{apparente}} = \rho_{\text{intrinseca}}(1 - \varepsilon) + \rho_{\text{aria}}\varepsilon \quad (4.12)$$

si possono avere due casi limiti:

$$\rho_{\text{apparente}}(\varepsilon \rightarrow 0) = \rho_{\text{intrinseca}} \quad (4.13)$$

$$\rho_{\text{apparente}}(\varepsilon \rightarrow 1) = \rho_{\text{aria}} \approx 0 \quad (4.14)$$

al tendere della porosità (ε) a 0 e 1 rispettivamente. Nel primo caso la densità apparente generica coinciderà con quella intrinseca del materiale nel secondo caso invece coinciderà con la densità del fluido nel quale le particelle sono immerse (cioè l'aria), che ai fini pratici è approssimabile a 0. Queste situazioni rappresentano due densità apparenti estreme e teoricamente raggiungibili. Quindi se invece di fare semplicemente il rapporto tra la densità dispersa o battuta e quella versata, ottenendo PR o HR rispettivamente, facessimo il rapporto tra lo scarto tra la massima densità possibile teorica (intrinseca) e quella realmente raggiungibile (dispersa o battuta) e lo scarto tra la densità minima reale (versata) e quella minima teorica (densità aria ≈ 0) otterremmo un nuovo indice, I

$$I = \frac{\rho_{\text{min reale}} - \rho_{\text{min ideale}}}{\rho_{\text{max ideale}} - \rho_{\text{max reale}}} \quad (4.15)$$

Infine se utilizziamo le densità apparenti analizzate in questo lavoro, otteniamo due nuovi indici di scorrevolezza A e B, legati rispettivamente alla densità dispersa e a quella battuta.:

$$A = \frac{\rho_{versata} - 0}{\rho_{intrinseca} - \rho_{dispersa}}; \quad B = \frac{\rho_{versata} - 0}{\rho_{intrinseca} - \rho_{battuta}} \quad (4.16)$$

I due nuovi indici risultano analoghi a PR e HR, ma sono costruiti con un'idea di base inversa, cioè si pone al numeratore un dato di *loose random packing* e al denominatore un dato di *dense random packing*

Questi due nuovi indici A e B vengono graficati in figura 4.22, confrontandoli uno contro l'altro con le stesse modalità usate per PR e HR nel grafico di figura 4.17.

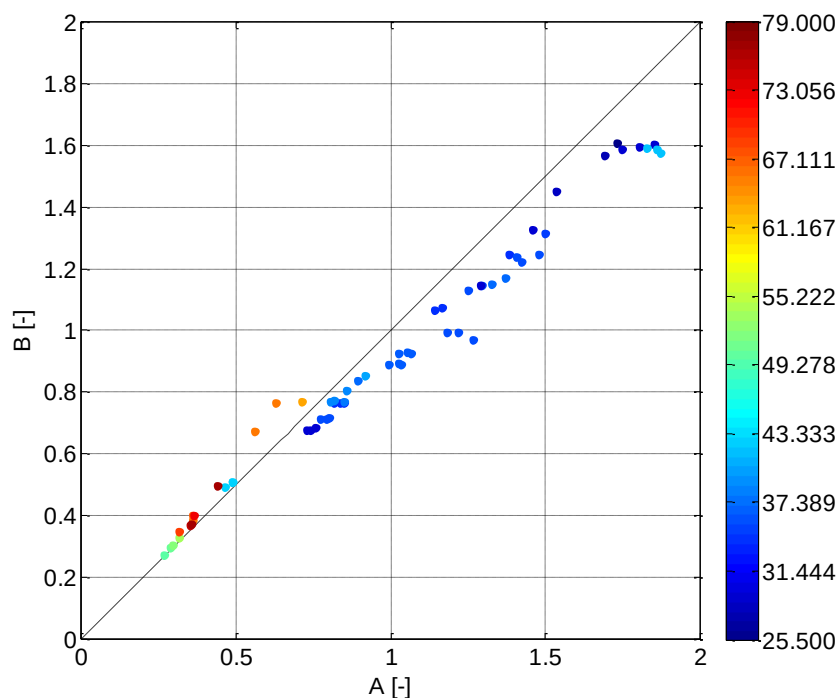


Figura 4.22 Grafico A vs B per tutti i dati globali con riferimento colorato all'angolo di riposo

Analizzando il grafico si possono fare le stesse considerazioni sulla la divisione tra i materiali che subiscono compattazione e quelle che invece non la subiscono affatto e sulla coerenza tra le zone e i colori riferiti ai valori dell'angolo di riposo. Il vero vantaggio descrittivo che aggiungono questi due nuovi indici di scorrevolezza A e B è l'andamento più ordinato dei punti si disposti lungo la bisettrice.

Conclusioni

Molti processi dell'industria farmaceutica e alimentare utilizzano materiali granulari, tuttavia il problema della caratterizzazione delle polveri in ambito industriale, per quanto concerne la scorrevolezza, è ancora in parte basato su esperienze acquisite piuttosto che su fondamenti teorici per carenza ed inadeguatezza di questi ultimi; dunque la ricerca sperimentale in questi ambiti rimane molto attiva.

In questo lavoro di tesi ci si è voluti concentrare proprio sulla scorrevolezza delle polveri, considerata una proprietà fondamentale per le condizioni operative di un processo. In particolare si sono analizzati degli indici di scorrevolezza basati sui rapporti di misurazioni di densità apparenti del materiale granulare, in modo da quantificare la scorrevolezza in relazione all'impaccamento del letto di polvere. Si è cercato di sviluppare e migliorare delle tecniche alternative già esistenti, per cercare di dimostrarne la validità per un eventuale utilizzo industriale. Ci si è posti come obiettivo il miglioramento dei metodi di misurazione della densità apparente, al fine di sviluppare l'indice di scorrevolezza denominato Packing Ratio (PR) e renderlo più attendibile tramite il confronto con un indice più noto e utilizzato, l'Hausner Ratio (HR).

Il miglioramento delle tecniche si è concretizzato con la progettazione e la realizzazione di due apparecchiature sperimentali per la misurazione rispettivamente della densità versata, una tecnica standard, e della densità dispersa, una tecnica alternativa ideata da Santomaso (2003) per ottenere un elevato grado di impaccamento casuale delle polveri (*dense random packing*).

L'analisi dei punti forti e dei punti deboli dei metodi già esistenti costituisce il punto di partenza sui cui si sono basate le prove sperimentali per l'ottimizzazione dei parametri fondamentali nella fase di realizzazione dello strumento. A tal proposito uno dei maggiori sviluppi innovativi è la capacità di poter variare la portata di materiale con cui si viene a formare il campione di polvere da caratterizzare. Questa variazione è stata ottenuta attraverso la realizzazione di una tramoggia a fondo piatto in cui è possibile cambiare il diametro del foro centrale di scarico. Questa particolare tramoggia viene impiegata in entrambi i metodi innovativi.

Altro sviluppo comune ad entrambi i metodi è stato l'ottenimento di uno strumento compatto, leggero, capace di sorreggersi autonomamente e allo stesso tempo scomponibile in tutti suoi elementi base, in modo che l'operatore possa agevolmente cambiare il *setting* di parametri tra una prova e l'altra. Queste caratteristiche sono date anche dall'utilizzo del Plexiglass come principale materiale di costruzione, che rende lo

strumento anche trasparente e adatto ad una immediata valutazione visiva dell'andamento della prova.

Per quanto riguarda il metodo di misurazione della densità dispersa l'elemento più innovativo è la zona setacci, costituita da due griglie di setacci poste a una distanza di 20 mm una dall'altra per poter ottenere una miglior dispersione del flusso di polveri che va a formare il campione da caratterizzare. La prima griglia rompe il flusso compatto scaricato dalla tramoggia creando le prime sorgenti di flusso e la seconda griglia va a moltiplicare ulteriormente queste sorgenti, andando a creare un flusso ancora più disperso e omogeneo. In sintesi si può riassumere che si è progettato e realizzato, con bassi costi, un kit di elementi che permettono di montare due apparecchiature per la misurazione di due tipologie di densità apparenti per polveri *free-flowing* e non.

Per proseguire gli obiettivi del lavoro di tesi si sono analizzati sperimentalmente 15 campioni di polveri principalmente *free-flowing*, attraverso i metodi innovativi implementati, attraverso metodi standard (come la misurazione di densità apparente battuta, di densità intrinseca, dell'angolo di riposo) e metodi non standard (come la misurazione della portata sperimentale).

L'elaborazione dei risultati raccolti dalle prove sperimentali sui metodi *dense random packing*, evidenzia che i valori assoluti di densità dispersa risultano più elevati rispetto a quelli di densità battuta, confermando l'ipotesi che la densità dispersa permette di ottenere un grado di impaccamento più elevato e dimostrando l'attendibilità dei dati sperimentali raccolti. A queste evidenze si unisce il buon livello di riproducibilità di una prova sperimentale dato dalla trascurabilità significativa dei valori assoluti di deviazione standard. Questi risultati permettono di dimostrare la qualità e l'attendibilità delle apparecchiature e dei metodi innovati che sono stati sviluppati.

L'analisi dell'effetto della variazione di portata di materiale ha evidenziato che con l'apparecchiatura di densità dispersa è possibile ottenere dei valori assoluti di grado di impaccamento più elevati rispetto ai valori ottenuti da Poliquen (1997), considerati come un attendibile riferimento in questa tesi. Questi alti valori di impaccamento possono essere attribuiti al fatto che i materiali sono di forma non regolare, polidispersi in un intervallo dimensionale e di minore dimensione rispetto al campione utilizzato da Poliquen. Inoltre l'elaborazione grafica dei dati sperimentali di densità dispersa ha evidenziato una convergenza di comportamenti comuni all'interno delle famiglie di materiali, composte da campioni dello stesso materiale con differenti distribuzioni dimensionali. Questa convergenza lineare dimostra che al diminuire delle dimensioni medie della particella si ha un aumento lineare costante della portata di materiale e del grado di impaccamento. In pratica al diminuire della dimensione del grano si ottiene un aumento proporzionale dell'organizzazione del pattern delle particelle sul letto e cioè un impaccamento più elevato. Inoltre, come ci si aspetta, al diminuire della dimensione del

grano si ha anche un aumento della portata a parità di diametro di foro di scarico. In conclusione l'apparecchiatura implementata per la misurazione di densità dispersa risulta molto efficace nella valutazione dell'effetto della portata di materiale sul grado di impaccamento. Inoltre indipendentemente dal genere e dalla forma del campione si è evidenziato un andamento in sintonia con considerazioni sull'influenza del tempo dato alle superfici libere di particelle per potersi organizzare in un pattern regolare. Partendo da questo concetto si può ipotizzare la possibilità di costruire un modello generalizzato indipendente dai materiali, che sia capace di inglobare gli effetti del tempo di organizzazione delle particelle in funzione del grado di impaccamento. Risulta ragionevole ipotizzare che questo tempo di organizzazione non sia influenzato solo dalla portata di materiale, ma anche da altri parametri come il coefficiente di restituzione elastica della particelle e la velocità di caduta o impatto della particella.

L'elaborazione dei risultati sperimentali permette di ottenere e analizzare gli indici di scorrevolezza HR e PR, oggetto dell'obiettivo finale del lavoro di tesi. I valori di PR sono costantemente superiori ai valori di HR, confermando ulteriormente la qualità e la riproducibilità della procedura e dell'apparecchiatura di densità dispersa.

Ai dati sperimentali raccolti in questa tesi vengono aggiunti i valori del lavoro di Santomaso (2003), per avere un gamma più ampia di dati per l'elaborazione degli indici. Con questi ulteriori dati si può notare come i due indici HR e PR, basati sui rapporti di densità, sono entrambi capaci di quantificare la scorrevolezza, ma si differenziano nella capacità descrittiva. I valori di PR risultano distribuiti secondo un andamento costante e crescente all'aumentare dell'angolo di riposo, dimostrando che PR è sensibile alle variazioni di scorrevolezza. Questa caratteristica è legata sicuramente all'introduzione della densità dispersa in questo indice alternativo. Inoltre, considerando i meccanismi fisici con cui viene ricavato, si può affermare che il PR sia in grado di descrivere il puro effetto dell'impaccamento. Mentre si può affermare che HR è in parte sensibile al grado di compattamento e in parte a quello di impaccamento, e dunque, per questa ragione, capace di descrivere la scorrevolezza solo in classi. Il confine tra l'impaccamento, la compattazione e le relazioni con la scorrevolezza sono difficili da definire, però si ritiene che unendo i due indici HR e PR si possa ottenere una sorta di classificazione o misura della propensione di un materiale all'impaccamento e alla compattazione.

Infatti tramite un'ultima elaborazione degli indici, in cui si evita l'utilizzo dell'angolo di riposo come grandezza di riferimento e si introducono degli sviluppi in cui le grandezze tengono conto delle proprietà intrinseche di ogni materiale, si potrebbe ricavare un valido criterio per la distinzione tra materiali con comportamenti scorrevole e materiali con comportamento coesivo. In realtà questo criterio non risulta ancora ben definito e richiederebbe degli ulteriori sviluppi sulla proprietà delle particelle, come la forma e il coefficiente di restituzione elastico.

Riferimenti bibliografici

American Society for Testing and Materials. (1989). Standard test method for apparent density of non-free-flowing metal. ASTM B 417-89 (reapproved1995).

American Society for Testing and Materials. (1993). Standard test method for determination of tap density of metallic powders and compounds. ASTM B 527 - 93 (reapproved1997).

American Society for Testing and Materials. (1994). Standard test method for apparent density of powders using the Arnold meter. ASTM B 703 - 94 (reapproved1999).

American Society for Testing and Materials. (1996). Standard test method for apparent density, bulk factor and pourability of plastic materials. ASTM D 1895-96.

American Society for Testing and Materials. (1997). Standard test method for flow rate of metal powders. ASTM B 213 - 97.

American Society for Testing and Materials. (1998). Standard test method for apparent density of metal powders and compounds using the Scott volumeter. ASTM B 329 - 98.

American Society for Testing and Materials. (1999a). Standard test method for apparent density of free-flowing metal powders using the Hall flowmeter funnel. ASTM B 212 - 99.

American Society for Testing and Materials. (1999b). Standard test method for measuring the angle of repose of free-flowing mold powders. ASTM C 1444 - 99.

ANSI/CEMA Standard: 500-1980, Classification/Definitions of Bulk Material.

Augustein, D. A., & Hogg, R. (1978). An experimental study of the flow of dry powders over inclined surfaces, Powder Technology, 19, 205-215.

- Behera, S., Das, S., Hatvani, Z., and Pahl, M. H. (2002), Flowability studies of bulk materials for design of hopper using a Jenike shear cell, *Powder Hand. Proc.*, 14 (2), 96-101.
- Bell, T. A. (1999), Industrial needs in solids flow for the 21st century, *Powder Hand. Proc.*, 11-(1), 9-12.
- British Standard. (1986). Methods test for aluminum oxide, Part9: Measurement of the angle of repose. Replaces BS Addendum n.1 (1970) to BS 4140 (1967).
- Cain, J., (2002), An alternative technique for determining ANSI/CEMA standard 550, flowability ratings for granular materials, *Powder Hand. Proc.*, 14 (3), 218-220.
- Chan, L. C. Y. and Page, N. W. (1997), Particle fractal and load effects on internal friction in powders, *Powder Technol.*, 90, 259-266.
- De Jong, J.A.H et al.,(1999), *Chem. Eng. Prog.*, April, 25-34.
- European Committee for Standardization. (1993a). Metallic powders-Determination of apparent density—Part 1: Funnel method. EN 23923 - 1 (ISO 3923 - 1: 1979).
- European Committee for Standardization. (1993b). Metallic powders-Determination of apparent density—Part 2: Scott volumeter method. EN 23923 - 2 (ISO 3923 - 2: 1981).
- European Committee for Standardization. (1993c). Metallic powders- Determination of tap density. EN 23953 (ISO 3953: 1985).
- European Committee for Standardization. (1997). Advanced technical ceramics-Methods of test for ceramic powders-Part 8: Determination of tapped bulk density. EN 725 - 8.
- Fitzpatrick, J. J., Barringer, S. A., and Iqbal, T. (2004), Flow property measurement of food powders and sensitivity of Jenike's hopper design methodology to the measured values, *J. Food Engg.*, 61 , 399-405.
- Freeman, R. (2000), The flowability of powders-an empirical approach, *Int. Conf. Powder Bulk & Solids Handl.*, June 2000, IMechE HQ, London.

- Iida, K., Aoki, K., Danjo, K., Otsuka, A., Chen, C. Y., and Horisawa (1997), E., 'A comparative evaluation of the mechanical properties of various celluloses', Chem. Pharm. Bull., 45 (1), 217-220.
- International Organization for Standardization. (1976). Aluminium oxide primarily used for the production of aluminum-Measurement of the angle of repose (1st ed.), ISO 902.
- Jensen, R. P., Bosscher, P. J., Plesha, M. E., and Edil, T. B. (1999), DEM simulation of granular media structure interface: Effects of surface roughness and particle shape, Int. J. Numer. Anal. Meth. Geomech., 23, 531-547.
- Juliano, P., Muhunthan, B. and Gustavo, V. B. (2006), Flow and shear descriptors of preconsolidated food powders, J. Food Eng., 72, 157-166.
- Lahdenpää, E., Niskanen, M., and Yliruusi, J. (1996), Study of some essential physical characteristics of three Avicel PH grades using a mixture design, Eur. J. Pharm. Biopharm., 42 (3), , 177-182.
- Oshima, T., Zang, Y. L., Hirota, M., Suzuki, M., and Nakagawa, T. (1995), The effect of the types of mills on the flowability of ground powders, Adv. Powder Technol., 6 (1), 35-45.
- Poliquen & Renault (1996), Onset of granular flows on a inclined rough bed: Dilatancy effect, Journal de Physique II, 6, 923-935.
- Popov, K. I., Pavlovic, M. G., Pavlovic, L. J., Ivanovic, E. R., Krstic, S. B., Zou, R. P. and Yu, A. B. (1996), Evaluation of the packing characteristics of mono-sized non-spherical particles, Powder Technol., 88, 71-79.
- Pouliquen, O., Nicolas, M., & Weidman, P. D. (1997). Crystallization of non-Brownian spheres under horizontal shaking. Physical Review Letters, 79, 3640–3643.
- Santomaso, A. & Canu, P. (2001), Transition to movement in granular chute flows, Chemical engineering science, 56, 3563-3573.
- Santomaso, A., Lazzaro, P., Canu, P. (2003), Powder flowability and density ratios: the impact of granules packing, Chem. Eng. Sci., 58, 2857-2874.

Schwedes, J. (1996), Measurment of flow properties of bulk solids, Powder Technolgy, 88, 285-290.

Seville, J. P. K., Tüzün, U. (1997), and Clift, R., 'Processing of particulate solids', Powder Technol. Ser., IInd Edition.

Svarosky, L. (1987), Powder Testing guide: Methods of measuring the physical properties of bulk powders, London and New York: Elsevier, Applied science.

Wouters, I. M. F. and Geldart, D. (1996), Characterizing semi-cohesive powders using angle of repose, Part. Part. Syst. Charact., 13, 254-259.

Yamane, K., Tanaka, T. and Tsuji, Y. (1995), DEM and MRI studies of particulate flows in a rotating cylinder, Flow Visu. Image Proc. Multiphase Sys., 209, 225-228.

Zou, R. P. and Yu, A. B. (1996), Evaluation of the packing characteristics of mono-sized nonspherical particles, Powder Technol., 88 (1), 71-79.