

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA**

**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO
ENGENHARIA DE PROCESSOS**

Estudo do processo de proteção do bicarbonato de sódio
utilizando suspensão polimérica em leito vibrofluidizado

Tese de Doutorado apresentada à Faculdade de
Engenharia Química como parte dos requisitos
exigidos para obtenção do título de Doutor em
Engenharia Química.

Autora: **Janaína Ferreira Nunes**

Orientadora: **Prof. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha**

Co-orientadora: **Virgínia Aparecida da Silva Moris**

Campinas – SP
Fevereiro de 2012

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

N922e Nunes, Janaína Ferreira
Estudo do processo de proteção do bicarbonato de sódio utilizando suspensão polimérica em leito vibrofluidizado / Janaína Ferreira Nunes. --Campinas, SP: [s.n.], 2012.

Orientadores: Sandra Cristina dos Santos Rocha, Virgínia Aparecida da Silva Moris.

Tese de Doutorado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química.

1. Fluidização. 2. Bicarbonato de sódio. 3. Leito fluidizado. I. Rocha, Sandra Cristina dos Santos. II. Moris, Virgínia Aparecida da Silva. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Química. IV. Título.

Título em Inglês: Study of protecting process of sodium bicarbonate using polymeric suspension in vibrofluidized bed

Palavras-chave em Inglês: Fluidization, Baking soda, fluidized bed

Área de concentração: Engenharia de Processos

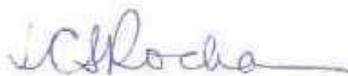
Titulação: Doutor em Engenharia Química

Banca examinadora: Osvaldir Pereira Taranto, Meuris Gurgel Carlos da Silva, Marcos Antônio de Souza Barroso, Wanderley Pereira de Oliveira

Data da defesa: 27-02-2012

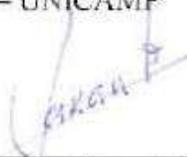
Programa de Pós Graduação: Engenharia Química

Tese de Doutorado defendida por Janaina Ferreira Nunes e aprovada em 27 de fevereiro de 2012 pela banca examinadora constituída pelos doutores:



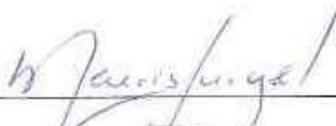
Prof.a. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha (Orientadora)

DTF/FEQ – UNICAMP



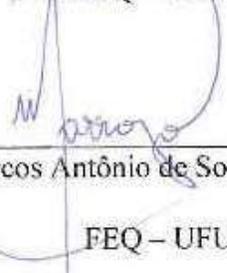
Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto (titular)

DTF/FEQ – UNICAMP



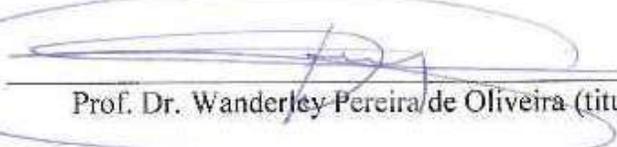
Prof.a. Dra. Meuris Gurgel Carlos da Silva (titular)

DTF/FEQ – UNICAMP



Prof.Dr. Marcos Antônio de Souza Barroso (titular)

FEQ – UFU



Prof. Dr. Wanderley Pereira de Oliveira (titular)

DCF/FCFRP - USP

Este exemplar corresponde à versão final da Tese de Doutorado em Engenharia Química, defendida por Janaina Ferreira Nunes e aprovada pela banca examinadora em 27 de fevereiro de 2012.



Profª. Dra. Sandra Crisrina dos Santos Rocha
Orientadora

Dedico este trabalho aos meus pais, Angela e Valdir, e ao meu noivo, José Eduardo, que sempre me apoiaram e sem os quais não chegaria até aqui.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente gostaria de agradecer a Deus pelo dom da vida e pela força para poder concluir meus estudos.

Aos meus pais, Angela Maria Bastazini Ferreira Nunes e Valdir Amadeu Ferreira Nunes, pelo sacrifício para que eu pudesse chegar onde estou e dedicação em todos os momentos de minha vida.

Aos meus irmãos, Aline e Guilherme, pelo apoio e compreensão.

Aos meus familiares de um modo geral que sempre estiveram na torcida pelo meu sucesso.

Ao meu noivo, José Eduardo, pelo carinho e companheirismo.

A minha orientadora e amiga, Sandra Cristina dos Santos Rocha, a qual admiro muito e que me ajudou a crescer pessoal e profissionalmente.

A minha co-orientadora, Virginia Aparecida Silva Moris, que mesmo de longe sempre se preocupou em saber sobre o desenvolvimento do trabalho e me ajudar na medida do possível.

Aos amigos da UNICAMP, Roberto, Gaby, Manu, Fer, Suzara, Marina, Matheus, Camila, Allan e Milene, que sempre me ajudaram e apoiaram quando precisei.

Aos integrantes da banca por aceitarem avaliar este trabalho.

Ao CNPq pelo suporte financeiro.

E a todos que em mim acreditaram e me ajudaram de algum modo.

SUMÁRIO

RESUMO	i
ABSTRACT	iii
ÍNDICE DE FIGURAS	v
ÍNDICE DE TABELAS	ix
NOMENCLATURA.....	x
CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO.....	1
CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1 – Bicarbonato de sódio	4
2.2 – Leito fluidizado	7
2.3 – Leito vibrofluidizado	13
2.3.1 – Características.....	13
2.3.2 – Fluidodinâmica em leito vibrofluidizado	17
2.4 – Recobrimento de partículas	28
2.4.1 – Características do recobrimento	28
2.4.2 – Recobrimento em leitos fluidizados	36
2.4.3 – recobrimento em leitos vibrofluidizados	41
2.5 – Isotermas de sorção	42
2.6 - Monitoramento do processo de recobrimento em leito fluidizado, vibrofluidizado e leito de jorro	46
CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS.....	51
3.1 – Materiais	51
3.1.1 – Material a ser recoberto	51
3.1.2 – Suspensão de recobrimento	52
3.2 – Unidade experimental.....	53
3.2.1 – Equipamentos periféricos e instrumentos.....	56
3.3 – Metodologia.....	57
3.3.1 - Caracterização das partículas	57

3.3.2 – Caracterização da suspensão	61
3.3.3 – Determinação da vazão de ar.....	61
3.3.4 – Ensaios fluidodinâmicos.....	62
3.3.5 – Ensaios de recobrimento.....	63
3.3.6 – Planejamento experimental	64
3.3.7 – Análise do processo de recobrimento e aglomeração.....	65
3.3.8 – Monitoramento do processo de recobrimento e aglomeração	65
CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	67
4.1 – Caracterização das partículas antes do recobrimento	67
4.2 – Caracterização da suspensão	68
4.3 – Ensaios fluidodinâmicos.....	68
4.4 – Recobrimento e Aglomeração do Bicarbonato de Sódio.....	78
4.4.1 - Influência das condições operacionais	84
4.4.2 – Planejamento experimental	91
4.4.2.1 – Análise estatística para o crescimento das partículas (δ).	92
4.4.2.2 – Análise estatística para o ângulo de repouso (AR).....	94
4.4.2.3 – Análise estatística para o índice de torrões (IT).	96
4.4.3 – Análise da liberação de CO ₂	98
4.4.4 – Isotermas de sorção	105
4.4.5 – Monitoramento do processo por medidas de flutuação de pressão	108
CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES E SUGESTÕES	113
5.1 - Conclusões	113
5.1.1 - Análise fluidodinâmica	113
5.1.2 – Análise do processo.....	114
5.2 – Sugestões para trabalhos futuros	115
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	117

RESUMO

O equipamento mais apropriado e utilizado no recobrimento de partículas finas é o leito fluidizado. Entretanto, trabalhos de pesquisa e a prática industrial mostram que, para alguns processos, são necessárias modificações do equipamento convencional para melhorar o regime fluidodinâmico. O emprego de vibração mecânica ao leito fluidizado convencional tem resultado em significativa melhora no desempenho de processos com partículas finas e coesivas, de difícil fluidização. A aplicação de recobrimento em partículas desse tipo (principalmente químicos, fármacos e alimentos) tem adquirido cada vez mais importância industrial, tendo diversas finalidades, como por exemplo, a diminuição da reatividade do material recoberto com o meio externo (luz, oxigênio e água, entre outros agentes). Levando em conta a importância do recobrimento de grânulos finos, a dificuldade de operação dos leitos fluidizados convencionais com esse tipo de partícula e a escassez de estudos deste processo no leito vibrofluidizado, o objetivo deste trabalho foi realizar um estudo da fluidodinâmica e do processo de proteção do bicarbonato de sódio em um leito vibrofluidizado por recobrimento e aglomeração. As seguintes etapas foram executadas: caracterização física do bicarbonato de sódio, estudo da fluidodinâmica em leito fluidizado convencional e vibrofluidizado, análise dos processos de recobrimento e aglomeração por suspensão polimérica em função da amplitude e frequência de vibração e da temperatura do ar, avaliando o diâmetro médio, índice de Hausner, ângulo de repouso, índice de escoabilidade e liberação de CO_2 do produto, além do índice de torrões e massa elutriada no processo. Foram também realizadas análises da eficiência de proteção do produto para diferentes condições de temperatura e umidade relativa do ambiente e do monitoramento do processo utilizando medidas de flutuação de pressão. A fluidodinâmica do material no leito vibrofluidizado resultou em curvas características típicas da literatura e foram determinadas as velocidades de mínima fluidização, vibrofluidização e vibrofluidização completa e de mínima mistura, variando-se a amplitude entre 0 e 2 cm e a frequência entre 0 e 360 rpm. Foram observadas menores velocidades de fluidização incipiente para o leito vibrofluidizado em relação ao leito fluidizado convencional, além de expressiva melhora na dinâmica em leito vibrofluidizado. O processo de recobrimento foi realizado variando-se a amplitude entre

0 e 2 cm, a frequência entre 0 e 360 rpm e a temperatura do ar de fluidização entre 60° C e 80° C. Os resultados revelaram a presença de dois mecanismos distintos dependente das condições de operação: recobrimento das partículas individuais por camadas e aglomeração por nucleação, que tiveram como consequência uma faixa bastante ampla de crescimento (6,69 % a 44,50 %). O índice de escoabilidade, ângulo de repouso e índice de Hausner foram menores para partículas recobertas comparadas com o bicarbonato de sódio sem recobrimento, indicando melhor fluidez do material após o processo. Foi comprovada a eficiência da proteção do bicarbonato de sódio tanto pelo recobrimento como pela aglomeração, visto que para o bicarbonato processado a perda de CO₂ ficou entre 2 % e 9 %, enquanto para o bicarbonato puro essa perda variou entre 5,5 % e 12,5 % nas condições de ambiente estudadas. A análise das isotermas de adsorção confirmou a eficiência de proteção por recobrimento e aglomeração do bicarbonato de sódio, e o modelo de GAB mostrou-se adequado para o ajuste das isotermas de adsorção do bicarbonato de sódio recoberto e aglomerado. Foi também verificada a viabilidade do monitoramento do processo através de medidas de flutuação de pressão em tempo real.

Palavras-chave: leito vibrofluidizado, proteção, partículas finas, recobrimento, aglomeração, microencapsulação.

ABSTRACT

The most appropriate equipment used in the coating of fine particle is the fluidized bed. However, research studies and industrial practice show that in some cases modifications of the conventional equipment is necessary to maintain its dynamic stability. The use of mechanical vibration in conventional fluidized beds results in significant improvement of the process performance with fine and cohesive particles, which are difficult to fluidize. The coating of fine particles (mainly chemicals, pharmaceuticals and food) is getting more and more industrial importance aiming at different purposes, as for example to decrease reactivity of the material with the environment (light, oxygen and water, among others). Due to the importance of coating of fine particles and the rareness of studies on this process in vibrofluidized beds, this work aims to study the fluid dynamics and coating of sodium bicarbonate in a vibrofluidized bed, passing through the following stages: the sodium bicarbonate physical characterization, fluid dynamic analysis of the material in conventional and vibrofluidized beds, process analysis as a function of amplitude and frequency of vibration, and of the fluidizing air temperature, evaluating the product mean diameter, Hausner index, angle of repose, flowability index and CO₂ release, as well as lump index and elutriated mass. Product protection efficiency and analysis of process monitoring using measurements of pressure fluctuation were also carried out. The material fluid dynamics provided characteristic curves typical of the ones found in the literature for vibrofluidized beds. Minimum fluidization, minimum vibrofluidization, minimum complete vibrofluidization and minimum mixture velocities were determined for varying vibration amplitude between 0 and 2 cm and frequency between 0 and 360 rpm. Inferior values were obtained for the vibrofluidized bed incipient velocity, compared to the conventional fluidized bed, and intense movement of the particles with enhancement of the bed dynamics was verified. The coating process was performed for varying vibration amplitude between 0 and 2 cm, frequency between 0 and 360 rpm and temperature of fluidizing air between 60 °C and 80 °C. The results revealed the presence of two distinct mechanisms depending on the operating conditions: layering of individual particles and agglomeration by nucleation, having as a consequence a broad range of particle growth (6.69 % to 44.50 %). The flowability index, angle of repose and Hausner index of the coated particles were smaller compared with uncoated sodium bicarbonate, indicating

greater fluidity of the material after processing. The efficiency of protection of sodium bicarbonate by the polymeric coating/agglomeration was demonstrated as CO₂ loss was between 2 % and 9 % for processed bicarbonate, while that for the pure bicarbonate ranged between 5.5 % and 12.5 % for the environment conditions analyzed. The analysis of adsorption isotherms confirmed the sodium bicarbonate protection by polymeric coating and agglomeration, and the GAB model was suitable for adjusting the adsorption isotherms of coated and agglomerated sodium bicarbonate. Also, the viability of monitoring the process through on line measures of pressure fluctuation was verified.

Key-words: vibrofluidized bed, protection, fine particles, coating, agglomeration, microencapsulation.

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 -	Regime de fluidização em função da velocidade do gás (adaptado de KUNNII e LEVENSPIEL, 1991).	7
Figura 2.2 -	Queda de pressão em função da velocidade do gás (Modificada de SILVA, 2006).	9
Figura 2.3 -	Diagrama de Geldart (GELDART, 1986).	11
Figura 2.4 -	Trajetória do leito e do vaso durante o período de vibração (PAKOWSKI <i>et al.</i> , 1984).	17
Figura 2.5 -	Curvas de fluidização de leitos vibrados (b, c e d), comparadas com a curva de um leito fluidizado convencional (a) (GUPTA e MUJUMDAR, 1980).	21
Figura 2.6 -	Influência da frequência de vibração na curva fluidodinâmica obtida por GUPTA e MUJUMDAR (1980).	22
Figura 2.7 -	Influência do parâmetro vibracional na queda de pressão proposta no estudo de ERDÉSZ <i>et al.</i> , (1986).	23
Figura 2.8 -	Recobrimento em leito fluidizado (KLEINBACH e RIEDE, 1995).	28
Figura 2.9 -	Formação de camadas durante o recobrimento de partículas (KADAM, 1991).	29
Figura 2.10 -	Aglomerção por nucleação (KADAM, 1991).	29
Figura 2.11 -	Aglomerção por coalescência (KADAM, 1991).	30
Figura 2.12 -	Aglomerção por crescimento (KADAM, 1991).	30
Figura 2.13 -	Diferentes tipos de recobrimento (KLEINBACH e RIEDE, 1995).	31
Figura 2.14 -	Forma característica das isotermas (Fonte: Lowell e Shields, 1991).	43
Figura 2.15 -	Tipos de isotermas (Fonte: Lowell e Shields, 1991)	44
Figura 2.16 -	Espectro de potência do milho. Regime: jorro estável (TARANTO, 1996).	47
Figura 3.1 -	Representação do bicarbonato de sódio no Diagrama de Geldart	51
Figura 3.2 -	Leito Vibrofluidizado com sistema de atomização e aquisição de dados adaptado a montagem de Moris (2002).	53
Figura 3.3 -	Sistema vibracional (COSTA, 2009).	54
Figura 3.4 -	Bico atomizador (COSTA, 2003).	55

Figura 3.5 - Leito vibrofluidizado, com destaque para a altura do bico atomizador (COSTA, 2009).	56
Figura 3.6 - Equipamento AUTOTAP.	58
Figura 3.7 - Ângulo de repouso. (a) estático; (b, c) dinâmico (WOUTERS e GELDART, 1996).	59
Figura 3.8 - Fotografia do medidor de escoabilidade, Powder Floability Test Instrument, Flodex® (CUNHA, 2009)	59
Figura 3.9 - Aparatto de Chittick	60
Figura 4.1 - Distribuição granulométrica do bicarbonato de sódio.	67
Figura 4.2 - Curva e réplica fluidodinâmica para amplitude de 0,01 m e frequência de 270 rpm.	69
Figura 4.3 - Curva e réplica fluidodinâmica para amplitude de 0,02 m e frequência de 360 rpm.	69
Figura 4.4 - Região de fluidização intensa para a 0,005m e frequência 270 rpm.	70
Figura 4.5 - Curva fluidodinâmica para a 0,02 m e f 360 rpm.	70
Figura 4.6 - Curva fluidodinâmica com variação de frequência para amplitude de 0,005 m.	71
Figura 4.7 - Curva fluidodinâmica com variação de frequência para amplitude de 0,01 m.	71
Figura 4.8 - Curva fluidodinâmica com variação de frequência para amplitude de 0,02 m.	72
Figura 4.9 - Curva fluidodinâmica com variação de amplitude para frequência de 180 rpm.	73
Figura 4.10 - Curva fluidodinâmica com variação de amplitude para frequência de 270 rpm.	73
Figura 4.11 - Curva fluidodinâmica com variação de amplitude para frequência de 360 rpm.	74
Figura 4.12 - Valores preditos versus Valores observados - Equação 2.22.	77
Figura 4.13 - Valores preditos versus Valores residuais - Equação 2.22.	77
Figura 4.14 - Distribuição granulométrica para o bicarbonato de sódio puro e experimentos 8 e 16.	80
Figura 4.15 - Bicarbonato puro, ampliado 250x.	80

Figura 4.16 - Ensaio 8, ampliado 250x..	80
Figura 4.17 - Ensaio 4, ampliado 250x..	81
Figura 4.18 - Ensaio 15, ampliado 250x..	81
Figura 4.19 - Ensaio 15, ampliado 1000x..	81
Figura 4.20 - Mecanismo de aglomeração por nucleação, adaptado de Kadam (1991)	82
Figura 4.21 - Bicarbonato puro, ampliado 3000x..	82
Figura 4.22 - Ensaio 8, ampliado 3000x..	83
Figura 4.23 - Ensaio 4, ampliado 3000x..	83
Figura 4.24 - Ensaio 15, ampliado 3000x..	83
Figura 4.25 - Influência da temperatura do ar no crescimento da partícula..	84
Figura 4.26 - Influência da frequência de vibração no crescimento da partícula.....	84
Figura 4.27 - Influência da amplitude de vibração no crescimento da partícula.....	85
Figura 4.28 - Influência da temperatura do ar no ângulo de repouso.....	86
Figura 4.29 - Influência da temperatura do ar no índice de escoabilidade.....	86
Figura 4.30 - Influência da frequência no ângulo de repouso.....	87
Figura 4.31 - Influência da frequência de vibração no índice de escoabilidade	87
Figura 4.32 - Influência da amplitude no ângulo de repouso.....	87
Figura 4.33 - Influência da amplitude de vibração no índice de escoabilidade..	88
Figura 4.34 - Influência da temperatura do ar no índice de torrões..	89
Figura 4.35 - Influência da frequência de vibração no índice de torrões	89
Figura 4.36 - Influência da amplitude de vibração no índice de torrões	89
Figura 4.37 - Gráfico de Pareto para o crescimento das partícula	93
Figura 4.38 - Gráfico de Pareto para o ângulo de repouso.....	95
Figura 4.39 - Gráfico de Pareto para o índice de torrões	97
Figura 4.40 - Mudança de massa do bicarbonato de sódio para temperaturas de 25°C e 40°C e umidades relativas de 56% e 80%..	98
Figura 4.41 - Perda de CO ₂ do bicarbonato de sódio para temperaturas de 25°C e 40°C e umidade de 56% e 80%..	99
Figura 4.42 - Mudança de massa do bicarbonato de sódio para temperatura de 25°C e umidade de 56%	101
Figura 4.43 - Perda de CO ₂ do bicarbonato de sódio para temperatura de 25°C e umidade de 56%	101

Figura 4.44 - Mudança de massa do bicarbonato de sódio para temperatura de 40°C e umidade de 56%	101
Figura 4.45 - Perda de CO ₂ do bicarbonato de sódio para temperatura de 40°C e umidade de 56%	102
Figura 4.46 - Mudança de massa do bicarbonato de sódio para temperatura de 25°C e umidade de 80%	103
Figura 4.47 - Perda de CO ₂ do bicarbonato de sódio para temperatura de 25°C e umidade de 80%	103
Figura 4.48 - Mudança de massa do bicarbonato de sódio para temperatura de 40°C e umidade de 80%	103
Figura 4.49 - Perda de CO ₂ do bicarbonato de sódio para temperatura de 40°C e umidade de 80%	104
Figura 4.50 - Isotermas de adsorção para o bicarbonato de sódio puro e os experimentos 8 e 16	106
Figura 4.51 - Isoterma de adsorção para o bicarbonato de sódio recoberto (exp. 8 e 16) a 25°C e seus respectivos ajustes	107
Figura 4.52 - Distribuição de resíduos – Exp. 8.....	108
Figura 4.53 - Distribuição de resíduos – Exp. 16.....	108
Figura 4.54 - Leito fluidizado sem atomização	109
Figura 4.55 - Leito fluidizado no início da atomização	109
Figura 4.56 - Leito fixo com atomização desligada	110
Figura 4.57 - Leito fluidizado sem atomização no terceiro ciclo.....	110
Figura 4.58 - Leito fluidizado no início da atomização no terceiro ciclo	111
Figura 4.59 - Leito fixo com atomização desligada no terceiro ciclo	111

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1 -	Algumas propriedades do bicarbonato de sódio.....	5
Tabela 2.2 -	Solubilidade do bicarbonato de sódio em água.	6
Tabela 2.3 -	Classificação das partículas pelo Índice de Hausner.	12
Tabela 2.4 -	Parâmetros de processo envolvidos no recobrimento de partículas (MAA <i>et al.</i> , 1996).....	33
Tabela 2.5 -	Comparação entre o recobrimento aquoso e recobrimento seco dos estudos de IVANOVA <i>et al.</i> (2005).	40
Tabela 3.1 -	Suspensões de recobrimento.....	52
Tabela 3.2 -	Variáveis que foram utilizadas no trabalho.	62
Tabela 3.3 -	Planejamento fatorial.....	64
Tabela 4.1 -	Propriedades físicas do bicarbonato de sódio.....	67
Tabela 4.2 -	Propriedades da suspensão de recobrimento.	68
Tabela 4.3 -	Velocidades de mínima vibrofluidização e massa de material elutriado para diferentes parâmetros vibracionais.	75
Tabela 4.4 -	Velocidade de mínima mistura e velocidade mínima vibrofluidização obtida por correlação.	76
Tabela 4.5 -	Parâmetros estimados para a Equação 2.22.....	78
Tabela 4.6 -	Resultados de crescimento, índices de escoabilidade, ângulo de repouso e índice de torrões das partículas.....	79
Tabela 4.7 -	Resultados de massa elutriada e índice de Hausner.	90
Tabela 4.8 -	Matriz de experimentos e respostas crescimento, ângulo de repouso e índice de torrões	91
Tabela 4.9 -	Efeitos das variáveis e suas combinações para o crescimento das partículas.	93
Tabela 4.10 -	Efeitos das variáveis e suas combinações para o ângulo de repouso	95
Tabela 4.11 -	Efeitos das variáveis e suas combinações para o índice de torrões.	96
Tabela 4.12 -	Efeitos Atividade de água e respectiva umidade de equilíbrio para o bicarbonato de sódio puro e os experimentos 8 e 16.....	105
Tabela 4.13 -	Parâmetros do modelo matemático de GAB ajustado às isotermas de adsorção do bicarbonato de sódio recoberto.....	107

NOMENCLATURA

Letras Latinas

a	amplitude de vibração	(cm)
a_1	área do tubo	(cm ²)
a_2	área do orifício	(cm ²)
a_w	atividade de água	--
B	pressão barométrica local	(mmHg)
C	constante cinética relacionada à sorção na primeira camada	--
f	freqüência de vibração	(rpm)
Ar	número adimensional de Arquimedes	--
AR	ângulo de repouso	(°)
Cs	concentração de sólidos	--
d	diâmetro	(μ m)
d_{pi}	diâmetro de malha das peneiras	(μ m)
d_s	diâmetro médio de Sauter	(μ m)
D	diâmetro do leito	(m)
DP	queda de pressão	(Pa)
g	aceleração da gravidade	(m/s ²)
H	altura inicial do leito de partículas	(m)
IE	índice de escoabilidade	(mm)
IH	índice de Hausner	--
I_{torr}	índice de torrões	(%)
K	fator de correção	--
m	massa das partículas no leito	(g)
M_0	massa seca inicial no leito	(g)
M_f	massa seca de material recoberto	(g)
M_{elut}	massa elutriada	(g)
M_t	massa total	(g)
M_{torr}	massa de torrões	(g)

P_{at}	pressão de atomização	(Psi _g)
P_1	pressão estática na linha de ar	(cmH ₂ O)
Q	vazão mássica	(kg/min)
Re	número adimensional de Reynolds	--
T	temperatura	(°C)
u	velocidade do gás	(m/s)
UR	umidade relativa	(%)
w	frequência angular de vibração	(rad/s)
W	vazão	(g/min)
X_{eq}	umidade de equilíbrio	(%)
X_i	fração mássica das partículas	(%)
X_m	conteúdo de umidade na monocamada	(%)

Letras Gregas

δ	crescimento	%
ε	porosidade	--
ϕ	esfericidade	--
η	eficiência de recobrimento	--
μ	viscosidade	(cP)
ρ	densidade	(g/cm ³)
ρ_{ap}	densidade aparente	(g/cm ³)
$\rho_{apaerada}$	densidade aparente aerada	(g/cm ³)
$\rho_{apcompact}$	densidade aparente compactada	(g/cm ³)
ρ_{real}	densidade real	(g/cm ³)
Δh	queda de pressão na placa de orifício	(cmH ₂ O)
Γ	adimensional de vibração	--
ν_g	viscosidade cinemática do gás	(cm ² /s)
ξ	fator de compressibilidade	--

Subscritos

f	fluido
mf	mínima fluidização
mfv	mínima vibrofluidização
mfvc	mínima vibrofluidização completa
mm	mínima mistura
p	partícula
s	suspensão de recobrimento
vfb	vibrofluidização

Abreviações

LFC	leito fluidizado convencional
LVF	leito vibrofluidizado
BP	bicarbonato puro

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

Na indústria de alimentos, o recobrimento e aglomeração de micropartículas é utilizado na incorporação de ingredientes (acidulantes, corantes, temperos, vitaminas e minerais) e aditivos naturais aos produtos alimentícios; com a principal finalidade de alterar a textura, melhorar a qualidade nutricional, aumentar a vida útil e controlar as propriedades dos alimentos processados. Aplica-se ainda na retenção de compostos voláteis, proteção de ingredientes contra perdas nutricionais (efeitos de evaporação, umidade, oxigênio e luz ultravioleta), auxílio à mistura e preservação ou efeito de mascarar sabores através da inibição de reações com outros materiais, além de incorporar aos alimentos mecanismos de controle e liberação de determinados componentes (RÉ, 2003).

Nas indústrias químicas, farmacêuticas e de cosméticos, as razões para aplicação de recobrimento e aglomeração de partículas finas são semelhantes: proteger o produto de agentes ambientais, em particular, contra a umidade, luminosidade e calor excessivo; reduzir a possibilidade de contaminação do produto e aumentar a sua resistência mecânica; mascarar sabores e odores desagradáveis; reduzir e/ou controlar a taxa de dissolução de substâncias ativas.

O bicarbonato de sódio é uma partícula fina, que apresenta uma série de aplicações, sendo as mais frequentes como antiácido estomacal e fermento químico. Ele é estável ao ar seco, mas decomposto por ar úmido ou aquecimento. Em solução aquosa, começa a decompor-se lentamente a partir de 20 °C, a partir de 50 °C desprende gás carbônico e a 100°C converte-se em carbonato de sódio (Barrilha). No caso do fermento químico, o bicarbonato de sódio se encontra misturado a um ácido, que acelera o processo da perda de gás carbônico, e o recobrimento das partículas de bicarbonato tem a finalidade de proteção, visando diminuir a liberação de gás carbônico.

A técnica do leito fluidizado é indicada na literatura como alternativa eficiente para recobrir esse tipo de partícula fina (LINK e SCHLUNDER, 1997; HEMATI *et al.*, 2003; HAMPEL *et al.*, 2008; CUNHA, 2009), com vantagens como: curto tempo de processo, baixo custo com mão-de-obra, possibilidade de realizar granulação, recobrimento e secagem no mesmo equipamento. O bom contato gás-sólido e a intensa mistura dos

sólidos favorecem a transferência de calor e massa e a homogeneidade do produto. Entretanto, quando o material a ser recoberto é umidificado pela solução ou suspensão de recobrimento podem surgir grandes aglomerados de partículas que levam à instabilidade dinâmica do leito. Por se tratar de um processo complexo, a fluidização ainda é de difícil controle, influenciada por diversas variáveis operacionais (ZANK *et al.*, 2001; HEMATI *et al.*, 2003). Processos intermitentes têm sido indicados para resolver o problema da aglomeração e instabilidades dinâmicas como *channeling* e defluidização, mas com conseqüente aumento de tempo e, portanto, do custo do processo.

Para melhorar a fluidização de partículas finas e coesivas, uma importante possibilidade é a aplicação de vibração mecânica ao leito, tornando-o vibrofluidizado, pois a vibração domina as forças de atração interpartículas, aumentando a qualidade de fluidização de partículas que tendem a aglomerar. Essa versão do equipamento já é aplicada industrialmente em secagem, aquecimento, resfriamento e reações catalíticas. Sua utilização em processos de recobrimento ainda é bastante restrita e praticamente ainda não foi estudada (GUPTA e MUJUMDAR, 1980; DALEFFE, 2005; MORIS e ROCHA, 2006). Por outro lado, partículas cada vez menores e mais difíceis de serem processadas têm-se tornado comercialmente importantes, identificando-se um futuro promissor nas áreas farmacêutica, química, de alimentos, etc., com a produção de microcápsulas (0,2 - 500 μm).

Como vantagens de se trabalhar com o leito vibrofluidizado podem-se citar: a vibração mecânica faz com que a quantidade de ar necessária para a fluidização seja reduzida, possibilitando trabalhar com vazões menores que podem acarretar em um menor gasto energético; a fluidização é homogênea, mesmo para materiais aglomerantes, pois a vibração causa quebra dos agregados e diminuição dos canais preferenciais (DALEFFE, 2005; MEILI, 2009).

Apesar da escassez de pesquisas sobre recobrimento de partículas finas em leitos vibrofluidizados, é esperado um melhor desempenho nesse equipamento em comparação ao leito fluidizado convencional, com melhor estabilidade dinâmica, levando a produtos mais homogêneos e processos mais eficientes.

Levando-se em conta a necessidade de proteção do bicarbonato de sódio contra agentes do ambiente que provocam a liberação de CO_2 , a escassez de estudos sobre recobrimento de partículas finas e a possibilidade de utilização do leito vibrofluidizado

nesse processo, este trabalho tem como objetivo realizar um estudo da fluidodinâmica e do recobrimento do bicarbonato de sódio em um leito vibrofluidizado utilizando suspensão polimérica, visando a sua proteção contra a perda de CO₂. Para atingir o objetivo, as seguintes etapas foram realizadas:

- Caracterização física do bicarbonato de sódio;
- Estudo da fluidodinâmica em leito fluidizado convencional e vibrofluidizado;
- Análise do processo de recobrimento e aglomeração do bicarbonato de sódio em função dos parâmetros vibracionais, amplitude e frequência de vibração, e temperatura do ar de fluidização, e definindo como respostas o crescimento, o índice de Hausner, o ângulo de repouso, o índice de escoabilidade e a liberação de CO₂ do produto, além do índice de torrões e da massa elutriada no processo;
- Avaliação do monitoramento do processo através de medidas de flutuação de pressão.

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Apresenta-se neste capítulo uma revisão bibliográfica abordando os seguintes temas: bicarbonato de sódio e suas características; processos de fluidização, vibrofluidização e recobrimento de partículas e monitoramento do regime dinâmico por análise das flutuações de pressão.

2.1) Bicarbonato de sódio

O bicarbonato de sódio é um pó fino, coesivo, cristalino e branco, estável ao ar seco, mas decomposto por ar úmido ou aquecimento, desprendendo gás carbônico a partir de 50° e a 100°C converte em carbonato de sódio (Barrilha). Em solução aquosa, começa a decompor-se lentamente a partir de 20°C.

Como aplicações do bicarbonato de sódio podemos citar:

- Indústria alimentícia: componente ativo de fermentos químicos, além de ser também utilizado diretamente na produção industrial de bolos, biscoitos e massas em geral;
- Extintores de incêndio: Constituinte principal do pó químico de maior utilização em extinção de incêndio; o bicarbonato de sódio se decompõe liberando CO₂ e H₂O que produzem efeitos de abafamento e resfriamento, respectivamente;
- Farmacêutico: Como sal efervescente em alguns medicamentos; devido à liberação de CO₂, atua como antiácido. Também é utilizado em solução para hemodiálise;
- Ração animal: Ao corrigir o pH no sistema digestivo dos animais traz uma série de benefícios à saúde, também supre a necessidade de sódio (geral) e carbonato (em aves);
- Polímeros: Como agente de expansão, utilizado na produção de esponjosos;
- Curtumes: O bicarbonato de sódio é utilizado na neutralização do couro;
- Cosméticos: Utilizado na fabricação de desodorantes, shampoo, entre outros;
- Higiene oral: Usado por dentistas na limpeza dos dentes, em soluções orais para combate às cáries, creme dental, etc.;

- Sabão e Detergente: Utilizado na fabricação de sabão, como controlador de pH; por ser um álcali moderado é utilizado com agente tamponante e purificador;
- Têxtil: O bicarbonato de sódio tem muitas aplicações na indústria têxtil, como catalisador na fabricação do poliéster, como agente de absorção em estamparias, como agente neutralizador e branqueador de tecidos;
- Papel e celulose: Como agente neutralizador e em tratamentos de efluentes;
- Uso doméstico: Em limpeza de metais (principalmente a prata), na eliminação de odores em refrigeradores, na descontaminação de verduras frutas e legumes, etc. Salienta-se que testes realizados mostram que são eliminados até 90% de resíduos químicos em verduras, frutas e legumes quando mergulhados em solução de bicarbonato de sódio.

Algumas propriedades físicas do bicarbonato de sódio podem ser vistas nas Tabelas 2.1 e 2.2:

Tabela 2.1 - Algumas propriedades do bicarbonato de sódio (MAKENI CHEMICALS, 2005).

Propriedades	Especificações
Densidade real, g/cm ³	2,2
Densidade aparente, g/cm ³	0,9 a 1,3
Calor específico, cal/g°C	0,245
Ponto de fusão, °C	270
pH da solução 0,1M (25°C)	8,3
Solubilidade	Solúvel em água e insolúvel em acetona e álcool

Tabela 2.2 - Solubilidade do bicarbonato de sódio em água (MAKENI CHEMICALS, 2005).

T (°C)	0	15	25	30	35	45	60
g NaHCO₃/100 ml H₂O	6,9	8,8	10,2	11,0	11,8	13,6	16,6

Para este trabalho, a aplicação visada do bicarbonato é sua utilização na indústria alimentícia como componente ativo no fermento químico; geralmente, para formação do fermento em pó, o bicarbonato encontra-se juntamente com mais dois elementos: um ácido e um complemento. O ácido pode ser o cremor de tártaro e o complemento, que tem como função dar consistência, é um amido. O bicarbonato de sódio em altas temperaturas libera o gás carbônico, sendo que esta ação é catalisada pelo ácido. O gás carbônico então fica preso na massa, fazendo-a crescer e dando-lhe uma consistência leve.

Kuu *et al.* (1998) estudaram o efeito da umidade relativa e da temperatura na estabilidade do bicarbonato de sódio utilizando métodos de gravimetria e titulação com ácido. Neste estudo, foram colocadas amostras de bicarbonato de sódio em dessecadores com ambientes a diferentes valores de umidade relativa (RH), entre 30 e 93% e temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C. Os resultados mostraram que a temperatura e a umidade relativa são importantes fatores nas isotermas de sorção e cinética de decomposição do bicarbonato. Os autores consideraram RH_{th} como umidade relativa limite, que é a umidade acima da qual o bicarbonato começa a ganhar massa, e RH_c como umidade relativa crítica, a umidade na qual o bicarbonato simultaneamente ganha massa e começa a hidrolisar (consequentemente perdendo massa). As isotermas de sorção mostraram um fenômeno incomum a altas RH, onde a massa do bicarbonato de sódio aumentou ou diminuiu com o tempo, dependendo da temperatura.

Quando o pó foi submetido à temperatura amena e alta umidade (25°C e 93%RH), a massa do pó aumentou rapidamente com o tempo devido ao fato da umidade relativa ultrapassar RH_{th} nesta temperatura; porém quando o pó foi colocado a altas temperaturas e alta umidade (40°C, 89% e 55°C, 82%), a massa do pó diminuiu com o tempo enquanto a RH se manteve abaixo da RH_{th} e a taxa de decomposição (liberação de CO₂) foi maior que

a taxa de sorção de umidade. Os autores concluíram então que o bicarbonato de sódio é relativamente estável a 25°C com umidade relativa abaixo de 76% e a 40°C com umidade relativa abaixo de 48%.

2.2) Leito fluidizado

O fenômeno da fluidização é uma operação na qual passa-se um fluido através de partículas finas em condições que fazem com que estas se assemelhem a um líquido (KUNNII e LEVENSPIEL, 1991). Os leitos fluidizados gás-partícula são muito utilizados na indústria química por proporcionarem um bom efeito de mistura entre as fases e altas taxas de transferência de calor e massa requerendo para isso um baixo consumo energético. Vários regimes de fluidização podem ser obtidos, como mostra a Figura 2.1.

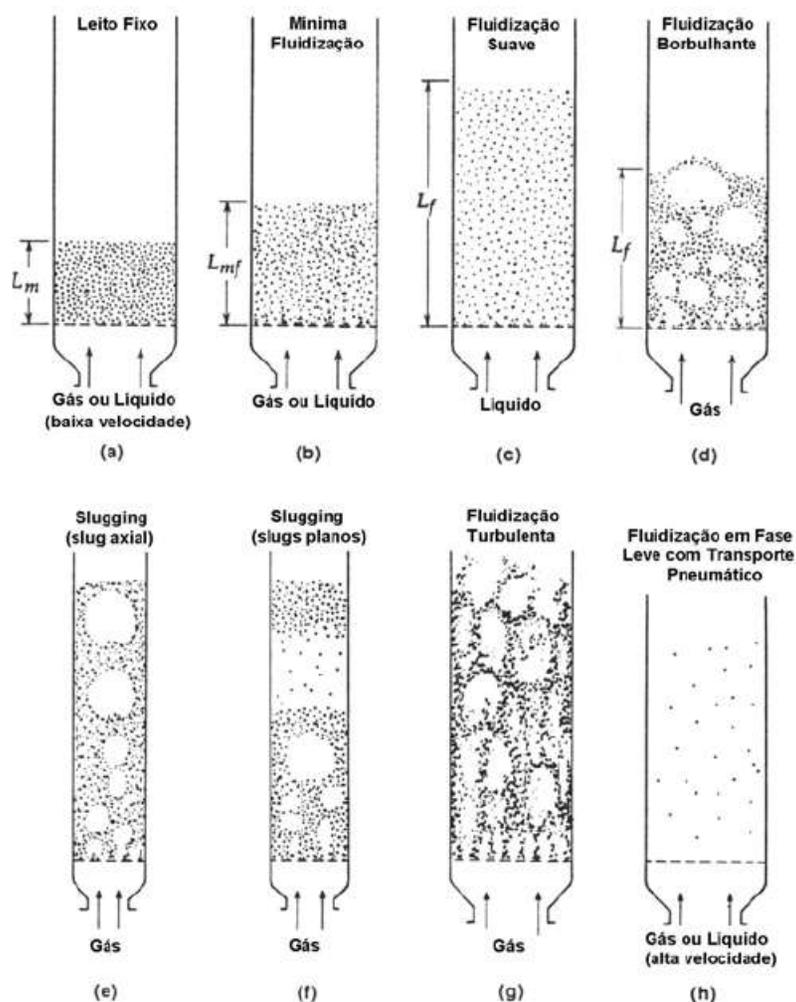


Figura 2.1 – Regime de fluidização em função da velocidade do gás (adaptado de KUNNII e LEVENSPIEL, 1991).

Nesta figura, observa-se:

a) Leito fixo: o fluido percola através dos espaços vazios entre as partículas, que estão imóveis, com vazão zero até a de mínima fluidização (u_{mf}).

b) Fluidização mínima: um aumento da vazão acima da mínima fluidização até a velocidade mínima para o início do regime de bolhas resulta em uma suave e progressiva expansão do leito com pouca agregação de partículas e pequena flutuação de pressão.

c) Fluidização suave ou homogênea: um aumento da vazão acima da mínima fluidização, normalmente, resulta em uma suave e progressiva expansão do leito.

d) Fluidização borbulhante: com o aumento da vazão acima da mínima fluidização são observadas instabilidades com bolhas e canais preferenciais de gás, com vazões maiores a agitação se torna mais violenta e o movimento dos sólidos mais vigoroso.

e) Fluidização pistonada com bolhas axiais: com velocidades maiores, as bolhas de gás crescem e se tornam grandes o suficiente para se espalhar através do leito; no caso de partículas finas, elas escoam suavemente ao redor dos crescentes espaços vazios do gás e ocorrem grandes flutuações de pressão.

f) Fluidização pistonada com bolhas planas: para partículas grossas a porção do leito abaixo da bolha é arrastada para cima como o movimento de um pistão.

g) Fluidização turbulenta: quando a vazão de gás é suficientemente alta, a superfície superior do leito desaparece, são observados espaços vazios de vários tamanhos e formas e movimento desordenado das partículas, com pequenas flutuações de pressão.

h) Transporte pneumático: com velocidade do gás acima da velocidade terminal das partículas, os sólidos são carregados para fora do leito.

A Figura 2.2 mostra a variação da queda de pressão em um leito fluidizado convencional em função da velocidade do gás.

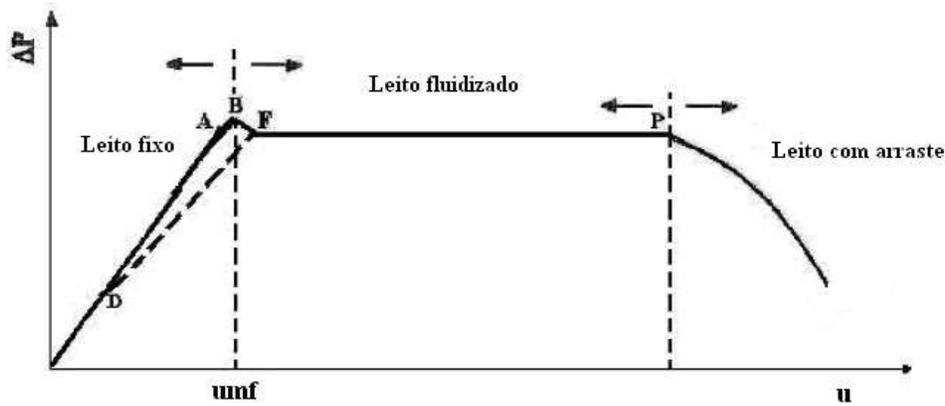


Figura 2.2 – Queda de pressão em função da velocidade do gás (Modificada de Silva, 2006).

Para a predição da u_{mf} , umas das equações mais conhecidas é a Equação 2.1 chamada de Equação de Egun (1952):

$$\frac{\Delta P_{mf}}{L_{mf}} = 150 \frac{(1 - \varepsilon_{mf})^2}{\varepsilon_{mf}^3} \frac{\mu u_{mf}}{\phi^2 d_p^2} + 1,75 \frac{(1 - \varepsilon_{mf})}{\varepsilon_{mf}^3} \frac{\rho_f u_{mf}^2}{\phi d_p} \quad (2.1)$$

Mostra-se também, pelo balanço de forças no leito que:

$$\frac{\Delta P_{mf}}{L_{mf}} = (\rho_p - \rho_f)(1 - \varepsilon_{mf})g \quad (2.2)$$

em que ΔP_{mf} é a queda de pressão no leito na u_{mf} ; ε_{mf} é a porosidade do leito na mínima fluidização; ρ_f e ρ_p são as densidades do fluido e da partícula, respectivamente; μ é a viscosidade do fluido; ϕ é a esfericidade; d_p é o diâmetro das partículas e g a aceleração da gravidade.

Em condições de mínima fluidização, pode-se combinar as Equações 2.1 e 2.2 chegando a uma correlação para predição da velocidade de mínima fluidização:

$$150 \frac{(1 - \varepsilon_{mf})^2}{\varepsilon_{mf}^3} \frac{\mu u_{mf}}{\phi^2 d_p^2} + 1,75 \frac{(1 - \varepsilon_{mf})}{\varepsilon_{mf}^3} \frac{\rho_f u_{mf}^2}{\phi d_p} = (\rho_p - \rho_f)(1 - \varepsilon_{mf})g \quad (2.3)$$

Utilizando os grupos adimensionais de Arquimedes (Ar) e Reynolds (Re), têm-se a equação da seguinte forma:

$$\frac{Ar}{Re_{mf}} = 150 \frac{(1 - \varepsilon_{mf})}{\varepsilon_{mf}^3} + \frac{1,75}{\phi \varepsilon_{mf}^3} Re_{mf} \quad (2.4)$$

Em que o número de Arquimedes, Ar e o número de Reynolds, Re , são dados por:

$$Ar = \frac{\rho_f \phi^3 d_p^3 (\rho_p - \rho_f) g}{\mu^2} \quad (2.5)$$

$$Re = \frac{\rho_f \phi d_p u_{mf}^2}{\mu} \quad (2.6)$$

Wen e Yu (1966) adotaram valores de porosidade de mínima fluidização (ε_{mf}) e de esfericidade (ϕ) para vários sistemas, chegando às seguintes relações:

$$\frac{1}{\phi \varepsilon_{mf}^3} \cong 14 \quad (2.7)$$

$$\frac{1 - \varepsilon_{mf}}{\phi^2 \varepsilon_{mf}^3} \cong 11 \quad (2.8)$$

Utilizando as relações de Wen e Yu (1966), a Equação 2.4 torna-se:

$$u_{mf} = \frac{\mu}{\rho_f \phi d_p} (1135,7 + 0,0408 Ar)^{1/2} - 33,7 \quad (2.9)$$

Observando cuidadosamente a fluidização de partículas de diversos tamanhos e formas, Geldart (1986) classificou as partículas em quatro grupos, Figura 2.3.

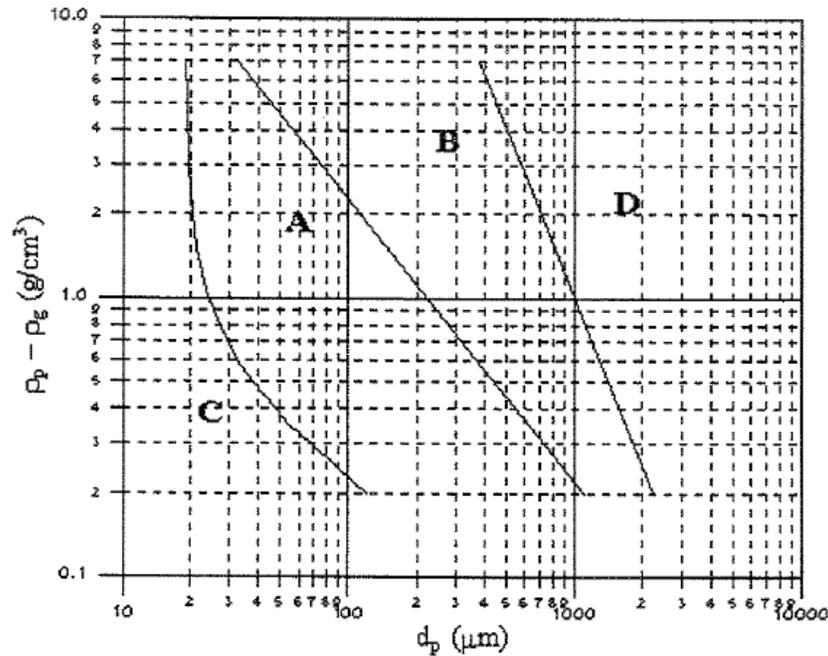


Figura 2.3 – Diagrama de Geldart (GELDART, 1986).

- Grupo C: partículas coesivas muito finas, para as quais a fluidização normalmente é muito difícil devido às forças interpartículas serem maiores que as forças resultantes da ação do gás. Como exemplo, podemos citar a farinha de trigo e o cimento.

- Grupo A: chamadas de partículas aeradas, são materiais com pequeno diâmetro ou baixa densidade ($1,4\text{g/cm}^3$). Estes sólidos fluidizam facilmente a baixas velocidades e com controlado borbulhamento a velocidades altas, pois as forças são pouco coesivas. Como exemplo, podemos citar o FCC (catalisador utilizado no cracking catalítico).

- Grupo B: areias ou partículas com diâmetro entre 40 e $500\mu\text{m}$ e densidade entre $1,4$ e 4g/cm^3 . Estes sólidos fluidizam bem com ação borbulhante vigorosa, sendo que o tamanho das bolhas aumenta com a altura do leito e com a velocidade em excesso do gás ($u-u_{mf}$). A areia de construção é um exemplo de partícula deste grupo.

- Grupo D: partículas grandes, jorráveis ($d_p > 600\mu\text{m}$) e mais densas, se comportam imprevisivelmente, gerando grandes bolhas, vários canais preferenciais e comportamento de jorro; as forças coesivas interpartículas são comparadas com a força de arraste. Como exemplos deste grupo, podemos citar o cascalho e o grão de café.

Geldart *et al.* (1984) verificaram que pequenas mudanças no tamanho da partícula e em outros parâmetros que possam afetar as forças interpartículas podem transformar um

pó fino de escoamento livre em um pó coesivo. Os autores estudaram o Índice de Hausner (IH), definido como a relação entre densidade aparente aerada ($\rho_{apaerada}$) e densidade aparente compactada ($\rho_{apcompactada}$) e que avalia as características de escoamento das partículas (Tabela 2.3):

$$IH = \frac{\rho_{apaerada}}{\rho_{apcompactada}} \quad (2.10)$$

Este índice diferencia quantitativamente partículas do Grupo A, que apresentam boa fluidez, de partículas coesivas e de difícil fluidez do Grupo C da seguinte forma: partículas com $1,25 < IH < 1,4$ são pertencentes ao Grupo A e partículas com $IH > 1,4$ são pertencentes ao Grupo C.

Tabela 2.3 – Classificação das partículas pelo Índice de Hausner (JONG *et al.*, 1999).

Características do escoamento	IH
Coesivo	>1,4
Média Fluidez	1,25 - 1,4
Boa Fluidez	1 – 1,25
Ótima Fluidez	< 1

Alguns estudos foram realizados depois de Geldart (1986) para diferenciar melhor os tipos de sólidos em que, além do diâmetro e a massa específica do sólido, são consideradas também a relação u/u_{mf} , as propriedades do gás e a distribuição de tamanho das partículas (GRACE, 1986).

Seville e Clift (1984) estudaram o efeito da adição de um líquido não volátil no processo de recobrimento de esferas de vidro do Grupo B de Geldart. Os autores observaram um aumento da coesividade do material, o que dificultou a fluidização e também um aumento da porosidade do leito e velocidade de mínima fluidização. A adição de uma pequena quantidade de líquido em partículas do Grupo B mostrou o comportamento fluidodinâmico do material na transição de Grupo A para C.

Para garantir a homogeneização das partículas através do leito são utilizados os distribuidores de gás, com o objetivo de evitar a formação de canais preferenciais (KUNNII e LEVENSPIEL, 1991). Estudos em pequena escala utilizam placas porosas de cerâmica ou metal sinterizado como distribuidores que possuem resistência suficientemente alta ao fluxo para gerar uma distribuição uniforme do gás através do leito e evitar a atrição das partículas. Em relação à queda de pressão, a experiência mostra que os distribuidores devem ter uma queda de pressão suficiente para se atingir um fluxo homogêneo através da seção transversal do leito.

A atrição é um problema no processo de fluidização, pois causa a diminuição da granulometria das partículas. Segundo Lee *et al.* (1993), citado por Lin e Wey (2004), a atrição pode ser afetada pela porosidade, tamanho, dureza, densidade e forma das partículas. Bemrose e Bridgwater (1987) constataram que a atrição também é influenciada pela velocidade da partícula, temperatura e pressão, conseqüentemente sendo influenciada pelo distribuidor de gás e Vaux *et al.* (1979) constataram que a atrição pode ocorrer devido a alguns mecanismos como atrito químico, térmico, cinético e estático.

O atrito das partículas pode ser reduzido tomando-se algumas precauções no processo de fluidização, como mostrado nos trabalhos de Blinishev *et al* (1968), e Hisashi (1981), citados por Moris (2002): trabalhar com partículas de pequena área superficial, fator de forma próximo de 1 e alta resistência mecânica; operar com velocidades de fluidização moderadas e projetar adequadamente o distribuidor. Blinichev *et al* (1968) mostraram que a percentagem de área livre deve ser entre 3 e 4% da superfície total do distribuidor para minimizar o efeito do jato e obter uma boa fluidização. Os mesmos autores sugerem evitar a presença de instrumentação intensiva, visando minimizar o impacto de partículas, o que altera a fluidodinâmica do leito.

2.3) Leito vibrofluidizado

2.3.1) Características

O leito vibrofluidizado é uma modificação do leito fluidizado para promover a fluidização de partículas que não fluidizam no leito convencional, como por exemplo, materiais com ampla distribuição de tamanho, coesivos, aglomerados, termoplásticos e pastosos.

As vantagens do leito vibrofluidizado são: necessidade de uma menor quantidade de ar; o produto não fica sujeito aos choques provocados no leito convencional; a fluidização é homogênea mesmo com materiais aglomerantes, pois a vibração serve para manter o aglomerado em movimento e na quebra dos agregados, promovendo assim uma melhor fluidização. Porém, a aplicação de equipamentos com vibração tem sido limitada pela necessidade de tecnologia apropriada e da falta de dados sobre o efeito da vibração relacionada com as propriedades das partículas (MORIS, 2002).

A primeira aplicação industrial do leito vibrofluidizado foi reportada em 1938 por Allis-Chalmers para a secagem de molibdênio mineral. Porém, o interesse em aplicações práticas para os leitos vibrofluidizados surgiu a partir dos trabalhos de Chlenov e Mikhailov (1972) que utilizaram a vibração vertical para auxiliar a fluidização de um leito de sólidos granulares. Desde então, as pesquisas se intensificaram e podemos citar alguns trabalhos que reportam a evolução do leito vibrofluidizado (LVF): Molerus (1967), Gutman (1976), Gupta e Mujumdar (1980a e 1980b), Strumillo e Pakowski (1980), Erdész e Mujumdar (1986), Erdész (1990), Moris (2002), Mawatari *et al.* (2003), Daleffe (2005) e Park *et al.* (2006); dentre os temas estudados estão: fluidodinâmica de partículas de areia e secagem de ácido adípico. Atualmente, o LVF é utilizado para aglomeração do leite em pó, secagem de fertilizantes, açúcar, medicamentos, etc.

Correlações empíricas para parâmetros aerodinâmicos aparecem freqüentemente na literatura, devido à sua importância no entendimento do comportamento fluidodinâmico do processo e, por conseguinte, em sua otimização, pois o uso do sistema vibracional causa uma grande dissipação de energia, diminuindo a energia cinética que é transferida para as partículas. Essas correlações podem ser usadas na determinação de faixas favoráveis de utilização das variáveis operacionais de leitos vibrofluidizados.

Os seguintes parâmetros são definidos para um LVF:

a: amplitude de vibração;

f: freqüência de vibração;

w: $2\pi f$, freqüência angular de vibração;

aw^2 : aceleração vibracional;

F'_v : força atuante sobre a partícula devido à vibração;

F_a : força atuante sobre a partícula devido ao atrito com o gás;

u_{mf} : velocidade mínima de fluidização;

u : velocidade do gás na entrada do leito.

Para caracterizar um leito vibrofluidizado, é importante quantificar a energia de vibração transferida ao sistema, por meio dos parâmetros de vibração, frequência e amplitude, e pelo número adimensional de vibração ou intensidade vibracional, definido pela seguinte equação proposta por Strumillo e Pakowski (1980):

$$\Gamma = a\omega^2/g \quad (2.11)$$

onde g é a aceleração da gravidade.

O valor do número adimensional de vibração (Γ) pode ser obtido por meio de diferentes combinações de amplitude de vibração (a) e frequência angular de vibração (ω), que irão caracterizar a fluidodinâmica e a estabilidade do regime de fluidização para cada tipo de partícula.

Bratu e Jinescu (1972) definiram três regimes de operação:

- Leito vibrátil: para $a\omega^2/g < 1$, o leito se comporta como um leito fluidizado convencional, sendo que a vibração aumenta a homogeneidade e estabilidade do leito;
- Leito vibrofluidizado: para $a\omega^2/g \cong 1$, o leito sofre influência do fluxo de ar e da vibração;
- Leito fluidizado vibrado: para $a\omega^2/g > 1$, o leito é influenciado essencialmente pela vibração.

Gupta e Mujumdar (1980) definiram três regimes para o leito vibrofluidizado baseado na força de fluidização do gás (F_a), relacionada com a força de vibração (F'_v):

- Regime de leito vibrado: $F_a > F'_v$, as partículas se comportam como em um leito fluidizado convencional, sendo que a vibração traz melhorias para estabilidade e homogeneidade para o leito;
- Regime de leito vibrofluidizado: $F_a \cong F'_v$, tanto a vibração quanto o escoamento do ar contribuem para a fluidização;

- Regime de leito vibrado por fluidização: $F_a < F'_v$, as forças de vibração deslocam as partículas para cima propiciando a transferência de calor e massa.

Strumillo e Pakowisk (1980) classificaram os regimes de leito vibrofluidizado baseados no número adimensional de vibração:

- Regime de leito vibrado: o leito sofre vibração sem o escoamento de ar, para $\Gamma > 1$;
- Regime de leito vibro – fluidizado: leito aerado no qual o ar escoava com velocidade inferior a de mínima fluidização, $\Gamma < 1$;
- Regime de leito fluidizado vibrado: é formado em condições em que a velocidade do ar é maior que a de mínima fluidização.

As vibrações são classificadas segundo Thomson (1972), citado por Finzer e Kieckbusch (1992), em duas classes gerais: a livre e a forçada. A vibração livre acontece quando o sistema oscila sob a ação de forças que lhe são inerentes (na ausência de forças externas), como por exemplo, as oscilações que ocorrem quando um corpo suspenso em uma mola é deslocado da posição de equilíbrio e solto; um corpo sob vibração livre irá vibrar em uma ou mais de suas frequências naturais. A vibração forçada ocorre na presença de forças externas, quando a excitação externa é oscilatória, o sistema é forçado a vibrar na frequência da oscilação imposta. No entanto, a resposta do corpo depende da relação entre a frequência externa e a natural; se a frequência de excitação coincidir com uma das frequências naturais do sistema, é atingida uma condição de ressonância em que o sistema vibra com uma amplitude máxima, pois ocorre a absorção máxima de energia do sistema excitador.

A movimentação de partículas por vibração é promovida por dispositivos geradores da ação vibratória, sendo esses vibradores classificados segundo Kozhevnikov *et al* (1975) e Carrol e Colijn (1975), citado por Finzer e Kieckbusch (1992): vibrador mecânico de inércia, que produz uma considerável força de excitação; vibrador excêntrico, recomendado para geração de forças de excitação intensas e de baixa frequência; vibrador pneumático ou hidráulico, recomendado para a promoção de alta frequência de vibração e vibrador eletromagnético, também recomendado para sistemas que trabalham com alta frequência de vibração.

Industrialmente existem duas tendências para o tipo de vibrador:

- Para aplicação de altas frequências e baixas amplitudes de vibração ($f = 50\text{hz}$ e $a = 1\text{mm}$), geralmente, utiliza-se o vibrador inercial ou magnético;
- Para aplicação de baixas frequências e altas amplitudes, utiliza-se o vibrador excêntrico.

2.3.2) Fluidodinâmica em leito vibrofluidizado

No regime vibrofluidizado o ar escoia a velocidades muito baixas e, por si só, não teria condições de movimentar as partículas do leito, estas são fluidizadas devido ao efeito redutor da vibração sobre a velocidade de mínima fluidização. O balanço de forças, em leitos submetidos à vibração na direção vertical é expresso pela Equação 2.12 (PAKOWSKI *et al.*, 1984; STRUMILLO e KUDRA, 1986):

$$-m(a_l + a_w) - mg + N + \sum R = 0 \quad (2.12)$$

em que a_l e a_w são as componentes verticais da aceleração, do leito relativo ao suporte do mesmo e do suporte do leito relativo a um sistema de coordenadas estacionárias, respectivamente; $\sum R$ é a soma de todas as forças de resistência (atrito, arraste, etc); N é a força normal ao fundo do leito e m é a massa das partículas no leito.

Quando o leito se desloca no sentido ascendente existe um exato instante (t_s) em que o mesmo perde o contato com o suporte, sem ter modificado ainda sua posição, como mostra a Figura 2.4.

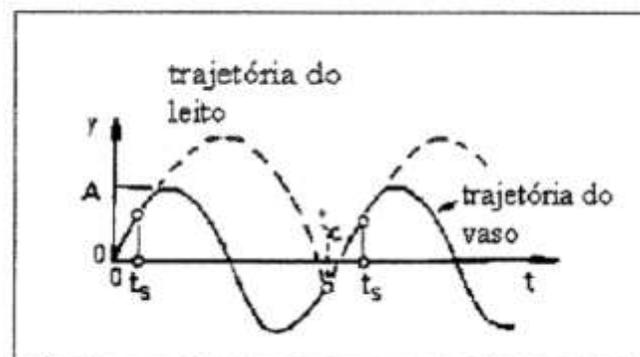


Figura 2.4 – Trajetória do leito e do vaso durante o período de vibração (PAKOWSKI *et al.*, 1984).

Nesta situação N e a_1 são iguais à zero. Após esse instante, ocorre o afastamento do leito em relação ao suporte e as partículas se projetam como um corpo único separando-se do suporte. No instante t_c , elas tornam a atingir o suporte do vaso.

Quando o leito é lançado para cima e se separa do suporte, surge uma pequena região livre de partículas, situada entre a base do leito e o suporte do vaso. Esse espaço vazio cresce em uma parte do ciclo, atinge um valor máximo, e decresce novamente, até ocorrer a colisão do leito com o vaso (GUTMAN, 1976).

No momento da expansão do leito cria-se um vácuo e a pressão é inferior à das regiões adjacentes e como consequência o ar escoar através do leito em direção ao vazio, revertendo-se o sentido do escoamento. Quando o leito se desloca de volta para o suporte do vaso, a pressão no espaço vazio aumenta e o gás é novamente forçado a um deslocamento para cima através do leito. Esta reversão do escoamento de ar no leito, várias vezes por segundo, tem uma influencia considerável sobre a circulação de sólidos no leito.

Estudos em leitos submetidos à vibração (STRUMILLO e PAKOWSKI, 1980; FINZER e KIECKBUSCH, 1986) evidenciaram um tipo de escoamento circulatório. Este tipo de movimento é induzido por esforços de cisalhamento nas paredes do vaso e esta circulação é mais intensa nos equipamentos onde apenas o suporte do vaso vibra.

Molerus (1967) estudou a estabilização da fluidização de um material particulado com o uso da vibração, baseado na teoria geral da estabilidade da fluidização de particulados proposta pelo mesmo. O autor encontrou uma equação para estimar a frequência que estabiliza a fluidização do leito.

Jinescu (1971) verificou que geralmente o efeito da vibração contribui para a homogeneização do leito, devido a vibração impedir a coalescência das bolhas formadas. Já Morse (1955), citado por Moris (2002), discute que a homogeneidade ocorre apenas no caso de partículas finas.

Existem várias correlações para o calculo da velocidade mínima de vibrofluidização (u_{mfv}); Bratu e Jinescu (1972), baseados na teoria de colisão entre as partículas sólidas e a superfície de vibração e assumindo que para um ciclo de vibração, na velocidade de mínima fluidização (u_{mf}) o tempo transcorrido para o leito deslocar-se no sentido ascendente é igual ao tempo gasto para atingir a placa distribuidora, chegaram à Equação 2.13:

$$u_{mfv} = u_{mf} \left[1 - \frac{1 + C_c}{2\pi j} \frac{aw^2}{g} \right] \quad (2.13)$$

em que $0 < C_c < 1$ e valores experimentais de j ajustaram o modelo como $j = 1$ no intervalo de $4 \leq (aw^2)/g \leq 5$ e $j = 2$ para valores maiores que $(aw^2)/g$. C_c é o coeficiente de colisão e j a razão entre os tempos ascendente e descendente, respectivamente, sendo que ambos são constantes; aw^2 é a aceleração vibracional e g a aceleração da gravidade.

Os autores conduziram experimentos para validar seu modelo e chegaram ao valor de 0,9 para $1 + \varepsilon/2\pi j$, afirmando que, para $\Gamma < 1$ a vibração não afeta a velocidade mínima de vibrofluidização.

Mushtaev *et al.* (1973) analisaram partículas de PVC de 2000 μm em LVF e mostraram que a vibração tem influência sobre a velocidade de mínima vibrofluidização, mesmo para $\Gamma < 1$ e chegaram à seguinte equação:

$$u_{mfv} = 6,9 \left(\frac{\rho_p}{\rho_g} \right)^{0,63} \left(\frac{1}{v_g} \right)^{0,33} d_p^{0,88} \left[1 - 0,09 \frac{aw^2}{g} \right] \quad (2.14)$$

em que v_g é a viscosidade cinemática do gás e d_p é o diâmetro equivalente da partícula.

Erdész e Mujumdar (1986) propuseram uma correlação para a velocidade de vibrofluidização. Foi constatado que a vibração causa uma diminuição na velocidade de mínima fluidização; a queda de pressão primeiramente se eleva e depois diminui e a porosidade do leito primeiramente diminui e depois se eleva ou flutua.

As seguintes correlações, relacionando os parâmetros do leito fluidizado convencional e vibrofluidizado, foram propostas:

$$\frac{u_{mfv}}{u_{mf}} \approx \sqrt{1 - \frac{\Gamma}{\Gamma_{vfb}}} \quad (2.15)$$

$$\Gamma_{vfb} = \Gamma \sqrt{\frac{1}{1 - \frac{\Delta P_{mf} S}{mg}}} \quad (2.16)$$

O termo mg/S é a queda de pressão causada pelo peso do leito, que é aproximadamente igual a ΔP_{mf} em um leito fluidizado convencional, então a Equação 2.16 fica:

$$\frac{\Gamma_{vfb}}{\Gamma} = 1 - \frac{DP_{mfv}}{DP_{mf}} \quad (2.17)$$

Substituindo a Eq. 2.17 na 2.15:

$$\frac{u_{mfv}}{u_{mf}} \approx \sqrt{\frac{DP_{mfv}}{DP_{mf}}} \quad (2.18)$$

Mais de 180 experimentos foram feitos com vários materiais e obteve-se um bom ajuste dos parâmetros ΔP_{mf} e u_{mf} com a equação de Anderson na forma:

$$\frac{u_{mfv}}{u_{mf}} = y \quad (2.19)$$

$$\frac{DP_{mfv}}{DP_{mf}} \sigma(\Gamma) = x \quad (2.20)$$

$$y = bx^c \quad (2.21)$$

Obteve-se um melhor ajuste para $c = 2/3$ e $b = 0,8$.

A determinação da velocidade de mínima fluidização é feita através da intersecção de duas retas sobre a curva característica, que é onde ocorre a transição do leito fixo para o fluidizado; porém em leitos vibrados a transição pode ocorrer em uma ampla faixa de velocidades do gás, portanto a fluidodinâmica não é bem definida pela u_{mf} .

Jinescu *et al.* (2000) estudaram o comportamento fluidodinâmico do persulfato de potássio em leito vibrofluidizado e chegaram à Equação 2.22 para o cálculo da velocidade mínima de vibrofluidização.

$$u_{mfv} = j_1(\Gamma)^{-j^2} \quad (2.22)$$

Para analisar melhor a fluidodinâmica em um leito vibrofluidizado, Gupta e Mujumdar (1980a e b) introduziram o conceito de velocidade de mínima mistura; os

autores verificaram que o estado dinâmico do leito é importante quando inicia a mistura das partículas e denominaram a velocidade do gás quando isto ocorre como velocidade de mínima mistura (u_{mm}), definida para $\Gamma < 1$:

$$\frac{u_{mm}}{u_{mf}} = 1,952 - 0,389\Gamma - 1,372\Gamma^2 \quad (2.23)$$

A Figura 2.5 representa as curvas de fluidização de leitos vibrados (b, c e d), comparadas com a curva de um leito fluidizado convencional (a). Nos leitos excitados a forma da curva de fluidização depende da relação entre as forças vibracionais e aerodinâmicas do leito.

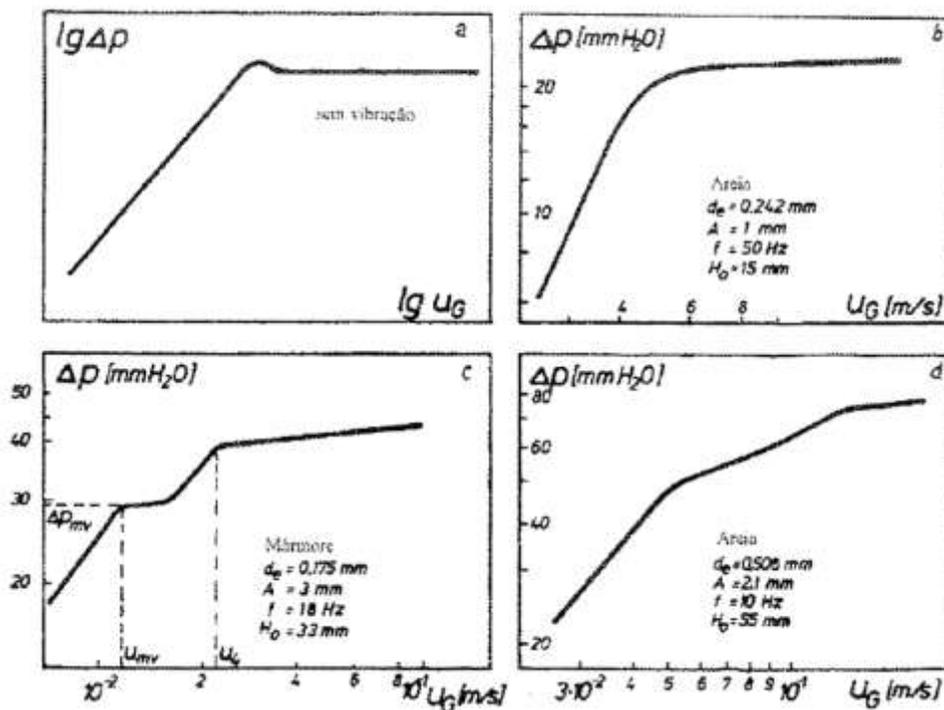


Figura 2.5 - Curvas de fluidização de leitos vibrados (b, c e d), comparadas com a curva de um leito fluidizado convencional (a) (GUPTA e MUJUMDAR, 1980).

Pela classificação de Geldart (1986) um leito de partículas é classificado como raso quando $H/D < 1,0$ e como profundo quando $H/D > 1,0$; onde H corresponde à altura inicial do leito de partículas (altura do leito fixo) e D ao diâmetro do leito. Em leitos muito rasos pode haver maior ocorrência de canais preferenciais pela dificuldade de distribuição satisfatória do gás de fluidização.

A curva b assemelha-se à curva de um leito convencional, sendo obtida geralmente para leitos fundos, com baixa amplitude e alta frequência de vibração, onde o pico de pressão não é observado.

A curva c é obtida para altura de leito intermediária e valores moderados de amplitude e frequência, caracterizada pela mudança de leito fixo para fluidizado ocorrendo em uma ampla faixa de velocidades e quebrando em três distintos segmentos de linha.

A curva d ocorre para leitos rasos e sob condições de alta amplitude e frequência, quando a vibração domina a dinâmica do leito, ocorrendo então a compactação do leito, que é responsável pela queda de pressão mais intensa do mesmo.

Parâmetros que influenciam a diminuição da queda de pressão no leito associada à vibração são: tamanho, forma e densidade da partícula, altura do leito e parâmetros vibracionais (amplitude e frequência).

Na Figura 2.6 pode-se verificar a influência da frequência de vibração na curva fluidodinâmica. Observa-se que há uma redução da perda de carga com um aumento da frequência (GUPTA e MUJUMDAR, 1980).

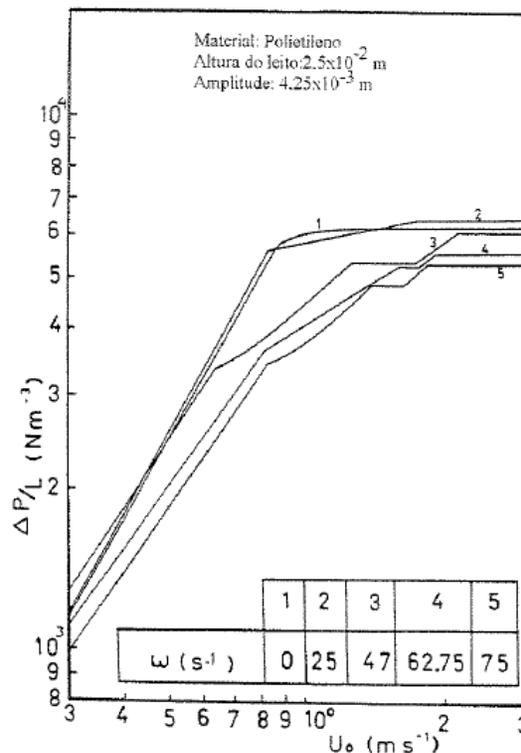


Figura 2.6- Influência da frequência de vibração na curva fluidodinâmica obtida por Gupta e Mujumdar (1980).

A Figura 2.7 mostra a influência do parâmetro vibracional na queda de pressão para partículas de areia (ÉRDSZ *et al.*, 1986). Observa-se uma diminuição da queda de pressão com o aumento da intensidade vibracional.

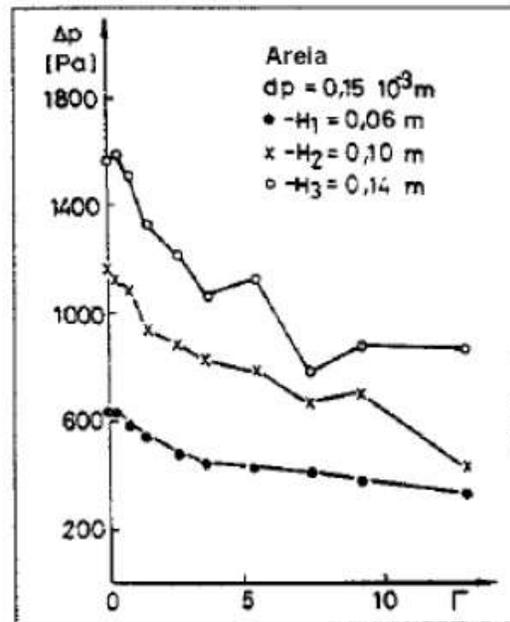


Figura 2.7 - Influência do parâmetro vibracional na queda de pressão proposta no estudo de Erdész *et al.* (1986).

Várias correlações têm sido propostas para a queda de pressão na mínima vibrofluidização. Uma das primeiras equações foi a correlação de Bratu e Jinescu (1971):

$$DP_{mfv} = DP_{mf} \left(\frac{aw^2}{g} \right)^{-n} \quad (2.24)$$

em que: $n = 0,15 + 24,17d_p\rho_p$, d_p é dado em cm e ρ_p dado em g/cm^3 .

Mushtaev *et al.* (1973) propuseram uma correlação válida para $aw^2/g > 1$:

$$\frac{DP_{mfv}}{DP_{mf}} = \left(\frac{aw^2}{g} \right)^{-m} \quad m = 0,41 + 19,6d_p\rho_p \quad (2.25)$$

em que: d_p é dado em cm e ρ_p dado em g/cm^3 .

A seguinte correlação foi proposta por Gupta e Mujumdar (1980):

$$\frac{DP_{mf_v}}{DP_{mf}} = 1 - 0,0935 \left(\frac{d_p}{H} \right)^{0,946} \left(\frac{aw^2}{g} \right)^{0,606} (\phi_v)^{1,637} \quad (2.26)$$

em que d_p é o diâmetro da partícula; H a altura inicial das partículas no leito e ϕ_v o fator de forma da partícula.

Erdész e Ormós (1984) estudaram a fluidodinâmica de partículas de areia variando o tamanho das partículas, altura do leito e a placa distribuidora. A amplitude de vibração variou de 0,6 a 1,85mm e o adimensional de vibração de 2,5 a 7,39. Os autores concluíram que com o aumento da amplitude houve uma redução da queda de pressão através do leito em função do aumento da energia vibracional imposta ao mesmo.

Della Tonia Jr. *et al.* (1989) desenvolveram um LVF constituído de um tubo cilíndrico de vidro onde a vibração é imposta somente à placa distribuidora de ar, com variação de amplitude de 0 a 20 mm e variação de frequência de 10 a 1000rpm. Foram realizados ensaios fluidodinâmicos e os autores concluíram que a velocidade de mínima fluidização e a queda de pressão foram menores no LVF, comparado com LFC.

Marring *et al.* (1994) estudaram a fluidização de esferas de vidro e fécula de batata, pertencentes ao Grupo A de Geldart, variando a velocidade de fluidização. Foram utilizados vários valores de intensidade vibracional para se observar a influência do mesmo na qualidade de fluidização. Os autores predisseram a velocidade de mínima fluidização para leito vibrofluidizado utilizando a equação de CARMAN - KOZENY (1956). As conclusões do trabalho foram que as partículas de esfera de vidro fluidizaram sem a aplicação da vibração e quando esta foi aplicada causou a diminuição da porosidade e da velocidade de mínima fluidização; a fécula de batata não fluidizou no leito convencional, mas fluidizou bem com a vibração sendo determinada a intensidade de vibração necessária para se atingir uma boa qualidade de fluidização.

Kuipers *et al.* (1996) estudaram a vibrofluidização da fécula de batata (pertencente ao grupo C de pós coesivos). Os autores verificaram o efeito da vibração senoidal do distribuidor de gás e/ou a agitação do leito, no número de fluidização e na expansão do leito. O torque e o comportamento visual do leito foram determinados como função da velocidade do gás, altura do leito, conteúdo de umidade das partículas, velocidade do agitador e intensidade vibracional (frequência e amplitude). Os canais preferenciais foram

eliminados na parte inferior do leito devido às vibrações impostas, e aplicando-se simultaneamente a vibração e agitação obteve-se uma fluidização homogênea. Foram obtidas combinações ótimas dos parâmetros de vibração e agitação para diferentes condições de conteúdo de umidade e altura do leito.

Garim e Freire (1998) estudaram as curvas características de fluidização de leitos fluidizados e vibrofluidizados utilizando um sistema automático de coleta de dados com transdutores de pressão instalados em vários pontos do leito. Estes dados foram tratados estatisticamente através da determinação do desvio padrão das medidas de queda de pressão no leito. No caso do LFC a variação da queda de pressão foi independente da altura do leito de partículas, e no caso do LVF, a variação de queda de pressão foi função da altura do leito e do adimensional de vibração. Através das curvas de desvio padrão os autores determinaram as condições nas quais a vibração imposta é predominante em relação à força exercida pelo escoamento do ar através do leito de partículas.

Jinescu *et al.* (2000) estudaram a fluidização em LVF do persulfato de potássio em pó, utilizando um vibrador eletromagnético. Os autores obtiveram um leito quase homogêneo em que as bolhas desapareceram com o aumento do adimensional de vibração. Foi observado neste trabalho que os parâmetros que mais influenciaram a qualidade da fluidização foram a velocidade do ar, intensidade vibracional, altura inicial do leito de partículas (H) e a razão H/D (D é o diâmetro da coluna).

Moris (2002) estudou a fluidodinâmica e secagem do ácido adípico na faixa granulométrica de 75 a 600 μ m, em leito vibrofluidizado. Esse material apresentou dificuldades de fluidização em leito fluidizado convencional, quando úmido. A partir dos resultados experimentais, as conclusões obtidas foram: houve redução na queda de pressão na condição de mínima fluidização entre 4 e 32%; com o aumento da carga de partículas o efeito da vibração foi reduzido; as partículas menores foram mais afetadas pelo efeito da vibração; a análise estatística mostrou que a queda de pressão e a velocidade na condição de mínima fluidização foram fortemente influenciadas pela carga de partículas no leito .

No trabalho de Mawatari *et al.* (2003), a predição da velocidade de mínima fluidização para leitos vibrofluidizados foi baseada nas equações de Ergun, utilizando partículas pertencentes aos grupos A e C de Geldart. A velocidade calculada foi então comparada com resultados experimentais e concluiu-se que houve grande concordância

para as partículas do grupo A; porém houve um grande desvio no caso das partículas do grupo C devido à formação de aglomerados, sendo preciso contabilizar o diâmetro dos aglomerados na predição da velocidade de mínima fluidização para estas partículas.

Daleffe (2005) realizou um estudo da fluidodinâmica de esferas de vidro (com diâmetro médio entre $1,10 \times 10^{-3}$ e $1,7 \times 10^{-3}$ m), esferóides de polipropileno (com diâmetro médio entre $2,60 \times 10^{-3}$ e $3,67 \times 10^{-3}$ m) e cilindros elípticos de poliestireno (com diâmetro equivalente da esfera de mesmo volume de $2,51 \times 10^{-3}$ m), em leito fluidizado convencional, leito vibrado e leito vibrofluidizado, utilizando o glicerol para simular a presença de um líquido. O autor teve como intuito avaliar a influência dos parâmetros vibracionais, tamanho, densidade e distribuição granulométrica das partículas sobre o comportamento fluidodinâmico do leito. Observou-se neste trabalho, que para aplicação de vibração com alta amplitude e baixa frequência, ocorreu a expansão do leito, reduzindo a queda de pressão e atrasando o início da fluidização das partículas; no caso de vibração com baixa amplitude e alta frequência ocorreu o contrário, isto é, houve a compactação do leito acarretando em uma maior queda de pressão e antecipação do início da fluidização; em todos os casos em que o glicerol esteve presente houve uma melhora em relação a aglomeração das partículas e formação de canais preferenciais. Para o leito com distribuição de tamanho de partículas, houve a ocorrência de segregação em quase todos os casos; para o leito fluidizado as partículas menores se deslocaram para a parte superior do leito; no vibrado foram as partículas maiores que se deslocaram para a parte superior do leito; e para o leito vibrofluidizado observou-se uma diminuição da segregação quando utilizada uma baixa amplitude de vibração, enquanto que para alta amplitude de vibração não houve segregação granulométrica.

Xu e Zhu (2006) investigaram os efeitos da vibração na fluidização de partículas finas (4,8 a 216 μ m). Os autores chegaram as seguintes conclusões: para todas as partículas estudadas, a vibração causou uma melhora na fluidização, conduzindo a maiores quedas de pressão a baixas velocidades do gás e uma menor velocidade de mínima fluidização; a influência efetiva da vibração na fluidização é fortemente dependente das propriedades das partículas (Grupo de Geldart, distribuição de tamanho e forma), sendo esta influência maior para partículas do Grupo C; a influência da vibração também se mostrou dependente do ângulo ou direção de vibração, sendo que o melhor ângulo foi de 0° (vibração horizontal) e o pior foi 90° (vibração vertical); a vibração também reduziu o tamanho médio e a

segregação de aglomerados, importantes fatores para melhoria da fluidização de partículas finas coesivas.

Park et al. (2006) trazem uma revisão de vários estudos encontrados na literatura, até o ano de 2000, sobre leitos vibrofluidizados, enfatizando o efeito positivo da vibração. Após esta revisão, os autores ressaltam a redução da velocidade de mínima fluidização utilizando-se a vibração.

Abreu (2007) estudou a fluidodinâmica de esferas de vidro de $389\mu\text{m}$ e densidade de $2,5\text{g/cm}^3$ em um leito vibrofluidizado horizontal, avaliando a influencia dos parâmetros vibracionais e da carga de material no leito. A autora verificou que a carga de material teve influência linear sobre a queda de pressão no leito, chegando ao nível mais elevado para valores intermediários de amplitude; já a amplitude teve influência quadrática na queda de pressão, gerando valores mínimos de pressão para maiores valores de amplitude; a velocidade de mínima fluidização foi maior nos casos em que se trabalhou com maior carga de material e valores intermediários de amplitude.

No trabalho de Meili (2009), foi realizada uma análise fluidodinâmica detalhada dos leitos fluidizado e vibrofluidizado operando com esferas de vidro de 463 e $780\mu\text{m}$ em diferentes condições vibracionais, com o adimensional de vibração variando entre 0 e 3. O autor observou que a aplicação da vibração aliada ao leito fluidizado pode gerar melhorias significativas na dinâmica do leito; além disso, foram observados resultados diferentes para um mesmo adimensional de vibração, obtido com combinações de amplitude e frequência diferentes, indicando que este parâmetro não possui características universais, devendo ser informado sempre juntamente com os valores de amplitude e frequência de vibração.

Dentre os trabalhos estudados, podemos enfatizar a melhoria da fluidização de partículas finas com a adição da vibração ao processo em relação aos leitos fluidizados convencionais (DUTTA e DULLEA, 1987; JINESCU *et al.*, 2000; DALEFFE, 2005; XU e ZHU, 2006). Observou-se na maioria dos trabalhos que houve uma diminuição da queda de pressão e da velocidade de mínima fluidização (DELLA TONIA JR. E FREIRE, 1989; MARRING *et al.*, 1994; MORIS, 2002); também uma fluidização com eliminação de aglomerados e canais preferenciais (KUIPERS *et al.*, 1996). Pode-se constatar também que a fluidodinâmica do leito vibrofluidizado pode ser diferente para um mesmo adimensional de vibração, resultante de combinações diferentes de amplitude e frequência de vibração

(DALEFFE, 2005 ; MEILI, 2009). Pode-se constatar então que a utilização de vibração é uma alternativa nos processos envolvendo partículas finas com dificuldade de fluidização.

2.4) Recobrimento e aglomeração de partículas

2.4.1) Características do recobrimento e aglomeração

Uma corrente de gás pré-aquecido passa através de um leito de partículas a serem recobertas com uma velocidade maior que a velocidade de mínima fluidização. Devido ao movimento do gás, as partículas são intensivamente misturadas e a secagem do material recoberto é realizada.

O material de recobrimento é alimentado como uma suspensão dispersa por um bico atomizador na forma de pequenas gotas. O bico atomizador pode estar localizado acima, abaixo ou na lateral do leito fluidizado. A maior parte das gotas é depositada sobre as partículas na “zona de spray”, que corresponde à região que é atingida diretamente pelas gotas distribuídas pelo bico atomizador. O material de recobrimento permanece sobre a superfície da partícula e estabelece uma ligação com o material da mesma (Figura 2.8).

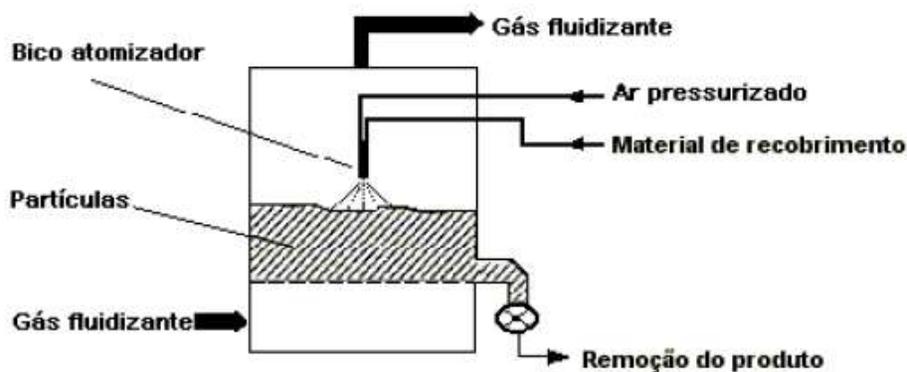


Figura 2.8 – Recobrimento em leito fluidizado (KLEINBACH e RIEDE, 1995).

Após o contato inicial entre a gota e a superfície da partícula, a interação entre ambas determina a captura ou não da gota. No processo de recobrimento, a gota é capturada pelo sólido e seca, formando o filme aderido.

O crescimento das partículas pode ser governado por dois mecanismos (HEMATI *et al.*, 2003): aglomeração, que resulta da aderência de pequenas partículas pela formação de pontes líquidas e sólidas entre elas; este mecanismo promove a formação de partículas

maiores que seu tamanho inicial, chamadas de aglomerados; e a formação de camadas, que corresponde à deposição de um ingrediente sobre toda a superfície da partícula.

No processo de recobrimento ou microencapsulação é desejável o mecanismo de formação de camadas (Figura 2.9), em que as gotas do material de recobrimento são aderidas ao sólido formando a primeira camada. Com a continuação da deposição de material sobre a camada formada, tem-se a formação de diversas camadas em torno do núcleo, obtendo-se as microcápsulas (FREIRE E OLIVEIRA, 1992).

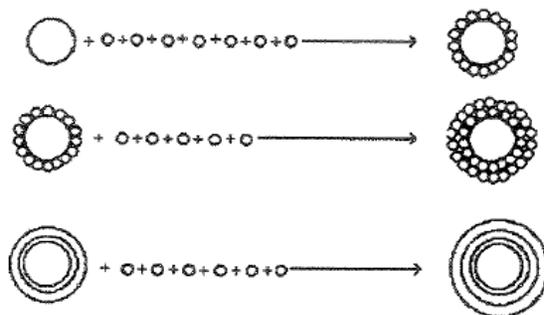


Figura 2.9 – Formação de camadas durante o recobrimento de partículas (KADAM, 1991).

Existem quatro mecanismos principais de crescimento de partículas por aglomeração: nucleação, coalescência, crescimento e formação de camadas (CAPES, 1980). Na nucleação dois ou mais núcleos sólidos se formam e mantêm-se unidos através de pontes líquidas no estado pendular (Figura 2.10). O tamanho destes núcleos depende do tamanho das gotas de líquido e, conseqüentemente, o tamanho de gotículas produzidas pelo bico de aspersão influencia no tamanho do grânulo formado.

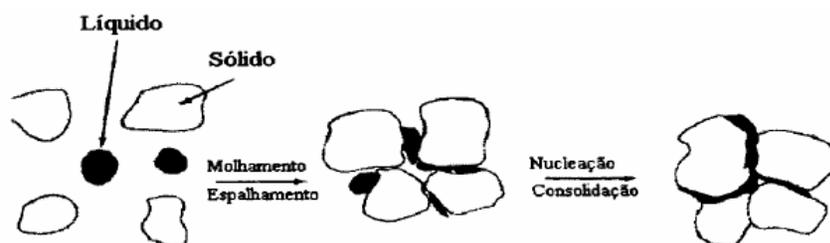


Figura 2.10 – Aglomeração por nucleação (KADAM, 1991).

Na Figura 2.11 pode ser observado o mecanismo de aglomeração por coalescência, onde dois sólidos colidem entre si, coalescem e a ligação resultante é mais forte que os efeitos combinados de todas as forças atuantes.



Figura 2.11 – Aglomeração por coalescência (KADAM, 1991).

Na aglomeração por crescimento, inicialmente, partículas são aderidas formando aglomerados. Na sequência, outras partículas se juntam ao aglomerado já formado, e assim o mesmo vai aumentando de tamanho, como pode ser visto na Figura 2.12.

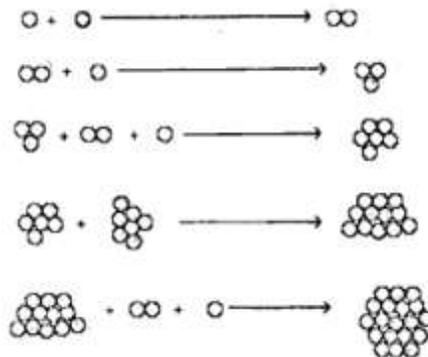


Figura 2.12 – Aglomeração por crescimento (KADAM, 1991).

O crescimento de partículas por formação de camadas ocorre em torno de um núcleo, no qual partículas menores colidem e aderem formando camadas concêntricas. O recobrimento de partículas é um exemplo deste tipo de crescimento na formação do filme (Figura 2.9).

Existem várias razões para se utilizar o processo de recobrimento ou aglomeração, dentre elas estão: proteção de um produto contra umidade, luminosidade e calor excessivo; facilitar a manipulação de produtos, em especial na indústria farmacêutica, onde o recobrimento reduz muito a possibilidade de contaminação do produto; melhorar a aparência estética, em particular quando há uma diferença perceptível de um lote de produção para outro; mascarar sabores e odores desagradáveis; aumentar a resistência mecânica do produto e reduzir a taxa de dissolução de substâncias químicas.

Cada aplicação requer uma qualidade de recobrimento diferente. Na coloração de alimentos, por exemplo, pequenas imperfeições e uma variação da espessura de recobrimento ao longo da superfície da partícula podem acontecer. No entanto, na produção de produtos que exigem uma liberação gradual de seu princípio ativo, essas imperfeições não podem existir (KLEINBACH e RIEDE, 1995).

Os recobrimentos podem ser classificados pelos seguintes tipos, descritos no trabalho de Kleinbach e Riede, 1995 (Figura 2.13):

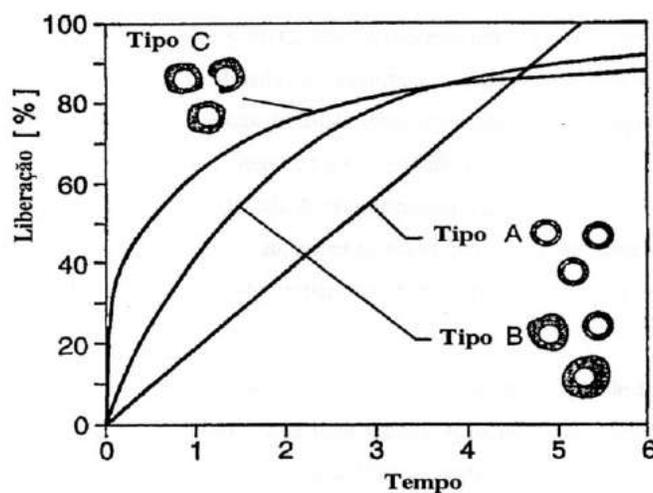


Figura 2.13 - Diferentes tipos de recobrimento (KLEINBACH e RIEDE, 1995).

- Tipo A: é o recobrimento ideal, caracterizado pelo fato de que o revestimento em todas as partículas é integral com camada de espessura uniforme. A razão entre a taxa de liberação do princípio ativo e o tempo é linear;
- Tipo B: o recobrimento também é intacto, no entanto a espessura da camada varia. Em consequência disso, a quantidade de princípio ativo liberado em função do tempo é não-linear. Inicialmente, o princípio ativo é liberado rapidamente, mas em seguida lentamente. As partículas com camada fina liberam rapidamente, enquanto as partículas com camada espessa liberam lentamente o princípio ativo;
- Tipo C: as partículas liberam seu princípio ativo quase que imediatamente, resultando numa descontinuidade na curva de liberação logo no início. Depois disso, a liberação segue como no tipo B.

Dependendo da aplicação, a operação de recobrimento é realizada visando à produção de um recobrimento do Tipo A, que é utilizado para obter um produto de liberação retardada do princípio ativo. Isto somente é alcançado quando duas condições são satisfeitas: cada partícula deve receber a mesma quantidade de material de recobrimento e a espessura da camada de recobrimento através da superfície da partícula deve ser constante. Para que estas duas condições sejam satisfeitas deve haver uma uniformidade ao longo do leito.

A região conhecida como “zona de spray” é caracterizada por um teor elevado de umidade e baixa temperatura, em comparação com o restante do leito. O excesso de umidade nesta região do leito pode levar à formação de aglomerados durante a secagem. A formação de grandes aglomerados pode levar ao colapso do leito fluidizado.

Segundo Jones (1994), a uniformidade do recobrimento é o resultado de uma intensa circulação dos sólidos no leito, ou seja, do número de vezes que as partículas são expostas ao spray. A taxa com que o recobrimento é aplicado depende da concentração da solução e da velocidade de atomização; no recobrimento de partículas pequenas, a tendência é aplicar uma solução mais concentrada uma vez que se exige uma quantidade maior de recobrimento para recobrir totalmente estas partículas; entretanto o tamanho da gota e as características de dispersão do bico atomizador podem ser afetados pelo aumento de viscosidade da solução. Segundo o autor, a escolha da taxa de alimentação da solução depende da capacidade de secagem do ar, da espessura da camada de recobrimento que deve ser aplicada e da velocidade das partículas no leito.

O recobrimento por aspersão é um processo complexo que envolve as operações de fluidização, atomização e secagem. Para se obter um processo com boa qualidade é necessário o conhecimento dos parâmetros do processo que são: as variáveis de operação; variáveis de projeto do equipamento e propriedades associadas à partícula e ao líquido de recobrimento. A Tabela 2.4 apresenta os parâmetros de processo envolvidos no recobrimento de partículas .

Tabela 2.4 – Parâmetros de processo envolvidos no recobrimento de partículas (MAA *et al.*, 1996).

PROCESSO	PARÂMETROS ENVOLVIDOS
Fluidização	Vazão do ar, posição do bico de aspersão, projeto do leito, tamanho, forma e densidade das partículas, carga de partículas, material de recobrimento
Atomização	Vazão do ar de atomização, vazão de líquido (solução ou suspensão), projeto do bico, viscosidade, tensão superficial e densidade do líquido
Secagem	Temperatura de entrada do ar de secagem, vazão do ar de secagem, vazão de líquido (solução ou suspensão), vazão do ar de atomização, concentração da solução

A eficiência do processo de recobrimento (η) é calculada conforme a Equação 2.27, utilizada por vários pesquisadores em trabalhos de recobrimento de partículas (KUCHARSKI e KMIÉC, 1988; ROCHA, 1992; TARANTO *et al.*, 1997; DONIDA, 2000, CUNHA, 2004), obtida através do balanço de massa do processo:

$$\eta = \frac{M_f - M_0}{W_{susp} \cdot t \cdot C_s} \cdot 100 \quad (2.27);$$

em que W_s é a vazão da suspensão de recobrimento; t o tempo de atomização; C_s a concentração de sólidos na suspensão; M_0 a massa seca inicial no leito e M_f a massa seca de material recoberto.

Segundo Freire e Oliveira (1992) os principais tipos de recobrimento podem ser classificados em três grupos:

a) Recobrimentos com suspensões aquosas à base de açúcar

Este processo baseia-se na utilização de sacarose e água como agente recobridor. Os produtos recobertos com o açúcar estão entre os mais apresentáveis que existem, porém este processo de recobrimento apresenta diversos problemas como: quebra de partículas

frágeis; distribuição desproporcional do recobrimento e não homogeneidade da cor do produto final.

b) Recobrimento por película

Este procedimento surgiu para solucionar os problemas de recobrimento com suspensões aquosas a base de açúcar. A operação consiste na deposição de uma membrana fina e uniforme na superfície das partículas. Os componentes principais de uma composição para recobrimento por película são um polímero, um plastificante, pigmentos corantes e um solvente.

Os principais polímeros utilizados são os derivados da celulose, como por exemplo, hidroxietilcelulose. A maioria dos polímeros empregados é dissolvida em água ou em solventes de base orgânica, caso não seja solúvel em água, ou podem ainda ser aplicados na forma de dispersões aquosas.

A incorporação de um plastificante na formulação tem a finalidade de dar flexibilidade a película final para suportar melhor os esforços. Exemplos de plastificantes são a glicerina e o polietilenoglicol. Na seleção do plastificante deve-se garantir que ele seja compatível com o polímero utilizado, para que as propriedades da película se mantenham estáveis durante o armazenamento.

Os principais solventes utilizados pertencem geralmente à classe dos alcoóis, cetonas, éteres, hidrocarbonetos clorados ou água. Sua função é facilitar a deposição dos materiais formadores de película à superfície do substrato formando uma membrana uniforme e aderente. Uma boa interação entre o solvente e o polímero é requerida para garantir uma película com boas propriedades quando ocorrer a secagem do recobrimento.

Outras substâncias que também fazem parte da formulação são o talco, estearato de magnésio, monoestearato de glicerol e o polissorbatato Tween[®]. O talco tem a função de agente de separação e alisamento do filme, reduzindo a aglutinação das partículas. Os surfactantes (estearato de magnésio ou Tween[®]) diminuem a tensão superficial da suspensão, melhorando o espalhamento da mesma sobre a superfície do sólido.

O dióxido de titânio é um opacificante que fornece ao revestimento uma coloração uniforme; juntamente com o corante, fornece filmes coloridos com finalidade estética de

preservação de luminosidade e para facilitar a análise da superfície recoberta (DONIDA, 2000).

As principais vantagens deste processo são: pequena variação de peso, tamanho e forma do produto final; curto tempo de processamento; maior eficiência e rendimento do processo, flexibilidade das formulações e maior resistência da cobertura. Como desvantagens podemos citar: perigo de combustão, intoxicação do operador ou contaminação ambiental e custo, no caso de utilização de solventes orgânicos.

c) Recobrimento a base da solidificação de materiais fundidos

As diferenças principais em relação aos outros processos são: o material é atomizado sobre as partículas em estado fundido; geralmente não se utiliza solventes; e, ao contrário de se fornecer calor para a secagem, é retirado o calor para a solidificação do material sobre a partícula.

Um exemplo de aplicação industrial é o recobrimento de fertilizantes muito solúveis com enxofre para redução da taxa de liberação do nutriente (SHIRLEY *et al.*, 1975 ; WEISS e MEISSEN, 1983).

As forças de adesão, interação que ocorre entre uma partícula e um substrato, que atuam nos pontos de ligação, são responsáveis pela ocorrência do recobrimento. As forças de adesão podem ser classificadas como forças intermoleculares, forças eletrostáticas, pontes líquidas e pontes sólidas (RUMPF, 1962).

- Forças intermoleculares: não tem importância significativa no recobrimento, dentre as possíveis forças intermoleculares se destacam as de Van der Waals;

- Forças eletrostáticas: sempre estão presentes nos sistemas particulados, são produzidas pelo atrito entre as partículas e as paredes do equipamento. A principal função das forças eletrostáticas é manter ou orientar as partículas em uma ampla região de contato, para que outros tipos de ligação se concretizem;

- Pontes líquidas: quando um líquido está em contato com um sólido, as forças predominantes se devem a tensão superficial. Na situação em que apenas uma pequena quantidade de água é adicionada, suficiente para a formação de um filme, não há formação de pontes líquidas, mas ocorre um aumento das forças de adesão. Com um pequeno

aumento da quantidade de líquido ocorre a formação das pontes líquidas entre as partículas, aumentando ainda mais as forças de adesão; e

- Pontes sólidas: a presença de líquido somente é importante nos estágios iniciais da operação de recobrimento. É necessária a conversão de pontes líquidas em uma estrutura permanente que pode ocorrer pelas seguintes formas: cristalização de materiais dissolvidos, endurecimento de ligantes, fusão das partículas ou pontos de fusão localizados, solidificação de materiais fundidos e reação química.

Os mecanismos predominantes no recobrimento de produtos farmacêuticos e alimentícios com suspensões a base de açúcar são os de pontes líquidas e pontes sólidas. Substâncias contendo açúcar são dissolvidas e atomizadas ligando-se ao substrato através de pontes líquidas. A formação de ligações mais efetivas ocorre durante o processo de secagem com a formação de pontes sólidas (RUMPF, 1977).

2.4.2) Recobrimento e aglomeração em leitos fluidizados

Robinson *et al.* (1968) estudaram o recobrimento de partículas de açúcar na faixa de 710 a 840 μm utilizando soluções de etilcelulose e também o recobrimento de AAS (ácido acetil salicílico) com soluções de C.A.P. (ftalato acetato de celulose). Foram feitos testes de dissolução, sendo que para as partículas de açúcar constatou-se 81% de liberação em média, durante quatro horas. Para as partículas de AAS houve liberação de 4 a 9% em quatro horas no fluido gástrico e acima de 98% em 15 minutos no fluido intestinal. O estudo mostrou que é possível recobrir partículas de 10 a 1000 μm com diversas soluções de recobrimento trazendo grande contribuição para a tecnologia de recobrimento e para a formulação e dosagem na indústria farmacêutica.

Smith e Nienow (1983) estudaram o recobrimento de partículas de vidro e alumina por aglomeração em leito fluidizado utilizando uma solução à base de ácido benzóico e polietileno glicol (Carbowax 4000) dissolvidos em metanol. Os autores utilizaram o bico atomizador com sua extremidade coincidindo com a superfície do leito fixo, de modo que ao fluidizar este ficou submerso e o jato de aspersão teve contato direto com as partículas. A escolha da posição do bico atomizador é importante para evitar que ocorram problemas como: aglomeração, quando o bico é posicionado logo acima do leito de partículas; encharcamento, quando o bico é colocado muito próximo ao leito; elutriação, quando o

bico é colocado muito distante do leito e as gotículas secam antes de atingirem a superfície das partículas.

No trabalho de Yang *et al.* (1992) foi estudado o efeito da geometria da câmara de recobrimento, posição do bico atomizador e carga do leito sobre a qualidade do recobrimento de partículas de propranolol HCL em leito fluidizado. Os autores verificaram que em condições semelhantes de operação, a atomização no fundo do leito produz um recobrimento mais uniforme; que a geometria da câmara de recobrimento tem pouca influência na qualidade do recobrimento do material utilizado e, em relação à carga do leito, verificaram uma pequena diminuição da velocidade de liberação com o aumento da carga de partículas introduzida no leito.

Lopez (1995) destacou os problemas envolvidos em cada etapa do processo de recobrimento: os defeitos relativos ao núcleo geralmente tem relação com dureza, aspereza e laminação; as formulações contendo pigmentos são suscetíveis a má dispersão do sólido resultando em perdas das propriedades mecânicas do filme; as soluções concentradas minimizam o tempo de processo, porém são difíceis de serem aplicadas e diminuem a qualidade do recobrimento podendo resultar em aglomerado das partículas; o aumento da temperatura da suspensão diminui a viscosidade e facilita a aspersão sobre as partículas; a diminuição do tamanho das gotas, pelo aumento da pressão de atomização, aumenta a área total de aspersão, facilita a troca de calor, aumenta a evaporação e seca mais rápido as partículas recobertas; o aumento da temperatura do ar que movimenta as partículas favorece a secagem do filme, mas deteriora a qualidade do recobrimento; o leque de aspersão da suspensão deve ter o comprimento adequado para evitar que haja perda de material na parede do leito.

O recobrimento de esferas de vidro de 365 μ m em um leito fluidizado, utilizando gelatina e féculas hidrolisadas, foi estudado por Dewetinck *et al.* (1999), com o objetivo de analisar a aglomeração no recobrimento. As conclusões obtidas foram que o efeito da aglomeração é primeiramente influenciado pelo tipo de recobrimento, mais especificamente sua higroscopicidade e viscosidade; a gelatina hidrolisada permitiu um considerável aumento na vazão do *spray* comparada com a não hidrolisada; a fécula hidrolisada permitiu trabalhar apenas com baixas vazões devido à sua alta higroscopicidade; o aumento da

pressão de atomização diminuiu a tendência de aglomeração da fécula, mas diminuiu a espessura final do recobrimento.

No trabalho de Kage *et al.* (1999) foi estudada a eficiência do recobrimento de partículas de vidro de $43\mu\text{m}$ e sua aglomeração utilizando pó de sílica de $1\mu\text{m}$ como material recobridor e álcool polivinil como selante, em um leito fluidizado circulante. Como conclusões os autores verificaram que este tipo de partícula, que não pode ser recoberta em um leito fluidizado convencional, foi recoberta com sucesso no leito fluidizado circulante utilizando o pó de sílica, evitando o efeito de aglomeração.

Em Dewettinck e Huyghebaert (1999) destaca-se a importância da aplicação do processo de recobrimento em produtos alimentícios. Dentre os assuntos abordados os autores destacaram: o recobrimento de pequenas partículas utilizando materiais fundidos hidrofóbicos como óleos hidrogenados, neste processo, o material fundido solidifica na parede da partícula pelo contato com o ar frio; e o recobrimento de suprimentos nutricionais como vitamina C, B, ferro, potássio, entre outros.

Tenou e Poncelet (2002) fizeram uma comparação do processo de recobrimento de produtos alimentícios em um sistema Wurster e em um leito fluidizado convencional contínuo. Os seguintes fenômenos acontecem quase que simultaneamente no recobrimento: a interação entre o ar e as partículas na câmara de recobrimento; aspersão do material de recobrimento em forma de gotas para aumento da probabilidade do contato gota – partícula, salientando, porém que algumas gotas podem secar antes do contato; espalhamento das gotas na superfície das partículas formando uma camada líquida seguida da adesão da gota na partícula, antes da secagem das gotas, para formação da camada de recobrimento; superposição de diferentes camadas de gotas formando um recobrimento homogêneo, sendo que após vários ciclos de molhamento e secagem um filme é formado com uma espessura e composição controladas de acordo com o material utilizado. Os autores discutiram também as dificuldades do uso de um leito contínuo, apesar do mesmo ter se mostrado mais eficiente para o processo de recobrimento e concluíram que é necessário um melhor entendimento deste processo realizando pesquisas para melhorias técnicas com um custo adequado.

Saleh *et al.* (2003) estudaram o recobrimento e aglomeração de partículas de areia de 90 a $639\mu\text{m}$ utilizando uma solução aquosa contendo NaCl, em um leito fluidizado. O

objetivo foi verificar a influência do tamanho das partículas na eficiência do recobrimento. Os autores concluíram que a eficiência do recobrimento diminuiu com o aumento do tamanho das partículas; houve formação de camadas nas partículas maiores que 200 μm e aglomeração nas partículas menores; o recobrimento de partículas menores pode ser feito com a adição de partículas mais grossas (450 μm) cuja porcentagem ótima foi de 30%; um modelo matemático baseado no balanço populacional foi estabelecido assumindo que o recobrimento e a aglomeração são fenômenos dependentes do tamanho das partículas.

Silva (2003) estudou o recobrimento e secagem de microgrânulos de celulose microcristalina (180-420 μm) em um leito fluidizado utilizando uma suspensão aquosa a base de *Eudragit*[®] L30D-55 para o recobrimento. O recobrimento com *Eudragit*[®] foi utilizado para proteger o estômago de formas farmacêuticas ativas. Em seu trabalho verificou-se o efeito negativo da pressão de atomização e da temperatura do gás no crescimento das partículas e eficiência do processo; o efeito positivo da vazão de suspensão e diâmetro médio das partículas sobre o crescimento das partículas.

Posteriormente, no trabalho de Cunha (2004) foi também analisado o recobrimento da celulose microcristalina em leito fluidizado, utilizando-se a suspensão aquosa *Eudragit*[®] L30D-55 para fazer o recobrimento. O autor verificou que a vazão que proporcionou um melhor recobrimento foi de 18g/min, apesar de a saturação ser mais rápida para essa condição; para vazões de suspensão baixas e pressões de atomização altas obteve-se um maior tempo de processo; a defluidização do leito foi relacionada com a umidade das partículas.

Um estudo experimental das influências físico-químicas do sólido e do líquido em processos de granulação em leitos fluidizados, na cinética de crescimento de partículas, foi realizado por Hemati *et al.* (2003). A influência da viscosidade da solução entre 16 e 185 cPoise, da tensão superficial entre 0,072 e 0,033 N/m, e do ângulo de contato com as partículas entre 38° e maior que 90°, foram investigados. Com os experimentos de granulação, os autores verificaram que o aumento da umidade relativa do ar, dependendo da vazão do líquido e da velocidade de fluidização, favorece a aglomeração, especialmente para valores de umidade superiores a 40%. O crescimento de aglomerados mostrou ser favorecido quando a tensão superficial do líquido aumenta e o ângulo de contato diminui. A

viscosidade da solução apresentou menor efeito que os parâmetros interfaciais no crescimento do aglomerado.

Ivanova *et al.* (2005) estudaram o recobrimento aquoso e seco de esferas de celulose cristalina de 835 μ m, sensíveis à umidade, em um leito fluidizado. Para o recobrimento aquoso foi utilizada uma solução de Sepfilm LP010[®] e para o recobrimento seco utilizou-se um pó fino Aqoat[®] e plastificante. Na Tabela 2.5 pode ser vista a comparação feita entre os dois processos estudados.

Tabela 2.5 – Comparação entre o recobrimento aquoso e recobrimento seco dos estudos de Ivanova *et al* (2005).

	Recobrimento Aquoso	Recobrimento Seco
Espessura de recobrimento (μm)	10,5	17,5
Umidade final (%)	4	2
Umidade após 168hs (%)	6	6
Tempo de desintegração da cobertura em água (s)	120	40

Os autores concluíram que o método de recobrimento seco é uma possibilidade para materiais sensíveis a água, porém ainda necessita de melhoramentos.

Goud *et al.* (2005) fizeram um estudo de várias técnicas de recobrimento de produtos alimentícios como *spray-drying*, *spray-cooling*, leito fluidizado e outros. Segundo os autores, o uso de ingredientes recobertos é uma alternativa promissora para as indústrias de alimentos e o desafio é selecionar de forma adequada o equipamento e o material de recobrimento a serem utilizados.

Silva (2006) estudou o recobrimento de celulose microcristalina em leito fluidizado pulsado rotativo utilizando uma suspensão aquosa a base de *Eudragit*[®] L30D-55. O leito pulsado rotativo se mostrou um equipamento adequado ao processo de recobrimento de microgrânulos, para as condições avaliadas, com grandes vantagens em relação ao

equipamento de leito fluidizado convencional, destacando-se a redução na formação de grandes aglomerados.

Werner *et al.* (2007) estudaram as condições de recobrimento aplicadas na indústria alimentícia e chegaram as seguintes observações: o recobrimento de partículas em suspensão por ar envolve pelo menos 20 variáveis diferentes; estudos eletrônicos micrográficos da morfologia do recobrimento mostraram a importância da secagem, cristalização, porosidade e colapso do leito; a aglomeração foi o maior problema no recobrimento de partículas menores que 100 μm , sendo necessárias modificações físicas que aumentem a força que mantém as partículas separadas e químicas em relação às propriedades da solução de recobrimento.

Em 2009, Cunha realizou um novo estudo de granulação da celulose microcristalina, utilizando uma solução aquosa de maltodextrina, inserindo um tubo interno no leito fluidizado. A utilização do leito fluidizado com um tubo interno facilitou a condução do processo em relação ao leito fluidizado convencional, pois o autor observou uma melhora na fluidodinâmica durante o processo, com conseqüente melhora na qualidade do produto recoberto.

2.4.3) Recobrimento e aglomeração em leitos vibrofluidizados

KAGE *et al.* (1999) recobriram esferas de vidro de 43 μm em um leito vibrofluidizado pela atomização de pó fino de sílica e solução de álcool polivinil como selante. Foram avaliadas a eficiência de recobrimento e a aglomeração das partículas em várias condições experimentais e sua dependência com a amplitude e frequência de vibração. Os autores concluíram que no leito vibrofluidizado a eficiência de recobrimento diminui com o aumento da amplitude e frequência de vibração e que a vibração previne o progresso da aglomeração, tendo como resultado excelentes produtos recobertos.

Continuando a pesquisa em 2001, foram avaliadas a eficiência de recobrimento e a aglomeração das partículas em várias condições experimentais e sua dependência com a frequência e a direção da vibração. Foi confirmado o excelente recobrimento com alta qualidade, eficiência e poucos aglomerados com a aplicação da vibração vertical; a aplicação da vibração oblíqua não afetou a eficiência do recobrimento e a aglomeração com baixas frequências, porém a eficiência diminuiu e a aglomeração foi prevenida com altas frequências; na vibração horizontal a eficiência aumentou, porém a aglomeração também

progrediu com baixas frequências e o contrário ocorreu com altas frequências. Concluiu-se então que no leito fluidizado recobridor com vibração oblíqua ou horizontal é difícil obter alta eficiência e qualidade de recobrimento simultaneamente, devido à relação inversa entre a eficiência de recobrimento e qualidade do produto.

Banjac *et al.* (2009) realizaram um estudo da aglomeração de leite em pó, utilizando água como material granulante, em leito vibrofluidizado. O objetivo do estudo foi melhorar a dissolução do leite em água sem afetar suas propriedades. Os autores observaram que o aumento da intensidade vibracional e a diminuição da temperatura contribuíram para um aumento das partículas processadas.

Costa (2009) estudou a granulação da celulose microcristalina em leito vibrofluidizado, utilizando como ligante a solução de maltodextrina a 35%. A fluidodinâmica do material permitiu determinar a velocidade de mínima fluidização (pelo método convencional da interseção das retas em leitos fluidizados) e velocidade de mínima fluidização completa para leitos vibrofluidizados. O produto final obtido após o processo de granulação apresentou boa escoabilidade e um aumento no seu diâmetro médio de Sauter, confirmando a granulação da celulose microcristalina. A autora concluiu então que o leito vibrofluidizado é um equipamento adequado para o processo de granulação.

Os poucos estudos realizados com recobrimento de partículas em leito vibrofluidizado mostram a necessidade de mais estudos sobre este tema e apontam este tipo de leito como uma adaptação muito promissora para a melhoria deste processo.

2.5) Isotermas de sorção

A atividade de água (a_w) é uma das medidas mais importantes no processamento e análise dos alimentos e produtos químicos em geral, devido à sua importância no que diz respeito à qualidade e estabilidade do produto quando armazenado. A afinidade existente entre a água e os outros componentes de um produto definem sua higroscopicidade, que torna-se uma característica fundamental que irá influenciar os processos de manuseio, estocagem e consumo de materiais biológicos. Quando um material é exposto a certa umidade relativa do ambiente, ele reage no sentido de ajustar sua própria umidade a uma condição de equilíbrio com o ambiente. Isto ocorre quando a pressão de vapor da água na superfície do material se iguala à pressão de vapor de água do ar que o envolve. É possível estabelecer uma relação estreita entre o teor de água livre no alimento e sua conservação

(BELL e LABUZA, 2000). O teor de água livre é expresso pela atividade de água (a_w) que é dada pela relação entre a pressão de vapor de água na fase gasosa em equilíbrio com a fase sólida úmida a uma dada temperatura, e a pressão de vapor de água saturada à mesma temperatura, sendo também função da umidade relativa do ambiente (Equação 2.28).

$$a_w = \frac{P_w}{P_{sat(T)}} = \frac{UR}{100} \quad (2.28)$$

Onde P_w é a pressão parcial de vapor do produto, P_{sat} é a pressão de vapor da água pura na mesma temperatura e UR é a umidade.

O estudo da atividade de água em um determinado produto pode ser feito através das isotermas de sorção. O fenômeno de sorção é muito importante na secagem e na armazenagem de produtos naturais. As isotermas de sorção são a representação gráfica do teor de umidade de equilíbrio em função da umidade relativa do ambiente no qual a amostra foi inserida (ou da atividade de água), a uma determinada temperatura (LABUZA, 1968). A análise das isotermas de sorção a diferentes temperaturas visa estabelecer o equilíbrio de sorção de água do produto, verificar a aplicabilidade de modelos matemáticos para predição do comportamento isotérmico de sorção de água e estimar o nível crítico de umidade residual que lhe confere maior estabilidade de armazenagem. Cada produto possui um conjunto particular de isotermas de sorção sob diferentes temperaturas. A forma precisa dessa isoterma é resultado das diferenças na estrutura física, composição química e quantidade de água ligada ao produto. Apesar disso, inúmeras isotermas possuem uma forma característica, similar à mostrada na Figura 2.14.

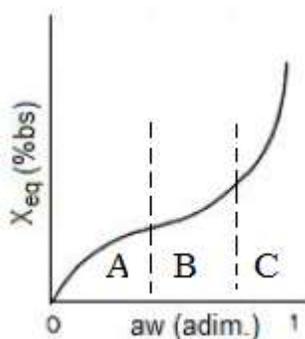


Figura 2.14: Forma característica das isotermas (Fonte: Lowell e Shields, 1991).

A primeira parte da curva (A) representa a água da monocamada, que está fortemente ligada a sítios individuais, não está disponível para reações e situa-se numa

faixa de atividade de água entre 0 e 0,35. A segunda parte da curva (B) representa a água adsorvida nas múltiplas camadas dentro do material, sendo que esta água encontra-se mais fracamente ligada, e corresponde a uma faixa de 0,35 e 0,6 de atividade de água. A terceira região (C) é a água que está presente em grandes capilares. Representa a região de condensação capilar, onde a umidade condensa nos poros do material, seguida pela dissolução de componentes solúveis presentes. É facilmente removida por secagem e está disponível para o crescimento microbiano e atividade enzimática, no caso de alimentos. Se um dado alimento possui um teor de umidade acima do ponto B na curva de adsorção, está propenso a deterioração.

As isotermas podem ser obtidas em duas direções, podendo ser de adsorção ou dessorção. As isotermas de adsorção são obtidas quando se deseja conhecer o comportamento de um material seco quando este é exposto à umidade (por exemplo: armazenagem). As isotermas de dessorção são realizadas inicialmente com o material úmido, que vai perdendo peso até atingir o equilíbrio (por exemplo: secagem).

Estudos das isotermas de sorção apontam a existência de seis diferentes formas para as mesmas (LOWELL e SHIELDS, 1991). Essas formas podem ser observadas na Figura 2.15.

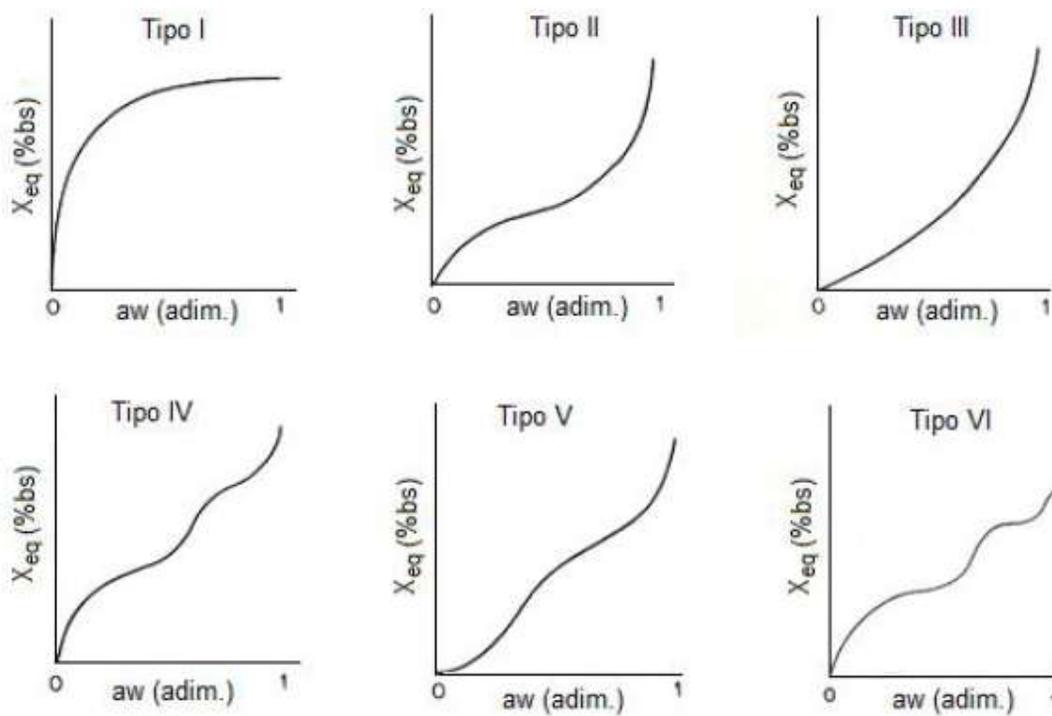


Figura 2.15: Tipos de isotermas (Fonte: Lowell e Shields, 1991).

- Tipo I: conhecido como isoterma de Langmuir, característica de uma adsorção pura em camada monomolecular;
- Tipo II: isoterma sigmoidal, característica de formação de multicamadas de moléculas adsorvidas sobre a superfície do sólido. Frequentemente encontrada em sólidos não porosos ou com poros maiores do que microporos. Ex: polímeros hidrofílicos, tal como as fibras naturais;
- Tipo III: embora similar ao tipo II, são raramente observadas em sólidos não porosos, seu formato sugere também adsorção em camadas polimoleculares. Ex: borracha, plástico, fibras sintéticas e alimentos ricos em componentes solúveis;
- Tipos IV e V: caracterizam a condensação capilar, encontradas em materiais com meso e macroporos. Ex: materiais inorgânicos (óxido de alumínio).
- Tipo VI: é um tipo de isoterma raramente encontrada e representa uma adsorção em várias etapas, sugerindo adsorção em multicamadas num substrato uniforme não poroso. A altura dos degraus representa a capacidade de adsorção da monocamada podendo permanecer constante durante duas ou três camadas adsorvida.

As isotermas de sorção de umidade podem ser ajustadas por modelos matemáticos. As equações de modelo propostas por diversos autores ao longo do tempo relacionam o conteúdo de umidade quando se atinge o equilíbrio (X_{eq}) com a atividade de água (a_w) para uma dada temperatura.

Os modelos mais amplamente utilizados são os propostos por Brunauer, Emmett e Teller (BET) e também o proposto por Guggenheim, Anderson e de Boer (GAB). Antes de expor detalhadamente os fundamentos dos modelos BET e GAB é interessante descrever algumas informações sobre o modelo proposto por Langmuir em 1918 (Equação 2.29), que deu início ao estudo do comportamento de sorção dos materiais.

$$\frac{X_{eq}}{X_m} = \frac{C \cdot a_w}{1 + a_w} \quad (2.29)$$

Onde X_{eq} é o conteúdo de umidade quando se atinge o equilíbrio, X_m é o conteúdo de umidade na monocamada, C é a constante cinética relacionada à sorção na primeira camada e a_w a atividade de água.

O modelo de Langmuir considera que o calor de sorção é constante, não considerando a interação entre as moléculas adsorvidas e que é possível uma adsorção máxima em monocamada.

O modelo BET assume que as moléculas são adsorvidas em camadas sobrepostas e que cada camada adsorve de acordo com o modelo de Langmuir (BRUNAUER *et al.*, 1938). Na maioria dos casos os gráficos BET são aplicáveis somente para baixos valores de atividade de água ($0,05 < a_w < 0,35$). O modelo é representado pela Equação 2.30:

$$\frac{X_{eq}}{X_m} = \frac{C \cdot a_w}{(1 - a_w) \cdot (1 - a_w + C \cdot a_w)} \quad (2.30)$$

As principais considerações do modelo BET são: a taxa de condensação na primeira camada é igual à taxa de evaporação da segunda camada; o calor de sorção na primeira camada é constante e igual ao calor de vaporização total; o calor de sorção para todas as camadas acima de uma monocamada é igual ao calor de vaporização e a sorção ocorre em lugares específicos.

O modelo GAB é uma extensão do modelo BET e introduz um fator de correção K.

$$\frac{X_{eq}}{X_m} = \frac{C \cdot K \cdot a_w}{(1 - K \cdot a_w) \cdot (1 - K \cdot a_w + C \cdot K \cdot a_w)} \quad (2.31)$$

Com relação ao parâmetro K algumas considerações devem ser ressaltadas:

- $K < 1$: ocorre uma menor sorção do que a exigida pelo modelo BET;
- $K = 1$: a equação de GAB se reduz à equação BET;
- $K > 1$: a isoterma tende a um valor infinito para uma atividade de água menor que uma unidade.

Este modelo descreve melhor o comportamento de alguns materiais (em sua maioria alimentos), em relação aos modelos de Langmuir e BET; pois é aplicável na ampla faixa de $0 < a_w < 0,9$.

2.6) Monitoramento do processo de recobrimento em leito fluidizado, vibrofluidizado e leito de jorro

A identificação de sistemas de escoamento é geralmente dependente de observações visuais do leito, porém este tipo de reconhecimento não é possível em sistemas industriais. Uma classificação dos regimes de fluidização pode ser feita através da análise

de séries de tempo de sinais de diferentes medidas físicas como: temperatura, concentração de sólidos local, porosidade local, análise de imagem e, principalmente, por medidas de pressão (Johnsson *et al.*, 2000).

As flutuações de pressão em leito fluidizado são geralmente causadas pela formação e erupção de bolhas e sua análise é utilizada para determinar características como: velocidade de mínima fluidização, transição da fluidização borbulhante para fluidização turbulenta, frequência de bolhas e qualidade de fluidização.

O método de análise das flutuações de pressão é baseado na análise de sinais de pressão para identificar as características hidrodinâmicas do leito e esses sinais podem ser analisados de três maneiras: análise estatística no domínio do tempo, análise espectral da frequência ou domínio de Fourier e análise do caos no espaço do sistema (TRNKA *et al.*, 2000; PARISE *et al.*, 2010).

Um método de identificação e monitoramento de processos em leito de jorro foi estudado por Taranto (1996), partindo de uma única variável, a flutuação da queda de pressão no leito de partículas. As flutuações da queda de pressão foram medidas a uma taxa de 100 Hz e foram coletados cerca de 1100 pontos; partindo desses dados, uma rotina de transformada de Fourier produziu espectros (Figura 2.16), que permitiram a identificação e monitoramento de possíveis regimes em leitos de jorro.

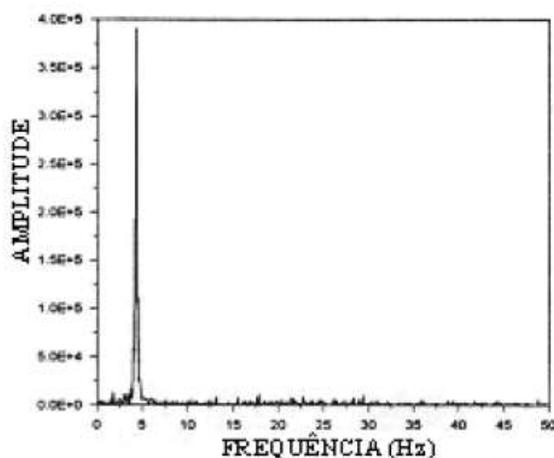


Figura 2.16 - Espectro de potência do milho. Regime: jorro estável (TARANTO, 1996).

Os resultados obtidos mostraram através da análise dos espectros de potência, a viabilidade de se utilizar medidas de flutuações da queda de pressão para a obtenção de um método objetivo de identificação dos padrões de escoamento e monitoramento *on line* dos regimes fluidodinâmicos em leito de jorro.

Van Ommen *et al.* (1999) identificaram a aproximação da defluidização de um leito fluidizado através de um teste estatístico baseado no desvio padrão das flutuações de pressão em função da velocidade decrescente do gás. Baseado nos ensaios experimentais com partículas de areia de 470 μm , determinou-se um valor fixo de desvio padrão ($s=50$ Pa) que foi usado como alarme para indicar o início da defluidização.

Felipe (2004) analisou o monitoramento do regime fluidodinâmico em um leito fluidizado gás-sólido utilizando dados de flutuação de pressão. A variedade de sólidos e a ampla faixa experimental permitiram a obtenção de vários regimes de fluidização: leito fixo, fluidização particulada, regime borbulhante simples, múltiplo e explosivo, fluidização *slugging* e fluidização com canais preferenciais. Os resultados de flutuação de pressão foram analisados pelos espectros de potência gerados por aplicação da Transformada de Fourier Rápida (FFT - Fast Fourier Transform). Foram obtidos espectros de potência distintos para cada regime fluidodinâmico, possibilitando o acompanhamento da estabilidade de cada regime e do momento de transição dos mesmos. As medidas de flutuação de pressão também foram utilizadas para determinar a velocidade de mínima fluidização pelo método gráfico convencional (intersecção das retas correspondentes a leito fixo e leito fluidizado).

HAO e Bi (2005) utilizaram um modelo de vibração mecânica de segunda ordem visando explicar as oscilações e flutuações de pressão em um leito fluidizado, baseado em análises no domínio de amplitude e frequência. Foram utilizadas nos experimentos partículas de sílica gel (300 μm) e esferas de vidro (130 μm). Durante os ensaios foram injetados pulsos de gás em determinada frequência (0,2 a 10 Hz). Os resultados obtidos mostraram que o modelo proposto, o qual considera a flutuação de pressão como resultado da resposta da força de excitação externa, está relacionado com o comportamento das bolhas em um leito fluidizado. O comportamento das flutuações de pressão foi correlacionado com as características do leito e com as forças de excitação impostas ao sistema, sendo adequadamente descrito por um sistema de vibração mecânico de segunda

ordem.

Lourenço (2006) construiu uma unidade experimental de leito de jorro monitorada por um sistema de aquisição de dados de pressão estática *on line*, e identificou diferentes regimes fluidodinâmicos na fluidização de sementes de soja e algodão. O método de análise de medidas de flutuações de pressão em função do tempo real não foi apropriado para identificação de regimes em leito de jorro. Entretanto, o uso da técnica de FFT (Fast Fourier Transform), sobre os sinais de queda de pressão resultou em espectros de potência bem definidos possibilitando a identificação clara de todos os regimes de escoamento.

Lopez (2007) realizou a identificação e monitoramento das modificações ocorridas durante o processo de recobrimento de partículas em leito de jorro, pela comparação de observações visuais em conjunto com os espectros de potência obtidos a partir da aquisição de dados de queda de pressão em tempo real, utilizando a técnica FFT (Fast Fourier Transform). A autora utilizou partículas de diferentes formas: ABS e poliestireno, com diâmetros médios de 3,03 mm e 3,81 mm, respectivamente, e suspensão polimérica a base de *Eudragit*[®] L30D-55. As flutuações de pressão foram obtidas utilizando o software LabView 7.1, a uma taxa de amostragem de 400 Hz. Os resultados permitiram identificar durante o recobrimento, a redução na taxa de circulação de partículas, zonas mortas e até o “completo” colapso do leito, tanto por variações fluidodinâmicas visualmente observadas no leito, quanto por alteração espectral *on line* durante os experimentos de recobrimento.

Moris e Rocha (2007) verificaram a sensibilidade da metodologia da análise espectral para identificar alterações no regime de contato em processos de recobrimento em leito fluidizado (escala laboratorial), de secagem em leito fluidizado (em escala industrial) e também em ensaios fluidodinâmicos utilizando um leito vibrofluidizado (em escala laboratorial). A aplicação da metodologia da análise espectral por acompanhamento *on line* dos espectros de potência identificou instabilidades no regime fluidodinâmico durante o processo de recobrimento (ocorrência de zonas mortas, slugs, canais preferenciais, redução da taxa de circulação e até mesmo a defluidização, implicando em redução significativa nas taxas de transferências de calor e massa), e também identificou as transições nos regimes fluidodinâmicos em leito vibrofluidizado.

O trabalho de Silva (2009) teve como objetivo aplicar metodologia de análise espectral Gaussiana dos sinais de flutuação de pressão para monitorar e controlar o

fenômeno de defluidização no processo de recobrimento de celulose microcristalina em um leito fluidizado gás-sólido. Os resultados do estudo mostraram que a utilização de um sistema de controle PID convencional permitiu obter melhores condições fluidodinâmicas do leito em relação ao processo sem controle.

Os estudos de monitoramento de processos utilizando flutuações de pressão demonstram o potencial da metodologia da análise espectral para controle de processos em leito fluidizado e em outros leitos móveis. O monitoramento e controle em tempo real possibilita a adoção de medidas corretivas para a busca da estabilidade do regime de fluidização ou outra forma de contato gás-sólido, visando melhorar a eficiência de processos como secagem, recobrimento, aglomeração de partículas, entre outros, com conseqüente melhora da qualidade do produto final.

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1) Materiais

3.1.1) Material a ser recoberto

Foi escolhido para desenvolver este trabalho o bicarbonato de sódio (marca Synth) pelas suas características de pó fino com grande produção industrial e importante aplicação comercial. O material possui um diâmetro médio de Sauter de $75\mu\text{m}$, densidade de $2,2\text{g/cm}^3$, sendo classificado no Grupo A de Geldart (Figura 3.1). Apesar de se encontrar neste grupo, o bicarbonato apresenta uma condição de processo pobre ou inviável no leito fluidizado convencional, devido à sua característica de pó muito fino com ampla distribuição de tamanhos de partículas, sendo necessárias modificações do leito, como a inserção de vibração, para obtenção de uma boa fluidização. É importante salientar que a má qualidade dinâmica da fluidização é agravada com o umedecimento do leito no processo de recobrimento ou granulação.

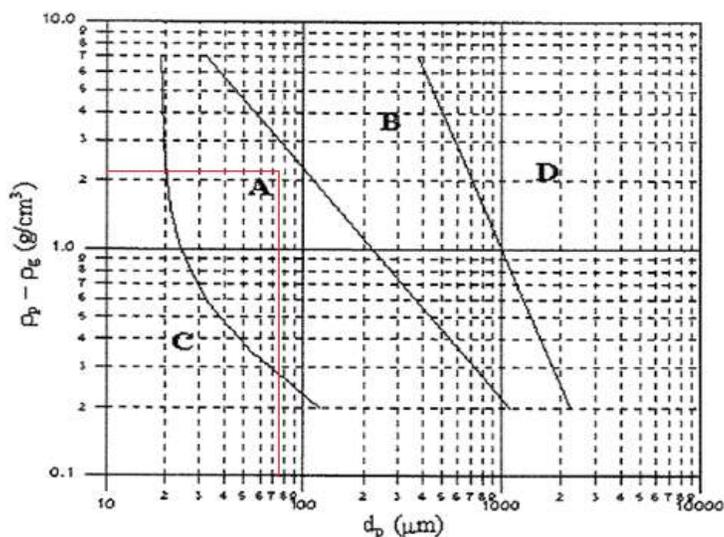


Figura 3.1 – Representação do bicarbonato de sódio no Diagrama de Geldart.

O material foi recoberto por uma suspensão polimérica, em leito vibrofluidizado, em escala de laboratório. Foram realizados ensaios fluidodinâmicos e testes preliminares de recobrimento, com o objetivo de acompanhar o desempenho do material e estabelecer faixas operacionais do equipamento.

3.1.2) Suspensão de recobrimento

O recobrimento é obtido através da atomização de uma suspensão polimérica sobre as partículas a serem recobertas, em leito vibrofluidizado (LVF), por ar quente, que além de promover a fluidização, seca a suspensão sobre as partículas.

A Tabela 3.1 mostra duas formulações de suspensão que foram utilizadas por Donida (2000) para recobrimento de uréia em leito de jorro bidimensional, resultando em um filme uniforme e liso. Além disso, no trabalho de Almeida (2002), que recobriu sementes de brócolos em leito de jorro e fluidizado, constatou-se que houve uma menor absorção da umidade do ar pelas sementes recobertas utilizando estas mesmas suspensões. Neste trabalho optou-se por trabalhar com a formulação 1, devido à menor concentração de sólidos, pois a maior quantidade de hidroxietilcelulose da suspensão 2 faz com que a mesma fique mais viscosa, causando o entupimento do bico atomizador durante o experimento; este entupimento é facilitado pela característica de pó fino do bicarbonato de sódio, que com a movimentação no leito pode aderir ao bico atomizador.

A suspensão de recobrimento foi preparada segundo método descrito por Donida (2000): inicialmente dilui-se a hidroxietilcelulose em 50% da água total sob agitação constante e reserva-se; no restante da água, sob agitação constante, acrescenta-se o polietilenoglicol até dissolução completa e, em seguida, adiciona-se nesta ordem o dióxido de titânio, corante, talco e estearato de magnésio; adiciona-se então a solução de HEC e deixa-se sob agitação constante durante 10 minutos. Após completa mistura, submete-se a suspensão a um moinho coloidal por 20 minutos para redução do tamanho das partículas.

Tabela 3.1 – Suspensões de recobrimento (DONIDA, 2000).

Reagentes (% em massa)	Suspensão 1	Suspensão 2
Hidroxietilcelulose (HEC)	3,50	5,50
Polietilenoglicol 6000 (PEG)	0,75	0,75
Estearato de magnésio	1,00	1,00
Dióxido de titânio	1,25	1,25
Corante Laca de Alumínio vermelho ou azul	1,00	1,00
Talco neutro	3,50	3,50
Água	89,00	87,00
Concentração de sólidos - C_s (kg/kg)	0,1100	0,1300

3.2) Unidade experimental

Os experimentos de recobrimento foram realizados em equipamento já instalado no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem da FEQ/UNICAMP, o qual foi desenvolvido para a secagem em leito vibrofluidizado (MORIS, 2002) e foi modificado neste trabalho para a inclusão da linha de atomização do material para o recobrimento das partículas.

O leito vibrofluidizado, observado na Figura 3.2, é constituído por um leito de tubo cilíndrico em acrílico com 0,5m de comprimento e 0,1 m de diâmetro interno (10). O leito é fixado por cantoneiras (11) à mesa de 0,5x0,6x0,8 m, que é fixada ao chão. O ar é fornecido por um soprador (1), tem sua vazão ajustada por uma válvula globo (3) e é parcialmente desumidificado por passagem em um leito de sílica gel (6). A linha também dispõe de um sistema de resfriamento (2) com aletas de alumínio e tubos de cobre, onde o fluido refrigerante é a água para operação do sistema à temperatura ambiente.

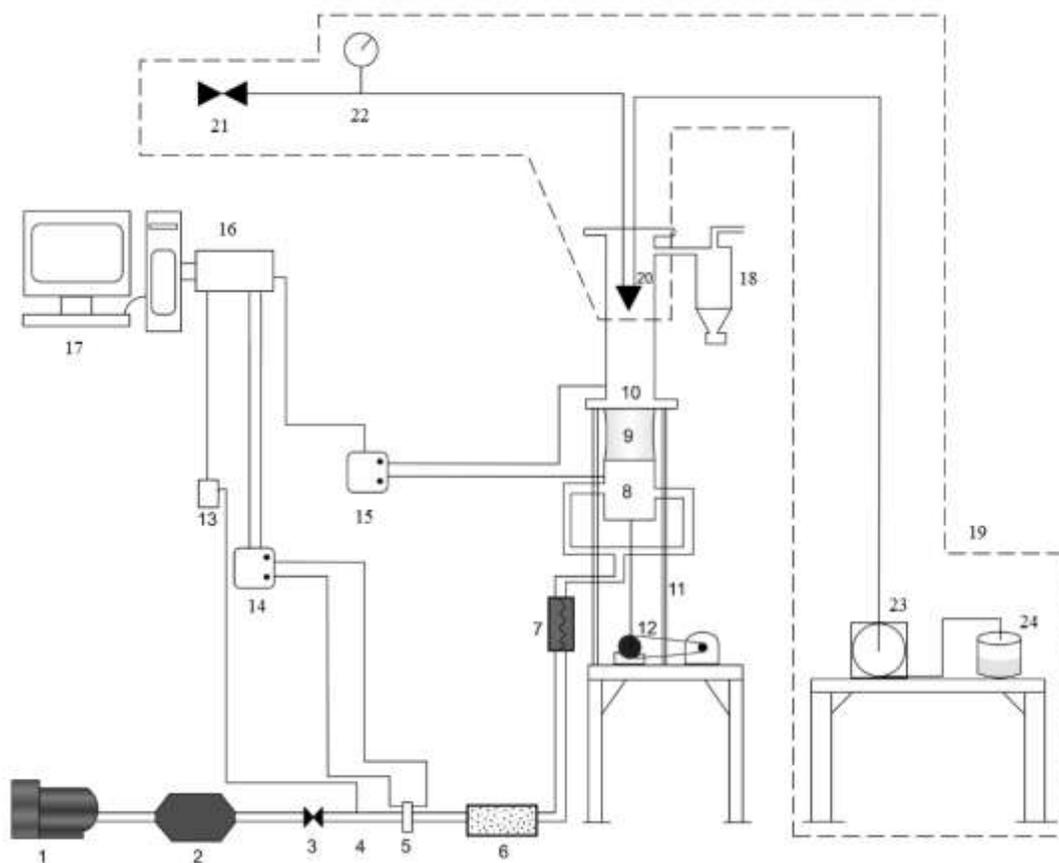


Figura 3.2 - Leito Vibrofluidizado com sistema de atomização e aquisição de dados adaptado à montagem de Moris (2002).

Para operar com gás aquecido, dispõe-se do aquecedor elétrico, composto por um conjunto de resistências (7). A vazão de ar que entra no sistema é determinada a partir de valores de pressão estática (4) na linha e tomadas de pressão na placa de orifício (5), adquiridas através de transdutores de pressão absoluto Cole-Parmer 07356-01, EUA, com intervalo de 0 a 210, 848 Pa, e sinal de saída de 1 a 5 V (13) e diferencial Smar LD301, Brasil, com intervalo de 125 a 5000 Pa, e sinal de saída de 4 a 20 mA (14 e 15), sendo os valores acompanhados *on line* na tela do computador (17) pelo software LABVIEW 6.0 e salvos em arquivo.

A câmara plena (8), que melhora a distribuição do ar antes do leito de partículas, é de aço inox. O distribuidor de placa perfurada, com orifícios de 10^{-3} m e área livre de 5%, já utilizado em trabalhos anteriores (MORIS, 2002; COSTA, 2009) foi coberto com uma tela de aço inox com abertura de 33 μ m para suportar o leito. O sistema vibracional é composto pelo eixo vibrador (12) detalhado na Figura 3.3, o qual opera em uma faixa de amplitude de 0 a 0,04 m e impõe a vibração apenas a câmara plena, sendo sua velocidade de rotação controlada através de um motor que está associado a um vibrador do tipo excêntrico. Este vibrador converte o movimento de um motor elétrico para o movimento vertical da placa distribuidora por meio de uma correia, proporcionando uma frequência de vibração ao leito de partículas (9). A amplitude do sistema é ajustada medindo-se o deslocamento vertical do leito e a frequência é medida por meio de um tacômetro óptico (Photo Tachometer, EXTECH Instruments, Brasil).

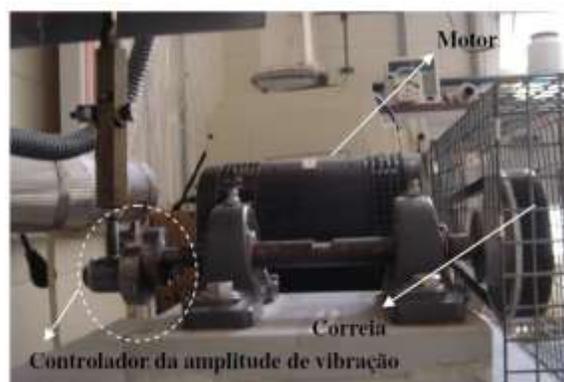


Figura 3.3 – Sistema vibracional (COSTA, 2009).

A queda de pressão no leito é medida através de um transdutor de pressão diferencial (15), com um dos terminais conectado à câmara plena e o outro acima do leito de partículas, próximo à saída do leito, sendo acompanhada também pelo sistema de

aquisição de dados utilizando o software LABVIEW 6.0. Para criar a faixa de pressão do leito vibrofluidizado, utilizado para monitorar o processo, inicialmente 8192 (2^{13}) pontos de dados de pressão foram coletados a uma taxa de amostragem de 400 Hz. O sinal de pressão foi registrado por um sistema de aquisição PCI 6025 (National Instrument) de dados (16). O software LabView ® 6.0 foi utilizado para a aquisição e processamento do sinal de pressão, que foi coletado e filtrado por um filtro digital (IRR - resposta ao impulso infinita - do tipo Butterworth) e então normalizado. O algoritmo Fast Fourier Transform (FFT) foi aplicado ao sinal de pressão normalizada, produzindo um espectro das flutuações de pressão.

Em (18) encontra-se o ciclone, onde as partículas elutriadas são coletadas e retiradas. Em (19) tem-se a o sistema de atomização incluído no sistema experimental previamente existente. O bico atomizador (20) utilizado foi do tipo duplo fluido com 1 mm de diâmetro de abertura (Figura 3.4) – sua altura foi estipulada em 13 cm em relação à base do leito, cujo valor foi escolhido levando em consideração que se ficasse excessivamente alto as gotas poderiam atingir as paredes do leito e diminuir a eficiência do processo, além da possibilidade de secar antes de atingir as partículas; também não poderia ficar muito próximo às partículas pela possibilidade do bicarbonato de sódio entrar no sistema e entupir o bico acarretando na interrupção do experimento. A posição do bico atomizador foi determinada por experimentos preliminares. A suspensão de recobrimento é armazenada em (24), e conduzida até o bico atomizador por uma bomba peristáltica (23) Masterflex®, modelo L/S 7523-20; e ao entrar em contato com a corrente de ar comprimido, com vazão fixada pela abertura da válvula (21) e pressão de atomização medida por um manômetro Bourdon (22), é atomizada e produz um jato de aspensão de gotículas sobre o leito.

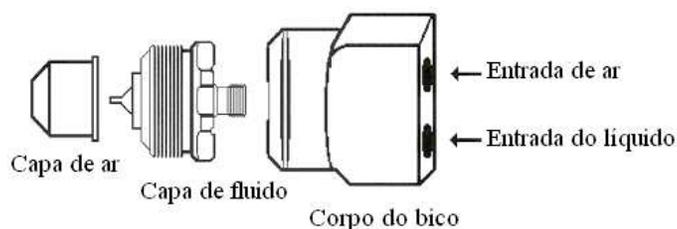


Figura 3.4 – Bico atomizador (COSTA, 2003).

Na Figura 3.5 encontra-se a vista do leito com o atomizador, com destaque para a altura do bico atomizador.



1 – leito em acrílico, 2 – luva móvel, 3 – câmara plena

Figura 3.5 – Leito vibrofluidizado, com destaque para a altura do bico atomizador.

3.2.1) Equipamentos periféricos e instrumentos

- Agitador magnético marca Fisatom, modelo 753, potência 50 W;
- Agitador mecânico marca Fisatom, modelo 713, potência 80 W;
- Agitador de peneiras, marca Produtest, com marcador de tempo;
- Aquecedor elétrico com 4 resistências, potência 1600 W;
- Bomba peristáltica Masterflex, modelo L/S 7518-20;
- Moinho coloidal OSMEC, motor EBERLE de $\frac{3}{4}$ CV e 3470 rpm;
- Estufa de secagem e esterilização, marca FANEM, modelo 315 SE;
- Balança técnica ADA com precisão de 0,0001g;
- Balança analítica OHAU com precisão de 0,1g;
- Controlador de temperatura marca NOVUS, modelo N1200.

3.3) Metodologia

3.3.1) Caracterização das partículas

As partículas foram caracterizadas pelas seguintes propriedades: diâmetro médio de Sauter, densidade aparente, densidade real, porosidade, escoabilidade através do índice de Hausner, ângulo de repouso e índice de escoabilidade, decomposição por liberação de CO₂ e isotermas de sorção. Foi observada também a morfologia das partículas.

O diâmetro médio de Sauter (d_s), definido pela Equação 3.1, foi calculado através da distribuição granulométrica, feita por análise em série de peneiras padronizadas, com os dados referentes aos diâmetros de malha das peneiras (d_{pi}) e as frações mássicas das partículas que ficam retidas nas mesmas (X_i).

$$\bar{d}_s = \frac{1}{\sum_i^n \frac{X_i}{d_{pi}}} \quad (3.1);$$

A porosidade (ε), que é a razão entre o volume de poros da partícula e seu volume total, pode ser encontrada pela relação entre densidades aparente (ρ_{ap}) e densidade real da partícula (ρ_{real}):

$$\varepsilon = 1 - \frac{\rho_{ap}}{\rho_{real}} \quad (3.2)$$

A densidade aparente é definida como a razão entre a massa da partícula e seu volume total, incluindo o volume ocupado pelos poros; e foi determinada por porosimetria de Hg no equipamento Autopore II, da marca Micromeritics. A densidade real é a razão entre a massa da partícula e o volume da estrutura do sólido, excluindo o volume ocupado pelos poros; e foi determinada por picnometria a gás Hélio no equipamento Accupyc 1330 da marca Micromeritics.

Para avaliação da escoabilidade do material particulado foi calculado o índice de Hausner que se baseia na relação entre densidade aparente aerada e densidade aparente compactada (Equação 2.10). A densidade aparente aerada é obtida pelo derramamento de uma massa conhecida, em proveta graduada de volume V, sem que haja perturbação ou alteração do empacotamento. A densidade aparente compactada é determinada após

submeter esta mesma massa conhecida de partículas a um ciclo de batidas para compactação do material particulado.

Para o ciclo de batidas em que a proveta foi submetida utilizou-se o equipamento AUTOTAP[®] (Tap Density Analyzer – Quantachrome Instruments), este equipamento promove as batidas da proveta de acordo com um número desejado de batidas, chamado *tap*, que é escolhido dependendo do tipo de material particulado utilizado. Para o bicarbonato de sódio o número de batidas necessárias foi 200. Na Figura 3.6 pode ser observada uma foto do equipamento.



Figura 3.6 – Equipamento AUTOTAP[®].

Também para esta finalidade foi quantificado o ângulo de repouso, que segundo o método estático (Figura 3.7a) é o ângulo formado entre a horizontal e uma pilha de material particulado derramado. O ângulo de repouso também pode ser obtido pelo método dinâmico que consiste em um tambor rotatório (Figura 3.7c). Para este trabalho foi utilizado o método dinâmico, em que uma amostra de material particulado é colocada no tambor, girada 5 vezes e em seguida é medido o ângulo formado pela camada de pó que escoou, quando o cilindro para, e a horizontal. Para cada determinação, o procedimento foi realizado cinco vezes. De acordo com ZOU e YU (1996), quanto maior o ângulo de repouso, menor a fluidez do material, principalmente para materiais coesivos.

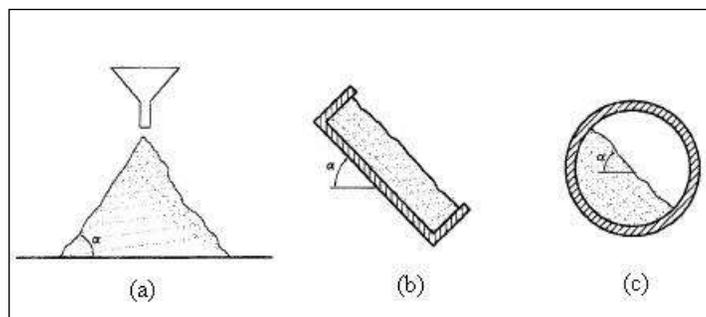


Figura 3.7 - Ângulo de repouso. (a) estático; (b, c) dinâmico (WOUTERS e GELDART, 1996).

O índice de escoabilidade também avalia a fluidez das partículas e é baseado na capacidade destas caírem livremente através de um orifício, de diâmetro definido, em um plano. Sua medida foi realizada utilizando o equipamento Poder Flowability Test Instrument – Flodex[®] (Figura 3.8).



Figura 3.8 - Fotografia do medidor de escoabilidade, Powder Flowability Test Instrument – Flodex[®] (Cunha, 2009).

A decomposição do bicarbonato de sódio foi avaliada antes e após o recobrimento. Cerca de 6 g do bicarbonato puro e das amostras dos experimentos que resultaram em menor e maior crescimento foram colocadas em triplicata em tripés inseridos em vidros hermeticamente fechados, contendo 100 ml de solução de ácido sulfúrico de determinada concentração para controle da umidade relativa do ambiente (56% e 80%) e armazenadas em temperatura controlada (25°C e 40°C), por quatro semanas. A cada semana as amostras eram retiradas e a liberação de CO₂ dessas amostras contabilizada através do método gasométrico 12-20 e os fatores de correção do método 12-29, da AACC (1983). Para essa

determinação foi utilizado o Aparato de Chittick, que contabiliza a liberação de CO_2 após titulação com solução de ácido clorídrico através do deslocamento de uma solução padrão. A Figura 3.9 mostra o Aparato de Chittick composto de: balão de 250 mL, com fundo redondo e boca larga, munido de rolha de borracha com 2 orifícios (A); tubo em U (B) munido com uma torneira (C); tubo medidor de gás, graduado em mL, com traço zero colocado a 25 cm abaixo da extremidade superior; o intervalo graduado abrange 25 divisões acima de zero, até 200 abaixo de zero (D); bulbo nivelador de 300 mL de capacidade (E) e bureta de 25 mL com ponta curva e alongada (F).

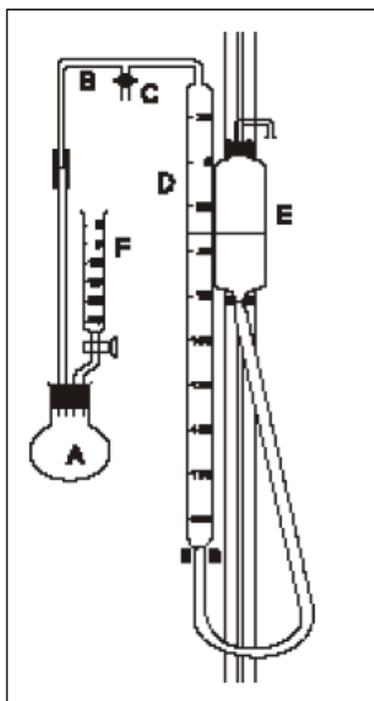


Figura 3.9 – Aparato de Chittick

As isotermas de adsorção, para o bicarbonato de sódio puro e para as amostras resultantes dos experimentos com menor e maior crescimento, foram determinadas pelo método dinâmico, através do equipamento DVS (Surface Measurement Systems, Inglaterra). O sistema é automatizado e acoplado ao computador. O equipamento consiste de uma microbalança dentro de uma câmara que mantém a temperatura pré-selecionada, que para este trabalho foi de 25 °C. O sistema computacional é programado para controlar a umidade do ar que flui sobre a amostra, previamente seca. O DVS é programado de modo a obter ambientes com umidades relativas na faixa de 0% a 95%, registrando em cada ciclo de umidade relativa as mudanças sucessivas de massa nas amostras até que o equilíbrio seja

alcançado proporcionando assim, a obtenção dos dados necessários à construção da isoterma de adsorção.

E, para análise morfológica do bicarbonato de sódio puro e para as partículas resultantes dos processos de menor, médio e maior crescimento, foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), (440i, LEO, Inglaterra) com ampliação de até 1000 X.

3.3.2) Caracterização da suspensão de recobrimento

A suspensão foi caracterizada quanto à densidade e concentração de sólidos. A densidade foi obtida pelo método de picnometria líquida, utilizando um picnômetro de 25 ml. A concentração de sólidos foi determinada da seguinte maneira: foram coletadas duas amostras, as quais foram pesadas e colocadas em estufa por um período de 24 horas na temperatura de 105°C, sendo então determinada a massa de sólido seco das amostras coletadas.

3.3.3) Determinação da vazão de ar

As medidas de vazão do ar foram obtidas utilizando-se uma placa de orifício, que consiste de uma placa fina presa entre dois flanges na tubulação de ar com um orifício coaxial com o tubo. Duas tomadas de pressão diferencial foram instaladas, uma antes e a outra imediatamente após a placa, cujo diâmetro do orifício utilizado foi de 8 mm. A leitura da queda de pressão na placa foi feita através do sistema de aquisição de dados pelo software LABVIEW 6.0. A vazão de ar foi obtida através da Equação 3.3 (OWER e PANKHURST, 1977):

$$Q = k\xi\alpha a_2 \sqrt{\frac{1}{1-m^2} \Delta h \frac{b}{k_1 + T}} \quad (3.3);$$

em que:

Q: vazão mássica (kg/min);

$\xi = 1 - \frac{\beta\Delta h}{P_1 + b} \Rightarrow$ fator de compressibilidade;

P₁: pressão estática na linha de ar (cmH₂O);

b: pressão barométrica local (mmHg);

$$\beta = 0,3041 + 0,0876m - 0,1166m^2 + 0,4089m^3;$$

$$\alpha = 0,5959 + 0,0312m^{1,05} - 0,184m^4 \Rightarrow \text{coeficiente de descarga};$$

$$m = \frac{a_2}{a_1};$$

$$a_1 = \frac{\pi D^2}{4} \Rightarrow \text{área do tubo (cm}^2\text{)};$$

$$a_2 = \frac{\pi d^2}{4} \Rightarrow \text{área do orifício (cm}^2\text{)};$$

Δh : queda de pressão na placa de orifício (cmH₂O);

T: temperatura do ar na entrada do leito (°C).

Para temperatura em °C e altura barométrica em mmHg, os valores de k e k₁ são 0,0573 e 273, respectivamente.

3.3.4) Ensaios fluidodinâmicos

Os testes fluidodinâmicos foram realizados para carga de 450g de partículas de bicarbonato de sódio. Esta carga foi escolhida por proporcionar uma boa altura do leito de partículas, pois se verificou em testes preliminares que uma massa menor implicaria em um leito muito raso, e uma massa maior proporcionaria uma alta taxa de elutriação no leito, devido às características do bicarbonato de sódio de pó fino. Utilizando uma carga de partículas de 450 g obteve-se H/D = 0,8, sendo então o leito classificado como raso.

Foram variados os parâmetros vibracionais amplitude e frequência, com base em testes preliminares, de acordo com a Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Variáveis que foram utilizadas no trabalho.

Variáveis	Valores utilizados
Frequência de vibração - f (rpm)	0; 180; 270; 360
Amplitude de vibração - a (m)	0; 0,005; 0,01; 0,02
Intensidade vibracional, Eq. 2.11 - Γ (-)	0; 0,2; 0,4; 0,7; 0,8; 1,5; 2,9

Os testes foram realizados com o intuito de se determinar a qualidade de fluidização das partículas no leito vibrofluidizado, para cada condição de vibração e calcular a velocidade de mínima fluidização a partir de medidas da vazão do gás e da queda de pressão no leito. Foi adotado o seguinte procedimento: com o leito carregado, a vazão de gás era elevada até alcançar uma fluidização vigorosa; em seguida a vazão de gás era gradualmente reduzida acompanhando-se a queda de pressão no leito, até cessar a alimentação de gás; sempre observando visualmente o comportamento do leito durante o experimento. A partir destes dados foram traçadas curvas de queda de pressão no leito (ΔP) em função da velocidade superficial do gás (u) no sentido decrescente. A velocidade de mínima fluidização foi obtida para a curva decrescente quando possível, pois a forma da curva de fluidização depende da relação entre as forças vibracionais e aerodinâmicas do leito (Figura 2.5). Foi também observada a velocidade de mínima mistura definida por Gupta e Mujumdar (1980a e b).

3.3.5) Ensaios de recobrimento e aglomeração

Para os ensaios de recobrimento e aglomeração foi adotado o seguinte procedimento: primeiramente ajustava-se a temperatura do ar de fluidização até estabilização; carregava-se o leito com a carga de partículas de 450 g e eram ajustadas a amplitude e frequência de vibração a que o leito seria submetido; ligava-se então a alimentação da suspensão de 2 mL/min e ajustava-se a pressão de atomização em 10 Psig, ligando imediatamente o cronômetro para contagem do tempo de atomização, que foi constante para todos os experimento e igual a 10 min. O tempo de atomização escolhido era suficiente para o recobrimento das partículas sem a perda excessiva do material por elutriação. Houve a necessidade de se adaptar um defletor no interior do equipamento, localizado antes da saída do material elutriado para o ciclone, para minimizar o arraste e manter as partículas finas o maior tempo possível no interior do leito. Durante os ensaios era realizado um acompanhamento do processo através do sistema de aquisição de dados e observando-se visualmente a dinâmica das partículas do leito com o objetivo de verificar áreas de instabilidade e a tendência do leito à saturação. O processo foi avaliado realizando as seguintes análises: crescimento das partículas, escoabilidade através do índice de Hausner, ângulo de repouso e índice de escoabilidade, índice de torrões, massa elutriada, morfologia e decomposição do bicarbonato de sódio.

3.3.6) Planejamento experimental

Foram realizados ensaios de recobrimento definindo-se como variáveis independentes, já estudadas em trabalhos anteriores, a temperatura do ar e os parâmetros vibracionais amplitude e frequência de vibração (MORIS, 2002; SILVA, 2003 e CUNHA, 2004). E mantidas fixas a carga do leito, definida em testes preliminares; a pressão de atomização, pois foi verificado que para elevadas pressões há uma maior elutriação do bicarbonato de sódio e para pressões muito baixas as gotas formadas se tornam muito grandes em relação ao tamanho da partícula; vazão da suspensão, que também deve ser baixa para evitar a formação de gotas muito grandes; e a velocidade de fluidização, obtida a partir dos ensaios fluidodinâmicos.

Foi feito um planejamento fatorial composto central, para os fatores: temperatura do ar de fluidização, de 61°C a 79°C, temperaturas escolhidas de acordo com a necessidade de secagem do material recoberto e para evitar a degradação do bicarbonato; amplitude e frequência de vibração de 0,4 cm a 2,1 cm, e 186 a 354rpm, respectivamente, faixas definidas para minimizar a elutriação do bicarbonato. Os níveis utilizados para as variáveis independentes podem ser observados na Tabela 3.3.

Tabela 3.3 – Planejamento fatorial.

Níveis	-1,68	-1	0	1	1,68
a (cm)	0,40	0,75	1,25	1,75	2,1
f (rpm)	186	220	270	320	354
T (°C)	61	65	70	75	79

Para verificar a influência das variáveis operacionais no processo de recobrimento foi utilizada a técnica de planejamento fatorial, descrita por Rodrigues e Iemma (2005). De acordo com o planejamento fatorial composto central, foram realizados 8 ensaios de recobrimento, com seis pontos axiais e três repetições no nível central das variáveis, totalizando 17 ensaios. As variáveis de resposta analisadas foram crescimento das partículas, ângulo de repouso e índice de aglomerados.

3.3.7) Análise do processo de recobrimento e aglomeração

Além das análises já explicitadas no item 3.3.1, a análise do desempenho do processo foi feita pela avaliação do crescimento da partícula e do índice de torrões.

O crescimento das partículas (δ) foi determinado após a realização da análise granulométrica, em função dos diâmetros médios de Sauter final (ds_f) e inicial (ds_i), segundo a Equação 3.4.

$$\delta = \frac{ds_f - ds_i}{ds_i} 100 \quad (3.4)$$

Após o recobrimento foi contabilizado o índice de Torrões (I_{torr}) pelo seguinte procedimento: pelo peneiramento das partículas após o processo, verificou-se uma quantidade de material com diâmetros maiores que 420 μm , sendo estes grandes aglomerados indesejados e chamados de torrões (M_{torr}). Em cada experimento, o índice de torrões foi determinado utilizando a Equação (3.5) (SAKAI e ATAÍDE, 2000).

$$I_{\text{torr}} = \frac{M_{\text{torr}}}{M_T} 100 \quad (3.5)$$

3.3.8) Monitoramento do processo de recobrimento e aglomeração

Após o estabelecimento do regime de processo, como explicado no item 3.3.5, o sistema de monitoramento obtinha o espectro de potência do início do processo, considerado como perfil estável de operação, sendo que este acompanhamento foi feito durante todo o experimento. Quando se observava alterações nos espectros de potência em conjunto com as observações visuais a aspersão de solução era interrompida. Retomando ao regime estável, com boa taxa de circulação das partículas granuladas, a aspersão era retomada e o processo seguia até atingir os 10 min de aspersão.

Os espectros de potência foram obtidos a todo instante e foram anotadas as observações visuais, desde o início do processo até o final do tempo fixado de aspersão. O diagrama de blocos utilizado para o acompanhamento *on line* dos experimentos de recobrimento e aglomeração permitiu visualização em tempo real dos espectros de potência, considerando apenas os picos de amplitude referentes ao comportamento dinâmico do leito; sendo desconsiderado o pico de frequência dominante referente à

frequência de vibração imposta ao leito de partículas, visto que este era observado nos pontos de valores de frequência utilizados no experimento, bem como nos pontos de seus derivados.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1) Caracterização das partículas antes do recobrimento

Como citado no capítulo 3, o material utilizado neste trabalho foi o bicarbonato de sódio. Na Tabela 4.1 podem ser visualizados os resultados encontrados para as propriedades físicas do bicarbonato de sódio.

Tabela 4.1 - Propriedades físicas do bicarbonato de sódio.

Propriedades	Resultados
d_s (μm)	75
ρ_{real} (g/cm^3)	2,2
ε	0,54
AR ($^\circ$)	19
IE (mm)	20
IH	1,29

O ângulo de repouso obtido foi de 19° , podendo-se concluir que o bicarbonato possui uma fluidez classificada como boa. Sendo que quanto menor este ângulo, maior a fluidez do material (GRANTGES, 1984). O índice de escoabilidade de 20 mm indica que o menor orifício através do qual as partículas de bicarbonato de sódio fluem espontaneamente é de 20 mm, também classificando-o como partícula de boa fluidez. E o índice de Hausner encontrado indica média fluidez.

A Figura 4.1 traz a distribuição granulométrica do bicarbonato de sódio, onde pode ser observado que 50 % das partículas possuem diâmetro menor que $64 \mu\text{m}$.

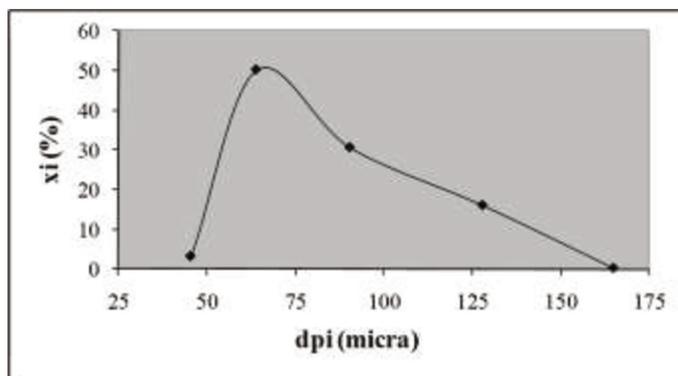


Figura 4.1- Distribuição granulométrica do bicarbonato de sódio.

Com os dados da distribuição granulométrica foi calculado o diâmetro médio de Sauter, que resultou em 75 μm . A porosidade do bicarbonato de sódio encontrada foi de 54%, indicando material de porosidade média.

4.2) Caracterização da suspensão.

A suspensão de recobrimento escolhida foi caracterizada de acordo com os métodos especificados no item 3.3.2, e os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2 - Propriedades da suspensão de recobrimento.

Propriedades	Resultados
ρ_s (kg/m^3)	$1032,1 \pm 2,5$
Cs (%)	$10,0 \pm 0,1$

4.3) Ensaio fluidodinâmicos

Foram obtidos gráficos de queda de pressão em função da velocidade de ar para os diferentes parâmetros vibracionais amplitude e frequência de vibração e também para o leito convencional (sem vibração), utilizando as curvas de fluidização decrescentes. Observou-se visualmente que a fluidização do bicarbonato de sódio no leito fluidizado convencional (LFC) apresentou uma qualidade pobre, com a formação de vários canais preferenciais; com a utilização da vibração houve uma perceptível melhora na qualidade de fluidização, ocorrendo a quebra dos canais preferenciais e obtendo-se uma fluidização com controlado borbulhamento.

Para avaliar a reprodutibilidade dos ensaios fluidodinâmicos foram obtidas réplicas das curvas características. As Figuras 4.2 e 4.3 representam as curvas fluidodinâmicas e suas réplicas para amplitude de 0,01 m e 0,02 m, e frequência de 270 rpm e 360 rpm.

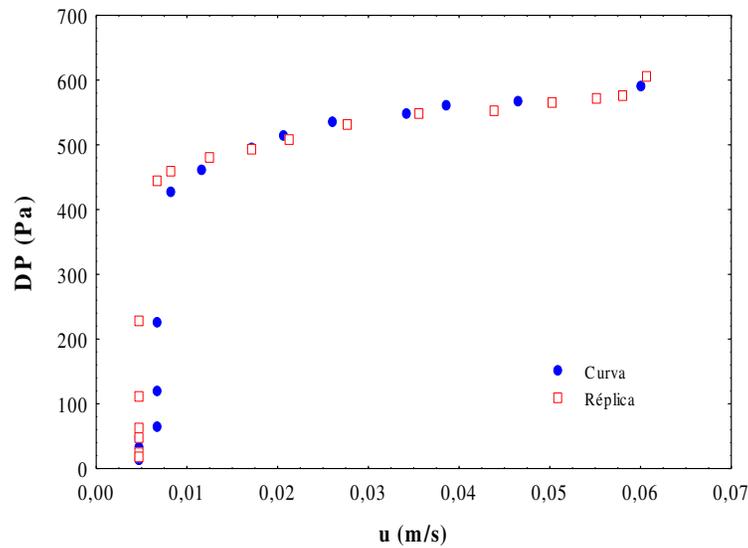


Figura 4.2 – Curva fluidodinâmica e réplica para amplitude de 0,01 m e frequência de 270 rpm.

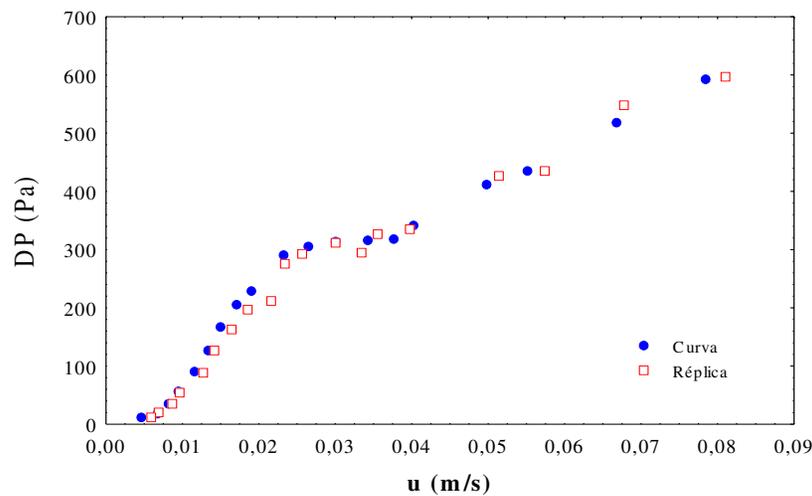


Figura 4.3 – Curva fluidodinâmica e réplica para amplitude de 0,02 m e frequência de 360 rpm.

Pode ser observado pelos gráficos das Figuras 4.2 e 4.3 que as duas curvas apresentaram o mesmo comportamento e ficaram bem próximas, demonstrando reprodutibilidade dos dados.

Conforme explicitado no Capítulo 3, a velocidade de mínima fluidização, tanto no LFC como nos leitos vibrofluidizados foi determinada neste trabalho pelo método gráfico tradicional em leito fluidizado (Kunii e Levenspiel, 1991), Figura 4.4.

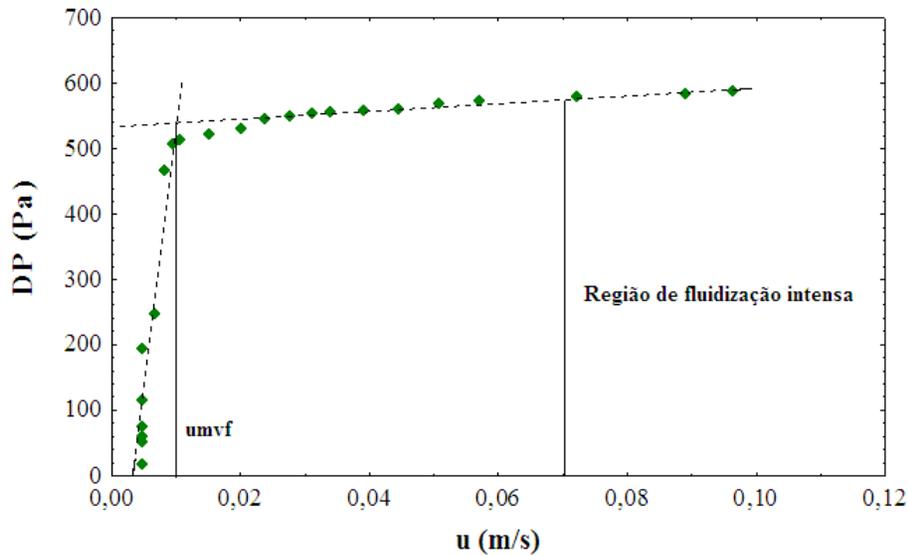


Figura 4.4 - Região de fluidização intensa para a 0,005m e frequência 270 rpm.

Com o aumento da amplitude e frequência máxima, a forma gráfica da fluidodinâmica sofreu alteração e foi observada a presença de duas velocidades de mínima fluidização, onde a primeira caracteriza o movimento do material relacionado aos efeitos da vibração (u_{mvf}) e a segunda é característica da fluidização (u_{mvfc}), em que o ar torna-se suficiente para suspender as partículas (equilíbrio das forças). Considerou-se então a velocidade de mínima vibrofluidização a segunda velocidade encontrada, chamada de velocidade de mínima vibrofluidização completa (Figura 4.6).

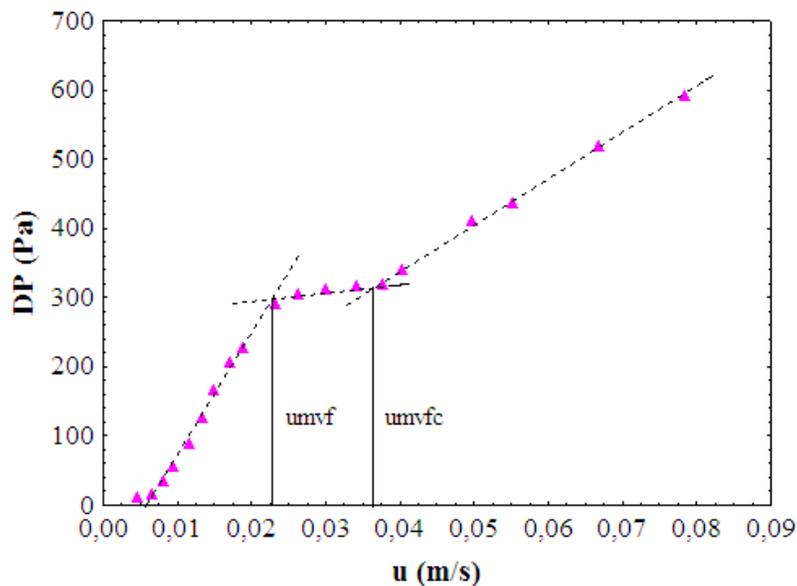


Figura 4.5 - Curva fluidodinâmica para a 0,02 m e f 360 rpm.

Para analisar primeiramente o efeito da frequência de vibração na dinâmica do leito, manteve-se a amplitude constante e variou-se a frequência (Figuras 4.6 a 4.8). A curva fluidodinâmica para o LFC ($a=0$, $f=0$) é também apresentada nessas figuras, para comparação, bem como a velocidade de mínima vibrofluidização, obtida pelo método gráfico, para cada condição.

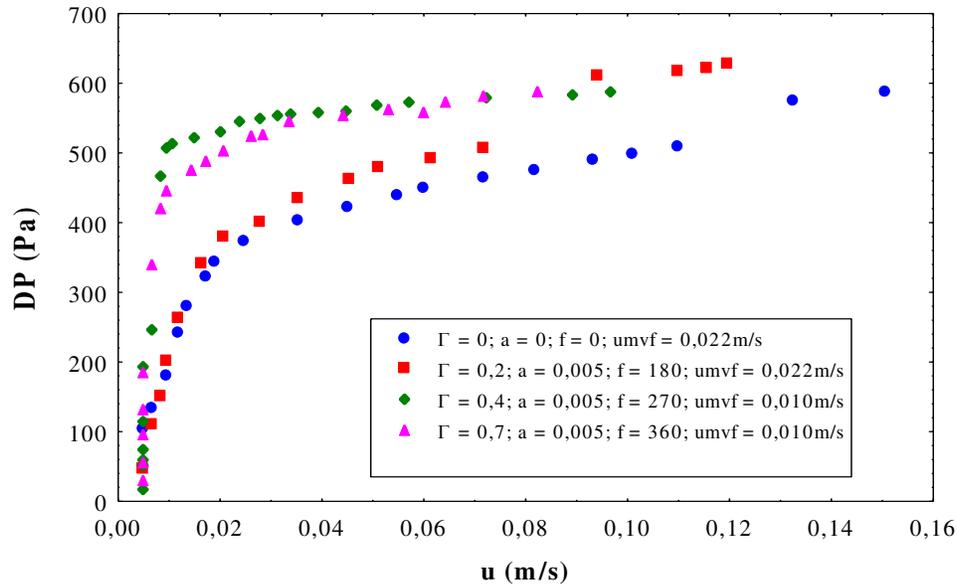


Figura 4.6 - Curva fluidodinâmica com variação de frequência para amplitude de 0,005 m.

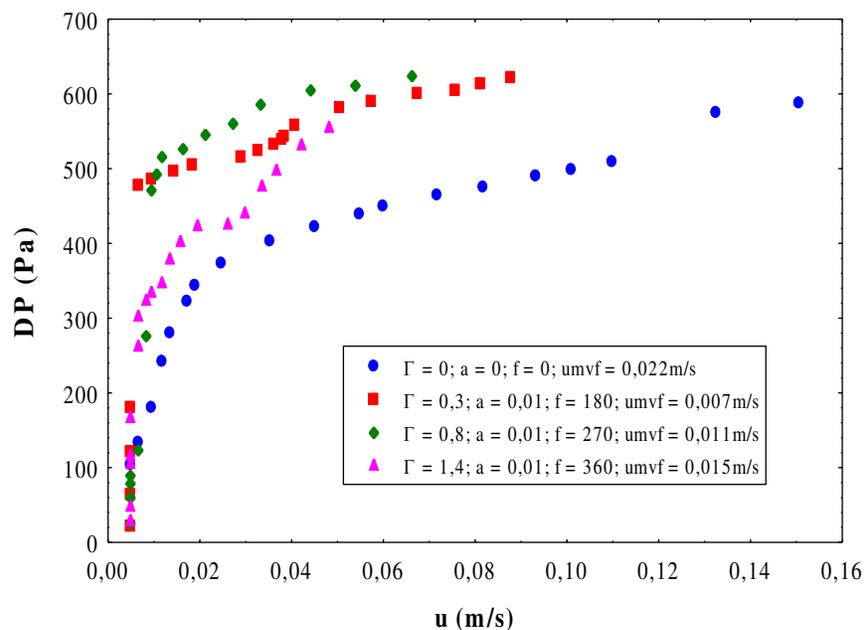


Figura 4.7 - Curva fluidodinâmica com variação de frequência para amplitude de 0,01 m.

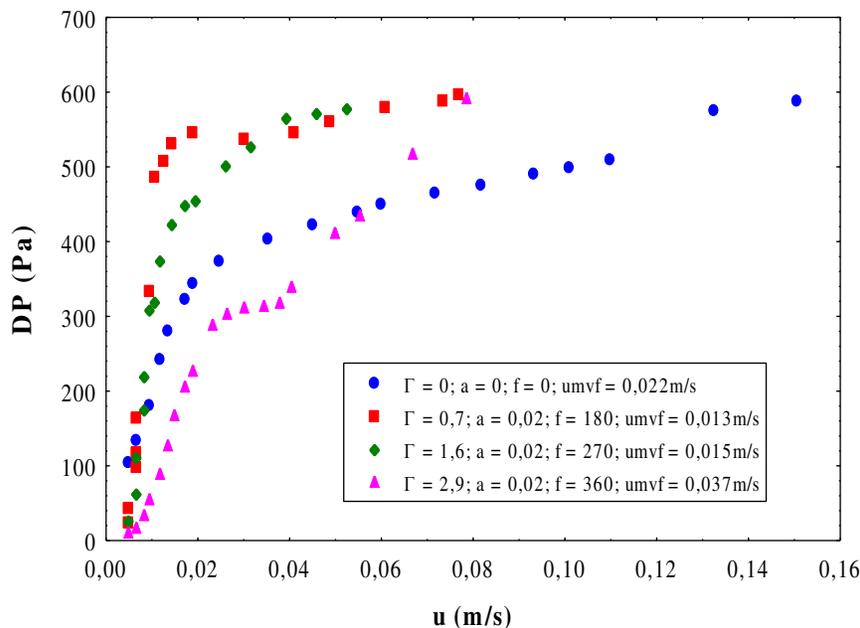


Figura 4.8 - Curva fluidodinâmica com variação de frequência para amplitude de 0,02 m.

Nas Figuras apresentadas observa-se que as curvas fluidodinâmicas são semelhantes às classificadas por Gupta e Mujumdar (1980). Sendo que, para a menor condição de vibração, amplitude 0,005 m e frequência 180 rpm, a curva se assemelhou à do leito fluidizado convencional e, para maior condição de frequência, 360 rpm, e amplitudes 0,01 e 0,02 m, a curva apresentou forma semelhante à curva “c” da Figura 2.5.

Analisando as curvas das Figuras 4.6 e 4.7, em relação à mesma amplitude e frequências crescentes, podemos observar que a queda de pressão do leito em completa fluidização, para as frequências de 180 e 270 rpm, manteve-se num mesmo patamar, acima da queda de pressão para LFC. Apesar de a fluidização iniciar à velocidade do ar menor, a vibração com essas frequências podem ter proporcionado a compactação das partículas, aumentando a queda de pressão no leito. Já para os casos de amplitude e frequência máximas (Figura 4.8), observou-se um decréscimo da queda de pressão em relação à curva do leito fluidizado convencional. Isso porque para frequências e amplitudes muito altas, o efeito conjunto desses parâmetros de vibração proporcionou movimentação das partículas com expansão do leito, eliminando o efeito da compactação verificado para as amplitudes menores.

Para altas velocidades do ar, a queda de pressão tende a se estabelecer no mesmo patamar em todos os casos estudados com vibração. O comportamento descrito só não foi

verificado para o caso em que a amplitude utilizada foi de 0,005 m, Figura 4.4, onde podemos verificar que utilizando também uma baixa frequência, o comportamento da curva fluidodinâmica se assemelhou muito à do leito fluidizado convencional. Porém, mesmo resultando em parâmetros fluidodinâmicos semelhantes, foi possível observar visualmente que a vibração melhorou a qualidade da fluidização do bicarbonato de sódio, diminuindo a presença de aglomerados e canais preferenciais.

As Figuras 4.9 a 4.11 apresentam as curvas fluidodinâmicas em função da variação de amplitude, para as frequências fixas de 180, 270 e 360 rpm, respectivamente.

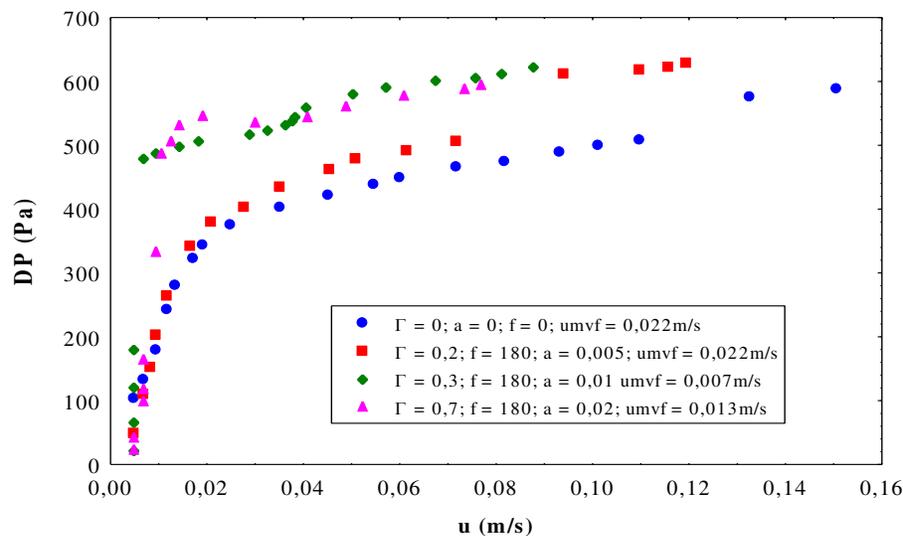


Figura 4.9 - Curva fluidodinâmica com variação de amplitude para frequência de 180 rpm.

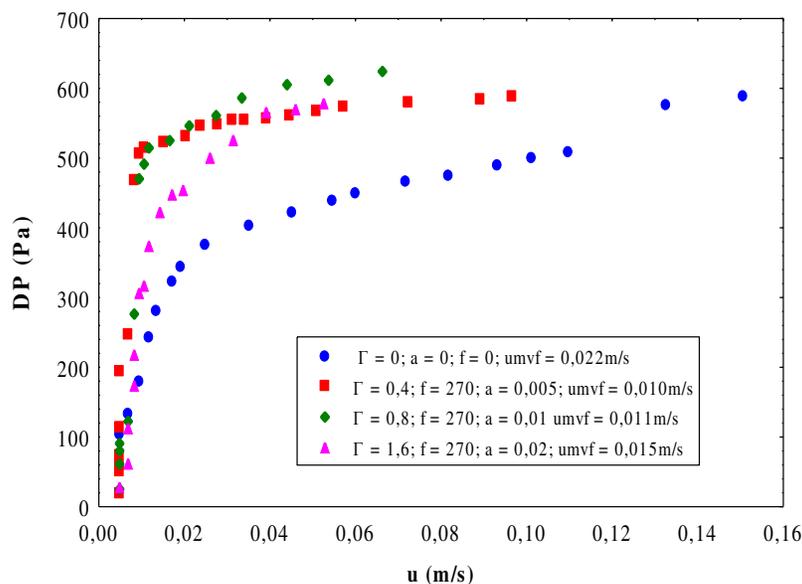


Figura 4.10 - Curva fluidodinâmica com variação de amplitude para frequência de 270 rpm.

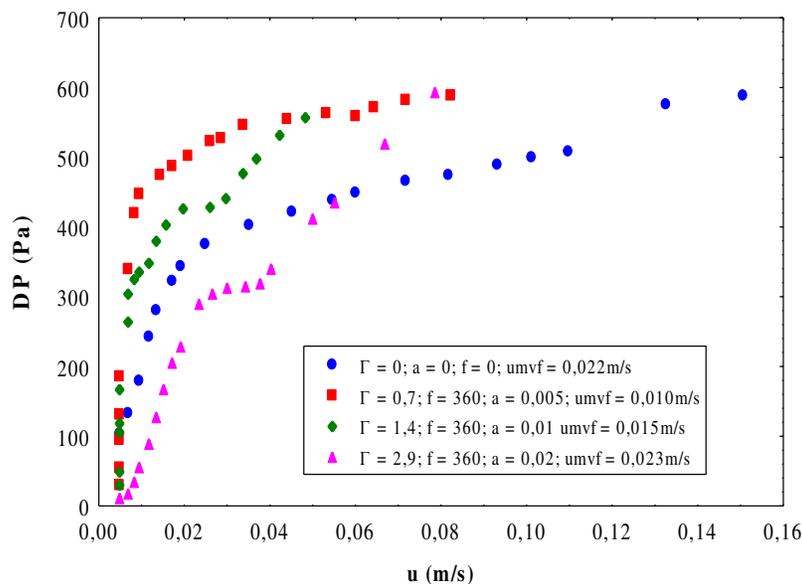


Figura 4.11 - Curva fluidodinâmica com variação de amplitude para frequência de 360 rpm.

Para as frequências intermediárias, Figuras 4.9 e 4.10, o aumento da amplitude não resultou em variação no comportamento da curva fluidodinâmica, sendo a queda de pressão maior que a do LFC evidenciando a ocorrência de compactação das partículas do leito. Da mesma forma que verificado anteriormente na análise das Figuras 4.6 a 4.8, os parâmetros de vibração nos níveis mínimos resultaram em curva fluidodinâmica semelhante à do leito fluidizado convencional (Figura 4.9). Nesse caso, apenas para altas velocidades do ar (acima de $\sim 0,10$ m/s), o efeito da vibração pode ser verificado.

No caso da frequência de 360 rpm, observou-se uma diminuição da queda de pressão com o aumento da amplitude, o que já foi observado em trabalhos de Gupta e Mujumdar (1980) e Daleffe (2005). Para alta frequência, o efeito da amplitude fica mais pronunciado e a queda de pressão diminui pela maior facilidade de expansão do leito. De acordo com a literatura, para altas frequências e amplitudes pode ocorrer o deslocamento do leito de partículas apenas com a vibração.

Na Tabela 4.3 são mostradas as velocidades de mínima vibrofluidização e as massas de material elutriado para cada caso.

Tabela 4.3 - Velocidades de mínima vibrofluidização e massa de material elutriado para diferentes parâmetros vibracionais.

Parâmetros – a (m) e f (rpm)	u_{mvf} (m/s)	m_{elut} (g)
$\Gamma = 0$ (a 0 f 0)	0,022	53,2
$\Gamma = 0,2$ (a 0,005 f 180)	0,022	17,3
$\Gamma = 0,4$ (a 0,005 f 270)	0,010	27,2
$\Gamma = 0,7$ (a 0,005 f 360)	0,010	32,6
$\Gamma = 0,3$ (a 0,01 f 180)	0,007	32,9
$\Gamma = 0,8$ (a 0,01 f 270)	0,011	13,3
$\Gamma = 1,4$ (a 0,01 f 360)	0,015	8,5
$\Gamma = 0,7$ (a 0,02 f 180)	0,013	12,3
$\Gamma = 1,6$ (a 0,02 f 270)	0,015	14,2
$\Gamma = 2,9$ (a 0,02 f 360)	0,036	30,4

Observou-se que em alguns casos, que houve diferença no valor da velocidade de mínima vibrofluidização para um mesmo número adimensional de vibração, demonstrando que as partículas se comportam de modo diferente dependendo da variação da amplitude e frequência e não só com a variação do adimensional, conforme observado também por Daleffe (2005) e Meili (2009).

De forma geral, observou-se uma menor velocidade de vibrofluidização em relação à velocidade de mínima fluidização no leito fluidizado convencional. Apenas para os parâmetros no nível mínimo, amplitude 0,005 m e frequência 180 rpm, o comportamento fluidodinâmico se assemelhou muito ao do leito fluidizado convencional, resultando em uma mesma velocidade de vibrofluidização. E também, para amplitudes de 0,01m e 0,02 m e frequência 360 rpm, em que a velocidade foi maior que a do LFC, o que pode ser explicado pela forma de obtenção da u_{mvf} pela ocorrência de dois pontos de mínima fluidização no gráfico (Figura 4.5). Pelos resultados apresentados, pode-se observar ainda que para amplitude de 0,005 m, a velocidade de vibrofluidização foi a mesma para frequências de 270 e 360 rpm, demonstrando que a frequência não teve influência sobre a mesma. Para as outras amplitudes utilizadas, a velocidade de mínima vibrofluidização aumentou com o aumento da frequência de vibração, como previsto na literatura (DALEFFE, 2005).

Em relação à massa de partículas elutriadas, houve uma grande redução comparada ao leito fluidizado convencional. Para amplitudes de 0,005 e 0,02 m, a massa

elutriada aumentou com o aumento da frequência de vibração e o inverso ocorreu para amplitude de 0,01 m. Portanto, não se observou um padrão único de comportamento; entretanto, a menor redução em relação ao LFC foi de 38,72 % e a maior foi de 84,02 %, evidenciando a vantagem do LVF em relação ao LFC, mantendo as partículas finas fluidizadas e minimizando a elutriação.

Outro parâmetro fluidodinâmico determinado neste trabalho foi a velocidade de mínima mistura, exceto para os casos em que $\Gamma > 1$, para os quais esse parâmetro não é definido. A velocidade de mínima mistura só é computada para valores de adimensional de vibração menores ou iguais a um, pois para $\Gamma \geq 1$ a vibração é capaz de promover o movimento das partículas sem a necessidade da vazão de ar (GUPTA e MUJUMDAR, 1980). Calculou-se também a velocidade de mínima vibrofluidização pela Equação 2.22 (JINESCU *et al.*, 2000), determinando-se os parâmetros da Equação por ajuste dos dados experimentais. Os valores são apresentados na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 - Velocidade de mínima mistura e velocidade mínima vibrofluidização obtida por correlação.

Parâmetros – a (m) e f (rpm)	u_{mm} (m/s) (Observação visual)	u_{mvf} (m/s) (Eq. 2.22)
$\Gamma = 0$ (a 0 f 0)	0,019	-
$\Gamma = 0,4$ (a 0,005 f 270)	0,005	0,005
$\Gamma = 0,7$ (a 0,005 f 360)	0,008	0,006
$\Gamma = 0,3$ (a 0,01 f 180)	0,008	0,010
$\Gamma = 0,8$ (a 0,01 f 270)	0,010	0,010
$\Gamma = 1,4$ (a 0,01 f 360)	-	0,011
$\Gamma = 0,7$ (a 0,02 f 180)	0,009	0,018
$\Gamma = 1,6$ (a 0,02 f 270)	-	0,020
$\Gamma = 2,9$ (a 0,02 f 360)	-	0,033

Para realizar a estimativa dos parâmetros da Equação 2.22 (JINESCU *et al.*, 2000), foram utilizados os valores experimentais encontrados de velocidade de mínima vibrofluidização, desconsiderando-se o ponto relativo aos níveis mínimos de vibração, por este fornecer a mesma velocidade de mínima fluidização do leito convencional, caracterizando uma falta de influência da vibração sobre a velocidade de mínima vibrofluidização. As Figuras 4.12 e 4.13 mostram os gráficos dos valores preditos versus

valores observados e dos valores preditos versus valores residuais para a estimativa dos parâmetros da Equação 2.22.

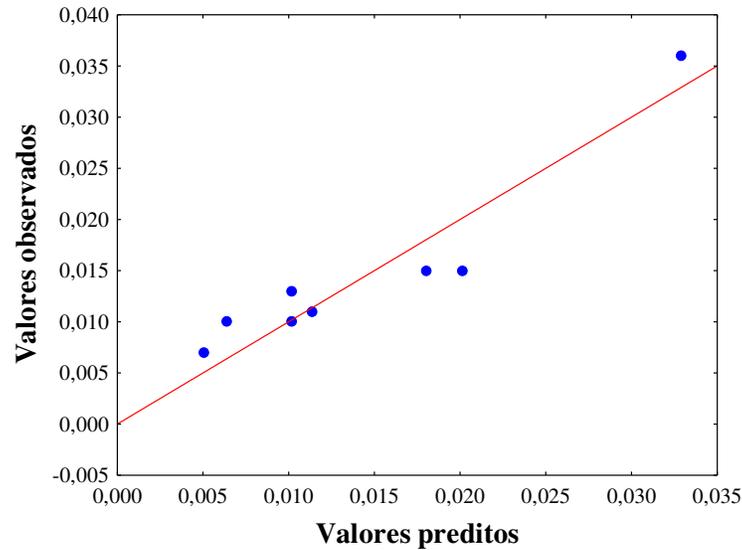


Figura 4.12 - Valores preditos versus valores observados para u_{mvf} - Equação 2.22.

Pode ser observado na Figura 4.12 que os pontos se encontram bem espalhados em torno da reta e apresentando valores próximos, e na Figura 4.13, os pontos se encontram bem espalhados em torno da reta, sem nenhuma tendência; evidenciando um bom ajuste dos dados experimentais à Equação 2.22. O coeficiente de correlação foi de 0,94.

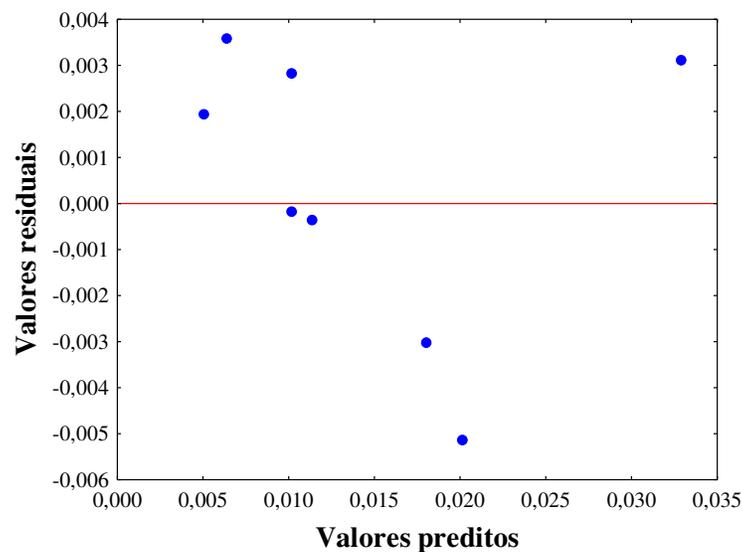


Figura 4.13 - Valores preditos versus valores residuais para u_{mvf} - Equação 2.22.

Na Tabela 4.5 são apresentados os valores encontrados para os parâmetros da Equação 2.22.

Tabela 4.5 - Parâmetros estimados para a Equação 2.22.

Parâmetros	j_1	j_2
Valor estimado	0,0137	-0,826

Portanto, para o bicarbonato de sódio, a Equação 4.1 pode ser utilizada para estimar u_{mvf} , em m/s, na faixa de condições de vibração utilizadas neste trabalho (JINESCU *et al.*, 2000).

$$u_{mvf} = 0,0137(\Gamma)^{0,826} \quad (4.1)$$

A análise fluidodinâmica deve dar suporte para a definição das condições de operação nos ensaios de recobrimento. Tomando como base a maior velocidade de mínima vibrofluidização encontrada, 0,036 m/s, adotou-se como velocidade de operação para os ensaios de recobrimento o valor 1,5 vezes essa u_{mvf} , que resultou em uma fluidização vigorosa, com boa circulação dos sólidos no leito, sem a presença de caminhos preferenciais. Deve-se salientar que essa velocidade foi escolhida para tentar garantir uma boa fluidização em todas as condições operacionais utilizadas, sem levar em conta a análise energética do processo, que não foi objetivo deste trabalho.

4.4) Recobrimento e aglomeração do bicarbonato de sódio

A Tabela 4.6 mostra que ocorreu crescimento percentual das partículas de bicarbonato abrangendo uma faixa bastante ampla, de 6,69% a 44,50%, dependendo das condições de operação.

Um crescimento na faixa de 6,69% até 9,95% (corridas 8, 12, 14, 11 e 10) pode ser considerado como um recobrimento tipo filme, que em geral apresenta crescimentos entre 2% e 8% (DONIDA, 2000). Nas corridas citadas, pode-se inferir, através da Tabela 4.6, que partículas individuais foram recobertas pela suspensão aplicada. Para os demais ensaios, os altos valores de crescimento indicam a ocorrência de aglomeração das partículas

individuais pela formação e posterior secagem de pontes líquidas ligando uma ou várias partículas.

Tabela 4.6 - Resultados de crescimento das partículas, índice de escoabilidade, ângulo de repouso e índice de torrões.

Ensaio	a (cm)	f (rpm)	T (°C)	ds (mm)	δ (%)	IE (mm)	AR (°)	I_{torr} (%)
13	0,40	270	70	96,12	26,51	4	8 ± 1	4,64
5	0,75	220	75	93,32	22,80	4	7 ± 1	3,71
1	0,75	220	65	94,39	24,23	16	17 ± 1	2,09
7	0,75	320	75	90,51	19,13	8	16 ± 1	6,27
3	0,75	320	65	91,9	20,95	18	19 ± 1	2,28
11	1,25	186	70	83,49	9,88	4	9 ± 1	3,90
10	1,25	270	79	83,54	9,95	9	11 ± 1	2,70
15	1,25	270	70	109,79	44,50	8	8 ± 1	2,82
16	1,25	270	70	108,8	43,46	8	7 ± 1	3,23
17	1,25	270	70	110,02	44,80	7	8 ± 1	2,67
9	1,25	270	61	98,35	29,40	10	12 ± 1	2,09
12	1,25	354	70	81,9	7,79	9	11 ± 1	2,05
6	1,75	220	75	90,79	19,49	9	10 ± 1	3,26
2	1,75	220	65	80,32	25,72	9	10 ± 1	2,06
8	1,75	320	75	81,07	6,69	10	7 ± 1	1,40
4	1,75	320	65	94,7	24,60	12	11 ± 1	1,88
14	2,00	270	70	81,93	7,83	9	9 ± 1	0,82

Na Figura 4.14 pode ser observada a distribuição granulométrica para o bicarbonato de sódio puro e para os resultados dos experimentos 8 e 16, que representam o menor e o maior crescimento, respectivamente.

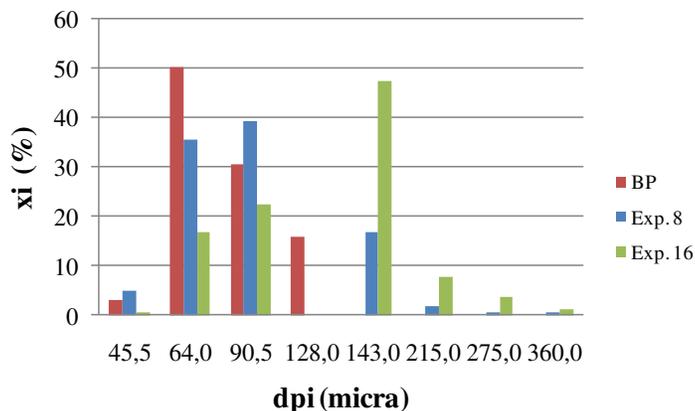


Figura 4.14 - Distribuição granulométrica para o bicarbonato de sódio puro e resultados dos experimentos 8 e 16.

A análise de imagens das partículas antes e após o processo mostraram que de fato ocorreram 2 mecanismos diferentes, em função das condições de operação (Figuras 4.15 a 4.19).

As Figuras 4.15 a 4.19 apresentam visualmente as diferenças entre os produtos após o processo e o bicarbonato puro.

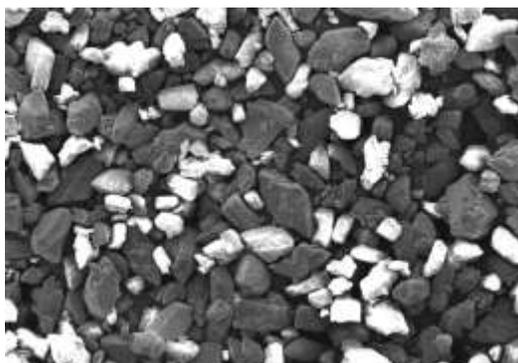


Figura 4.15 - Bicarbonato puro, ampliado 250x.

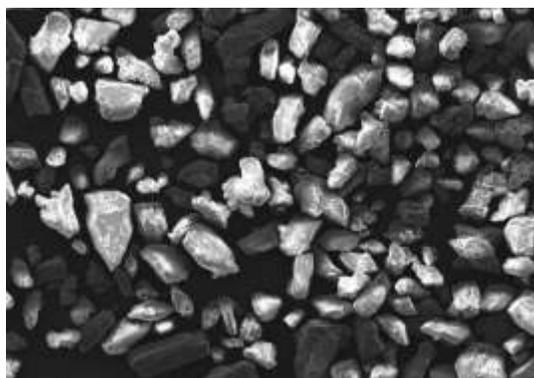


Figura 4.16 - Ensaio 8, ampliado 250x.

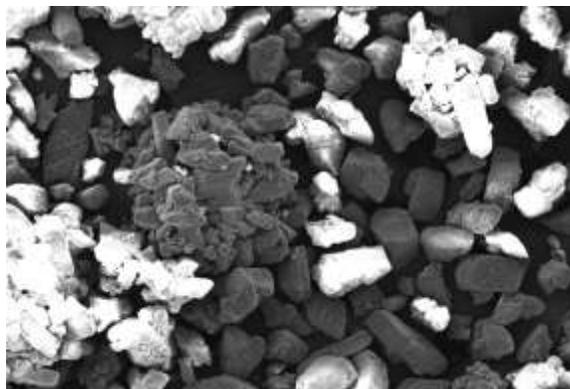


Figura 4.17 - Ensaio 4, ampliado 250x.

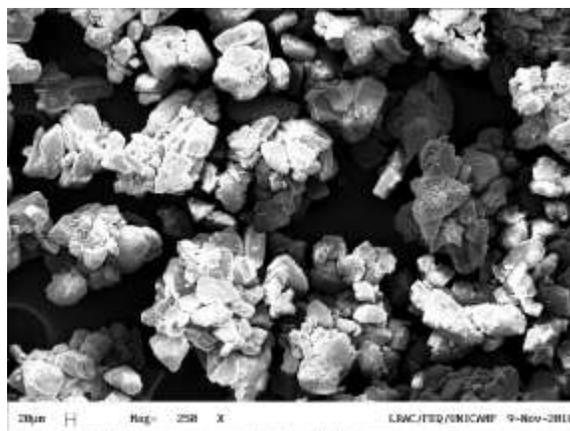


Figura 4.18 - Ensaio 15, ampliado 250x.

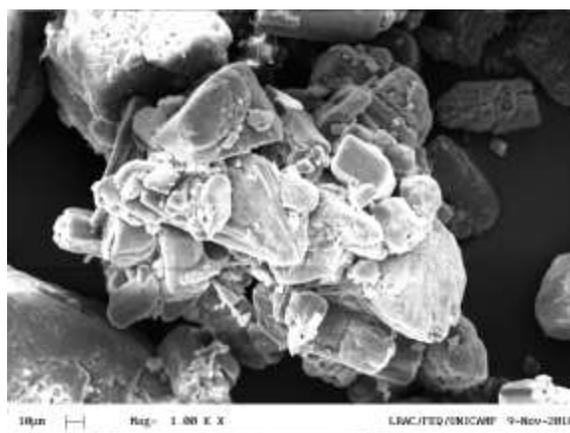


Figura 4.19 - Ensaio 15, ampliado 1000x.

A Figura 4.20 mostra o processo de aglomeração por nucleação, como já explicitado no Capítulo 2, segundo Kadam (1991), que resulta da aderência de pequenas

partículas pela formação de pontes líquidas e sólidas entre elas; este mecanismo promove a formação de partículas maiores, chamadas de grânulos.

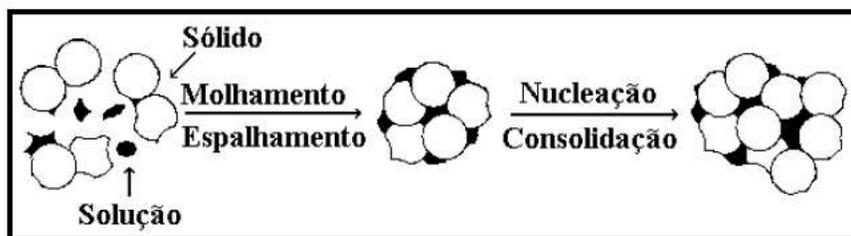


Figura 4.20 – Mecanismo de aglomeração por nucleação, adaptado de Kadam (1991).

Pode ser observado que para o experimento 8 (Figura 4.16), em que o crescimento foi pequeno, ocorreu apenas o processo de recobrimento das partículas individuais de bicarbonato, não se verificando aglomeração; para o experimento 4 (Figura 4.17), com crescimento médio, algumas partículas foram individualmente recobertas e ocorreu também a formação de alguns grânulos; e para o experimento 15 (Figuras 4.18 e 4.19), de maior crescimento, pode-se verificar a ocorrência do processo de aglomeração das partículas. Comparando-se as Figuras 4.17 a 4.19 com a Figura 4.20, pode-se afirmar que o mecanismo de crescimento das partículas nos ensaios onde ocorreu aglomeração foi o de nucleação.

Nas Figuras de 4.21 a 4.24, pode-se observar a superfície das partículas antes e após o processo. Os resultados mostram que, mesmo os experimentos que resultaram em crescimento baixo apresentaram um filme na superfície da partícula, tornando-a mais lisa e uniforme em relação ao bicarbonato puro.

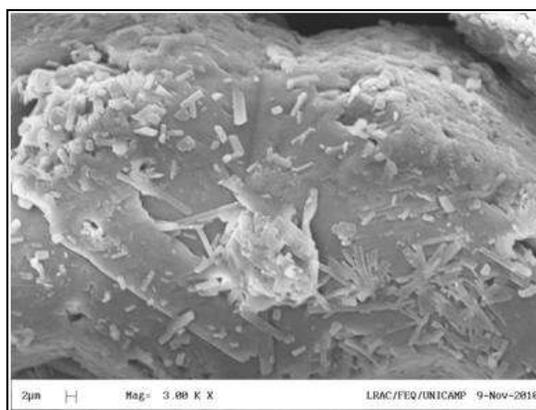


Figura 4.21 - Bicarbonato puro, ampliado 3000x.

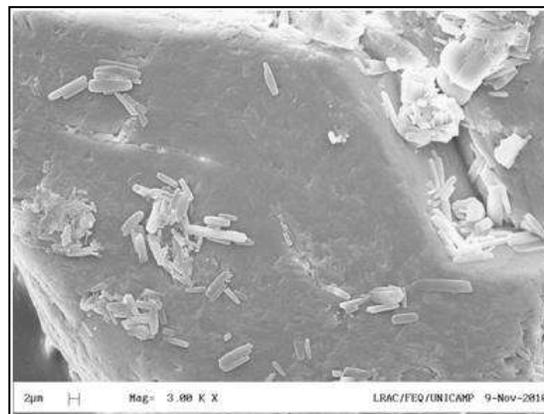


Figura 4.22 - Ensaio 8, ampliado 3000x.

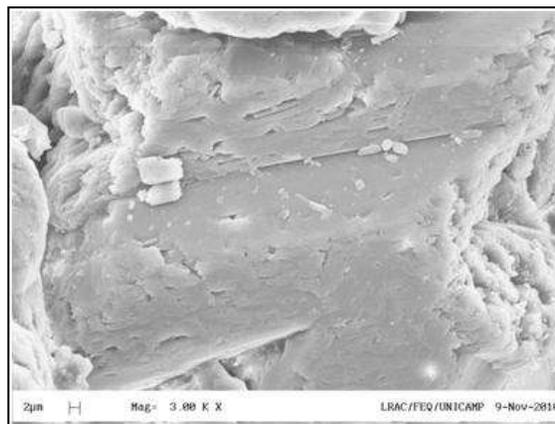


Figura 4.23 - Ensaio 4, ampliado 3000x

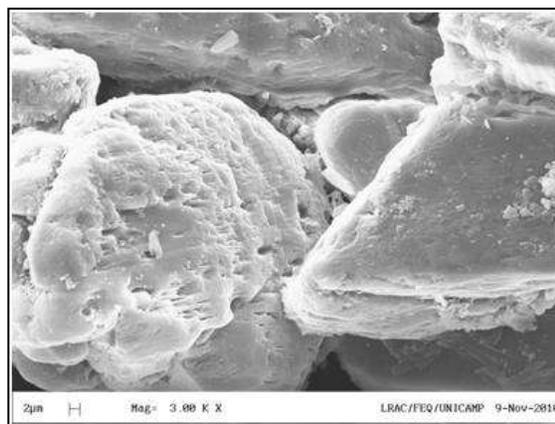


Figura 4.24 - Ensaio 15, ampliado 3000x.

4.4.1) Influência das condições operacionais

Durante os experimentos, a influência das condições operacionais foi observada na fluidodinâmica e no processo de recobrimento. Não foi possível alcançar o tempo total de atomização pré-estabelecido de 10 min, continuamente, sem comprometimento da dinâmica do leito. Por isso, foram feitas intermitências na alimentação da suspensão de recobrimento, até que visualmente se observasse a restauração da estabilidade dinâmica do leito para então, restabelecer a atomização para continuação do processo. Ressalta-se que as diferenças entre as intermitências dos diferentes experimentos podem ser fontes de variabilidade.

As Figuras 4.25, 4.26 e 4.27 apresentam a influência de cada condição operacional no crescimento da partícula, mantendo as outras variáveis constantes.

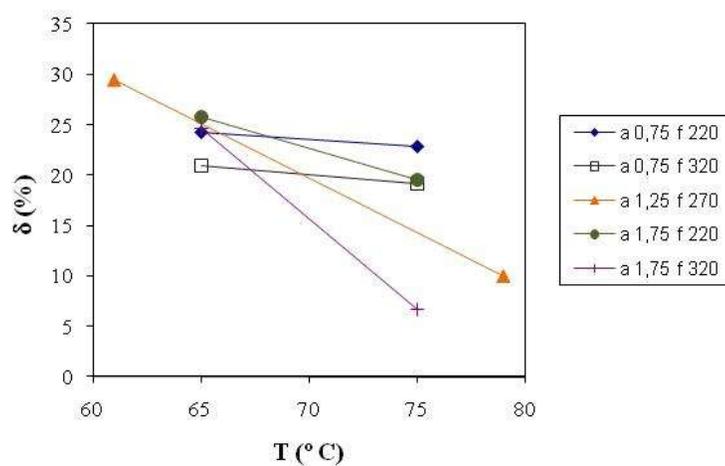


Figura 4.25 – Influência da temperatura do ar no crescimento da partícula.

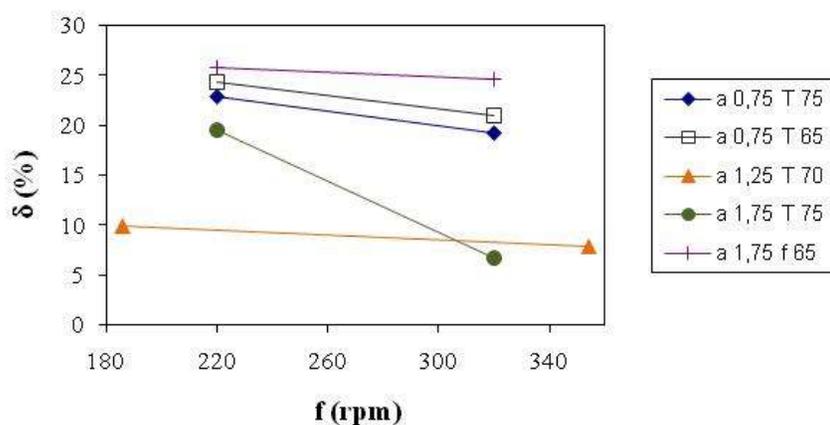


Figura 4.26 – Influência da frequência de vibração no crescimento da partícula.

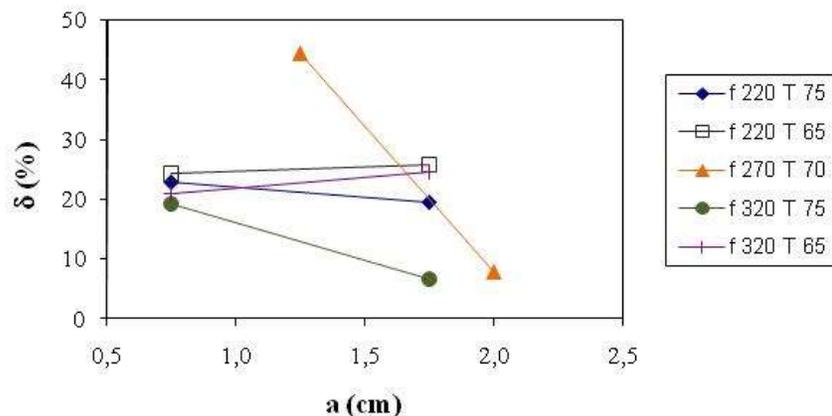


Figura 4.27 – Influência da amplitude de vibração no crescimento da partícula.

Os resultados da Figura 4.25 mostram que a temperatura do ar de secagem afeta o crescimento da partícula. Em geral, o crescimento foi menor com temperaturas altas, provavelmente devido à secagem das gotas da suspensão de recobrimento antes de alcançar as partículas, resultando na elutriação das mesmas. Também pode ser observado que o efeito da temperatura do ar de secagem é menos expressivo para amplitudes baixas.

Na Figura 4.26 pode ser observado que o aumento da frequência teve uma tendência de diminuir o crescimento da partícula, principalmente nos casos de altas amplitudes de vibração e temperatura do ar, que ocasionaram um maior efeito de atrição no leito.

E, observando o efeito da amplitude no crescimento da partícula na Figura 4.27, pode ser verificado que, em alguns casos, o crescimento permaneceu constante e em outros diminuiu com o aumento da amplitude. Aumentando a amplitude de vibração, a resposta diminuiu bruscamente para os experimentos conduzidos com altas frequências de vibração e temperatura do ar.

Para todos os casos, os resultados indicam que ocorre um efeito conjunto das variáveis independentes na resposta crescimento da partícula.

Os resultados das Figuras 4.25, 4.26 e 4.27 confirmam o efeito do aumento da elutriação e atrição dentro do leito com a possível quebra das partículas em condições de altas temperaturas e parâmetros vibracionais. A observação das figuras indica que a eficiência do processo (com relação ao crescimento) é melhorada com baixas temperaturas de ar e baixos valores dos parâmetros vibracionais. O limite para diminuir estes parâmetros

se encontra na estabilidade dinâmica do leito, que por sua vez, é melhorada com frequências e amplitudes de vibração altas.

As Figuras 4.28 a 4.33 apresentam a influência das condições operacionais no índice de escoabilidade das partículas e no ângulo de repouso, respectivamente, mantendo as outras variáveis constantes.

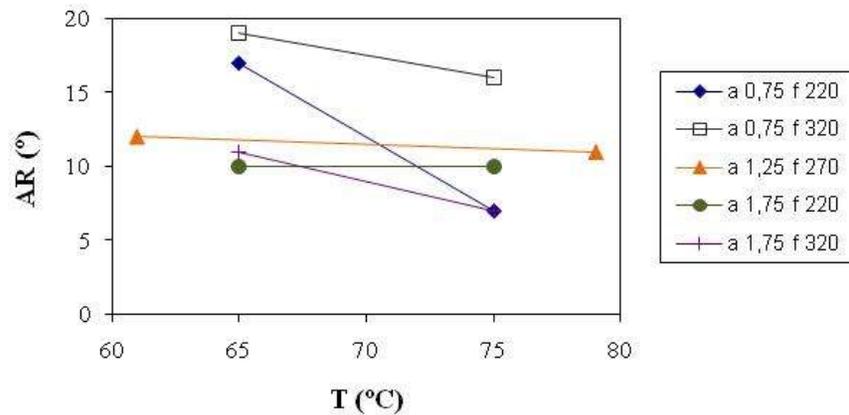


Figura 4.28 – Influência da temperatura do ar no ângulo de repouso.

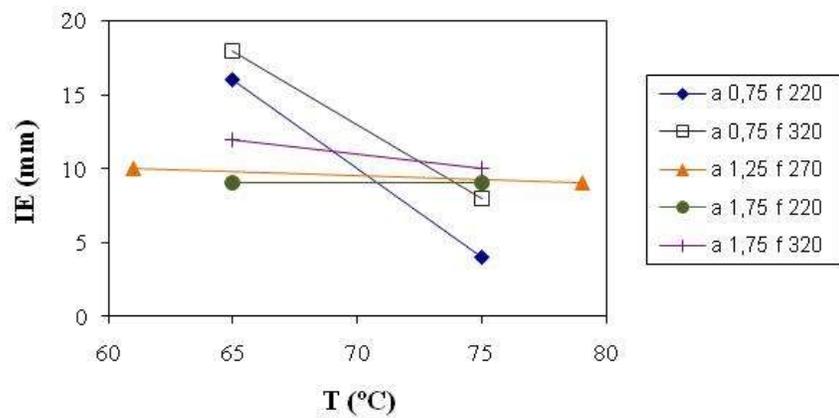


Figura 4.29 – Influência da temperatura do ar no índice de escoabilidade.

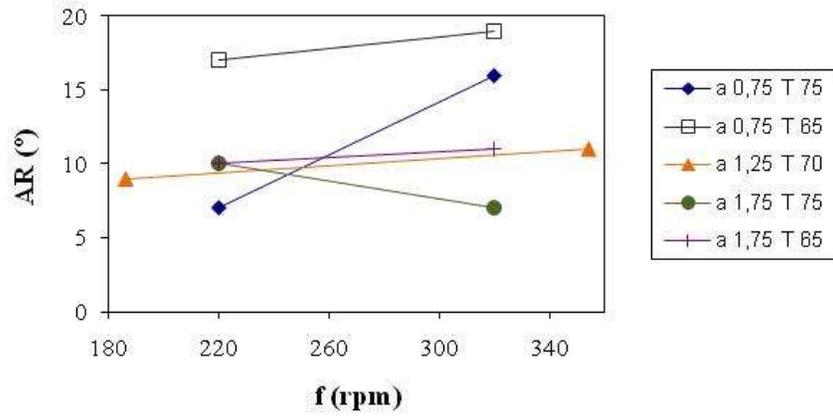


Figura 4.30 – Influência da frequência no ângulo de repouso.

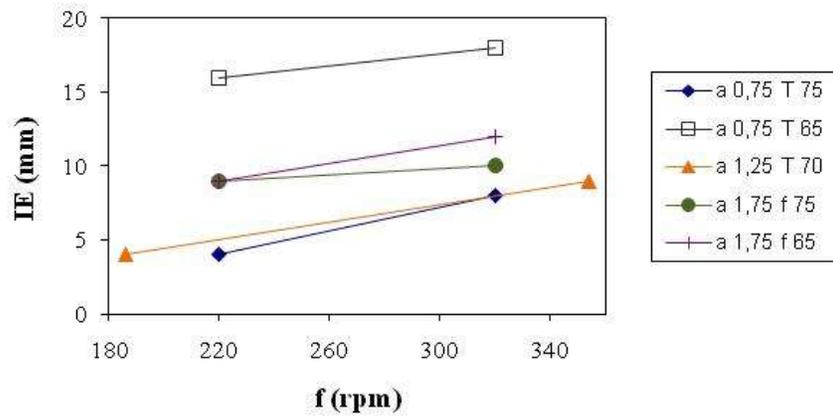


Figura 4.31 – Influência da frequência de vibração no índice de escoabilidade.

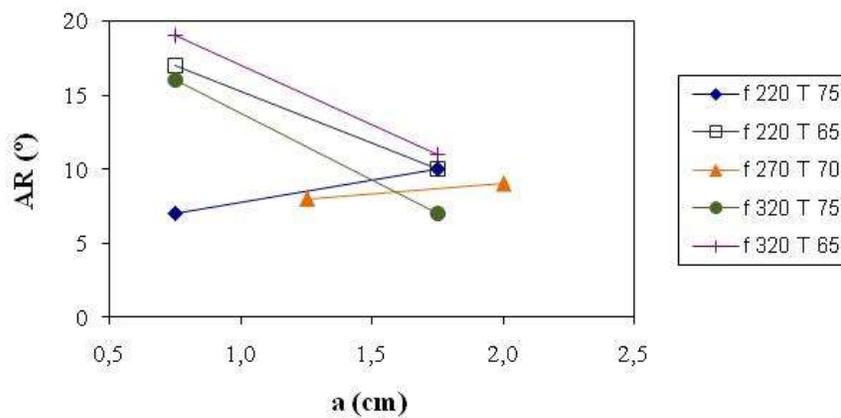


Figura 4.32– Influência da amplitude no ângulo de repouso.

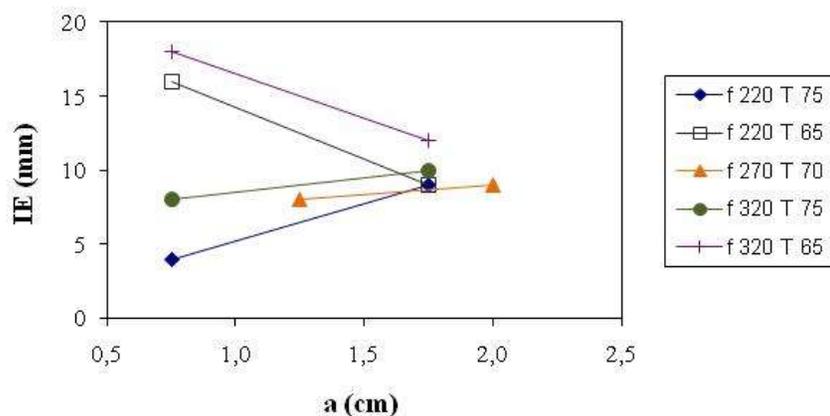


Figura 4.33 – Influência da amplitude de vibração no índice de escoabilidade.

O índice de escoabilidade e o ângulo de repouso são diferentes maneiras de se avaliar a fluidez de um material particulado. Salienta-se que quanto menores estes índices, melhor é a fluidez do material. Portanto, o mesmo comportamento qualitativo é esperado para essas duas propriedades.

As Figuras 4.28 e 4.29 mostram que o aumento da temperatura do ar resultou em menores valores de ângulo de repouso e índice de escoabilidade, principalmente com amplitudes de vibração baixas. A secagem da suspensão de recobrimento é mais efetiva com altas temperaturas do ar, melhorando as características de fluidez do material.

Pode ser observado nas Figuras 4.30 e 4.31 que, em geral, o aumento da frequência de vibração resulta em um aumento do ângulo de repouso e do índice de escoabilidade. Isto pode ser explicado pela possibilidade de quebra das partículas (tendência de menor crescimento, como pode ser visto na Figura 4.26), devido à compressão das partículas dentro do leito com altas frequências de vibração e, conseqüentemente, piorando a fluidez. Entretanto, comparando os valores da Tabela 4.5 com o ângulo de repouso e índice de escoabilidade do bicarbonato de sódio sem recobrimento (19° e 20 mm, respectivamente), todos os valores foram menores, demonstrando que a camada de recobrimento favorece as características de fluidez do material.

O aumento da amplitude de vibração em geral causou uma diminuição no ângulo de repouso e índice de escoabilidade, porém houve casos em que o efeito contrário aconteceu (como mostram as Figuras 4.32 e 4.33), evidenciando interações com outras variáveis independentes.

As Figuras 4.34, 4.35 e 4.36 apresentam a influência de cada condição operacional no índice de torrões, mantendo as outras variáveis constantes.

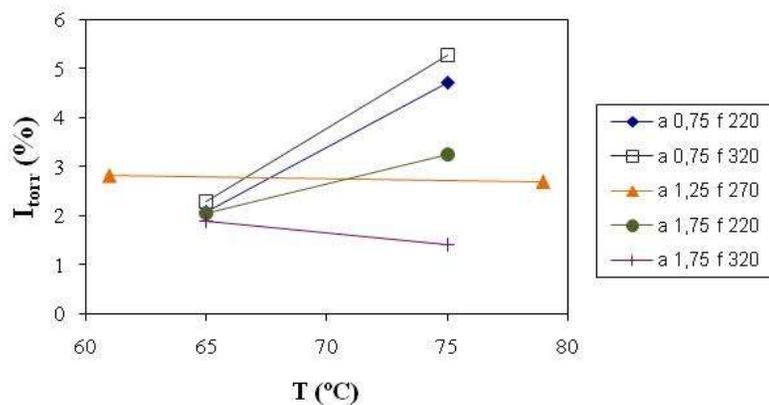


Figura 4.34 – Influência da temperatura do ar no índice de torrões.

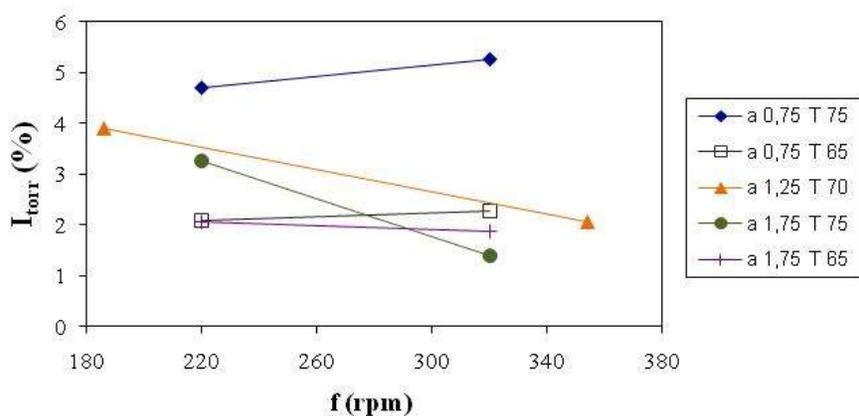


Figura 4.35 – Influência da frequência de vibração no índice de torrões.

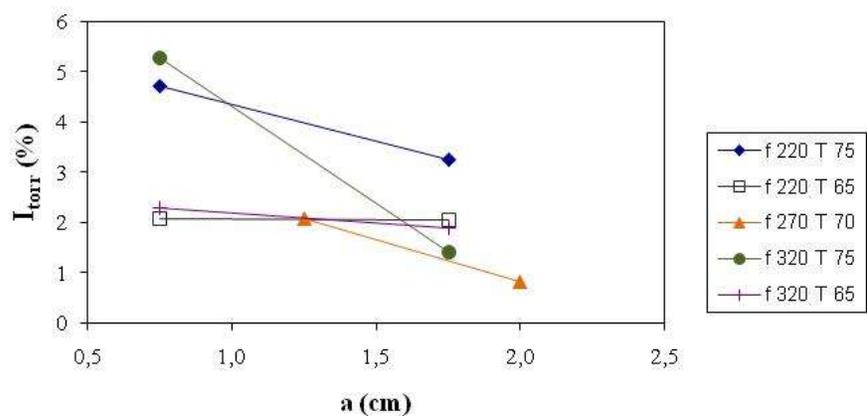


Figura 4.36 – Influência da amplitude de vibração no índice de torrões.

Os torrões formados durante o processo correspondem às partículas umidificadas que vão se aderindo umas às outras, através de pontes líquidas e também devido à agregação de partículas e suspensão no bico atomizador. O intervalo do índice de torrões foi de 0,84% a 6,27%, valor muito pequeno se comparado à massa de partículas alimentada ao leito (450g). Nos trabalhos de Costa (2009) e Cunha (2009) também foram encontradas variações similares de índice de torrões, evidenciando que este índice é comum em diferentes processos de recobrimento.

Pode ser observado na Figura 4.34 que, em geral, o aumento da temperatura do ar resultou em maiores valores de índice de torrões, principalmente com amplitudes de vibração baixas.

As Figuras 4.35 e 4.36 mostram que também, em geral, o aumento da frequência e amplitude de vibração resultam em uma diminuição do índice de torrões. A possibilidade de quebra das partículas devido à compressão das mesmas dentro do leito com altas frequências de vibração pode ser uma explicação para esse comportamento. Todos os resultados para o índice de torrões também indicam que há interações entre as variáveis independentes nessa resposta do processo. A Tabela 4.7 apresenta os resultados de massa elutriada e índice de Hausner de acordo com as condições operacionais estudadas.

Tabela 4.7 - Resultados de massa elutriada e índice de Hausner.

Exp.	a (cm)	f (rpm)	T (°C)	Melut (g)	IH
9	0,40	270	70	137,6	1,14
5	0,75	220	75	59,1	1,15
1	0,75	220	65	60,7	1,09
7	0,75	320	75	69,2	1,13
3	0,75	320	65	67,6	1,13
11	1,25	186	70	56,3	1,14
14	1,25	270	79	23,2	1,14
15	1,25	270	70	8,4	1,13
16	1,25	270	70	9,7	1,13
17	1,25	270	70	9,2	1,13
13	1,25	270	61	33,6	1,14
12	1,25	354	70	65,8	1,15
6	1,75	220	75	71,9	1,15
2	1,75	220	65	22,1	1,09
8	1,75	320	75	12,5	1,14
4	1,75	320	65	21,5	1,14
10	2,10	270	70	34,4	1,14

O índice de Hausner também é um parâmetro que avalia a fluidez do material particulado. Em todos os experimentos obteve-se IH entre 1,09-1,25, indicando que o material recoberto apresenta boa fluidez, sendo que o material puro apresenta um IH de 1,29, que indica média fluidez; evidenciando mais uma vez que o recobrimento melhora a fluidez das partículas. Em relação à massa de elutriado, não se verifica um padrão de comportamento. Pode-se observar que a maior quantidade elutriada foi obtida para o experimento com temperatura e frequência médias ($T = 70^{\circ}\text{C}$ e $f = 270$ rpm) e baixa amplitude ($a = 0,4$ cm). A razão mais provável para essa maior elutriação é que, com a baixa amplitude utilizada a dinâmica do leito vibrofluidizado ainda se assemelha ao leito fluidizado convencional; visto que para todas as outras condições a massa elutriada observada foi bem menor.

4.4.2) Planejamento experimental

Na Tabela 4.8 é apresentada a matriz de experimentos e as variáveis de resposta escolhidas para avaliar com métodos estatísticos o desempenho do processo.

Tabela 4.8 - Matriz de experimentos e respostas crescimento, ângulo de repouso e índice de torrões.

Experimentos	a (cm)	f (rpm)	T ($^{\circ}\text{C}$)	δ (%)	AR ($^{\circ}$)	I _{torr} (%)
1	-1	-1	-1	24,23	17	2,09
2	+1	-1	-1	25,72	10	2,06
3	-1	+1	-1	20,95	19	2,28
4	+1	+1	-1	24,60	11	1,88
5	-1	-1	+1	22,80	7	3,71
6	+1	-1	+1	19,49	10	3,26
7	-1	+1	+1	19,13	16	6,27
8	+1	+1	+1	6,69	10	1,40
9	-1.68	0	0	29,40	8	4,64
10	+1.68	0	0	9,95	9	0,82
11	0	-1.68	0	9,88	9	3,90
12	0	+1.68	0	7,79	11	2,05
13	0	0	-1.68	26,51	12	2,09
14	0	0	+1.68	7,83	11	2,70
15	0	0	0	44,50	8	2,82
16	0	0	0	43,46	7	3,23
17	0	0	0	44,80	8	2,67

Não foi feita a análise estatística para o índice de escoabilidade por essa propriedade apresentar as mesmas tendências que o ângulo de repouso.

Pode ser observado na Tabela 4.8 que obteve-se uma boa reprodutibilidade dos dados nos experimentos equivalentes ao ponto central (experimentos 15, 16 e 17).

Os efeitos das variáveis operacionais de entrada nas respostas consideradas foram analisadas com o auxílio do software STATISTICA® 7.0, onde os tratamentos dos dados foram submetidos ao critério de análise pelo erro puro, que é aquele calculado a partir das corridas no ponto central. Para a análise estatística dos resultados foi estabelecido o limite de confiança de 95% ($\alpha=0,05$).

Como o processo resultou em uma faixa muito ampla de crescimento das partículas, evidenciando a presença de dois mecanismos, recobrimento e aglomeração, como já discutido no item 4.4.1, a análise estatística foi utilizada apenas para avaliar a influência das variáveis nas respostas estudadas; pois na tentativa de se predizer o modelo empírico foi verificada falta de ajuste.

Deste modo serão apresentados os efeitos estimados e o gráfico de pareto para analisar as influências das variáveis independentes sobre as respostas analisadas. Para um melhor entendimento dos resultados, a análise estatística é apresentada separadamente para cada resposta.

4.4.2.1) Análise estatística para o crescimento das partículas (δ).

A Tabela 4.9 apresenta os valores dos efeitos de cada variável independente e suas combinações.

Tabela 4.9 – Efeitos das variáveis e suas combinações para o crescimento das partículas.

Fator $R^2=0,89$	Efeito	Erro puro	p	Limite de	Limite de
				confiança (-95%)	confiança (+95%)
Média/Interação	43,8031	0,405216	0,000086	42,0596	45,5466
1* a (L)	-6,3442	0,380586	0,003579	-7,9817	-4,7067
a (Q)	-14,2779	0,418890	0,000860	-16,0803	-12,4756
2 f (L)	-3,5711	0,380586	0,011168	-5,2086	-1,9336
f (Q)	-21,9430	0,418890	0,000364	-23,7453	-20,1406
3 T (L)	-8,6119	0,380586	0,001947	-10,2495	-6,9744
T (Q)	-16,0492	0,418890	0,000681	-17,8516	-14,2469
1x2	-1,7425	0,497259	0,072671	-3,8820	0,3970
1x3	-5,2225	0,497259	0,008944	-7,3620	-3,0830
2x3	-3,0175	0,497259	0,026098	-5,1570	-0,8780

*Legenda: variável 1 - amplitude, 2 - frequência, 3 - temperatura, L - linear, Q - quadrática, x - interação.

E a Figura 4.37 mostra o gráfico de Pareto com os efeitos padronizados das variáveis isoladas e das interações para o crescimento das partículas. A variável apresenta efeito significativo quando a barra ultrapassa a linha vertical tracejada ($p=0,05$).

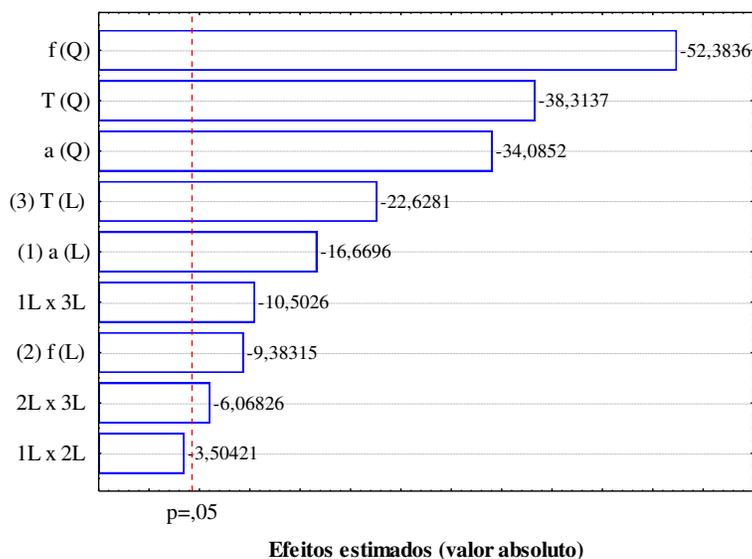


Figura 4.37 – Gráfico de Pareto para o crescimento das partículas.

A Tabela 4.9 e o diagrama de Pareto da Figura 4.37 indicam que todas as variáveis isoladas influenciaram no crescimento, sendo que para as interações, só não houve influência da amplitude com a frequência. A frequência de vibração quadrática foi a que apresentou o maior efeito, sendo este negativo. Dentre as variáveis lineares, a temperatura foi a que causou maior efeito negativo, seguida da amplitude e frequência, indicando que um aumento dessas variáveis causa uma diminuição no crescimento das partículas. Esse resultado concorda com o que já foi discutido anteriormente, no item 4.4.1.

Em geral, o crescimento das partículas foi inferior para temperaturas mais elevadas, possivelmente pela secagem da suspensão antes de atingir as partículas sendo transportada para o ciclone. Também observou-se que o efeito da temperatura do ar foi menos expressivo para amplitudes baixas, o que indica um efeito de interação destas variáveis independentes. O aumento da frequência de vibração teve uma tendência de diminuir o crescimento das partículas, principalmente com amplitude de vibração e temperatura altas, em que além da elutriação, pode ter ocorrido quebra de partículas com aumento da frequência.

Concordando com a Figura 4.37, um efeito conjunto da vibração e da temperatura do ar foi estatisticamente significativo. E, observando-se o efeito da amplitude, verifica-se efeito negativo. Entretanto, novamente, os efeitos de interação dos parâmetros de vibração e da temperatura aparecem, mostrando que não é possível analisar as influências das variáveis individuais sobre o crescimento das partículas. Pode-se observar que o experimento 8, com temperatura e amplitude elevadas, resultou em um menor crescimento das partículas, enquanto que para valores médios dessas variáveis (experimentos 15, 16 e 17) obteve-se maior crescimento.

4.4.2.2) Análise estatística para o ângulo de repouso (AR).

A Tabela 4.10 apresenta os valores dos efeitos das variáveis e suas combinações e na Figura 4.38 é mostrado o gráfico de Pareto com os efeitos padronizados das variáveis isoladas e das interações para o ângulo de repouso.

Tabela 4.10 – Efeitos das variáveis e suas combinações para o ângulo de repouso.

Fator $R^2=0,79$	Efeito	Erro puro	p	Limite de	Limite de
				confiança (-95%)	confiança (+95%)
Média/Interação	7,51466	0,332681	0,001954	6,08325	8,94607
1* a (L)	-2,38975	0,312460	0,016669	-3,73415	-1,04534
a (Q)	1,63644	0,343907	0,041440	0,15672	3,11615
2 f (L)	2,24995	0,312460	0,018746	0,90554	3,59435
f (Q)	2,69710	0,343907	0,015873	1,21738	4,17681
3 T (L)	-2,29655	0,312460	0,018013	-3,64095	-0,95214
T (Q)	3,75776	0,343907	0,008272	2,27804	5,23747
1x2	-2,50000	0,408248	0,025645	-4,25655	-0,74345
1x3	3,00000	0,408248	0,018019	1,24345	4,75655
2x3	1,50000	0,408248	0,066743	-0,25655	3,25655

*Legenda: variável 1 - amplitude, 2 - frequência, 3 - temperatura, L - linear, Q – quadrática, x - interação.

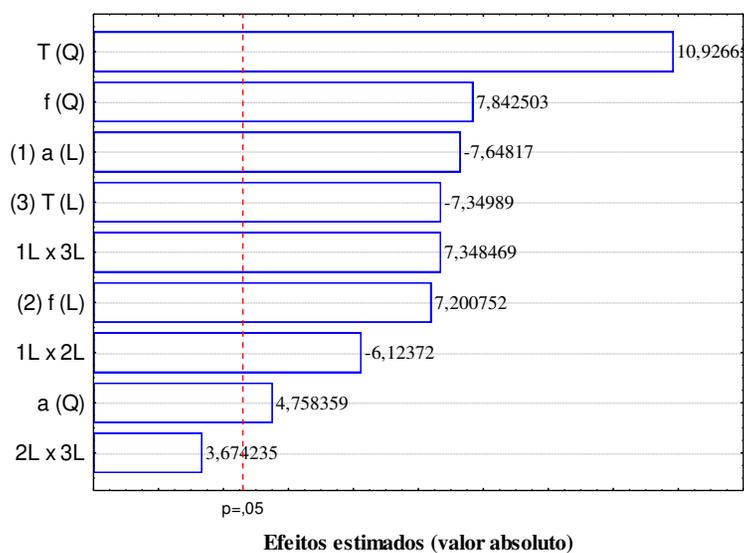


Figura 4.38 – Gráfico de Pareto para o ângulo de repouso.

Verifica-se pela Tabela 4.10 e pelo diagrama de Pareto da Figura 4.38 que todas as variáveis isoladas também influenciaram no ângulo de repouso, sendo que para as interações, só não houve influência da frequência com a temperatura. A temperatura

quadrática foi a que apresentou o maior efeito positivo. A amplitude e a temperatura lineares apresentaram um efeito negativo com magnitude próxima, indicando que um aumento dessas variáveis causou uma diminuição no ângulo de repouso, o que é desejável (indica melhor escoabilidade). A secagem da suspensão de recobrimento é mais efetiva com altas temperaturas do ar e maiores amplitudes (maior expansão do leito), melhorando as características de fluidez do material. A frequência linear influenciou os experimentos positivamente, fazendo aumentar o ângulo de repouso. Os resultados obtidos concordam com os resultados já discutidos no item 4.4.1. Com relação à interação entre as variáveis obteve-se uma maior significância entre as variáveis amplitude e temperatura, com efeito positivo, mostrando que, quando estas variáveis se encontram em seus menores níveis, causam um aumento do ângulo de repouso, como pode ser observado nos experimentos 1 e 3.

4.3.2.3) Análise estatística para o índice de torrões (I_{torr}).

A Tabela 4.11 apresenta os valores dos efeitos das variáveis e suas combinações e a Figura 4.39 mostra o gráfico de Pareto com os efeitos padronizados das variáveis isoladas e das interações para o índice de torrões.

Tabela 4.11 – Efeitos das variáveis e suas combinações para o índice de torrões.

Fator $R^2=0,79$	Efeito	Erro puro	p	Limite de	Limite de
				confiança (-95%)	confiança (+95%)
Média/Interação	2,89498	0,167038	0,003313	2,17628	3,61369
1* a (L)	-1,78291	0,156885	0,007654	-2,45793	-1,10789
a (Q)	-0,04443	0,172674	0,821000	-0,78739	0,69853
2 f (L)	-0,35166	0,156885	0,154255	-1,02668	0,32336
f (Q)	0,12881	0,172674	0,533441	-0,61415	0,87177
3 T (L)	1,07725	0,156885	0,020558	0,40223	1,75227
T (Q)	-0,28131	0,172674	0,244838	-1,02427	0,46165
1x2	-1,19750	0,204980	0,028072	-2,07946	-0,31554
1x3	-1,22250	0,204980	0,026981	-2,10446	-0,34054
2x3	0,17250	0,204980	0,488627	-0,70946	1,05446

*Legenda: variável 1 - amplitude, 2 - frequência, 3 - temperatura, L - linear, Q - quadrática, x - interação.

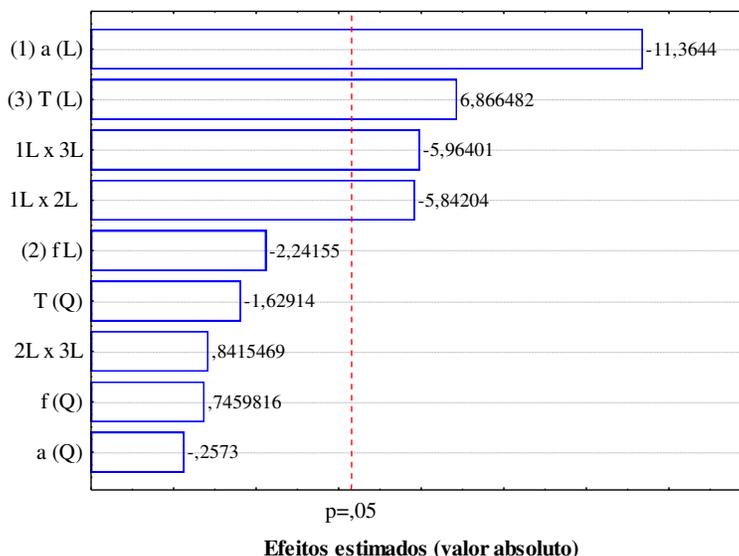


Figura 4.39 – Gráfico de Pareto para o índice de torrões.

Os resultados da Tabela 4.11 e o diagrama de Pareto da Figura 4.39 mostram que somente a amplitude e a temperatura, isoladamente, influenciaram no índice de torrões. Para as interações, só não houve influência da frequência com a temperatura. A amplitude linear apresentou um efeito negativo, indicando que um aumento dessa variável causou uma diminuição no índice de torrões, o que é desejável. Maiores amplitudes resultam em expansão do leito com menor compressão das partículas, resultando em menor aderência entre grânulos já formados, diminuindo os torrões. A temperatura linear foi a que apresentou o maior efeito positivo, aumentando assim o índice de torrões com sua elevação pela maior agregação de partículas junto ao bico atomizador. Novamente os resultados obtidos concordam com os resultados já discutidos no item 4.4.1. Com relação à interação entre as variáveis, obteve-se uma significância equivalente entre as variáveis amplitude e temperatura e amplitude e frequência, com efeito negativo, sendo que menor amplitude, maior temperatura e menor frequência causaram maiores índices de torrões (Experimentos 5 e 7).

Analisando todas as respostas avaliadas no processo, foi observado que os valores de temperatura, amplitude e frequência de vibração nos menores níveis tendem a um melhor resultado das respostas estudadas, exceto para o ângulo de repouso, em que foi constatado que o maior nível de temperatura tende a resultados melhores, e para o índice de torrões, em que maiores amplitudes tendem a diminuir o seu valor. Considerando

satisfatórios os valores de índice de torrões e de ângulo de repouso (boa escoabilidade) em todos os casos avaliados, e avaliando como resposta principal o crescimento das partículas, que fornece maior proteção ao bicarbonato de sódio (conforme será visto no item 4.4.3), indica-se fixar as variáveis no ponto central para um melhor desempenho do processo, resultando em maior crescimento das partículas, com valores baixos de ângulo de repouso e índice de torrões.

4.4.3) Análise da liberação de CO₂

Após o processo de recobrimento, além das análises das características do produto, foi feito um estudo do comportamento do bicarbonato de sódio em ambientes de temperatura e umidade relativa controladas para avaliar a eficiência do processo em relação à proteção do produto. Foram analisadas a variação de massa e também a liberação de CO₂, semana a semana, em um total de quatro semanas de estocagem, para o bicarbonato puro, o experimento 8 (que resultou no mecanismo de recobrimento por formação de camadas e gerou o menor crescimento) e o experimento 16 (ponto central – que resultou no mecanismo de aglomeração de partículas e gerou o maior crescimento).

Nas Figuras 4.40 e 4.41 são apresentados os resultados de variação de massa e liberação de CO₂ para as diferentes temperaturas e umidades relativas do ambiente para todos os experimentos realizados.

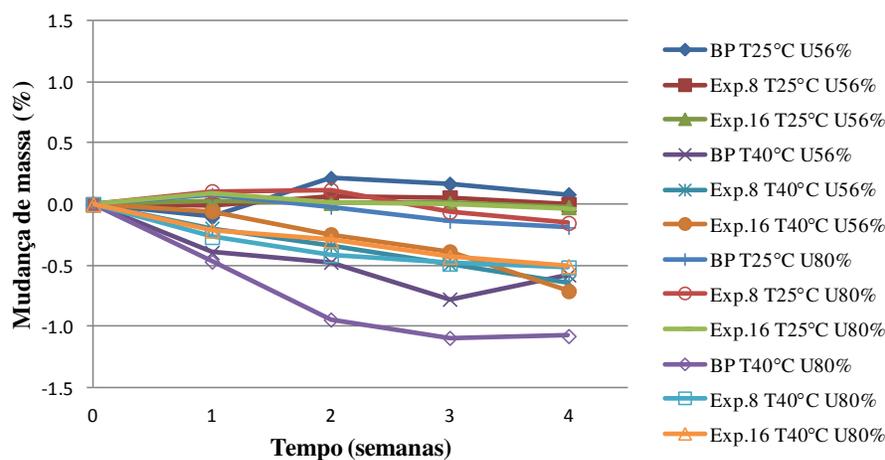


Figura 4.40 – Mudança de massa do bicarbonato de sódio para temperaturas de 25°C e 40°C e umidades relativas de 56% e 80%.

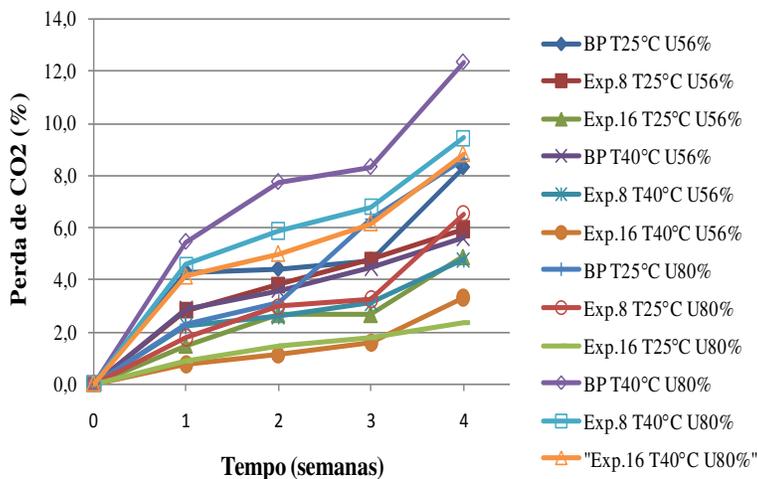


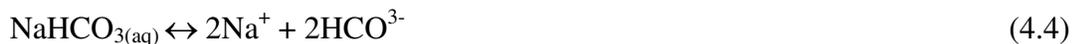
Figura 4.41 – Perda de CO₂ do bicarbonato de sódio para temperaturas de 25°C e 40°C e umidade de 56% e 80%.

A decomposição do bicarbonato de sódio em elevada temperatura é descrita pela Equação 4.2:



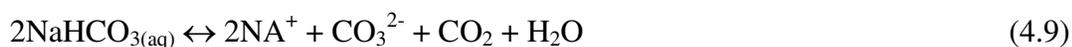
onde cada molécula de bicarbonato de sódio perde dióxido de carbono e moléculas de água e transforma-se em carbonato de sódio.

Por outro lado, quando o pó de bicarbonato de sódio é colocado sob umidade, os regimes de decomposição podem ocorrer segundo o seguinte ciclo de equações:



A Equação 4.2 indica que o bicarbonato de sódio em fase sólida, denominado NaHCO₃ (s), após absorver a umidade do ambiente, é dissolvido na camada de umidade absorvida, denominado NaHCO₃ (aq). As reações de equilíbrio (4.3 – 4.6) são posteriormente estabelecidas na fase aquosa.

A Equação 4.7 mostra que as moléculas de CO₂ produzidas na fase aquosa migram para o ambiente através de um processo de transferência de massa. Este processo vai continuar até que a concentração de CO₂ na fase gasosa aumente para um nível suficiente estabelecendo um equilíbrio com o CO₂ dissolvido. Em altas temperaturas, a solubilidade do CO₂ na camada aquosa de umidade é menor, assim, a taxa de transferência de massa de CO₂ aumenta, resultando em maior hidrólise e taxas de decomposição do bicarbonato. Note-se que as Equações 4.2 e 4.7 são processos físicos, enquanto que as Equações 4.3 e 4.6 são equações de equilíbrio químico. A reação química global, a partir das Equações 4.3 e 4.6, torna-se:



Pode-se concluir então que a taxa de mudança de massa bicarbonato depende da taxa de sorção de umidade e da taxa de perda de dióxido de carbono e moléculas de água.

Pode ser observado pela Figura 4.40 que, de forma geral, a massa do bicarbonato de sódio puro e também após o processo pode aumentar ou diminuir dependendo da temperatura e umidade relativa do ambiente de estocagem. Para a temperatura ambiente, 25 °C, o bicarbonato vai se degradando com o tempo em dióxido de carbono e carbonato de sódio, devido à absorção de umidade (Reações 4.3 a 4.8). Nesse caso, no início da exposição, quando começa a absorção de umidade, ocorre aumento de massa. Para tempos maiores, com a ocorrência da degradação, a diminuição de massa pode ser tal que a massa final é menor que a massa inicial do pó, antes da exposição nesse ambiente. Já, quando o bicarbonato é exposto à temperatura mais alta (40°C), o pó se degrada diretamente em dióxido de carbono e carbonato de sódio, sem a necessidade de absorver umidade para que ocorra essa degradação; sendo verificada a diminuição de massa durante todo o armazenamento (KUU *et al.*, 1998).

A decomposição térmica do bicarbonato de sódio é maior em ambientes com temperatura e umidade relativa elevadas, como mostra a Figura 4.41, onde a decomposição já ocorre sem a absorção de umidade (ver também a Figura 4.40) e é acelerada pelo alto grau de umidade (Reações 4.3 a 4.8).

Nas Figuras 4.42 a 4.45 são mostradas as variações de massa e perda de CO₂ para temperaturas de 25°C e 40°C, respectivamente e umidade relativa de 56%, separadamente, para uma melhor análise.

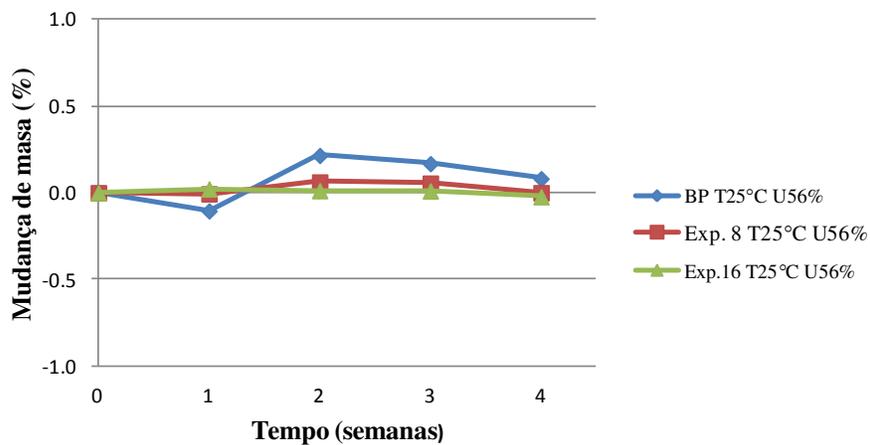


Figura 4.42 – Mudança de massa do bicarbonato de sódio para temperatura de 25°C e umidade de 56%.

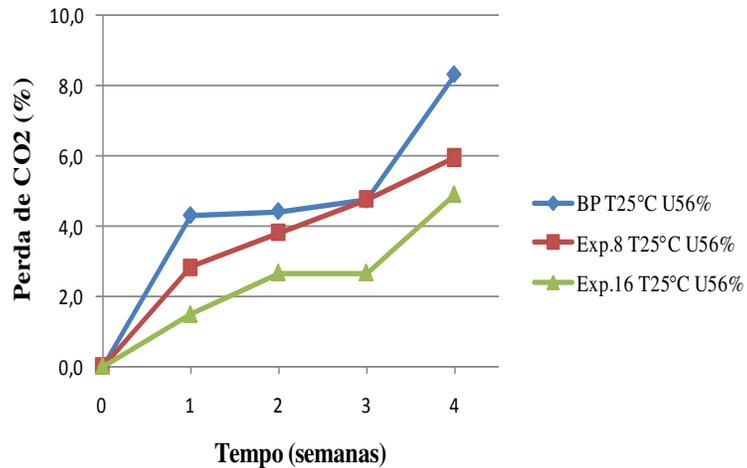


Figura 4.43 – Perda de CO₂ do bicarbonato de sódio para temperatura de 25°C e umidade de 56%.

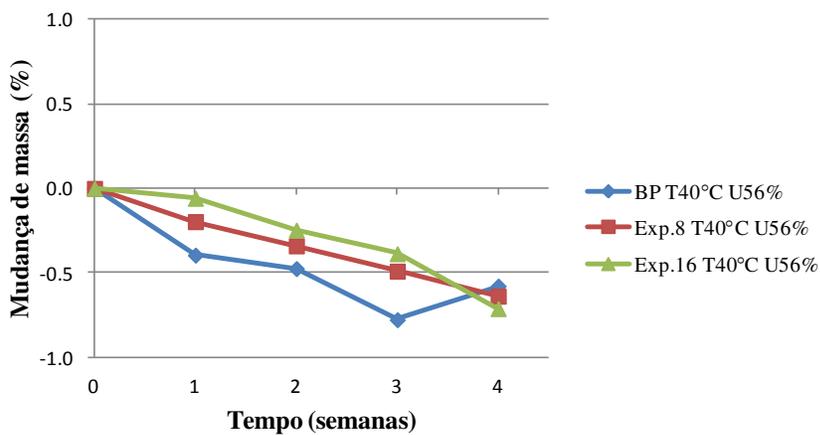


Figura 4.44 – Mudança de massa do bicarbonato de sódio para temperatura de 40°C e umidade de 56%.

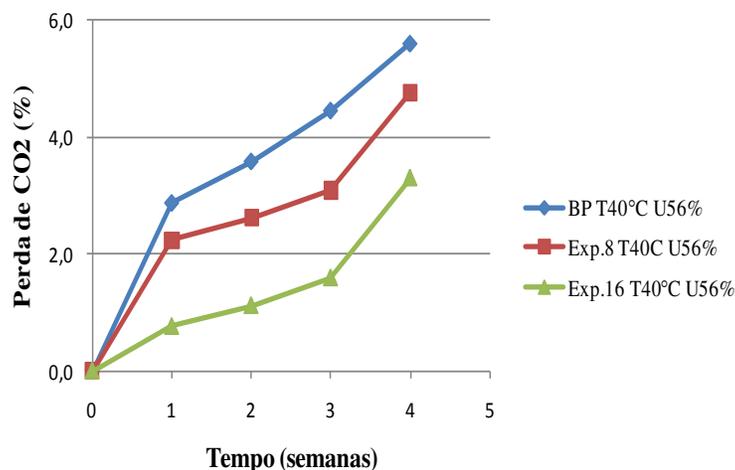


Figura 4.45 – Perda de CO₂ do bicarbonato de sódio para temperatura de 40°C e umidade de 56%.

Para os casos de estocagem com umidade de 56%, em temperatura de 25°C observa-se um ganho de massa pelo bicarbonato de sódio entre a primeira e segunda semanas, recorrente da absorção de umidade. Em seguida, verifica-se uma pequena perda de massa, resultante da decomposição do mesmo (Figura 4.42). Para temperatura de 40°C, o bicarbonato sofre perda direta de massa (Figura 4.44), devido à decomposição ocorrer sem a necessidade de absorção de umidade, conforme era esperado (KUU *et al.*, 1998).

Nos dois casos observa-se que a degradação do bicarbonato foi menos pronunciada para os produtos processados, Figuras 4.43 e 4.45, (experimentos 8 e 16); sendo constatado também que os melhores resultados obtidos foram para o experimento 16, que resultou em maior crescimento das partículas. O experimento 8, que resultou em um menor crescimento, não promoveu uma ação tão efetiva, porém também propiciou a proteção do bicarbonato de sódio.

Nas Figuras 4.46 a 4.49 constam as porcentagens de mudança de massa e perda de CO₂ para temperaturas de 25°C e 40°C e umidade relativa de 80%.

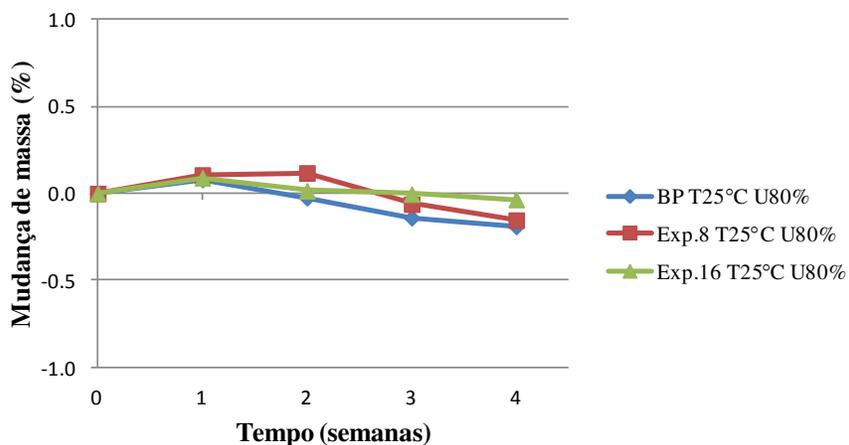


Figura 4.46– Mudança de massa do bicarbonato de sódio para temperatura de 25°C e umidade de 80%.

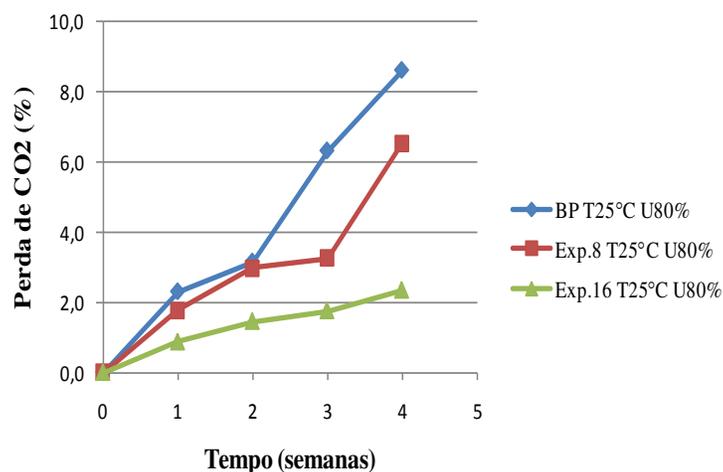


Figura 4.47 – Perda de CO₂ do bicarbonato de sódio para temperatura de 25°C e umidade de 80%.

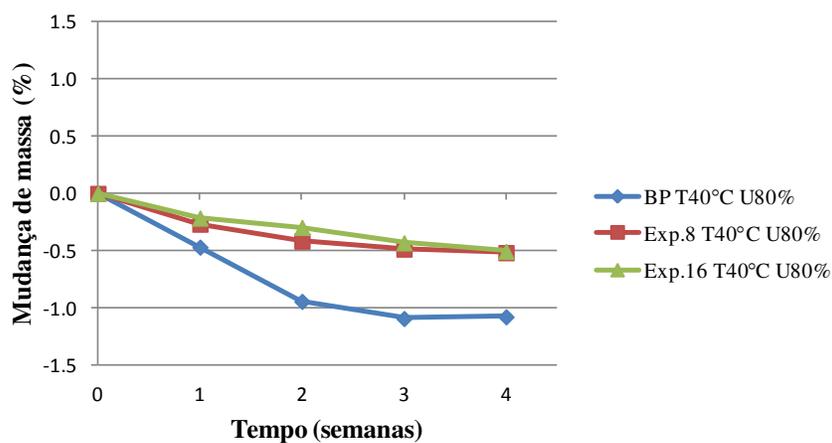


Figura 4.48– Mudança de massa do bicarbonato de sódio para temperatura de 40°C e umidade de 80%.

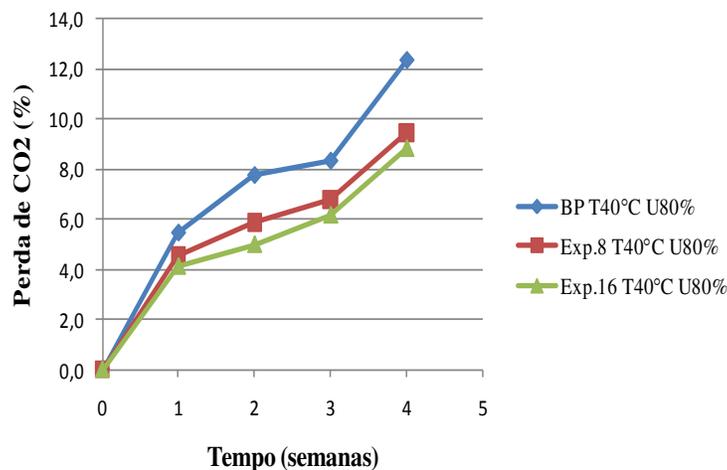


Figura 4.49 – Perda de CO₂ do bicarbonato de sódio para temperatura de 40°C e umidade de 80%.

O mesmo comportamento verificado para a umidade relativa de 56% ocorreu para os produtos armazenados à umidade de 80% e 25°C, como pode ser observado na Figura 4.46. Inicialmente verifica-se ganho de massa pela absorção de umidade (inclusive mais pronunciada para os produtos recobertos até a segunda semana de armazenamento, devido à alta umidade relativa do ambiente) e, a seguir a perda de massa por degradação (Reações 4.3 a 4.8).

Comportamento semelhante também foi verificado para a temperatura de 40°C (Figuras 4.48), sendo que nesse caso, a perda de massa foi acelerada. Constata-se um grande aumento da decomposição térmica do bicarbonato puro, indicando que o aumento da umidade relativa do ambiente acelera este processo.

Para o caso da temperatura de 40°C, a umidade do ambiente é maior que a umidade crítica de estocagem do bicarbonato de sódio (entre 48% e 75%), conforme determinada por Kuu *et al.* (1998), fazendo com que a perda de CO₂ fosse muito maior (Figura 4.47). Para esses casos, novamente, a decomposição do bicarbonato foi menor para os produtos resultantes dos experimentos 8 e 16, em comparação com o bicarbonato de sódio puro, evidenciando então a eficiência da proteção do bicarbonato de sódio pelo recobrimento ou aglomeração pelo filme polimérico.

Salienta-se que a diferença entre os resultados de liberação de CO₂ para os produtos dos experimentos 8 e 16, a 40°C, foi mais pronunciada para umidade de 56% (Figuras 4.47 e 4.49).

Analisando todos os casos obteve-se uma variação de perda de CO₂ para o bicarbonato processado entre 2% e 9%, enquanto para o bicarbonato puro essa perda variou entre 5,5% e 12,5%, destacando-se que a menor perda de CO₂ aconteceu para o experimento 16, no qual o bicarbonato de sódio resultou de um processo de aglomeração, com maior crescimento.

4.4.4) Isotermas de sorção

Para avaliar as mudanças nas características higroscópicas do bicarbonato de sódio, foi realizada, além das análises de liberação de CO₂, explicitadas no item 4.4.3, a determinação da isoterma de adsorção a 25 °C para o material sem recobrimento e os experimentos 8 (que resultou no mecanismo de recobrimento por camadas e gerou o menor crescimento) e 16 (que resultou no mecanismo de aglomeração de partículas e gerou o maior crescimento).

Os dados obtidos de atividade de água e respectiva umidade de equilíbrio constam na Tabela 4.12 e na Figura 4.50, as isotermas de adsorção.

Tabela 4.12: Atividade de água e respectiva umidade de equilíbrio para o bicarbonato de sódio puro e os experimentos 8 e 16.

BP		Exp. 8		Exp. 16	
Xeq (% bs)	a _w	Xeq (% bs)	a _w	Xeq (% bs)	a _w
0,000	0	0	0	0,000	0
0,293	0,1056	0,385	0,106	0,163	0,1056
0,389	0,2111	0,449	0,211	0,259	0,2111
0,404	0,3167	0,595	0,317	0,263	0,3167
0,558	0,4222	0,659	0,422	0,298	0,4222
0,632	0,5278	0,717	0,528	0,324	0,5278
0,671	0,6333	0,792	0,633	0,382	0,6333
0,567	0,7389	0,904	0,739	0,437	0,7389
0,395	0,8444	1,205	0,844	0,601	0,8444

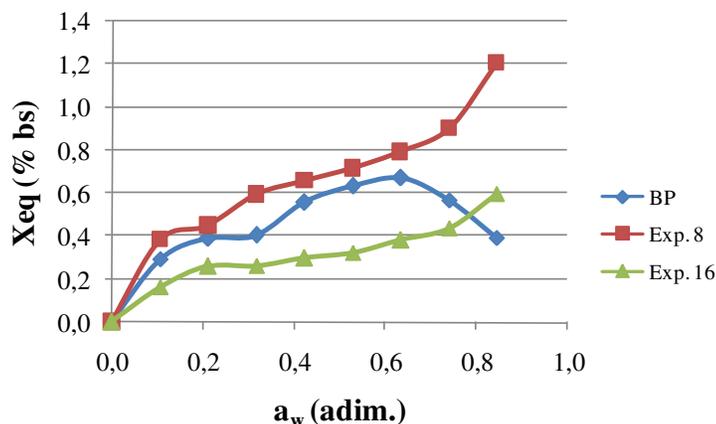


Figura 4.50: Isotermas de adsorção para o bicarbonato de sódio puro e os experimentos 8 e 16.

Observando a Figura 4.50, conclui-se que as isotermas de adsorção para o bicarbonato de sódio recoberto (Exp. 8 e 16) são do tipo II, sigmoidal, portanto, com a formação de multicamadas de moléculas adsorvidas sobre a superfície do sólido. Para o bicarbonato puro o comportamento é semelhante, porém para alta atividade de água sua forma é diferenciada, podendo-se observar a sua degradação.

A Figura 4.50 confirma a proteção do recobrimento e aglomeração sobre o bicarbonato de sódio, apresentada no item 4.4.3, pois para uma mesma umidade relativa, o bicarbonato puro apresenta valores de umidade de equilíbrio superiores aos valores encontrados para o bicarbonato aglomerado do exp. 16. Entretanto, comparando-se a isoterma do bicarbonato de sódio puro com a do bicarbonato recoberto (exp. 8), observa-se que apesar da umidade de equilíbrio do bicarbonato puro ser um pouco menor para uma mesma atividade de água, no final da curva não se verifica a acentuada degradação do bicarbonato recoberto, como a apresentada pelo bicarbonato de sódio puro.

Para descrever o comportamento das isotermas de sorção foi utilizado o modelo matemático proposto por Guggenheim- Anderson-De Boer (GAB) descrito pela Equação 2.31. Os ajustes foram feitos através de regressão não linear, sendo utilizado o aplicativo STATISTICA[®] 7.0, porém o ajuste só pode ser feito para o bicarbonato recoberto e aglomerado (exp. 8 e 16), devido à degradação do bicarbonato puro que gerou uma curva diferenciada.

Na Tabela 4.13 estão sumarizados os parâmetros do modelo para cada experimento, bem como o valor do coeficiente de correlação. E na Figura 4.51 estão representadas as isotermas e seus respectivos ajustes, para os experimentos 8 e 16. Pode ser observado que para os dois casos o valor de K foi semelhante, porém a umidade na monocamada foi praticamente o dobro no caso do material recoberto.

Tabela 4.13: Parâmetros do modelo matemático de GAB ajustado às isotermas de adsorção do bicarbonato de sódio recoberto.

Parâmetros	Exp. 8	Exp. 16
X_m	0,4483	0,1996
C	48,8605	64,1471
K	0,7352	0,7815
R^2	0,994	0,992

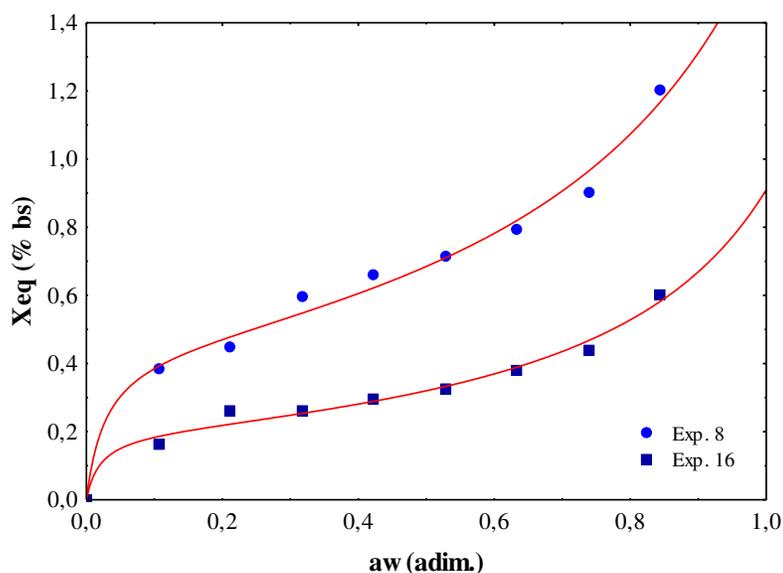


Figura 4.51: Isoterma de adsorção para o bicarbonato de sódio recoberto (exp. 8 e 16) a 25°C e seus respectivos ajustes.

Nas Figuras 4.52 e 4.53 estão representadas as tendências da distribuição de resíduos para o modelo matemático utilizado para. Verifica-se que os resíduos não seguem uma distribuição sistemática, ou seja, não se verifica falta de ajuste do modelo avaliado em nenhum dos experimentos.

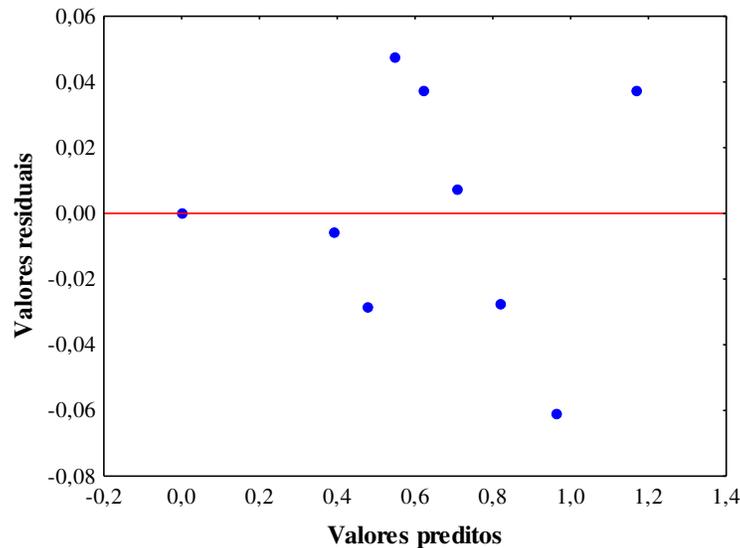


Figura 4.52: Distribuição de resíduos – Exp. 8.

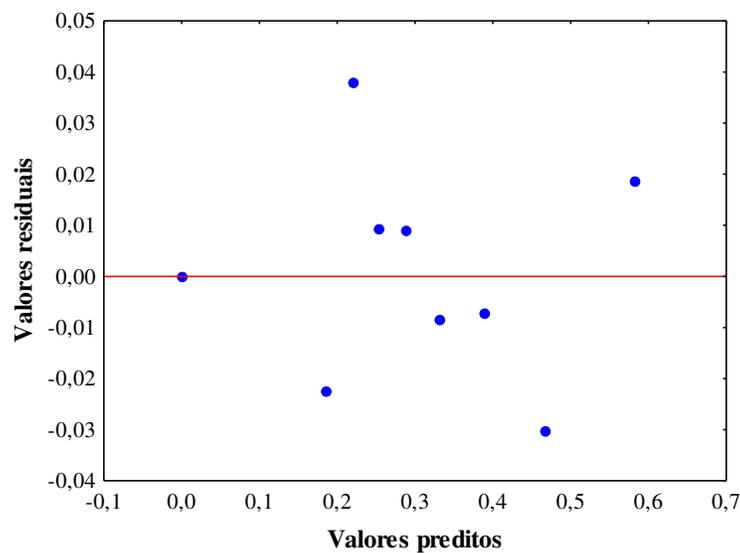


Figura 4.53: Distribuição de resíduos – Exp. 16.

O modelo de GAB mostrou-se então adequado para o ajuste das isotermas de adsorção do bicarbonato de sódio aglomerado e recoberto, pois obteve-se um bom coeficiente de correlação e uma distribuição de resíduos aleatória.

4.4.5) Monitoramento do processo por medidas de flutuação de pressão

O monitoramento do processo de recobrimento e aglomeração do bicarbonato através da análise espectral mostrou-se viável na identificação de instabilidades como formação de canais preferenciais, zonas mortas, redução da taxa de circulação e defluidização do leito, conforme a análise a seguir.

Como o comportamento dos espectros de potência foi semelhante em todos os experimentos, apenas os resultados do experimento 15 com amplitude, frequência e temperatura médias (1,25 cm, 270 rpm e 70 ° C) será aqui discutido. O experimento iniciou com fluidização borbulhante e estável. Durante o processo, o excesso de umidade no leito levou à ocorrência de instabilidades dinâmicas. Essa situação de regime fluidizado com presença de canais preferenciais e possível defluidização do leito ocorre comumente em fábricas de produtos químicos e em laboratório, reduzindo a eficiência do processo. Como o bicarbonato de sódio é um pó muito fino, o processo de recobrimento foi realizado de forma intermitente, totalizando três ciclos.

As Figuras de 4.54 a 4.56 mostram a evolução dos espectros de flutuação de pressão em diferentes momentos do processo de recobrimento.

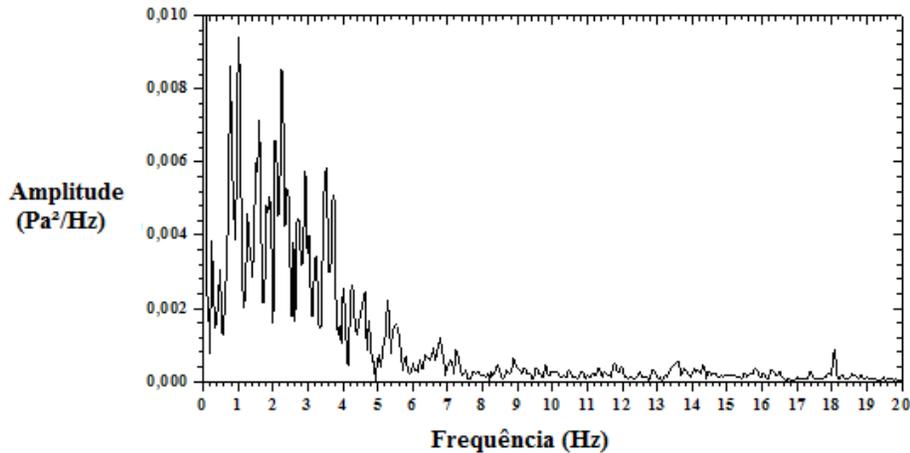


Figura 4.54 - Leito vibrofluidizado sem atomização.

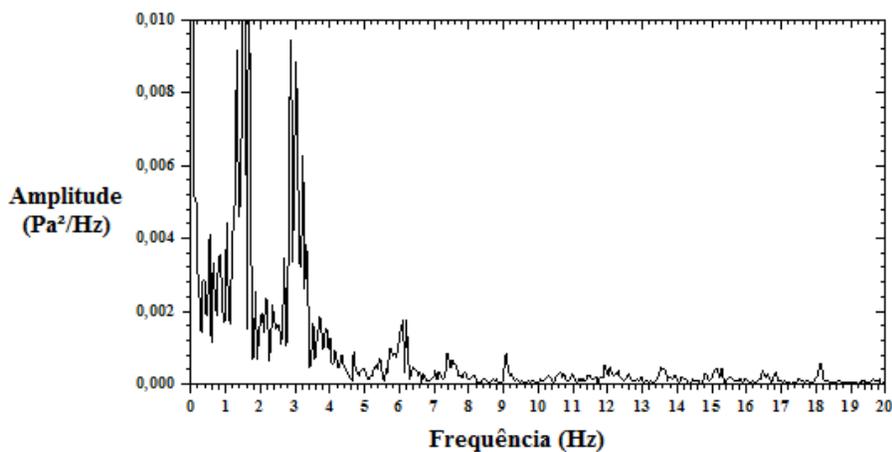


Figura 4.55 - Leito vibrofluidizado no início da atomização.

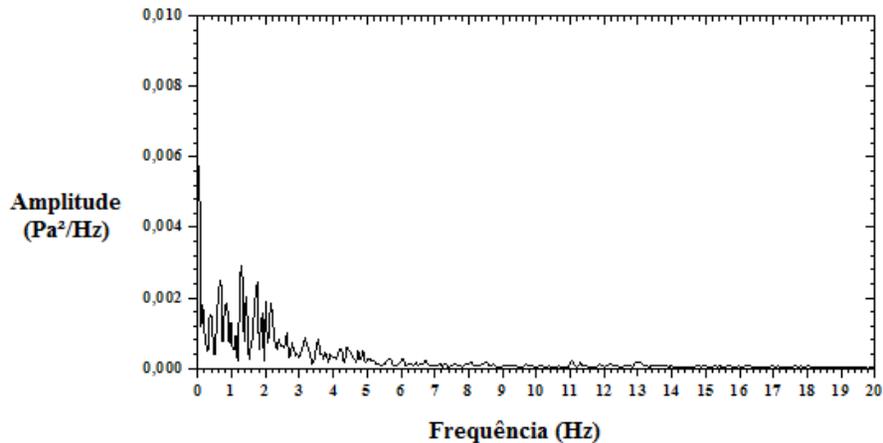


Figura 4.56 - Leito fixo com atomização desligada após 2 min de atomização.

Na Figura 4.54 pode ser observado um espectro de potência característico de um leito fluidizado borbulhante, onde a distribuição de amplitudes espectrais se assemelha a uma curva de Gauss (PARISE, 2005). Neste caso, o espectro foi obtido sem a atomização de suspensão de recobrimento. A Figura 4.55 apresenta os momentos iniciais da atomização sobre o leito de partículas, podendo-se observar alterações do espectro, que refletem uma perturbação no regime de fluidização em função da atomização. Neste momento, a observação visual do leito mostrou uma diminuição das bolhas e do intensidade do movimento das partículas. Apesar da movimentação das partículas permanecer, observa-se que ocorre um aumento nas irregularidades das flutuações. O padrão de espectro de potência ainda é de regime estável, com movimentação das partículas. O colapso do leito foi identificado na Figura 4.56, devido à redução significativa das amplitudes espectrais.

As Figuras 4.57, 4.58 e 4.59 mostram os espectros de potência obtidos durante o terceiro ciclo de atomização de suspensão de recobrimento.

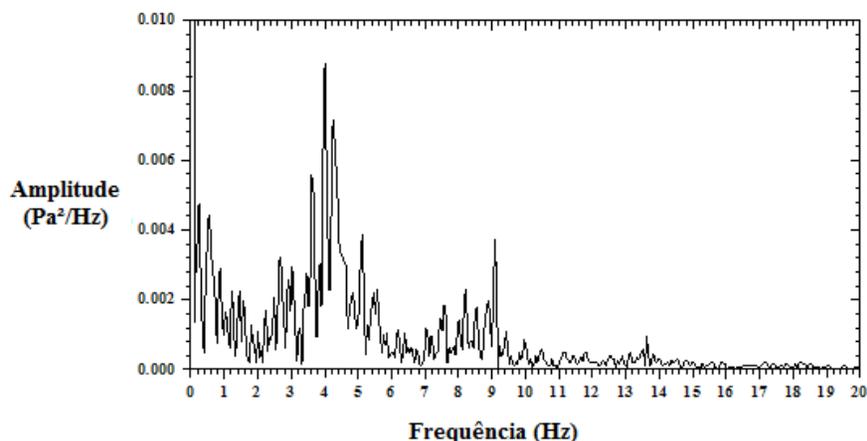


Figura 4.57 - Leito vibrofluidizado sem atomização no terceiro ciclo.

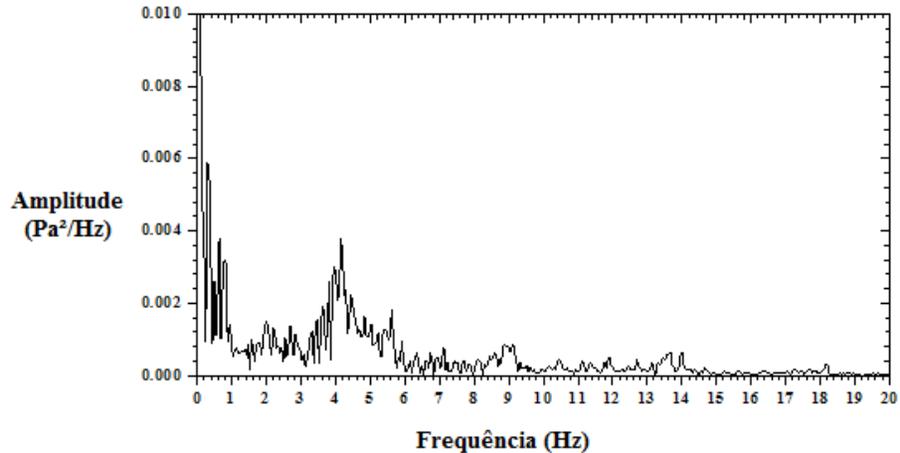


Figura 4.58 - Leito vibrofluidizado no início da atomização no terceiro ciclo.

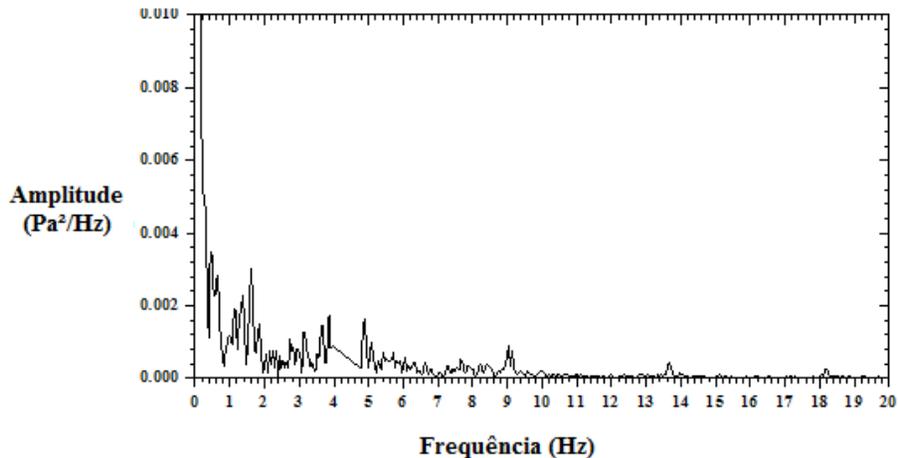


Figura 4.59 - Leito fixo com atomização desligada no terceiro ciclo após completar os 10 min de atomização.

Os espectros do terceiro ciclo de atomização apresentam o mesmo comportamento dinâmico do primeiro ciclo.

O espectro de potência ilustrado na Figura 4.57 foi obtido no instante em que o leito retornou ao regime dinâmico estável. A amplitude dominante encontra-se próxima da que foi apresentada na Figura 4.54, refletindo o regime dinâmico similar. Verifica-se visivelmente um aumento na frequência dos sinais em relação à figura anterior, pela melhora na taxa de circulação das partículas, devido à parada da aspersão e aumento da vazão de ar. E um comportamento semelhante ao do primeiro ciclo também foi verificado

para o restabelecimento da atomização da suspensão de recobrimento até a ocorrência novamente da defluidização do leito (Figuras 4.58 e 4.59).

Foi possível observar em todos os experimentos, que o espectro de potência tende a se deslocar na direção do eixo das amplitudes quando a circulação das partículas no leito diminuía, devido à aproximação do colapso, diminuindo gradativamente a frequência dominante e a amplitude. Moris e Rocha (2007) também empregaram a metodologia de análise espectral e observaram mudanças significativas no regime de fluidização em um processo de recobrimento de celulose microcristalina pela injeção no leito de uma suspensão polimérica. Os autores verificaram alterações nos conteúdos de frequência dos espectros, partindo de condições iniciais de leito fluidizado borbulhante múltiplo até o colapso do leito em função do excesso de umidade.

Foi verificado que o monitoramento do processo pelo método de flutuações de pressão foi eficiente para acompanhamento da dinâmica do leito, indicando a necessidade do aprofundamento de estudos neste assunto, de acordo com Silva (2009) e Parise (2010), visando controlar o processo de forma a otimizar o momento e o tempo de cada intermitência e evitar o total colapso do leito.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

5.1) Conclusões

5.1.1) Análise fluidodinâmica

- O bicarbonato de sódio apresentou boa fluidização no leito vibrofluidizado em comparação com a fluidização com dinâmica pobre obtida em leito fluidizado convencional (mesmo sendo classificado no grupo A do diagrama de Geldart), diminuindo a presença de aglomerados e canais preferenciais;
- Observou-se que apenas o adimensional de vibração não é suficiente para analisar o comportamento fluidodinâmico do bicarbonato de sódio no leito vibrofluidizado, havendo a necessidade de se verificar a influência da amplitude e da frequência de vibração no processo;
- Para mesma amplitude e frequências de 180 e 270 rpm, a queda de pressão do leito em completa fluidização, manteve-se num mesmo patamar, acima da queda de pressão para LFC;
- Para mesma frequência e amplitude crescente, com frequências intermediárias, o aumento da amplitude não resultou em variação no comportamento da curva fluidodinâmica, sendo a queda de pressão maior que a do LFC evidenciando a ocorrência de compactação das partículas do leito;
- Para os casos de amplitude e frequência máximas (0,02 m e 360 rpm), observou-se um decréscimo da queda de pressão em relação à curva do leito fluidizado convencional;
- Houve uma redução da massa de material elutriado comparada ao leito fluidizado convencional, sendo que a menor redução foi de 38,72 % e a maior foi de 84,02 %;
- Em todos os casos a velocidade de mínima vibrofluidização foi menor que a velocidade de mínima fluidização do leito fluidizado convencional;
- Os dados experimentais de velocidade de mínima vibrofluidização foram bem ajustados pela equação de JINESCU *et al.* (2000), na faixa de condições de vibração deste trabalho;

5.1.2) Análise do processo

- Os resultados mostraram a potencialidade do processo de recobrimento e aglomeração do bicarbonato de sódio em leito vibrofluidizado;
- Na faixa de condições do planejamento experimental, observaram-se dois processos, o de recobrimento e o de aglomeração por nucleação e consolidação das partículas de bicarbonato de sódio, sendo que o crescimento das partículas ficou na faixa de 6,69 até 44,5 %, dependendo das condições do processo;
- O crescimento, o índice de escoabilidade e o índice de aglomerados foram influenciados pela temperatura do ar e pelos parâmetros vibracionais: amplitude e frequência. Foi observado um efeito conjunto das variáveis independentes. O índice de escoabilidade e ângulo de repouso foram menores para partículas recobertas e aglomeradas comparadas com o bicarbonato de sódio puro, indicando melhor fluidez do material após o processo;
- Em todos os experimentos obteve-se IH entre 1,09-1,25, indicando que o material recoberto ou aglomerado apresenta boa fluidez, sendo que o material puro apresenta um IH de 1,29, que indica média fluidez; evidenciando mais uma vez que o recobrimento ou aglomeração melhora a fluidez das partículas;
- Em relação à massa de elutriado, não foi obtido um padrão de comportamento. A maior quantidade obtida foi para o experimento com temperatura e frequência médias e menor amplitude, devido à semelhança com o leito fluidizado convencional; para todas as outras condições a massa elutriada foi bem menor, evidenciando assim a vantagem do LVF em relação ao LFC, mantendo as partículas finas fluidizadas e diminuindo a elutriação;
- Todas as variáveis isoladas influenciaram no crescimento das partículas, sendo que para as interações só não houve influência da amplitude com a frequência;
- Todas as variáveis isoladas também influenciaram no ângulo de repouso, sendo que para as interações só não houve influência da frequência com a temperatura.

- Para o índice de torrões foi constatado o efeito somente da amplitude e da temperatura isoladamente, sendo que para as interações só não houve influência da frequência com a temperatura;
- Os valores de temperatura, amplitude e frequência de vibração nos menores níveis tendem a um melhor resultado das respostas estudadas, exceto para o ângulo de repouso em que foi constatado que o maior nível de temperatura tende a resultados melhores. Porém avaliando como resposta principal o crescimento das partículas, que fornece maior proteção ao bicarbonato de sódio, para um melhor desempenho seria indicado utilizar o experimento do ponto central (a 1,25 cm, f 270 rpm e T 70°C), visto que obteve-se um maior crescimento das partículas, com um valor baixo de ângulo de repouso e índice de torrões;
- Foi comprovada a eficiência da proteção do bicarbonato de sódio pela suspensão polimérica, visto que para o bicarbonato processado a perda de CO₂ ficou entre 2% e 9%, enquanto para o bicarbonato puro essa perda variou entre 5,5% e 12,5%, dependendo das condições de armazenamento (temperatura e umidade relativa);
- A análise das isotermas de adsorção confirmaram a eficiência do processo de recobrimento e aglomeração do bicarbonato de sódio;
- O modelo de GAB mostrou-se adequado para o ajuste das isotermas de adsorção do bicarbonato de sódio recoberto e aglomerado;
- Os espectros de potência adquiridos durante os experimentos de recobrimento mostraram alterações nos perfis quando se observou redução na taxa de circulação de partículas, formação de canais preferenciais e pequenos aglomerados e, proximidade ao colapso do leito. Através da identificação dessas mudanças, é possível que o método possa ser aplicado em controle desse tipo de processo.

5.2) Sugestões para trabalhos futuros

A partir dos resultados obtidos neste trabalho, sugere-se:

- Estudar o efeito da carga de partículas no processo;
- Formular outras composições de suspensões, com base na utilizada neste trabalho.

- Verificar a interação entre os componentes da suspensão e o bicarbonato de sódio;
- Realizar um aprofundamento no estudo das variáveis para otimização do processo em relação à proteção contra perda de CO₂;
- Utilizar a técnica de flutuação de pressão, através dos espectros de potência, para controle do processo, diminuindo as intermitências e melhorando o desempenho do processo;
- Testar o material em produtos de panificação, visando verificar a efetividade do mesmo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AACC, **American Association Of Cereal Chemists Approved Methods**, 8th ed. Method 12-20, pp. 1-2 e 12-29, pp. 1-6, 1983.

ABREU, J. M. **Estudo da fluidodinâmica de leito vibrofluidizado horizontal**. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia – MG, 99p., 2007.

ALMEIDA, C. **Recobrimento de sementes de brócolos em leito de jorro e leito fluidizado**. Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP, 148p., 2002.

BELL, L. N e LABUZA, T. P. **Moisture Sortion. Practical Aspects of Isotherm Measurement and Use**. © 1984, 2000 by the American association of Cereal Chemists, Inc. Published 1984. Second edition 2000.

BEMROSE, C. R. e J. BRIDGWATER, A Review of Attrition and Attrition Test Methods, **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v.26 (3), pp.515-525, 2009.

BANJAC, M.; STAMENIC; M.; LECIC, M. e STAKIC, M. Size distribution of agglomerates of milk powder in wet granulation process in a vibro-fluidized bed, **Powder Technology**, v.49, pp.97-126, 1987.

BLINICHEV, *et al.* An investigation of the size reduction of granular materials during their processing in fluidized beds, **Ind. Chem. Eng.**, v.8 (4), pp. 615, 1968.

BRATU, E. A. e JINESCU, G. I. effect of vertical vibrations on the pressure drop in a fluidized layer. **Brit. Chem. Eng.**, v.16 (8), pp.691-695, 1971.

BRATU, E. A. e JINESCU, G. I. Heat transfer in vibrated fluidized layer. **Revue Roum. de Chim.**, v.17 (1), pp.49-56, 1972.

BRUNAUER, S.; EMMETT, P. H.; TELLER, E. Adsorption of gases in multimolecular layers. **Journal of the American Chemical Society**, v. 60, p. 309–319, 1938.

CHLENOV, V. A. e MIKHAILOV, N. V. (1972). Vibrokipyashichii Sloi (Vibrofluidized beds). Izdatel'stvo, Nauka, Moscow (em russo). In: STRUMILLO, C. e PAKOWSKI, Z. (1980), Dryinf of granular products in vibrofluidized beds, Drying'80, **Proceedings of 2nd International Drying Simposium (IDS)**, v.1, pp.211-226, 1980.

COSTA, M. A. **Peletização de Sementes de Brócolos em Leito de Jorro Cônico**. Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP, 2003.

COSTA, S. S. **Granulação de celulose microcristalina em leito vibrofluidizado**. Dissertação de mestrado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP, 2009.

CUNHA, R. L. G. **Caracterização fluidodinâmica no recobrimento de celulose microcristalina em leite fluidizado**, Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP, 106p., 2004.

CUNHA, R. L. G. **Granulação de celulose microcristalina em leite fluidizado com tubo interno**, Tese de doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP, 154p., 2009.

CUNHA, R. L. G e ROCHA, S. C. S. Influência da umidade das partículas durante o recobrimento em leite fluidizado. **Anais do XXXI Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados (ENEMP)**, em CD_ROM, 2005.

DALEFFE, R. V. **Contribuições para a análise do comportamento fluidodinâmico de um leite vibrofluidizado**, Tese de Doutorado, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos – SP, 203 p., 2005.

DELLA TONIA JR.; V.; FREIRE, J. T. e TOBINAGA, S. Leite vibro-fluidizado I – desenvolvimento do equipamento e testes preliminares. **In: XVII Encontro Sobre Escoamento em Meios Porosos – ENEMP**, p.307-311, 1989.

DEWETTINCK, K. e HUYGHEBAERT, A. Fluidized bed coating in food technology. **Trends in Food Science & Technology**, v.10, pp.163-168, 1999.

DEWETTINCK, K. *et al.* Agglomeration tendency during top-spray fluidized bed coating with gelatin and starch hydrolysate. **Lebensm.-Wiss. U. Technol**, v.32, pp.102-106, 1999.

DONIDA, M. W. **Recobrimento polimérico de uréia em leite de jorro bidimensional**. Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP, 102p., 2000.

DONIDA, M. W. **Análise das características do sólido e da suspensão no processo de recobrimento em leite de jorro**. Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP, 150p., 2004.

ERDÉSZ, K. Hydrodynamic studies on vibrated fluidized beds. **Powder Handling & Processing**, v.2 (4), pp.327-339, 1990.

ERDÉSZ, K. e MUJUMDAR, A. S. Hydrodynamic aspects of conventional and vibrofluidized beds - a comparative-evaluation. **Powder Technology**, v.46 (2), pp.167-172, 1986.

ERDÉSZ, K.; ORMÓS, Z. Bed expansion and pressure drop in vibrofluidized layers. **In: International Drying Symposium (Drying'84)**, p.164-177, 1984.

FELIPE, C. A. S. **Identificação e monitoramento de regime fluidodinâmico em leitos fluidizados gás-sólido**. Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP, 210p., 2004.

FINZER, J. R. D.; KIECKBUSCH, T. G. Secagem em sistemas com vibração. In: REIRE, J. T., SARTORI, D. J. M. **Tópicos especiais em secagem**, São Carlos, SP, v.1, pp.87-127, 1992.

FREIRE, J. T. e OLIVEIRA, W. P. Aspectos Tecnológicos dos Processos de Recobrimento de Partículas, In: **Tópicos Especiais de Secagem**, v.I, pp. 255-293, Universidade Federal de São Carlos, 1992.

GARIM, M. M. e FREIRE, J. T. Uma análise das curvas características de leitos fluidizados e vibro-fluidizados utilizando as curvas de desvio padrão das medidas realizadas. In: **XXVI Congresso Brasileiro De Sistemas Particulados – ENEMP**. v.I, pp.253-259, 1998.

GELDART, D.; HARNIBY, N. e WONG, A. C. Fluidization of cohesive powders, **Powder Technology**, v.37, pp.25-37, 1984.

GELDART, D. **Gas Fluidization Technology**, John Wiley & Sons, Inc. New York, 1986.

GOUD, K.; DESAI, H. e PARK, H. J. Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients. **Drying Technology**, v.23, pp.1361–1394, 2005.

GRACE, J. R. Contacting modes and behavior classification of gas-solid and other two-phase suspensions. **Can. J. Chem. Engng**, v.64, pp. 353–363, 1986.

GRANTGES, J. R. **Handling of bulk solids and packaging of solids and liquids**. In: PERRY, R. H., GREEN, D. W., *Chemical Engineers Handbook*, sixth edition. MacGraw-Hill International Editions, section 7, pp. 7.26 - 7.34.

GUPTA, R. e MUJUMDAR, A. S. Aerodynamics and thermal characteristics of vibrated fluid beds – a review. In: MUJUMDAR, A.S. In: **International Drying Symposium (Drying'80)**, v.1, pp.141-1150, 1980a.

GUPTA, R. e MUJUNDAR, A. S. Aerodynamic of vibrated fluid beds, **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v.58, pp.332-338, 1980b.

GUTMAN, R. G. Vibrated beds of powders - Part I: a theoretical model for the vibrated Bed. **Transactions of the Institution of Chemical Engineers**, v.54 (3), pp.174-183, 1976.

HAO, B. e BI, H. T., Forced bed mass oscillations in gas-solid fluidized beds, **Powder Technology**, v.149, pp.51-60, 2005.

HEMATI, M. *et al.* Fluidized bed coating and granulation: influence of process-related variables and physicochemical properties on the growth kinetics. **Powder Technology**, v.130, pp.18-34, 2003.

IVANOVA, E.; TEUNOU E. e PONCELET, D. Encapsulation of water sensitive products: effectiveness and assessment of fluid bed dry coating. **Journal of Food Engineering**, v.71, pp.223-230, 2005.

JINESCU G., Equation of the minimum fluidization rate in condition of vibration. **Revue Roumaine de Chimie**, v.16 (8), pp. 1255-1268, 1971.

JINESCU, G. *et al.* Hydrodynamic aspects at vibrated-fluidized drying of polydisperse powdery materials. In: **In: International Drying Symposium (Drying'00)**, em CD-ROM, pp. 28-31, 2000.

JOHANSSON, F. *et al.* Characterization of fluidization regimes by time-series analysis of pressure fluctuations, **International Journal of Multiphase Flow**, v. 26, pp. 663-715, 2000.

JONES, D. Air suspension coating for multiparticulates. **Drug Development and Industrial Pharmacy**, v. 20 (20), pp. 3175-3206, 1994.

KADAM, L. K. **Granulation technology for bioproducts**. CRC – Press, Boston, p. 336, 1991.

KAGE, H. *et al.* Powder coating efficiency of small particles and their agglomeration in circulating fluidized bed. **Korean J. Chem. Eng.**, v.16 (5), pp.630-634, 1999.

KAGE, H. *et al.* The effects of frequency and amplitude on the powder coating of fluidizing particles in a vibro-fluidized bed. **Advanced Powder Technology.**, v.10 (1), pp.77-87, 1999.

KAGE, H. *et al.* Fluidization behavior of glass beads under different vibration modules. **Advanced Powder Technology.**, v.12 (4), pp.559-575, 2001.

KLEINBACH, E. e RIEDE, Th. Coating of solids. **Chemical Engineering and Processing**, v.34, pp.329-337, 1995.

KOZHEVNIKOV, S. N.; VESIPENKO, Y. I. e RASKIN Y. M. **Mecanismos**. Barcelona Editorial Gustavo Gili, 1126p., 1975.

KUCHARSKI, J. e KMIEC, A. The effects of process parameters on mass distributions and the efficiency of tablets coating in a spouted bed. **Proceedings of the 6th. International Drying Symposium**, v.II, pp.27-31, 1988.

KUIPERS, N. J. M.; STAMHUIS, E. J. e BEENACKERS, A. A. C. M. Fluidization of potato starch in a stirred vibrating fluidized bed. **Chemical Engineering Science**, v. 51 (11), p. 2727-2732, 1996.

KUNII, D. e LEVENSPIEL, O. **Fluidization Engineering**. Butterworth-Heinemann, 2ed., 491p., USA, 1991.

KUU, W.; CHILAMKURT, R. e CHEN, C. Effect of relative humidity and temperature on moisture sorption and stability of sodium bicarbonate powder. **International Journal of Pharmaceutics**, v.166, pp.167-175, 1998.

- LABUZA, T. P. Sorption Phenomena in Foods. **Food Technology**. v. 22, p. 263-272, 1968.
- LIN, C. L. e WEY, M. Y. Influence of hydrodynamic parameters on particle attrition during fluidization at high temperature, **Korean J. Chem. Eng.**, v.22 (1), pp.154-160, 2005.
- Link, K. C. and Schlunder, E. U. Fluidized bed spray granulation – Investigation of the coating process on a single sphere. **Chemical Engineering and Processing**, v. 36, p. 443-457, 1997.
- LOPEZ, M. F. B. **Sistemas de liberação controlada – estudo de recobrimento aquoso em formas sólidas, comprimidos e microgrânulos, com vista à veiculação de fármacos de ação tuberculostática.** Dissertação de Mestrado, Faculdade de Ciências Farmacêuticas/USP, São Paulo - SP, 164p., 1995.
- LOPEZ, N. E. C. **Identificação e monitoramento do regime fluidodinâmico do leito de jorro no recobrimento de partículas.** Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP, 111p., 2007.
- LOURENÇO, R. O. **Identificação e monitoramento de regimes de escoamento em leito de jorro.** Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia – MG, 115p., 2006.
- LOWELL, S. e SHIELDS, J. E. **Powder Surface Area and Porosity.** 3 ed. New York: Chapman Hall, 1991.
- MAA, Y. F.; NGYUEN, P. e HSU, C. C. Spray-coating of rhDNase on lactose: effect of system design, operational parameters and protein formulation. **International Journal of Pharmaceutics**, v.144, pp.47-59, 1996.
- MAKENI CHEMICALS COMÉRCIO DE PRODUTOS QUÍMICOS LTDA. **Ficha de informações de segurança de produtos químicos nº. 301**, bicarbonato de sódio: 28/02/05.
- MARRING, E.; HOFFMANN, A. C. e JANSSEN, L. P. B. M. The effect of vibration on the fluidization behavior of some cohesive powders. **Powder Technology**, v.79, pp.1-10, 1994.
- MAWATARI, Y.; TATEMOTO, Y. e NODA, K. Prediction of minimum fluidization velocity for vibrated fluidized bed. **Powder Technology**, v.131, pp.66-70, 2003.
- MEILI, L. **Contribuição do estudo da fluidodinâmica e da secagem de pastas em leitos fluidizado e vibrofluidizado.** Tese de Doutorado, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos – SP, 260p., 2009.
- MOLERUS, O. Hydrodynamic stability and stabilization of the fluidized bed by means of forced vibrations of the fluid, **Proceedings of International Symposium on Fluidization**, pp.144-153, 1967.

MORIS, V. A.. **Fluidodinâmica e secagem do ácido adípico em leito vibrofluidizado**. Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP, 195p., 2002.

MORIS, V. A. S. e ROCHA, S. C. S. Vibrofluidized bed drying of adipic acid. **Drying Technology**, v.24 (3), pp.303-313, 2006.

MORIS, V. A. S. e ROCHA, S. C. S. Monitoramento da estabilidade fluidodinâmica de leitos fluidizados e vibrofluidizados por medidas de flutuação de pressão em tempo real. **V EPFEQ - Encontro de Pesquisa da Faculdade de Engenharia Química**, UNICAMP, Campinas – SP, 2007.

MUSHTAEV, V. I. *et al.* **Chem. & Petrol Engg.**, v.12, pp.1083-1085, 1973.

OWER, E. e PANKHURST, R. C. **The Measurement of air flow**. 5th Edition, New York, Pergamon Press, p.362, 1977.

PAKOWSKI, Z.; MUJUMDAR, A.S. e STRUMILLO, C. Theory and application of vibrated beds and vibrated fluid beds for drying process. **In Advances in Drying**, pp. 245-305, 1984.

PARISE, M. R.; SILVA, C. A. M.; RAMAZINI, M. J. e TARANTO, O. P. Identification of defluidization in fluidized bed coating using the Gaussian spectral pressure distribution, **Powder Technology**, doi: 10.1016/j.powtec.2010.07.008, 2010.

PARK, K. J.; BROD F. P. R. e OLIVEIRA R. A. Aerodinâmica de leitos vibrofluidizados - Uma revisão. **Eng. Agríc.**, v.26 (3), p.856-869, 2006.

PAVANELLI P. E. **Controle e monitoramento em tempo real do regime de jorro estável da análise espectral**. Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP, 106p., 2006.

RÉ, M. I. **Microencapsulação em busca de produtos inteligentes**, 28/11/2003. <http://www2.uol.com.br/cienciahoje/chmais/pass/ch162/microcap.pdf>.

ROBINSON M. J.; GRASS G. M. e LANTZ, R. J. An apparatus and method for the coating of solid particles. **Journal of Pharmaceutical Sciences**, v.57 (11), pp.1983-1988, 1968.

RODRIGUES, M. I. e IEMMA, A. F. **Planejamento de experimentos e otimização de processos**. 1ª Edição, Campinas – SP, Casa do pão editora, 2005.

ROCHA, S. C. S. Aspectos tecnológicos dos processos de recobrimento de partículas **Tópicos Especiais em Secagem**, v.1., Capítulo 8, pp.295-330, São Carlos, 1992.

RUMPF H. The strength of granules and agglomerates, In: KNEPPER, W. A. Agglomeration, New York, Interscience, p.379-414, 1962. Apud: FREIRE, J. T.; OLIVEIRA, W. P. Aspectos Tecnológicos dos Processos de Recobrimento de Partículas, In: **Tópicos Especiais de Secagem**, v.I, pp. 255-293, Universidade Federal de São Carlos, 1992.

RUMPF H. Particle adhesion – research and applications, In: SASTRY, K. V. S. Agglomeration 77, New York, AIME, p.97-129, 1977. Apud: FREIRE, J. T.; OLIVEIRA, W. P. Aspectos Tecnológicos dos Processos de Recobrimento de Partículas, In: **Tópicos Especiais de Secagem**, v.I, pp. 255-293, Universidade Federal de São Carlos, 1992.

SAKAI, C. R. e ATAÍDE, C. H. Estudo experimental do recobrimento de esferas em leito fluidizado. **XIII Congresso Brasileiro de Engenharia Química – XIX Interamerican Congress of Chemical Engineering**, Águas de São Pedro-SP, Brasil, em CD-ROM, 2000.

SALEH, K.; STEINMETZ, D. e HEMATI, M. Experimental study and modeling of fluidized bed coating and agglomeration. **Powder Technology**, v.130, pp.116-123, 2003.

SEVILLE, J. P. K. e CLIFT, R. The effecty of thin liquid layers on fluidization characteristics. **Powder Technology**, v.37, pp.117-129, 1984.

SHIRLEY, A. R. e MELINE, R. S. Sulfur-coated urea from a 1-ton-per-hour pilot plant. **Adv. Chem. Ser**, v.140, pp.33-45, 1975.

SILVA, C. A. M. **Aplicação da metodologia de análise espectral gaussiana para monitorar e controlar a defluidização em processo de recobrimento de partículas**, Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP, 177p., 2009.

SILVA, M. W. **Estudo do recobrimento da celulose microcristalina em leito fluidizado pulsado rotativo**, Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP, 85p., 2006.

SILVA, O. S. **Desenvolvimento do processo de recobrimento e secagem de microgrânulos em leito fluidizado**. Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP, 140p., 2003.

SMITH, P.G. e NIENOW, A. W. Particle growth mechanisms in fluidized bed granulation-I. **Chemical Engineering Science**, v.38, pp.1223-1231, 1983.

STRUMILŁO, C. e KUDRA, T. **Drying: principles, applications and design**, Gordon and Breach Science Publishers, 448p., 1986.

STRUMILLO, C. e PAKOWSKI, Z. Drying of Granular Products in Vibrofluidized Beds. **Drying 80**, v.1, pp.211-226, 1980.

TARANTO, O. P. **Monitoramento de regimes e recobrimento de partículas em leito de jorro bidimensional**. Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Campinas, Campinas – SP, 141p., 1996.

TARANTO, O. P. *et al.* Coating of tablets with polymeric suspension in two-dimensional spouted beds with and without draft plates”. **Anais do Inter-American Drying Conference (IADC)**, pp. 272-279, 1997.

TENOU, E. e PONCELET, D. Batch and continuous fluid bed coating – review state of the art. **Journal of Food Engineering**, v.53, pp.325-340, 2002.

TRNKA, O.; VESELÝ, V.; HARTMAN, M. e BERAN, Z. Identification of the state of a fluidized bed by pressure fluctuation, **AIChE Journal**, v. 46, pp. 509-514, 2000.

VAN OMMEN, J. R. *et al.* Response characteristics of problem-transducer systems for pressure measurements in gas-solid fluidized beds: how to prevent pitfalls in dynamic pressure measurements. **Powder Technology**, v.106, pp.199-218, 1999.

VAUX *et al.* Measurement of attrition tendency in fluidization. **Aiche 72th Annual Meeting**, San Francisco, 1979.

WANK, J. R., GEORGE, S. M. e WEIMER, A. W. Vibrofluidization of fine boron nitride powder at low pressure. **Powder Technology**, v.121, pp.195-204, 2001.

WEISS, P. J. e MEISEN, A.. Laboratory studies on sulphur coating urea by the spouted bed process. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v.61, 1983.

WEN, C. J. e YU, Y. H. A generalized method for predicting the minimum fluidization velocity, **AIChE Journal**, v.12, pp.610-612, 1966.

WERNER, S. R. L. *et al.* Air-suspension particle coating in the food industry: Part I – state of the art. **Powder Technology**, v.171, pp.25-33, 2007.

WOUTERS, I. M. F. e GELDART, D. Characterizing semi-cohesive powders using angle of repose. **Part. Syst. Charact.**, v.13, pp. 254-259, 1996.

XU, C. E ZHU, J. Parametric study of fine particle fluidization under mechanical vibration. **Powder Technology**, v.161, pp.135-144, 2006.

YANG, S. T. *et al.* The effect of spray mode and chamber geometry of fluid-bed coating equipment and other parameters on an aqueous based ethylcellulose coating. **International Journal of Pharmaceutics**, v.86, pp.247-257, 1992.

ZANK, J.; KIND, M. e SCHLÜNDER, E. U. Particle growth and droplet deposition in fluidized bed granulation. **Powder Technology**, v.120, pp.76-81, 2001.

ZOU, R. P. e YU, A. B. Evaluation of the packing characteristics of mono-sized non-spherical particles. **Powder Technology**, v.88 (1), pp.71-79, 1996.