

Fernando Bacaneli

Determinação do teor de gordura no leite
através de parâmetros acústicos

Dissertação apresentada à Escola Politécnica
da Universidade de São Paulo para obtenção
do título de Mestre em Engenharia

São Paulo

1998

Fernando Bacaneli

Determinação do teor de gordura no leite
através de parâmetros acústicos

Dissertação apresentada à Escola Politécnica
da Universidade de São Paulo para obtenção
do título de Mestre em Engenharia

Área de Concentração: Engenharia Mecânica

Orientador: Julio Cezar Adamowski

São Paulo

1998

Aos meus pais, Manoel e Nair, por terem me
iniciado no caminho do conhecimento.

Agradecimentos

Ao meu orientador, Prof. Dr. Julio Cezar Adamowski, pelo acompanhamento e orientação do trabalho.

Ao Prof. Dr Rubens A. Sigelmann, pelo auxílio a tantas dúvidas.

Aos meus amigos e companheiros de grupo Ricardo Tokio Higuti, Flávio Buiochi, que tanto me ajudaram.

À minha namorada, Vanessa Carvalho de Andrade, pela apoio e compreensão durante a conclusão deste trabalho.

À FAPESP, pelo fornecimento do auxílio bolsa e de recursos necessários para a implementação de equipamentos experimentais requeridos neste trabalho.

À indústria de laticínios Vigor pela visita e pelo fornecimento de amostras de leite calibradas.

Ao Prof. Dr. Roberto Guardani, do Departamento de Engenharia Química da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Laboratório de Simulação e Controle de Processos (LSCP), pelo uso do microscópio óptico.

À todos os amigos e funcionários do Departamento de Engenharia Mecânica da Escola

Politécnica da Universidade de São Paulo, que colaboraram direta ou indiretamente para a confecção deste trabalho.

Errata

Página 4, primeira linha, incluir a palavra massa.

Onde se lê:

... no leite é de 4%, com mínimo de ...

substituir por:

... no leite é de 4% em massa, com mínimo de ...

Página 8, no rodapé, substituir a referência do apêndice.

Onde se lê:

... pode ser vista no apêndice C.

substituir por:

... pode ser vista no apêndice A.

Página 9, 23 e apêndice A, substituir o símbolo de compressibilidade de k para β para manter a coerência com o resto do texto.

Na página 9, onde se lê:

γ_k e γ_ρ têm os valores:

$$\gamma_k = \frac{k_e - k}{k} \quad \text{e} \quad \gamma_\rho = \frac{\rho_e - \rho}{\rho_e}.$$

As constantes k_e , k , ρ_e e ρ são a compressibilidade e a densidade das partículas e do meio, respectivamente.

substituir por:

γ_k e γ_ρ têm os valores:

$$\gamma_k = \frac{\beta_e - \beta}{\beta} \quad \text{e} \quad \gamma_\rho = \frac{\rho_e - \rho}{\rho_e}.$$

As constantes β_e , β , ρ_e e ρ são a compressibilidade e a densidade das partículas e do meio, respectivamente.

Na página 23, equação 2.30 onde se lê:

$$f(\vec{\theta}, \vec{\varphi}) = f(\phi) = \frac{K^2 V_{part}}{4\pi} \left(\frac{k_e - k}{k} + \frac{3(\rho_e - \rho)}{2\rho_e + \rho} \cos(\phi) \right). \quad (2.30)$$

substituir por:

$$f(\vec{\theta}, \vec{\varphi}) = f(\phi) = \frac{K^2 V_{part}}{4\pi} \left(\frac{\beta_e - \beta}{\beta} + \frac{3(\rho_e - \rho)}{2\rho_e + \rho} \cos(\phi) \right). \quad (2.30)$$

Na página 23, equação 2.31, onde se lê:

$$\sigma_s = \frac{K^4 V_{part}^2}{4\pi} \left(\left| \frac{k_e - k}{k} \right|^2 + \frac{1}{3} \left| \frac{3(\rho_e - \rho)}{2\rho_e + \rho} \right|^2 \right). \quad (2.31)$$

substituir por:

$$\sigma_s = \frac{K^4 V_{part}^2}{4\pi} \left(\left| \frac{k_e - k}{k} \right|^2 + \frac{1}{3} \left| \frac{3(\rho_e - \rho)}{2\rho_e + \rho} \right|^2 \right). \quad (2.31)$$

No apêndice A, página 76 na equação A.3, onde se lê:

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{v} = -k_e \frac{\partial p_i}{\partial t}. \quad (\text{A.3})$$

substituir por:

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{v} = -\beta_e \frac{\partial p_i}{\partial t}. \quad (\text{A.3})$$

Na página 78, onde se lê:

$$\gamma_k = \frac{k_e - k}{k} \quad \text{e} \quad \gamma_\rho = \frac{\rho_e - \rho}{\rho_e}.$$

As quantidades $\gamma_k(r)$ e $\gamma_\rho(r)$ têm valores nulos para qualquer ponto fora da partícula. Isolando k_e e ρ_e , e substituindo ...
substituir por:

$$\gamma_k = \frac{\beta_e - \beta}{\beta} \quad \text{e} \quad \gamma_\rho = \frac{\rho_e - \rho}{\rho_e}.$$

As quantidades $\gamma_k(r)$ e $\gamma_\rho(r)$ têm valores nulos para qualquer ponto fora da partícula. Isolando β_e e ρ_e , e substituindo ...

Na página 77, na equação A.7, onde se lê:

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{v} = -k(1 + \gamma_k(r)) \frac{\partial p}{\partial t}. \quad (\text{A.7})$$

substituir por:

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{v} = -\beta(1 + \gamma_k(r)) \frac{\partial p}{\partial t}. \quad (\text{A.7})$$

Na página 77, na equação A.9, onde se lê:

$$\frac{\partial}{\partial t} \vec{\nabla} \cdot \vec{v} = -k(1 + \gamma_k(r)) \frac{\partial^2 p}{\partial t^2}. \quad (\text{A.9})$$

substituir por:

$$\frac{\partial}{\partial t} \vec{\nabla} \cdot \vec{v} = -\beta(1 + \gamma_k(r)) \frac{\partial^2 p}{\partial t^2}. \quad (\text{A.9})$$

Na página 13, corrigir texto.

Onde se lê:

R é sempre real, positivo quando $z_1 > z_2$, ou negativo quando $z_1 < z_2$.

substituir por:

R é sempre real, positivo quando $z_1 < z_2$, ou negativo quando $z_1 > z_2$.

Na página 20, corrigir a equação 2.20, onde se lê:

$$\sigma_s = \int_{4\pi} f(\vec{\theta}, \vec{\varphi}) d\Omega, \quad (2.20)$$

substituir por:

$$\sigma_s = \int_{4\pi} |f(\vec{\theta}, \vec{\varphi})|^2 d\Omega, \quad (2.20)$$

Na página 21, corrigir a equação 2.27, onde se lê:

$$\sigma_s = |f(\vec{\theta}, \vec{\varphi})|^2 \propto \frac{V_{part}^2}{\lambda^4}. \quad (2.27)$$

substituir por:

$$\sigma_d = |f(\vec{\theta}, \vec{\varphi})|^2 \propto \frac{V_{part}^2}{\lambda^4}. \quad (2.27)$$

Na página 46, alterar desenho 4.1:

substituir o desenho da figura 1 pelo desenho da figura 2.

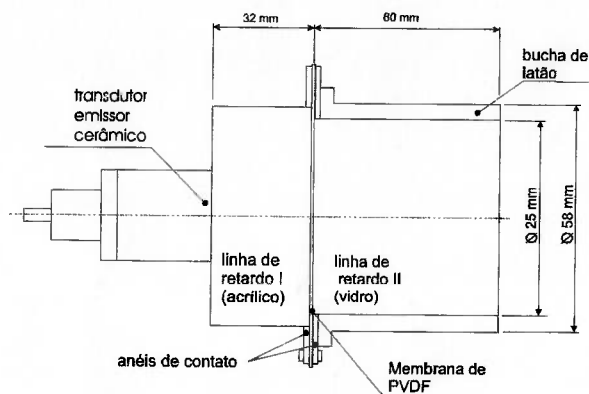


Figura 1:

Na página 47, onde se lê:

O pulso transmitido propaga-se pela linha de retardo I até encontrar...
substituir por

O pulso transmitido propaga-se pela linha de retardo II até encontrar...

Página 64, corrigir legenda da figura 5.8.

Onde se lê:

Medidas do coeficiente de atenuação para os vários tipos de amostras de leite UHT, pasteurizado e *in-natura*.

substituir por:

Medidas do coeficiente de atenuação para os vários tipos de amostras de leite UHT.

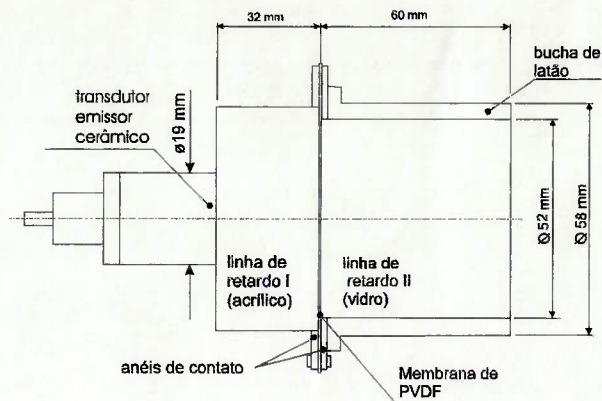


Figura 2:

Na página 66, substituir a oração

Podemos observar que não há uma variação do coeficiente de atenuação viscosa em relação à temperatura, na faixa de 5 a 20°C. De fato, o modelo teórico utilizado [7] não leva em consideração a variação da temperatura, no intervalo de temperatura utilizado.

por:

Podemos observar que não há uma variação significativa no coeficiente de atenuação viscosa em relação à temperatura, na faixa de 5 a 20°C. O modelo teórico utilizado [7] não leva em consideração a variação direta da temperatura, mas esta afeta indiretamente a viscosidade dinâmica e o tamanho das partículas.

Correções bibliográficas

Na referência 5, corrigir a palavra *Atenuation* por *Attenuation*.

Na referência 10, corrigir o nome da revista de *Langmui* para *Langmuir*.

Nas referências 24 e 25, corrigir o nome da revista de *Physical Acustics Principles and Methods* para *Physical Acoustics Principles and Methods*.

Índice

Lista de Figuras	v
Lista de Tabelas	viii
Lista de Símbolos	ix
Resumo	xii
Abstract	xiv
1 Introdução	1
1.1 Introdução	1
1.2 Organização	4
2 Propagação de ondas acústicas em líquidos	6
2.1 Introdução	6
2.2 Definição de líquido homogêneo e não-homogêneo	7
2.3 Definição de impedância acústica	10
2.4 Fenômenos de transmissão	10
2.5 Difração acústica	13

2.6	Fenômeno de atenuação acústica	15
2.6.1	Atenuação acústica em meios homogêneos	15
2.6.2	Atenuação acústica em meios não-homogêneos	16
2.7	Espalhamento acústico	18
2.8	Velocidade de propagação e atenuação viscosa em meios não-homogêneos	24
2.9	Discussão	31
3	Caracterização do leite bovino	32
3.1	Definição	32
3.2	Métodos de determinação de teor de gordura presente no leite	34
3.3	O leite como um líquido não-homogêneo	35
3.4	Discussão	38
3.5	Fotos das amostras de leite bovino	39
4	Célula de medição de parâmetros acústicos	44
4.1	Introdução	44
4.2	Transdutor duplo-elemento	44
4.3	Célula de medição	47
4.4	Medição da velocidade	50
4.5	Medição da densidade e do coeficiente de atenuação	52
4.6	Discussão	53
5	Resultados experimentais	55
5.1	Introdução	55

5.2	Descrição dos equipamentos	56
5.3	Medição dos parâmetros acústicos	59
5.4	Resultados experimentais	60
5.5	Comparação com o modelo teórico	63
5.6	Dependência em relação à temperatura	66
5.7	Discussão	69
6	Conclusões finais	72
A	Equação de onda para um líquido não-homogêneo	75
B	Gráfico da distância óptica (γ)	78
C	Propriedades físicas de alguns líquidos	80
D	Etapas de processamento do leite	82

Lista de Figuras

2.1	Esquema de transmissão.	11
2.2	Ondas plana e de borda.	14
2.3	Espalhamento de uma onda por uma partícula.	18
2.4	Caracterização de espalhamento: modelos de espalhamento simples e múltiplo.	22
2.5	Gráfico da relação da velocidade \times concentração (em volume) de partículas para frequência de $10MHz$	28
2.6	Gráficos do coeficiente de atenuação \times concentração (em volume) e coeficiente de atenuação \times raio da partícula para um meio não homogêneo com 3.2% de teor de gordura.	30
2.7	Gráfico do coeficiente de atenuação \times frequência para um meio não homogêneo. Raio da partícula de $0.05\mu m$	30
3.1	Processo de homogeneização do leite.	34
3.2	Foto do leite <i>in natura</i>	39
3.3	Foto do leite <i>in natura</i> apresentando aglomeração.	39
3.4	Foto do leite tipo C com 3,0 % de teor de gordura.	40

3.5	Foto do leite tipo B com 3,5 % de teor de gordura.	40
3.6	Foto do leite tipo B com 3,5 % de teor de gordura.	41
3.7	Foto do leite tipo C apresentando aglomeração.	41
3.8	Leite integral UHT com 3,5% de teor de gordura.	42
3.9	Foto do leite integral UHT diluído em água.	42
3.10	Foto do leite desnatado com 1,7% de teor de gordura.	43
3.11	Foto do leite desnatado com 0,1% de teor de gordura.	43
4.1	Desenho esquemático do transdutor duplo elemento com linha de retardo de vidro.	46
4.2	Configuração esquemática da célula de medição.	47
4.3	Gráficos dos sinais recebidos e das respectivas respostas em frequência nor- malizadas em dB. A linha de retardo <i>II</i> é de vidro e a amostra de leite integral UHT.	48
4.4	Exemplo de correlação cruzada (b) em sinais digitalizados (a).	51
5.1	Descrição dos equipamentos utilizados.	56
5.2	Unidade de movimentação da amostra.	57
5.3	Unidade de controle térmico.	58
5.4	Medidas da densidade para os vários tipos de amostras de leite UHT, pas- teurizado e <i>in-natura</i>	61
5.5	Medidas da velocidade de propagação para os vários tipos de amostras de leite UHT, pasteurizado e <i>in-natura</i>	62

5.6	Medidas do coeficiente de atenuação para os vários tipos de amostras de leite UHT, pasteurizado e <i>in-natura</i>	62
5.7	Gráfico da velocidade de propagação \times teor de gordura para amostra de leite UHT.	64
5.8	Medidas do coeficiente de atenuação para os vários tipos de amostras de leite UHT, pasteurizado e <i>in-natura</i>	64
5.9	Gráfico do coeficiente de atenuação \times teor de gordura para amostra de leite UHT.	66
5.10	Comparação entre os valores medidos para várias amostras de leite uht com t.g.= 3.5%, realizadas em temperaturas diferentes em relação à variação na frequência.	67
5.11	Comparação entre os valores medidos para amostras de leite UHT com o modelo teórico, em relação a variação na frequência.	67
5.12	Variação da densidade da amostra de leite UHT integral em função da temperatura.	68
5.13	Comparação entre a variação da velocidade de propagação para a amostra de leite UHT e da amostra de água em função da temperatura.	69
5.14	Variação do coeficiente de atenuação da onda para a amostra de leite UHT integral em função da temperatura.	69
B.1	Curvas de nível para a distância óptica em razão da frequência e do tamanho da partícula.	78
D.1	Linha de processamento industrial do leite.	82

Lista de Tabelas

3.1	Composição média do leite bovino <i>in natura</i>	33
4.1	Valores a impedância acústica e densidade.	45
4.2	Tabela dos sinais da impedâncias.	50
5.1	Comparação entre os coeficientes de atenuação.	59
5.2	Comparação entre as densidades medidas por vários métodos.	68
C.1	Valores tabelados para a compressibilidade e densidade.	81

Lista de símbolos

- η \Rightarrow número de partículas por unidade de volume.
- K_s \Rightarrow constante de onda para a onda espalhada longitudinal.
- K_l \Rightarrow constante de onda para a onda incidente longitudinal.
- a_0 \Rightarrow coeficiente de monopolo de espalhamento.
- a_1 \Rightarrow coeficiente de dipolo de espalhamento.
- ω \Rightarrow frequência angular.
- c_s \Rightarrow velocidade de propagação da onda espalhada.
- c_l \Rightarrow velocidade de propagação da onda incidente.
- a_{vis} \Rightarrow coeficiente de atenuação viscosa.
- i \Rightarrow número imaginário.
- β \Rightarrow compressibilidade.
- ρ \Rightarrow densidade.
- s, l \Rightarrow índices que se referem à partícula e ao meio, respectivamente.
- δ \Rightarrow distância no qual a amplitude da onda decai de um fator e .
- ν_d \Rightarrow viscosidade dinâmica.
- ν_c \Rightarrow viscosidade cinemática.
- α \Rightarrow concentração de partículas em um meio homogêneo.
- ϵ \Rightarrow ângulo de fase entre a oscilação do líquido e da partícula.
- $f(\vec{\theta}, \vec{\varphi})$ \Rightarrow função amplitude de espalhamento.
- $\sigma_d(\vec{\theta}, \vec{\varphi})$ \Rightarrow diferencial da secção de espalhamento.

- σ_s \Rightarrow secção de choque total.
- σ_d \Rightarrow secção de espalhamento total.
- $d\Omega$ \Rightarrow diferencial de ângulo sólido.
- γ_k e γ_ρ \Rightarrow propriedades constitutivas.
- r \Rightarrow coordenada radial.
- dV \Rightarrow diferencial de volume.
- V_{part} \Rightarrow volume da partícula.
- γ \Rightarrow distância óptica.
- L \Rightarrow tamanho típico da partícula.
- dS \Rightarrow diferencial de comprimento.
- f \Rightarrow frequência.
- r_p \Rightarrow raio da partícula.
- z \Rightarrow impedância acústica.
- p \Rightarrow pressão.
- c \Rightarrow velocidade de propagação da onda na partícula.
- X \Rightarrow reatância acústica.
- R_r \Rightarrow resistência acústica.
- ρ_0 \Rightarrow densidade do meio.
- P_i \Rightarrow amplitude da onda de pressão incidente.
- P_r \Rightarrow amplitude da onda de pressão refletida.
- P_t \Rightarrow amplitude da onda de pressão transmitida.
- R \Rightarrow coeficiente de reflexão.
- T \Rightarrow coeficiente de transmissão.

- c_i \Rightarrow velocidade de propagação do meio i .
- ρ_i \Rightarrow densidade do meio i .
- z_i \Rightarrow impedância acústica no meio i .
- K_i \Rightarrow número de onda para o meio i .
- e \Rightarrow número de Neper.
- v_i \Rightarrow componente normal da velocidade de propagação da partícula na onda incidente.
- v_r \Rightarrow componente normal da velocidade de propagação da partícula na onda refletida.
- v_t \Rightarrow componente normal da velocidade de propagação da partícula na onda transmitida.
- λ \Rightarrow comprimento de onda.
- $\vec{\varphi}$ \Rightarrow vetor direção da onda incidente.
- $\vec{\theta}$ \Rightarrow vetor direção da onda espalhada.
- ϕ \Rightarrow ângulo de espalhamento.

Resumo

Este trabalho apresenta uma análise da caracterização de leite bovino por ultra-som, que é um método não-destrutivo e que pode ser aplicado à linha de processamento.

Apresentam-se modelos de propagação de ondas acústicas em líquidos não-homogêneos. São descritos os vários tipos de leite especificados pela indústria de laticínios, tais como: *in natura*, pasteurizado (B e C) e UHT. Esses tipos diferem entre si pelo processamento e pelo teor de gordura. Para cada tipo, foi observado, em um microscópio óptico, o comportamento e a distribuição das partículas de gordura. Foram realizadas medições da velocidade de propagação, do coeficiente de atenuação da onda acústica e da densidade, em relação ao teor de gordura. As medidas desses parâmetros foram realizadas em uma célula de medição baseada em múltiplas reflexões da onda, utilizando um transdutor duplo-elemento, com frequência de 10MHz e temperatura de operação em torno de 20°C . Para a amostra de leite UHT integral, foram medidas as dependências dos parâmetros acústicos em relação à frequência ($8 - 11\text{MHz}$) e à temperatura ($5 - 40^{\circ}\text{C}$).

Foi observado que o comportamento do coeficiente de atenuação depende do tamanho das partículas. Para as amostras com teor de gordura uniformemente distribuído, como

no leite UHT, observou-se um comportamento linear no coeficiente de atenuação em relação à quantidade de gordura. Neste caso, os resultados experimentais apresentaram boa concordância com o modelo teórico apresentado. Para amostras com distribuição não uniforme de partículas, como os leites pasteurizado e *in natura*, não foi observada a linearidade.

Abstract

This work presents an analysis of the characterization of bovine milk using ultrasound, a non-destructive method that can be applied to a processing line.

Models of propagation of acoustic waves in non-homogeneous liquids are presented. Several types of standard milks used in the dairy industry are described, such as: *in natura*, pasteurized (B e C) and UHT, which differ in the processing and in the fat content. Using an optical microscope, the behavior and distribution of the fat particles were observed. Measurements of the propagation velocity, attenuation coefficient and density as a function of the fat content were accomplished. It was used a measurement cell that employs multiple reflections and a double-element transducer. The operating frequency was 10MHz and the temperature was around 20°C . The acoustic parameters as a function of frequency ($8 - 11\text{MHz}$) and temperature ($5 - 40^{\circ}\text{C}$) were measured, for several the samples of UHT milk.

It was observed that the behavior of the attenuation coefficient depends on the size of the particles. For the samples with fat content uniformly distributed, as in the UHT milk, the attenuation coefficient showed a linear dependence upon the fat content. In these

cases, the experimental results agreed well with the theoretical model described. For the samples with non-uniform particle distribution, as in the pasteurized and *in natura*, the linearity was not observed.

Capítulo 1

Introdução

1.1 Introdução

As pesquisas na área de medição de propriedades físicas em líquidos por ultra-som foram iniciadas em 1991 no Laboratório de Ultra-som por Adamowski [1]. Adamowski propôs a montagem de uma célula de medição onde o transdutor emissor fica separado do transdutor receptor. Através desta combinação de transdutores, aliado à utilização de um transdutor de grande diâmetro, comparado com o transdutor emissor, o efeito da difração nos sinais é eliminado. A combinação de transdutores também torna a célula de medição insensível às variações de amplitude nos sinais recebidos. As medições são realizadas em modo pulso-eco, trabalhando na faixa de frequência de MHz . É possível caracterizar líquidos, em repouso ou em movimento, medindo a velocidade de propagação, o coeficiente de atenuação e a impedância acústica. Buiochi [2] analisou alguns problemas pendentes, como a influência da variação da temperatura, da atenuação e da difração

acústica nas medidas; realizou também medições para líquidos com alto coeficiente de atenuação. Buiochi [3] também realizou a medição do coeficiente de absorção em líquidos homogêneos para a determinação da viscosidade. Palhares [4] utilizou a célula para a medição da absorção acústica em líquidos puros e misturas binárias, água-álcool, por exemplo. As medidas realizadas para o coeficiente de absorção foram comparadas com a teoria clássica para vários líquidos. Estas pesquisas culminaram no desenvolvimento de técnicas e instrumentação para a caracterização de líquidos com grande grau de confiabilidade.

Atualmente, existem duas técnicas de medição do teor de gordura no leite utilizadas na indústria de laticínios: método químico, conhecido como método Gerber, e o método óptico, que precisa ser calibrado através do método químico. Estes dois processos são muito precisos mas ambos são destrutivos e não podem ser realizados em uma linha de processamento industrial, o que indica uma possibilidade de melhoramento destes métodos.

O leite é composto basicamente de água, onde estão dissolvidos lactose, proteínas e sais minerais. Há ainda uma pequena porcentagem de gordura, que varia para cada tipo de leite, e que não se encontra dissolvida, apresentando-se em pequenas partículas aleatoriamente distribuídas. Estas partículas formam descontinuidades nas propriedades acústicas do meio, que causam alterações na velocidade de propagação e no coeficiente de atenuação da onda. O leite assim constituído é definido com um meio não-homogêneo. Sabendo como se propaga uma onda acústica através de um meio não-homogêneo, pode-se determinar as características deste meio.

O mais antigo trabalho realizado sobre caracterização de materiais por ultra-som foi

desenvolvido por Lord Rayleigh. Ele relacionou o tamanho, forma, distribuição e propriedades físicas das partículas com a amplitude e distribuição da onda espalhada. Allegra e Hawley [5] e Epstein e Carhart [6], fizeram um completa descrição dos processos que ocorrem quando um onda acústica se propaga em um meio contendo partículas. A energia da onda é atenuada devido a não-homogeneidade das propriedades físicas do líquido, causada pelas partículas. As principais perdas por atenuação da onda ocorrem devido a perdas intrínsecas do meio, perdas viscosas e térmicas, e perdas por espalhamento. Todos estes mecanismos de perda são independentes.

A teoria desenvolvida tem sido alvo de vários trabalhos e debates. Ahuja [7] introduziu o efeito viscoso no cálculo da velocidade de propagação e no coeficiente de atenuação. McClements [8] utilizou a teoria para caracterizar emulsões e líquidos não-homogêneos. Dukhin e Goetz [9] demonstraram que a teoria desenvolvida não levava em consideração a interação com as partículas e é válida apenas para meios com baixas concentrações de partículas. Eles demonstraram que a atenuação não é um função linear da concentração de partículas para altas concentrações de partículas. Dukhin, Goetz e Hamlet [10] também estenderam o estudo para concentrações mais altas.

O espalhamento acústico tem sido utilizado para a caracterização de meios com alta concentração de partículas. O sangue, por exemplo, possui 40% de concentração de partículas espalhadoras (células vermelhas). Shung, Sigelmann e Reid [11, 12, 13] realizaram medições para calcular a secção de espalhamento volumétrico do sangue em função do número de células vermelhas e observaram a dependência angular para a amplitude de espalhamento. Para concentrações menores, o espalhamento é desprezível. Como veremos no capítulo 3, a concentração máxima de partículas espalhadoras (partículas de

gordura) no leite é de 4%, com mínimo de 0,01% para amostras de leite desnatado.

Para o leite, Milles, Shore e Langley [14], verificaram a dependência do coeficiente de atenuação em relação aos parâmetros físicos do leite. Eles verificaram que a perda da energia da onda acústica é causada por dois efeitos: perdas intrínsecas e perdas ligadas às partículas de gordura. As perdas causadas pelas partículas são proporcionais à concentração de gordura presente na amostra. Püttmer, *et al* [15], verificaram a dependência da velocidade de propagação em relação ao teor de gordura e à matéria seca (proteínas, sais minerais e lactose) presente no leite.

Considerando o contexto, foi proposta uma investigação onde as técnicas de medição de propriedades acústicas em líquidos, técnicas estas já demonstradas, sejam utilizadas na caracterização do leite.

1.2 Organização

A dissertação está dividida em seis capítulos. A seguir é apresentada uma descrição de cada um deles:

Capítulo 1: Introdução ao trabalho, onde são apresentadas as justificativas, objetivos e organização do trabalho.

Capítulo 2: Neste capítulo serão apresentadas as teorias sobre propagação de ondas e a interação com o meio, fenômenos de transmissão, difração e perdas por atenuação da onda em meios líquidos. Serão caracterizadas as diferenças entre um meio homogêneo e um meio não-homogêneo e as conseqüências da não-homogeneidade na mudança dos

parâmetros acústicos, tais como coeficiente de atenuação viscosa e velocidade de propagação.

Capítulo 3: São apresentadas as características físico-químicas que definem o leite e os padrões estabelecidos pela indústria de laticínios. São discutidas as principais diferenças entre os vários padrões. No final do capítulo são apresentadas fotos de amostras de leite bovino, com magnificação de $1000\times$, a fim de podermos observar as partículas de gordura para os vários tipos de amostras de leite.

Capítulo 4: Neste capítulo são apresentados o transdutor de duplo-elemento e a célula de medição usada na parte experimental. São apresentados os métodos de medição da densidade, velocidade de propagação e coeficiente de atenuação da onda.

Capítulo 5: Neste capítulo são apresentadas a montagem experimental e uma descrição do processo de medição. São apresentados os resultados de medição de densidade, velocidade de propagação e coeficiente de atenuação da onda para os vários tipos de padrões definidos para o leite com vários teores de gordura. São feitas comparações com o modelo teórico, discutido no capítulo 2, para a velocidade de propagação e o coeficiente de atenuação, em função da frequência de trabalho, teor de gordura e tamanho das partículas. É verificada também a dependência das medidas em relação à temperatura.

Capítulo 6: São apresentadas as conclusões finais sobre o trabalho.

Capítulo 2

Propagação de ondas acústicas em líquidos

2.1 Introdução

Neste capítulo serão apresentadas as teorias sobre propagação de ondas e a interação com o meio, fenômenos de transmissão, difração e atenuação da onda em meios líquidos. Serão caracterizadas as diferenças entre um meio homogêneo e um meio não-homogêneo e as consequências da não-homogeneidade na mudança dos parâmetros acústicos, tais como: coeficiente de atenuação e velocidade de propagação.

2.2 Definição de líquido homogêneo e não-homogêneo

Líquido homogêneo¹ é um líquido contínuo em suas propriedades físicas, ou seja, sem descontinuidades na densidade e na compressibilidade. Um líquido homogêneo contendo pequenas partículas em suspensão, será por nós tratado como um líquido não-homogêneo.² Essas partículas presentes no líquido formam descontinuidades na densidade e na compressibilidade e têm movimento e distribuição aleatórias.

Quando falamos em 'pequenas partículas', devemos observar a quantidade

$$KD \quad \text{onde} \quad K = \frac{2\pi}{\lambda},$$

sendo D uma dimensão típica da partícula (seu diâmetro se sua forma for aproximada para uma esfera), λ e K o comprimento e o número de onda, respectivamente, da onda que se propaga no líquido.

Se $KD \gg 1$, o comprimento de onda é muito pequeno frente ao tamanho das partículas, a onda passa a iluminar as irregularidades das partículas, ocorrendo fenômenos de transmissão e reflexão. A onda resultante terá complexas variações de fase e amplitude devido às contribuições de diversas partes da partícula.

Se $KD \ll 1$, as partículas são muito pequenas em comparação ao comprimento de onda. A onda não consegue mais iluminar as irregularidades das partículas, atravessa

¹Por vezes chamaremos de meio homogêneo.

²Por vezes chamaremos de meio não-homogêneo.

o meio, e uma pequena parte de sua energia será espalhada pelas partículas. No limite de $KD \rightarrow 0$, o comprimento de onda é muito grande em comparação ao tamanho das partículas. A onda se propaga no meio sem ser perturbada pelas partículas. Para esta frequência, o meio é considerado composto, mas com propriedades físicas homogêneas.

Para um meio homogêneo, a onda de pressão obedece à seguinte equação:

$$\nabla^2 p + K^2 p = 0 \quad (2.1)$$

e

$$K = \frac{\omega}{c} + ia \quad (2.2)$$

sendo ω a frequência angular, c a velocidade de propagação da onda e a o coeficiente de atenuação, onde estão incluídas as perdas intrínsecas relacionadas ao meio. A equação de onda (2.1) tem com solução:

$$p(\vec{r}) = p_0 e^{-ar} e^{i(\vec{K} \cdot \vec{r} - \omega t)} \quad (2.3)$$

Para um meio não-homogêneo,³ a descontinuidade das partículas nas propriedades físicas introduz um novo termo na equação de onda (2.1):

$$\nabla^2 p + K^2 p = -K^2 \gamma_k(r) p + \vec{\nabla} \cdot (\gamma_\rho(r) \vec{\nabla} p) \quad (2.4)$$

³ A dedução da equação de onda com partículas espalhadoras pode ser vista no apêndice C.

sendo $\gamma_k(r)$ e $\gamma_\rho(r)$ as quantidades que descrevem o desvio das propriedades constitutivas:

$$\gamma_k(r) = \begin{cases} \gamma_k & p/r < D \\ 0 & p/r \geq D \end{cases} \quad \text{e} \quad \gamma_\rho(r) = \begin{cases} \gamma_\rho & p/r < D \\ 0 & p/r \geq D \end{cases}, \quad (2.5)$$

γ_k e γ_ρ têm os valores:

$$\gamma_k = \frac{k_e - k}{k} \quad \text{e} \quad \gamma_\rho = \frac{\rho_e - \rho}{\rho_e}.$$

As constantes k_e , k , ρ_e e ρ são a compressibilidade e a densidade das partículas e do meio, respectivamente. As quantidades $\gamma_k(r)$ e $\gamma_\rho(r)$ têm valores nulos para qualquer ponto fora da partícula.

Os termos à direita da equação (2.4) representam a fonte geradora da onda espalhada. Se o meio for contínuo, γ_k e γ_ρ têm valores nulos e a equação (2.4) se reduz à (2.1). A solução para a equação de onda contendo espalhadores será do tipo:

$$p = p_s + p_r$$

sendo p_r uma equação do tipo (2.3) e p_s uma onda esférica dada por:

$$p_s(\vec{r}) = p_{s0} \frac{e^{-ar}}{r} e^{i(\vec{K} \cdot \vec{r} - \omega t)}. \quad (2.6)$$

A onda espalhada $p_s(\vec{r})$ representa um desvio de parte da energia da onda incidente. Na amplitude da onda, estão incluídas, a fase e a polarização da onda espalhada. No coeficiente de atenuação a está incluída a atenuação intrínseca do meio mais as perdas

relacionadas às partículas que constituem a não-homogeneidade do líquido (perdas por viscosidade e térmica).

2.3 Definição de impedância acústica

Define-se a impedância acústica como a razão da amplitude de pressão acústica do meio e a velocidade da partícula:

$$z \triangleq \frac{p}{v} \quad (2.7)$$

Em geral, z é uma grandeza complexa, $z = R_r + iX$ onde R_r e X são a resistência e a reatância acústica específica, respectivamente. Para ondas planas longitudinais em líquidos ideais, z é considerado real e pode ser escrito como:

$$z = \pm \rho c, \quad (2.8)$$

onde o sinal \pm depende do sentido de propagação da onda. O produto ρc é chamado de impedância característica e tem um significado mais importante para a caracterização do meio que a densidade ρ e a velocidade de propagação c individualmente.

2.4 Fenômenos de transmissão

Quando uma onda de pressão com amplitude p_i (onda incidente) se propaga em um meio e encontra uma interface com outro meio, com impedância característica diferente, parte dessa onda é refletida, com amplitude p_r (onda refletida), e parte é transmitida, com pressão p_t (onda transmitida), como indica a figura 2.1. A análise é simplificada quando assumimos incidência normal, de uma onda plana longitudinal em uma interface plana entre os dois meios. Para o caso de incidência normal, as mesmas leis servem para sólidos e líquidos. Para incidência oblíqua, quando um dos meios é um sólido, há pelo menos dois tipos de ondas (longitudinal e transversal), tornando os cálculos mais complexos.

Seja uma onda plana longitudinal se propagando na direção x , que encontra uma interface em $x = 0$, entre um meio I , com impedância acústica z_1 e um meio II com impedância acústica z_2 .

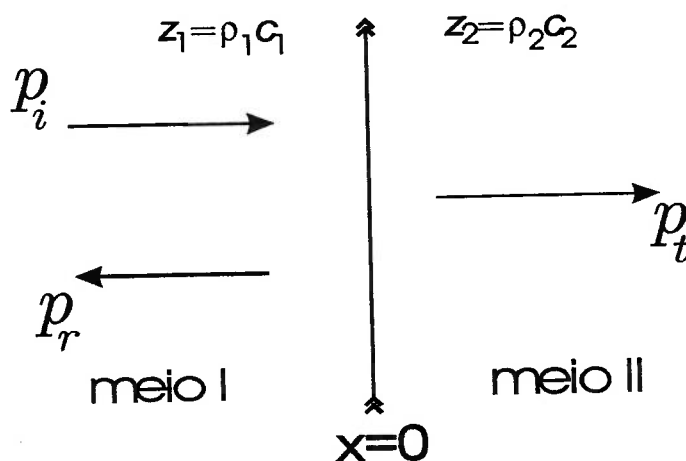


Figura 2.1: Esquema de transmissão.

Definem-se os coeficientes de reflexão e transmissão como:

$$R \triangleq \frac{p_r}{p_i} \quad \text{e} \quad T \triangleq \frac{p_t}{p_i}, \quad \text{respectivamente em } x = 0. \quad (2.9)$$

Sejam as expressões de onda para as pressões de incidência, reflexão e transmissão dadas por:⁴

$$\left. \begin{aligned} p_i &= P_i e^{-i(\omega t - K_1 x)} \\ p_t &= P_t e^{-i(\omega t - K_2 x)} \\ p_r &= P_r e^{-i(\omega t + K_1 x)} \end{aligned} \right\} \text{onde} \left\{ \begin{aligned} K_1 &= \frac{\omega}{c_1} \\ K_2 &= \frac{\omega}{c_2} \end{aligned} \right. \quad (2.10)$$

A onda transmitida (p_t) tem a mesma frequência da onda incidente (p_i) mas com número de onda diferente ($K_1 \neq K_2$) devido à diferença de velocidade de fase entre os meios *I* e *II* (c_1 e c_2 , respectivamente). Existem duas condições de contorno que devem ser satisfeitas para qualquer instante de tempo na interface ($x = 0$): a pressão acústica deve ser igual em ambos os lados (continuidade da pressão):

$$p_i + p_r = p_t, \quad (2.11)$$

e a velocidade normal da partícula na interface também deve ser igual em ambos os lados (continuidade da velocidade normal):

$$v_i + v_r = v_t. \quad (2.12)$$

Dividindo (2.11) por (2.12):

$$\frac{p_i + p_r}{v_i + v_r} = \frac{p_t}{v_t},$$

⁴Não se considera o efeito da atenuação neste cálculo.

e utilizando as definições de impedância acústica (2.7, 2.8) e coeficiente de reflexão (2.9), obtemos:

$$R = \frac{(z_2 - z_1)}{(z_2 + z_1)} = \frac{1 - \frac{z_1}{z_2}}{1 + \frac{z_1}{z_2}}. \quad (2.13)$$

Dividindo (2.11) por p_i , teremos $1 + R = T$ e substituindo (2.13), obteremos o coeficiente de transmissão:

$$T = \frac{2}{1 + \frac{z_1}{z_2}}. \quad (2.14)$$

R é sempre real, positivo quando $z_1 > z_2$, ou negativo quando $z_1 < z_2$. Logo, a onda refletida está sempre em fase ou 180° fora de fase com a onda incidente, dependendo da impedância dos meios. T é sempre real e positivo, ou seja, a onda transmitida está sempre em fase com a onda incidente.

2.5 Difração acústica

O campo acústico gerado pelo movimento oscilatório de um pistão plano circular contém duas ondas, chamadas de onda plana e onda de borda. A onda plana se propaga dentro da região de projeção da face do transdutor, enquanto a onda de borda se propaga em todas as direções à partir da borda, num formato toroidal (figura 2.2).

Os efeitos da difração são caracterizados pela interferência entre as ondas plana e de borda. Quando colocamos um emissor com face paralela a um receptor, que não interfere

no campo, a pressão média medida no receptor é menor do que a pressão média se houvesse apenas a onda plana. Essa perda na recepção é chamada de perda por difração. O fenômeno da difração resulta principalmente das dimensões finitas do emissor e receptor, das distâncias que os separam e da frequência de trabalho. O efeito da difração faz com que o feixe se torne divergente, assim a perda cresce com o aumento da distância entre o emissor e o receptor.

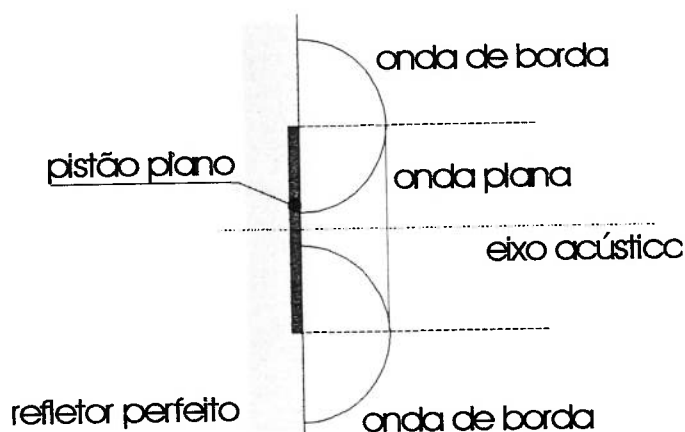


Figura 2.2: Ondas plana e de borda.

Podem-se calcular os efeitos da perda por difração através de métodos computacionais analíticos ou numéricos, e utilizar estes resultados para corrigir o efeito da difração. Para minimizar o efeito da difração podem-se utilizar transdutores que produzam campos acústicos mais uniformes, sem a interferência entre as ondas planas e de borda. Pode-se também eliminar o efeito da difração ao utilizar um transdutor receptor grande o bastante para abranger todo o campo acústico gerado pelo transdutor emissor. Essa técnica foi utilizada na montagem da célula de medição de densidade desenvolvida por Adamowski [16].

2.6 Fenômeno de atenuação acústica

Quando uma onda acústica percorre um meio, sua intensidade é reduzida em função da distância percorrida. Este fenômeno é conhecido como atenuação acústica e é a perda de energia da onda durante a propagação, que pode ser de origem geométrica, difração e espalhamento, ou devido ao meio, perdas viscosas, térmicas e por relaxação. Este fenômeno ocorre de maneira diferente em meios homogêneos e não-homogêneos.

2.6.1 Atenuação acústica em meios homogêneos

Em um meio homogêneo as principais perdas são causadas pela viscosidade do meio, perdas térmicas e perdas devido à relaxação.

As perdas por viscosidade são causadas pelos movimentos relativos entre as porções adjacentes, dados pela compressão e rarefação que caracterizam a propagação da onda.

As perdas térmicas acontecem devido à diferença de temperatura do meio quando ele é comprimido e expandido. Considerando que sua condutividade térmica faz com que o processo não seja adiabático, ela contribui para a perda de energia. As perdas térmicas são mais acentuadas para materiais com maior condutividade térmica.

As trocas de energias por relaxação estão relacionadas com a conversão da energia cinética das moléculas, translacional, em: (a) energia potencial, com um novo rearranjo estrutural das moléculas, (b) energia interna vibracional e/ou rotacional para moléculas e (c) energia de associação e/ou dissociação de íons em espécies iônicas e soluções iônicas

complexas [17].

2.6.2 Atenuação acústica em meios não-homogêneos

Para um meio não-homogêneo, além das perdas devido ao meio, devem ser somadas as perdas devido às partículas em suspensão. Existem seis mecanismos de perda na interação da onda acústica em um meio não-homogêneo [5, 6]: (1) perda viscosa, (2) perda térmica, (3) perda por espalhamento, (4) perdas intrínsecas, (5) perdas estruturais e (6) perdas eletrocinéticas. Todos os mecanismos são independentes e somente os quatro primeiros têm contribuição significativa na maioria dos casos [9].

As perdas por viscosidade são causadas por uma onda de cisalhamento gerada pelos movimentos relativos das partículas suspensas no meio. Estes movimentos, de translação e pulsação radial, são causados pelo contraste de densidade da partícula com o meio, na presença de um campo de pressão acústica. Essa onda de cisalhamento é caracterizada pela distância:

$$\delta_\nu = \sqrt{\frac{2\nu_d}{\rho\omega}}, \quad (2.15)$$

sendo ν_d a viscosidade dinâmica, ρ a densidade do meio e ω a frequência angular. A dimensão δ_ν é conhecida como '*profundidade viscosa*' e indica o poder de penetração da onda de cisalhamento no meio. A amplitude da onda de cisalhamento decai de um fator e em uma distância δ_ν .

As perdas térmicas são causadas pela geração de um gradiente de temperatura próximo

à superfície da partícula. Este gradiente de temperatura aparece devido ao acoplamento entre a pressão e a temperatura. Assim como a onda de cisalhamento, a onda térmica gerada é caracterizada pela dimensão:

$$\delta_t = \sqrt{\frac{2\tau_0}{\rho\omega C_p^0}}, \quad (2.16)$$

sendo τ_0 e C_p^0 a condutividade térmica e o calor específico do meio. A dimensão δ_t é conhecida como '*profundidade térmica*' e indica o poder de penetração da onda térmica no meio. A amplitude da onda térmica decai de um fator e em uma distância δ_t .

Um sistema com partículas em suspensão pode ser caracterizado pelas dimensões das partículas (D) e pela profundidade (δ), térmica ou viscosa. Como os cálculos das profundidades dependem da frequência (equações 2.15 e 2.16), podemos calcular a frequência crítica para cada mecanismo de perda (viscoso ou térmico).

A frequência crítica é definida como a frequência na qual a atenuação da onda é máxima. De acordo com a teoria de Allegra, Hawley, Epstein e Carhart [5, 6], na frequência crítica, o valor da profundidade, térmica ou viscosa, tem aproximadamente o mesmo tamanho da partícula. É importante notar que as frequências críticas calculadas para as perdas viscosa e térmica são distintas [5], permitindo considerar estes efeitos separadamente. Quando um efeito tem seu valor de máximo, o outro pode ser desconsiderado.

O mecanismo de perda por espalhamento é diferente dos mecanismos de perdas por viscosidade e térmica, e semelhante ao espalhamento de ondas eletromagnéticas. O espalhamento acústico não produz dissipação da energia acústica. A presença de partículas

redireciona parte do fluxo de energia da onda e o resultado é que esta parte da energia não é captada pelo receptor. A perda por espalhamento é uma perda geométrica e é significativa apenas para partículas grandes (acima de $1\mu m$) e altas frequências (acima de $50MHz$) [9].

As perdas intrínsecas ocorrem devido à interação da onda acústica com materiais das partículas e do meio como se fossem meios homogêneos. Estas perdas foram descritas acima como perdas para um meio homogêneo.

2.7 Espalhamento acústico

Quando uma partícula imersa num meio homogêneo é iluminada por uma onda, parte da energia da onda é espalhada e parte é absorvida, figura (2.3).

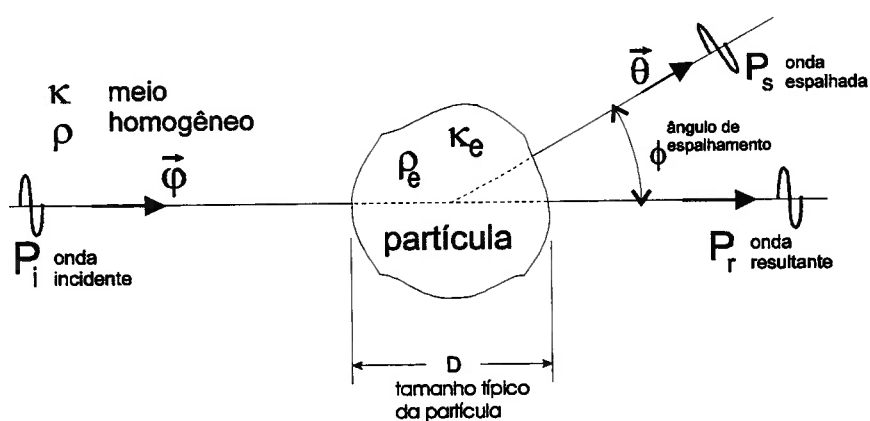


Figura 2.3: Espalhamento de uma onda por uma partícula.

Considerando que a onda incidente é plana e não polarizada, omitindo-se o termo

$e^{-i\omega t}$, ela pode ser descrita por [18]:

$$p_i(r) = P_i e^{iK\vec{\varphi}\cdot\vec{r}} \quad (2.17)$$

sendo, $K = \frac{2\pi}{\lambda}$, λ é o comprimento de onda, $\vec{\varphi}$ a direção da onda incidente. A onda espalhada é um redirecionamento de parte da energia da onda incidente em um ângulo ϕ . Se a distância do ponto de observação r for menor que D^2/λ (campo próximo), a onda espalhada irá apresentar variações de fase e amplitude devido a interferências de contribuições de pontos diferentes da partícula. Quando a distância de observação r for maior que D^2/λ (campo distante), a onda espalhada será esférica e dada por:

$$\vec{p}_s(r) = f(\vec{\theta}, \vec{\varphi}) \frac{e^{iKr}}{r} \vec{\theta} \quad \text{para } r > \frac{D^2}{\lambda}, \quad (2.18)$$

onde $f(\vec{\theta}, \vec{\varphi})$ representa a amplitude, fase e polarização da onda espalhada na direção $\vec{\theta}$ quando a partícula é iluminada por uma onda plana longitudinal se propagando na direção $\vec{\varphi}$. A função $f(\vec{\theta}, \vec{\varphi})$ é chamada de função amplitude de espalhamento e depende do ângulo de espalhamento e das propriedades físicas do meio e da partícula. Apesar da onda incidente não ser polarizada, a onda espalhada pode ser polarizada.

Podemos então definir o diferencial da secção de espalhamento:

$$\sigma_d(\vec{\theta}, \vec{\varphi}) = \left| f(\vec{\theta}, \vec{\varphi}) \right|^2, \quad (2.19)$$

onde σ_d tem medida de área por ângulo sólido. A secção de choque pode ser definida como a área efetiva, que envolve o centro espalhador, a qual a onda deve atingir para ser

espalhada em um ângulo $\phi+d\phi$. A secção de espalhamento total σ_s é a contribuição de σ_d para todos os ângulos da partícula

$$\sigma_s = \int_{4\pi} f(\vec{\theta}, \vec{\varphi}) d\Omega, \quad (2.20)$$

e $d\Omega$ é o diferencial de ângulo sólido.

A descrição matemática da amplitude de espalhamento e da secção de choque depende do formato da partícula. Se a partícula tiver um formato simples (cilindro infinito ou uma esfera), é possível obter as expressões exatas. Para formas mais complexas da partícula, é necessário utilizar métodos para determinar a secção de choque aproximada. Para uma partícula esférica o cálculo pode ser feito utilizando a representação integral da amplitude de espalhamento [19]:

$$f(\vec{\theta}, \vec{\varphi}) = \frac{K^2}{4\pi} \int_V \left(\gamma_k(r) p_t(\vec{r}) - \gamma_p(r) \frac{i}{K} \vec{\theta} \cdot \vec{\nabla} p_t(\vec{r}) \right) e^{-iK\vec{r}\cdot\vec{\theta}} dV, \quad (2.21)$$

sendo $p_t(\vec{r})$ a onda total, ou seja, onda resultante mais onda espalhada ($p_r(\vec{r}) + p_s(\vec{r})$). A integração no volume é realizada em todo o espaço da amostra. Se as quantidades que descrevem o desvio das propriedades constitutivas forem pequenas (γ_p e $\gamma_k \ll 1$), podemos aproximar a pressão total pela pressão incidente [18]:

$$p_t(\vec{r}) \cong p_i(\vec{r}), \quad (2.22)$$

onde $p_i(\vec{r})$ é uma onda plana não polarizada, dada por (2.17). Substituindo (2.22) na

equação (2.21) e sabendo que $\vec{\nabla} p_i(\vec{r}) = iK p_i(\vec{r}) \vec{\varphi}$, obtemos:

$$f(\vec{\theta}, \vec{\varphi}) = \frac{K^2}{4\pi} \int_V \left(\gamma_k(r) p_i(\vec{r}) + \gamma_\rho(r) \vec{\theta} \cdot \vec{\varphi} p_i(\vec{r}) \right) e^{-iK\vec{r}\cdot\vec{\theta}} dV. \quad (2.23)$$

O produto $\vec{\varphi} \cdot \vec{\theta}$ é o cosseno do ângulo entre os dois vetores (figura 2.3), portanto:

$$f(\vec{\theta}, \vec{\varphi}) = \frac{K^2}{4\pi} \int_V (\gamma_k(r) + \gamma_\rho(r) \cos(\phi)) e^{iK\vec{r}\cdot\vec{\varphi} - iK\vec{r}\cdot\vec{\theta}} dV. \quad (2.24)$$

Para partículas pequenas, a fase varia pouco, e portanto o argumento da exponencial se anula e o valor da integral é o volume da partícula (V_{part}). Logo,

$$f(\vec{\theta}, \vec{\varphi}) = \frac{K^2}{4\pi} (\gamma_k + \gamma_\rho \cos(\phi)) V_{part}, \quad (2.25)$$

e a onda espalhada é:

$$p_s(r) = \frac{K^2}{4\pi} (\gamma_k + \gamma_\rho \cos(\phi)) V_{part} \frac{e^{iKr}}{r}, \quad (2.26)$$

A onda espalhada é proporcional ao volume da partícula, ao ângulo de espalhamento, às propriedades constitutivas do meio e do líquido e inversamente proporcional ao comprimento de onda. A secção de choque diferencial será dada por:

$$\sigma_s = \left| f(\vec{\theta}, \vec{\varphi}) \right|^2 \propto \frac{V_{part}^2}{\lambda^4}. \quad (2.27)$$

Esta característica para pequenas partículas esféricas é chamada de espalhamento

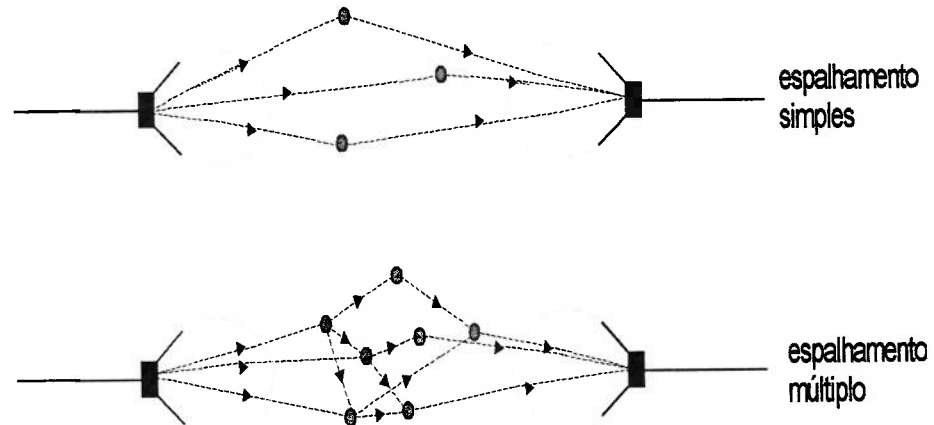


Figura 2.4: Caracterização de espalhamento: modelos de espalhamento simples e múltiplo.

de Rayleigh ou modelo de Born. Neste cálculo não estão representadas as perdas por absorção, viscosidade do meio, perdas térmicas, etc.

Num meio que contém muitas partículas espalhadoras o processo de espalhamento pode ser caracterizado por dois tipos: quando o meio tem alta densidade de partículas espalhadoras (espalhamento múltiplo), e quando o meio tem baixa densidade de partículas espalhadoras (espalhamento simples ou primeira ordem de espalhamento múltiplo) - figura 2.4.

Na aproximação de espalhamento simples, assumimos que a onda incidente encontra poucas partículas espalhadoras. A onda espalhada é assumida como sendo a somatória do espalhamento simples de cada partícula e os espalhamentos de ordens superiores são desprezados. Uma caracterização formal do espalhamento simples depende do comprimento de onda utilizado, do tamanho das partículas, e das características do par de transdutores transmissor-receptor [18]. Essa quantidade pode ser convenientemente medida através da

distância óptica γ . A aproximação de espalhamento simples é válida quando:

$$\gamma = \int_0^L \alpha \sigma_t dS \approx \alpha \sigma_t L \ll 1, \quad (2.28)$$

sendo L uma dimensão típica da amostra onde as partículas estão imersas, α a concentração de partículas, dS o diferencial de comprimento e σ_t a secção de choque total definida como

$$\sigma_t = \sigma_s + \sigma_a, \quad (2.29)$$

σ_s e σ_a são, respectivamente, as secções de choque de espalhamento (2.20) e de absorção [18]. A amplitude de espalhamento, definida para múltiplo espalhamento, é descrita por [19]:

$$f(\vec{\theta}, \vec{\varphi}) = f(\phi) = \frac{K^2 V_{part}}{4\pi} \left(\frac{k_e - k}{k} + \frac{3(\rho_e - \rho)}{2\rho_e + \rho} \cos(\phi) \right). \quad (2.30)$$

Substituindo em (2.20) encontramos:

$$\sigma_s = \frac{K^4 V_{part}^2}{4\pi} \left(\left| \frac{k_e - k}{k} \right|^2 + \frac{1}{3} \left| \frac{3(\rho_e - \rho)}{2\rho_e + \rho} \right|^2 \right). \quad (2.31)$$

Para um tipo particular de meio, como o sangue por exemplo, é sabido que a secção de choque de absorção é muito maior que a secção de choque de espalhamento ($\sigma_a \gg \sigma_s$) no intervalo de frequências de 0.1 a 10 MHz, portanto a atenuação é causada principalmente pela absorção, e não pelo espalhamento [18]. Para o sangue, que possui características

próximas às do leite, a secção de choque de absorção para uma onda plana num meio contendo espalhadores é dada como [18]:

$$\sigma_a = (5 \sim 6) \times 10^{-12} f \quad (2.32)$$

e f é a frequência de trabalho em MHz .

Substituindo os valores de k_e , ρ_e , k e ρ ,⁵ utilizando $\eta = 10^9$ para a densidade de partículas por unidade de volume, nas equações (2.31) e (2.28) e utilizando (2.32), podemos calcular γ em função da frequência e do tamanho da partícula. A densidade de partículas $\eta = 10^9$ é o caso extremo, para partículas com o menor diâmetro e com o mais alto teor de gordura por volume, para o leite comercialmente disponível.

O fator γ , calculado para estas constantes satisfaz à condição ($\gamma \ll 1$) para um intervalo de frequência de 1 a $15MHz$ para partículas com até $4\mu m$. Para partículas maiores a frequência máxima diminui. Para partículas maiores que $4\mu m$, a condição só é satisfeita para frequências menores que $8MHz$.⁶

2.8 Velocidade de propagação e atenuação viscosa em meios não-homogêneos

Lord Rayleigh propôs originalmente que quando uma onda acústica (onda incidente) encontra uma partícula, parte de sua energia é espalhada (onda espalhada) e parte con-

⁵Ver apêndice C.

⁶O gráfico de γ pode ser observado no apêndice B.

tinua na mesma direção da onda incidente (onda resultante). A uma grande distância da partícula espalhadora, a onda resultante irá diferir da onda incidente apenas por uma fase. Este fato é usado por Urick e Ament [20] para calcular a velocidade de propagação do som e o coeficiente de atenuação em líquidos contendo partículas esféricas. Ahuja [7] introduziu o efeito da viscosidade do meio no cálculo.

O coeficiente de atenuação viscosa é a contribuição na perda da energia da onda devido à presença de partículas em suspensão e a interação destas com o meio. O coeficiente de atenuação total será a atenuação devido à absorção do líquido mais a atenuação viscosa. Quando uma onda acústica propaga-se através de um meio contendo partículas em suspensão, estas irão realizar movimentos de translação e de pulsação radial. O movimento de translação caracteriza-se por um deslocamento relativo em relação ao meio, a pulsação radial caracteriza-se por expansões e contrações radiais. O meio possui atrito entre as partículas e o movimento de oscilação e pulsação das partículas no campo acústico irá espalhar e absorver a energia da onda incidente. Estes movimentos geram uma onda de cisalhamento que tem sua amplitude diminuída de um fator e em uma distância δ_ν , equação (2.15). Os efeitos da viscosidade são concentrados nesta camada, com distância δ_ν e variam com a frequência, assim como a velocidade de propagação e o coeficiente de atenuação.

A expressão que relaciona as constantes das onda resultante e incidente é [21]:

$$\left(\frac{K_s}{K_l}\right)^2 = \left(1 + \left(\frac{4\pi\eta}{iK_l^3}\right) \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n a_{2n}\right) \left(1 - \left(\frac{4\pi\eta}{iK_l^3}\right) \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n a_{2n-1}\right). \quad (2.33)$$

sendo η o número de partículas por unidade de volume. Os termos a_0 e a_1 são os coefi-

cientes de monopolo e dipolo de espalhamento, K_s e K_l são a constante da onda espalhada e incidente, respectivamente:

$$K_s = \frac{\omega}{c_s} + ia_{vis} \quad (2.34)$$

$$K_l = \frac{\omega}{c_l} \quad (2.35)$$

c_s e c_l são a velocidade de propagação da onda para o líquido com partículas e sem partículas, respectivamente, e a_{vis} é o coeficiente de atenuação viscosa.

Assumindo que as partículas são muito pequenas, que sua concentração não seja muito alta, e que não aconteçam espalhamentos múltiplos ($\gamma \ll 1$), apenas os termos a_0 e a_1 são importantes. Escrevendo a equação em termos dos coeficientes a_0 e a_1 , teremos:

$$\left(\frac{K_s}{K_l}\right)^2 = \left\{1 + \left(\frac{4\pi\eta}{iK_l^3}\right) a_0\right\} \left\{1 - \left(\frac{4\pi\eta}{iK_l^3}\right) a_1\right\} \quad (2.36)$$

Se considerarmos que o efeito do volume viscoso é desprezível (válido para o leite) o coeficiente de monopolo de espalhamento a_0 é dado por [7, 21]:

$$a_0 = -\frac{1}{3}iK_l^3 r_p^3 \left(1 - \frac{\beta_p}{\beta_l}\right) \quad (2.37)$$

e o coeficiente de dipolo de espalhamento a_1 é dado por:

$$a_1 = \frac{A_1 \left(\frac{\rho_p}{\rho_l} - 1\right)}{\frac{\rho_p}{\rho_l} - 1 + \frac{3A_1}{K_l^3 r_p^3}} \quad (2.38)$$

com:

$$A_1 = \frac{1}{3} i K_l^3 r^3 (1 + \tau + is) \quad (2.39a)$$

$$s = \frac{1}{2} + \frac{9}{4} \left(\frac{\delta_v}{r_p} \right) \quad (2.39b)$$

$$\tau = \frac{9}{4} \left(\frac{d}{r_p} \right) \left(1 + \frac{\delta_v}{r_p} \right). \quad (2.39c)$$

A constante A_1 é característica de movimento de translação da partícula, r_p é o raio da partícula espalhadora. Substituindo (2.38) e (2.37) em (2.36), obtém-se:

$$\left(\frac{K_s}{K_l} \right)^2 = \left\{ 1 - \alpha \left(1 - \frac{\beta_p}{\beta_l} \right) \right\} \times \left\{ 1 + \frac{\alpha [(1 + \tau) \cos(\epsilon) + s \sin(\epsilon)]}{\left(\left(\frac{\rho_p}{\rho_l} + \tau \right)^2 + s^2 \right)^2} + \frac{i\alpha \left(\frac{\rho_p}{\rho_l} - 1 \right)^2 s}{\left(\frac{\rho_p}{\rho_l} + \tau \right)^2 + s^2} \right\}, \quad (2.40)$$

e $\tan(\epsilon) = s / \left(\frac{\rho_p}{\rho_l} - \tau \right)$. O valor de α :

$$\alpha = \frac{4}{3} \pi \eta r^3,$$

indica a concentração de partículas no líquido.

Substituindo (2.34) e (2.35) em (2.40), tomando a parte real e expandindo em série de Taylor, encontramos a relação entre as velocidades de propagação da onda espalhada

e da onda incidente [7]:

$$\frac{c_s}{c_l} \simeq \left(1 + \frac{1}{2}\alpha \left(1 - \frac{\beta_p}{\beta_l} \right) - \frac{1}{2}\alpha \frac{\left(\frac{\rho_p}{\rho_l} - 1 \right) [(1 + \tau) \cos(\epsilon) + s \sin(\epsilon)]}{\left(\left(\frac{\rho_p}{\rho_l} - \tau \right)^2 + s^2 \right)^{\frac{1}{2}}} \right), \quad (2.41)$$

o sinal de aproximado corresponde ao termo $\frac{c_l a_{vis}}{\omega}$ ($\ll 1$), que é desprezado quando trabalhamos com frequências maiores que $1MHz$. Utilizando as constantes físicas descritas no apêndice C e frequência de $10MHz$, podemos observar no gráfico da figura 2.5 o comportamento de $\frac{c_s}{c_l}$ em relação à concentração de partículas.

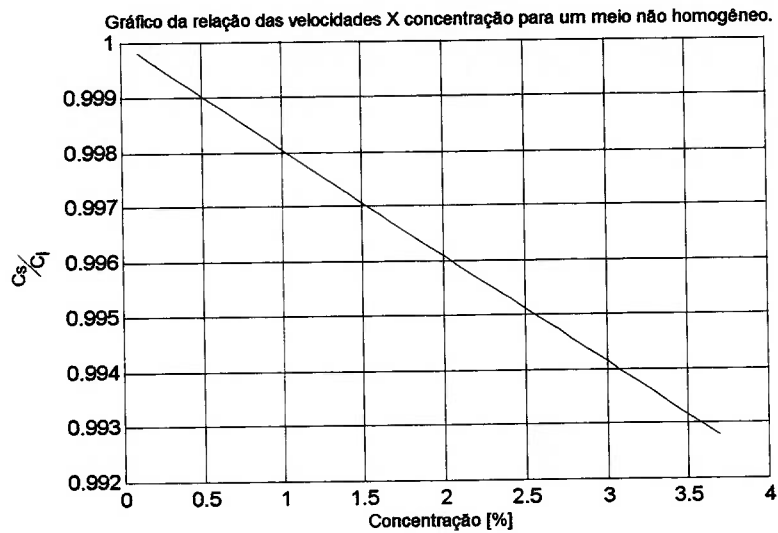


Figura 2.5: Gráfico da relação da velocidade \times concentração (em volume) de partículas para frequência de $10MHz$.

A velocidade de propagação da onda decai com o aumento da concentração de partículas no meio. Na equação (2.41), o termo que contribui com o tamanho da partícula é muito

menor que 1:

$$\frac{1}{2} \frac{\left(\frac{\rho_p}{\rho_l} - 1\right) [(1 + \tau) \cos(\epsilon) + s \sin(\epsilon)]}{\left(\left(\frac{\rho_p}{\rho_l} - \tau\right)^2 + s^2\right)^{\frac{1}{2}}} \ll 1$$

e é praticamente independente do tamanho da partícula, valendo 0.056 para $r = 1\mu m$ e 0.059 para $r = 100\mu m$. Portanto, a relação de velocidades não apresenta uma grande variação devido ao tamanho das partículas.

Para o cálculo do coeficiente de atenuação viscosa, tomamos a parte imaginária da equação (2.40):

$$a_{vis} = \frac{3}{2} \left(\frac{\alpha\omega}{c_l}\right) \left(\frac{\rho_p}{\rho_l} - 1\right)^2 \frac{s}{\left(\frac{\rho_p}{\rho_l} + \tau\right)^2 + s^2}. \quad (2.42)$$

O coeficiente de atenuação viscosa não depende da compressibilidade das partículas e do meio, e tende a zero quando a concentração tender a zero. Nos gráficos da figura 2.6 podemos observar o comportamento do coeficiente de atenuação viscosa em relação à concentração e ao tamanho das partículas para a frequência de trabalho de $10MHz$. Para o gráfico do coeficiente de atenuação \times raio da partícula foi utilizada uma concentração de 3.2% de partículas.

Há uma diminuição no valor do coeficiente de atenuação viscosa com o aumento do tamanho das partículas. Quanto maior o raio da partícula, maior será o seu volume e, para uma dada concentração fixa, menores as quantidades de partículas presentes no meio. Com a diminuição do número de partículas, diminui o número de interações entre a onda

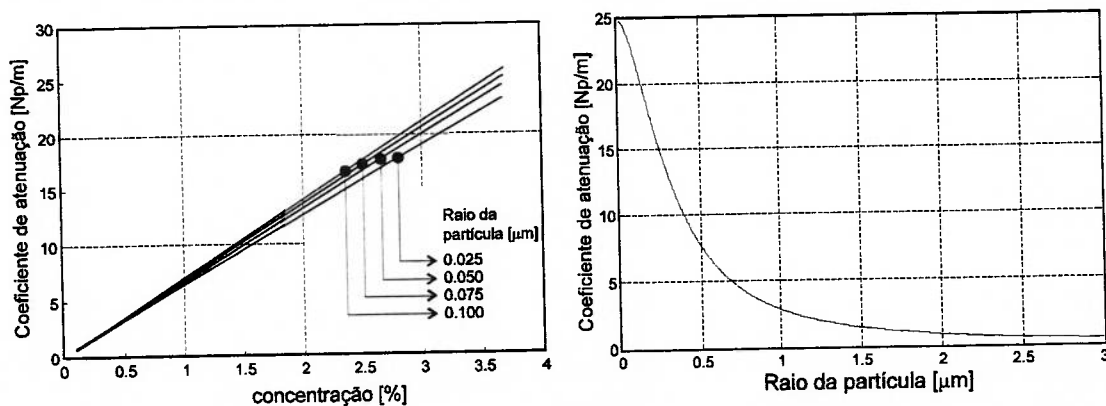


Figura 2.6: Gráficos do coeficiente de atenuação \times concentração (em volume) e coeficiente de atenuação \times raio da partícula para um meio não homogêneo com 3.2% de teor de gordura.

e as partículas, diminuindo assim o valor do coeficiente de atenuação viscosa.

Mantendo a concentração fixa e variando a frequência, podemos observar através do gráfico da figura 2.7 que a atenuação aumenta conforme a frequência aumenta. Neste gráfico o raio da partícula está fixo em $0.05\mu m$.

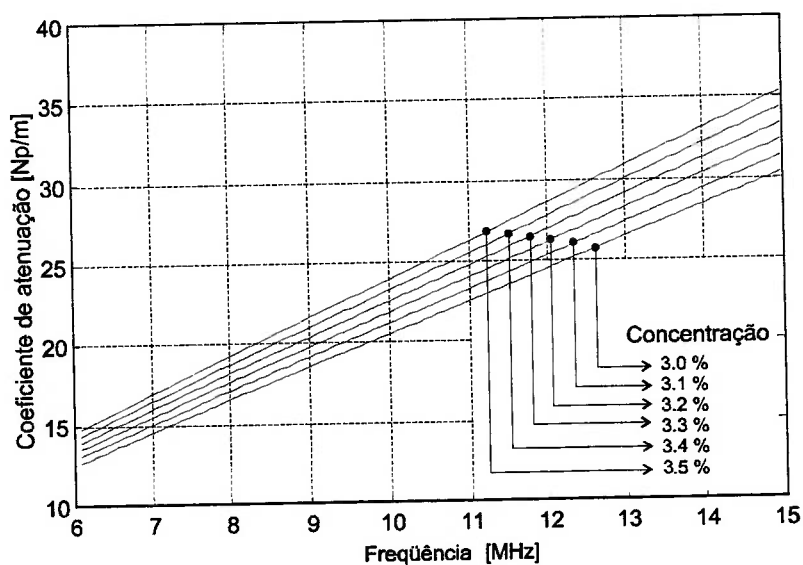


Figura 2.7: Gráfico do coeficiente de atenuação \times frequência para um meio não homogêneo. Raio da partícula de $0.05\mu m$.

O intervalo de concentrações utilizado nos gráficos é compatível com o intervalo de concentração de gordura utilizado no processamento do leite. Para maiores concentrações, devem ser levados em consideração efeitos de segunda ordem na concentração.

2.9 Discussão

Foi discutida neste capítulo a teoria básica utilizada na célula de medição, que será apresentada no capítulo 4. Foi também verificado como comportamento a propagação de uma onda acústica e um meio homogêneo e um não-homogêneo, quais as diferenças e como elas se comportam frente à não-homogeneidade. Foram também discutidos, os mecanismos de perdas das ondas acústicas para os dois meios. A perturbação causada pela não-homogeneidade do meio na velocidade de propagação e no coeficiente de atenuação viscosa, é descrita nas equações (2.41) e (2.42), respectivamente. Estas equações variam de acordo com a frequência de trabalho, com os parâmetros físicos do meio e com o tamanho e quantidade de partículas presentes no meio.

O objeto de estudo deste trabalho é o leite bovino, e como veremos no próximo capítulo, pode ser definido como um meio não-homogêneo. As equações (2.41) e (2.42) serão comparadas com os valores medidos para as amostras de leite.

Capítulo 3

Caracterização do leite bovino

3.1 Definição

De acordo com especificações utilizadas na indústria, o leite normal tem aparência opaca, devido à presença de caseína e gordura, consistência homogênea e é levemente cremoso. A coloração varia do branco fosco ao branco amarelado. Sua constituição varia de animal para animal, embora todos possuam, em proporções variáveis, lactose (açúcares), lipídios (gorduras), proteínas, sais minerais e água, que representa, em média, mais de 85% do leite. Na indústria de laticínios, o leite mais comumente usado é o bovino *in natura*, que possui a composição média, apresentada na tabela 3.1.

Os sais minerais constituem-se de cálcio, fósforo, potássio, sódio, magnésio e outros em menor quantidade. As porcentagens dos componentes e dos sais minerais variam com o tipo de alimentação oferecida ao animal. Do leite bovino *in natura* são definidos os seguintes padrões para o processamento:

Tabela 3.1: Composição média do leite bovino *in natura*.

água	87,50%
lactose	4,80%
gordura	3,75%
proteínas	3,22%
sais minerais	0,73%

- leite tipo B e C homogeneizados e pasteurizados, com 3,5 e 3,0% de teor de gordura, respectivamente. Estes dois tipos de leite diferem apenas no tipo de coleta, manual para o tipo C e mecânica para o tipo B, e no número de agentes patológicos, sendo menor para o tipo B;
- leite UHT integral, semi-desnatado e desnatado, com 3,5; 1,5 e 0,5% de teor de gordura, respectivamente. Todos os tipos têm igual constituição e processamento, diferindo apenas no teor de gordura;
- creme de leite, com teor de gordura de 25 e 35%.

Todos os leites têm a mesma constituição física, proteínas, lactose e sais minerais, diferindo entre si no teor de gordura, no tipo de coleta ou processamento. Os tipos B e C são pasteurizados e os leites UHT passam pelo processo de esterilização UHT (*ultra-high temperature*).

Todos os tipos de leites destinados ao consumo são homogeneizados. O processo de homogeneização é realizado para obter um produto uniforme, de aspecto agradável e de fácil digestão (quanto menores as partículas de gordura mais facilmente elas são digeridas). Como veremos adiante, o leite *in natura* possui partículas grandes de gordura ($\sim 10\mu m$), que causam aglomeração e formação de nata. No processo de homogeneização, o fluxo

de leite é forçado a passar por pequenos capilares em alta pressão. Quando o fluxo de leite encontra uma descontinuidade nos capilares, causada por um aumento brusco no diâmetro (figura 3.1), as partículas de gordura explodem e sua distribuição e tamanho se tornam mais uniformes. O tamanho final das partículas irá depender do diâmetro inicial e final dos capilares, que são fixos, e da pressão utilizada.

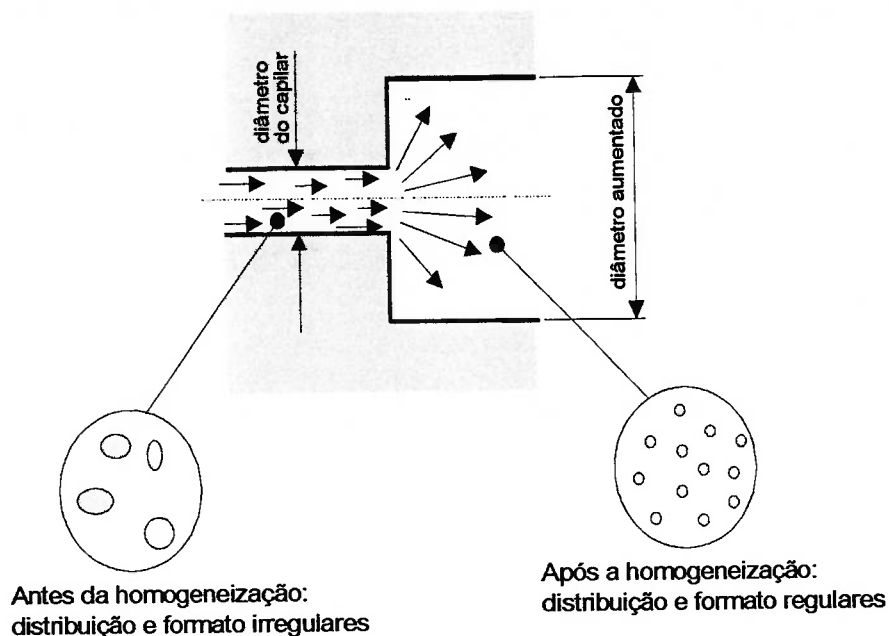


Figura 3.1: Processo de homogeneização do leite.

3.2 Métodos de determinação de teor de gordura presente no leite

O processo de determinação do teor de gordura presente no leite é de fundamental importância na indústria de laticínios. O controle do teor de gordura está presente nas

etapas mais críticas de processamento, tais como o recebimento, onde o leite *in natura* é qualificado, entre outros itens, pela quantidade de gordura presente, e no controle da padronização, onde o leite é especificado pelo teor de gordura. Atualmente são utilizadas duas técnicas de medição do teor de gordura no leite:

- **Método Gerber:** processo químico que fundamenta-se no ataque seletivo da matéria orgânica presente no leite pelo ácido sulfúrico, com exceção da gordura. Através de centrifugação a gordura é separada, auxiliada pelo álcool amílico, que modifica a tensão superficial, tornando-a visível. Toda a operação leva aproximadamente 15 minutos e é realizada em um frasco graduado, chamado de butirômetro. A precisão da medida é de 0,1% de teor de gordura para os butirômetros mais precisos;

- **Método Óptico:** no método óptico é medida a transparência do leite. Um diluente (versene) é adicionado em uma quantidade determinada por um processo convencional de determinação de gordura (Método Gerber). A finalidade da mistura é dissolver as moléculas de proteínas, diminuindo a turbidez e evitando a influência da mesma na medição. Após a homogeneização leite/diluente, a mistura é introduzida num fotômetro, que mede a transparência do líquido. O sinal medido é proporcional à gordura na amostra, conforme calibração efetuada previamente. Sua precisão é de 0,1% de teor de gordura.

Ambos os métodos são destrutivos e não são aplicáveis em uma linha de processamento industrial.

3.3 O leite como um líquido não-homogêneo

Com exceção da gordura, todos os componentes do leite apresentam-se diluídos, formando um líquido com características próximas ao leite desnatado (0,1% de gordura). A gordura se apresenta na forma de pequenos glóbulos que podem variar na forma e tamanho, de esféricas e com diâmetro menores que $1\mu\text{m}$ para o leite UHT até formatos disformes e tamanhos da ordem de $10\mu\text{m}$ para o leite *in natura*. Se considerarmos um leite integral com 3,5% de gordura no volume, encontramos cerca de 10^9 partículas por litro. Estas partículas encontram-se homoganeamente distribuídas e possuem movimento aleatório.

Para a observação da distribuição espacial e de tamanhos de partículas nos vários padrões de leite, foi utilizado um microscópio óptico com amplificação de $1000\times$, disponível no Departamento de Engenharia Química da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Laboratório de Simulação e Controle de Processos (LSCP). A este microscópio está acoplada uma câmera de vídeo, que adquire a imagem e a transfere para um microcomputador PC para posterior processamento.

Como o número de partículas das amostras é muito grande, estas formam vários planos. Para um foco fixo, apenas as partículas que estão no plano focal apresentam-se bem destacadas como pequenos pontos brilhantes, devido à iluminação do microscópio. As partículas em outros planos apresentam-se fora de foco.

As fotos das figuras 3.2 a 3.11 apresentadas no final deste capítulo, foram realizadas para o leite tipo *in natura*, tipo B e C e UHT em várias concentrações de gordura. A barra presente nas figuras representa a escala de medidas.

As fotos das figuras 3.2 e 3.3 foram tiradas para amostras de leite *in natura* com 4,8% de gordura. Podemos observar uma grande variação na distribuição e no tamanho das

partículas, comparando com a barra de calibração. Devido ao maior tamanho e ao formato irregular, as partículas apresentam uma tendência à aglomeração. A foto da figura 3.3, tomada alguns instantes depois, mostra esta tendência. Como as medidas do coeficiente de atenuação e da velocidade de propagação são sensíveis ao tamanho das partículas, estas acabam variando conforme as partículas vão se aglomerando. Como fato curioso, foi possível observar um grande número de bactérias nas amostras de leite *in natura*, já que estas não passaram por nenhum processo de esterilização.

As fotos das figuras 3.4, 3.5 e 3.6 foram tiradas para amostras de leite tipo C e B com 3.0 e 3.5% de gordura, respectivamente. Essas amostras já apresentam uma maior uniformidade na distribuição, mas ainda apresentam uma variação no tamanho das partículas, principalmente no leite tipo C. A foto da figura 3.7, tomada alguns instantes depois, é uma amostra de leite tipo C e também apresenta uma tendência à aglomeração. O tamanho das partículas para o tipo C e apresenta uma maior variação de tamanhos se comparada com a amostra de leite tipo B.

A foto da figura 3.8 é uma amostra de leite tipo UHT integral. Podemos observar uma uniformidade na distribuição e tamanho das partículas. A figura 3.9 é a mesma amostra diluída em água (1 parte de leite para 10 partes de água). Com isso, o número de partículas é reduzido, o que facilita a visualização das mesmas. Podemos observar pela figura que as partículas apresentam formato circular bem definido e tamanho bem menor que $1\mu m$, comparado com a escala de medida. As fotos das figuras 3.10 e 3.11 são amostras de leite UHT com 1,7% e 0,1% de gordura, respectivamente, e apresentam o mesmo comportamento no tamanho e na distribuição das partículas.

3.4 Discussão

Neste capítulo foram apresentadas as características do leite, as técnicas de medição de teor de gordura utilizadas atualmente, os padrões de processamento utilizados na indústria e a diferença entre os vários padrões.

Para este trabalho, todos os padrões de leites utilizados na indústria podem ser considerados como meios não-homogêneos. Todos os tipos, *in natura*, pasteurizado (tipo B e C) e UHT têm constantes os teores de lactose, proteínas e sais minerais, diferindo na quantidade de gordura presente, no tipo de esterilização e principalmente (pelo menos sob o nosso ponto de vista) no tamanho e comportamento das partículas de gordura após a homogeneização. Como vimos no capítulo 2, tanto o coeficiente de atenuação quanto a velocidade de propagação são dependentes da concentração e do tamanho das partículas em suspensão.

Podemos observar, através das fotos, que as amostras de leite *in natura* e pasteurizado se comportam como meios dinâmicos, onde constantes mudanças ocorrem. Há aglomeração das partículas e a conseqüente separação da gordura do meio (formação de nata), o que torna a amostra bifásica. As amostras de leite UHT, por outro lado, apresentam comportamento mais estável.

3.5 Fotos das amostras de leite bovino

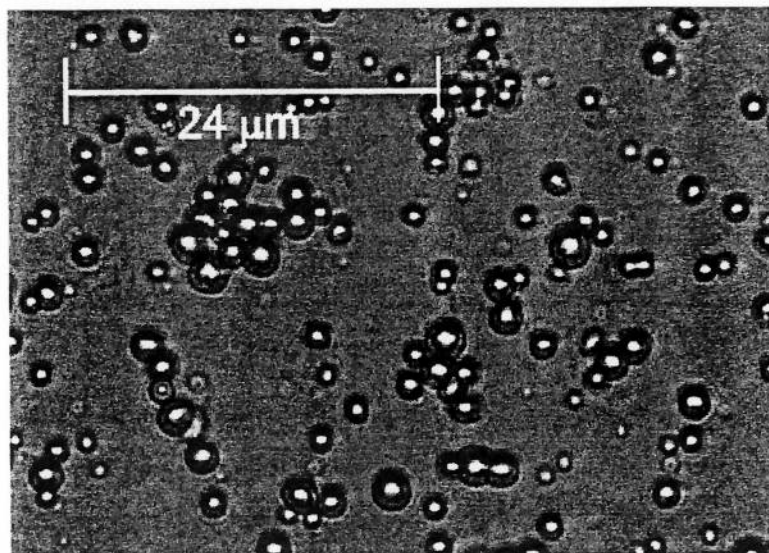


Figura 3.2: Foto do leite *in natura*.

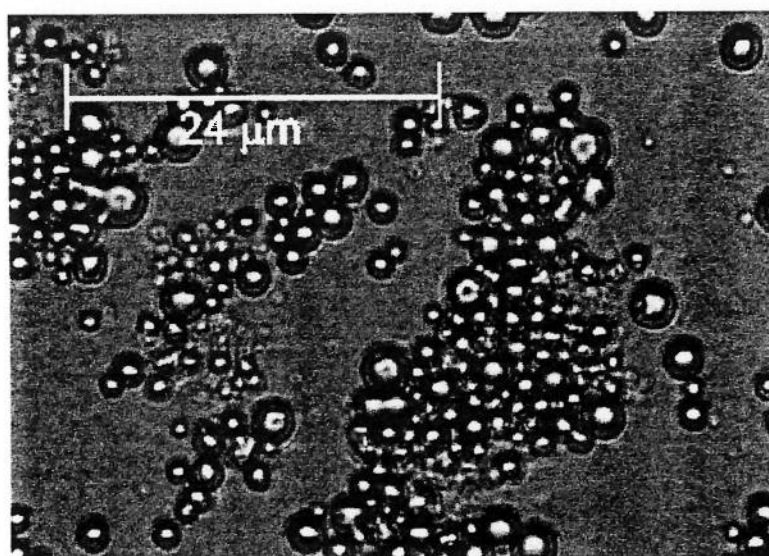


Figura 3.3: Foto do leite *in natura* apresentando aglomeração.

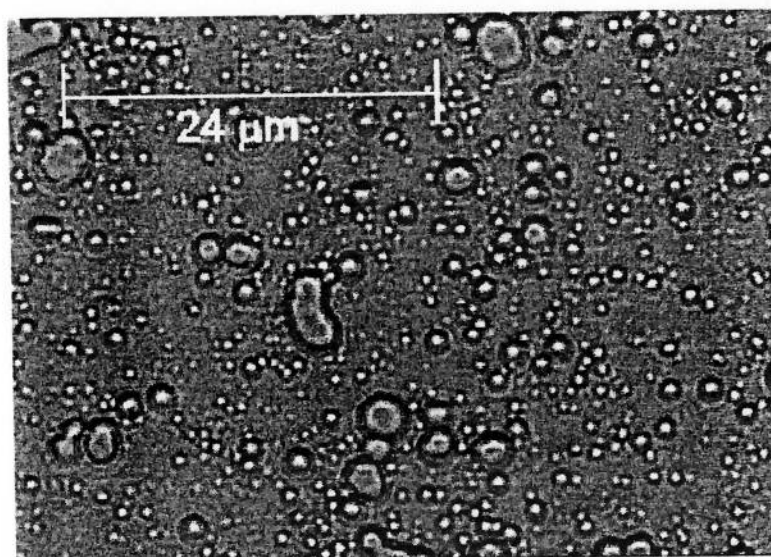


Figura 3.4: Foto do leite tipo C com 3,0 % de teor de gordura.

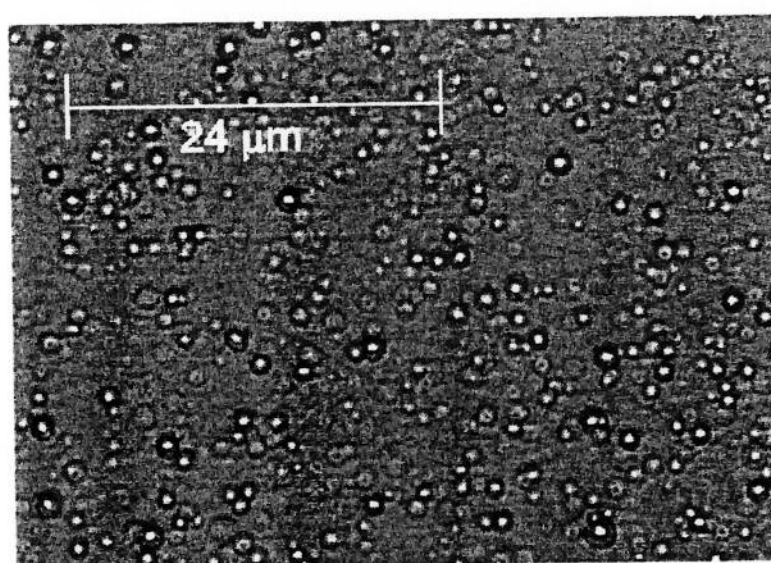


Figura 3.5: Foto do leite tipo B com 3,5 % de teor de gordura.

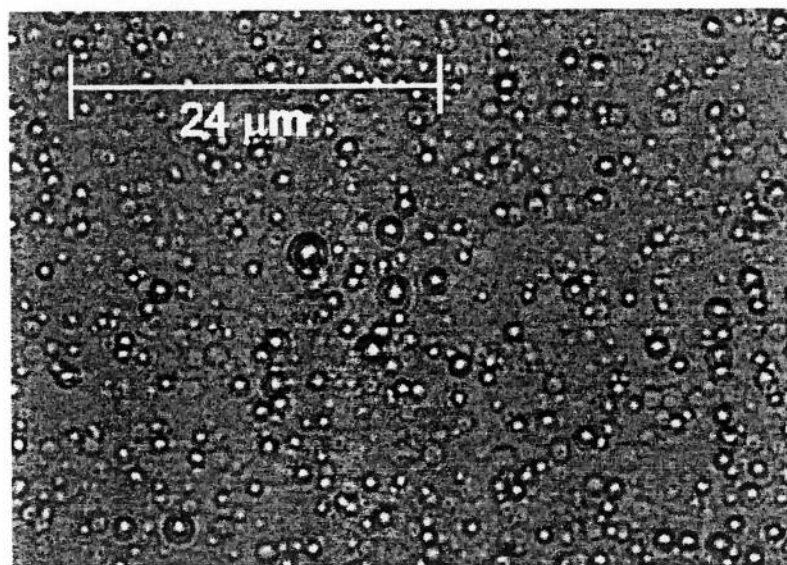


Figura 3.6: Foto do leite tipo B com 3,5 % de teor de gordura.

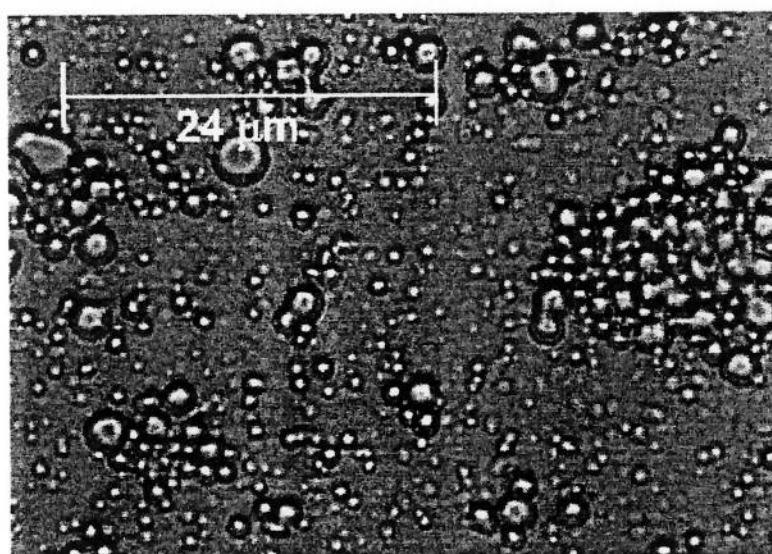


Figura 3.7: Foto do leite tipo C apresentando aglomeração.

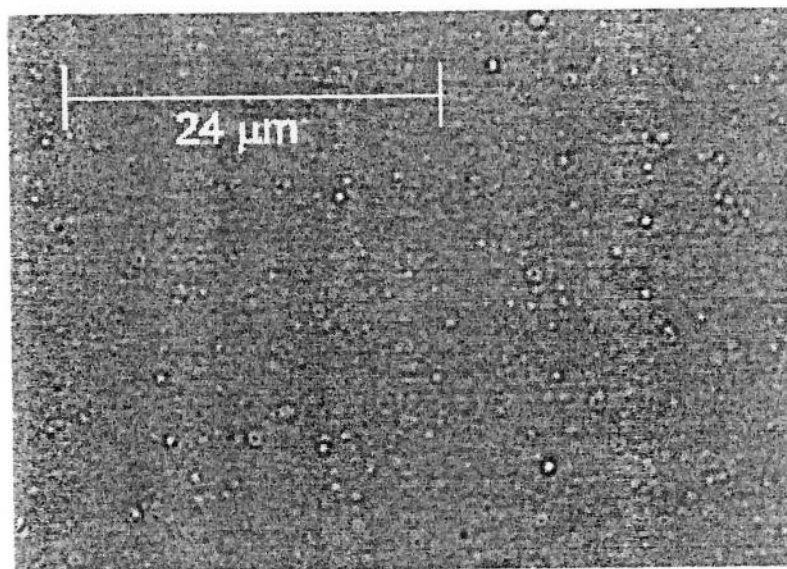


Figura 3.8: Leite integral UHT com 3,5% de teor de gordura.

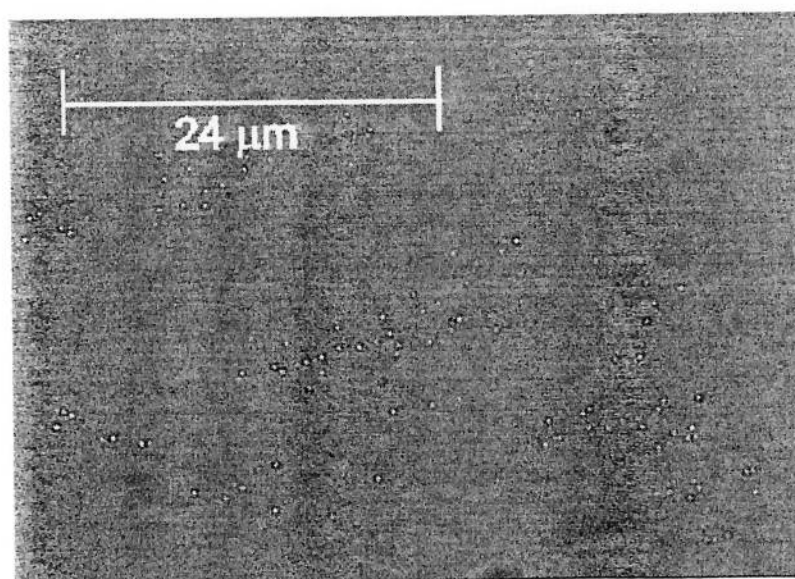


Figura 3.9: Foto do leite integral UHT diluído em água.

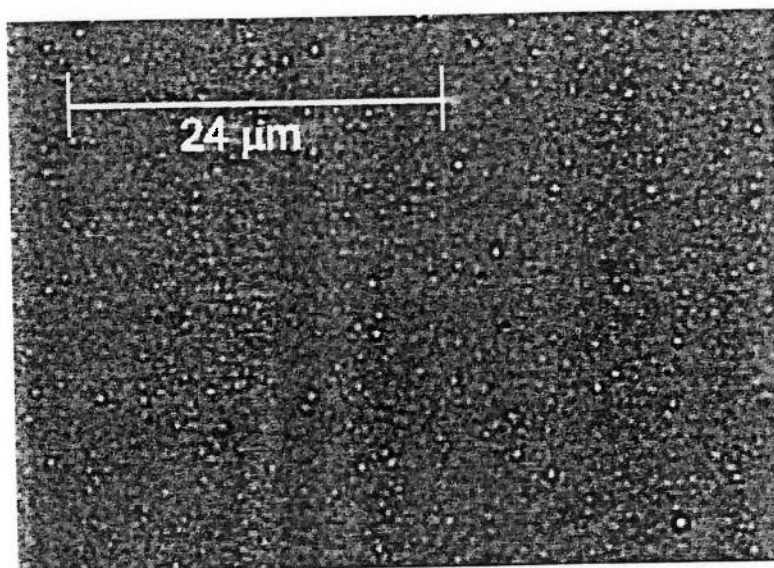


Figura 3.10: Foto do leite desnatado com 1,7% de teor de gordura.

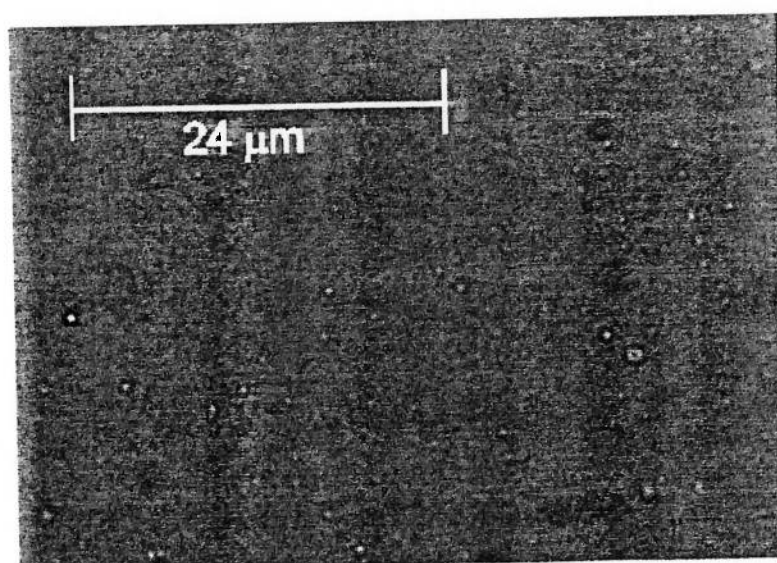


Figura 3.11: Foto do leite desnatado com 0,1% de teor de gordura.

Capítulo 4

Célula de medição de parâmetros acústicos

4.1 Introdução

Neste capítulo serão apresentados a célula de medição utilizando um transdutor de duplo-elemento, os parâmetros de construção e materiais utilizados. Serão observados os comportamentos dos sinais e como, a partir deles, extrair os parâmetros acústicos das amostras.

4.2 Transdutor duplo-elemento

A célula de medição com transdutor de duplo-elemento [16] é uma variação de uma

célula de medição com elemento único, onde esse transdutor funciona como emissor e receptor, proposta por Papadakis [22, 23, 24]. A célula utilizada neste trabalho foi desenvolvida por Adamowski [16] e usa um receptor de *PVDF* (*poly-vinylidene-fluoride*) de área suficientemente grande, capaz de interceptar todo campo acústico, a fim de eliminar o efeito da difração acústica.

A figura 4.1 mostra o desenho esquemático do transdutor duplo-elemento. O emissor é um transdutor cerâmico comercialmente disponível e o receptor uma membrana de *PVDF* de $52 \mu m$ de espessura que tem as faces metalizadas com alumínio para a formação dos eletrodos. A membrana é colocada entre dois tarugos (linhas de retardo), sendo unida com uma fina camada de epóxi, devendo-se evitar a presença de bolhas, que provocariam a reflexão e a atenuação da onda (sinal). As linhas de retardo são confeccionadas com acrílico (polimetil metacrilato), alumínio ou vidro e possuem densidade e comprimento conhecidos, que servem como referência. Na tabela (4.1) podemos observar os parâmetros acústicos para o acrílico, alumínio e vidro comparados com a água.

Tabela 4.1: Valores a impedância acústica e densidade.

	impedância acústica $\times 10^{-10} \left[\frac{kg}{m.s^2} \right]$	densidade $\left[\frac{kg}{m^3} \right]$
água ^a	1.48	998.65
acrílico ^b	3.21	1187.6
vidro ^b	15.11	2497.5
alumínio ^b	17.34	2705

^aValores tabelados para a temperatura de $20^\circ C$ [27].

^bValores medidos para a temperatura de $20^\circ C$.

Para medições em baixa frequência ($< 3MHz$), utilizou-se a linha de retardo de acrílico, que apresenta uma baixa atenuação em relação aos demais plásticos, permitindo assim que os principais sinais recebidos tenham mesma ordem de grandeza. A impedância

acústica também é próxima à da amostra, no caso de medição com líquidos. Para frequências maiores, utilizam-se alumínio ou vidro, que apesar de terem impedância acústica muito alta, se comparada à amostra, têm atenuação desprezível na faixa de frequência utilizada neste trabalho.

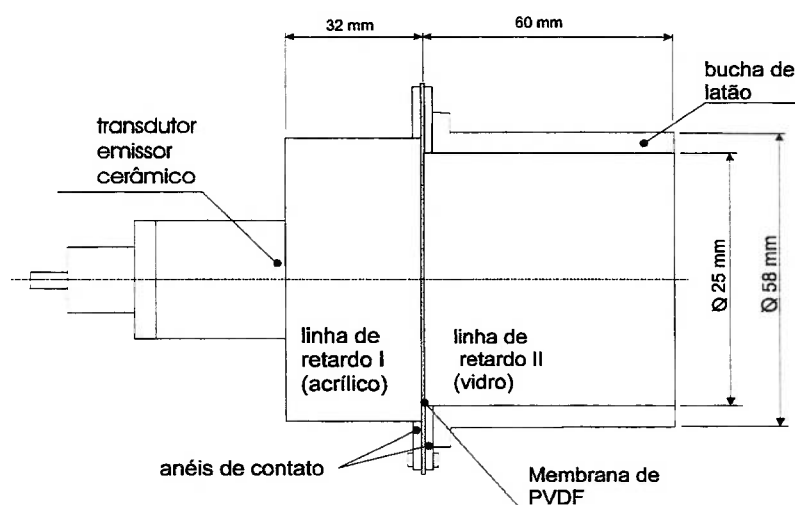


Figura 4.1: Desenho esquemático do transdutor duplo-elemento com linha de retardo de vidro.

A membrana de *PVDF* é circular e tem diâmetro de aproximadamente 68mm , maior que os 52mm da linha de retardo, permitindo um anel externo à montagem. O diâmetro efetivo do receptor (52mm) foi escolhido de modo a interceptar todo o campo acústico gerado pelo transdutor e pelos sinais recebidos (ecos), na faixa de frequência utilizada neste trabalho. O diâmetro da linha de retardo deve ser grande o suficiente para que a abertura do feixe acústico não provoque reflexões nas paredes laterais. Os comprimentos das linhas de retardo foram calculados de forma a não ocorrer superposição dos sinais recebidos, para um comprimento L da amostra entre 3 e 5mm . Para garantir incidências normais, as faces das linhas de retardo devem ser paralelas e planas [16].

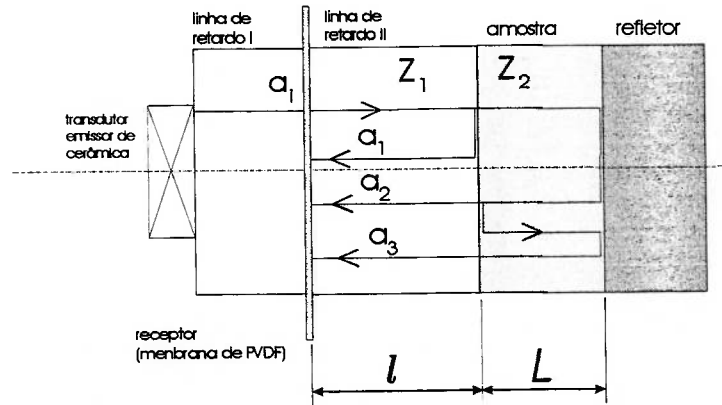


Figura 4.2: Configuração esquemática da célula de medição.

4.3 Célula de medição

A figura 4.2 apresenta um esquema básico da célula de medição para líquidos em repouso. A linha de retardo *II* impede que a amostra entre em contato direto com a membrana. O refletor é construído de aço inox 304 ou latão e também tem parâmetros acústicos conhecidos, superfícies lisas, planas e paralelas. Devido ao seu alto valor de impedância acústica, comparado com o valor de impedância acústica da amostra, a reflexão da onda é quase total (aproximadamente 94% de reflexão).

O transdutor emissor gera um pulso ultra-sônico (*MHz*) que se propaga através da linha de retardo *I* até atingir a membrana de *PVDF* do receptor. O receptor é sensibilizado medindo o pulso a_i . O pulso transmitido propaga-se pela linha de retardo *I* até encontrar a interface com a amostra (*IA*) onde é parcialmente refletido e parcialmente transmitido. A onda é refletida e sensibiliza o receptor (primeiro eco - a_1), a onda transmitida propaga-se na amostra e é refletida pelo refletor, retorna e novamente encontra a interface *IA*. Novamente é parcialmente refletida e parcialmente transmitida, sendo que

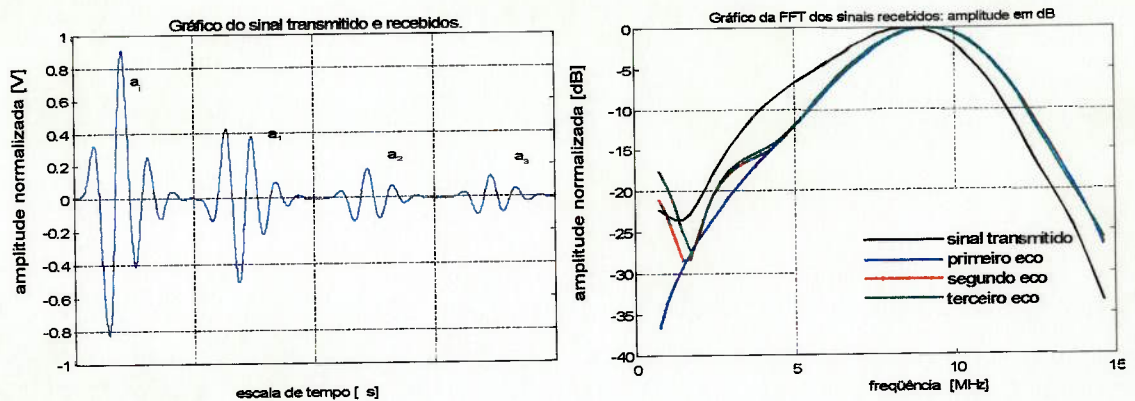


Figura 4.3: Gráficos dos sinais recebidos e das respectivas respostas em frequência normalizadas em dB. A linha de retardo II é de vidro e a amostra de leite integral UHT.

a onda transmitida irá sensibilizar o receptor (segundo eco - a_2). A onda refletida irá continuar o caminho entre o refletor e a interface IA sempre transmitindo um pulso na mesma. O gráfico da figura 4.3 apresenta o sinal transmitido e os três primeiros ecos recebidos, para um transdutor excitado com um pulso senoidal na frequência de 10MHz , nos domínios do tempo e das frequências.

Para se obter as propriedades acústicas, toma-se a transformada de Fourier dos sinais captados (a_i, a_1, a_2, a_3), selecionando o valor da amplitude do sinal em uma determinada frequência. Essas amplitudes são representadas por A_I, A_1, A_2, A_3 , respectivamente, para o sinal transmitido e para os ecos subsequentes. Em termos dos coeficientes de reflexão e transmissão nas interfaces e a atenuação dos meios, podemos escrever as equações de

amplitude dos sinais como:

$$A_1 = A_I R_{12} e^{-2\alpha_1 l}, \quad (4.1)$$

$$A_2 = A_I T_{12} R_{23} T_{21} e^{-2\alpha_1 l} e^{-2\alpha_2 L}, \quad (4.2)$$

$$A_3 = A_I T_{12} R_{23} R_{12} R_{23} T_{21} e^{-2\alpha_1 l} e^{-4\alpha_2 L}, \quad (4.3)$$

sendo:

R_{mn} : coeficiente de reflexão da onda se propagando no meio m ao atingir a interface com o meio n ;

T_{mn} : coeficiente de transmissão da onda do meio m para o meio n ;

l : comprimento da linha de retardo II ;

L : comprimento da amostra;

α_1 : coeficiente de atenuação na linha de retardo II ;

α_2 : coeficiente de atenuação na amostra.

obs.: os subscritos 1, 2 e 3, referem-se à linha de retardo, amostra e refletor, respectivamente.

O coeficiente de reflexão R_{12} , entre a linha de retardo e a amostra, é calculado reagrupando as equações das amplitudes:

$$R_{12}^2 = \frac{1}{1 - \frac{A_2^2}{A_1 A_3}}. \quad (4.4)$$

A impedância acústica da amostra (z_2) é calculada de acordo com (2.13), por:

$$z_2 = z_1 \frac{1 + R_{12}}{1 - R_{12}}. \quad (4.5)$$

Os valores das amplitudes A_1 , A_2 , A_3 devem ser acompanhadas pelos respectivos sinais (+) ou (-), de acordo com a fase do eco recebido. Considerando as leis de reflexão sobre a interface plana, a onda refletida inverte a fase se o segundo meio apresentar impedância acústica menor que o primeiro meio, enquanto que a fase se mantém se a impedância do segundo meio for maior. Podemos determinar o sinal de R_{12} observando as mudanças de fases dos ecos A_1 , A_2 , A_3 , que são representadas na tabela abaixo.

Tabela 4.2: Tabela dos sinais da impedâncias.

Impedância Acústica	A_1	A_2	A_3
$z_1 < z_2$	+	+	-
$z_1 > z_2$	-	+	+

O produto $A_1 A_3$ será sempre negativo, e assim o valor de R_{12} será real e menor que um, como esperado. Sendo a impedância acústica da linha de retardo II conhecida, podemos calcular a impedância acústica da amostra.

4.4 Medição da velocidade

Os métodos de medição de velocidade da propagação da onda acústica utilizados baseiam-se na medição do intervalo de tempo entre dois ecos consecutivos (Δt). Uma revisão dos vários métodos é apresentada por Papadakis [25] e Breazele, Cantrell e Hey-

man [26]. Na célula de medição utilizada, são escolhidos os ecos consecutivos refletidos nas interfaces da amostra líquida para a medição do tempo. Sendo conhecida a distância L entre as interfaces da amostra, a velocidade da amostra será dada por:

$$c_2 = \frac{2L}{\Delta t} \quad (4.6)$$

O valor L é medido usando água destilada como amostra, que apresenta velocidade de propagação tabelada de acordo com a temperatura [27]. O valor Δt é calculado através da técnica de correlação cruzada entre dois sinais consecutivos. Para sinais digitalizados, os resultados são influenciados pela taxa de amostragem, mas não pela forma de onda dos ecos devido à atenuação [16, 2]. No caso de interfaces planas e paralelas o resultado é muito preciso. O gráfico da figura (4.4) mostra dois sinais digitalizados usados na correlação cruzada para determinar o intervalo de tempo.

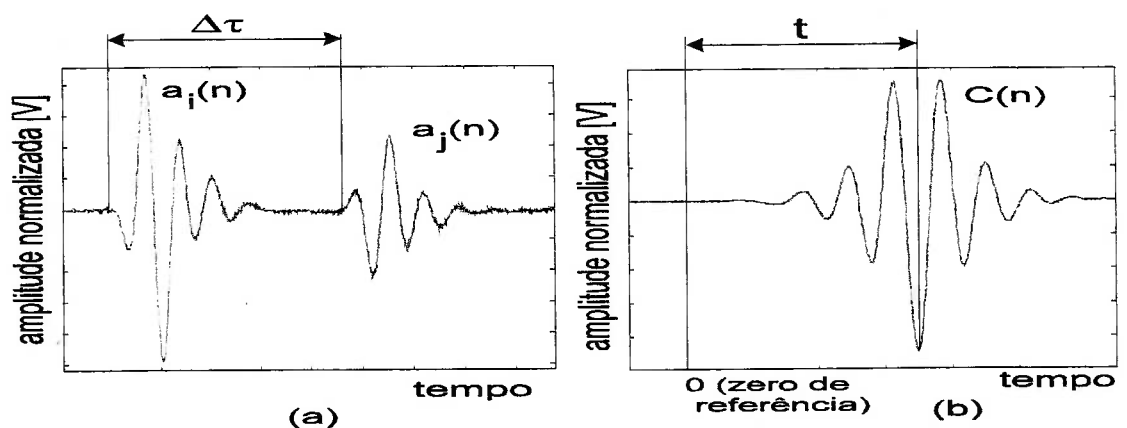


Figura 4.4: Exemplo de correlação cruzada (b) em sinais digitalizados (a).

O primeiro eco $a_i(n)$ serve como referência para a medida. Depois do intervalo de tempo Δt chega o segundo eco $a_j(n)$, com $j = i + 1$. A função correlação cruzada entre

os dois ecos digitalizados é dada por:

$$C(m) = \sum_{n=-(N-1)}^N a_i(n)a_j(n+m)$$

sendo N o número de amostras de cada sinal e $i = 1$ e $j = 2$ ou $i = 2$ e $j = 3$, referem-se aos ecos mostrados na figura (4.3).

4.5 Medição da densidade e do coeficiente de atenuação

Tendo medido a impedância acústica e a velocidade de propagação, podemos calcular a densidade através da definição de impedância acústica:

$$z = c\rho \quad \Rightarrow \quad \rho = \frac{z}{c}$$

O coeficiente de atenuação é calculado tomando a relação ente os sinais (4.1) e (4.2) ou (4.2) e (4.3)

$$\alpha_{amostra} = \frac{1}{2L} \ln \left(\frac{A_1 (1 + R_{12}^2)}{A_2 R_{12}} R_{23} \right), \quad (4.7)$$

ou,

$$\alpha_{amostra} = \frac{1}{2L} \ln \left(-\frac{A_2}{A_3} R_{12} R_{23} \right) \quad (4.8)$$

sendo que (4.7) usa o primeiro e segundo ecos e (4.8) utiliza o segundo e terceiro ecos. Os valores calculados, independente da equação, são coincidentes. R_{23} é o coeficiente de reflexão na interface amostra-refletor. Conhecida a impedância acústica do refletor (z_3) para uma dada temperatura e determinando a impedância acústica da amostra (z_2) para a mesma temperatura, podemos calcular:

$$R_{23} = \frac{z_3 - z_2}{z_3 + z_2}$$

Os valores das amplitudes A_1 , A_2 e A_3 e dos coeficientes de reflexão R_{12} e R_{23} devem ser acompanhados pelos respectivos sinais (+) ou (-), de acordo com a fase do eco recebido. Conhecidos esses sinais, observa-se que o argumento do logaritmo, nas equações (4.7) e (4.8) para calcular a atenuação, é sempre positivo.

4.6 Discussão

Neste capítulo foi apresentada a célula de medição de transdutor de duplo elemento,

que utiliza a técnica de pulso-eco para a caracterização de líquidos.

São relacionados os parâmetros de construção da célula com as propriedades físicas das amostras e a frequência de trabalho. As dimensões da célula de medição são definidas de modo a minimizar a sobreposição de ecos. O grande diâmetro do receptor utilizado elimina os efeitos da difração.

Os materiais utilizados na confecção das linhas de retardo são escolhidos de modo que haja um compromisso entre a atenuação do sinal e os coeficientes de reflexão/transmissão nas interfaces. O material deve ter impedância acústica próxima da amostra para que haja uma boa transmissão dos sinais. Estes parâmetros são dependentes da frequência de trabalho, para o coeficiente de atenuação, e da amostra utilizada (impedância acústica - z_2) para os coeficientes de reflexão/transmissão.

Observamos como interagem os sinais na célula e como, através deles, extrair os parâmetros acústicos da amostra: densidade, velocidade de propagação e coeficiente de atenuação.

Capítulo 5

Resultados experimentais

5.1 Introdução

Neste capítulo são apresentados os equipamentos utilizados nas medições e os resultados obtidos. São apresentados os parâmetros acústicos, densidade, velocidade de propagação e coeficiente de atenuação acústica, para amostras de leite *in natura*, pasteurizado e UHT, com vários teores de gordura, previamente calibrados pelo método Gerber (processo químico). São verificadas as dependências da velocidade de propagação e do coeficiente de atenuação, das amostras de leite UHT, em função da temperatura, frequência e do teor de gordura. São realizadas comparações entre as medidas realizadas para a velocidade de propagação e para o coeficiente de atenuação e o modelo proposto por Ahuja [7], para um meio com perdas viscosas, apresentado no capítulo 2 equações (2.41) e (2.42), para a dependência no teor de gordura e na frequência.

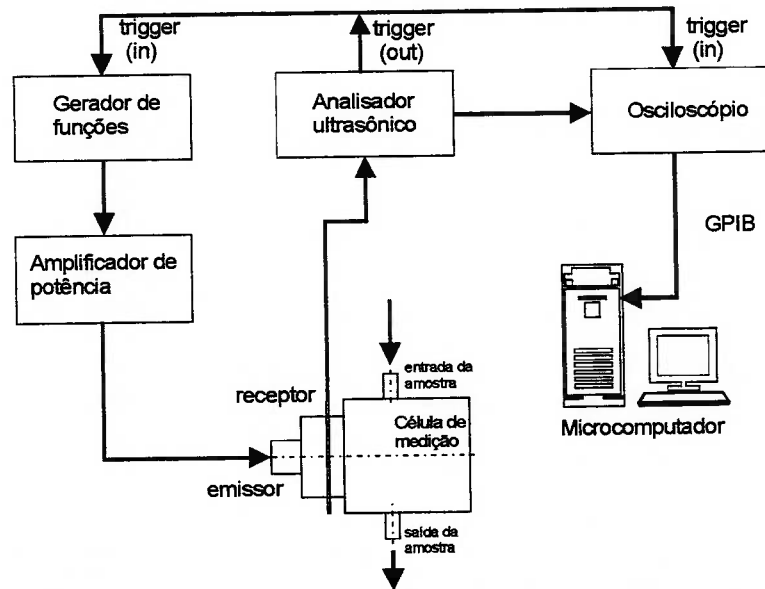


Figura 5.1: Descrição dos equipamentos utilizados.

5.2 Descrição dos equipamentos

Os equipamentos utilizados podem ser separados em duas categorias: equipamentos envolvidos na coleta e análise do sinal (instrumentação) e equipamentos de controle, envolvidos na estabilização da amostra.

O diagrama esquemático da instrumentação utilizada é apresentado na figura 5.1. O gerador de funções (Tektronix, *AFG5102*) gera um ciclo de senóide com frequência de 10MHz e amplitude de $0.2V_{pp}$. O sinal é amplificado pelo amplificador de potência (Amplifier Research, *150H100A*) e irá excitar o transdutor emissor. A recepção dos sinais é feita pelo analisador de ultra-sônico (Parametrics, *5052UA*), que amplifica o sinal em até 40dB . O sinal amplificado é digitalizado e adquirido em um osciloscópio digital programável (Hewlett-Packard, *HP541121*). Este osciloscópio permite a programação de

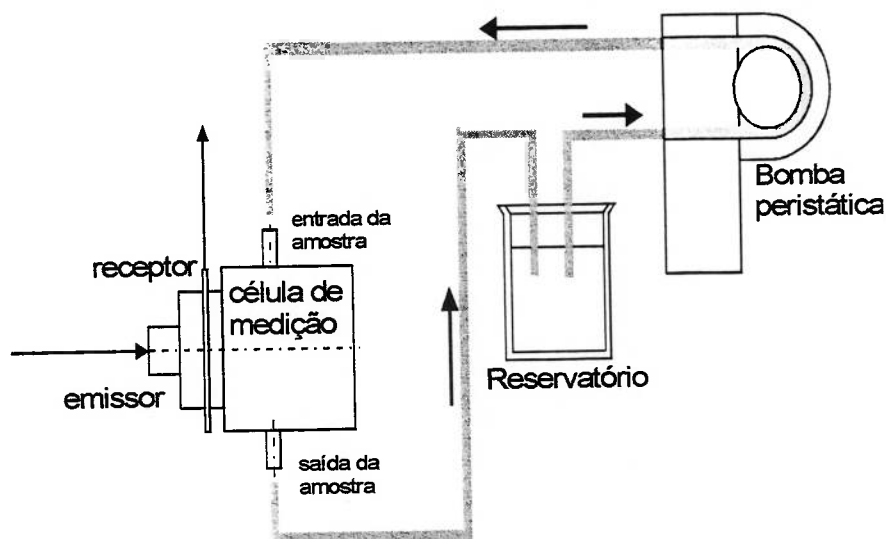


Figura 5.2: Unidade de movimentação da amostra.

atrasos e janelas, sendo possível selecionar cada sinal recebido. Foi utilizado modo *average* (64 amostras) com frequência de amostragem de 100MHz , sendo a duração do sinal de $5\mu\text{s}$.

Através de uma interface GPIB (*IEEE-488*), o osciloscópio está conectado a um microcomputador (*PC-486*). Essa interface permite programar o osciloscópio e transferir os dados selecionados para o microcomputador. Os dados adquiridos são então processados com o auxílio do *software* MATLAB (versão 4.2c).

Como equipamento de controle foi usado um sistema de circulação da amostra, figura 5.2, e de controle de temperatura, figura 5.3.

A gordura presente no leite tende a se aglomerar. Para minimizar este efeito, foi usada uma bomba peristáltica (Omegaflex, *FPU500*) que mantém o líquido em constante movimento.

A bomba peristáltica possui uma vazão de $0.2\text{l}/\text{min}$. O líquido da amostra é deposi-

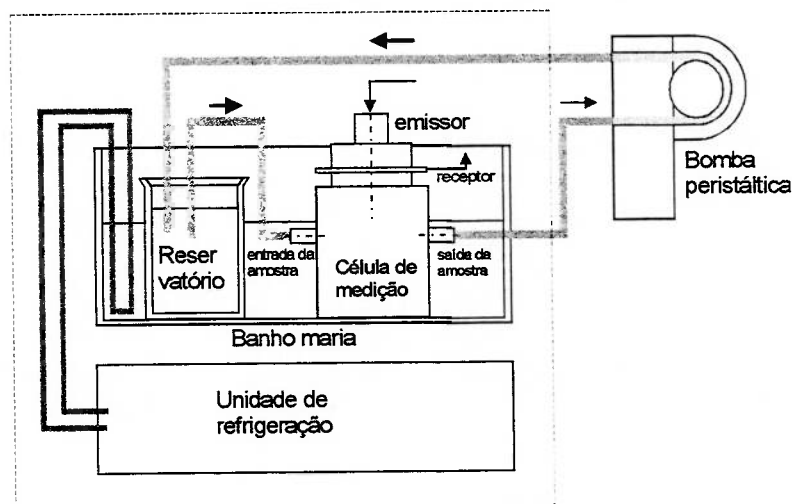


Figura 5.3: Unidade de controle térmico.

tado em um reservatório (becker), e através da bomba é forçado a passar pela célula de medição, retornando para o reservatório. O controle de temperatura é realizado no reservatório. Tomou-se o devido cuidado para que não houvesse bolhas de ar na câmara da amostra.

Para medidas com controle de temperatura, foi usada uma unidade de controle térmico que consiste em uma unidade de refrigeração (Quimis, *Q.215U*) e um banho maria (Quimis, *M.215D*).

O controle da temperatura é feito pelo banho maria que possui ajuste de décimos de graus. A célula de medição e o reservatório da amostra ficam imersos no banho.

A inclusão de equipamentos não ligados diretamente à medição não alterou significativamente as medidas. Foram realizadas medições para o coeficiente de atenuação em vários modos de operação, como mostrado na tabela (5.1).

O coeficiente de atenuação é muito sensível à relação sinal-ruído. Foi constatado que o ruído introduzido pelos equipamentos ligados é desprezível na medição.

Tabela 5.1: Comparação entre os coeficientes de atenuação para a amostra de leite UHT integral e frequência de 10MHz.

equipamentos	status		atenuação $\left[\frac{Np}{m}\right]^a$
	ligado	desligado	
bomba		✓	45.8 ± 0.9
banho térmico		✓	
bomba	✓		45.7 ± 0.6
banho térmico		✓	
bomba		✓	46.1 ± 0.8
banho térmico	✓		
bomba	✓		46.6 ± 0.5
banho térmico	✓		

^aValores medidos para a temperatura de $5.4 \pm 0.5^\circ C$.

5.3 Medição dos parâmetros acústicos

Antes de cada medição, a célula é calibrada com água destilada, que possui propriedades físicas bem conhecidas [27]. A calibração tem como objetivo determinar o comprimento L da câmara da amostra (ver figura (4.2)), e minimizar os erros devido a problemas de alinhamento entre as faces e ruídos elétricos. O valor medido para a densidade da água destilada é comparado com o valor tabelado para a temperatura de operação. Quando o erro relativo, entre o valor medido e o valor tabelado, é menor que 1%, a célula é considerada calibrada.

As amostras de leite são conservadas resfriadas em frascos de vidro. Antes de cada medição, as amostras são aquecidas e agitadas em um homogeneizador magnético com aquecimento (Quimis Q261). O processo de homogeneização utilizado não visa alterar o tamanho das partículas de gordura, mas apenas permitir que a gordura presente não se aglomere, o que alterariam as medições.

As amostras têm suas densidades medidas através de um picnômetro para posterior comparação com os valores medidos na célula.

5.4 Resultados experimentais

Foram medidas a densidade, a velocidade de propagação e o coeficiente de atenuação da onda para várias amostras de leite, com teores de gordura previamente conhecidos, determinado pelo método de medição Gerber. O fornecimento e a determinação do teor de gordura das amostras foi realizada pela empresa de laticínios Vigor.

Nos gráficos das figuras 5.4, 5.5 e 5.6 podemos observar o comportamento da densidade, da velocidade de propagação e do coeficiente de atenuação para as amostras de leite UHT, pasteurizado e *in natura*, para vários teores de gordura, de acordo com o padrão definido para cada tipo de leite. Com exceção da gordura, todos os outros componentes, proteínas, lactose, água e sais minerais, são considerados constantes e iguais para todas as amostras. A gordura se diferencia nas amostras, na quantidade, distribuição e tamanho das partículas. A frequência de trabalho utilizada foi de 10MHz e a temperatura aproximada de 20°C .

Apenas a quantidade de gordura diferencia a densidade das amostras. A linha sólida no gráfico da figura 5.4 indica a densidade calculada em relação à proporção de gordura presente no leite desnatado.¹ As retas tracejadas indicam um desvio de $\pm 1\%$ em relação ao valor calculado. Podemos observar que para o intervalo de gordura utilizado, quase

¹As constantes utilizadas estão no apêndice C.

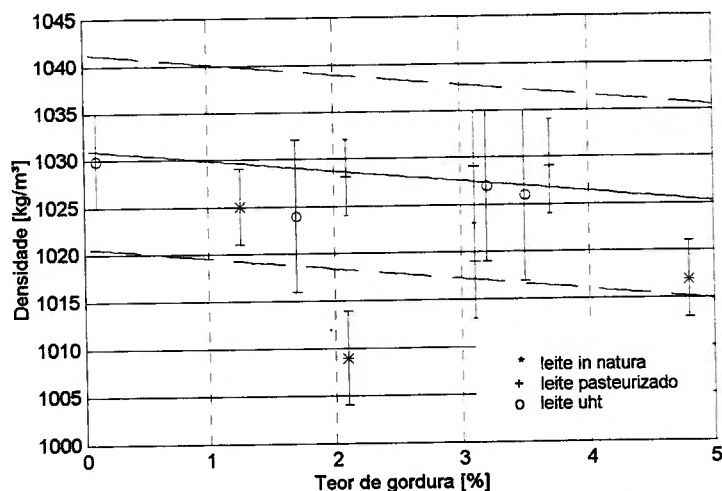


Figura 5.4: Medidas da densidade para os vários tipos de amostras de leite UHT, pasteurizado e *in-natura*.

todos os dados medidos estão dentro do intervalo calculado. Como o intervalo de variação é pequeno, a variação na densidade é desprezível, dentro do erro esperado. As medidas de velocidade de propagação, gráfico da figura 5.5, assim como as medidas de densidade, apresentaram pouca variação entre as amostras. A faixa de variação foi de apenas 0.5%.

As medidas para o coeficiente de atenuação podem ser observados no gráfico da figura 5.6. Podemos observar um comportamento distinto entre as amostras de leite UHT e as amostras de leite pasteurizado e *in natura*. As amostras de leite UHT apresentaram uma clara relação em função com o teor de gordura, enquanto que para as demais amostras, os dados coletados não apresentaram esta relação.

Vários fatores podem ter contribuído para que as medidas dos coeficientes de atenuação das amostras de leite pasteurizado e *in natura* não apresentassem uma dependência clara em função do teor de gordura. Estas amostras apresentam tamanho e distribuição das partículas de gordura não uniforme, como podemos observar pelas fotos 3.2 a 3.11

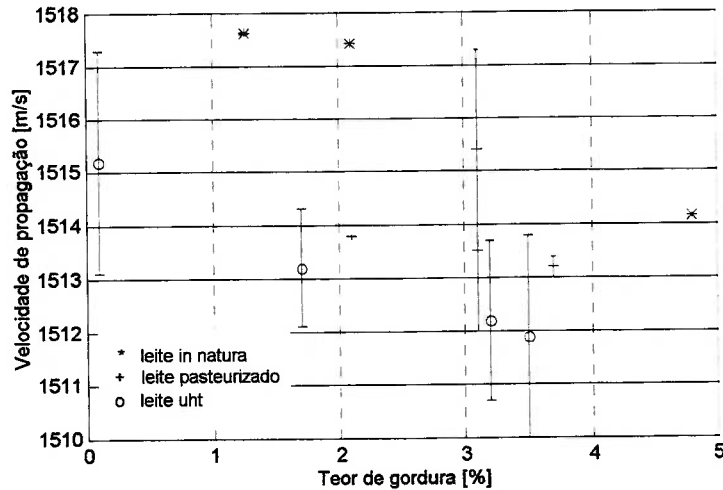


Figura 5.5: Medidas da velocidade de propagação para os vários tipos de amostras de leite UHT, pasteurizado e *in-natura*.

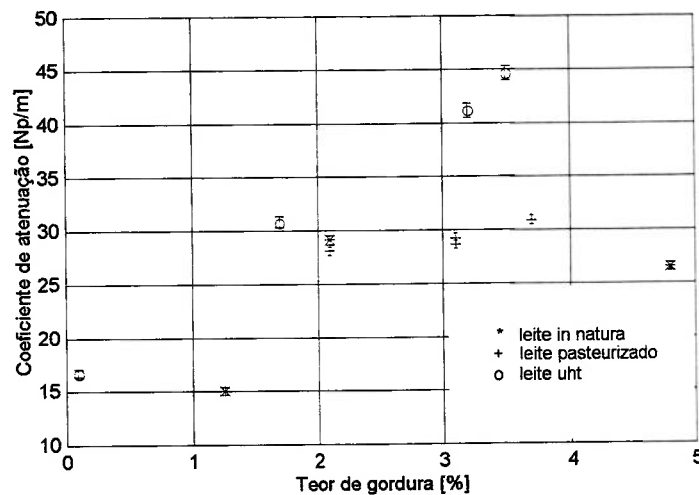


Figura 5.6: Medidas do coeficiente de atenuação para os vários tipos de amostras de leite UHT, pasteurizado e *in-natura*.

(capítulo 3). Estas partículas tendem, com o tempo, a se aglomerar em estruturas cada vez maiores, como podemos observar nas fotos 3.3 e 3.7. Macroscopicamente, há a formação de uma crosta de gordura (nata), que adere às paredes do recipiente onde a amostra se encontra. Estes dois efeitos combinados alteram o comportamento dinâmico e a quantidade

efetiva de gordura das amostras.

Assim descritas, as amostras de leite pasteurizado e *in natura*, constituem um meio dinâmico, onde constantemente ocorrem mudanças. As amostras de leite UHT, devido ao seu tipo de processamento, formam um meio estável. Estas variações são desprezíveis nas medidas de densidade e velocidade de propagação, mas extremamente sensíveis na medição do coeficiente de atenuação, onde para amostras de diferentes tipos de leite com mesmo teor de gordura, o valor medido é muito diferente.

5.5 Comparação com o modelo teórico

Os dados coletados para a amostra de leite UHT apresentam uma dependência clara em relação ao teor de gordura. Tomando apenas os dados referentes às amostras de leite UHT, teremos os gráficos das figuras 5.7 e 5.8, respectivamente para a velocidade de propagação e para o coeficiente de atenuação acústica.

A linha reta no gráfico da figura 5.7 é o modelo teórico proposto para a velocidade de propagação em um meio com perdas viscosas [7], expressão 2.41, calculada para os parâmetros definidos no apêndice D. No gráfico da figura 5.8, é feita uma comparação entre os valores medidos, os valores medidos descontando o coeficiente de atenuação intrínseca e o modelo teórico, expressão (2.42), para o coeficiente de atenuação viscosa, calculada para os tamanhos de partícula próximos de $1\mu m$.

O coeficiente de atenuação medido é a soma de vários mecanismos de perdas descritas no capítulo 2: intrínsecas, térmicas, viscosas e por espalhamento. A perda por espalha-

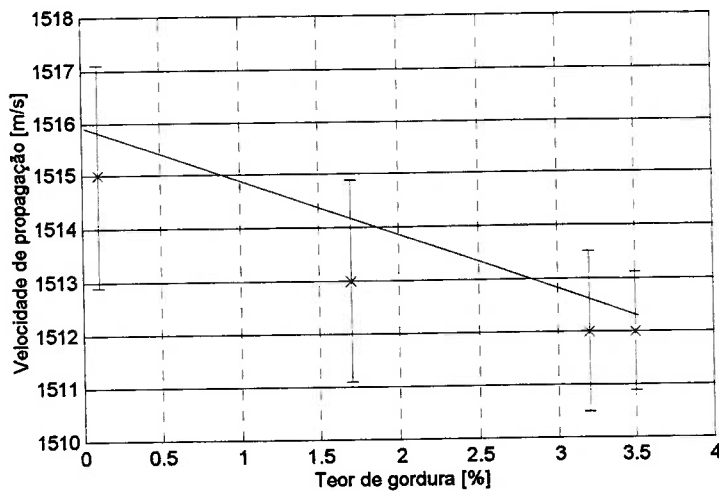


Figura 5.7: Gráfico da velocidade de propagação \times teor de gordura para amostra de leite UHT.

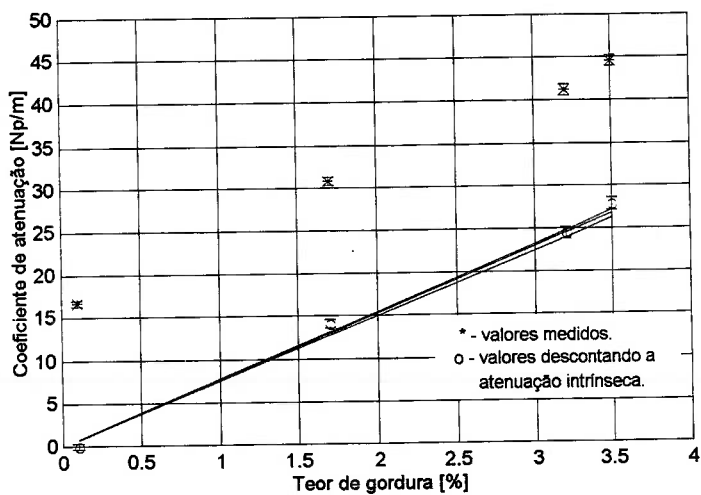


Figura 5.8: Medidas do coeficiente de atenuação para os vários tipos de amostras de leite UHT, pasteurizado e *in-natura*.

mento é muito pequena e pode ser desprezada. As perdas por viscosidade e térmica são independentes e têm seus pontos de máximo quando a profundidade, viscosa ou térmica, têm aproximadamente o mesmo tamanho das partículas de gordura.

Para as amostras de leite UHT, podemos observar pelas fotos 3.8 a 3.11 que o tamanho das partículas é muito pequeno, inferior a $1\mu m$. Calculando as profundidades, viscosa e térmica, equações (2.15) e (2.16) respectivamente, para o leite, teremos $\delta_v = 0.3\mu m$ e $\delta_t = 1.1\mu m$. Portanto a maior contribuição no coeficiente de atenuação será devido às perdas viscosas e as perdas térmicas podem ser desconsideradas [5, 21].

O valor medido será então a soma dos coeficientes de atenuação intrínseca e viscosa. O coeficiente de atenuação viscosa é obtido descontando o coeficiente de atenuação intrínseca, ou seja a contribuição do meio na atenuação. O coeficiente de atenuação intrínseca é, basicamente, o coeficiente de atenuação da amostra de leite desnatado, que apresenta um teor de gordura próximo de zero (0.01%).

Para observarmos melhor a dependência do coeficiente de atenuação viscosa em relação ao teor de gordura, foram realizadas medidas com várias amostras com diferentes teores de gordura. Estas amostras foram obtidas através da composição de leite desnatado e leite integral do tipo UHT, com 0.01% e 3.2% de gordura, respectivamente. No gráfico da figura 5.9 podemos observar o comportamento do coeficiente de atenuação viscosa em relação ao teor de gordura.

O transdutor utilizado possui uma resposta em frequência de banda larga (8 a 11 MHz), quando excitado por um ciclo de senóide. Isto permitiu verificar a dependência do coeficiente de atenuação sem manipulações na célula ou na amostra.

No gráfico da figura 5.10 são comparados os valores medidos entre as frequências de 8 e 11 MHz para várias amostras de leite UHT com teor de gordura de 3.5% para várias temperaturas. As barras de erro das medidas foram omitidas para melhor compreensão do gráfico.

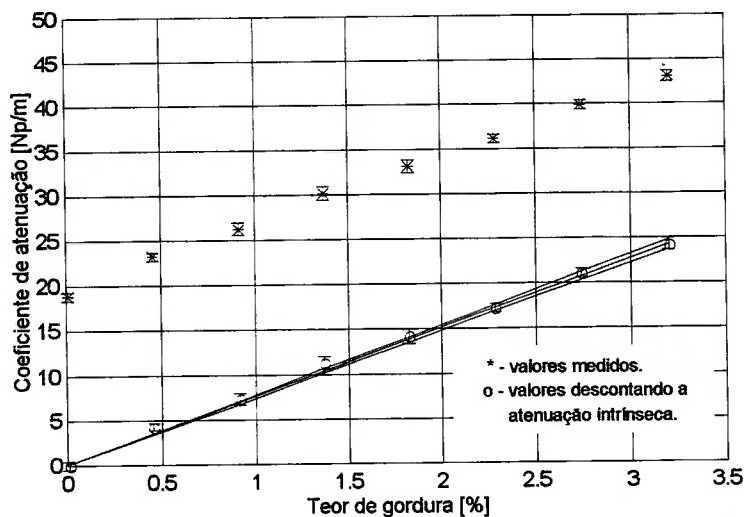


Figura 5.9: Gráfico do coeficiente de atenuação \times teor de gordura para amostra de leite UHT.

Podemos observar que não há uma variação do coeficiente de atenuação viscosa em relação à temperatura, na faixa de 5 a 20°C. De fato, o modelo teórico utilizado [7] não leva em consideração a variação da temperatura, no intervalo de temperatura utilizado.

No gráfico da figura (5.11) é feita uma comparação entre os valores medidos das amostras de leite UHT com teor de gordura de 3.5 e 3.2% com o modelo teórico para o coeficiente de atenuação viscosa, com variação na frequência. As linhas retas indicam o modelo teórico calculado para 3.0% de teor de gordura, reta inferior, até 3.6%, reta superior, com passo de 0.1%.

5.6 Dependência em relação à temperatura

Foram verificadas as dependências da densidade, velocidade de propagação e do coefi-

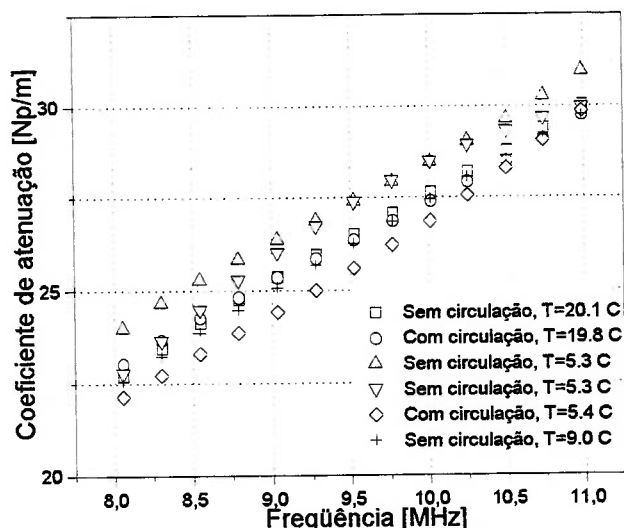


Figura 5.10: Comparação entre os valores medidos para várias amostras de leite UHT com t.g.= 3.5%, realizadas em temperaturas diferentes em relação à variação na frequência.

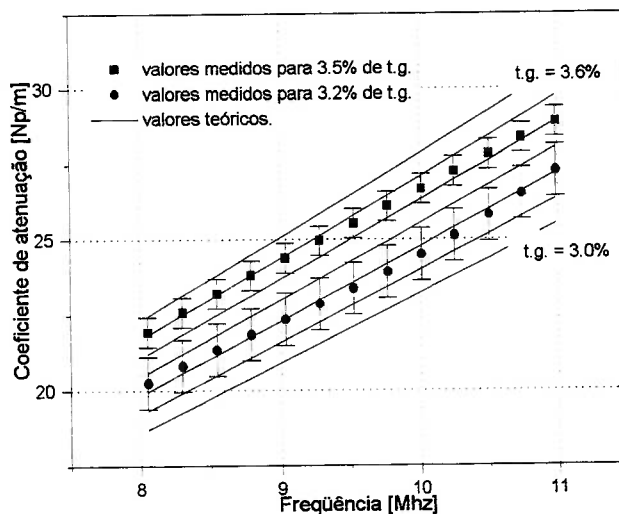


Figura 5.11: Comparação entre os valores medidos para amostras de leite UHT com o modelo teórico, em relação a variação na frequência.

coeficiente de atenuação da onda em relação à temperatura. Estas verificações estão apresentadas nos gráficos das figuras 5.12, 5.13 e 5.14. A frequência de trabalho foi de 10 MHz e a amostra utilizada foi de leite UHT integral, com teor de gordura, calibrado, de 3.5%. A tabela (5.2) compara a densidade da amostra medida por vários métodos. O valor

‘calibrado’, indica a medição realizada na empresa que forneceu a amostra.

Tabela 5.2: Comparação entre as densidades medidas por vários métodos.

	densidade [$\frac{Kg}{m^3}$]	temperatura [$^{\circ}C$]
calibração	1031.2 ± 0.1	15 ± 0.5
célula	1031 ± 7	15 ± 0.5
célula	1019 ± 10	21 ± 0.5
picnômetro	1027.1 ± 0.1	20 ± 0.5

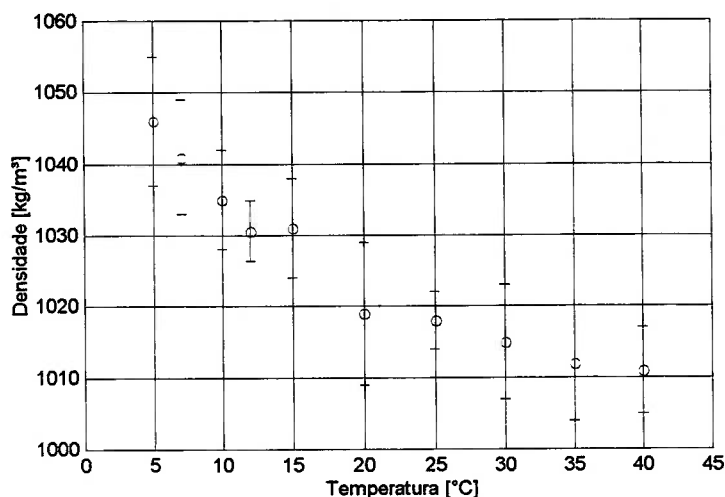


Figura 5.12: Variação da densidade da amostra de leite UHT integral em função da temperatura.

É claramente perceptível a dependência do coeficiente de atenuação total em relação à temperatura. Como foi apresentado no gráfico da figura (5.10), o coeficiente de atenuação viscosa não varia com a temperatura, dentro do intervalo utilizado neste trabalho. A variação nas medidas, deve-se portanto, à variação do coeficiente de atenuação intrínseca. Isto indica que tanto a medida total do coeficiente de atenuação quanto a medida do coeficiente de atenuação intrínseca, devem ser realizadas à mesma temperatura.

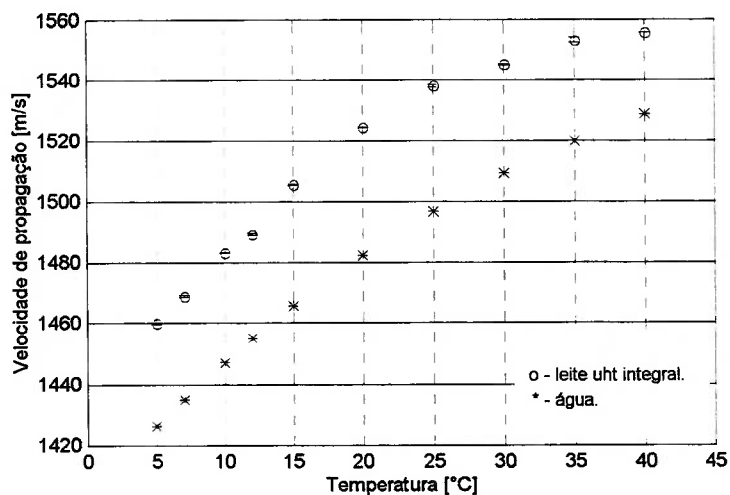


Figura 5.13: Comparação entre a variação da velocidade de propagação para a amostra de leite UHT e da amostra de água em função da temperatura.

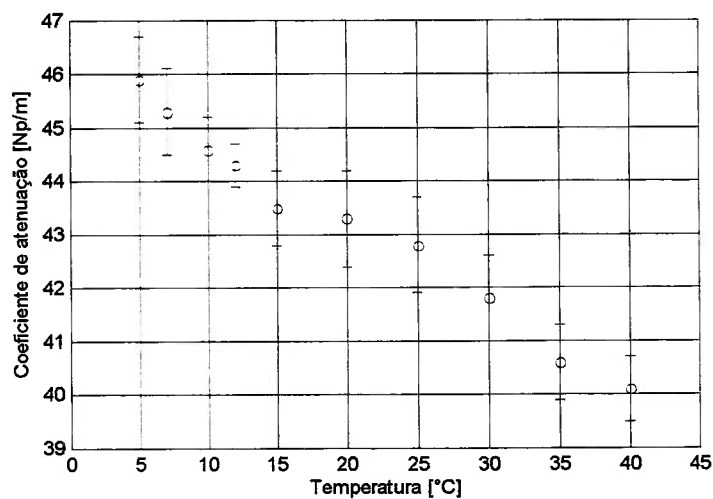


Figura 5.14: Variação do coeficiente de atenuação da onda para a amostra de leite UHT integral em função da temperatura.

5.7 Discussão

Neste capítulo, foram apresentados os equipamentos de medição e controle, sinais e

tensões utilizados. Foi mostrado que a inclusão dos equipamentos necessários para o controle da amostra não alterara o erro das medidas.

Foram realizadas medições de densidade, velocidade de propagação e coeficiente de atenuação acústica para os tipos de leite *in natura*, pasteurizado (B e C) e UHT, com os teores de gordura definidos pela indústria de laticínios.

No capítulo 3 pode ser observado através das fotos realizadas, que apesar de terem a mesma constituição, a gordura apresentava-se de maneira muito diferente entre os tipos de leite, devido ao processo de homogeneização. O tamanho e distribuição irregulares das partículas nas amostras de leite pasteurizado, e principalmente, nas amostras de leite *in natura*, as tornavam não estáveis com o tempo. As medidas demonstraram este fato. A velocidade de propagação e o coeficiente de atenuação medidos para estas amostras variavam com o tempo e com a amostra, não apresentando uma clara dependência em relação ao teor de gordura. Por outro lado, as amostras de leite UHT apresentaram-se estáveis e as medidas realizadas eram claramente dependentes do teor de gordura.

Isto não permitiu que a comparação com o modelo teórico fosse realizada para todos os tipos de leite, mas apenas para o tipo UHT. Foram comparados a velocidade de propagação e o coeficiente de atenuação viscosa. O coeficiente de atenuação medido era a soma de todos os mecanismos de perda: viscosas, intrínsecas, térmicas e por espalhamento. Estas duas últimas tomamos como desprezíveis. As perdas viscosas são causadas apenas pela presença das partículas no líquido. O leite desnatado, com 0.01% de teor de gordura, foi considerado como tendo apenas o coeficiente de atenuação intrínseca. Portanto o coeficiente de atenuação viscoso calculado é o coeficiente de atenuação medido menos o coeficiente de atenuação do leite UHT desnatado. Os valores das propriedades físicas do

leite, compressibilidade e densidade do líquido e da gordura, não são conhecidos, mas como podemos observar pela tabela apresentada no apêndice C, podemos estimar seus valores comparando com outros meios semelhantes.

A variação da velocidade foi muito pequena (apenas 0.2%) para o intervalo de teor de gordura utilizado. Apesar dos valores de velocidade de propagação se ajustarem ao modelo teórico, nada pode ser concluído devido à pequena variação frente ao erro das medidas.

Para o coeficiente de atenuação viscoso, os dados se ajustam muito bem ao modelo teórico. As comparações foram feitas variando o teor de gordura, mantendo a frequência constante e mantendo o teor de gordura constante e variando a frequência. Deve ser lembrado que o cálculo do modelo teórico foi realizado para partículas muito pequenas, menores que $1\mu m$, o que está coerente com o tamanho observado para as partículas de gordura da amostra de leite UHT (figuras 3.8 a 3.11). Foi observado também, gráfico 5.10, que o coeficiente de atenuação viscoso não varia significativamente com a temperatura, dentro do intervalo de trabalho. O modelo teórico também não prevê variação na temperatura. A variação do coeficiente de atenuação observada no gráfico 5.14, deve-se portanto à variação da atenuação intrínseca.

Capítulo 6

Conclusões finais

A análise dos padrões especificados pela indústria de laticínios para o leite bovino demonstrou que estes não variam apenas no teor de gordura e no tipo de esterilização. As partículas de gordura que se encontram distribuídas em pequenas partículas, apresentam grandes variações para cada tipo de leite, devido ao processamento industrial. As amostras de leite UHT apresentam caráter homogêneo, tamanho das partículas reduzido e distribuição uniforme. Já nas amostras de leite pasteurizado, as partículas de gordura apresentaram uma maior variação no tamanho e na distribuição. Para as amostras de leite *in natura*, que não sofreram nenhum tipo de processamento, as partículas de gordura apresentam uma distribuição totalmente aleatória e uma grande gama de tamanhos.

O tamanho da partícula tem grande influência no comportamento das amostras. Foi observado que quando as partículas possuem um maior tamanho, elas tendem a se aglomerar, alterando o comportamento dinâmico das amostras. Isto pode ser observado nas fotos das amostras de leite pasteurizado (B e C) e *in natura*, onde aparecem grandes

aglomerados de partículas. Macroscopicamente podemos observar a presença de uma crosta (nata) na superfície da amostra e nas paredes onde esta se encontra. Este efeito causa um efetiva diminuição do teor de gordura da amostra.

Foram realizadas medições de densidade, coeficiente de atenuação e velocidade de propagação. A densidade e a velocidade de propagação medidos apresentaram pequena variação dentro do intervalo de teor gordura utilizado, não podendo ser utilizadas na caracterização do teor de gordura das amostras.

O coeficiente de atenuação apresentou grande variação em relação ao teor de gordura. De acordo com a teoria proposta por Allegra e Hawley [5] e Epstein e Carhart [6], as perdas por atenuação de um meio não-homogêneo são a soma das perdas intrínsecas, devido ao meio, e das perdas devidos às partículas, que dependem da proporção e do tamanho destas. As principais perdas descritas são: perdas intrínsecas, térmicas, viscosas e por espalhamento. A perda por espalhamento é desprezível. A perda intrínseca está relacionada ao meio. As perdas viscosas e térmicas estão relacionadas às partículas. Estas perdas são independentes e a predominância entre um tipo e outro é determinada através da comparação entre o tamanho da partícula e uma quantidade definida por profundidade viscosa (δ_v), para as perdas viscosas, ou profundidade térmica (δ_t), para as perdas térmicas. Quando o raio da partícula tem aproximadamente o mesmo tamanho que alguma destas quantidades, a perda associada é máxima e o outro mecanismo de perda pode ser desprezado.

Para o leite UHT, o tamanho das partículas é comparável à profundidade viscosa. Para os outros tipos de leite não é possível realizar esta comparação devido à grande distribuição de tamanhos das partículas.

Sendo assim, foram realizadas comparações com o modelo teórico proposto apenas para as amostras de leite UHT. Foram comparadas as medidas do coeficiente de atenuação com variação no teor de gordura e na frequência com o modelo proposto.

A comparação da medida do coeficiente de atenuação com variação na frequência com o modelo proposto para duas amostras de leite integral, com 3,5% e 3,2%, apresentaram um bom ajuste. Os dados experimentais ficaram entre duas retas teóricas calculadas para 3,6 e 3,4% de gordura para a amostra de 3,5% e 3,3 e 3,1% para a amostra de 3,2%. Ou seja uma desvio de $\pm 0,1\%$ no teor de gordura, no intervalo de frequência utilizado. Este é o mesmo desvio dos processos de medição do teor de gordura utilizados na indústria de laticínios atualmente.

Isso demonstra que a medição do coeficiente de atenuação pode servir para a caracterização do teor de gordura em leite bovino, quando as partículas de gordura apresentam-se uniformemente distribuídas e com tamanho reduzido ($1\mu m$).

Apêndice A

Equação de onda para um líquido não-homogêneo

Vamos considerar uma partícula com densidade ρ_e , compressibilidade k_e , imersa em um fluido com densidade ρ e compressibilidade k . A partícula é iluminada por uma onda plana incidente:

$$p_i(\vec{r}) = p_{0i} e^{iK\vec{\phi}\cdot\vec{r}} \quad (\text{A.1})$$

As equações fundamentais que descrevem a dinâmica da partícula são:

$$\vec{\nabla} p_i = -\rho_e \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} \quad \text{e} \quad (\text{A.2})$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{v} = -k_e \frac{\partial p_i}{\partial t}. \quad (\text{A.3})$$

A equação (A.2) é a equação de movimento e a equação (A.3) é a equação constitutiva (conservação de massa), v é a velocidade da partícula. Introduzindo as quantidades que descrevem o desvio das propriedades constitutivas, $\gamma_k(r)$ e $\gamma_\rho(r)$:

$$\gamma_k(r) = \begin{cases} \gamma_k & p/r < D \\ 0 & p/r \geq D \end{cases} \quad \text{e} \quad (\text{A.4})$$

$$\gamma_\rho(r) = \begin{cases} \gamma_\rho & p/r < D \\ 0 & p/r \geq D \end{cases}, \quad (\text{A.5})$$

D é uma medida típica da partícula e γ_k e γ_ρ têm os valores:

$$\gamma_k = \frac{k_e - k}{k} \quad \text{e} \quad \gamma_\rho = \frac{\rho_e - \rho}{\rho_e}.$$

As quantidades $\gamma_k(r)$ e $\gamma_\rho(r)$ têm valores nulos para qualquer ponto fora da partícula.

Isolando k_e e ρ_e , e substituindo nas equações (A.2) e (A.3) teremos:

$$(1 - \gamma_\rho(r)) \vec{\nabla} p = -\rho \frac{\partial \vec{v}}{\partial t}, \quad (\text{A.6})$$

$$\vec{\nabla} \cdot \vec{v} = -k(1 + \gamma_k(r)) \frac{\partial p}{\partial t}. \quad (\text{A.7})$$

Tomando o divergente da equação (A.6),

$$\vec{\nabla}^2 p - \vec{\nabla} \cdot (\gamma_\rho(r) \vec{\nabla} p) = -\rho \vec{\nabla} \cdot \frac{\partial \vec{v}}{\partial t} = -\rho \frac{\partial}{\partial t} \vec{\nabla} \cdot \vec{v}, \quad (\text{A.8})$$

diferenciando (A.7) em relação ao tempo:

$$\frac{\partial}{\partial t} \vec{\nabla} \cdot \vec{v} = -k(1 + \gamma_k(r)) \frac{\partial^2 p}{\partial t^2}. \quad (\text{A.9})$$

Substituindo na equação (A.8), escrevendo no domínio das frequências e rearranjando os termos, teremos:

$$\vec{\nabla}^2 p + K^2 p = -K^2 \gamma_k(r) p + \vec{\nabla} \cdot (\gamma_\rho(r) \vec{\nabla} p), \quad (\text{A.10})$$

sendo $K^2 = \omega^2 k \rho$.

O lado esquerdo da equação (A.10) corresponde à equação de onda sem perturbação e o lado direito corresponde à fonte geradora da onda espalhada.

Apêndice B

Gráfico da distância óptica (γ)

A figura do gráfico B.1 é a representação em curvas de nível dos valores calculados de (γ):

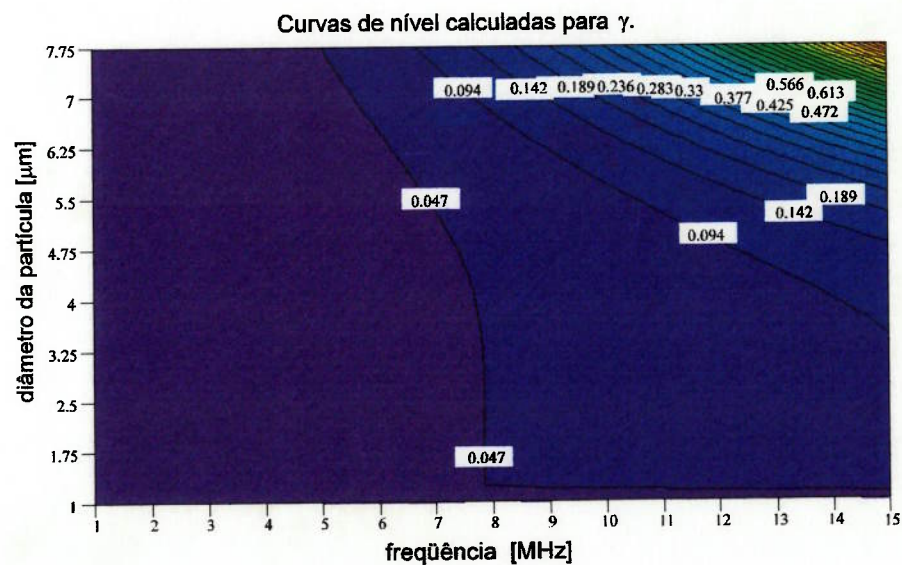


Figura B.1: Curvas de nível para a distância óptica em razão da frequência e do tamanho da partícula.

No eixo das abscissas temos o intervalo de frequências, no eixo das ordenadas o intervalo de tamanhos das partículas [14]. Podemos observar que a aproximação de espalhamento simples ($\gamma \ll 0,1$) é satisfeita para todas as frequências e para partículas com até $4\mu m$. Para tamanhos maiores, a condição de aproximação só é satisfeita para frequências menores que $8MHz$. O intervalo de tamanhos de partículas utilizado no cálculo é compatível com o intervalo de tamanhos observado para as amostras disponíveis de leite comercial.

Apêndice C

Propriedades físicas de alguns líquidos

As propriedades físicas, compressibilidade e densidade, do leite isento de gordura (soro) e da gordura presente no leite não estão tabeladas. A tabela abaixo apresenta o valor da compressibilidade e da densidade para alguns líquidos.

Para o soro, admitem-se as mesmas propriedades físicas do leite desnatado. A gordura presente no leite é basicamente um óleo animal. Na tabela acima podemos observar que os valores de compressibilidade e densidade para os óleos vegetais e a gordura humana não diferem substancialmente. Para os valores da gordura presente no leite foram usados o valor da densidade e compressibilidade da gordura humana.

Tabela C.1: Valores tabelados para a compressibilidade e densidade.

	compressibilidade $\times 10^{-10}$	$\frac{ms^2}{kg}$	densidade $[\frac{kg}{m^3}]$
água ^a	4.56		998.2
óleo de girasol ^b	5.02		919.0
óleo de milho ^b	5.03		920.0
óleo de oliva ^b	5.09		915.8
óleo de amendoim ^b	5.10		913.0
óleo de soja ^b	5.02		922.8
gordura humana ^c	5.02		915.0
leite desnatado ^d	4.80		1030

^aValores tabelados para a temperatura de 20°C [27].

^bTabela compilada por Coupland e McClements [28].

^cWells [29], capítulo 4.

^dValor medido na temperatura de 20°C.

Apêndice D

Etapas de processamento do leite

As etapas de processamento do leite são apresentadas esquematicamente na figura D.1:

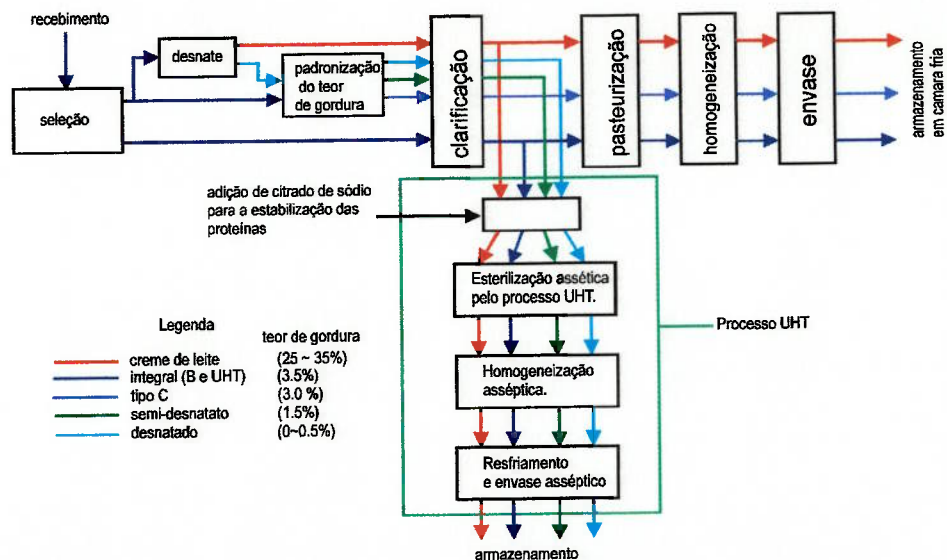


Figura D.1: Linha de processamento industrial do leite.

O leite é recebido com temperatura máxima de $7^{\circ}C$. Passa por uma seleção, onde através de testes físico-químicos são medidos o teor de gordura, a contaminação por fungos

e bactérias, a adulteração do leite, etc. Após a seleção, uma parte do leite segue para o desnate.

O desnate consiste em um processo de centrifugação onde a gordura é separada do leite. A temperatura de operação é de 55°C , sendo resfriado a 5°C a seguir. São produzidos o leite *gordo*, com 35% de teor de gordura (creme de leite), o leite desnatado, com praticamente 0% de gordura e o soro de leite. Em seguida, o leite passa por um processo de padronização onde é efetuado o acerto de gordura para a faixa específica conforme o tipo de leite.

Os tipos de leite são então clarificados, ou seja, são separadas todas as impurezas presentes. O processo é semelhante ao processo de desnate. A partir da clarificação a linha de processamento divide-se em duas: na primeira, o leite será pasteurizado, gerando os tipos B, C e creme de leite comum; na segunda, o leite será esterilizado pelo processo *uht* (*ultra high temperature*). O processo de esterilização é realizado em todos os tipos de leite destinados ao consumo e visa diminuir (ou eliminar) o número de agentes patogênicos. Nos leites tipos B e C é realizada a pasteurização e o leite UHT é esterilizado pelo processo *uht*.

Na pasteurização, o leite é aquecido a temperaturas próximas a 75°C durante 15 a 40 segundos, seguido de um resfriamento a 5°C . No processo *uht*, o leite é aquecido à temperatura de 150°C durante 2,5 segundos e depois resfriado a 28°C . Devido à alta temperatura atingida no processo, há a adição de citrato de sódio para a estabilização das proteínas presentes no leite.

Após a esterilização, o leite é homogeneizado e toda a manipulação até o envase é asséptica, ou seja, sem manipulação manual ou contato com o ambiente externo. O envase

do leite é efetuado com filmes de polietileno ou em caixas de papel e polietileno. Após o envase, o leite é armazenado em câmara fria com temperatura nunca superior a 10°C. Para o leite tipo UHT, o envase é feito em embalagens tetra-brik. Este tipo de embalagem é impermeável à luz, água e gases, isolando o leite do meio ambiente, não sendo necessário o armazenamento em câmara fria. O leite UHT é popularmente conhecido como leite longa-vida.

Bibliografia

- [1] ADAMOWSKI, J. C. *Medição de densidade de líquidos por ultra-som*. São Paulo, 1993, tese (doutorado), Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
- [2] BUIOCHI, F. *Análise dos métodos de medição de densidade de líquidos por ultra-som*. São Paulo, 1994, dissertação (mestrado), Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
- [3] BUIOCHI, F.; ADAMOWSKI, J. C.; FURUKAWA, C. M. *Medição da viscosidade dinâmica de líquidos por ultra-som*. XIV COBEM - Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, ABCM, Bauru, São Paulo, p. 164, 1997, anais em CD-ROM.
- [4] PALHARES JR, C. B. *Estudo de absorção acústica em líquidos - medição em substâncias puras e misturas binárias*. São Paulo, 1994, dissertação (mestrado), Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
- [5] ALLEGRA, J. R.; HAWLEY, S. A. *Attenuation of sound in suspensions and emulsions: theory and experiments*. *The Journal of the Acoustical Society of America*, v. 51, n. 5, p. 1545-1564, 1972.

- [6] EPSTEIN, P. S.; CARHART, R. R. *The absorption of sound in suspensions and emulsions. I. Water fog in air.* **The Journal of the Acoustical Society of America**, v. 25, n. 53, p. 553-565, 1953.
- [7] AHUJA, A. V. *Effect of particle viscosity on the propagation of sound in suspensions and emulsions.* **The Journal of the Acoustical Society of the America**, v. 51, n. 1, part 2, p. 182-191, 1972.
- [8] McCLEMENTS, D. J. *Ultrasonic characterization of emulsions and suspensions.* **Adv. Colloid Interface Sci.**, v.37, p. 33-72, 1991.
- [9] DUKHIN, A. S.; GOETZ, P. J. *Acoustic spectroscopy for concentrated polydisperse colloids with high density contrast.* **Langmuir**, v. 12, n. 21, p. 4987-4997, 1996.
- [10] DUKIN, A. S.; GOETZ, P. J.; HAMLET JR, C. W. *Acoustic spectroscopy for concentrated polydisperse colloids with low density contrast.* **Langmuir**, v. 12, n. 21, p. 4998-5003, 1996.
- [11] SHUNG, K. K.; SIGELMANN, R. A.; REID, J. M. *Angular dependence of scattering of ultrasound by blood.* **IEEE Transactions on Biomedical Engineering**, v. BME-24, p. 325-331, 1977.
- [12] SHUNG, K. K. *Scattering of ultrasound by blood.* **IEEE Transactions on Biomedical Engineering**, v. BME-23, p. 460-467, 1976.
- [13] SHUNG, K. K. *On the ultrasound scattering from blood as a function of hematocrit.* **IEEE Transactions on Sonics and Ultrasonics**, v. SU-29, p. 327-331, 1982.

- [14] MILLES, J. W.; SHORE, D.; LANGLEY, K. R. *Attenuation of ultrasound in milks and creams*. **Ultrasonics**, v. 28, p. 394-400, 1990.
- [15] PÜTTMER, A.; HAUPTMANN, P.; HENNING, B.; LUCKLUM, R. *Ultrasonic sensor system for dairy industry*. **Sensors and Actuators A**, 1995.
- [16] ADAMOWSKI, J. C.; BUIOCHI, F.; SIMON, C.; SILVA, E. C. N.; SIGELMANN, R. A. *Ultrasonic measurement of density of liquids*. **The Journal of the Acoustical Society of America**, v. 97, n. 1, p. 354-361, 1995.
- [17] KINSLER, L. E.; FREY, A. R.; COPPENS, A. B.; SANDERS, J. V.. **Fundamentals of acoustics**. 3.ed. Singapura, John Wiley & Sons, 1982.
- [18] ISHIMARU, A. **Wave propagation and scattering in random media: single scattering and transport theory**. New York, Academic Press, 1978, v. 1, cap. 2, 3, 4.
- [19] MORSE, P. M.; INGARD, K. U. **Theoretical acoustics**. New York, McGraw Hill, 1968, cap. 8.
- [20] URICK, R. J.; AMENT, W. S. *The propagation of sound in composite media*. **The Journal of the Acoustical Society of America**, v. 21, n. 2, p. 115-119, 1948.
- [21] AMENT, W. S. *Sound propagation in gross mixtures*. **The Journal of the Acoustical Society of America**, v. 25, p. 638-641, 1953.
- [22] PAPADAKIS, E. M. *Buffer-rod system for ultrasonic attenuation measurements*. **The Journal of the Acoustical Society of America**, v. 44, p. 1437-1441, 1968.

- [23] PAPADAKIS, E. M. *Absolute measurements of ultrasonic attenuation using damped nondestructive testing transducer*. **Journal of Testing and Evaluation**, v. 12, p. 273-279, 1984.
- [24] PAPADAKIS, E. M. *The measurement of ultrasonic attenuation*. **Physical Acoustics: Principles and Methods**, eds THURSTON, R. N. and PIERCE, D., New York, Academic Press, v. 19, p. 107-266, 1990.
- [25] PAPADAKIS, E. M. *The measurement of ultrasonic velocity*. **Physical Acoustics: Principles and Methods**, eds THURSTON, R. N. and PIERCE, D., New York, Academic Press, V. 11, p. 81-106, 1990.
- [26] BREAZELE M. A.; CANTRELL, J. H.; HEYMAN, J. S. *Ultrasonic wave velocity and attenuation measurements*. **Methods of Experimental Physics**, v. 19, p. 67-135, 1981.
- [27] DEL GROSSO, V. A.; MADER, C. W. *Speed of sound in pure water*. **The Journal of the Acoustical Society of America**, v. 20, n. 20, p. 1442-1446, 1972.
- [28] COUPLAND, J. N.; McCLEMENTS, D. J. *Physical properties of liquid edible oils*. **The Journal of the American Oil Chemists Society**, v. 74, p. 1559-1564, 1997.
- [29] WELLS, P. N. T. **Biomedical ultrasonics**. London, Academic Press, 1977, cap 1, 2 3.