



Inês Sofia Patarra Bernardo

Licenciatura em Engenharia Biomédica

Otimização dos parâmetros do processo de produção de WG's

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Química e Bioquímica

Orientador: Engenheiro Mário Alexandre Guerreiro Santos Gomes, Empresa Sapec Agro Portugal, S. A.

Co-orientador: Isabel Maria Rôla Coelho, Professora Auxiliar, Departamento de Química, FCT-UNL

Júri:

Presidente: Prof. Doutor Mário Fernando José Eusébio
Arguente: Engenheiro José Fernando Trindade Neves

Otimização dos parâmetros de processo da produção de WG's

Copyright © Inês Sofia Patarra Bernardo, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa.

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Agradecimentos

Aproveito esta oportunidade para agradecer a todos aqueles que de alguma forma me acompanharam durante a realização desta dissertação.

Agradeço à professora Isabel Maria Rôla Coelho, co-orientadora da dissertação pelo primeiro contacto com o Eng.º Mário Gomes, por toda a disponibilidade, aconselhamento, simpatia, rapidez de resposta durante todo o trabalho desenvolvido até ao último minuto.

Agradeço ao Eng.º Mário Gomes, Direção Industrial, pela oportunidade de realizar este trabalho, pelo acompanhamento, orientação e apoio durante todo o estágio.

Agradeço ao Eng.º José F. Neves, Divisão Industrial, Investigação e Desenvolvimento, pela possibilidade de realização do estágio, amabilidade e disponibilidade.

Agradeço ao Eng.º Bruno Silva, por todo o *brainstorming*, aconselhamento, orientação e disponibilidade durante todo o processo.

Gostaria de agradecer a primeira visita guiada realizada ao complexo industrial ao Eng.º Pedro Camilo que me mostrou os “cantos à casa” e por ter partilhado comigo metade da sua secretária durante 3 meses. Por toda a disponibilidade, orientação e integração.

Gostaria de agradecer ao Eng.º Francisco Costa por toda a amabilidade, companheirismo e integração. Por ter tentado engordar-me e a toda a equipa de Inovação e Melhoria desde o primeiro dia.

Agradeço ao Eng.º Afonso Martins por toda a simpatia, integração, disponibilidade.

Quero agradecer ao Eng.º Manuel Manarte por todas as discussões construtivas que não deixaram o meu cérebro ficar entorpecido, partilha de conhecimento, orientação e integração.

Agradeço à Eng.ª Sílvia Ramos, companheira dos pequenos-almoços, por toda a gentileza, disponibilidade e integração.

Agradeço às 5 equipas de operadores da Torre 3, pela paciência, partilha de experiências, simpatia e integração durante todo o tempo de estágio.

Queria agradecer à Andreia Martins por toda a paciência e disponibilidade. À Sara Maia, João Chainho e Sandra Lança por toda a simpatia, disponibilidade e ajuda na integração.

À Rafaela Nunes e ao Ricardo Conceição, pela amizade, *brainstorming*, preocupação, conversas sem nexos, gargalhadas, sestas no comboio e companhia em todo o percurso na FCT-UNL porque sem eles esta etapa teria sido muito mais difícil.

À amiga de sempre, porque os amigos são a família que escolhemos, Vanessa Alves por toda a paciência, conversas inspiradoras, críticas construtivas e momentos de descontração.

Ao meu namorado, Gil Silva, que prescindiu tanto de Nós sem reclamar para que eu conseguisse finalizar esta etapa, por todas as gargalhadas, por todo o apoio, compreensão, por todo o amor e dedicação.

Aos meus pais, por todos os sacrifícios que fizeram para que eu chegasse mais longe. Por toda a dedicação, preocupação, amor e valores que sempre me transmitiram.

Aos meus avós, à minha tia e primos que farão sempre parte da minha vida, por toda a preocupação e amor que sempre me dedicaram.

Resumo

O trabalho de dissertação para obtenção do grau de mestre em Engenharia Química e Bioquímica foi desenvolvida no complexo industrial Sapec Agro Portugal, S. A., mais especificamente na Torre n.º3 – Fábrica de Inseticidas/ Fungicidas, no período entre 8 de Setembro de 2014 e 13 de Março de 2015.

O tema, Otimização dos parâmetros do processo de produção de grânulos dispersíveis em água (WG's), proposto pela empresa, pretendeu estudar, acompanhar e por fim otimizar o processo de produção WG's. A empresa possui WG's resultantes de dois processos diferentes, extrusão e secagem. O estudo foi desenvolvido no processo de secagem em duas etapas, no *spray dryer* e em leito fluidizado.

O ar necessário ao processo é filtrado antes de entrar no sistema de aquecimento, passando por duas etapas de aquecimento, permutador de ar/ vapor e permutador elétrico. A alimentação é enviada para o sistema de atomização, sendo pulverizado através de um *nozzle* de pulverização. O produto e o ar quente entram em contacto no interior do *spray dryer* onde ocorre a primeira etapa de secagem. O produto proveniente da câmara de secagem é conduzido para o leito fluidizado onde é finalizado o processo. O ar/ azoto na secção do leito fluidizado circula em sistema fechado, sendo reutilizado, após uma fase de desumidificação. O ar exausto proveniente do *spray dryer* é filtrado no filtro de mangas antes de ser libertado para a atmosfera. O processo é automatizado e controlado numa consola localizada na instalação.

Realizou-se um planeamento de experiências com vista à otimização do processo relativamente ao teor de sólidos na formulação. O aumento do percentagem de sólidos originou um incremento na produção de WG's em média de 218 Kg por dia e uma redução de partículas finas em aproximadamente 5%. Paralelamente, o consumo específico de energia sofreu uma diminuição de 5% em média.

Ainda que do trabalho realizado tenham sido obtidos resultados significativos, foram sugeridos alguns procedimentos para aplicação no futuro no processo e na instalação.

Palavras-Chave: WG's, secagem, parâmetros processuais, otimização.

Abstract

The work performed for the dissertation for attainment of the master's degree in Chemical and Biochemical Engineering was held in Sapec Agro Portugal, S.A.'s industrial complex, in particular in Torre nr. 3 plant, section of Insecticides/ Fungicides plan, from 8th of September 2014 to 13th March 2015.

The topic, *Optimization of the process parameters for the production of water dispersible granules (WG's)*, proposed by the company, intended to study, monitor and finally optimize the process of WG's production. The company has WG's produced using two different processes, extrusion and drying. This thesis was directed in two stages of the drying process, spray dryer and fluidized bed drying.

The air required for the process is filtered before entering into a heating system. It passes through two heating stages. The first stage is the steam air heater followed by an electrical heater and in the second stage, the hot air is sent to drying section. The feed is sent to the spray system and sprayed through a pressure nozzle. The product and the hot air mixed together inside the spray dryer where the first drying step takes place. The drying chamber product is discharged into the fluidized bed where the process ends. The air/ nitrogen in the fluidized bed section circulates in a closed system and it is reused for drying. The exhausted gas from spray dryer is filtered in a bag filter before being released into the atmosphere. The entire process of the plant is controlled in a panel located at the facility.

A planning of the experiments was performed in order to optimize the process focusing on the solids content of the formulation. The effect of the following parameter caused an increment in WG's production average of 218 Kg per day and reduction of the fine particles content of nearly 5%. At the same time the specific energy consumption decreased by 5%.

Although, significant results have been obtained. Some procedures and future modifications of the process and plant were suggested to further optimize the process.

Keywords: water dispersible granules (WG's), drying process, process parameters, and optimization.

Índice

Agradecimentos.....	i
Resumo.....	iii
Abstract	v
Índice.....	vii
Índice de figuras	ix
Índice de tabelas.....	xi
Lista de abreviaturas.....	xiii
Lista de grandezas.....	xv
1. Introdução	1
1.1. Grupo SAPEC.....	1
1.1.1. Sapec Group Agro Business	1
1.2. Sapec Agro Portugal	2
1.2.1. Fábrica de Inseticidas/ Fungicidas	3
1.2.2. Fábrica de Herbicidas	4
1.2.3. Fábrica de Enxofre	5
1.2.4. Áreas de negócio	6
1.3. Objetivos do trabalho	7
2. Revisão da literatura	9
2.1. Grânulos	9
2.1.1. Pós molháveis	9
2.1.2. Grânulos dispersíveis.....	10
2.2. Conceitos gerais do processo de secagem	13
2.2.1. Spray Dryer	13
2.2.1.1. Atomização.....	14
2.2.1.2. Nozzle de pressão.....	14
2.2.1.3. Disco rotativo	15
2.2.1.4. Nozzle pneumático	15
2.2.1.5. Seleção do mecanismo de atomização.....	15
2.2.1.6. Projeto e forma da câmara.....	17
2.2.1.7. Sistema de contacto ar-gota.....	19
2.2.1.8. Deposição de produto nas paredes da câmara de secagem	19
2.2.1.9. Quantidade de sólidos.....	20
2.2.2. Leito Fluidizado.....	22
2.2.3. Efeito do peso do leito.....	23
2.2.4. Efeito da velocidade do gás e da temperatura	23
3. Análise temporal à produção de WG.....	25
4. Torre n.º3 - Fábrica de Inseticidas/ Fungicidas	27
4.1. Descrição e caracterização do equipamento.....	28
4.1.1. Spray Dryer (Torre de secagem)	28
4.1.2. Aquecimento de ar	29
4.1.3. Leito Fluidizado Inertizado	30
4.1.4. Depósito e bomba de alimentação.....	32
4.1.5. Ar comprimido.....	32
4.1.6. Caldeira de vapor.....	32
4.1.7. Armazenamento de azoto	33
4.2. Descrição do processo de produção de WG's	34
4.3. Influência das variáveis do processo	36

4.3.1.	Temperatura de entrada e de saída do spray dryer	36
4.3.2.	Depressão no spray dryer	37
4.3.3.	Pressão de alimentação.....	37
4.3.4.	Orifício de pulverização e swirler	37
4.3.5.	Temperatura de entrada e tempo de residência no leito fluidizado.....	37
4.4.	Alterações na instalação.....	38
5.	Análise de modo e efeito de falha (FMEA).....	39
6.	Análise laboratorial dos WG's	43
7.	Materiais e métodos	45
7.1.	Descrição dos materiais utilizados.....	45
7.1.1.	Fosetil de Alumínio Técnico	45
7.1.2.	Folpete técnico	46
7.1.3.	Morwet EFW	46
7.1.4.	Geropon SDS.....	47
7.1.5.	Lignosulfonato Sódio (NA)	47
7.1.6.	Soprophor S/ 40 Flakes	48
7.1.7.	Silcolapse 1824	48
7.2.	Métodos experimentais.....	49
7.2.1.	Desenho de experiências (DOE)	49
7.2.2.	Estudo da viscosidade.....	50
7.2.3.	Estudo da temperatura do depósito de alimentação	51
7.2.4.	Estudo do impacto da percentagem de sólidos	51
8.	Apresentação e análise de resultados	53
8.1.	DOE – influência da temperatura de entrada e pressão	53
8.2.	Viscosidade em função do tempo e temperatura	59
8.3.	Aumento da temperatura do depósito de alimentação	61
8.4.	Percentagem de sólidos e produtividade	62
8.5.	Consumo energético.....	68
9.	Conclusões	73
10.	Sugestões para trabalho futuro	75
11.	Referências Bibliográficas.....	77
12.	Apêndices.....	79
12.1.	Apêndice 1 – Granulometrias via seca de finos.....	79
12.2.	Apêndice 2 – Valores médios (autómato) para o Fosetyl 80 WG de 4 a 16 de Fevereiro 2014 80	
12.3.	Apêndice 3 – Valores médios (autómato) para o Fosetyl 80 WG de 21 a 29 de Janeiro 2015 81	
12.4.	Apêndice 4 – Valores médios (autómato) para o Folpec 80 WG	82
12.5.	Apêndice 5 - Valores médios (autómato) para o Folpec 80 WG	83
12.6.	Apêndice 6 – Consumo específico de energia Fevereiro de 2015	84
12.7.	Apêndice 7 – Consumo específico de energia Março de 2015	85
12.8.	Apêndice 8 – Comparação entre velocidades de moagens	86

Índice de figuras

Figura 1.1- Vista aérea do complexo industrial da Sapec Agro Portugal, Setúbal. Adaptado de: (Camilo, 2014).....	2
Figura 1.2- Disposição da fábrica de Inseticidas/ Fungicidas. Inseticidas formulação de líquidos (IFL); Inseticidas formulação de sólidos (IFS); Inseticidas enchimentos de líquidos (IEL); Inseticidas enchimento de sólidos (IES). Adaptado de : (Camilo, 2014).....	3
Figura 1.3 - Disposição da fábrica de Herbicidas. Herbicidas formulação de líquidos (HFL); Herbicidas formulação de sólidos (HFS); Herbicidas enchimentos de líquidos (HEL); Herbicidas enchimento de sólidos (HES). Adaptado de : (Camilo, 2014)	4
Figura 1.4 – Disposição da fábrica de Enxofre. Enxofre molhável (EM) e Enxofre polvilhável (EP). Adaptado de: (Camilo, 2014).....	5
Figura 2.1 – Grânulo dispersível WG obtido para cada método de produção. a) Extrusão, b) <i>Spray dryer</i> , c) Granulação em leito fluidizado. Adaptado de (Jeschke, Kramer, Schirmer, & Dr. Witschel, 2012).....	12
Figura 2.2 – Gotículas pulverizadas produzido com as mesmas condições operacionais. a) produzido através de um disco rotativo. b) produzido através de um <i>nozzle</i> de pressão. Adaptado de (Mujumdar, 2007)	16
Figura 2.3 – Esquema de <i>spray dryer</i> a) disco rotativo; b) bico de pressão; (1) tanque de alimentação; (2) filtro; (3) bomba; (4) atomizador; (5) permutador de calor; (6) ventilador; (7) admissão de ar; (8) câmara de secagem; (9) ciclone ou filtro; (10) ventilador de exaustão. Adaptado de (Mujumdar, 2007).....	18
Figura 2.4 – Áreas suscetíveis à deposição de produto no interior da câmara. Adaptado de: (Mujumdar, 2007).....	20
Figura 3.1 – Análise temporal a quatro anos dos diferentes produtos produzidos por extrusão na Sapec Agro Portugal.	25
Figura 3.2- Análise temperoral a quatro anos dos diferentes produtos produzidos por secagem e granulação na Sapec Agro Portugal.	26
Figura 4.1- Representação esquemática do piso 0 e zona exterior da Torre de Secagem 3. ..	27
Figura 4.2- Representação do piso 1.	27
Figura 4.3- Esquema representativo do piso 2.	27
Figura 4.4 – Torre de secagem n.º 3 à esquerda vista interior, à direita vista exterior.	28
Figura 4.5- Topo da câmara de secagem onde se encontra localizado o <i>nozzle</i> de pulverização.	28
Figura 4.6 – Vista de todos os componentes do <i>nozzle</i> de atomização. Orifício de pulverização, caracol e <i>nozzle</i> “cego”.	28
Figura 4.7 – Mangas ou sacos após dias de operação.	29
Figura 4.8 – Desumidificador (circuito do leito fluidizado).	31
Figura 4.9 – Leito fluidizado inertizado.	32
Figura 4.10 – Compressor Atlas Copco.	32
Figura 4.11- Depósito de armazenamento de azoto.	33

Figura 4.12- Transformação do produto (estado sólido) numa formulação líquida (<i>slurry</i>) agitação contínua.....	34
Figura 4.13 – Diagrama processual referente á secagem de WG na Torre 3.	35
Figura 4.14 – Descarga dos WG's no <i>big bag</i>	35
Figura 4.15- Monitorização do processo instalado na secção de secagem, onde podem ser observadas as (...)	35
Figura 4.16 – Torre de secagem no arranque da instalação com temperatura insuficiente.....	36
Figura 4.17 – Alterações na Torre n.º3 a. (...) b. (...).	38
Figura 4.18 – (...) no leito fluidizado.	38
Figura 7.1 – Estrutura molecular do fosetil de alumínio.	45
Figura 7.2 – Estrutura molecular do Folpete técnico.....	46
Figura 7.3 – Viscosímetro e placa de aquecimento utilizados no estudo do comportamento viscoso de uma amostra de <i>slurry</i>	50
Figura 7.4- Depósito de alimentação da instalação, com camisa de aquecimento.	51
Figura 8.1 - Gráfico referente à produção diária de Fosetyl 80 WG e respetiva quantidade de finos em percentagem.....	55
Figura 8.2 – Resposta em superfície da produção de WG, em Kg, em função da Tin (temperatura de entrada - °C) e pressão, em bar.....	56
Figura 8.3- Resposta em superfície da produção de Finos, em Kg, em função da Tin (temperatura de entrada - °C) e pressão, em bar.....	57
Figura 8.4- Resposta em superfície do conteúdo de humidade, em função da Tin (temperatura de entrada - °C) e pressão, em bar.....	58
Figura 8.5- Registos realizados da viscosidade em função do tempo.....	59
Figura 8.6 – Viscosidade em função da temperatura.....	60
Figura 8.7 - Produção diária de Folpec 80 WG e respetiva quantidade de finos, em Junho de 2013.	62
Figura 8.8 – Produção de WG e finos diários, durante a etapa de teste.	65
Figura 8.9- Prorporção entre a produção de WG e de partículas finas diariamente, entre 27 de Fevereiro a 8 de Março de 2015.....	66
Figura 8.10- Produção de WG's em função da percentagem de sólidos.	66
Figura 8.11 – Influência da densidade na distribuição granulométrica dos WG's.	67
Figura 8.12- Consumo energético específico da produção total (WG e finos) e da produção de WG, de 17 de Fevereiro de 2015 a 25 de Fevereiro de 2015 (Fosetyl 80 WG).....	69
Figura 8.13 - Consumo energético específico da produção total (WG e finos) e da produção de WG, de 1 a 10 de Março de 2015 (Folpec 80 WG).	70

Índice de tabelas

Tabela 2.1 – Exemplo de formulação de grânulos dispersíveis e gamas de concentrações em peso de cada componente. Adaptado de (Zoller, 2009).....	11
Tabela 2.2 – Gama de tamanhos das gotas pulverizadas para os diferentes mecaniscos de atomização. Adaptado de (Mujumdar, 2007).....	16
Tabela 2.3 – Vantagens e desvantagens do bico de pressão e disco rotativo. Adaptado de: (Mujumdar, 2007).....	17
Tabela 4.1 – Características da caldeira de vapor Vaporel.....	33
Tabela 5.1 – Grelha FMEA geral.	40
Tabela 5.2 – FMEA correspondente ao processo de produção de WG.....	41
Tabela 6.1 – Especificações para grânulos dispersíveis – Fosetyl 80 WG.	43
Tabela 7.1 – Características físico-químicas do fosetil de alumínio.....	45
Tabela 7.2 – Características físico químicas do Folpete técnico.....	46
Tabela 7.3 – Propriedades físico-químicas do Morwet EFW.....	46
Tabela 7.4 – Características físico-químicas do Geropon SDS.....	47
Tabela 7.5 - Características físico-químicas do lignosulfonato de sódio.....	47
Tabela 7.6 - Características físico-químicas do Soprophor S/ 40 flakes.....	48
Tabela 7.7 - Características físico-químicas do Silcolapse 1824.	48
Tabela 7.8 – Factores e níveis analisados durante os testes.	49
Tabela 8.1 - Valores médios de alguns parâmetros processuais de Fevereiro de 2014, Fosetyl 80 WG.	53
Tabela 8.2 - Factores e níveis analisados durante os testes.	54
Tabela 8.3 – Ensaio experimentais e resultados obtidos.	54
Tabela 8.4 - Valores médios de alguns parâmetros processuais durante o plano experimental, Fosetyl 80 WG.	55
Tabela 8.5 – Valores de viscosidade registados durante 5 min.	59
Tabela 8.6 – Valores de viscosidade registados em função de diferentes temperaturas durante (...) min.....	60
Tabela 8.7 - Temperatura do depósito de alimentação, <i>Slurry</i> medidas com o termómetro e registada pela sonda.....	61
Tabela 8.8 – Valores médios de alguns parâmetros processuais de Junho de 2013, Folpec 80 WG.	62
Tabela 8.9 - Valores médios diários de alguns parâmetros processuais de Março de 2015, Folpec 80 WG	63
Tabela 8.10 – Condições operacionais de Junho 2013 e Março 2015, respetiva eficiência do processo.....	64
Tabela 8.11 - Correspondência entre a percentagem de sólidos e as produções diárias de WG e finos.....	65
Tabela 8.12 – Distribuição granulométrica de amostras de WG retiradas para diferentes densidades.....	67

Tabela 8.13 – Influência da densidade na distribuição granulométrica e especificação do produto WG.....	68
Tabela 8.14 – Consumo específico de energia médio mensal e respectivas taxas de crescimento.....	70
Tabela 8.15 - Consumo específico de energia médio num determinado intervalo de tempo e respectivas taxas de crescimento.....	71

Lista de abreviaturas

- CC** - Característica com impacto crítico para as culturas
- DOE** – Desenho de experiências, do inglês *Design of experiments*
- EE** – Enxofre Ensaque
- EM** - Enxofre Molhável
- EP** - Enxofre Polvilhável
- HES** - Herbicidas Secção de Embalamento
- HFL** - Herbicidas Formulação de Líquidos
- HFS** – Herbicidas Formulação de Sólidos
- HI** - Característica com impacto alto para as culturas
- HPLC**- do inglês *High Performance Liquid Chromatography*
- IES** - Inseticidas Secção de Embalamento
- IFL** - Inseticidas Formulação de Líquidos
- IFS** – Inseticidas Formulação de Sólidos
- NI** - Característica sem impacto para as culturas
- RPN** - *Risk Priority Number*
- SAPEC** - *Société Anonyme de Produits et Engrais Chimiques du Portugal*
- SC** - Característica com impacto significativo para as culturas
- VOC** - do inglês, *Volatile Organic Compound*
- WG** – grânulo dispersível, do inglês *water dispersible granule*
- WP** – pó molhável, do inglês *wettable poder*

Lista de grandezas

cP – unidade de viscosidade dinâmica, *centipouse*

g – unidade de massa, grama

kg – unidade de massa, quilograma

ton - unidade de massa, tonelada

RPM – unidade de frequência angular, rotações por minuto

m – unidade de comprimento, metro

µm – unidade de comprimento, micrão

cm² – unidade de área, centímetro quadrado

m³ – unidade de volume, metro cúbico

°C – unidade de temperatura, graus *Celcius*

tep – unidade de energia, tonelada equivalente de petróleo

Kgep – unidade de energia, quilograma equivalente de petróleo

kW – unidade de energia quilo *Watt*

L – unidade de volume, litro

mL – unidade de volume, mililitro

Hz – unidade de frequência, *Hertz*

mmH₂O – unidade de pressão, milímetro de água

bar – unidade de pressão, bar

Pa – unidade de pressão, pascal

s – unidade de tempo, segundo

min – unidade de tempo, minuto

h – unidade de tempo, hora

1. Introdução

1.1. Grupo SAPEC

O Grupo SAPEC (*Société Anonyme de Produits et Engrais Chimiques du Portugal*) foi fundado em 1926 por Frédéric Jacobs e Antoine Velge e está bem estabelecida em Portugal. Concebido inicialmente para explorar o mineiro de pirite no Alentejo, rapidamente se verificou um crescente desenvolvimento na produção de adubos fosfatados, tendo por base o ácido sulfúrico conseguido através das cinzas de pirite, e na comercialização de uma ampla gama de produtos agrícolas. A produção e comercialização de adubos, agroquímicos, sementes e rações para animais foram, durante vários anos, as atividades principais do Grupo.

Nos anos 80 ocorreu uma reestruturação da empresa, tendo-se separado os negócios relacionados com os adubos e agroquímicos. Posteriormente a empresa ramificou-se em novas atividades nomeadamente a importação e distribuição de agrocomodidades em Portugal em 1985 e em Espanha em 1987, a importação e distribuição de produtos químicos industriais em 1989 e desenvolveu as suas atividades portuárias, de armazenagem e logística inicialmente localizada em Setúbal (1983).

Em 2000 é desencadeada uma nova opção estratégica que marcou o posicionamento do Grupo Sapec Agro na defesa europeia de moléculas fitofarmacêuticas. Visionando ser uma referência no mercado de produtos genéricos diferenciados, independente e internacional.

Atualmente, a empresa retém mais de 40 moléculas aprovadas, num processo de registo interno que se mantém ativo. Um portfólio de produtos e marcas que torna a empresa no topo dos grupos independentes que tem apresentado maior desenvolvimento e investimento na defesa europeia.

Futuramente o Grupo continuará o seu investimento e crescimento em Portugal e Espanha, procurando aumentar a massa crítica das suas atividades tradicionais numa perspetiva de mercado ibérico. (Camilo, 2014)

1.1.1. Sapec Group Agro Business

O Grupo Sapec ramificou-se internacionalmente no sector com a finalidade de aumentar a suma massa crítica perante as rigorosas adaptações do negócio aos desafios da defesa europeia de moléculas, maximizando as oportunidades que este processo permitiu.

Em 1999, esperando entrar no mercado espanhol com maior facilidade a Sapec Agro adquire duas empresas que resultaram na Sapec Agro España e à Tradecorp Division España. Paralelamente surge em Portugal uma segunda empresa independente, a Selectis, que em conjunto com a Sapec Agro Portugal lideram o mercado nacional. Passados 10 anos o Grupo enverga pelos mercados francês, surgindo a Sapec Agro France e italiano (Sapec Agro Itália). Recentemente impulsionou-se no mercado brasileiro e asiático originando a Sapec Agro Brasil e Sapec Agro Macau. (Camilo, 2014)

A sua missão é servir o produtor agrícola otimizando a relação custo/ benefício, apostando em produtos e serviços de extrema qualidade, promovendo práticas *standard* de segurança e proteção ambiental, visando a satisfação dos clientes.

O Grupo Sapec Agro Business opera em duas grandes áreas agrícolas, a proteção de culturas, para a qual produz e distribui produtos fitofarmacêuticos (inseticidas, herbicidas e fungicidas) e a nutrição vegetal, através da Tradecorp, uma empresa do Grupo que produz e distribui adubos e fitonutrientes.

Atualmente, o Grupo Sapec, exporta 70% do seu volume de negócios na área da proteção de culturas, estando entre as três companhias europeias que mais investiu na sua defesa em produtos genéricos.

1.2. Sapec Agro Portugal

O complexo industrial da Sapec Agro Portugal está localizada em Setúbal, Herdade das Praias (figura 1.1). No complexo fabril são formulados, armazenados e controlados todos os produtos referentes à empresa.

A instalação industrial pode ser dividida em quatro zonas distintas, Fábrica de Herbicidas, Fábricas de Inseticidas e a Fábrica de Enxofre, sendo esta separação física necessária de modo a minimizar/ erradicar o risco de contaminação eminente.

Operando paralelamente com o complexo fabril estão os laboratórios de controlo de qualidade, laboratório de microbiologia e instalação piloto de síntese.



Figura 1.1- Vista aérea do complexo industrial da Sapec Agro Portugal, Setúbal. Adaptado de: (Camilo, 2014)

1.2.1. Fábrica de Inseticidas/ Fungicidas

A fábrica de Inseticidas/ Fungicidas pode ser dividida em cinco secções distintas, quatro delas discriminadas na figura 1.2. A fábrica pode ser dividida em duas grandes áreas, formulação, a qual é dividida em líquidos e sólidos, e o enchimento de líquidos e sólidos. A quinta secção é a Torre 3, que pode ser integrada na formulação de sólidos, onde são produzidos grânulos dispersíveis (WG).

Todas as secções estão separadas fisicamente por paredes, com espaços abertos que permita a circulação livre de pessoas e transporte de materiais. Cada secção pode ser subdividida em vários centros de trabalho, nomeadamente a secção IFS possui duas zonas, formulação de sólidos (zona A) e processo de extrusão (zona B). A secção IES apenas possui uma zona de trabalho que corresponde ao enchimento. A secção IFL é constituída por cinco zonas de trabalho, formulação de *flows* (zona A), formulação de Emulsões Concentradas (zona B), *stockagem* (zona C), formulação de Fitanol (zona D) e formulação de microencapsulados (zona E). Contrariamente à zona de enchimento de sólidos a zona de enchimento de líquidos possui duas áreas de trabalho, enchimento (zona A) e *stockagem* (zona C). (Camilo, 2014)

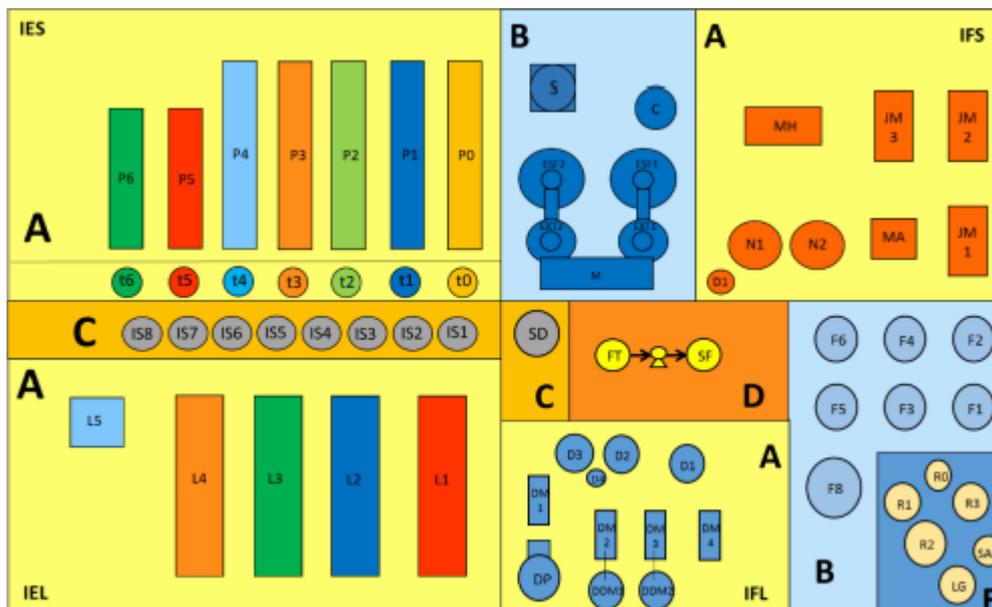


Figura 1.2- Disposição da fábrica de Inseticidas/ Fungicidas. Inseticidas formulação de líquidos (IFL); Inseticidas formulação de sólidos (IFS); Inseticidas enchimentos de líquidos (IEL); Inseticidas enchimento de sólidos (IES). Adaptado de : (Camilo, 2014)

1.2.2. Fábrica de Herbicidas

A fábrica de Herbicidas pode ser dividida em quatro secções distintas discriminadas na figura 1.3. Tal como a fábrica de Inseticidas/ Fungicidas a fábrica de Herbicidas pode ser delimitada em duas grandes zonas, formulação, a qual é dividida em líquidos e sólidos, e o enchimento de líquidos e sólidos.

Todas as secções estão separadas fisicamente por paredes, com espaços abertos que permita a circulação livre de pessoas e transporte de materiais. Cada secção pode ser subdividida em vários centros de trabalho, nomeadamente a secção HFS possui três zonas, formulação de herbicidas sólidos (zona A), formulação de grânulos (zona B) e formulação de sulcotriona (zona C). A secção HES apenas possui uma zona de trabalho que corresponde ao embalamento. A secção HFL é constituída por três áreas de trabalho, formulação de *flows* (área A), formulação de Emulsões Concentradas (área B), *stockagem* (área C). Tal como a formulação de herbicidas sólidos a formulação de líquidos possui apenas uma zona dedicada ao embalamento.

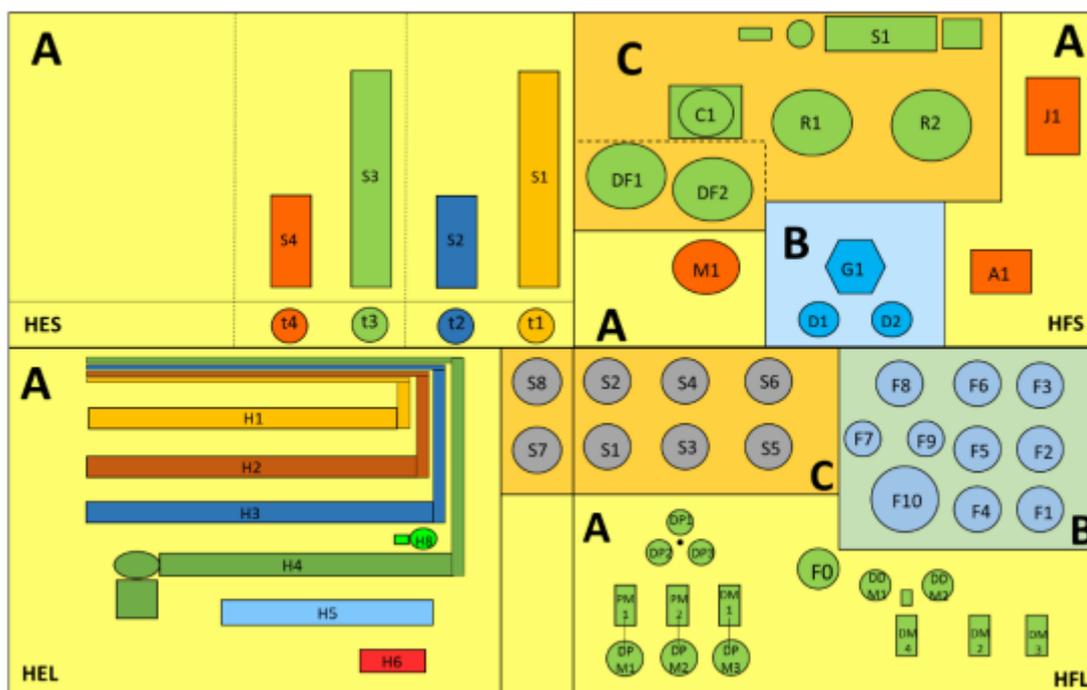


Figura 1.3 - Disposição da fábrica de Herbicidas. Herbicidas formulação de líquidos (HFL); Herbicidas formulação de sólidos (HFS); Herbicidas enchimentos de líquidos (HEL); Herbicidas enchimento de sólidos (HES). Adaptado de : (Camilo, 2014)

1.2.3. Fábrica de Enxofre

A fábrica de Enxofre é constituída por três secções, separadas fisicamente tal como as duas fábricas descritas anteriormente, o Enxofre molhável, Enxofre Polvilhável e Ensaque, as quais podem ser observadas na figura 1.4.

Cada secção é composta por mais que uma zona de trabalho, a zona de enxofre molhável possui duas áreas de trabalho, formulação de enxofre molhável WG (área A) e granulação (área B). Na secção de enxofre polvilhável pode ser encontrada apenas uma zona de trabalho, na qual ocorre a formulação de enxofre polvilhável (zona A).

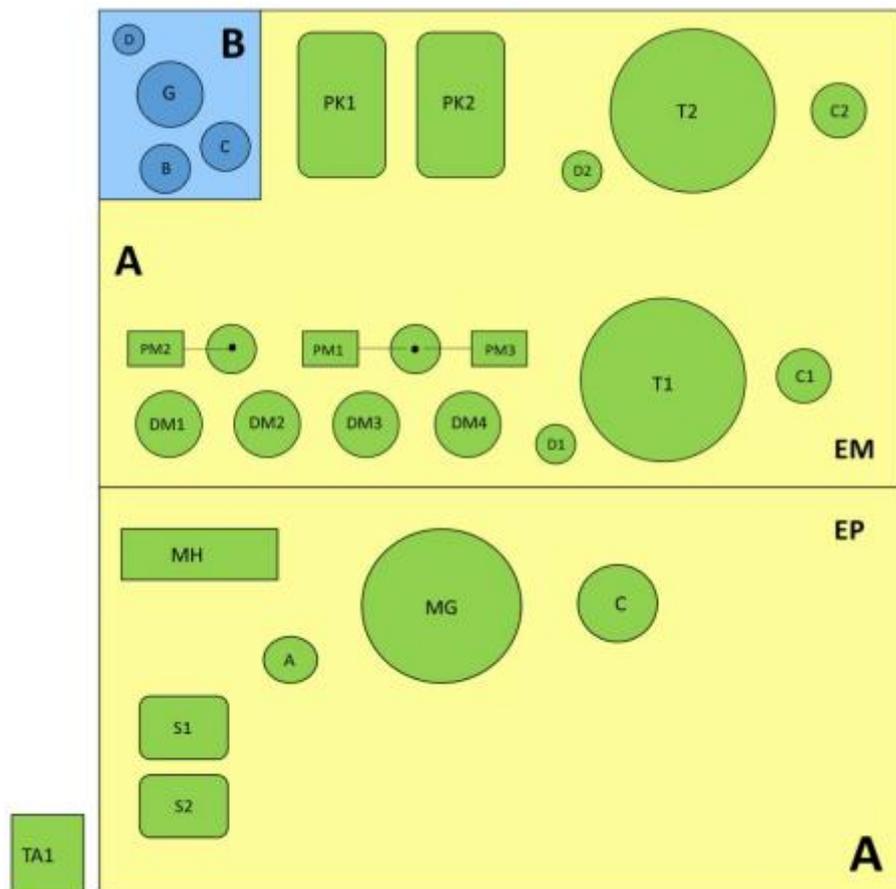


Figura 1.4 – Disposição da fábrica de Enxofre. Enxofre molhável (EM) e Enxofre polvilhável (EP).
Adaptado de: (Camilo, 2014)

1.2.4. Áreas de negócio

A Sapec Agro Portugal centra os seus negócios na proteção e nutrição de culturas, dividindo-se em agroquímicos, fitonutrientes e medicamentos veterinários.

Os agroquímicos ou fitofarmacêuticos destinam-se à proteção das culturas, contra pragas, doenças assegurando a sua sobrevivência e crescimento. Estes produtos são misturas de um ou mais componentes, como o ingrediente ativo, inertes e aditivos, os dois últimos servem como sustentação ao ingrediente ativo. Os agroquímicos podem ser divididos em, inseticidas, herbicidas e fungicidas.

Os inseticidas continuam a desempenhar um papel crucial na proteção das culturas contra insetos, apesar das novas estratégias desenvolvidas. Os inseticidas atuam de formas diferentes, podem ser direcionados para o sistema nervoso ou para o exoesqueleto do inseto. Podem ser armazenados em diversas formas, *sprays*, pós ou gel. (EPA, 2014)

Os herbicidas são compostos utilizados na manipulação e controlo de vegetação indesejada. Podem ser aplicados em diferentes alturas da plantação de forma a diminuir o crescimento de plantas inconvenientes e a obter uma produtividade superior. (EPA, 2014)

Os fungicidas são formulados para prevenir ou erradicar fungos e esporos das culturas. São utilizados em grande parte após épocas de chuva mais intensa, já que os fungos e esporos tendem a desenvolver-se em locais de elevada humidade.

Os fitonutrientes são compostos nutritivos que as culturas necessitam por carência ou debilitação, e são utilizados como suplementos ao seu crescimento. Entre os produtos utilizados como fitonutrientes são formulados, adubos líquidos, estimulantes, fitoprotetores, melhoramentos de solo entre outros.

Os medicamentos veterinários formulados são parasiticidas ou antiparasitários de aplicação externa, sendo utilizados no controlo de carraças, pulgas, moscas entre outros.

1.3. Objetivos do trabalho

A dissertação e trabalho desenvolvido durante o período de estágio na Sapec Agro Portugal, S. A. pretendeu alcançar alguns objetivos.

Conhecer o complexo industrial Sapec Agro Portugal: o primeiro objetivo surgiu da necessidade de adaptação não só às instalações como também ao ambiente fabril e aos processos que o constituem.

Estudo e acompanhamento do processo de produção de WG's: pretendeu-se a realização um estudo e acompanhamento do processo de secagem de grânulos dispersíveis.

Planeamento de ensaios: com vista à otimização pretendeu-se analisar a influência de algumas variáveis na produtividade e qualidade dos WG's.

Análise de resultados e comparação com dados anteriores: para que fosse perceptível a evolução dos resultados obtidos, relativamente aos parâmetros analisados e à produtividade, procurou-se comparar com dados conseguidos anteriormente.

Otimização de processo: realizados os ensaios pretendeu-se contabilizar os resultados significativos das variações no processo.

2. Revisão da literatura

Neste capítulo realizada uma comparação entre os grânulos existentes e a importância da evolução para os WG's.

Serão descritos conceitos gerais essenciais à compreensão dos conceitos de secagem envolvidos na produção de WG's, nomeadamente pontos críticos e variáveis do processo.

2.1. Grânulos

Os sistemas de distribuição de grânulos encontram-se bem estabelecidos há vários anos. Geralmente, o ingrediente ativo (em concentrações entre 1-40% da formulação) é sustentado por suportes inertes, numa gama de tamanho entre os 250 e 1000 μm .

Os grânulos são frequentemente distribuídos numa dada área antes de ocorrer a plantação ou aplicados em culturas já existentes, podendo ser incorporados ou fragmentados no solo.

Os grânulos podem ser produzidos a partir de líquidos ou pulverização de sólidos de baixo ponto de fusão num suporte sólido. Os sólidos com elevado ponto de fusão podem ser formulados por dissolução do ingrediente ativo utilizando um solvente apropriado e seguidamente pulverizado sobre os grânulos ou utilizando uma suspensão concentrada de um revestimento polimérico.

A capacidade de “sorção” do suporte é de extrema importância especialmente quando são desejadas elevadas concentrações de ingrediente ativo. Alguns suportes, tais como, a areia de sílica não possuem a capacidade de adsorver e só poderão incorporar o ingrediente ativo aquando da aplicação superficial de um polímero adequado, tal como o polivinil pirrolidona.

Outros suportes como as sílicas precipitadas, algumas argilas e vários suportes orgânicos bastante porosos, permitem a adsorção de grandes quantidades de ingrediente ativo. A estabilidade da matéria ativa é de extrema relevância, alguns suportes são compostos por centros ácidos, básicos ou catalíticos que poderão interagir com o ingrediente ativo provocando a sua decomposição. Nestas situações são muitas vezes utilizados materiais de desativação para bloquear os centros reativos. Estes materiais podem ser solventes, surfactantes e/ ou revestimentos químicos. (Zoller, 2009)

2.1.1. Pós molháveis

Um dos maiores desenvolvimentos a nível de formulações disponíveis para proteção de plantações agrícolas foi a introdução dos pós molháveis (WP), do inglês *wettable powder*, na década de 50. Apesar do aspeto e tecnologia de produção semelhante aos pós polvilháveis, os WP's foram projetados para serem suspensos, geralmente em água, e aplicados na colheita alvo. (Brooks & Roberts, 1999)

Para suportar o diluente e o ingrediente ativo, os WP's genericamente contêm um agente de superfície ativo e outros componentes na formulação de forma a garantir o comportamento

apropriado durante a mistura. A formulação é normalmente moída até atingir partículas de granulometria que varia entre 1 e 10 µm, de forma a garantir a homogeneidade do produto e a máxima eficácia da matéria ativa. (Brooks & Roberts, 1999) (Zoller, 2009)

O ingrediente ativo é moído com o surfactante seco e o dispersante, de modo que quando o ingrediente ativo é colocado em água o pó é molhado sem formar aglomerados. É necessário um cuidado redobrado durante a moagem dada a natureza explosiva do pó.

Os WP's podem conter elevadas quantidades de ingrediente ativo, variando entre 25 e 90%. A sua formulação além do ingrediente ativo, surfactante e agentes molháveis, é constituída por um *filler* (como a sílica, argila ou outros componentes inertes).

A sua produção pode ser mais segura e favorável quando controlada a exposição do operador ao ingrediente ativo, adicionando-se um empacotamento solúvel em água, como um filme de álcool polivinílico. Apesar deste tipo de empacotamento minimizar a exposição do operador ao ingrediente ativo, apresenta algumas desvantagens, podendo ocasionalmente não ocorrer a dissolução completa. O filme polivinílico demonstra-se especialmente sensível quando exposto a águas contendo componentes iónicos que impedem a dissolução do filme, permanecendo em glóbulos (provoca a colmatação do bico de pulverização). (Zoller, 2009)

2.1.2. Grânulos dispersíveis

No decorrer dos anos 1970 era expectável a necessidade de uma nova geração de produtos sólidos que representariam uma melhoria face aos pós molháveis. Várias empresas introduziram produtos que contemplavam diversas propriedades positivas dos pós molháveis, mas melhorando alguns problemas que a formulação anterior manifestava.

Os grânulos dispersíveis (WG), do inglês *water-dispersible granules*, foram desenvolvidos como uma alternativa mais segura e “atraente” aos WP's. Este novo tipo de formulação para pesticidas tem revelado um crescimento comercial considerando a facilidade de transporte e utilização, não requer solventes, sem pó e apresenta um baixo risco de contaminação por inalação para o utilizador.

Um dos maiores problemas inerentes aos pós molháveis é a formação de pó. Em solução diversas formulações de WP foram adaptadas e convertidos a WG's, resultando numa manipulação mais fácil e uma redução considerável da formação de pó.

A conversão de pós molháveis em WG's necessita de uma operação adicional para obter o tamanho final e um grânulo livre de pó, tornando o produto WG mais dispendioso devido às operações adicionais e novos componentes que constituem a sua formulação. Torna-se assim preferível o desenvolvimento de novos produtos WG ao invés da conversão de produtos antigos em formas mais favoráveis. (Brooks & Roberts, 1999) (Ciullo, 1996) (Foy & Pritchard, 1996) (Zoller, 2009) (Li, Pang, & Lou, 2009)

Este novo produto possui as características mensuráveis de uma suspensão concentrada, mas demonstra a estabilidade das propriedades de um produto sólido. Adicionalmente o grânulo deve dissolver-se em poucos minutos quando adicionado em água,

resultando numa solução homogênea que irá conferir uma dispersão com uma distribuição granulométrica adequada à sua utilização em *spray*. (Brooks & Roberts, 1999) (Jeschke, Kramer, Schirmer, & Dr. Witschel, 2012) (Zoller, 2009) (Foy & Pritchard, 1996) (Ciullo, Industrial Minerals and Their Uses: A Handbook and Formulary, 1996)

Os *fillers*, como as sílicas precipitadas são utilizados para diluir o ingrediente ativo e manter o nível de ingrediente ativo constante na formulação. Geralmente, o *filler* é misturado e moído com o ingrediente ativo até se atingir um tamanho consistente dos dois compostos.

O agente molhável diminui a tensão superficial, causando a decomposição do grânulo e dispersão do ingrediente ativo. Os agentes molháveis mais utilizados são os surfactantes, devido ao seu baixo peso molecular o que facilita a migração do componente na superfície.

Os lignosulfonatos ou surfactantes aniônicos têm-se demonstrado dispersantes de elevada importância, a sua adição torna a mistura do ingrediente ativo com a água mais eficaz. As características hidrofílicas dos lignosulfonatos tornam-nos solúveis em água. (Li, Pang, & Lou, 2009)

A granulação requer a utilização de agentes ligantes para formar os grânulos, conferindo-lhes uma maior resistência. Os polímeros solúveis em água (como o polivil pirrolidona e o amido) facilitam a adesão entre as partículas. Por outro lado, os ligantes solúveis em água promovem uma rápida e completa fragmentação do grânulo. (Zoller, 2009)

Na tabela 2.1 encontra-se descrito um exemplo de formulação de WG.

Tabela 2.1 – Exemplo de formulação de grânulos dispersíveis e gamas de concentrações em peso de cada componente. Adaptado de (Zoller, 2009)

Ingrediente	Concentração (% p/p)
Ingrediente ativo	20-60
Agente molhável	2-5
Dispersante	3-15
Anti-espuma	0,1-1
Agente ligante	5-20
<i>Filler</i>	25-65

Os WG's podem ser produzidos por diferentes vias, secagem (*spray drying*), granulação em leite fluidizado e extrusão.

O *spray drying* é um processo de transformação do ingrediente ativo e co-formulantes em estado líquido em partículas sólidas. Tipicamente a matéria ativa é pulverizada a partir de um solução ou *slurry* no topo de uma torre de secagem. A atomização do fluido pode ser realizada através de um ou mais *nozzles* ou por discos rotativos. As gotas pulverizadas contactam com uma corrente de ar quente com um fluxo co-corrente ou contra-corrente ao longo da torre. As partículas secas são separadas do fluido de secagem através de ciclones, filtros ou por combinação dos diferentes métodos. Além das condições de pulverização, o perfil de

temperatura no *spray dryer* é um parâmetro importante no passo de secagem e na qualidade do produto final (morfologia e humidade).

A granulação em leito fluidizado é outro dos métodos conhecidos para formação de WG's. Este processo utiliza uma corrente de ar, que mantém as partículas suspensas numa região fluidizada, enquanto o agente ligante é pulverizado sobre as partículas, facilitando a aglomeração. O leito fluidizado é muitas vezes associado ao *spray dryer*, permitindo uma segunda etapa de secagem e uma melhor aglomeração do produto, obtendo-se um grânulo superior e um WG de melhor qualidade.

A extrusão de baixa pressão é um processo que tem vindo a ser utilizado para formulação agroquímica. O pó seco e outros componentes da formulação são misturados com um agente ligante, o "bolo" resultante pressionado contra uma matriz de modo a formar um grânulo alongado (forma de "esparguete"). O processo de extrusão compreende ainda uma etapa de secagem, na qual a água é removida do grânulo, podendo ser fluidização.

De cada tecnologia resultam WG's com propriedades diferentes, tais como o tamanho, forma e a dispersão em água (figura 2.1).

A produção de WG's tem sido utilizada popularmente na formulação de pesticidas, já que é livre de solvente e os problemas ambientais associados aos VOC (do inglês, *Volatile Organic Compound*) é evitado. (Jeschke, Kramer, Schirmer, & Dr. Witschel, 2012) (Zoller, 2009)

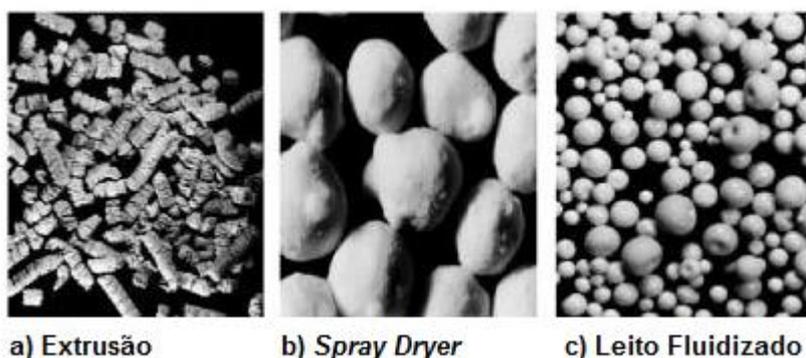


Figura 2.1 – Grânulo dispersível WG obtido para cada método de produção. a) Extrusão, b) *Spray dryer*, c) Granulação em leito fluidizado. Adaptado de (Jeschke, Kramer, Schirmer, & Dr. Witschel, 2012)

2.2. Conceitos gerais do processo de secagem

2.2.1. Spray Dryer

A técnica de *spray drying* surge na indústria em 1800, no entanto só foi possível a sua utilização em grande escala em 1850, tendo sido utilizada na secagem de leite em pó. Esta tecnologia encontra-se em constante desenvolvimento e expansão na área alimentar. Estima-se que cerca de 25 000 *spray dryers* são comercializado para a secagem de agroquímicos, produtos biotecnológicos, químicos pesados e finos, produtos farmacêuticos com capacidades de evaporação variando de poucos $\text{kg}\cdot\text{h}^{-1}$ até $50 \text{ ton}\cdot\text{h}^{-1}$.

O método por *spray drying* envolve três etapas específicas, a atomização, a mistura do fluxo de ar quente com o líquido pulverizado (evaporação) e a separação do produto seco do ar que é encaminhado para a atmosfera. (Mujumdar, 2007)

No processo de *spray drying* o líquido é bombeado a partir do tanque de alimentação até ao mecanismo de atomização, tais como, disco rotativo, *nozzle* de pressão, *nozzle* pneumático e *nozzle* ultrassónico, usualmente localizado no topo da câmara de secagem.

O ar de secagem é retirado da atmosfera e filtrado, o ar passa através de um permutador de calor (permutador de calor elétrico, permutador de calor ar/ vapor) antes de ser encaminhado para o distribuidor de ar na torre de secagem.

As gotas pulverizadas pelo atomizador entram em contacto com o ar quente, ocorrendo a evaporação da água em excesso e arrefecendo simultaneamente a temperatura. Após a secagem das partículas a maior parte do produto seco caí até à base da torre de secagem arrastando o ar. O ar passa através de um filtro ou ciclone, no qual as partículas mais finas são separadas do ar. As partículas saem na base do filtro através de uma válvula rotativa e são recolhidas num depósito adequado ao tipo de produto. O ar é libertado novamente para a atmosfera.

A rápida evaporação permite manter uma temperatura baixa das gotas, de modo que a corrente de ar quente possa ser aplicada a temperaturas elevadas sem comprometer o produto.

O tempo de secagem das gotas é muito pequeno quando comparado com outros processos de secagem, tornando este processo adequado para a secagem de produtos muito sensíveis à temperatura. (Mujumdar, 2007)

2.2.1.1. Atomização

Independentemente da aplicação, o primeiro passo envolve o bombeamento de um líquido de alimentação para o atomizador. O atomizador opera de acordo com o tamanho das gotas de pulverização. Estão disponíveis atomizadores tendo em conta o tipo de energia que requer, energia centrífuga (disco rotativo) ou energia fornecida por pressão (*nozzle* de pressão). Para fluidos com elevadas viscosidades é utilizada energia cinética fornecida geralmente ou por um atomizador pneumático. (Baker, 1997)

Uma atomização apropriada é um dos fatores mais relevantes para a eficácia do processo de secagem. O tipo de atomizador determina a energia necessária para obter a pulverização, bem como a trajetória, a velocidade e a distribuição de tamanhos das gotas. O tamanho da gota estabelece a superfície disponível para ocorrer a transferência de calor e em consequência a velocidade de evaporação.

O dimensionamento da câmara de secagem é também influenciada pela escolha do mecanismo de atomização. Dos quatro tipos padronizados de atomizadores, os mais utilizados são o *nozzle* de pressão e o disco rotativo. Estes tipos de atomizadores têm a capacidade de pulverizar soluções finas e *slurries* em gotas até 2 μ m. As gotas de tamanho superior raramente excedem os 500 μ m.

Os sistemas de secagem que utilizam *spray dryer* originam diferentes formas de produto seco, variando do pó ao grânulo (AIChE, 2003) (Baker, 1997). (Mujumdar, 2007)

2.2.1.2. Nozzle de pressão

O *nozzle* de pressão varia de acordo com o diâmetro do orifício de pulverização e do caracol. O orifício é responsável pela pulverização que resulta da conversão da pressão em velocidade, utilizando a velocidade de passagem do líquido sob pressão no orifício, geralmente variando entre os 5 e 7 MPa.

O tamanho do orifício encontra-se diretamente relacionado com o caudal de alimentação, quando este diâmetro aumenta em consequência o caudal de alimentação, para uma determinada pressão, irá também aumentar, bem como as dimensões das gotículas. O diâmetro do orifício utilizado é geralmente de pequenas dimensões variando entre os 0,4 e os 4 mm.

A diminuição do diâmetro do caracol resulta numa dispersão mais favorável das gotas na câmara de secagem. (AIChE, 2003) (Mujumdar, 2007)

Os *nozzles* de pressão não são adequados para líquidos ou suspensões muito concentradas de materiais abrasivos, devido à tendência para colmatar ou desgaste do orifício, traduzindo-se numa diminuição da pressão. O *nozzle* de pressão quando comparado com um disco de atomização e com o *nozzle* pneumático possui um consumo de energia mais baixo. (Mujumdar, 2007)

2.2.1.3. Disco rotativo

O líquido é encaminhado ao centro do disco rotativo, deslocando-se sob força centrífuga até ao limite do disco, através de palhetas radiais, onde é pulverizado em gotas. A pulverização forma uma nuvem com um ângulo de 180°. Em consequência da trajetória horizontal da pulverização é requerido que as torres de secagem possuam um diâmetro superior quando comparadas com os restantes mecanismos de atomização. (Baker, 1997) (Mujumdar, 2007)

A velocidade linear periférica varia de 100 a 200 m·s⁻¹. Para diâmetros de disco padronizados são necessárias velocidades angulares entre os 10 000 e 30 000 rpm.

Usualmente, resulta do atomizador rotativo uma pulverização altamente homogênea com uma distribuição granulométrica uniforme das gotículas. A distribuição de tamanhos das gotas pode ser controlado através da velocidade do disco. Este tipo de atomizador é bastante versátil podendo operar com uma variadíssima gama de produtos com diferentes propriedades físicas. (Mujumdar, 2007)

2.2.1.4. Nozzle pneumático

No *nozzle* pneumático (do inglês *pneumatic nozzle*) a atomização do fluído é realizada utilizando ar comprimido ou vapor. A alimentação é misturada com o ar fora do *nozzle*, sendo menos frequente a mistura no interior do atomizador. O ângulo de pulverização varia de 20° a 60° dependendo do *design*.

É necessário aproximadamente 0,5 a 3 m³ de ar comprimido para processar 1 kg de fluído, geralmente um único *nozzle* não processa mais que 1000 kg·h⁻¹ de alimentação.

A pulverização de fluídos de baixa viscosidade resulta num tamanho de gota inferior e uma elevada homogeneidade, contrariamente utilizando fluídos mais viscosos obtém-se uma homogeneidade mais baixa e um maior tamanho das gotículas.

A nível económico o *nozzle* pneumático quando comparado com os atomizadores anteriormente descritos é o mais dispendioso dos três dado o seu elevado consumo energético. (Mujumdar, 2007)

2.2.1.5. Seleção do mecanismo de atomização

A seleção do mecanismo de atomização geralmente compreende a escolha entre o disco rotativo e o *nozzle* de pressão, devido às limitações do *nozzle* pneumático. A seleção baseia-se em parâmetros tais como disponibilidade, flexibilidade, consumo energético ou distribuição granulométrica das partículas, sendo a última a mais importante.

A dimensão das gotas pulverizadas para os diferentes atomizadores e diferentes caudais de alimentação pode ser visualizada na tabela 2.2

Tabela 2.2 – Gama de tamanhos das gotas pulverizadas para os diferentes mecanismos de atomização. Adaptado de (Mujumdar, 2007)

Tipo de Atomizador	Diâmetro das gotas [μm]
<i>Nozzle</i> de pressão	10-800
Disco Rotativo	1-600
<i>Nozzle</i> pneumático	5-300

Em alguns casos tanto o disco rotativo como o *nozzle* de pressão podem ser utilizados com igual eficácia, no entanto as características do produto final variam para cada tipo de atomizador (figura 2.2).

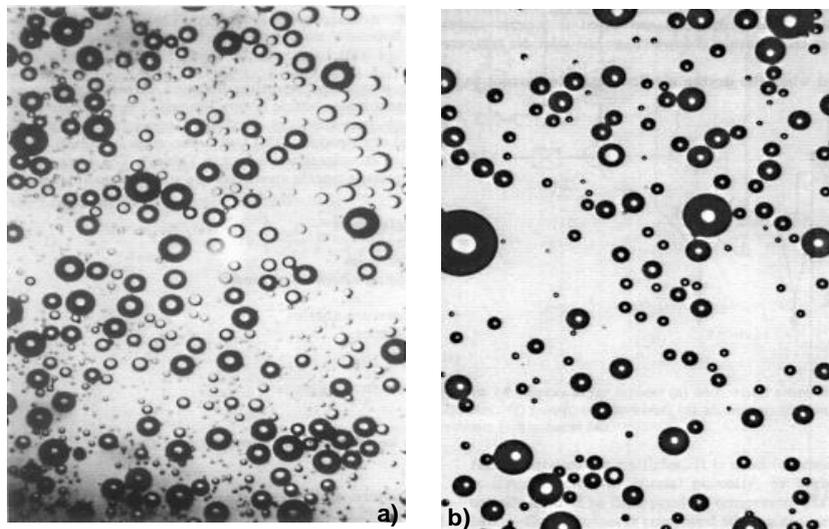


Figura 2.2 – Gotículas pulverizadas produzido com as mesmas condições operacionais. a) produzido através de um disco rotativo. b) produzido através de um *nozzle* de pressão. Adaptado de (Mujumdar, 2007)

As vantagens e desvantagens tanto do bico de pressão como do disco rotativo podem ser visualizadas na tabela 2.3.

Tabela 2.3 – Vantagens e desvantagens do bico de pressão e disco rotativo. Adaptado de: (Mujumdar, 2007)

	Disco Rotativo	Nozzle de pressão
Vantagens	<p>Processa caudais de alimentação elevados com um único disco</p> <p>Adequado para produtos abrasivos</p> <p>Sem tendência para entupimento</p> <p>Tamanho da gota controlado pela mudança da rotação do disco</p>	<p>Estrutura simples e compacta, com elementos fixos</p> <p>Baixo custo</p> <p>Consumo energético baixo.</p>
Desvantagens	<p>Elevado consume energético</p> <p>Custo elevado</p> <p>Câmaras de secagem de grandes dimensões.</p>	<p>Bicos que contenham caracol não são adequados para suspensão</p> <p>Tendência para colmatar</p> <p>Efeitos de corrosão e erosão provocam o alargamento do orifício, que irá influenciar as características da pulverização.</p>

2.2.1.6. Projeto e forma da câmara

Normalmente, o projeto da câmara depende do tipo de atomizador e do sistema de contacto de ar. O atomizador e o sistema de contacto de ar são seleccionados de acordo com as características do produto a secar e da taxa de produção requerida. As especificações do produto são frequentemente definidas por testes realizados em escalas mais pequenas num *spray dryer* experimental.

Quando o produto a utilizar é sensível ao calor é necessário ter um cuidado redobrado aos perfis de temperatura do fluído de secagem no interior da câmara.

A trajetória da gota é outra variável a ter em consideração, o tamanho da câmara deve de ser tal que as gotas maiores sequem antes de atingirem as paredes da câmara, o que previne a formação de camadas de produto parcialmente seco.

A altura da câmara de secagem é função do diâmetro da gota e das diferenças de temperatura entre o fluído de secagem e a partícula.

Também a forma da câmara depende do tipo de atomizador utilizado já que o ângulo de pulverização determina a trajetória das gotas e, em resultado o diâmetro e altura da câmara de secagem. Os esquemas típicos de *spray dryer's* com disco rotativo e co bico de pressão podem ser observados na figura 2.3.

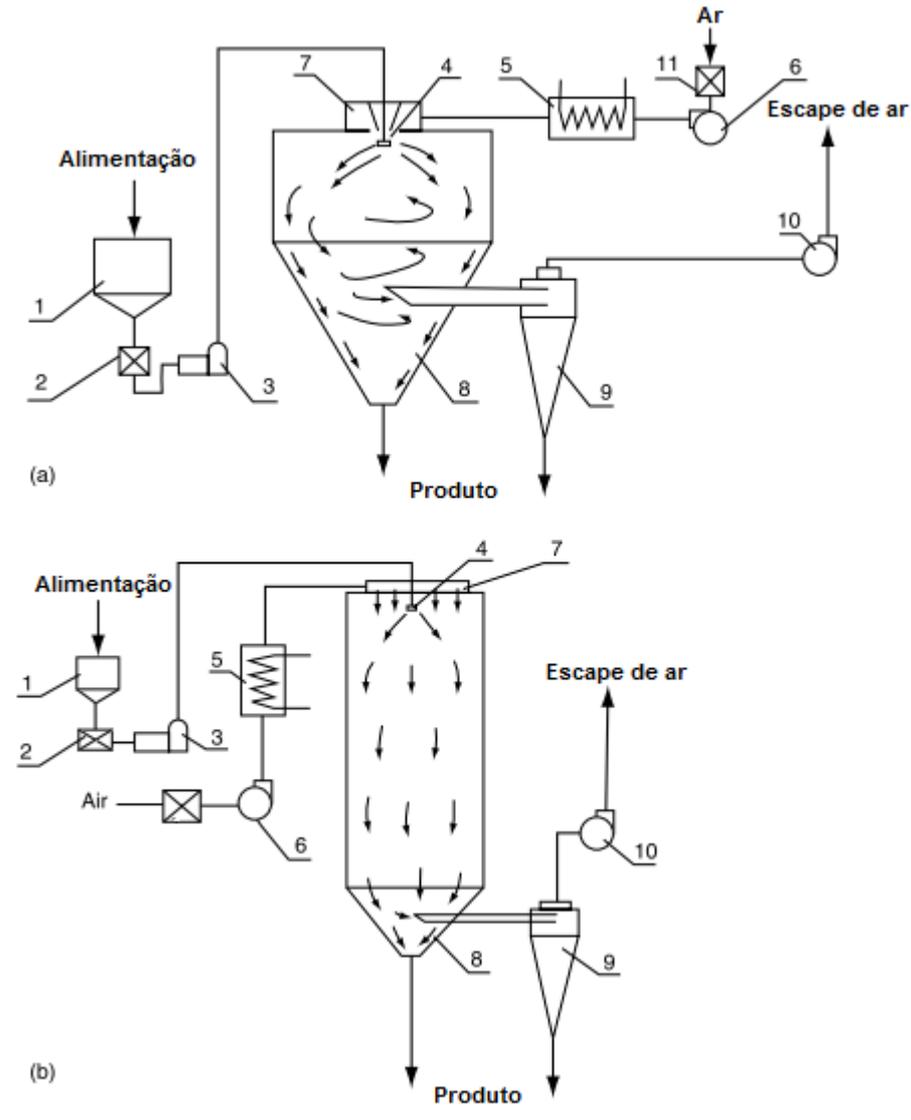


Figura 2.3 – Esquema de *spray dryer* a) disco rotativo; b) bico de pressão; (1) tanque de alimentação; (2) filtro; (3) bomba; (4) atomizador; (5) permutador de calor; (6) ventilador; (7) admissão de ar; (8) câmara de secagem; (9) ciclone ou filtro; (10) ventilador de exaustão. Adaptado de (Mujumdar, 2007)

2.2.1.7. Sistema de contacto ar-gota

Existem três tipos de sistemas de contacto ar-gota aplicados aos processos de secagem, co-corrente, contra-corrente e misto.

O contacto por co-corrente ocorre quando as gotas pulverizadas descem através da câmara de secagem com a mesma direção do ar. É o sistema mais utilizado tanto para discos rotativos como para *nozzle's* de pressão. A temperatura do produto final é inferior à temperatura do ar admitido.

O sistema de contra-corrente é conseguido quando o fluído de secagem e as gotas fluem segundo sentidos opostos. É utilizado quando são pretendidas partículas de tamanho elevado de materiais sensíveis ao calor, uma porosidade específica, ou aquando da utilização de alimentações e elevada densidade.

São aplicados os dois sistemas em simultâneo quando é requerido um produto de granulometria superior e as dimensões da câmara de secagem são limitadas. Tem-se demonstrado o sistema mais económico quando aplicado a materiais que suportam elevadas temperaturas depois de secos.

A direção do fluxo de ar e a uniformidade da sua velocidade no interior da câmara são variáveis de extrema relevância na determinação da qualidade do produto final. O sistema de aquecimento de ar deve prevenir a sobreaquecimento local para garantir que as partículas secam antes de atingirem as paredes da câmara de secagem. (Mujumdar, 2007)

2.2.1.8. Deposição de produto nas paredes da câmara de secagem

A deposição de partículas nas paredes da câmara de secagem indiretamente irá afetar a qualidade do produto final. É necessário selecionar as condições operacionais que minimizem a deposição nas paredes otimizando a qualidade do produto final obtido.

Existem alguns fatores diretamente relacionados com a deposição de produto. Segundo (Keshani, Daud, Nourouzi, & Namvar, 2014) as propriedades do material das paredes desempenham um papel significativo na adesão das partículas. A geometria da câmara de secagem desempenha um papel direto, uma vez que altera a trajetória do fluxo de ar e em consequência influencia o comportamento das partículas no interior da câmara.

Outro fator que tende a influenciar a adesão das partículas à câmara de secagem é a humidade no seu interior. Com o aumento do caudal de alimentação são formadas gotas maiores traduzindo-se num aumento da quantidade de água no interior da câmara resultando numa diminuição da taxa de evaporação, e em consequência um teor de humidade mais alto, o que provoca uma maior aderência das partículas. (Jeschke, Kramer, Schirmer, & Dr. Witschel, 2012)

É de notar que algumas áreas no interior da câmara de secagem apresentam uma maior suscetibilidade à deposição de produto húmido (figura 2.4). Existem algumas formas de controlar a deposição de produto nas paredes da câmara dependendo do tipo de atomizador utilizado, das propriedades do produto e a distribuição do fluxo de ar. (Mujumdar, 2007)

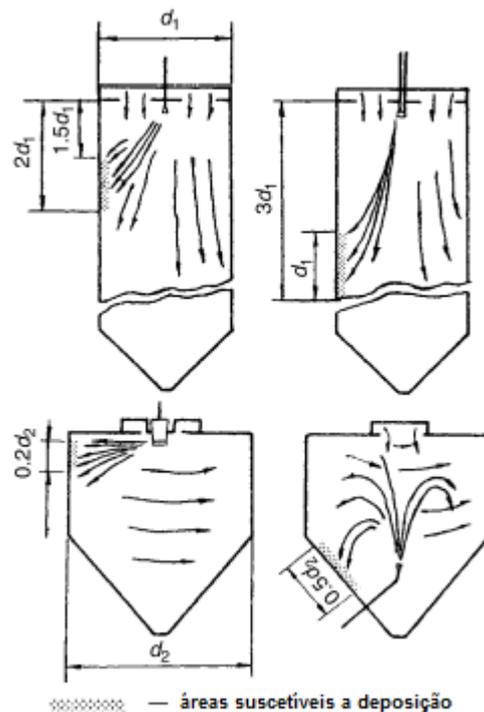


Figura 2.4 – Áreas suscetíveis à deposição de produto no interior da câmara. Adaptado de: (Mujumdar, 2007)

2.2.1.9. Quantidade de sólidos

Geralmente, o aumento quantidade de sólidos resulta num aumento da densidade nas partículas em condições de atomização e entrada de ar constantes. Esta quantidade não deve ser demasiado elevada já que irá resultar numa formulação de elevada viscosidade e em consequência uma pulverização ineficaz afetando a formação de gotículas esféricas e a homogeneidade do produto final. (Masters, 2004)

A percentagem de sólidos na alimentação deve ser elevada tanto possível para minimizar os requisitos de evaporação por massa de produto e os custos de secagem.

A capacidade de atomização encontra-se relacionada com a quantidade de água a evaporar por hora, dependendo da quantidade de ar seco envolvido bem como a sua temperatura, assim sendo uma maior percentagem de sólidos resultará numa diminuição da quantidade de água a evaporar e em consequência um incremento da quantidade de WG à saída (maior produtividade).

Experimentalmente as alterações na percentagem de sólidos resultam em alterações significativas no tamanho médio dos grânulos. No entanto, formulações com concentrações excessivas resulta num aumento da viscosidade, este efeito, como já foi referido anteriormente, traduz-se numa redução do ângulo de pulverização e numa menor capacidade de dispersão. Este aumento de viscosidade pode ser ultrapassado com a constante agitação ou com o aumento da temperatura, dependendo do comportamento do produto. (Ribeiro & Ventura, 2011)

Segundo (Ribeiro & Ventura, 2011), as variações de viscosidades influenciam a humidade final do produto, viscosidades superiores originam valores de humidade superiores, já que a água no interior do grânulo tem de migrar até à superfície de evaporação atravessando uma espessura maior. Por outro lado, variações na densidade não exercem uma influência significativa nos valores de humidade, densidades mais baixas correspondem a uma maior quantidade de água a remover, facilitando a evaporação, no entanto os WG's obtidos possuem uma granulometria muito inferior.

Em suma, existem várias razões para que a percentagem de sólidos seja o mais elevada possível, nomeadamente, os custos operacionais (a evaporação é menos dispendiosa), o aumento da capacidade (a quantidade de água evaporada é constante), o aumento das dimensões das partículas (cada gota tem uma composição superior em sólidos), densidade das partículas mais elevada, separação do pó mais eficaz (derivado ao aumento da densidade) e otimização da dispersão do produto. (Parihari, 2009)

2.2.2. Leito Fluidizado

Os secadores de leito fluidizado são utilizados na secagem de partículas e materiais granulares que podem ser fluidizados, bem como *slurry* e suspensões. A sua versatilidade operacional permite que processem diversos produtos químicos, alimentícios, biomateriais, cerâmicos, fármacos em pó e aglomerados e agroquímicos (pesticidas, fertilizantes). Esta tecnologia demonstra-se vantajosa em diversos aspetos nomeadamente, na mistura de sólidos, elevadas taxas de calor e transferência de massa e a facilidade do transporte material.

Convencionalmente um leito fluidizado resulta da passagem de uma corrente de gás a partir da base do leito de partículas sólidas. O leito de partículas encontra-se sobre uma base que distribui o gás. O gás fluidizado passa através da base e é uniformemente distribuído por todo o leito. A queda de pressão ao longo do leito é diretamente proporcional à velocidade do gás de fluidização, e não sofre variações significativas com o aumento do fluxo de gás. Quando o fluxo de gás suporta o peso em totalidade do leito corresponde ao estado mínimo de fluidização e a velocidade do gás é designada por velocidade mínima de fluidização, u_{mf} . (Mujumdar, 2007)

O leito fluidizado opera geralmente com velocidades duas a quatro vezes superiores à velocidade mínima de fluidização. A velocidade mínima de fluidização é normalmente obtida experimentalmente, através de correlações, no entanto é de notar que as correlações apresentam limitações, nomeadamente as dimensões da partícula, do leito fluidizado, os parâmetros operacionais, entre outros, dessa forma são apenas válidas para determinadas critérios e condições.

As partículas com teor de humidade elevado requerem uma velocidade de fluidização superior do que as partículas com humidade inferior. Devido as forças exercidas pela superfície molhada da partícula, apenas as camadas no topo do leito são fluidizadas, as camadas inferiores tendem a permanecer estacionárias durante a fase inicial da secagem. (Coulson & Richardson, 2002) (Mujumdar, 2007)

A fase de bolhas pode ser dividida verticalmente em duas zonas distintas, a fase densa e a fase dispersa. A fase densa localiza-se na base do leito e fase dispersa está acima, na qual os sólidos sobem e a densidade diminui.

O fluxo de gás que passa no leito fluidizado é geralmente encaminhado para um sistema de filtração, ciclone ou filtro de mangas antes de ser libertado para a atmosfera, ou recirculado ao sistema diminuindo os gastos energéticos.

Os grânulos podem ser classificados de acordo com a qualidade de fluidização, partículas areadas (fácil fluidização quando secas), partículas finas (difícil fluidização devido a forças coesivas entre as partículas maiores) e partículas grandes e densas (qualidade de fluidização inferior).

A qualidade de fluidização é influenciada por alguns parâmetros operacionais que podem afetar de forma positiva ou negativa a secagem em leito fluidizado, nomeadamente a temperatura, a velocidade do gás e o peso/ altura do leito. (Mujumdar, 2007)

2.2.3. Efeito do peso do leito

A mobilidade interna da humidade nas partículas pode afetar as taxas de secagem. Em materiais que possuem uma elevada mobilidade da humidade interna, a altura/ peso do leito não influencia a velocidade de secagem. Contrariamente materiais com maior resistência à secagem o aumento da altura do leito conduz a uma redução da taxa de evaporação dificultando a fluidização. (Mujumdar, 2007)

2.2.4. Efeito da velocidade do gás e da temperatura

A velocidade do gás é um dos parâmetros operacionais mais importantes no processo de secagem em leito fluidizado. O aumento da velocidade do gás aumenta em consequência a taxa de evaporação das partículas.

O aumento da temperatura do leito fluidizado, conduz a uma maior difusividade da humidade interna e consequentemente a uma maior velocidade de secagem. No entanto, este efeito está diretamente relacionado com a resistividade interna e externa à transferência de humidade que alguns tipos de partículas apresentam. (Mujumdar, 2007)

3. Análise Temporal à produção de WG

A Sapec Agro Portugal é uma empresa em constante desenvolvimento, evoluindo as estratégias e procurando sempre dar as melhores condições e produtos aos seus clientes. Os WG's são uma formulação moderna de fungicidas e inseticidas com vantagens significativas para as culturas e agricultores, ao nível do manuseamento e da proteção do seu aplicador.

Em 2013, foi implementado uma nova unidade de produção de WG's por *spray dryer*, a Torre n.º3, aumentando 10 vezes a capacidade instalada da empresa, podendo produzir aproximadamente 1 500 toneladas/ ano. Cerca de 80% da sua produção será escoada para os mercados francês e italiano, aspirando chegar ao mercado brasileiro.

No entanto, a Torre n.º3 não é a primeira unidade de produção de WG's, na Fábrica de Enxofre encontram-se duas outras torres de secagem que utilizam o sistema de disco rotativo de dispersão de produto no interior da câmara. A primeira torre foi implementada em 1965 e só 35 anos depois foi implementada a segunda no ano 2000. Na Fábrica de Enxofre encontra-se outro processo instalado de produção de WG's o granulador (leito fluidizado).

Em 2006, apostou-se numa abordagem diferente implementando um novo processo na Fábrica de Inseticidas/ Fungicidas, a extrusão. Em 2014, em seguimento dos bons resultados da introdução do processo de extrusão, alargou-se os horizontes e instalou-se outra unidade.

Atualmente, encontra-se em fase de implementação uma nova Torre de secagem, por *spray dryer*, em muito semelhante à Torre n.º3, com aproximadamente o dobro da capacidade.

Pela análise da figura 3.1. é possível identificar o ano em que foi implementada a nova unidade de extrusão em 2014 com a produção de Metribuzina. A produção demonstra uma tendência para diminuir ao contrário da produção de WG por secagem (figura 3.2.)

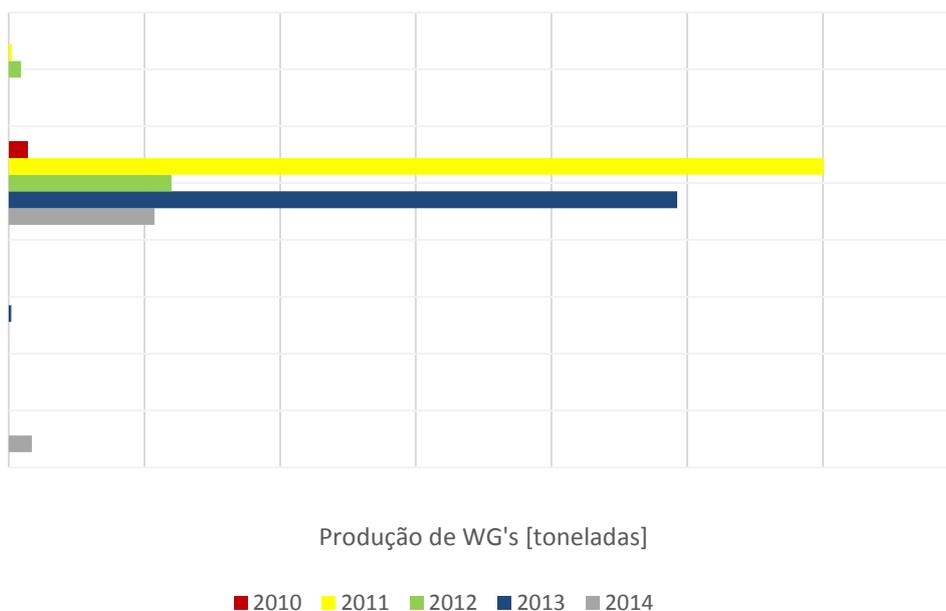


Figura 3.1 – Análise temporal a quatro anos dos diferentes produtos produzidos por extrusão na Sapec Agro Portugal.

Na figura 3.2. é possível observar uma análise temporal a quatro anos da produção de WG's por secagem e granulação. Pela sua análise é possível concluir que a implementação da instalação de secagem em 2013 teve um impacto positivo na formulação de WG's que a quantidade produzida aumentou e começaram a ser convertidos novos produtos a WG, como é o caso do DIMET. 9%+MANCOZ.60% WG. O produto com maior produtividade é o Stulln WG Advance tendo um rendimento aproximado de 8 toneladas por dia. Em 2010 a produção de WG ronda as (...) toneladas contrastante com as (...) toneladas produzidas em 2014.

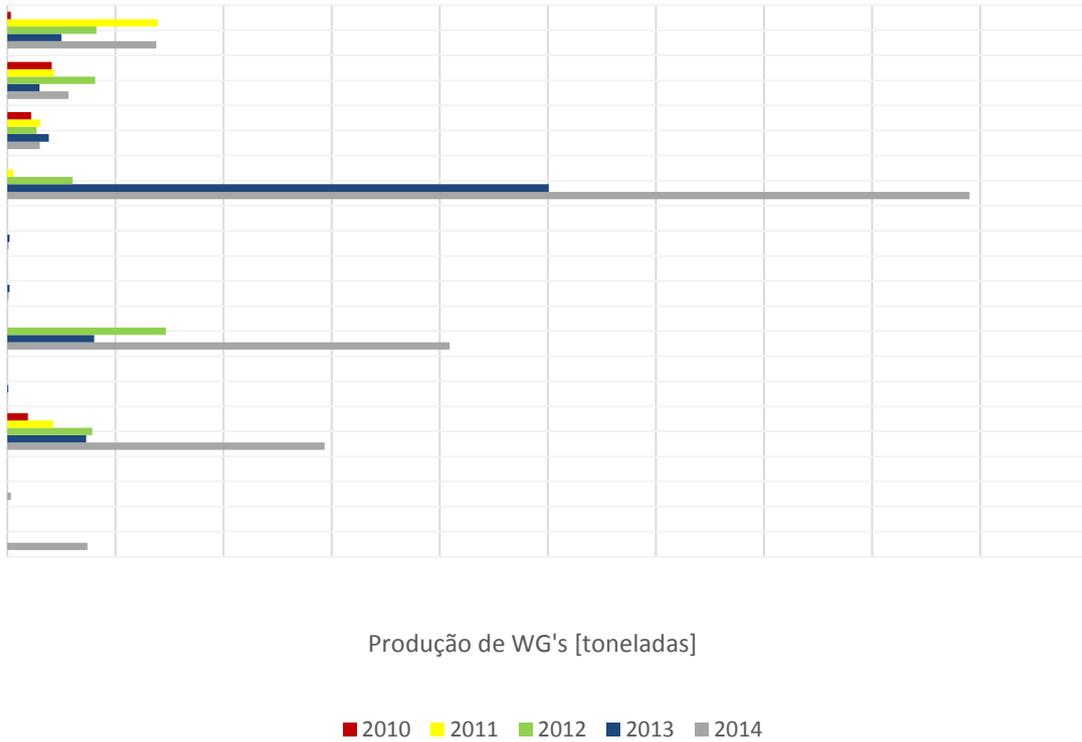


Figura 3.2- Análise temporal a quatro anos dos diferentes produtos produzidos por secagem e granulação na Sapec Agro Portugal.

4. Torre n.º3 - Fábrica de Inseticidas/ Fungicidas

Pretendendo desenvolver e otimizar novos processos e produtos em 2013 a Sapec Agro Portugal implementou um novo método de produção de WG's, utilizando um *spray dryer*.

A torre de secagem n.º3 é uma secção complementar á fábrica de inseticidas/ fungicidas, no entanto encontra-se fora das instalações, possui três andares e uma zona exterior reservada a equipamentos auxiliares ao processo.

Na zona exterior à instalação localizam-se alguns dos equipamentos auxiliares nomeadamente o *Chiller*, o compressor, a caldeira de vapor, depósito de condensados e o tanque de armazenamento de azoto.

No R/ C ou piso 0 encontram-se os equipamentos principais e auxiliares destinados ao processo de secagem, tais como um tanque de armazenamento do produto em estado líquido (*Slurry*), torre de secagem (*spray dryer*), dois filtros de mangas, leito fluidizado, bomba de alimentação, permutador de vapor, ventilador, desumidificador e bomba de alimentação. A monitorização do processo é realizada pelos operadores no piso 0. Na figura 4.1. pode ser observada uma representação esquemática da zona exterior e do piso 0.

Figura 4.1- Representação esquemática do piso 0 e zona exterior da Torre de Secagem 3.

No piso 1 encontra-se o autómato onde podem ser alteradas algumas variáveis do processo, bem como o topo do filtro de mangas, que se encontra ligado a torre de secagem e o ventilador responsável pela (...), que após a passagem no filtro (...). Na figura 4.2 encontra-se representado um esquema do piso 1.

Figura 4.2- Representação do piso 1.

No piso 2 encontram-se localizados os equipamentos responsáveis pelo aquecimento do ar que é utilizado na secagem do produto, tais como, filtro de ar, ventilador, permutador de vapor, aquecedor elétrico (figura 4.3).

Figura 4.3- Esquema representativo do piso 2.

4.1. Descrição e caracterização do equipamento

Os equipamentos que constituem o processo de secagem de WG's podem ser divididos em vários sectores, nomeadamente *spray dryer*, aquecimento de ar e leite fluidizado inertizado, a cada um destes sectores estão associados a equipamentos que serão descritos e caracterizados neste subcapítulo.

4.1.1. *Spray Dryer* (Torre de secagem)

A torre em aço inoxidável possui uma geometria cilíndrica, de teto plano e base cónica, com aproximadamente (...) m de altura e (...) m de diâmetro, é utilizada como câmara de secagem por atomização. Foi dimensionada com uma capacidade de alimentação (...) kg·h⁻¹, com um caudal de evaporação de aproximadamente (...) kg·h⁻¹ (figura 4.4).

Figura 4.4 – Torre de secagem n.º 3 à esquerda vista interior, à direita vista exterior.

O distribuidor de ar quente está localizado no topo da câmara de pulverização, tendo sido dimensionado para minimizar a deposição de material no topo da câmara minimizando as zonas morta de ar, através de uma distribuição uniforme.

O *nozzle* de pulverização pode ser ajustado de acordo com o tipo de produto e o caudal de alimentação pretendido. Tal como o distribuidor de ar, o *nozzle* encontra-se localizado no topo da câmara de secagem (figura 4.5).

Figura 4.5- Topo da câmara de secagem onde se encontra localizado o *nozzle* de pulverização.

É constituído por vários elementos nomeadamente o caracol (do inglês *swirler*) e o *nozzle* “cego”. Na figura 4.6. é possível observar todos os elementos que constituem o *nozzle* de atomização. E realizado um polimento ao interior do orifício de pulverização e do *swirler* para assegurar a máxima performance e uma melhor dimensão da gotícula. O desgaste causado pela elevada velocidade do líquido provoca uma diminuição da performance do *nozzle* ao longo do tempo. É necessário manter as dimensões do orifício controladas para que o desempenho da atomização não seja afetada.

Figura 4.6 – Vista de todos os componentes do *nozzle* de atomização. Orifício de pulverização, caracol e *nozzle* “cego”.

Filtro de mangas

O fluxo de ar que circula no interior do *spray dryer* é encaminhado para um filtro de mangas ou sacos arrastando partículas de menores dimensões. No filtro de mangas as partículas são retidas e o ar é libertado para a atmosfera. É constituído por (...) mangas de (...) metros, que operam a uma temperatura máxima de (...) °C. O Filtro de mangas está equipado (...) que evitam a acumulação do produto nas mangas e nas paredes do filtro.

O filtro de mangas possui uma geometria semelhante ao *spray dryer*, com dimensões aproximadas de (...) m de altura e (...) m de diâmetro. Na figura (...) é possível observar uma manga ou saco após alguns dias operação.

Figura 4.7 – Mangas ou sacos após dias de operação.

Ventilador do ar de exaustão

O ar de exaustão proveniente do *spray dryer* é encaminhado para o filtro de mangas utilizando um ventilador (...) em aço inoxidável, com reforço em carbono anti-corrosão. Possui uma capacidade de (...) $\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ e uma velocidade de rotação de (...) RPM.

4.1.2. Aquecimento de ar

Os equipamentos que constituem este sector são responsáveis pelo aquecimento do ar necessário ao processo de secagem no *spray dryer*. É constituído por um filtro de ar, um ventilador, um permutador de calor ar/ vapor e um permutador de calor elétrico.

Filtro de ar

O ar atmosférico é filtrado num filtro de ar com uma eficiência aproximadamente de (...) para partículas de dimensões aproximadas de (...) μm , correspondente a um caudal de ar máximo de (...) $\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$ e a uma temperatura máxima de (...) °C, com um painel cujos orifícios possuem aproximadamente (...) μm de tamanho, e uma pressão de (...) mm H_2O .

Ventilador de admissão ao *spray dryer*

O ar atmosférico é encaminhado para a câmara de secagem utilizando um ventilador (...) em aço inoxidável, com reforço em carbono anti-corrosão. No máximo da sua capacidade opera com uma temperatura de (...) °C e um caudal de ar de (...) $\text{m}^3\cdot\text{h}^{-1}$, e uma eficiência de (...).

Permutador de calor ar/ vapor

O permutador de ar/ vapor é a primeira etapa de aquecimento ao qual o ar atmosférico é submetido. Os componentes internos do permutador são em aço inoxidável e a estrutura exterior possui um revestimento em (...) anti-corrosão.

O permutador de calor ar/ vapor foi dimensionado com objetivo de aquecer o ar atmosférico, com um mínimo de (...) °C, até aos (...) °C, para um caudal de (...) kg·h⁻¹, para carga térmica de (...) kcal·h⁻¹.

Permutador de calor elétrico

O permutador de calor elétrico é utilizado para conferir ao ar a temperatura final desejada. O ar é aquecido por resistências elétricas (...) a passagem de ar. A temperatura pode ser controlada manualmente (...).

O permutador de calor elétrico possui uma capacidade de aquecimento até aos (...) °C, com um caudal de ar de (...) kg·h⁻¹ e uma potência máxima de (...) kW.

4.1.3. Leito Fluidizado Inertizado

O sector do leito fluidizado é constituído por um desumidificador, um permutador de calor ar/ vapor, um leito fluidizado e um filtro de mangas. Estes equipamentos são responsáveis pela última etapa de secagem, na qual é conferido ao WG a humidade final desejada.

Desumidificador

O ar que é distribuído no leito fluidizado é (...), é previamente arrefecido a fim de retirar a humidade residual que possa conter e novamente aquecido antes de entrar em contacto com o produto no interior do leito fluidizado. Cada módulo consiste (...). O material de construção é o aço inoxidável. É constituído por um (...) para aquecer a temperatura do ar desumidificado até os (...) °C.

É constituído por um fornecimento de água refrigerada, e um separador de humidade (água residual). Na figura 4.8. é possível observar a disposição do desumidificador na instalação.

Figura 4.8 – Desumidificador (circuito do leito fluidizado).

Permutador de calor ar/ vapor

O ar que saída do desumidificador é aquecido antes (...), num permutador de calor ar/ vapor. Dimensionado para operar com uma temperatura de entrada mínima de (...) °C e uma temperatura de saída de (...) °C. O vapor é fornecido pela cadeira de vapor, tal como no permutador descrito no subcapítulo 4.1.2. O ar aquecido no permutador tem como finalidade a fluidização e secagem do produto no interior do leito fluidizado.

Filtro de mangas

O fluxo de ar que circula no interior do leito fluidizado é filtrado tal como o fluxo de ar que se encontra em contacto com o produto no interior do *spray dryer*, onde é filtrado (...). É constituído por (...) mangas de (...) metros, que operam a uma temperatura máxima de (...) °C. O filtro de mangas possui as mesmas características que o filtro de mangas associado à câmara de secagem, contudo com dimensões inferiores, possui cerca de (...) m de altura e (...) m de diâmetro.

Ventilador de reciclo (Leito fluidizado)

O ar que circula no interior do leito fluidizado é encaminhado para o filtro de mangas e (...), utilizando um ventilador (...) em aço inoxidável, com reforço (...) anti-corrosão. No máximo da sua capacidade opera com uma temperatura de (...) °C e um caudal de ar de (...) m³·h⁻¹.

Leito Fluidizado Inertizado

O leito fluidizado responsável pela última etapa de secagem, possui uma orientação horizontal e aproximadamente (...) m de comprimento. Está equipado com (...) pontos de vigias,

nas quais os operadores podem verificar se a fluidização do produto decorre consoante o especificado. Possui uma placa de distribuição de ar perfurada, de forma a direcionar o produto até ao ponto de descarga, (...) entradas de ar quente (responsável pela fluidização) e (...) entrada de ar frio (...).

O leito fluidizado possui um circuito de azoto específico caso seja necessária uma atmosfera inerte, aquando da utilização de produto inflamáveis. Na figura 4.9. é possível observar o leito fluidizado.

Figura 4.9 – Leito fluidizado inertizado.

4.1.4. Depósito e bomba de alimentação

O depósito de alimentação está equipado com um agitador de (...), o qual fornece a agitação necessária ao produto antes de ser encaminhado para o spray dryer. O depósito de alimentação possui uma capacidade de (...) L e está equipado com (...), bem como uma camisa de aquecimento. Os (...) permitem que o operador tenha conhecimento da (...) que possui e estimar a necessidade de formular um novo lote. A Slurry é constante agitação passa por um filtro, onde é filtrada de possíveis impurezas que possa conter antes de passar pela bomba.

A bomba de alimentação é uma bomba de (...), com uma capacidade de descarga de (...) bar, um caudal de (...) L·h⁻¹ e uma viscosidade do fluido de alimentação de aproximadamente (...) cP. A bomba de alimentação possui alguns componentes adicionais, nomeadamente um (...).

4.1.5. Ar comprimido

O ar comprimido é fornecido por um compressor (...), de elementos do tipo (...), de (...). Condicionado numa canópia insonorizada de dimensões compactas e fácil montagem, com um reservatório de (...) litros de capacidade. (figura 4.10.)

Figura 4.10 – Compressor Atlas Copco.

4.1.6. Caldeira de vapor

A caldeira de vapor localiza-se no exterior da instalação, sendo responsável pelo fornecimento de vapor necessário ao aquecimento de ar nos permutadores de calor. O vapor saturado fornecido pela caldeira a (...) bar e com um caudal suficiente que cubra o consumo da instalação, aproximadamente (...) Kg·h⁻¹. A caldeira inicial será brevemente substituída por outra de maior capacidade, cujas características estão descritas na tabela 4.1.

Tabela 4.1 – Características da caldeira de vapor Vaporel.

Características
Peso total vazio [Kg]
Potência [kW]
Produção vapor [Kg/ h]
Volume [m³]
Sup. Aquecimento [m²]
Temperatura Min.-Máx. [°C]
Pressão Máxima [bar]
Pressão Ensaio [bar]

4.1.7. Armazenamento de azoto

O azoto necessário ao processo encontra-se armazenado num depósito cilíndrico no exterior da instalação com uma capacidade aproximada de (...) m³. O azoto confere ao sistema uma atmosfera inerte, reduzindo os riscos associados à inflamabilidade de alguns produtos. O consumo diário de azoto aproximado é (...) kg·dia⁻¹. O azoto é utilizado em alguns pontos crítico do processo, onde a humidade é inferior, nomeadamente no (...). Na figura 4.11. encontra-se representado o depósito de azoto no exterior da instalação.

Figura 4.11- Depósito de armazenamento de azoto.

4.2. Descrição do processo de produção de WG's

A produção de WG engloba essencialmente quatro operações, i) pré-mistura e moagem das matérias-primas, ii) formulação da *slurry*, iii) produção de pó no *spray dryer* e iv) produção de grânulos no leito fluidizado. Sendo que as duas primeiras operações são realizadas em batch e as duas últimas em contínuo.

A primeira fase compreende a pré-mistura e a moagem de matérias-primas, a segunda fase formulação da *Slurry* e por último a atomização/ secagem do produto.

Na primeira fase as matérias-primas são misturadas e posteriormente moídas em (...) a uma velocidade entre os (...) Hz de forma a obter uma uniformização de todos os componentes. Após a moagem as matérias-primas são transferidas para a secção responsável pela formulação da *Slurry* (Fábrica de inseticidas/ fungicidas - formulação de líquidos), onde serão misturadas com co-formulantes e água, geralmente obtendo uma percentagem de sólidos de (...) %. A quantidade de água é ajustada consoante (...). Na figura 4.12. é possível observada a *Slurry* enquanto está a ser agitada.



Figura 4.12- Transformação do produto (estado sólido) numa formulação líquida (*slurry*) agitação contínua.

O diagrama processual da secagem de WG, bem como cada equipamento envolvido no processo pode ser observado na figura 4.13.

A alimentação é bombeada até ao sistema de atomização, onde é pulverizado em gotas através de um orifício de pulverização (sistema de atomização) entrando em contacto com o ar quente.

O ar necessário ao processo é aquecido, após a sua filtração, num permutador de ar/ vapor de água (*Steam Heater*), alimentado através de uma caldeira de vapor, complementado por aquecimento através de resistências elétricas (*Electrical Heater*), finalmente o ar é transferido para o interior da câmara de secagem (*Spray Chamber*) em (...).

No interior do *spray dryer* onde decorre a primeira etapa de secagem é obtido o produto em forma de pó, que é encaminhado através de uma válvula rotativa no secador de leito fluidizado (*Fluid Bed Dryer*), no qual decorre a segunda etapa de secagem e a granulação do produto. O fluido de contacto no interior do leito fluidizado pode ser ar ou azoto, dependendo da necessidade de utilização de uma atmosfera inerte facultada pela introdução de azoto. (...) ventilador (*Recycle Blower*), colocado a jusante do leito fluidizado

O ar de exaustão proveniente do *spray dryer* é libertado (...), depois de ser filtrado no filtro de mangas (*Bag Filter*), com recurso a um ventilador (...).

O fluído ar ou azoto é aquecido inicialmente através de um permutador de ar/ vapor de água (alimentado a partir de uma caldeira e vapor) e após a passagem no leito fluidizado é (...). O ar/ azoto passa num filtro de mangas (remoção de produto de granulometria mais fina) e num desumidificador (para remoção de água presente na corrente gasosa).

Figura 4.13 – Diagrama processual referente á secagem de WG na Torre 3.

Após a granulação do produto convertido em WG é descarregado por meio de uma válvula rotativa e recolhido em *big bags* (figura 4.14).

Figura 4.14 – Descarga dos WG's no *big bag*.

No filtro de mangas responsável pela filtração da corrente gasosa do ar de exaustão, separa partículas mais finas dessa mesma corrente, as quais são descarregadas e recolhidas em *big bags*, tal como o produto final.

O processo é controlado (...), envolvendo alguns controlos automáticos nomeadamente, (...). Ao nível da instrumentação as varáveis controladas são (...).

Todo o processo pode ser monitorizado na instalação por meio de uma consola como pode ser visualizada na figura 4.15.

Figura 4.15- Monitorização do processo instalado na secção de secagem, onde podem ser observadas as (...)

4.3. Influência das variáveis do processo

Uma das responsabilidades do operador de produção, no processo secagem, é manter o teor de humidade do produto final, sendo que é fundamental para assegurar os parâmetros de qualidade impostos pela Sapec Agro. As condições de funcionamento médias de funcionamento devem ser ajustadas para produzir um produto de humidade e granulometria uniforme. É de extrema relevância perceber que o conteúdo final de humidade pode ser manipulada com a variação das condições de funcionamento.

Segundo (Parihari, 2009), se o valor de humidade for demasiado alto as partículas irão absorver a humidade contrariamente ao esperado que seria perder humidade.

As condições principais que podem ser controladas diretamente pelo operador são, a temperatura de entrada, o caudal de alimentação (velocidade e pressão da bomba de alimentação), diferença de pressão (influência a distribuição granulométrica das partículas), temperatura de entrada e tempo de residência no leito fluidizado.

Neste subcapítulo serão descritos os parâmetros de maior relevância e efeito a nível processual e do produto final.

4.3.1. Temperatura de entrada e de saída do *spray dryer*

A temperatura de entrada do fluxo de ar no *spray dryer* é um dos parâmetros mais sensíveis no processo. O aquecimento excessivo da torre de secagem pode provocar, além de uma secagem excessiva a degradação do produto pulverizado. Por outro lado, com uma temperatura insuficiente não ocorre a secagem e o produto tende a formar grandes aglomerados que ficam retidos nas paredes da câmara de secagem. As temperaturas de entrada podem variar dependendo do produto e das suas propriedades bem como do caudal de alimentação.

A temperatura de entrada do ar resulta de duas etapas de aquecimento, é submetida a um pré-aquecimento num permutador ar/ vapor, no qual o ar é aquecido com um caudal de vapor saturado (...) de (...) $\text{Kg}\cdot\text{h}^{-1}$, atingindo temperaturas de saída do permutador entre os (...) $^{\circ}\text{C}$. A segunda etapa de aquecimento ocorre no permutador de calor elétrico, cuja temperatura é obtida (...).

A capacidade de evaporação da torre de secagem geralmente varia (...). A temperatura de saída deve ser alterada de acordo com as propriedades e humidade pretendida. Estas modificações são observadas quando ocorre uma (...). Na figura 4.16. é possível observar o resultado de uma temperatura insuficiente e de um caudal excessivo.

Figura 4.16 – Torre de secagem no arranque da instalação com temperatura insuficiente.

4.3.2. Depressão no *spray dryer*

A depressão no interior da torre é conseguida pela (...). O ar de exaustão, com partículas finas, é retirado do interior e antes de ser encaminhado para a atmosfera é filtrado num filtro de mangas. (...) Esta depressão é (...) caudal de ar a ser extraído do interior da torre (...).

Quando o caudal de ar puxado para o filtro de mangas é excessivo (...). Por outro lado, quando a diferença de pressão é insuficiente (...).

4.3.3. Pressão de alimentação

A pressão de alimentação ao *nozzle* de atomização influencia fortemente as dimensões das partículas pulverizadas. Em pulverizações realizadas a baixas pressões obtém-se aglomerados de produto e em consequência uma produtividade mais reduzida. Com pressões mais elevadas os grânulos obtidos são mais homogéneos e o rendimento do processo aumenta, dado que o caudal de alimentação também é superior. No entanto, o aumento da taxa de alimentação (...).

A pressão e o caudal de alimentação devem ser controladas (...).

4.3.4. Orifício de pulverização e *swirler*

O orifício de pulverização tem como função a aceleração e a fragmentação de um fluxo aquoso, originando a dispersão de uma grande quantidade de pequenas gotas sob a forma de um leque. Deste processo resultam partículas esféricas de tamanho variável, oscilando com as condições de pressão admitidas, que caem por ação de gravidade para a base do *spray dryer*.

O diâmetro do orifício de pulverização afeta as características dos WG's obtidos. Com o aumento do diâmetro, aumenta o diâmetro e comprimento do leque, e a quantidade de produto pulverizado. Segundo (Masters, 2004), o aumento das dimensões médias dos grânulos é proporcional ao quadrado do diâmetro do orifício, assim sendo orifício com diâmetros superiores originam grânulos de granulometrias superior.

O *swirler* é responsável pela conversão da energia contida no fluido em energia centrífuga. Quanto maior for as dimensões do *swirler* maior a velocidade de saída do líquido, resultando numa pulverização mais elevada.

4.3.5. Temperatura de entrada e tempo de residência no leito fluidizado

No leito fluidizado ocorre a última etapa de secagem do processo de produção de WG, assim sendo a temperatura do fluxo de ar que contacto com o produto é um parâmetro importante na finalização do processo. A temperatura de entrada no leito fluidizado é regulada (...). Quanto (...) o caudal de ar admitido (...) tem de ser o calor fornecido ao permutador para (...a temperatura.

Uma temperatura excessiva no interior do leito fluidizado pode conduzir a um produto final (...), afastando-se das especificações estabelecidas pela empresa, assim sendo esta temperatura (...). De uma forma geral, o (...) da temperatura do ar, desde que não degrade o produto, (...) a secagem dos aglomerados e pode, dessa forma, ajudar a (...) de partículas de (...) dimensões.

No decorrer do processo de secagem o ar que circunda as partículas funciona como uma barreira para a transferência de calor e massa, sendo esta barreira determinada pela velocidade do ar. Quando a velocidade do ar é (...), tempo de residência (...), o vapor de água que sai da superfície das partículas (...) a humidade do ar circundante e assim (...) a taxa de evaporação.

Em suma, o tempo de residência e a temperatura do leito deve ser tal que a humidade de saída do produto final seja aproximadamente (...) %.

4.4. Alterações na instalação

Durante o trabalho foram realizados alguns ajustes à instalação do ponto de vista de segurança e melhoria processual.

O circuito de azoto foi alargado ao filtro de mangas, nomeadamente à (...). Foram implementados (...) (figura 4.17 a.). Os (...) reduzir os riscos associados à retenção do produto nas paredes do filtro. Com objetivo de diminuir os riscos associados a uma explosão, cuja fonte seria o filtro de mangas, foi colocado (...) para o exterior da instalação (figura 4.17 b.)

Figura 4.17 – Alterações na Torre n.º3 a. (...) b. (...).

Considerando a tendência de alguns produtos aderir à rede do leito fluidizado (à saída do *spray dryer*) implementou-se um (...). (figura 4.18.)

Figura 4.18 – (...) no leito fluidizado.

Mais tarde os martelos mecânicos colocados nas laterais do *spray dryer* foram substituídos por (...) colocados no filtro de mangas.

5. Análise de modo e efeito de falha (FMEA)

A metodologia de Análise de Modo e Efeito de Falha (do inglês *Failure Mode and Effect Analysis* – FMEA) visa minimizar ou eliminar, pela análise posterior de potenciais falhas e propostas de melhoria, que ocorram erros associados a projetos ou processos.

As análises FMEA podem ser divididas em dois tipos que diferem apenas relativamente ao seu objetivo. A FMEA direcionada para um produto onde são analisadas e determinadas as falhas que possam ocorrer durante a sua conceção e desenvolvimento e a FMEA de processo, sendo caracterizada pela fase de execução e produção do produto, tendo como finalidade reduzir os erros associados ao processo e a sua otimização, tendo como ponto de partida as não conformidades do produto. (Amaral & Toledo, 2010)

A FMEA será aplicada ao processo de secagem por *spray dryer*, tendo como objetivo um melhor entendimento das potenciais falhas associadas ao processo e a sua otimização.

Os formulários são desenvolvidos de acordo com os critérios adotados por cada empresa, assim sendo a FMEA foi realizada tendo em conta as especificações da SAPEC AGRO Portugal.

Esta metodologia tem por base um diagrama de processo onde se encontra esquematizado as etapas que o constituem. A cada etapa são associadas as possíveis falhas e efeitos que possam ocorrer, e analisadas as medidas de deteção e prevenção que possam vir a ser implementadas ou já se encontram estabelecidas. A cada parâmetro é atribuído um parâmetro de avaliação de risco.

Cada campo presente na tabela 5.1. deve ser preenchido de acordo, com a seguinte descrição de forma simples e clara.

A. Função do processo/ requisitos: etapa do processo a analisar.

B. Potencial modo de falha: para cada etapa do processo devem ser discriminadas as falhas potenciais do sistema, podendo existir mais que um modo de falha por etapa.

C. Potencial efeito de falha: efeitos resultantes do modo de falha, podendo estar relacionados com o produto, processo ou cliente.

D. Severidade: deve indicar a gravidade do potencial efeito de falha, tanto maior quanto maior o impacto resultante. O valor atribuído deve variar de 1 (mínimo) a 10 (muito alta).

E. Potenciais causas/ mecanismos de falha: os motivos que estão na origem dos potenciais modos de falha.

F. Ocorrência: estimativa do número de vezes que determinada falha tende a ocorrer, sendo o seu significado relativo já que não é determinado tendo em conta a severidade ou a probabilidade de deteção. A ocorrência pode ser considerada remota (1) e muito alta (10).

H, I. Controlo do processo atual (prevenção, deteção): controlo do processo tendo como objetivo a prevenção e/ ou deteção da ocorrência e das potenciais causas e mecanismos de falha.

J. Detecção: probabilidade de deteção da falha, pelos sistemas de controlo, antes de resultar num impacto para o cliente. Este índice varia de 1 (muito pequena) até 10 (muito alta), podendo ser reduzido otimizando os sistemas de controlo do processo.

K. Ações recomendadas: atitudes/ tarefas aconselhadas de forma a minimizar o risco ligado aos potenciais modos de falha, tendo em consideração os métodos de controlo implementados, a prioridade, o custo e o resultado da ação.

Tabela 5.1– Grelha FMEA geral.

Função do processo/ Requisitos	Potencial modo de falha	Potencial efeito de falha	Severidade	Potenciais causas/ mecanismos de falha	Ocorrência	Controlo do processo atual (prevenção)	Controlo do processo atual (deteção)	Deteção	RPN	Ações recomendadas	Responsável e previsão de conclusão	Ações tomadas	Severidade	Ocorrência	Deteção	RPN
A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O	P	Q

Na tabela 5.2. é possível observar a proposta de FMEA para o processo de secagem por *spray dryer*. Foi realizada tendo como base o conhecimento teórico e prático do processo de secagem, bem como as características intermédias e finais do produto.

Tabela 5.2 – FMEA correspondente ao processo de produção de WG.

	PROCESSO:	FORMULAÇÃO	ÁREA:		FMEA nº:												
	EQUIPA:																
	Fabricante	SAPEC	Fábrica	SETUBAL	DATA (ORIG.):	DATA REVISÃO											
FASE DE PROCESSO	NO PRODUTO		STATUS ACTUAL				MEDIDAS CORRECTIVAS	STATUS MELHORADO									
FUNÇÃO DO PROCESSO / REQUISITOS	POTENCIAL MODO DE FALHA	POTENCIAL EFEITO DA FALHA	SEVERIDADE	Classe (SC/CC/HI/NI)	POTENCIAIS CAUSAS / MECANISMOS DE FALHA	OCORRÊNCIA	CONTROLO DO PROCESSO ACTUAL (PREVENÇÃO)	CONTROLO DO PROCESSO ACTUAL (DETEÇÃO)	DETECÇÃO	RISK PRIORITY NUMBER (RPN)	AÇÕES RECOMENDADAS	RESPONSÁVEL E DATA PREVISTA DE CONCLUSÃO	ACÇÕES TOMADAS	SEVERIDADE	OCORRÊNCIA	DETECÇÃO	RISK PRIORITY

6. Análise laboratorial dos WG's

A produção de WG's na torre de secagem opera paralelamente com o laboratório da empresa, que realiza análises rigorosas às amostras retiradas. Cada lote produzido na instalação é submetido a diversas análises, nas quais se pretende determinar a sua qualidade de acordo com as especificações adotadas pela Sapec Agro para cada produto. Na tabela 6.1. encontram-se discriminados os testes e respectivos valores ótimos pretendidos para um dos produtos estudados – Fosetyl 80 WG.

Nos subcapítulos 6.1 a 6.9 encontra-se uma breve explicação de cada análise realizada, estas análises são regulares e nenhum produto é expedido sem aprovação do laboratório.

Tabela 6.1 – Especificações para grânulos dísperíveis – Fosetyl 80 WG.

Matérias ativas	Teores (g/Kg)	Intervalo aceite	
		Mínimo	Máximo

(...)

7. Materiais e Métodos

7.1. Descrição dos materiais utilizados

Geralmente, o ingrediente ativo isoladamente não é apropriado para aplicação direta no ambiente. A formulação permite combinar o produto de grau técnico com compostos inertes, sólidos e/ ou líquidos (solventes, nomeadamente a água, adjuvantes e aditivos), para que detenha uma concentração adequada, facilitando a sua manipulação processual, aplicação e transporte.

Neste capítulo são descritos os materiais que constituem a fórmula de WG's testada na Torre n.º 3. Esta análise foi realizada com vista a compreensão da composição do produto antes de chegar à fase de formulação.

Durante as etapas de testes analisaram-se as formulas de *Fosetyl* 80 WG e *Folpec* 80 WG cujas composições, características e propriedades serão descritas nos subcapítulos seguintes.

7.1.1. Fosetil de Alumínio Técnico

O fosetil de alumínio é o ingrediente ativo, representando cerca de (...) % da constituição da fórmula de *Fosetyl* 80 WG. É um fungicida cuja estrutura molecular encontra-se representada na figura 7.1.

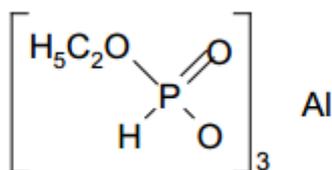


Figura 7.1 – Estrutura molecular do fosetil de alumínio.

O fosetil de alumínio (...) % é utilizado em outras formulações de WG's na Sapec Agro, nomeadamente no *Maestro F* WG e *Maestro M* WG. Na tabela 7.1. encontra-se descrita alguma informação relevante sobre as características físico-químicas do material, retiradas da ficha MSDS facultada pelos fornecedores.

Tabela 7.1 – Características físico-químicas do fosetil de alumínio.

Propriedade	Característica
CAS No.	
Cor	
Odor	
Estado de agregação	
Formula Molecular	
Peso Molecular	
Ponto de fusão	
Densidade específica	
Solubilidade em água	

7.1.2. Folpete técnico

O Folpete é a matéria ativa da formulação de Folpec 80 WG, representando aproximadamente (...) % da sua formulação. É um fungicida, cuja estrutura molecular encontra-se representada na figura 7.2.

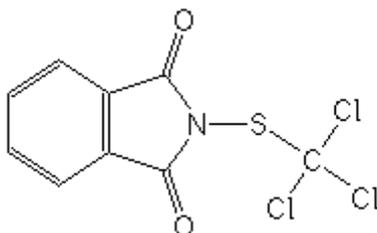


Figura 7.2 – Estrutura molecular do Folpete técnico.

Na tabela 7.2. encontram-se descritas as características físico-químicas de maior relevância que constam na ficha MSDS facultada pela Sapec Agro.

Tabela 7.2 – Características físico químicas do Folpete técnico.

Propriedade	Característica
Cor	
Odor	
Estado de agregação	
Formula Molecular	
Peso molecular	
Pressão de vapor	
Ponto de ebulição	
Densidade relativa	
Solubilidade em água	

7.1.3. Morwet EFW

O morwet EFW é um agente molhável que facilita a mistura do ingrediente ativo em água, neste caso o fosetil de alumínio. Este agente molhável é utilizado em outras formulações a nível do WG na empresa. Na tabela 7.3 estão descritas as propriedades físico-químicas facultadas pelo fornecedor das fichas MSDS.

Tabela 7.3 – Propriedades físico-químicas do Morwet EFW

Propriedade	Característica
Cor	
Odor	
Estado de agregação	
pH	
Ponto de inflamação	
Temperatura de ignição	
Solubilidade em água	

7.1.4. Geropon SDS

O Geropon SDS é um surfactante, concebido para minimizar a tensão superficial quando mistura em água. Na tabela 7.4 é possível observar algumas características do produto que constam na sua ficha MSDS.

Tabela 7.4 – Características físico-químicas do Geropon SDS.

Propriedade	Característica
CAS No	
Cor	
Odor	
Estado de agregação	
pH	
Solubilidade em água	
Massa volúmica aparente	

7.1.5. Lignosulfonato Sódio (NA)

O lignosulfonato de Sódio, nome comercial Borresperse NA, possui características dispersantes, especialmente desenvolvido para melhorar as propriedades tensoativas do produto, conferindo-lhe uma melhor estabilidade, promovendo que o fungicida se distribua uniformemente.

Na tabela 7.5. encontra-se representadas as propriedades físico-químicas do produto que constam na ficha MSDS facultada pelos fornecedores.

Tabela 7.5 - Características físico-químicas do lignosulfonato de sódio.

Propriedade	Característica
CAS No.	
Cor	
Odor	
Estado de agregação	
pH	
Ponto de inflamação	
Temperatura de ignição	
Densidade específica	
Solubilidade em água	

7.1.6. Soprophor S/ 40 Flakes

O soprophor S/ 40 flakes é adicionado na (...) de formulação de Fosetyl 80 WG, que ocorre na (...). Este produto tem uma função emulsionante permitindo que o fungicida se misture com água pela formação de uma emulsão. Na tabela 7.6. encontram-se descritas as propriedades do produto que constam nas fichas MSDS concedidas pelo fornecedor.

Tabela 7.6 - Características físico-químicas do Soprophor S/ 40 flakes.

Propriedade	Característica
CAS No.	
Cor	
Odor	
Estado de agregação	
pH	
Temperatura de fusão	
Massa volúmica aparente	
Solubilidade em água	

7.1.7. Silcolapse 1824

O silcolapse 1824 é o último elemento a ser adicionado à formulação, funcionando como anti-espuma. Durante a agitação do produto intermédio (*Slurry*) o produto tende a formar espuma, assim esse efeito secundário é minimizado ou eliminado com a sua adição. Na tabela 7.7. estão descritas algumas propriedades presentes na ficha MSDS.

Tabela 7.7 - Características físico-químicas do Silcolapse 1824.

Propriedade	Característica
Cor	
Odor	
Estado de agregação	
pH	
Temperatura de ebulição	
Densidade relativa	
Solubilidade em água	

7.2. Métodos experimentais

7.2.1. Desenho de experiências (DOE)

O método de desenho de experiências (DOE) foi utilizado com objetivo de se obter um meio eficiente para otimizar o processo de secagem por atomização. O DOE é uma abordagem eficaz e útil de explorar a relação de causa e efeito entre as variáveis do processo e de saída.

Considerando a sensibilidade do processo às variações dos parâmetros e ser um processo que opera em contínuo, optou-se por realizar uma sequência de experiências reduzido. Esta técnica foi aplicada a fim de quantificar a influência de dois parâmetros de operação, a temperatura de entrada e a pressão de pulverização, na produção de WG's, com vista a um maior rendimento processual.

Estabeleceram-se algumas condições operatórias, nomeadamente um período de experiência (...), a dimensão do orifício de pulverização e do *swirler* (...), a depressão no interior da câmara de secagem entre os (...) mmH₂O. As restantes variáveis do processo que se encontram ligadas à secagem no leito fluidizado foram manipulados pelos operadores de acordo com a especificação final do produto. O objetivo principal do DOE foi verificar, com um mínimo de experiências, qual das variáveis exerce o maior impacto no processo e por sua vez no produto final. A matriz experimental encontra-se representada na tabela 7.8.

Durante o decorrer das experiências foram retiradas e analisadas em laboratório amostras das partículas finas, separados no filtro de mangas, com o objetivo de verificar a sua granulometria¹. Geralmente as partículas finas (...)

É de notar que a escolha da gama de temperaturas, bem como a pressão de pulverização foi escolhida tendo em conta uma análise prévia ao comportamento do processo e do produto (Fosetyl 80 WG) em produções anteriores.

Os resultados obtidos serão descritos e analisados no capítulo 8.

Tabela 7.8 – Factores e níveis analisados durante os testes.

Variáveis Independentes	Níveis		
	Baixo	Médio	Alto
Temperatura de entrada (°C)			
Pressão de pulverização (bar)			

¹ Ver apêndice 1

7.2.2. Estudo da viscosidade

Geralmente, o aumento da viscosidade relaciona-se com um incremento de dificuldade no processo de pulverização, resultando numa redução do ângulo de pulverização e numa capacidade inferior de dispersão. (Ribeiro & Ventura, 2011)

Tendo em consideração o comportamento viscoso de alguns fluídos e contando minimizar os efeitos indesejados que um aumento de viscosidade acarreta, recolheu-se uma amostra de *Slurry* de Fosetyl 80 WG com objetivo de testar o seu comportamento ao longo do tempo e quando sujeito a diferentes temperaturas.

Realizaram-se testes de viscosidade a uma amostra de (...) mL, utilizando um viscosímetro Brookfield DV-E, a uma velocidade de (...) rpm e a haste S(...).

Numa primeira fase, testou-se o comportamento da viscosidade ao longo do tempo, para o efeito foi estabelecido um intervalo de tempo (...), no qual foi retirado o valor correspondente à viscosidade da amostra de (...).

Por último, testou-se o comportamento da *Slurry* quando submetida a temperaturas de (...) como a temperatura ambiente, durante aproximadamente 3 minutos. Para aquecer a temperatura da amostra utilizou-se uma placa de aquecimento e um termómetro (controlo da temperatura), na figura 7.3. é possível observar o viscosímetro utilizado bem como a placa de aquecimento.

No capítulo 8 serão descritos os resultados obtidos durante os ensaios.



Figura 7.3 – Viscosímetro e placa de aquecimento utilizados no estudo do comportamento viscoso de uma amostra de *slurry*.

7.2.3. Estudo da temperatura do depósito de alimentação

Em seguimento do estudo da viscosidade e tendo em consideração os resultados obtidos, descritos no capítulo 8, pretendeu-se estudar o impacto que um pré-aquecimento do depósito de alimentação teria no rendimento do processo.

Estabeleceu-se um período de (...) horas, no qual as condições do processo mantiveram-se constantes tanto quanto possível, e apenas a temperatura do depósito de alimentação foi manipulada. Aumentou-se a temperatura gradualmente até se atingir um máximo de (...) °C.

O aquecimento do depósito de alimentação é obtido com recurso aos condensados que são encaminhados para a camisa de aquecimento do depósito. A temperatura a qual o produto se encontra pode ser monitorizada em qualquer altura na consola que se encontra na instalação. Na figura 7.4. é possível observar o depósito de alimentação do processo. Os resultados obtidos serão apresentados e analisados no capítulo 8.

Figura 7.4- Depósito de alimentação da instalação, com camisa de aquecimento.

7.2.4. Estudo do impacto da percentagem de sólidos

O estudo do impacto da percentagem de sólidos teve como objetivo analisar a sua influência no rendimento processual, com vista à sua otimização.

A análise à percentagem de sólidos decorreu de forma gradual para que se tornasse perceptível a sua influência na produção de WG's e possíveis variações no processo. Seria de esperar que com a (...) resultando num (...) rendimento do processo.

Determinou-se que a percentagem de sólidos variaria (...). As variáveis do processo mantiveram estáveis, nomeadamente a temperatura de entrada que não excedeu os (...) °C e o caudal de alimentação variou entre os (...) L·h⁻¹. O produto em análise foi o Folpec 80 WG em etapas de (...) horas num total (...) dias de ensaios, utilizou-se orifício de pulverização de (...) mm e os *swirler's* (...) mm.

Paralelamente recolheram-se amostras de WG's no final de cada lote com objetivo perceber a influência da densidade nas dimensões finais dos grânulos, através de análises granulométricas.

Tal como anteriormente, foi realizada uma pesquisa prévia das condições de funcionamento e resultados do processo em operação anteriores.

8. Apresentação e análise de resultados

Neste capítulo serão apresentados e analisados os resultados obtidos em cada etapa de teste realizada ao processo de produção em contínuo de WG.

Os valores médios listados foram obtidos através da análise dos parâmetros registados a cada (...) pelo automático da instalação. Foram também analisadas as folhas de marcha diárias preenchidas pelos operadores a cada (...).

Com objetivo de perceber a distribuição granulométrica das partículas finas foram recolhidas amostras durante o plano de ensaios descrito no subcapítulo 7.21. Os resultados obtidos encontram-se no apêndice 1.

A percentagem de sólidos foi controlada estabelecendo uma relação (...). Esta etapa não decorreu de acordo com o inicialmente estipulado devido a problemas inerentes ao processo.

8.1. DOE – influência da temperatura de entrada e pressão

Analisaram-se dados processuais e produções obtidas anteriormente, com a finalidade de ter uma melhor perceção do comportamento do produto e do processo, tendo sido utilizado orifício de pulverização (...) e um *swirler* (...).

Considerando as condições operacionais descritas na tabela 8.1. optou-se por utilizar temperaturas de entrada (...) e pressões de alimentação (...) com objetivo de (...) a temperatura de saída e perceber a influência que desempenha na produtividade do processo. A diferença de pressão no interior do *spray dryer* foi mantida entre os (...) mmH₂O, contrariamente aos (...) mmH₂O registados anteriormente.

Tabela 8.1 - Valores médios de alguns parâmetros processuais de Fevereiro de 2014, Fosetyl 80 WG.²

Por motivos inerentes ao processo, o intervalo de temperaturas de entrada estipuladas inicialmente não foram atingidas pelo equipamento, optando-se por valores (...), como pode ser observado na matriz do DOE (tabela 8.2).

² Ver apêndice 2

Tabela 8.2- Factores e níveis analisados durante os testes.

Variáveis Independentes	Níveis		
	Baixo	Médio	Alto
Temperatura de entrada (°C)			
Pressão de pulverização (bar)			

Os parâmetros de entrada e os resultados obtidos para os 8 ensaios encontram-se listados na tabela 8.3. O ensaio 4 não decorreu como o pretendido, assim sendo os resultados obtidos não são viáveis.

Pela análise da tabela 8.3. é possível verificar que os ensaios 1 e 5 registaram a (...) produção de WG e as (...) perdas a nível de finos. Relativamente à temperatura de saída registou-se valores (...) aos anteriormente obtidos.

Tabela 8.3 – Ensaios experimentais e resultados obtidos.

n.º	Variáveis Independentes		Variáveis Dependentes		
	Temperatura de entrada [°C]	Pressão [bar]	%Humidade Torre	WG [Kg]	Finos [kg]
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7					
8					



Ensaio que não decorreu como pretendido



Ensaios que obtiveram maior produção de WG e menos quantidade de finos

Como se pode observar na figura 8.1. nos ensaios 1 e 5, obtiveram-se (...) resultados relativamente à (...) de WG e de finos. No ensaio 7 a quantidade de finos em proporção foi (...), no entanto corresponde ao arranque da instalação após uma paragem para limpeza/manutenção. O ensaio 8 não foi concluído em consequência de uma avaria no agitador do depósito de alimentação, e posterior mudança de produto, contudo a produção de WG's e finos manteve-se aproximadamente como esperado.

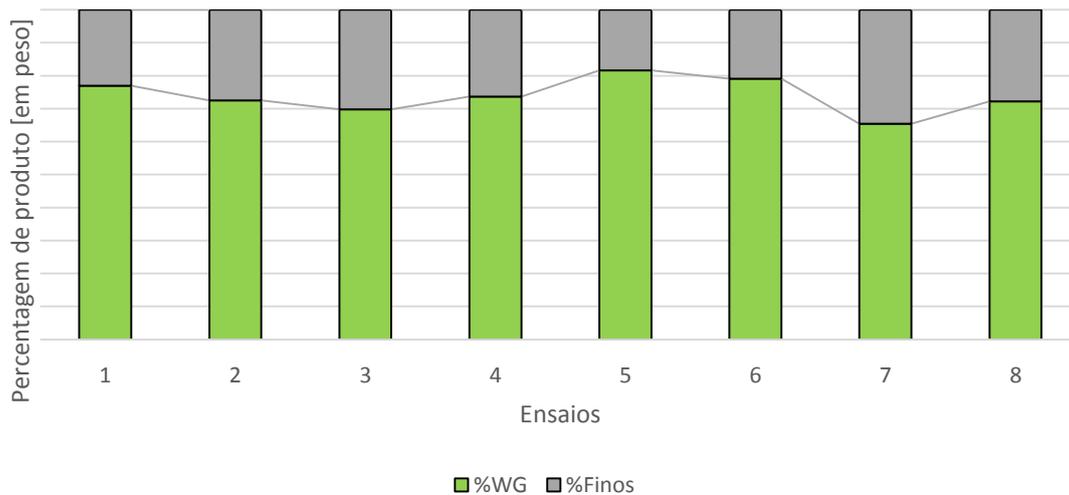


Figura 8.1 - Gráfico referente à produção diária de Fosetyl 80 WG e respetiva quantidade de finos em percentagem.

Na tabela 8.4. estão descritos valores médios de alguns parâmetros obtidos no decorrer dos ensaios, é de notar que a densidade das formulações (...). A diferença de pressão no interior da torre (...). Comparando o caudal de alimentação conseguido durante os ensaios com os dados anteriores verifica-se um (...) registou-se no ensaio 5.

Tabela 8.4 - Valores médios de alguns parâmetros processuais durante o plano experimental, Fosetyl 80 WG.³

n.º	-	-	-	-	-	-	-
1							
2							
3							
4							
5							
6							
7							
8							

Utilizou-se o método de resposta em superfície considerando que é uma técnica que permite encontrar o ponto de maior rendimento utilizando um número reduzido de fatores. A estratégia base é a apresentação das variáveis dependentes (% Humidade, produção de WG e produção de finos) separadamente em função dos fatores selecionados (variáveis independentes). Quanto (...) for a deformação (...) o rendimento. Esta estratégia foi desenvolvida com recurso ao *software* estatístico Minitab 7.

³ Ver apêndice 3

Na figura 8.2. encontra-se a resposta em superfície da produção de WG em função da pressão e da temperatura de entrada (T_{in}). É de notar que a produção de WG está (...).

Apesar dos valores de produção, para a pressão (...) bar, estarem (...) nota-se uma tendência para com temperaturas (...), mesmo com um caudal (...) haver uma (...) produtividade. O ensaio onde foi obtida a (...) produção representado por uma deformação mais acentuada (...) não poderá ser representativo dado que a instalação não se encontrava a operar há (...), correspondendo a uma situação de arranque. A temperatura (...) ou a pressão (...) influencia a humidade do produto já que com uma temperatura (...) e uma pressão (...), a temperatura de saída será (...) e por sua vez o produto à saída da torre estará (...), o que significa que existe probabilidade de se (...).

Idealmente, pretende-se uma temperatura de entrada (...), para que o caudal de alimentação possa ser (...) a temperatura de saída. No arranque da instalação deve ser realizado (...) *spray dryer*, para que a temperatura seja (...) em toda a câmara.

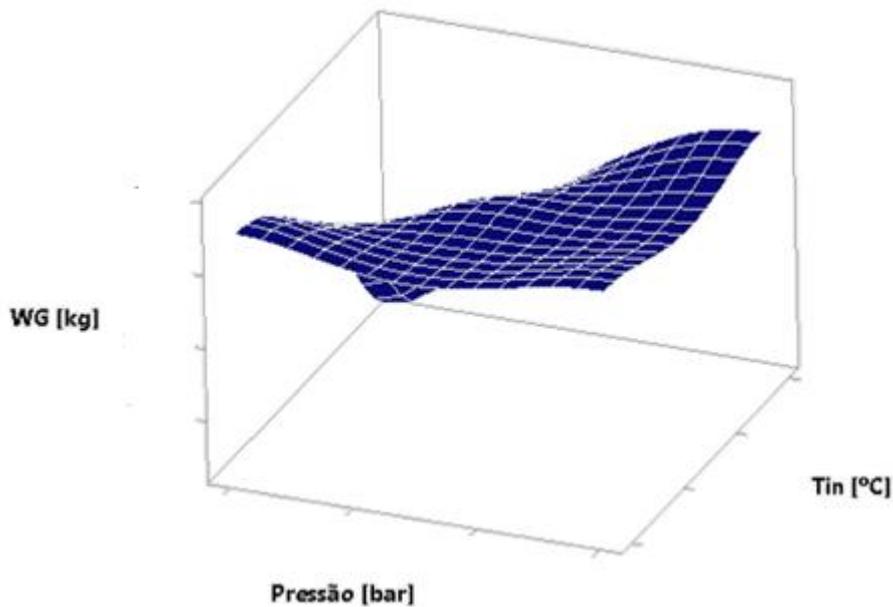


Figura 8.2 – Resposta em superfície da produção de WG, em Kg, em função da T_{in} (temperatura de entrada - °C) e pressão, em bar.

Analisando a figura 8.3. verifica-se que tendencialmente com (...) temperatura irá conduzir a uma (...) produção de finos. Por um lado, uma temperatura (...) combinado com um caudal (...) conduz uma secagem (...) a quantidade de partículas mais finas. Por outro, com o (...) da pressão irá resultar (...) caudal de alimentação e em alguns casos na (...) das dimensões das gotículas, resultando em partículas de (...), sendo arrastadas com (...) para o interior do filtro de mangas. O uso (...) de água na formulação poderá conduzir também a um (...) de partículas finas, já que as gotículas contém uma percentagem de (...) sólidos. (Rouissi, et al., 2013)

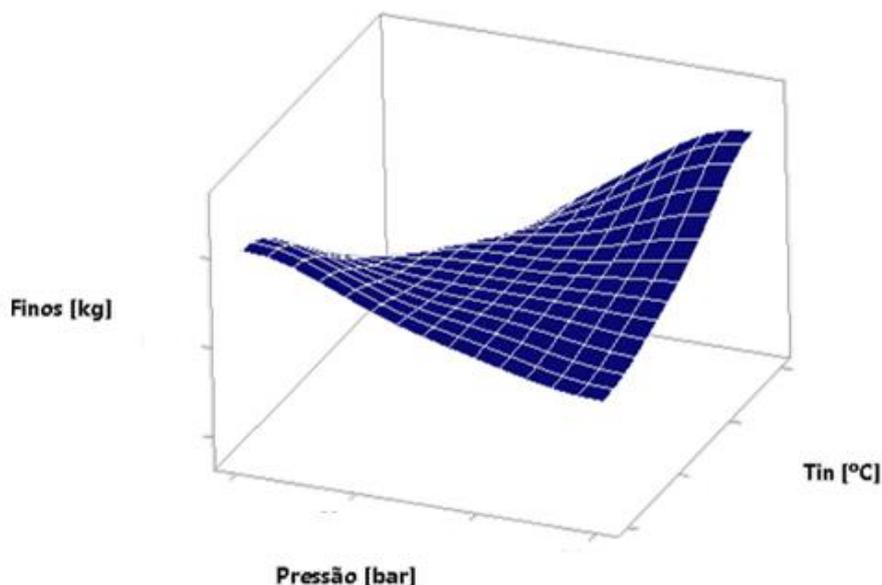


Figura 8.3- Resposta em superfície da produção de Finos, em Kg, em função da Tin (temperatura de entrada - °C) e pressão, em bar.

O teor de humidade presente no grânulo é um dos parâmetros mais influentes na estabilidade da formulação e encontra-se (...) (ver subcapítulo 4.3.).

Analisando a figura 8.4. verificou-se que no ensaio 7 (...) a humidade relativa registou o (...). Mantendo a pressão a (...) bar, registou-se um conteúdo de humidade (...) no ensaio 2 (Tin, (...) °C). Contudo, seria de esperar que o (...) valor se regista-se quando aplicado uma temperatura de entrada (...) e uma pressão (...), este resultado pode ser explicado pelo (...) do caudal de alimentação, aproximadamente (...) L·h⁻¹. Em consequência do desgaste provocado pelo produto no orifício de pulverização observam-se (...) pressão. Para que se (...) velocidade da bomba de alimentação originando (...) caudal.

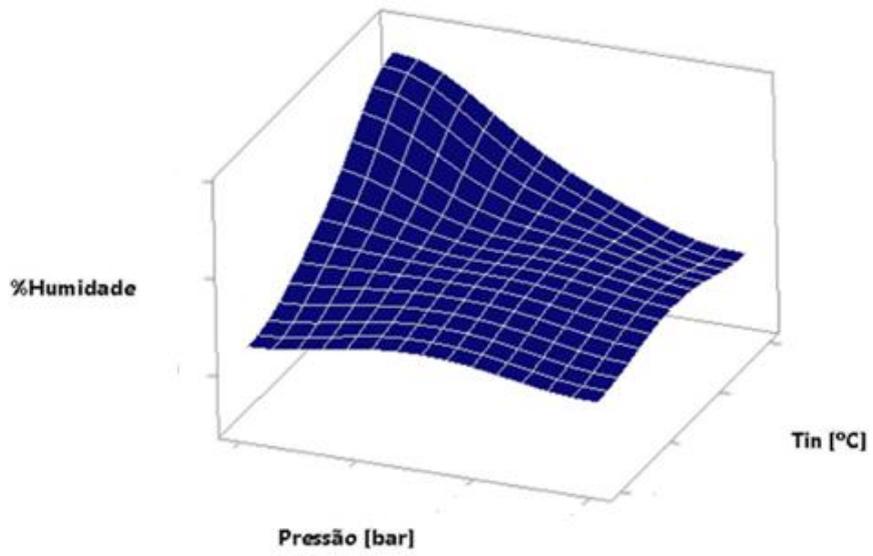


Figura 8.4- Resposta em superfície do conteúdo de humidade, em função da Tin (temperatura de entrada - °C) e pressão, em bar.

8.2. Viscosidade em função do tempo e temperatura

Em vários casos, a análise do comportamento tixotrópico⁴ e reopético⁵ dos fluídos envolve alterações da viscosidade em função do tempo. O método mais simples é a seleção de uma haste e velocidade (preferencialmente baixa) e um intervalo de tempo, no qual são retirados registos da viscosidade.

Na tabela 8.5. encontram-se descritos os valores de viscosidade retiradas de (...), utilizando a haste (...) a (...) RPM.

Tabela 8.5 – Valores de viscosidade registados durante 5 min.

Tempo [min]	Viscosidade [cP]

Pela análise da figura 8.5. é possível observar que o fluido (Fosetyl 80 WG – *Slurry*) apresenta um comportamento tixotrópico, a viscosidade (...) nos primeiros (...) min, a partir daí tende a estabilizar.

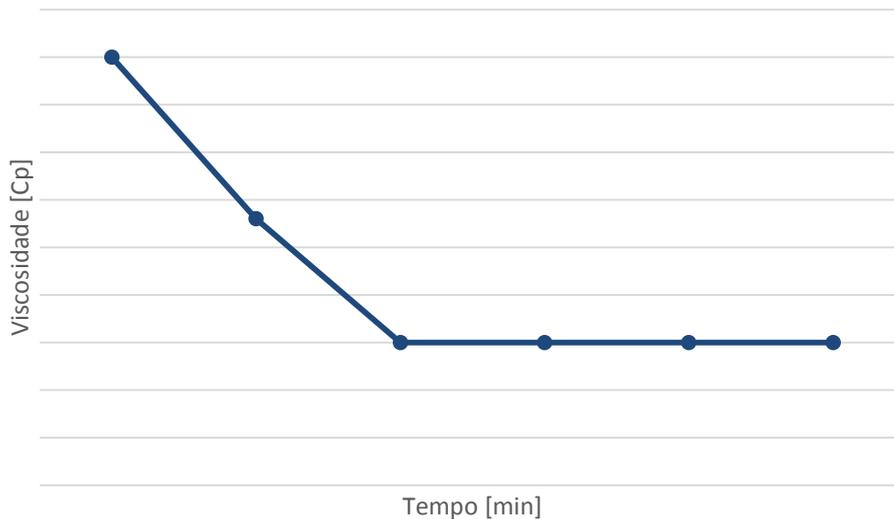


Figura 8.5- Registos realizados da viscosidade em função do tempo.

⁴ A viscosidade diminui em função do tempo

⁵ A viscosidade aumenta em função do tempo

A viscosidade na maioria dos fluídos tende a diminuir com o aumento da temperatura. Com objetivo de perceber o comportamento da *Slurry* quando submetida a diferentes temperaturas e posteriormente aumentar a percentagem de sólidos na formulação, analisou-se a viscosidade para (...) temperaturas diferentes. Os resultados obtidos encontram-se descritos na tabela 8.6.

Tabela 8.6 – Valores de viscosidade registados em função de diferentes temperaturas durante (...) min.

Tempo [min]	Viscosidade [cP]

Verificou-se que após (...) min os valores de viscosidade tinham (...). Pela análise da figura 8.6. é possível verificar que a viscosidade da amostra estudada (...) da temperatura, no entanto, observou-se que aos (...).

Durante esta análise não foi utilizada agitação para não induzir uma redução na viscosidade do fluído que será pulverizado.

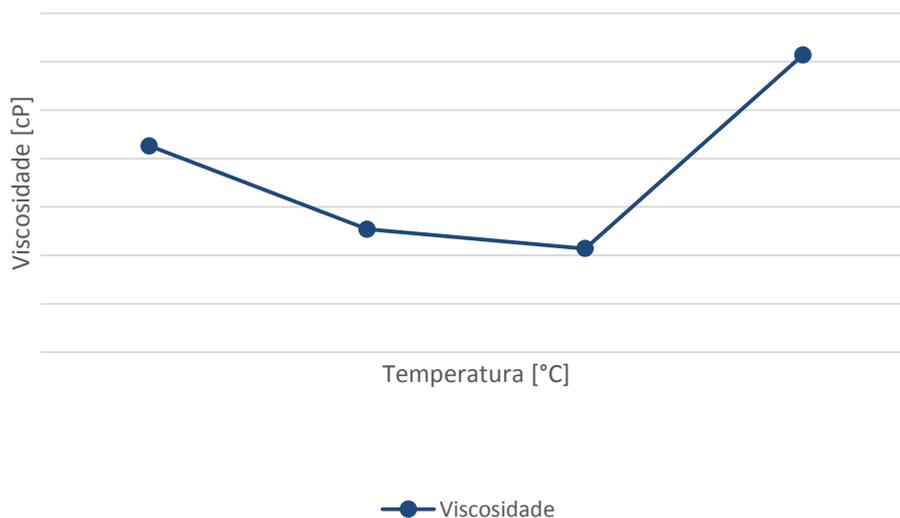


Figura 8.6 – Viscosidade em função da temperatura.

8.3. Aumento da temperatura do depósito de alimentação

Considerando os resultados obtidos no decorrer da análise à viscosidade, submeteu-se o produto no depósito de alimentação às mesmas condições. Seguidamente, serão descritas as etapas decorridas durante a manipulação da variável, tabela 8.7.

Utilizou-se um termómetro de duplo feixe de laser, FI 622TI, para obter medições mais precisas das temperaturas na superfície da *Slurry* e das paredes do depósito (onde circulam os condensados). O termómetro FI 622TI dada a sua fácil manipulação e intervalo de precisão está apto para a realização de inspeções térmicas à escala industrial. (FRANCAISE D'INSTRUMENTATION, 2015)

Pela análise da tabela 8.7. é possível verificar as discrepâncias relativamente às temperaturas medidas com o termómetro na superfície da *Slurry* e as temperaturas registadas pela sonda no interior do depósito.

A válvula (...), visto que depende da manipulação do operador, e considerando as variações observadas. A temperatura do depósito com a abertura da válvula (...), no entanto a transferência de calor no interior do depósito não é uniforme, apesar da superfície do depósito (...)

Tabela 8.7- Temperatura do depósito de alimentação, *Slurry* medidas com o termómetro e registada pela sonda.

Hora	Temperatura Paredes do Depósito [°C]	Temperatura da <i>Slurry</i> medida [°C]	Temperatura registada pela sonda [°C]
9:00			
9:30			
10:00			
10:30			
11:00			
11:30			
12:00			
12:30			
13:00			
13:30			
14:00			

	Início da trasfega da <i>slurry</i> para o depósito de alimentação
	Abertura da válvula de condensados
	Fecho da válvula de condensados

8.4. Percentagem de sólidos e produtividade

Analisaram-se dados processuais e produções obtidas anteriormente, com a finalidade de ter uma melhor percepção do comportamento do produto e do processo. No decorrer da produção anterior utilizou-se um orifício de pulverização (...) e um *swirler* (...).

Pela análise da tabela 8.8., na qual estão descritos valores médios referentes a alguns parâmetros do processo de produção de WG, é possível concluir, observando o valor da correspondente à densidade, que a percentagem de sólidos não deveria de ultrapassar os (...) % podendo em alguns casos (...). Apesar da temperatura de entrada ser (...), aproximadamente (...) °C, verificou-se por diversas vezes que o produto ao invés de ser pulverizado e seco, produzia um jato que molhava as paredes da torre impedindo a evaporação, podendo ser explicado pelo (...).

Tabela 8.8– Valores médios de alguns parâmetros processuais de Junho de 2013, Folpec 80 WG.⁶

Relativamente à produtividade, em (...) dias de operação grande parte do tempo a instalação esteve inoperacional, para limpeza ou manutenção. Pela análise da figura 8.7. é possível verificar que a produção de WG durante este período de tempo produziu cerca (...) kg e (...) Kg de partículas mais finas. Relativamente a produções por turno (o dia encontra-se dividido em três turnos) a maior produtividade alcançada foi (...) Kg aproximadamente, cerca de (...) Kg·h⁻¹.



Figura 8.7 - Produção diária de Folpec 80 WG e respetiva quantidade de finos, em Junho de 2013.

⁶ Ver apêndice 4

Comparando os dados da tabela 8.8. com os dados da tabela 8.9. é possível observar algumas diferenças relativamente a condições processuais.

A bomba trabalhou com (...), em consequência obteve-se uma pressão e caudal de alimentação (...) L·h⁻¹ acima.

A diferença de pressão entre a corrente de ar à entrada e a corrente de ar de saída foi (...) inicialmente obtido, verificou-se que diminuindo esta diferença a quantidade de partículas finas (...). Em análises posteriores, verificou-se que cerca de (...) % do conteúdo da descarga de finos eram grânulos de dimensões aproximadas às do WG⁷.

Comparando as temperaturas de entrada conseguidas anteriormente, é de notar que o *spray dryer* se encontra (...) condições térmicas, no entanto verificou-se que a temperatura de saída do permutador de calor ar/ vapor (*air heater*) demonstra (...) e temperatura do vapor fornecido pela caldeira estar entre (...) Kg·cm⁻², correspondendo a (...) °C.

Considerando a temperatura do ar no leito fluidizado e a sua velocidade, comparando com os dados da tabela 8.9., a temperatura do leito fluidizado registou valores (...). Por outro lado a velocidade da corrente de ar registou valores (...) da velocidade do gás (...) a taxa de evaporação da água nas partículas, e considerando que o caudal de alimentação (...) seria de esperar que a velocidade da corrente de ar no interior do leito sofresse (...).

Tabela 8.9 - Valores médios diários de alguns parâmetros processuais de Março de 2015, Folpec 80 WG ⁸

-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

A temperatura de saída do *spray dryer*, como foi descrito anteriormente no subcapítulo 4.3.1., encontra-se relacionada com a temperatura do ar aquecido que entra, sendo que a eficiência do processo pode ser estimada utilizando estes dois parâmetros. A eficiência do processo de secagem, η , pode ser estimada com recurso à equação 8.1

⁷ Ver apêndice 1
⁸ Ver apêndice 5

$$\eta = \frac{(T_{in} - T_{out})}{(T_{in} - T_{amb})}$$

Onde, T_{in} é a temperatura do ar de entrada, T_{out} a temperatura de saída do ar exausto e T_{amb} . Considerando a equação 8.1. torna-se evidente que quanto (...) a temperatura de entrada e (...) a temperatura de saída (...) será o processo. (Fredsted, 2014)

Considerando as condições operacionais anteriores e comparando com as condições atualmente utilizadas (tabela 8.10.) é possível observar que com (...) da temperatura de saída e (...) a temperatura de entrada (...) obtém-se (...) capacidade de evaporação do *spray dryer* traduzindo-se numa eficiência processual (...), neste caso o processo encontra-se a operar a (...)

Na prática, estes resultados significam que o *spray dryer* deve operar com a temperatura de entrada de ar (...) quanto possível, sem degradação do produto, e com a temperatura de saída (...).

A temperatura de saída (...) também indica que o produto à saída do *spray dryer* possui uma humidade residual (...), geralmente entre (...) possibilitando que a última etapa de secagem no interior do leito fluidizado decorra sem prejudicar a qualidade do produto final.

Tabela 8.10 – Condições operacionais de Junho 2013 e Março 2015, respetiva eficiência do processo.

Mês/ ano	Temperatura de entrada [°C]	Temperatura de saída [°C]	Temperatura ambiente [°C]	Eficiência do processo [%]
Junho 2013				
Março 2015				

Pela análise da tabela 8.11. e da figura 8.8. é possível verificar com o (...) percentagem de sólidos demonstrou um impacto significativo na produtividade do processo. Por um lado, a produção de WG (...) e por outro a quantidade de finos (...). Os dias, nos quais se verificaram produções abaixo das (...) toneladas representam dias de limpeza/ manutenção do equipamento da instalação.

Tabela 8.11- Correspondência entre a percentagem de sólidos e as produções diárias de WG e finos.

% Sólidos	Dia	WG [Kg]	FINOS [KG]

É possível verificar que em média para (...) %, excluindo os dias que tiveram quebra, obteve-se uma produção (...) Kg e (...) Kg de finos. Como o (...) % perfazendo (...) % de sólidos a produção em média (...) Kg, atingindo as (...) kg de WG, traduzindo (...) % na produtividade. A produção de finos (...) Kg, traduzindo-se numa (...) %.

Sendo que a torre foi inicialmente dimensionada para uma capacidade de (...) Kg·h⁻¹ de produto no total, incluindo WG e finos, este valor foi (...) Kg·h⁻¹ só de WG.

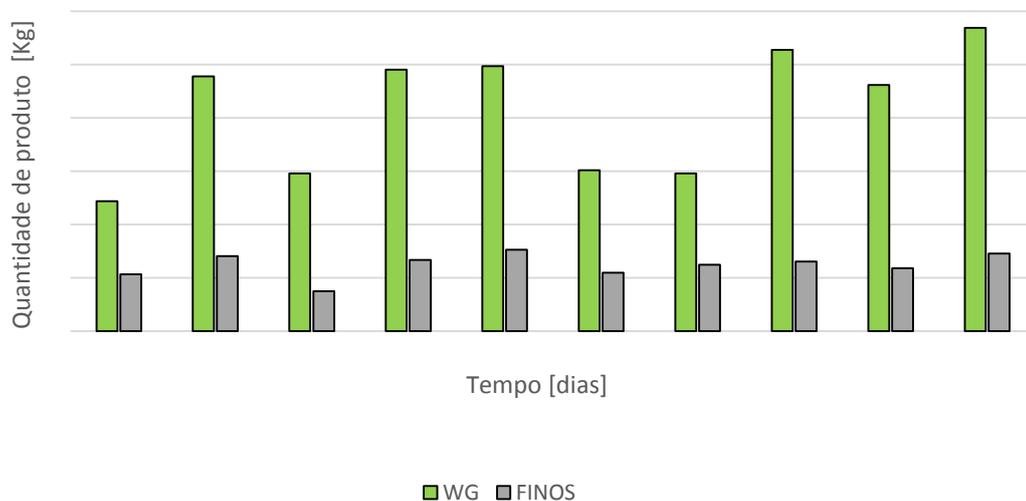


Figura 8.8 – Produção de WG e finos diários, durante a etapa de teste.

Analisando a figura 8.9. verifica-se que a proporção entre a produção de WG e de finos, com o aumento da quantidade de sólidos, demonstra uma tendência de (...) produção de WG com (...). Nos dias onde a percentagem de finos é (...) são dias de quebra de produção, consequência de limpeza/ manutenção.



Figura 8.9- Prorporção entre a produção de WG e de partículas finas diariamente, entre 27 de Fevereiro a 8 de Março de 2015.

Em suma, é possível verificar que o aumento sólidos na formulação de WG demonstra-se como um procedimento viável dado o aumento de produtividade registado. Pela análise da figura 8.10. é perceptível que o aumento da percentagem de sólidos aumenta em consequência a produção de WG.

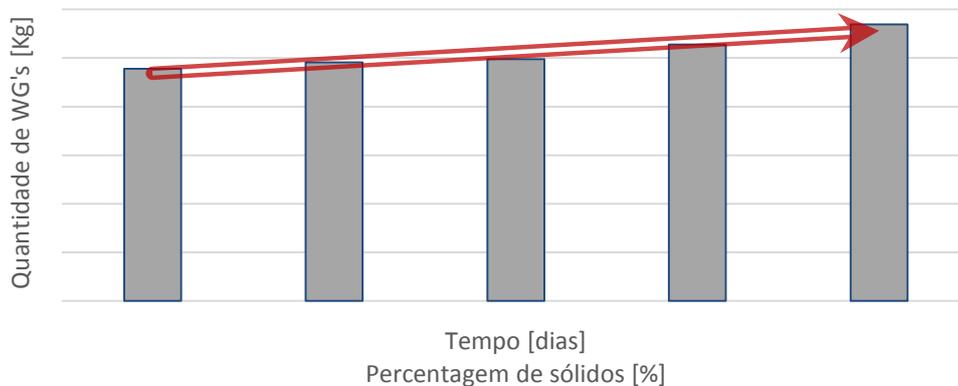


Figura 8.10- Produção de WG's em função da percentagem de sólidos.

Geralmente, a utilização de formulações mais densas possibilita a obtenção de grânulos de dimensões superiores, já que cada gota pulverizada contém uma menor quantidade de água a evaporar e uma maior quantidade de sólidos.

Pela análise da tabela 8.12 e da figura 8.11 é possível verificar que pequenas variações na densidade (relacionada com o teor de sólidos) originam um impacto significativo nas dimensões dos grânulos. Verifica-se, tal como esperado, que do aumento da densidade resulta uma qualidade granulométrica superior.

Tabela 8.12 – Distribuição granulométrica de amostras de WG retiradas para diferentes densidades.

Lote/ densidade	% Ponderada de partículas						
	< [μm]	[μm]	[μm]	[μm]	[μm]	[μm]	[μm]

É de notar que com o aumento da densidade as dimensões dos grânulos (...). A curva correspondente ao lote (...) apresenta relativamente aos outros lotes de densidades (...) uma quantidade superior de WG com diâmetro médio de (...) μm.

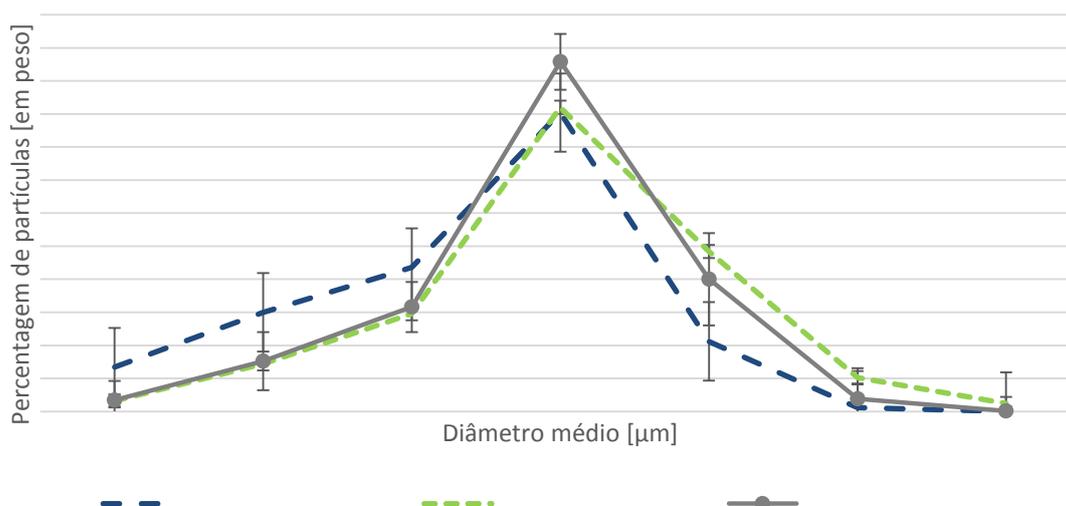


Figura 8.11 – Influência da densidade na distribuição granulométrica dos WG's.

A nível das especificações da Sapec Agro a amostra granulometria de WG, deve possuir cerca de (...) % (...) μm. Na tabela 8.13. é possível verificar que as amostras analisadas de uma forma geral encontravam-se dentro dos limites de conformidade pretendidos, com exceção das (...).

Tabela 8.13 – Influência da densidade na distribuição granulométrica e especificação do produto WG.

Lote/ densidade	d > μm [%]	d > μm [%]

8.5. Consumo energético

O processo de secagem de WG's por *spray dryer* é um consumidor intensivo de energia, assim sendo é necessário otimizar a instalação com objetivo de reduzir o consumo energético por quilograma de produto seco. Um dos parâmetro a ter em consideração nesta otimização é a percentagem de sólidos.

A energia primária é a verdadeira fonte energética, podendo assumir a forma de energia renovável ou não renovável. Considerando como referência a energia final, a energia primária resulta da soma de todas as fontes energéticas que estiverem associadas ao processo de conversão de energia primária em energia final. A tonelada equivalente de petróleo (tep) é a unidade de energia primária padrão mundial.

O consumo específico de energia é um método utilizado quando se procura confrontar a eficiência energética de uma determinada tecnologia no fabrico de um produto. Baseia-se num cálculo simples no qual é contabilizado a energia envolvida no processo e a quantidade produzida. O consumo energético específico pode ser calculado através da equação 8.2.

$$\text{Consumo Específico de Energia} = \frac{\text{Energia Envolvida}}{\text{Quantidade Produzida}} \quad \text{Equação 8-2}$$

A Sapec Agro possui um sistema de gestão de energia, que permite o controlo diário da energia elétrica consumida no complexo industrial. Sendo que a produção de eletricidade pode ser produzida partindo de recursos não renováveis, nomeadamente o petróleo, o consumo de energia é contabilizado em kgep⁹, cujo fator de conversão utilizado é 0,215 kgep/kWh^{elétrico} (corrigido segundo o *Despacho 17 313 de 26 de Junho de 2008, Sistema de Gestão dos Consumos Intensivos de Energia*).

Selecionou-se e comparou-se uma amostra de 10 dias, no mês de teste e no mesmo anterior, no qual a instalação encontrava-se a produzir um produto (Fosetyl 80 WG) com condições operacionais semelhantes, com o intuito de perceber se o aumento da percentagem de sólidos teria algum impacto sobre o consumo específico de energia.

⁹ Quilograma equivalente de petróleo (kgep)

Analisando da figura 8.12¹⁰ que em média mensal da instalação teve um consumo específico de energia relativamente ao total produzido (WG e finos) de (...) kgep·ton⁻¹ sendo que de uma forma geral todos os dias analisados (...) desse valor. Relativamente, à produção de WG verificou-se que a média mensal da instalação foi aproximadamente, (...) kgep·ton⁻¹ sendo que o dia que registou um valor (...) foi o dia correspondente ao arranque da instalação.

Especificando o consumo específico de energia médio para o intervalo temporal estudado, registaram-se valores médios de (...) kgep·ton⁻¹ (WG e finos) e (...) kgep·ton⁻¹ /WG). É de notar que os dias registaram um comportamento semelhante, excetuando no dia que corresponde ao arranque da instalação.

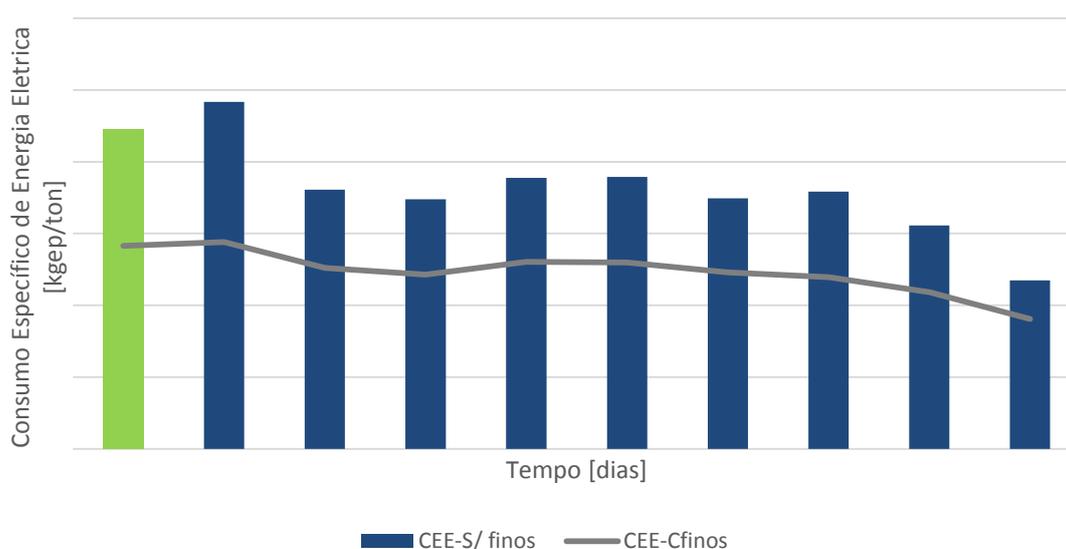


Figura 8.12- Consumo energético específico da produção total (WG e finos) e da produção de WG, de 17 de Fevereiro de 2015 a 25 de Fevereiro de 2015 (Fosetyl 80 WG).

Pela análise da figura 8.13¹¹ é possível verificar que a instalação teve um consumo específico de energia mensal de (...) kgep·ton⁻¹ (WG e finos) e quando considerando apenas a produção de WG consumiu cerca de (...) kgep·ton⁻¹, de 1 a 16 de Março de 2015.

Especificando o intervalo temporal em análise (1 a 10 de Março), a Torre n.º3 registou valores de (...) kgep·ton⁻¹, considerando a produção total diária, e (...) kgep·ton⁻¹. A maior discrepância indicada na figura 8.13. corresponde ao dia 5 de Março, no qual a instalação voltou a operar após a uma paragem para limpeza/ manutenção.

¹⁰ Ver apêndice 6

¹¹ Ver apêndice 7

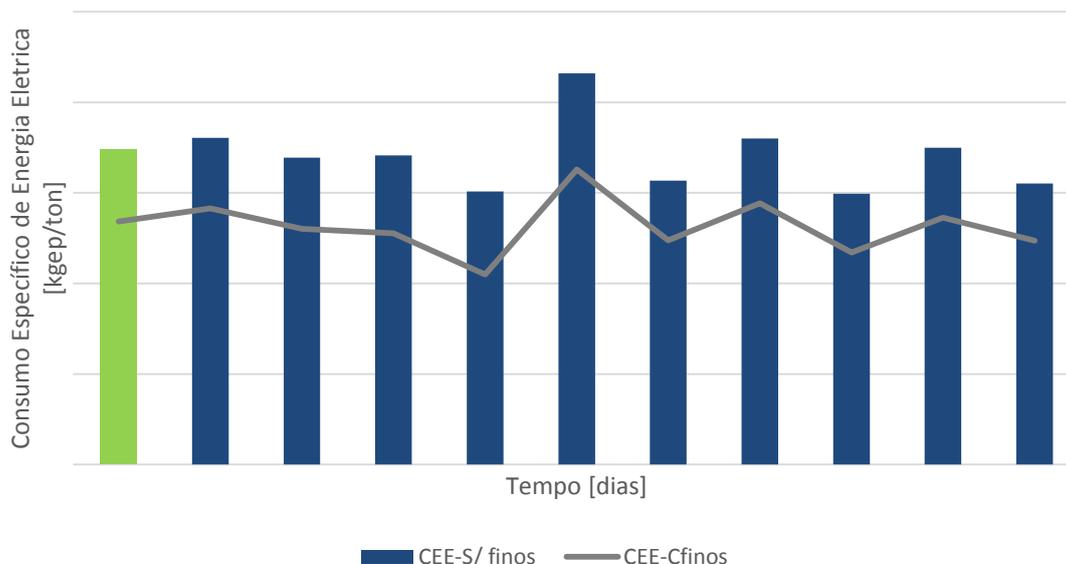


Figura 8.13 - Consumo energético específico da produção total (WG e finos) e da produção de WG, de 1 a 10 de Março de 2015 (Folpec 80 WG).

Considerando os valores médios mensais registados em Fevereiro de 2015, obteve-se (...) % em comparação com os dados registados em Março de 2015, contabilizando a produção total (dados descritos na tabela 8.14). Por outro lado, tendo por base as produções de WG a instalação registou (...) % em Março relativamente a Fevereiro e 2015.

Tabela 8.14 – Consumo específico de energia médio mensal e respetivas taxas de crescimento.¹²

Consumo Específico de Energia [kgep-ton ⁻¹]	Fevereiro 2015	Março 2015	Taxa de Crescimento [%]
Produção Total (WG e Finos)			
Produção de WG			

Analisando os dados presentes na tabela 8.15., considerando a produção total verificou-se (...) consumo específico de energia de (...) % de Fevereiro para Março, no entanto apesar da produção total (WG e finos) tenha sido superior no em Fevereiro não significa que a produção de WG tenha sido também (...) comparativamente a Março, tal não se verificou. Este (...) percentual observado foi registado em consequência (...) produção de partículas finas, aproximadamente (...) Kg, comparativamente às (...) Kg obtidos em Março. Nos intervalos de tempo estudados observou-se um (...) de produção de WG em (...) toneladas, este crescimento foi acompanhado (...) % do consumo específico de energia (produção de WG).

¹² Ver apêndice 6 e 7

Como as partículas finas são recirculadas ao processo, o objetivo primordial além da elevada produção de WG é diminuir a quantidade de finos. (...)

Os resultados obtidos demonstram que a quantidade de água a evaporar no *spray dryer* é um parâmetro com um impacto significativo na otimização energética da instalação. (...) essa quantidade de água, em consequência tendo uma percentagem de sólido superior o consumo energético específico irá diminuir consideravelmente.

Tabela 8.15 - Consumo específico de energia médio num determinado intervalo de tempo e respetivas taxas de crescimento.¹³

Consumo Específico de Energia [kgep·ton⁻¹]	17 a 25 de Fevereiro 2015	1 a 10 de Março 2015	Taxa de Crescimento [%]
Produção Total (WG e Finos)			
Produção de WG			

¹³ Ver apêndice 6 e 7

9. Conclusões

O trabalho desenvolvido teve como objetivo a otimização de um processo já implementado na Sapec Agro. A otimização é uma etapa fundamental em qualquer processo industrial, permitindo a redução de custos e aumento da competitividade. A otimização beneficia a empresa em diversos aspetos, não só ao nível da produtividade e poupança de energia como também garante um melhor controlo sobre o processo.

A primeira etapa a desenvolver no processo de otimização é o conhecimento e acompanhamento do processo com a finalidade de identificar pontos críticos que possam ser modificados positivamente.

O planeamento de um DOE teve como objetivo estudar a influência que a temperatura de entrada do fluxo de ar e a pressão de alimentação teria no processo de produção de WG's. Verificou-se que a temperatura de entrada e o caudal de alimentação influencia a temperatura de saída, obtendo-se um maior rendimento processual quando a diferença entre as duas temperaturas é (...). Observou-se que a melhor produção foi conseguida com uma pressão de aproximadamente (...) bar, correspondendo a cerca de (...) L·h⁻¹ e uma temperatura de (...) °C. A pressão de pulverização deve ser tal, que as gotículas não sejam de dimensões reduzidas e que a humidade do produto à saída do *spray dryer* se mantenha entre os (...) %, para que no leite fluidizado seja granulado e a secagem seja finalizada. Um conteúdo de humidade (...) tende a (...) a quantidade de perdas em partículas finas.

Esta etapa de acompanhamento, no entanto atravessou algumas dificuldades e alguns resultados não foram tão elucidativos como seria de esperar, dadas as dificuldades inerentes a um processo contínuo e em consequência de avaria de equipamento. No ensaio 1 verificou-se que as temperaturas de entrada que deveriam de ser estabelecidas não seriam atingidas, tendo-se alterado as especificações. O problema inerente ao aquecimento de ar pode derivar de duas fontes (...).

Como já foi referido anteriormente, a produção de WG's compreende mais etapas além da secagem, nomeadamente a moagem e a formulação da *Slurry*. Com o acompanhamento desta fase verificou-se que a quantidade de água a colocar na formulação demonstrava-se um ponto crítico, dependendo diretamente da experiência do operador ao invés de um valor específico. Procurou-se estabelecer uma relação entre a percentagem de sólidos e a quantidade água a fim de perceber qual seria o impacto na produtividade. Realizou-se um aumento gradual da percentagem de sólidos presentes na formulação, com a redução da quantidade de água.

Verificou-se que em média o (...) % na percentagem de sólidos conduz a um (...) de produtividade de aproximadamente de (...) Kg·h⁻¹ acompanhado de uma (...) de perdas em partículas finas de aproximadamente (...) Kg·h⁻¹. Com a redução da quantidade de água resulta uma densidade de sólidos superior em cada gotícula o que origina um grânulo de dimensões superiores.

O aumento da percentagem de sólidos demonstrou repercussões positivas no consumo específico de energia da instalação. Em média mensal, considerando o consumo específico de energia por tonelada de WG's, obteve-se uma (...) %. Com objetivo de analisar o intervalo de tempo no qual foi analisado o impacto do aumento da percentagem de sólidos, comparou-se esse intervalo com uma amostra do mês anterior, obtendo-se uma (...) % no consumo específico de energia.

Procurou-se estudar o impacto que teria um pré-aquecimento da *Slurry* no depósito de alimentação, contudo não foi possível retirar elações significativas. Apesar do depósito de alimentação se encontrar equipado com camisa de aquecimento, não é possível aquecer uniformemente a *Slurry* no seu interior, em consequência da instabilidade da válvula de condensados.

10. Sugestões para trabalho futuro

Ainda que o presente trabalho tenha sido concluído existem sempre novas estratégias de otimização. Seguidamente serão descritas algumas sugestões que poderão ser implementadas num trabalho futuro relativamente ao processo e à instalação:

Válvula automática e revestimento do depósito de alimentação ou permutador de calor para materiais de elevada viscosidade: a implementação de uma válvula automática na tubagem de condensados sincronizada com a sonda de temperatura colocada no depósito de alimentação, controlaria o fluxo de condensados encaminhados para a camisa de aquecimento de acordo com a temperatura pretendida. A temperatura do depósito de alimentação é afetada pela temperatura ambiente, especialmente nos meses mais frios, a colocação de um revestimento no depósito reduziria a transferência de calor entre a atmosfera circundante e a temperatura do depósito.

Existe a possibilidade de implementar um permutador de calor indicado para fluidos de elevada viscosidade. Estes permutadores de calor são compostos por tubos ociosos, onde o fluido irá circular até atingir a temperatura pretendida. Este tipo de permutador confere uma transferência de calor uniforme.

Variador para velocidade do ventilador do ar de exaustão: a colocação do variador iria permitir um acerto mais fino do fluxo de ar puxado para o interior do filtro de mangas, e estabilização da temperatura no interior da câmara de secagem.

Redução da variabilidade das condições de operação: (...)

Moagem do produto: em análises paralelas ao trabalho verificou-se que a moagem (granulometria resultante) exercia influência no rendimento do processo de secagem.¹⁴ Deve ser feita uma rastreabilidade ao nível da matéria-prima para que seja perceptível o seu comportamento para as diferentes velocidades de moagem. Sugere-se que sejam realizadas moagens experimentais das diferentes matérias-primas e analisado o seu comportamento.

Aumento dos lotes de produto: a formulação da *Slurry* atualmente é realizada num depósito de (...) L, com um maior volume de depósito surge a possibilidade de aumentar a quantidade do lote de produto na formulação, analisando quais os limites dos equipamentos para os diferentes produtos.

Melhorar a resistência ao desgaste do orifício de pulverização e *swirl*: alguns produtos como é o caso do Fosetyl provocam um grande desgaste no orifício de pulverização e no *swirl*. A resistência ao desgaste pode ser melhorada aumentando o teor dos componentes do carboneto de tungsténio. Pode ser realizada uma análise ao desempenho do *nozzle* para diferentes teores do material.

¹⁴ Ver apêndice 8

11. Referências Bibliográficas

- AIChE. (2003). *Spray Dryers: A guide to performance evaluation*. New York: Spring.
- Amaral, D. C., & Toledo, J. C. (2010). *FMEA - Análise do Tipo e Efeito de Falha*.
- Baker, C. G. (1997). *Industrial Drying of Foods*. London: Blackie Academic & Professional.
- Brooks, G. T., & Roberts, T. R. (1999). *Pesticide Chemistry and Bioscience: The food-environment challenge*. Cambridge: The Royal Society of Chemistry.
- Camilo, P. (2014). *Síntese orgânica - Parametros relevantes e implicação em processo*. Setúbal.
- Ciullo, P. A. (1996). *Industrial Minerals and Their Uses: A Handbook and Formulary*. USA: Noyes Publications.
- Ciullo, P. A. (1996). *Industrial Minerals and Their Uses: A Handbook and Formulations*. New Jersey: Noyes Publications.
- Coulson, J. M., & Richardson, J. F. (2002). *Chemical Engineering: Particle Technology and Separation Processes (Vol. II)*. Oxford: Butterworth Heinemann.
- EPA. (23 de Novembro de 2014). Obtido de United States Environmental Protection Agency: http://www.epa.gov/caddis/ssr_ins_int.html
- EPA. (2014 de Novembro de 2014). Obtido de United States Environmental Protection Agency: http://www.epa.gov/caddis/ssr_herb_int.html
- Foy, C. L., & Pritchard, D. W. (1996). *Pesticide Formulation and Adjuvant Technology*. USA: CRC Press LLC.
- FRANCAISE D'INSTRUMENTATION. (16 de Março de 2015). *FRANCAISE D'INSTRUMENTATION*, . Obtido de FRANCAISE D'INSTRUMENTATION, Spécialiste de la mesure depuis 1979: <http://www.francaise-instrumentation.fr/>
- Fredsted, S. &. (20 de Novembro de 2014). *GEA Niro*. Obtido de GEA Process Engineering A/S: [http://www.niro.com/niro/cmsresources.nsf/filenames/a-primer-on-spray-drying-chemical-engineering-nov09.pdf/\\$file/a-primer-on-spray-drying-chemical-engineering-nov09.pdf](http://www.niro.com/niro/cmsresources.nsf/filenames/a-primer-on-spray-drying-chemical-engineering-nov09.pdf/$file/a-primer-on-spray-drying-chemical-engineering-nov09.pdf)
- GlobalSpec, I. (26 de Fevereiro de 2015). *IHS Engineering 360*. Obtido de IHS GlobalSpec : <http://www.globalspec.com/>
- Group SAPEC. (26 de 09 de 2014). Obtido de SAPEC: <http://www.sapec.be/>
- Jeschke, P., Kramer, W., Schirmer, U., & Dr. Witschel, M. (2012). *Modern Methods in Crop Protection Research (219-235 ed.)*. Weinheim, Alemanha: Wiley-VCH Verlag & Co. KGaA.
- Keshani, S., Daud, W. R., Nourouzi, M. M., & Namvar, F. &. (2014). Spray drying: An overview on wall deposition, process and modeling. *Journal of Food Engineering*, 152-162.
- Li, Z., Pang, Y., & Lou, H. e. (2009). Influence of lignosulfonates on the properties Dimethomorph water-dispersible granules. *Lignosulfonate dispersants for pesticide*, 589-601.
- Masters, K. (2004). Applying Spray Drying to Customized Powder Manufacture. *Chinese J. Chem Eng.* , 744-749.

- Mujumdar, A. S. (2007). *Handbook of Industrial Drying* (3 ed.). USA: CRC Press.
- PALAS. (5 de Dezembro de 2014). Obtido de Palas GmbH: <http://www.palas.de/en/product/dustview>
- Parihari, A. (2009). *Performance study of spray dryer using various salt solutions*. Rourkela: National Institute of Technology.
- Ribeiro, M. J., & Ventura, J. M. (6 de Setembro/ Outubro de 2011). A Atomização como Processo de Obtenção de Pós para a Indústria Cerâmica. *Cerâmica Industrial*.
- Rouissi, T., Mahmoudi, A., Tyagi, R. D., Brar, S. K., Prévost, D., & Surampalli, R. Y. (2013). Optimization of spray drying by response surface methodology for the production of sinorhizobium meliloti powder formulation by using starch industry wastewater. *Elsevier - Biosystems Engineering*, 334-343.
- SAPEC AGRO PORTUGAL. (26 de Setembro de 2014). Obtido de Sapec Agro pt: <http://sapecagro.pt/internet/asp/home.asp>
- Selectis. (10 de Novembro de 2014). Obtido de <http://www.selectis.pt/>
- Swadesh, J. K. (2001). *HPLC: practical and industrial applications*. EUA: CRC Press.
- Zoller, U. (2009). *HandBook of Detergents, Part E: Applications* (Vol. 141). EUA: CRC Press.

12. Apêndices

12.1. Apêndice 1 – Granulometrias via seca de finos

Durante as etapas de testes foram recolhidas amostras de partículas finas e enviadas para laboratório a fim de se contabilizar as granulometrias dessas partículas.

FINOS	21-01 (16h-24h)	22-01 (8h-16h)	23-01 8h-16h	16h-24h	24-01 8h-16h	25-01 16h-24h	16-24h	28-01 8h-16
VIA SECA %								
>								
<								

12.4. Apêndice 4 – Valores médios (autômato) para o Folpec 80 WG

Dia	Turno	LOTE	LOTE [Kg]
	00H-8H																				
	8H-16H																				
	16H-24H																				
	00H-8H																				
	8H-16H																				
	16H-24H																				
	00H-8H																				
	8H-16H																				
	16H-24H																				
	00H-8H																				
	8H-16H																				
	16H-24H																				

12.6. Apêndice 6 – Consumo específico de energia Fevereiro de 2015

		YTD	Ton	01- fev	02- fev	03- fev	04- fev	05- fev	06- fev	07- fev	08- fev	09- fev	10- fev	11- fev	12- fev	13- fev	14- fev	15- fev	16- fev	17- fev	18- fev	19- fev	20- fev	21- fev	22- fev	23- fev	24- fev	25- fev	26- fev	27- fev	28- fev
Produção	Fosetyl 80 WG																														
	Maestr o M WG																														
	Folpec 80 wg																														
	Finos																														
	Finos Leito																														
	Total S/finos Total C/finos																														
EE EE (kWh) EE (kgep)																															
CEE (kW h/t)	C/ Finos S/Finos																														
CEE (kge p/t)	C/Finos S/ Finos																														

12.7. Apêndice 7 – Consumo específico de energia Março de 2015

		YTD	Toneladas	01-mar	02-mar	03-mar	04-mar	05-mar	06-mar	07-mar	08-mar	09-mar	10-mar	11-mar	12-mar	13-mar	14-mar	15-mar	16-mar
Produção	Fosetyl 80 WG																		
	Maestro M WG																		
	Folpec 80 wg																		
	Finos																		
	Finos Leito																		
	Total S/finos																		
	Total C/finos																		
EE	EE (kWh)																		
	EE (kgep)																		
CEE (kWh/t)	CEE_Electrica C/ CEE_Electrica S/																		
CEE (kgep/t)	CEE_Electrica C/ CEE_Electrica S/																		

12.8. Apêndice 8 – Comparação entre velocidades de moagens

Velocidade [Hz]	Quantidade			%Wg	%Finos
	WG	Finos	Total		
Hz					
Mistura de Lotes (Hz)					
Hz					