UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

MONITORAMENTO DE REGIMES E RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS EM LEITOS DE JORRO BIDIMENSIONAIS

OSVALDIR PEREIRA TARANTO ORIENTADORA: PROF^A DR^A SANDRA CRISTINA DOS SANTOS ROCHA CO - ORIENTADOR: PROF. DR. G. S. VIJAYA RAGHAVAN

Tese de Doutorado apresentada à Faculdade de Engenharia Química como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Química; Área de Concentração: Engenharia de processos

Campinas 1996

DADE BC TUNICAMP TIAIm .. Ex 0 80/ 28213 00. GG7196 c b x 100 7841400 13/08/96. · CPDC/M20090990-2

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

Taranto, Osvaldir Pereira Monitoramento de regimes e recobrimento de partículas em leitos de jorro bidimensionais / Osvaldir Pereira Taranto.--Campinas, SP: [s.n.], 1996.
Orientadores: Sandra Cristina dos Santos Rocha, G. S. Vijaya Raghavan. Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas Faculdade de Engenharia Química.
1. Processos de leito de jorro. 2. Dinâmica dos fluidos.
3. Calor - Transmissão. 4. Secagem. I. Rocha, Sandra Cristina dos Santos. II. Raghavan, G. S. Vijaya. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Química. III. Título. Esta versão corresponde à redação final da **Tese de Doutorado** defendida pelo Engenheiro Químico **Osvaldir Pereira Taranto** e aprovada pela comissão julgadora em 16/04/1996.

Orientadora:

Prof^a Dr^a Sandra Cristina dos Santos Rocha

Tese defendida e aprovada em 16 de abril de 1996 pela Banca Examinadora, constituída pelos seguintes professores:

Ł

Ł

Ŧ

Profa. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha

Prof. Dr. Reinaldo Giudici

Profa. Dra. Ana Maria da Silveira Prof. Dr. Rubens Maciel Filho Prof. Dr. Marco Aurélio Cremasco

Aos meus pais, Oswaldo e Nadyr, e aos meus irmãos pelo estímulo e compreensão.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, à Prof^a Dr^a Sandra Cristina dos Santos Rocha, pela orientação e competência, paciência e disponibilidade, pelos incentivos em todos momentos da realização da tese, e principalmente pela confiança e amizade. *Obrigado Mãe!!*

My sincere thanks to Dr. G. S. Vijaya Raghavan, for his supervising, attention, trust and friendship during all my staying in Canada.

All my appreciation to Samson *Genius* Sotocinal, for his brain and hands at the Drying Lab. Believe me Sammy, it wouldn't have been the same without you!

À Prof^a Lídia Maria Maegava, pela super ajuda e toques na escrita da tese, e pela amizade e apôio.

À Capes e ao CNPq pelo suporte financeiro.

To everyone at Macdonald Campus that, in some way, helped this work come true, in special: Ana Paula, Rodrigo, João e Thaís, Carla e Marcelo, Cláudia, Mira e Luciane, David e Alessandra, Dr. Monardes e Lilian, Javier e Maria Olga, Felipe, Darwin, Grant, David, Harish, R.K., Vencky, Ranganna, Sandra Nagy, Roberta Boyle, Susan, Valerie ...

I'd like to quote everybody, but that would take another thesis!!!

Ao Departamento de Termofluidodinâmica, pelo apoio e confiança.

SUMÁRIO

SUMÁRIO	<u> </u>
LISTA DE SÍMBOLOS	v
LISTA DE FIGURAS	ix
LISTA DE TABELAS	xiv
RESUMO	xvi
CAPÍTULO 1 - INTRODUÇÃO	1
1.1 - IDENTIFICAÇÃO E MONITORAMENTO DE REGIMES	
1.2 - RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS - CINÉTICA DE CRESCI	MENTO E
TRANSFERÊNCIA DE CALOR	2
CAPÍTULO 2 - REVISÃO DA LITERATURA - IDENTIFICA	ÇÃO E
MONITORAMENTO DE REGIMES	4
2.1 - ESTABILIDADE DE UM LEITO DE JORRO	4
2.1.1 - Influência da Geometria do Leito	4
2.2 - FENÔMENOS FÍSICOS	8
2.3 - CLASSIFICAÇÃO DE PADRÕES DE ESCOAMENTOS	9
2.4 - REVISÃO MATEMÁTICA - TRANSFORMADA DE FOURIER	14
2.4.1 - Transformada de Fourier Contínua	14
2.4.2 - Propriedades da Transformada de Fourier Contínua	15
2.4.3 - Convolução Contínua	16
2.4.4 - Teorema da Convolução	
2.4.5 - Funções Delta	17
2.4.6 - Transformada de Fourier Discreta	18
2.4.7 - Leakage e redução de Leakage	23

2.4.8 - Teorema da Amostragem 26 2.4.9 - Cálculo da Transformada de Fourier Discreta _____ 27 CAPÍTULO 3 - MATERIAIS E MÉTODOS - IDENTIFICAÇÃO E MONITORAMENTO DE REGIMES _____ 29 3.1 - EQUIPAMENTO UTILIZADO _____ 29 3.1.1 - Leitos _____ 29 3.1.2 - Sistema de Aquisição de Dados______ 33 ______34 3.1.3 - Partículas 3.2 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL 34 3.2.1 - Preparação _____ 34 3.2.2 - Sequência Experimental ______ 37 CAPÍTULO 4 - ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS -IDENTIFICAÇÃO E MONITORAMENTO DE REGIMES 42 4.1 - SÉRIE TEMPORAL DA QUEDA DE PRESSÃO NO LEITO 42 4.2 - APRESENTAÇÃO DOS ESPECTROS 46 4.2.1 - Espectro de um Leito em Jorro Estável 47 4.2.2 - Espectros para Leitos em Regime Slugging 51 4.2.3 - Espectros para Leitos Fixos 53 4.3 - RESULTADOS FINAIS - MONITORAMENTO DE REGIMES 57 CAPÍTULO 5 - REVISÃO DA LITERATURA - RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS 58 5.1 - RECOBRIMENTO DE SEMENTES 59 5.1.1 - Aplicações do Recobrimento ______60 5.2 - RECOBRIMENTO DE COMPRIMIDOS 62 5.2.1 - Liberação Controlada _____ 62 5.3 - EQUIPAMENTOS DE RECOBRIMENTO 65 5.3.1 - Drageadeiras______65

5.3.2 - Drageadeiras Modificadas	67
5.3.3 - Recobrimento em Sistemas de Suspensão a Ar	69
5.3.4 - Recobrimento em Leito de Jorro	_ 70
5.4 - TRANSFERÊNCIA DE CALOR EM LEITOS DE JORRO	_ 73
5.4.1 - Coeficiente Global de Transferência de Calor	73
5.4.2 - Transferência de Calor na Região do Jorro	78
5.4.3 - Transferência de Calor na Região Anular	80
5.5 - CRESCIMENTO DE PARTÍCULAS DURANTE PROCESSO RECOBRIMENTO	DE _ 81
CAPÍTULO 6 - MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS E	DE
CALCULO - RECOBRIMENTO DE PARTICULAS	E
TRANSFERENCIA DE CALOR	_ 84
6.1 - TRANSFERÊNCIA DE CALOR GÁS-PARTÍCULA	_ 84
6.1.1 - Método de Cálculo para o Coeficiente Convectivo de Troca Térmica_	85
6.2 - DETERMINAÇÃO DA CINÉTICA DO RECOBRIMENTO	_ 94
6.2.1 - Cinética e Eficiência de Recobrimento	_ 94
6.3 - MONTAGEM EXPERIMENTAL	_ 96
6.3.1 - Leitos Utilizados	
6.3.2 - Medidas das Temperaturas - Termopares	_ 99
6.3.3 - Atomização	101
6.4 - PARTÍCULAS UTILIZADAS	104
6.5 - SUSPENSÃO DE RECOBRIMENTO	104
6.6 - SEQÜÊNCIA EXPERIMENTAL	106
CAPÍTULO 7 - ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	S -
RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS	108
7.1 - COEFICIENTE CONVECTIVO DE TROCA TÉRMICA	108
7.1.1 - Resultados para a Região do Jorro	110
7.1.2 - Resultados para Região Anular	114

7.2 - CINÉTICA DO CRESCIMENTO DE PARTÍCULAS	119
7.2.1 - Análise dos Resultados	123
CAPÍTULO 8 - CONCLUSÕES E SUGESTÕES	132
8.1 - CONCLUSÕES - IDENTIFICAÇÃO E MONITORAMENTO	DE
REGIMES	132
8.1.1 - Sugestões para Trabalhos Futuros - Identificação e Monitorament	o de
Regimes	133
8.2 - CONCLUSÕES - RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS	134
8.2.1 - Sugestões para Trabalhos Futuros - Recobrimento de Partículas	135
ABSTRACT	136
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	137

APÊNDICE I - IDENTIFICAÇÃO E MONITORAMENTO DE REGIMES

LISTA DE SÍMBOLOS

A _{ca}	área da seção transversal da região anular	m^2
A_{pa}	área específica das partículas na região anular	m^2
A _{pj}	área específica das partículas no jorro	m^2
Ar	número de Archimedes	
b	altura da placa interna	m
c _p	calor específico do ar	J/g K
c _s	concentração de sólidos na suspensão	g/cm ³
d	largura da placa interna	m
di	diâmetro da entrada de ar (leitos cone-cilídricos)	m
d _p	diâmetro médio da partícula	m
D _s	diâmetro do jorro	m
e	espessura da parede da região de jorro	m
e	espessura da placa interna	m
E	largura da entrada de ar	m
\mathbf{f}_{c}	Frequência crítica de Nyquist	Hz
g	aceleração da gravidade	m/s^2
Gr	número de Grashof	-
Gu	número de Gukhman	-
$H(\lambda)$	Transformada de Fourier definida pela equação 2.3	-
[H(λ)]*	complexo conjugado de $H(\lambda)$.	-
h _a	coeficiente convectivo de troca térmica para a região do	W/m ² K
	jorro	
h _e	coeficiente convectivo de troca térmica entre a parede	W/m ² K
	externa à região de jorro e o ambiente	
H _m	altura máxima de jorro estável	m
H _o	altura inicial do leito de partículas	m
K _{ac}	condutividade térmica do acrílico	W/mK

L	largura do leito	m
M_p	massa de comprimidos no leito para um tempo de	g
	processamento t _p	
M_{po}	massa inicial de comprimidos no leito	g
Nu	número de Nusselt	
Pa	perda de calor para o meio externo através da paredes da	W
	região anular	
P _j	quantidade de calor perdida para o meio externo através	W
	das paredes da região de jorro	
Qa	quantidade de calor fornecida à região anular	W
Q_j	quantidade de calor fornecida à região de jorro	W
Q _{i-a}	quantidade de calor transferida da região de jorro à região anular através da placa interna	W
Q_{jm}	vazão de jorro mínimo	g/s
\mathbf{Q}_{ju}	quantidade de calor transferida às partículas na região de	W
	jorro;	
QM_E	quadrado médio residual	-
QT	quantidade de calor total cedida pelo ar ao leito	-
Re S	número de Reynolds área total da parede do leito na região de jorro	m^2
S_E^2	variância combinada dos efeitos	-
SQE	somatório dos quadrados residuais	-
T_{∞}	temperatura do meio externo ao leito	K
Te	temperatura da parede externa à região de jorro	K
T_{ga}	temperatura do gás na região anular	K
Tg _{en}	temperatura do ar na entrada do leito	K
Tg _{en,u}	temperatura de bulbo úmido do gás na entrada do leito	Κ
Tg _{ex}	temperatura do ar na saída do leito	K
T_{gj}	temperatura do ar na região de jorro	K
t _p	tempo de processamento	S

T_{pa}	temperatura da partícula na região anular	K
T _{pj}	temperatura da partícula na região de jorro	K
T_{wa}	temperatura da placa interna no lado da região anular	K
T _{wj}	temperatura da placa interna no lado da região de jorro	К
ua	velocidade do gás no ânulo	m/s
uj	velocidade do gás no jorro	m/s
u _{mf}	velocidade de mínima fluidização	m/s
u _{mj}	velocidade de jorro mínimo	m/s
Va	volume da região anular	m ³
V_j	volume da região de jorro	m ³
W_1	vazão de líquido forne processo de recobrimento	ml/s
Wa	vazão de ar no ânulo	g/s
W_{g}	vazão de gás (ar) fornecida ao leito	g/s
\mathbf{W}_{j}	vazão de ar no jorro	g/s
W_s	vazão de suspensão de recobrimento fornecida ao leito	ml/s
Z	comprimento da parede	m

Símbolos Gregos

$\Delta \epsilon_{a}$	intervalo de amostragem, porosidade no ânulo	S -
ε _j	porosidade na região de jorro	
ф	esfericidade da partícula	
η	eficiência ou coeficiente de granulação	-
λ	frequência	Hz
μ_{g}	viscosidade do ar	Pa.s
$v_{\rm E}$	graus de liberdade	

Vg	viscosidade cinemática μ_g / ρ_g	
$ ho_{b} ho_{g}$	massa específica aparente do sólidos massa específica do ar	kg/m ³ kg/m ³
ρ_s	massa específica das partículas	kg/m ³
θ	ângulo de base cônica	grau

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 2.1 - REGIMES EM LEITO D)E JORRO (MATH	UR E E	PSTEIN - 1974)		6
FIGURA 2.2-A - DIAGRAMA DE FASI	$E - TRIGO - D_P = 1$	2 СМ, 1	$D_{c} = 5, 2 CM, D_{t} = 1$, 25 CI	17
FIGURA 2.2-B - DIAGRAMA DE F. (MATHUR E EPSTEIN - 1974)	ASE - AREIA - A	$D_P = 0,$	42 см, D _c = 15,2	СМ, Д	$D_{I} = 1,58 \ CM$
FIGURA 2.3 - FDP DA QUEDA DE I	Pressão. Corri	DAS I,	2, 7 E 8 (TUTU, 19	982)	10
FIGURA 2.4 - FDP DA QUEDA DE I	Pressão. Corri	DAS 3 ,	4, 5 E 6 (TUTU, 19	82)	11
FIGURA 2.5 - DEP DA PRESSÃO PA	ra Escoamento	DS PLU	G E ANULAR (FRAN	ÇA, 19	91)13
FIGURA 2.6 - DEP DA PRES (FRANÇA, 1991)	isão para Esc	OAME	NTOS EM ONDAS	E P	ISTONADOS 13
FIGURA 2.7 - DESENVOLVIMEN DISCRETA (A)	NTO GRÁFICO	DA	TRANSFORMADA	DE	Fourier
Figura 2.8 - Desenvolvimen discreta (b)	STO GRÁFICO	DA	TRANSFORMADA	DE	Fourier 19
FIGURA 2.9 - DESENVOLVIMEN DISCRETA (C)	STO GRÁFICO	DA	TRANSFORMADA	DE	Fourier 20
FIGURA 2.10 - DESENVOLVIME DISCRETA (D)	NTO GRÁFICO	DA	TRANSFORMADA	DE	Fourier21
FIGURA 2.11 - DESENVOLVIME DISCRETA (E)	NTO GRÁFICO	DA	TRANSFORMAD.4	DE	Fourier21
Figura 2.12 - Desenvolvime discreta (f)	NTO GRÁFICO	DA	TRANSFORMAD.4	DE	Fourier22

FIGURA 2.13 - FUNÇÃO COSSENOIDE TRUNCADA NUM INTERVALO IGUAL A UM MÚLTIP	'LO DE
PERÍODO	24
FIGURA 2.14 - TRANSFORMADA DE FOURIER DE UMA FORMA DE ONDA COSSENOIDA	E COM
INTERVALO DE TRUNCAMENTO IGUAL À MAGNITUDE DO PERÍODO	24
FIGURA 2.15 - FUNÇÃO COSSENOIDE COM TRUNCAMENTO DIFERENTE DE UM MÚLTIP.	LO DO
Período	25
FIGURA 2.16 - TRANSFORMADA DE FOURIER DE UMA FORMA DE ONDA COSSENOIDI	5 СОМ
INTERVALO DE TRUNCAMENTO DIFERENTE DE UM MÚLTIPLO DO PERÍODO.	26
FIGURA 3.1 - FOTOGRAFIA DOS LEITOS	30
Figura 3.2 - Esquema e Dimensões dos Leitos de Jorro	31
FIGURA 3.3 - ESQUEMA DA MONTAGEM EXPERIMENTAL	32
FIGURA 3.4 - ESPECTRO DE POTÊNCIA DE UM LEITO VAZIO	36
FIGURA 4.1 - QUEDA DE PRESSÃO VS. TEMPO-LEITO FIXO / LEITO I-CORRIDA 11	43
FIGURA 4.2 - QUEDA DE PRESSÃO VS. TEMPO-JORRO ESTÁVEL/LEITO I-CORRIDA 12	43
FIGURA 4.3 - QUEDA DE PRESSÃO VS. TEMPO -SLUGGING / LEITO I-CORRIDA 24	44
FIGURA 4.4 - QUEDA DE PRESSÃO VS. TEMPO-LEITO FIXO / LEITO II-CORRIDA 75	44
FIGURA 4.5 - QUEDA DE PRESSÃO VS. TEMPO-JORRO ESTÁVEL/LEITO II-CORRIDA 76	45
FIGURA 4.6 - QUEDA DE PRESSÃO VS. TEMPO-SLUGGING / LEITO II-CORRIDA 86	45
Figura 4.7 - Esquema de um Espectro de Frequência	47
FIGURA 4.8 - ESPECTRO DE POTÊNCIA PARA REGIME DE JORRO ESTÁVEL-CORRIDA 8	48
FIGURA 4.9 - ESPECTRO DE POTÊNCIA PARA REGIME DE JORRO ESTÁVEL-CORRIDA 48	48

FIGURA 4.10 - CORRIDA 30	ESPECTRO	DE	Potência	PARA	REGIME	DE	JORRO	Estável	49
FIGURA 4.11 - Corrida 66	Espectro	DE	Potência	PARA	REGIME	DE	JORRO	Estável	49
FIGURA 4.12 - Corrida 76	Espectro	DE	Potência	PARA	REGIME	DE	JORRO	Estável	_5(
FIGURA 4.13 - Corrida 90	Espectro	DE	Potência	PARA	REGIME	DE	JORRO	Estável	50
FIGURA 4. 14 - ES	PECTRO DE P	OTÊN	'CIA - I NSTAB	ILIDAD	e no Jorre	р - Сс	ORRIDA 52	?	5
FIGURA 4.15 - ES	PECTRO DE P	OTÊN	CIA - I NSTAB	ILIDAD.	e no Jorre	9 <i>-CO</i>	RRIDA 84		52
FIGURA 4.16 - ES	PECTRO DE P	OTÊN	CIA - R EGIM	e de Sl	.ugging - C	ORRI	DA 24		52
FIGURA 4.17 - ESI	PECTRO DE P	OTÊN	CIA - R EGIM	e de Sl	.UGGING-C	Orri	DA 54		5.
FIGURA 4.18 - ESI	PECTRO PARA	UMl	Leito Fixo-(CORRID.	A 11				5-
FIGURA 4.19 - ESI	PECTRO PARA	UMI	Leito Fixo-(ORRID	A 47				5-
FIGURA 4.20 - ESI	PECTRO P.4R.4	UM I	Leito Fixo-(CORRID.	A 29				55
Figura 4.21 - Esi	PECTRO PARA	UM]	Leito Fixo-(ORRID.	A 59				5:
Figura 4.22 - Est	PECTRO PARA	UM l	Leito Fixo-(CORRID.	A 81				50
FIGURA 4.23 - ES	PECTRO P.ARA	UM]	Leito Fixo-(Corrid.	A 91				50
FIGURA 5. I - DRA	Geadeira Co	ONVE.	NCIONAL						60
FIGURA 5.2 - ESQ	UEMA DE UM.	4 DR	4GEADEIRA C	'OM TU	bo de Imei	RSÃO			60
FIGURA 5.3 - ESO	uema do Eo	UIPAI	MENTO ACEL	la-Coi	A (1968)				68

FIGURA 5.4 - ESQUEMA DO MODELO DRIACOATER	68
FIGURA 5.5 - EQUIPAMENTO DE WURSTER	70
FIGURA 6. I- ESQUEMA PARA O BALANÇO DE ENERGIA NO LEITO	85
FIGURA 6.2 - ESQUEMA PARA O BALANÇO DE ENERGIA NA REGIÃO DE JORRO	88
FIGURA 6.3 - ESQUEMA PARA O BALANÇO DE ENERGIA NA PLACA INTERNA	89
FIGURA 6.4 - ALTERAÇÕES EFETUADAS PARA OS DOIS LEITOS PARA OS EXPERIMEN TRANSFERÊNCIA DE CALOR E RECOBRIMENTO	TOS DE 97
FIGURA 6.5 - FOTOGRAFIA DO LEITO MENOR ($L = 50$ cm) em Operação	98
FIGURA 6.6 - POSICIONAMENTO DOS TERMOPARES E COLETOR DE AMOSTRA	100
FIGURA 6.7 - ÁREA COBERTA PELA ATOMIZAÇÃO	101
FIGURA 6.8 - FOTOGRAFIA DO RESERVATÓRIO DE SUSPENSÃO DE RECOBRIMENTO E Peristáltica	ВОМВА 102
FIGURA 6.9 - ESQUEMA DA MONTAGEM EXPERIMENTAL UTILIZADA PARA O ESTU Recobrimento	IDO DO 103
FIGURA 7.1 - COMPARAÇÃO ENTRE OS NU _J EXPERIMENTAIS E OS CALCULADO EQUAÇÃO (7.1)	DS PELA
FIGURA 7.2 - COMPARAÇÃO ENTRE OS NU_A EXPERIMENTAIS E OS CALCULADO EQUAÇÃO (7.4)	DS PELA 116
FIGURA 7.3 - INFLUÊNCIA DA VAZÃO DE SUSPENSÃO DE RECOBRIMENTO NO VAL Número de Nusselt para a Região de Jorro	lor do 117
FIGURA 7.4 - INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE ENTRADA DO GÁS NO VALOR DO NÚM NUSSELT PARA A REGIÃO DE JORRO	IERO DE

FIGURA 7.5 - CRESCIMENTO DAS PARTÍCULAS VERSUS TEMPO	120

- FIGURA 7.6 COMPARAÇÃO ENTRE OS VALORES DE G CALCULADOS EXPERIMENTALMENTE E OS CALCULADOS A PARTIR DA EQUAÇÃO 7.9 ______129
- FIGURA 7.7 COMPARAÇÃO ENTRE OS DADOS DE EFICIÊNCIA CALCULADOS EXPERIMENTALMENTE E OS CALCULADOS PELA EQUAÇÃO 7.10 _____131

LISTA DE TABELAS

TABELA 2.1 - CORRESPONDÊNCIAS ENTRE OS DOMÍNIOS DO TEMPO E FREQÜÊNCIA	17
TABELA 3. I - CARACTERÍSTICAS DAS PARTÍCULAS	34
TABELA 3.2 - CARACTERÍSTICAS DAS CORRIDAS EXPERIMENTAIS	37
TABELA 5. I - CORRELAÇÕES OBTIDAS POR ROCHA ET AL. (1995)	72
TABELA 6.1 - CARACTERÍSTICAS DAS PARTÍCULAS	104
TABELA 6.2 - CARACTERÍSTICAS DA SUSPENSÃO DE RECOBRIMENTO	105
Tabela 6.3 - Especificações das Corridas Experimentais realizadas	106
TABELA 7.1 - MÉDIAS DAS TEMPERATURAS MEDIDAS EM CADA C Experimental	'ORRIDA 109
TABELA 7.2 - COEFICIENTES CONVECTIVOS DE TROCA TÉRMICA E NÚMERO DE NUSSEI A REGIÃO DE JORRO	LT PARA
TABELA 7.3 - COMPARAÇÃO ENTRE OS NU _J OBTIDOS EXPERIMENTALMENTE E OS CALCO PELA EQUAÇÃO (7.1)	ULADOS 111
TABELA 7.4 - COEFICIENTES CONVECTIVOS DE TROCA TÉRMICA E NÚMERO DE NUSSEI A REGIÃO ANULAR	LT PARA
TABELA 7.5 - COMPARAÇÃO ENTRE OS NUA OBTIDOS EXPERIMENTALMENTE E OS CALCO PELA EQUAÇÃO (7.4)	ULADOS
TABELA 7.6 - CRESCIMENTO DAS PARTÍCULAS EM RELAÇÃO AO TEMPO-CORRIDA I	120
TABELA 7.7 - COEFICIENTE DE CRESCIMENTO E EFICIÊNCIA DE RECOBRIMENTO F	PARA AS
Corridas Realizadas	_121

TABELA 7.8 - VALORES DAS VARIÁVEIS UTILIZADAS PARA O ESTUDO DAS INFLUÊNCIAS	123
TABELA 7.9 - ESTIMATIVA DOS EFEITOS - ALGORITMO DE YATES	123
Tabela 7. 10 - Somatório dos Quadrados Residuais	126
Tabela 7.11 - Intervalos de Confiança	126
TABELA 7.12 - COMPARAÇÃO DOS G EXPERIMENTAIS E OS CALCULADOS EQUAÇÃO (7.9)	PELA 128
Tabela 7.13 - Comparação dos Valores de η Experimentais e os Calculados Eouação 7.10	F PELA 130

RESUMO

Este trabalho apresenta-se em duas partes que tratam do estudo da dinâmica e do recobrimento de partículas em leito de jorro bidimensional. A parte experimental desse trabalho foi realizada no laboratório de secagem (Drying Lab) da Faculty of Agricultural and Biosystems Engineering da McGill University, Montreal Canadá.

A primeira parte do trabalho se ateve ao estudo dos regimes de operação em leitos de jorro. Nessa etapa foi desenvolvido um método de identificação e monitoramento de processos em leitos de jorro, a partir de somente uma das variáveis de estado, no caso a queda de pressão devida ao leito de partículas. As flutuações da queda de pressão do leito foram medidas a uma taxa de 100 medições por segundo, e a partir desses dados, uma rotina de transformada de Fourier produziu espectros que permitem a identificação e monitoramento de possíveis regimes em leitos de jorro: jorro estável, leito fixo e regime de slugging. Os experimentos foram realizados com milho e soja em dois tamanhos de leitos de jorro bidimensionais.

A segunda etapa foi centrada sobre o recobrimento de partículas em leito de jorro bidimensional. Esse estudo cobriu as duas áreas de maior interesse no que se refere ao processo de recobrimento de partículas: a área farmacêutica, com o recobrimento de comprimidos e a área agrícola, com o recobrimento de sementes. A pesquisa envolveu o estudo da transferência de calor gás-partículas, para o processo de recobrimento, e o estudo da cinética de crescimento de partículas e eficiência do processo em leitos de jorro bidimensionais, utilizandose placas internas (draft plates). Placebo e soja foram utilizados como partículas nos experimentos realizados em dois leitos de 50 e 90 cm de largura, respectivamente.

A partir dos dados experimentais obtidos, foram ajustadas correlações para a estimativa dos valores dos coeficientes de transferência de calor, para as regiões de jorro e anular, separadamente, e também para a eficiência do processo.

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

A indústria química vem utilizando a tecnologia de leito de jorro para o tratamento de materiais particulados que requerem altas taxas de transferências de calor e massa e produto final homogêneo. Leitos de jorro de várias configurações têm sido usados em aplicações como secagem, granulação, aquecimento, resfriamento e recobrimento de partículas. Dentre as possíveis configurações de leitos de jorro, o leito bidimensional, que possui uma seção transversal retangular, tem recebido muita atenção desde a sua concepção (1982), devido a facilidade para a ampliação de escala que o modelo apresenta.

1.1 - IDENTIFICAÇÃO E MONITORAMENTO DE REGIMES

A despeito da geometria, os aspectos críticos da eficiência de um leito de jorro são o estabelecimento e manutenção de um regime adequado e estável durante a operação. É possível relacionar a uniformidade da secagem de partículas ao grau de mistura do leito, e a mistura, por sua vez, ao regime de escoamento do leito. Dessa forma, o monitoramento do regime durante a operação pode ser utilizado para o controle de processo.

A busca de monitoramento e controle de processo é uma constante no estudo da eficiência de operação. Na maioria dos casos, o grande problema nos projetos de equipamentos de controle reside na obtenção dos valores das variáveis do processo, que normalmente são de difícil aquisição, ou de pouca precisão. Desta forma a produção de sistemas de monitoramento e controle a

partir de abordagens não-fenomenológicas, ou seja, independente das variáveis de processo, representa uma grande facilidade, não somente no sentido técnico, mas em termos financeiros também.

O objetivo dessa primeira parte do trabalho foi, portanto, o desenvolvimento de um método para o monitoramento contínuo do regime de operação em leitos de jorro, baseado na análise de freqüência das flutuações de queda de pressão em leitos de jorro, uma vez que essa variável pode ser considerada uma variável de estado e de fácil aquisição. O trabalho foi realizado em dois leitos bidimensionais de diferentes tamanhos. Para cada leito foram utilizados dois ângulos diferentes para a base, 45° e 60°, e as corridas foram realizadas com duas partículas diferentes, soja e milho, somando-se assim oito diferentes combinações de geometria de leito e partículas. A análise de freqüência foi efetuada utilizando-se Transformadas de Fourier.

Os resultados obtidos desse trabalho permitem a identificação direta do regime de operação em leitos de jorro, e constitui um método inovador para o monitoramento de leitos de jorro, independentemente da operação executada no equipamento. Esse desenvolvimento permite ainda que o sistema de monitoramento possa ser utilizado como parte central de um controlador, uma vez que a análise é realizada digitalmente.

1.2 - RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS - Cinética de Crescimento e Transferência de calor

O recobrimento de partículas vem encontrando cada vez mais utilidades e necessidades nos últimos anos. A indústria farmacêutica vem utilizando a técnica de recobrimento para funções que vão da simples proteção do comprimido ou do estômago, ao controle da taxa de liberação da droga para o organismo. Não menos importante, a área agrícola vem recobrindo fertilizantes e sementes, com funções que vão da proteção, para garantir um maior tempo de estocagem, ao controle da liberação do fertilizante para o meio, que leva a uma quantidade

muito menor de fertilizante a ser aplicada, reduzindo custos de material e mão de obra, e como conseqüência uma diminuição de poluentes no meio ambiente.

A segunda parte do trabalho envolveu o estudo da cinética do crescimento de partículas e também a avaliação da transferência de calor gás-partícula, para o processo de recobrimento de partículas em leitos de jorro. Nos leitos utilizados foram instaladas placas internas (draft plates), que permitem que uma maior quantidade de material seja processada em cada uma. Os coeficientes de transferência de calor foram calculados para as duas regiões, de jorro e anular, separadamente, uma vez que as diferenças de porosidade e velocidade superficial do gás para as duas regiões são grandes e conseqüentemente, produziram valores bastante diferentes para o coeficiente de troca térmica. Os experimentos foram realizados em dois leitos de jorro de tamanhos diferentes. Para os experimentos relativos ao crescimento de partículas e eficiência do processo, foram utilizados placebos como partículas e para os experimentos de transferência de calor foram utilizados placebos e soja. Dessa forma, o processo foi avaliado para os dois maiores campos de aplicação: agrícola e farmacêutico.

Os experimentos para as duas partes deste trabalho foram realizados nos Laboratório de Secagem (Drying Lab) da Agricultural and Biosystem Engineering Faculty da McGill University, Montreal, Canadá, resultado de uma cooperação entre a Dr^a Sandra Cristina dos Santos Rocha (UNICAMP) e Dr. G.S. Vijaya Raghavan (McGILL).

CAPÍTULO 2

REVISÃO DA LITERATURA - IDENTIFICAÇÃO E MONITORAMENTO DE REGIMES

O leito de jorro foi originariamente desenvolvido como uma solução modificada do leito fluidizado, visando-se o tratamento de partículas de diâmetro médio maior, com as quais, normalmente, não se obtinha operação homogênea num leito fluidizado.

2.1 - ESTABILIDADE DE UM LEITO DE JORRO

O jorro é um fenômeno observável e ocorre dentro de um campo de valores de tamanho e forma de partículas, velocidade de gás de entrada e da forma geométrica do leito. Além disso, a altura do leito tem um papel de importância relevante para a estabilidade do jorro (Mathur e Epstein, 1974).

2.1.1 - Influência da Geometria do Leito

Um dos fatores limitantes da estabilidade de leito de jorro é a altura (ou profundidade) do leito. É possível estabelecer um valor máximo para essa altura, que é função dos parâmetros geométricos do leito, de modo a garantir jorro estável. O valor de H_{max} diminui com o aumento do diâmetro do orifício de entrada de ar, até um valor limite, quando o jorro perde a estabilidade. Becker (1961) sugere, a partir de dados para vários materiais e leitos, um valor crítico para a razão D_i / D_c de 0,35. Da mesma forma Németh e Pallai (1970) propõe um valor de D_i / D_c igual a 0,30 e sugerem um valor para D_c / d_p entre 40-50.

Uma proposta para obter uma expressão para o cálculo de H_{max} foi apresentada por Lefroy e Davidson (1969). A partir do balanço de força das

partículas no leito e supondo que $D_c >> D_s$, onde D_s é o diâmetro do jorro, obtiveram:

$$H_{max} = 0.168 d_{p}^{1/3} D_{c}^{8/3} / D_{i}^{2}$$
(2.1)

Malek e Lu (1965) propõe uma expressão a partir de dados obtidos para painço, semente de alfafa e cascalho, com massas específicas de sólidos no campo de 910 - 2660 kg/m³ e leitos com colunas de diâmetro 10 - 23 cm. A expressão obtida é mostrada abaixo, na equação (2.2):

$$H_{max} / D_{c} = 0.105 (D_{c} / d_{p})^{0.75} (D_{c} / D_{i})^{0.4} (\phi^{2} / \rho_{s}^{1.2})$$
 (2.2)

Deve-se notar que as expressões apresentadas acima fornecem valores de H_{max} para dados de partículas e de geometria de leitos específicos e, não constituem um modelo geral para o cálculo da altura máxima de jorro estável.

Um método convencional, para o monitoramento e controle de processos em leitos de jorro, dependeria diretamente das variáveis básicas dos fenômenos internos ao leito. A obtenção de tais variáveis não consiste de um procedimento preciso, visto a dificuldade que a interrelação das variáveis impõe na dinâmica e estabilidade do processo.

A Figura 2.1 (Mathur e Epstein, 1974) apresenta os regimes mais comumente encontrados nos processos envolvendo leitos de jorro. Para uma mesma configuração de leito e partículas, os regimes apresentados na Figura 2.1 poderiam representar a transição de um leito estático a um em regime de *slugging* em relação ao aumento da vazão de gás que entra no leito. Basicamente, o regime em leito de jorro depende diretamente da vazão do gás, do tamanho, forma e massa específica das partículas e da altura ou profundidade do leito. O primeiro leito à esquerda, que aparece na Figura 2.1, representa um leito estático. Esse regime descreve a situação em que existe fluxo de gás através do leito mas não existe nenhum movimento de partículas. É o caso, onde a carga de partículas

no leito equivale a uma altura de leito, que produz uma pressão estática que não pode ser vencida pela vazão de gás aplicada.

O segundo leito, a partir da esquerda, mostra um leito em jorro estável, no qual se observa um fluxo de gás e partículas pelo centro do leito, formando uma fonte no topo do leito, de onde as partículas seguem num movimento descendente junto a parede até atingirem a entrada de ar e serem novamente arrastadas pelo jorro. Esse regime descreve a situação pela qual os leitos de jorro foram originariamente concebidos, que impõe uma mistura uniforme de partículas, e como conseqüência, uma operação de secagem, aquecimento, resfriamento, recobrimento, ou qualquer operação em questão, mais eficiente.

O leito borbulhante não apresenta o fluxo de gás, ou jorro, pelo centro, como num leito estável. O regime apresenta-se como o de um leito fluidizado de má qualidade, onde as bolhas levam à formação de regiões de agregamento de partículas, contribuindo para uma não uniformidade na mistura de partículas e, conseqüentemente, uma operação pouco eficiente.

O regime em *slugging* está representado no leito mais à direita na Figura 2.1. Nesse caso, coexistem, praticamente, duas fases, gás e sólido, em movimento vertical em direção ao topo do leito. O próprio termo *slugging* sugere um movimento lento do leito. Novamente, não se vê definido o jorro pelo centro do leito e, portanto, não se identifica uniformidade de mistura de partículas.



Figura 2.1 - Regimes em Leito de Jorro (Mathur e Epstein - 1974)

As transições entre regimes ou condições que propiciam a instalação de um regime foi estudado por Mathur e Epstein (1974), e podem ser apresentados através de diagramas de fase, que levam em consideração as características do leito, das partículas e vazão do gás. Dessa forma, um diagrama de fase interpreta uma dada combinação de leito de partícula, ou seja, para cada combinação de leito e partículas existe um diferente diagrama de fase. A Figura 2.2 mostra dois exemplos de diagramas de fases, para leitos cone-cilíndricos.



Figura 2.2-a - Diagrama de Fase - Trigo - $d_p=2$ cm, $D_c=5,2$ cm, $D_i=1,25$ cm



Velocidade Superficial do Gás (m/s)

Figura 2.2-b - Diagrama de Fase - Areia - $d_p=0,42$ cm, $D_c=15,2$ cm, $D_i=1,58$ cm (Mathur e Epstein - 1974)

2.2 - FENÔMENOS FÍSICOS

Os fenômenos físicos de interesse comum na engenharia são normalmente medidos em função de sua amplitude em relação ao tempo, o que basicamente descreve a história do fenômeno. O valor instantâneo da amplitude pode fornecer qualquer quantidade de interesse, como deslocamento, velocidade, aceleração, temperatura, pressão, etc. Existem alguns tipos de fenômenos, cujos futuros registros de amplitude e tempos específicos, podem ser previstos a partir de dados físicos do fenômeno ou de observações prévias de resultados experimentais, tais são os casos da posição da Lua ou de um satélite artificial em relação à Terra, do tempo necessário para um avião voar de São Paulo ao Rio de Janeiro, da quantidade de calor necessária para se elevar a temperatura da água de 10 °C, etc. Refere-se a esses fenômenos como determinísticos, e métodos de de tratamento e análise para este tipo de fenômeno são bem difundidos. Muitos fenômenos da engenharia, no entanto, não são determinísticos, ou seja, cada experimento realizado tem as suas próprias características. Embora possam parecer similares, cada experimento possui uma história específica, e geralmente não pode ser prevista ou repetida com a acurácia dos fenômenos determinísticos.

Métodos objetivos para se caracterizar padrões e regimes de escoamento em fluxos gás-líquido e gás-sólido têm sido objeto de discussão na literatura. Os padrões têm sido classificados utilizando-se técnicas de Fourier, de acordo com as respostas das funções e densidade espectral de potência (DEP), e também função densidade probabilidade (FDP).

Uma visão sobre os métodos matemáticos e estatísticos da transformada de Fourier será apresentada na Seção 2.4.

2.3 - CLASSIFICAÇÃO DE PADRÕES DE ESCOAMENTOS

O conhecimento de padrões de operação é de grande relevância na avalização de um dado processo em questão. Como visto, para o leito de jorro, a instalação e manutenção do regime de jorro estável é primordial para que se possa ter uma boa eficiência de processo. Da mesma forma que para os leitos de jorro, todos os processos envolvendo sistemas de escoamento se beneficiam do conhecimento dos padrões de operação.

O escoamento gás-líquido é um tópico de grande importância em sistemas de conversão de energia avançados, reatores químicos industriais e outros, como as linhas de transporte de gás-óleo e reatores nucleares. As variáveis de interesse da engenharia, como a queda de pressão, taxas de transferência de calor, taxas de reação química, dependem em grande parte do tipo de regime de fluxo. Dessa forma, a necessidade de modelagem matemática desse tipo de fluxo exige melhor entendimento da parte física do escoamento, e também a habilidade de se prever regimes.

Gráficos de padrões de escoamento baseados em observação visual têm sido desenvolvidos por vários pesquisadores para a predição de regimes de fluxo. Dukler e Taitel (1977) mostraram que existe pouca concordância entre as figuras publicadas desse tipo de gráficos, e que parte dessa discrepância reside na subjetividade do pesquisador na distinção entre os vários regimes de fluxo. Dessa forma existe ainda uma necessidade de desenvolvimento de novas técnicas objetivas de caracterização e identificação de padrões de fluxo.

Uma das primeiras tentativas para se obter métodos objetivos foi feita por Hubbard e Dukler (1966) que utilizaram o espectro da flutuação de pressão junto a parede do tubo, para diferenciar entre vários tipos de regimes em fluxos horizontais. Jones e Zuber (1975) utilizaram a função densidade de probabilidade (FDP) da fração de vazios para diferenciar entre vários tipos de regimes.

Tutu (1982) trabalhou com medições de pressão e queda de pressão junto à parede para fluxos borbulhantes, *slug*, turbulentos e anulares, e usou esses valores para o reconhecimento de padrões. As Figuras 2.3 e 2.4 mostram a FDP da queda de pressão durante os vários regimes. O fluxo borbulhante apresenta uma FDP de pico único (corridas 1 e 2). Nas corridas 3 e 4 (Figura 2.3) Tutu verificou que a FDP para escoamentos de regimes *slug* é bimodal. Durante o escoamento turbulento a FDP também se mostra bimodal mas com diferentes regiões de picos, como mostram as curvas para as corridas 5 e 6. A corrida 8 na mesma figura mostra a FDP para o caso quando o fluxo é anular, mas está muito próximo da transição turbulento/anular. A reprodução desses tipos de escoamento foi possível pela injeção de ar comprimido na linha de fluxo.

Tutu (1983) ainda trabalhou com as flutuações de queda de pressão num escoamento vertical, utilizando a FDP para estabelecer um critério qualitativo de identificar a transição entre os escoamentos borbulhantes e *slug*.



FIGURA 2.3 - FDP da Queda de Pressão. Corridas 1,2,7 e 8 (Tutu, 1982)





Matsui (1983) apresentou um método de identificação de regimes de fluxos em escoamentos gás-líquido verticais. O autor teve como embasamento os trabalhos de Nishikawa et al (1969), que investigaram detalhadamente as propriedades estatísticas da pressão estática e classificaram os aspectos que cada padrão de escoamento apresentava. Esta avaliação, baseada no sinal de pressão estática, contudo, não se mostrou atrativa em função do fato de que a pressão estática inclui as flutuações de pressão não só do ponto de medição mas também de outros pontos fora da seção de medição; de Akagawa et al (1971) que investigaram a distribuição de frequência do sinal de queda de pressão num fluxo em slug e mostraram que a distribuição depende da distância da seção de pressão diferencial; de Jones e Zuber (1975), que classificaram fluxos borbulhantes, slug e anular de acordo com as características da função densidade de probabilidade (FDP) da fração de vazios, medida pela técnica de absorção de raio-X, que possui uma instrumentação que apresenta dificuldades de aquisição de medidas. Matsui concluiu então que sinais de queda de pressão não apresentavam tais desvantagens e que principalmente poderiam conter informações suficientes a respeito dos aspectos peculiares de padrões e condições de escoamentos para fluxos bifásicos. Matsui, então, trabalhou com um sistema de escoamento vertical de água e água-nitrogênio, e reproduziu os escoamentos borbulhantes, anular e escoamento *slug* e de espuma. Para a obtenção dos escoamentos citados o sistema contava com a possibilidade de circulações natural e forçada. O escoamento borbulhante apresentou uma FDP de pico único; o escoamento *slug* apresentou dois picos; o escoamento em espuma apresentou dois picos mas com variância maior do que o *slug*. Isso é de se esperar, visto que o fluxo de espuma é uma forma de escoamento em *slug*. O escoamento anular apresentou um único pico de variância média.

França (1991) pesquisou as características temporais e estatísticas das variáveis pressão estática e queda de pressão com o intuito de se determinar um critério objetivo para a diferenciação entre regimes de escoamento. O trabalho foi realizado com duas misturas gás líquido: ar/água e ar/óleo, E foram observados os padrões de escoamento: plug, pistonado, anular e em ondas. A comparação de sinais de temporais, ou seja, a série temporal de queda de pressão e de pressão estática, não permitiu diferenciação entre os padrões de escoamento. A função densidade de probabilidade também não permitiu uma diferenciação objetiva entre os regimes de escoamento. A Figura 2.5 mostra a densidade espectral de potência (DEP) da flutuação de pressão em escoamentos água/ar tipo plug e anular. Como pode ser visto o escoamento plug apresenta uma única frequência dominante no espectro. Já para o anular o espectro apresenta uma banda de freqüências dominantes, com potências de ordem de magnitude similares. A substituição da água pelo óleo no sistema não altera a forma dos espectros. A Figura 2.6 apresenta as DEP's para os escoamentos em ondas e pistonados de ar e óleo. Percebe-se que esses últimos se diferenciam dos escoamentos em onda e anular, no que se refere à forma dos respectivos espectros de freqüência.



Figura 2.5 - DEP da Pressão para Escoamentos *Plug* e Anular (França, 1991)



Figura 2.6 - DEP da Pressão para Escoamentos em Ondas e Pistonados (França 1991)

2.4 - REVISÃO MATEMÁTICA - TRANSFORMADA DE FOURIER

Uma grande classe de importantes problemas computacionais da engenharia, tomados como não determinísticos, dependem de métodos de análise como os métodos espectrais, nos quais se incluem os métodos da transformada de Fourier. Por razões históricas a literatura sobre Fourier e métodos espectrais têm estado separada dos métodos clássicos de análise numérica. É notável que muitos usuários de computadores têm muito menos experiência com esse campo do que com, por exemplo, equações diferenciais ou integração numérica.

Nessa seção, a Transformada de Fourier e suas propriedades serão estudadas por meio de funções Delta e funções de amostragens, apresentando a relação entre Transformadas de Fourier contínua e discreta. Esta relação é importante desde que torna possível a computação digital da Transformada de Fourier.

2.4.1-Transformada de Fourier Contínua

A transformada ou integral de Fourier de uma função contínua, h(t), é definida como:

$$H(\lambda) = \int_{-\infty}^{\infty} h(t) e^{-i2\pi\lambda t} dt$$
(2.3)

onde $-\infty < \lambda < \infty$.

 $H(\lambda)$ pode se expresso como:

$$H(\lambda) = R(\lambda) + iI(\lambda) = |H(\lambda)|e^{i\theta(\lambda)}$$
(2.4)

onde

$$H(\lambda) = \sqrt{R(\lambda)^{2} + I(\lambda)^{2}}$$
(2.5)
A amplitude que é também chamada de Espectro de Fourier, e

$$\theta(\lambda) = \tan^{-1} \left[\frac{I(\lambda)}{R(\lambda)} \right]$$
(2.6)

é o ângulo de fase.

O inverso da transformada de Fourier é definido como:

$$h(t) = \int_{-\infty}^{\infty} H(\lambda) e^{i2\pi\lambda t} d\lambda$$
(2.7)

para $-\infty < t < \infty$.

2.4.2 - Propriedades da Transformada de Fourier Contínua

Ao se trabalhar com Transformadas de Fourier, existem várias propriedades que são fundamentais a essa discussão. As provas para essas propriedades são diretas e podem ser encontradas em Bracewell (1965).

- Linearidade: se x(t) e y(t) tem transformadas de Fourier X(λ) e Y(λ), respectivamente então a função x(t) + y(t) tem transformadas X(λ) + Y(λ).

- Simetria: se a transformada de Fourier de h(t) é H(λ), então

 $H(t) <<=>h(-\lambda)$

- Escala do tempo: se a transformada de Fourier de h(t) é H(λ), então para todo número real k > 0,

$$h(kt) \iff \frac{1}{k} H\left(\frac{\lambda}{k}\right).$$

A escala do tempo mostra que uma expansão no domínio do tempo leva a uma contração no domínio da freqüência.

- Escala da freqüência: Se a função inversa da transformada de Fourier de H(λ) é h(t), então a inversa da transformada de H($k\lambda$) para todo real k é

 $\frac{1}{|\mathbf{k}|}\mathbf{h}(t/\mathbf{k})$. Analogamente à escala de tempo, a expansão da escala de freqüência

resulta numa contração no domínio do tempo.

- Deslocamento temporal: se h(t) é deslocado por uma constante t_o , então a sua transformada se torna:

$$H(\lambda)e^{-i2\pi\lambda t_{o}}$$

e o par de transformada fica:

$$h(t - t_{o}) <<=> H(\lambda)e^{-i2\pi\lambda t_{o}}$$

- Deslocamento de freqüência: Se H(λ) é deslocada de λ_0 , ficando, então, H(λ - λ_0), a transformada inversa muda para:

 $h(t)e^{i2\pi\lambda_0 t}$

A equação (2.3) mostra claramente que a Transformada de Fourier é uma operação linear. No domínio do tempo, a função h(t) pode ter uma ou mais simetrias especiais. Ela poderia ser puramente real ou puramente imaginária, ou ela poderia ser par, h(t) = h(-t), ou ímpar, h(t) = -h(-t). No domínio da freqüência, essas simetrias levam a relações entre H(λ) e H(- λ). A Tabela 2.1 mostra as correspondências entre as simetrias nos dois domínios.

2.4.3 - Convolução Contínua

A função y(t) é dita *convolução* de x(t) e h(t) se, e somente se:

$$\mathbf{y}(t) = \int_{-\infty}^{\infty} \mathbf{x}(\tau) \mathbf{h}(t-\tau) d\tau$$
 (2.8)

y(t) pode ser denotado por x(t) * h(t). A convolução é simétrica, portanto, podese escrever:

$$x(t) * h(t) = h(t) * x(t)$$

Se	Então
h(t) for real	$H(-\lambda) = [H(\lambda)]^*$
h(t) for imaginária	$H(-\lambda) = -[H(\lambda)]^*$
h(t) for par	$H(-\lambda) = H(\lambda) \implies H(\lambda) \text{ é par}$
h(t) for impar	$H(-\lambda) = -H(\lambda) \implies H(\lambda) \text{ é impar}$
h(t) for real e par	$H(\lambda)$ é real e par
h(t)for real e impar	$H(\lambda)$ é imaginária e ímpar
h(t) for imaginária e par	$H(\lambda)$ é imaginária e par
h(t) for imaginária e ímpar	$H(\lambda)$ é real e ímpar

Tabela 2.1 - Correspondências entre os domínios do tempo e freqüência

onde $[H(\lambda)]^*$ é o complexo conjugado de $H(\lambda)$.

2.4.4 - Teorema da Convolução: se h(t) e x(t) têm transformadas de Fourier H(λ) e X(λ), respectivamente, então:

$$h(t) * x(t) <<=> H(\lambda)X(\lambda)$$

e

$$h(t)x(t) \iff H(\lambda) * X(\lambda)$$

O teorema acima permite liberdade completa de convolução no domínio do tempo fazendo-se simplesmente a multiplicação no domínio da freqüência.

2.4.5 - Funções Delta

Se h(t) é um função periódica e/ou discreta, então a transformada de Fourier pode convenientemente ser definida introduzindo-se funções delta. É através de funções delta que os conceitos de funções de amostragem e transformadas de Fourier discretas serão definidas.

A função delta ou impulso $\partial(t)$ é uma ferramenta matemática importante na análises de Fourier contínuas e discretas. O seu uso simplifica muitas derivações que, de outro modo, poderiam requerer argumentos complicados. A seguinte discussão foi baseada em Bracewell (1965).

A função delta ou impulso é definida como:

$$\partial (t - t_o) = 0$$
 para $t \neq t_o$ (2.9)

e

$$\int_{-\infty}^{\infty} \partial(t - t_{o}) dt = 1$$
(2.10)

A função delta pode ser usada como um artificio matemático para "peneirar"o valor de um sinal ou função num dado instante do tempo, como mostra o resultado abaixo:

$$\int_{-\infty}^{\infty} \partial(t - t_{o}) h(t) dt = h(t_{o})$$
(2.11)

Uma outra propriedade da função delta é que a transformada de Fourier de uma seqüência de funções delta equidistantes,

$$h(t) = \sum_{n=-\infty}^{\infty} \partial(t - n\Delta)$$
(2.12)

é

$$H(\lambda) = \frac{1}{\Delta} \sum_{n = -\infty}^{\infty} \partial(\lambda - n/\Delta)$$
(2.13)

2.4.6 - Transformada de Fourier Discreta

O propósito dessa seção é desenvolver um caso especial de transformadas de Fourier que seja adequado para uso em computadores. Uma abordagem gráfica é utilizada para se obter a transformada de Fourier "discreta" de função discreta e finita h(k), k = 0,1,2,...,N-1, definida como H(n/N) tal que:

$$H(n/N) = \sum_{k=0}^{N-1} h(k) e^{-i2\pi k/N}$$
(2.14)

para n=0,1,2,...,N-1. Se n e k são centrados em relação a zero, H(n/N) pode ser equivalentemente definido como:

$$H(n/N) = \sum_{K=-\frac{N}{2}}^{\frac{N}{2}-1} h(k)e^{-i2\pi nk/N}$$
(2.14)

Considere a função h(t) e a sua transformada de Fourier H(λ) ilustrada na Figura 2.7



Figura 2.7-Desenvolvimento gráfico da transformada de Fourier discreta (a)

Esse par de transformada deve ser modificado de tal maneira que o par se torne próprio à computação digital e se aproxime do par contínuo tanto quanto possível. Primeiramente h(t) é amostrado utilizando a função de amostragem, $S_o(t)$, como um intervalo de amostragem de Δ_o , como o ilustrado na Figura 2.8.



Figura 2.8-Desenvolvimento gráfico da transformada de Fourier discreta (b)

O par de transformada de Fourier da Figura 2.9 ainda não é adequado para a computação digital uma vez que um número infinito de pontos de amostragem de h(t) é considerado.

Nota-se que até agora a transformada $H(\lambda) * S_o(\lambda)$ difere da transformada original, $H(\lambda)$, pelo efeito de *aliasing* resultante da amostragem. Para reduzir esse erro o intervalo de amostragem, Δ_o , deve ser diminuído



Figura. 2.9-Desenvolvimento gráfico da transformada de Fourier discreta (c)

Dessa forma se faz necessário o truncamento da função de amostragem h(t) a fim de que somente um número finito de pontos permaneçam. Para o truncamento utilizaremos a função y(t) abaixo:

$$y(t) = \begin{cases} 1 & -\frac{\Delta_1}{2} < t < \frac{\Delta_1}{2} \\ 0 & t \le -\frac{\Delta_1}{2} \text{ ou } t \ge \frac{\Delta_1}{2} \end{cases}$$
(2.16)

A Figura 2.10 ilustra o produto h(t)s(t)y(t), que leva a uma função de comprimento de tempo finito. Mas a multiplicação de $h(t)s_o(t)y(t)$ leva a convolução de $[H(\lambda) * S_o(\lambda)]$ com

$$Y(\lambda) = \frac{\operatorname{sen}(\pi \Delta_1 \lambda)}{\lambda \pi}$$
(2.17)

que é a transformada de Fourier de y(t) produzindo mais alteração na transformada original. Como mostra a Figura 2.10, a função de freqüência tem, agora, uma ondulação. Essa ondulação é causada pelo *leakage*. *Leakage* e redução de *leakage* serão discutidos na Seção 2.4.7



Figura 2.10-Desenvolvimento gráfico da transformada de Fourier discreta (d)

O par de transformadas modificado da Figura 2.10 ainda não é apropriado visto que a função de freqüência é contínua. Para se conseguir a função de freqüência discreta, proceder-se-á a multiplicação pela função de amostragem de freqüência, $S_1(\lambda)$, ilustrada na Figura 2.11. O intervalo de amostragem será de $1/\Delta$



Figura 2.11-Desenvolvimento gráfico da transformada de Fourier discreta (e)

O par de transformada discreta, ilustrado na Figura 2.12, é adequado para aplicação computacional, uma vez que a função do tempo original foi aproximada por N pontos de amostragem, e a função da freqüência também foi aproximada por N pontos.



Figura 2.12-Desenvolvimento gráfico da transformada de Fourier discreta (f)

Deve ser notado, entretanto, que a amostragem no domínio do tempo resultou numa função periódica de freqüência $\tilde{H}(\lambda) = H(\lambda)*S_0(\lambda)*Y(\lambda)S_1(t)$, e que a amostragem no domínio da frequência resultou numa função periódica do tempo, $\tilde{h}(t) = h(t)s_0(t)y(t)s_1(t)$. Conseqüentemente, a transformada discreta de Fourier requer que as funções originais, para o tempo e freqüência sejam modificadas para funções periódicas, onde N pontos de amostragem no domínio do tempo representem um período das funções nos domínios do tempo e da freqüência, respectivamente. É por causa dos N valores de tempo e freqüências estarem relacionados por uma transformada de Fourier contínua que uma relação pode ser derivada [Bringham (1974)].

Se for admitido que N pontos de amostragem da função h(t) original formam um período de uma forma de onda periódica, a transformada de Fourier discreta de h(t) é dada pelos N pontos computados de

$$H(n / N\Delta_0) = \Delta_0 \cdot \sum_{k=0}^{N-1} h(k\Delta_0) e^{-i2\pi nk/N}$$
(2.18)

onde Δ_0 é o intervalo de amostragem de tempo e n = 0,1,2,...,N-1.

A transformada discreta inversa é dada por

$$h(k\Delta_0) = \frac{1}{N} \sum_{n=0}^{N-1} H\left(\frac{n}{N\Delta_0}\right) e^{i2\pi n k/N}$$
(2.19)

para k = 0, 1, 2, ..., N-1.

2.4.7 -Leakage e redução de Leakage

O truncamento, no domínio do tempo, da função de amostragem h(t), produz uma convolução com a função Y(λ) (equação 2.19) no domínio da freqüência. Essa convolução introduz componentes adicionais no domínio da freqüência por causa das características de Y(λ). Esse fenômeno é chamado de *leakage*.

Se uma função periódica é amostrada e truncada de maneira a consistir um múltiplo inteiro de um período, a transformada de Fourier discreta será igual à transformada contínua de Fourier. Isto acontece devido ao fato da função amostragem no domínio da freqüência (Figura 2.11) ser coincidente com os zeros de Y(λ). Considere os valores amostrados da função coseno mostrada na Figura 2.13. Nota-se que 32 pontos definem exatamente quatro períodos da função. Os valores computados da transformada discreta de Fourier, desses pontos de amostragem são iguais a zero exceto na freqüência desejada de 1/8 como mostrado na Figura (2.14).



Figura 2.13 - Função Cossenoide Truncada num Intervalo Igual a um Múltiplo de Período



•••• resultados da transformada de Fourier discreta

resultado da transformada de Fourier contínua

Figura 2.14 - Transformada de Fourier de uma Forma de Onda Cossenoide com Intervalo de Truncamento Igual à Magnitude do Período

Se o intervalo de truncamento não for escolhido igual a um múltiplo de um período, as oscilações laterais de Y(λ) criam uma considerável diferença entre as transformadas de Fourier discreta e contínua. Por exemplo, considere a função cossenoide da Figura 2.15. Nota-se que os 32 pontos de amostragem não definem um múltiplo do período. A Figura 2.16 mostra os valores da transformada de Fourier discreta dos pontos de amostragem da Figura 2.14. Por causa do *leakage*, existem agora componentes de freqüência em todos os pontos discretos de freqüência.





Para funções tais como h(t), da Figura 2.7, que não é nem periódica, nem limitada, o truncamento no domínio do tempo introduz *leakage* que produz ondulação na transformada de Fourier discreta, como mostra a Figura 2.12. O *leakage*, portanto, pode ser significantemente reduzido aplicando-se o truncamento de funções no domínio do tempo.



Figura 2.16 - Transformada de Fourier de uma Forma de Onda Cossenoide com Intervalo de Truncamento diferente de um Múltiplo do Período.

2.4.8 - Teorema da Amostragem

O tamanho do intervalo de amostragem, Δ , é um fator de importância na amostragem de valores de uma função contínua h(t). Se Δ for aumentado o espaçamento no domínio da freqüência diminui. Por causa dessa diminuição dos impulsos de freqüência, uma sobreposição de formas de onda ocorre. Essa distorção da transformada de Fourier desejada é conhecida como *aliasing*. Como descrito acima, *aliasing* ocorre porque a função não foi amostrada numa taxa suficientemente alta, isso é, o intervalo de amostragem foi muito grande. A sobreposição vai ocorrer até que a separação dos impulsos de freqüência sejam aumentados até $1/\Delta = 2f_c$, onde f_c é o maior componente de freqüência da Transformada de Fourier da função contínua h(t). O teorema da amostragem estabelece que se a transformada de Fourier de uma função h(t) é zero para todas as freqüências maiores que uma dada freqüência f_c , então a função contínua h(t) pode ser determinada unicamente a partir do conhecimento de seus valores amostrados

$$\hat{\mathbf{h}}(\mathbf{t}) = \mathbf{h}(\mathbf{n}T)\sum_{n=-\infty}^{\infty}\delta(\mathbf{t}-\mathbf{n}T)$$
(2.20)

O teorema impõe duas condições. Primeiro é necessário que a transformada de Fourier seja zero para freqüências maiores que f_c , ou mais explicitamente, a transformada de Fourier deve ser zero para $|f| > f_c$. A segunda condição é que o espaçamento entre as amostras deve ser $\Delta = 1/2f_c$. Esse espaçamento assegura que não ocorra *aliasing*.

A freqüência $1/\Delta = 2$ fc é conhecida como taxa de amostragem de Nyquist. Essa freqüência ainda tem uma outra grande característica, que é a simetria do espectro de freqüência em relação ao ponto zero de freqüência. Dessa forma, o espectro de freqüência, para quando se faz uma amostragem com espaçamento de intervalo de $1/\Delta = 2$ fc, geralmente é apresentado somente entre zero e fc.

2.4.9 - Cálculo da Transformada de Fourier Discreta

O cálculo de transformadas de Fourier, de funções discretamente amostradas, são facilmente executados a partir de rotinas especiais, mais comumentes conhecidas como FFT (Fast Fourier Transform). A literatura contém algorítimos FFT, de fácil aplicação e que podem ser encontrados em linguagem computacional prontos para serem utilizados. O algoritmo de Cooley-Turkey (1965) é um dos mais utilizados em rotinas FFT. Tais algoritmos podem ser encontrados em publicações como a de Brigham (1974) e em Numerical Recipes (Press et al, 1986).

÷.,

Como será visto no Capítulo 3 uma rotina de transformada de Fourier discreta será utilizada para produzir um método identificação e monitoramento de regimes em leito de jorro.

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS - IDENTIFICAÇÃO E MONITORAMENTO DE REGIMES

Nesse capítulo está apresentado o procedimento adotado para o estabelecimento de um método de identificação de padrões de regime ou de operação em leitos de jorro, através da análise das flutuações dos valores de queda de pressão no leito. Serão ainda mostrados o equipamento e partículas utilizadas nos experimentos, bem como a rotina experimental aplicada.

3.1 - EQUIPAMENTO UTILIZADO

Utilizou-se diferentes tamanhos de leito, de ângulos de base de leito e partículas que somaram oito diferentes combinações. A seguir é apresentado um detalhamento de cada parte específica utilizada, incluindo-se leitos, partículas e sistema de aquisição de dados.

3.1.1 - Leitos

Os experimentos foram realizados nas dependências do Laboratório de Secagem (Drying Lab) da Agricultural Engineering da McGill University, Ste-Anne-de-Bellevue, Quebec, Canada.

O espaço físico do laboratório permitiu a montagem de dois leitos de jorro bidimensionais de tamanhos diferentes. O maior dos leitos tinha dimensões de equipamento piloto com largura medindo 90 cm e permitindo uma altura de até 2 metros; o menor apresentava largura de 50 cm e altura de até 75 cm.

Os leitos foram construídos em acrílico para facilitar a visualização do movimento das partículas no seu interior. A Figura 3.1 mostra uma fotografia dos dois leitos e permite a comparação de tamanhos. A montagem do leito foi feita de maneira a se poder variar o ângulo da base. Como pode ser visto na Figura 3.2, a mudança da base consistia, basicamente, na mudança da parte de material acrílico que formava a base. Nos experimentos foram utilizados os ângulos de 45° e 60°.

A Figura 3.2 mostra ainda a entrada de ar para os leitos, que tinha a mesma dimensão para os dois tamanhos de leito, 5×5 cm.

Os dois leitos foram montados em linha, ou seja, um ao lado do outro e eram alimentados por um mesmo conjunto de sopradores. Dessa forma, a operação dos leitos se dava individualmente, e eram alternadas, em relação aos sopradores por meio de válvulas globo. A linha de ar consistia de uma tubulação de 2 polegadas (5,08cm). A vazão de ar era determinada por um medidor de Pitot e controlada por uma válvula.



Figura 3.1 - Fotografia dos Leitos



FIGURA 3.2 - Esquema e Dimensões dos Leitos de Jorro (I - leito menor; II - leito maior)

Para a realização dos experimentos foi necessária a obtenção dos valores da queda de pressão no leito. Para tanto, foram instaladas duas tomadas de pressão, uma na entrada e outra na saída, para os dois leitos utilizados. As tomadas de pressão foram conectadas a transdutores de pressão diferenciais, por meio de tubos de borracha, e os transdutores ligados a um sistema de aquisição de dados.

A Figura 3.3 mostra um esquema da montagem experimental.



FIGURA 3.3 - Esquema da Montagem Experimental

3.1.2 - Sistema de Aquisição de Dados

Para o estudo dos regimes em leito de jorro, utilizando uma análise com transformadas de Fourier, fez-se necessária a aquisição de dados a uma taxa de 100 pontos por segundo. Essa taxa foi determinada através de diversos experimentos preliminares, que serão mencionados em seções posteriores. Uma vez definida a taxa de aquisição, foram adquiridos transdutores de pressão diferenciais, que permitissem a obtenção de dados na taxa mencionada.

Os transdutores por sua vez foram conectados a um sistema de aquisição de dados apropriado para a tarefa. O sistema de aquisição era composto, basicamente, de uma placa de aquisição, onde foram conectados os transdutores, um micro-computador PC - 486 - DX2 de 40 MHz e um software de gerenciamento de aquisição.

A placa de aquisição permitia a leitura de 32 canais simultaneamente, que podiam ser divididos entre transdutores de pressão e termopares. Para essa etapa da parte experimental, somente os transdutores foram utilizados. Para a segunda parte, que trata da transferência de calor durante o recobrimento de partículas, os canais foram utilizados para os termopares. O *software* utilizado foi o Labetch (1993), produzido pela Omega instrumentos. Este *software* permite a leitura e interpretação de todos os canais instalados na placa, podendo diferenciar entre sinais de transdutores de pressão e termopares, independentemente para cada canal. O programa ainda permitia operações matemáticas, em linha, durante a aquisição dos dados, e o gerenciamento de arquivos de dados para cada canal ou um dado agrupamento deles.

3.1.3 - Partículas

Para os experimentos foram escolhidos dois tipos de partículas de tamanho e esfericidades diferentes, a soja e semente de milho. Foram determinados os diâmetros médios e esfericidades que estão apresentados na Tabela 3.1.

ĺ	Partícula	Diâmetro médio(m), (d _p)	Esfericidade, (\$)
	Milho	0,0076	0,75
	Soja	0,0065	0,98

Tabela 3.1-Características das Partículas (Cremasco, Rocha, Massarani, 1987)

3.2 - PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A parte experimental necessitou de uma etapa de preparação, que envolveu experimentos preliminares para a definição de alguns parâmetros antes da realização dos experimentos propriamente ditos.

3.2.1 - Preparação

Cada experimento visou determinar o espectro de freqüência da queda de pressão para cada tipo de regime ou padrão de operação em leitos de jorro, utilizando transformadas de Fourier. Como discutido na seção 2.4, os principais problemas na obtenção de espectros de frequência a partir de transformadas de Fourier, reside no estudo da taxa de amostragem dos valores de queda de pressão e no período da função discreta utilizada, a fim de evitar os efeitos de *leakage* e *aliasing*. Dessa forma foi realizada uma série de experimentos preliminares para se determinar a taxa ou frequência de amostragem, Δ .

Para o cálculo da transformada de Fourier utilizou-se uma rotina de FFT (Fast Fourier Transform). A rotina escolhida utiliza um número de pontos, N, igual a uma potência de 2 ou seja $N=2^{\gamma}$, onde γ é um número real e inteiro. Uma

vez definido esse número de pontos, define-se, automaticamente, a maneira como será feito o truncamento do número de pontos a ser utilizado pela rotina FFT. Dessa forma, o número de pontos escolhido, N, será sempre um múltiplo do período de 2^{γ} , eliminando os possíveis problemas de *leakage*.

Quanto ao problema do aliasing foi necessário definir uma taxa de amostragem, no domínio do tempo, que correspondesse a um espaçamento adequado, no domínio da frequência, ou seja, um espaçamento que produzisse um espectro de frequência sem sobreposições de formas de ondas. Dessa forma, foram realizados alguns experimentos, computando-se a transformada de Fourier para algumas séries temporais de queda de pressão. Começou-se utilizando 75 amostras por segundo, em seguida, 100 e 200 amostras por segundo. Os espectros de freqüência, produzidos a partir desses dados, não apresentaram diferenças, mostrando, portanto, que para esses valores de Δ não ocorria aliasing. Decidiu-se então trabalhar com uma freqüência de amostragem igual a 100 pontos por segundo, somente pelo fato desse valor estar dentro do intervalo de valores estudados de freqüência de amostragem, uma vez que poderia ter-se trabalhado com qualquer outro valor do intervalo. Adotou-se ainda um tempo de amostragem igual a 11 segundos, chegando a um número de pontos igual a 1.100. Como o número de pontos deve ser truncado em N= 2^{γ} , tomou-se $\gamma = 10$, truncando o número de pontos em N=1024.

O próximo passo foi testar a adequação do transdutor de pressão aos experimentos. Inicialmente, é necessário assegurar-se de que o transdutor de pressão não produza ruído nos espectros de frequência. Em outras palavras, é preciso assegurar que o transdutor, por si só, não produza nenhum pico de frequência nos espectros, visto que este fator levaria a uma interpretação errônea dos mesmos, pois os picos de frequência do transdutor se misturariam com os da queda de pressão do leito. Outro fator que poderia causar influência no espectro de frequência do leito de partículas, é a queda de pressão da placa distribuidora, ou as nuances de frequência a que o próprio corpo físico do leito poderia causar no espectro. Dessa forma, foram realizados testes coletando-se dados de queda de pressão do leito vazio, e foi computada a transformada de Fourier desses dados. Os resultados podem ser vistos na Figura 3.4.



FIGURA 3.4 - Espectro de Potência de um Leito Vazio

O eixo da amplitude do gráfico da Figura 3.4 apresenta um campo de 0 até $2,5 \times 10^5$. Esses valores para os eixos foram definidos em função das alturas dos picos normalmente encontrados para espectros de queda de pressão de leitos com partículas, como será visto em seções posteriores. Como pode ser observado, as flutuações de frequência em função do leito vazio existem, mas apresentam uma amplitude relativamente pequena que não exercerá influências nos espectros dos leitos com partículas.

3.2.2 - Sequência Experimental

A rotina experimental descrita a seguir foi aplicada para os dois leitos e para as várias combinações de ângulos de base e partículas. Como já comentado, o tempo de amostragem foi mantido igual a 11segundos e a taxa de aquisição em 100 medições de queda de pressão por segundo, para todas as corridas experimentais.

A seguir está apresentada a seqüência experimental, passo a passo:

- toma-se uma carga de partículas e carrega-se o leito;

- faz-se passar um fluxo de gás, inicialmente sem que haja movimento de partículas, estabelecendo um regime de leito fixo;

- uma vez estabelecido o regime, procede-se a aquisição dos dados de queda de pressão pelos 11 segundos;

 aumenta-se, então, a vazão de ar até que o leito atinja o regime de jorro estável;

- novamente procede-se a aquisição dos dados para o novo regime.

O procedimento descrito foi repetido para vários tamanhos de carga de partículas, o que implica em diferentes alturas de leito. Dessa forma, foi se aumentando o peso das cargas, a cada corrida, até que não fosse mais possível o estabelecimento do jorro estável, ou seja atingindo-se a altura máxima, e obtendo-se então o regime de *slugging*.

A Tabela 3.2 apresenta as corridas efetuadas com suas características particulares de leito, ângulo de base e partícula.

Corrida	Leito	Ângulo	Partícula	Carga	Vazão de gás	Regime
N ^⁰		da base		(g)	(kg/min)	
1	I	45°	Milho	500	0,0955	Fixo
2	I	45°	Milho	500	0,1510	Jorro estável
3	I	45°	Milho	1.000	0,0955	Fixo

TABELA 3.2 - Características das Corridas Experimentais

Corrida	Leito	Ângulo	Partícula	Carga	Vazão de gás	Regime
N⁰		da base		(g)	(kg/min)	
4*	I	45°	Milho	1.000	0,1655	Jorro estável
5*	Ι	45°	Milho	1.500	0,0955	Fixo
6*	I	45°	Milho	1.500	0,2527	Jorro estável
7*	I	45°	Milho	2.000	0,0955	Fixo
8*	I	45°	Milho	2.000	0,2616	Jorro estável
9*	I	45°	Milho	2.500	0,1351	Fixo
10*	I	45°	Milho	2.500	0,2616	Jorro estável
11*	I	45°	Milho	3.000	0,1351	Fixo
12*	I	45°	Milho	3.000	0,4272	Jorro estável
13*	I	45°	Milho	4.000	0,1510	Fixo
14*	I	45°	Milho	4.000	0,4531	Jorro estável
15*	I	45°	Milho	5.000	0,1655	Fixo
16*	I	45°	Milho	5.000	0,4272	Jorro estável
17*	Ι	45°	Milho	6.000	0,1655	Fixo
18*	I	45°	Milho	6.000	0,3996	Jorro estável
19*	Ι	45°	Milho	7.000	0,2026	Fixo
20*	I	45°	Milho	7.000	0,4325	Jorro estável
21*	X	45°	Milho	8.000	0,1910	Fixo
22	I	45°	Milho	8.000	0,4776	Jorro estável
23	I	45°	Milho	9.000	0,3021	Slugging
24*	I	45°	Milho	10.000	0,3700	Slugging
25	Ι	45°	Soja	1.000	0,0955	Fixo
26	I	45°	Soja	1.000	0,1910	Jorro estável
27	I	45°	Soja	1.500	0,1170	Fixo
28*	I	45°	Soja	1.500	0,2616	Jorro estável
29	I	45°	Soja	2.000	0,1170	Fixo
30*	I	45°	Soja	2.000	0,2435	Jorro estável
31	I	45°	Soja	2.500	0,1351	Fixo

Corrida	Leito	Ângulo	Partícula	Carga	Vazão de gás	Regime
N⁰		da base		(g)	(kg/min)	
32*	I	45°	Soja	2.500	0,3021	Jorro estável
33	Ι	45°	Soja	3.000	0,1510	Fixo
34*	I	45°	Soja	3.000	0,3239	Jorro estável
35	I	45°	Soja	4.000	0,1351	Fixo
36*	I	45°	Soja	4.000	0,4109	Jorro estável
37	Ι	45°	Soja	5.000	0,1351	Fixo
38*	Ι	45°	Soja	5.000	0,4109	Jorro estável
39	I	45°	Soja	6.000	0,1510	Fixo
40*	Ι	45°	Soja	6.000	0,4531	Jorro estável
41	I	45°	Soja	7.000	0,1787	Fixo
42*	I	45°	Soja	7.000	0,4325	Jorro estável
43	I	45°	Soja	8.000	0,1655	Fixo
44*	I	45°	Soja	8.000	0,4776	Jorro estável
45	Ι	60°	Milho	1.000	0,0955	Fixo
46	I	60°	Milho	1.000	0,2616	Jorro estável
47	I	60°	Milho	2.000	0,0955	Fixo
48	I	60°	Milho	2.000	0,2702	Jorro estável
49	I	60°	Milho	3.000	0,1170	Fixo
50	I	60°	Milho	3.000	0,2944	Jorro estável
51	I	60°	Milho	4.000	0,1510	Fixo
52	I	60°	Milho	4.000	0,2616	Transição
53	Ι	60°	Milho	5.000	0,1510	Fixo
54	I	60°	Milho	5.000	0,3095	Slugging
55	I	60°	Milho	6.000	0.2616	Fixo
56	Ι	60°	Milho	6.000	0,4053	Slugging
57	I	60°	Milho	7.000	0,1787	Fixo
58	I	60°	Milho	7.000	0,4531	Jorro estável
59	I	60°	Soja	1.000	0,1170	Fixo

Corrida	Leito	Ângulo	Partícula	Carga	Vazão de gás	Regime
N⁰		da base		(g)	(kg/min)	
60	I	60°	Soja	1.000	0,2340	Jorro estável
61	Ι	60°	Soja	2.000	0,1170	Fixo
62	I	60°	Soja	2.000	0,3021	Jorro estável
63	I	60°	Soja	3.000	0,1351	Fixo
64	I	60°	Soja	3.000	0,3168	Jorro estável
65	Ι	60°	Soja	4.000	0,1510	Fixo
66	I	60°	Soja	4.000	0,3377	Jorro estável
67	I	60°	Soja	5.000	0,1787	Fixo
68	I	60°	Soja	5.000	0,3821	Jorro estável
69	I	60°	Soja	6.000	0,1910	Fixo
70	I	60°	Soja	6.000	0,3996	Jorro estável
71	I	60°	Soja	7.000	0,2026	Fixo
72	Ι	60°	Soja	7.000	0,4531	Jorro estável
73	II	45°	Milho	2.000	0,0955	Fixo
74	II	45°	Milho	2.000	0,2616	Jorro estável
75	II	45°	Milho	4.000	0,1170	Fixo
76	II	45°	Milho	4.000	0,3239	Jorro estável
77	II	45°	Milho	5.000	0,1351	Fixo
78	II	45°	Milho	5.000	0,3309	Jorro estável
79	II	45°	Milho	7.000	0,1665	Fixo
80	II	45°	Milho	7.000	0,3821	Jorro estável
81	II	45°	Milho	8.500	0,1787	Fixo
82	II	45°	Milho	8.500	0,4325	Jorro estável
83	II	45°	Milho	10.000	0,2136	Fixo
84	II	45°	Milho	10.000	0,4377	Transição
85	II	45°	Milho	12.000	0,2136	Fixo
86	II	45°	Milho	12.000	0,4776	Slugging
87	II	45°	Soja	2.000	0,0955	Fixo

Corrida	Leito	Ângulo	Partícula	Carga	Vazão de gás	Regime
N⁰		da base		(g)	(kg/min)	
88	II	45°	Soja	2.000	0,2527	Jorro estável
89	II	45°	Soja	4.000	0,1510	Fixo
90	II	45°	Soja	4.000	0,3510	Jorro estável
91	II	45°	Soja	5.000	0,1510	Fixo
92	II	45°	Soja	5.000	0,3821	Jorro estável
93	Π	45°	Soja	7.000	0,1787	Fixo
94	II	45°	Soja	7.000	0,4325	Transição
95	II	45°	Soja	8.500	0,2527	Fixo

I - Leito menor (50 cm), II - Leito maior (90 cm)

* - Corridas feitas em duplicata

Para cada corrida experimental realizada foi construído um gráfico do espectro de potência a fim de se identificar o espectro padrão para cada tipo de regime estudado. Esses gráficos serão apresentados e analisados no Capítulo 4. Nota-se na Tabela 3.2 que o número de corridas com o regime de *slugging* e transição jorro estável-*slugging* é muito menor, comparado com o número de corridas com o leito em jorro estável. Isso se explica devido ao fato de que o regime de *slugging* só pôde ser obtido depois de atingida a altura máxima de leito estável, e normalmente depois desse limite não foi possível realizar um número grande de corridas por limitações da altura física do equipamento.

A apresentação, análise e discussão dos resultados referente a metodologia aqui apresentada nesse capítulo são mostradas no Capítulo 4.

CAPÍTULO 4

ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS -IDENTIFICAÇÃO E MONITORAMENTO DE REGIMES

Nesse capítulo tratar-se-á dos resultados obtidos a partir dos dados de queda de pressão, com o intuito de se obter um procedimento de identificação e monitoramento de regimes em leito de jorro, como descrito no Capítulo 3. Os resultados apresentados nesse capítulo compreendem todas as combinações de tamanho de leito, ângulo da base do leito e tipo de partícula. Os regimes estudados nesse trabalho foram o jorro estável, o leito em *slugging* e o leito fixo.

4.1 - SÉRIE TEMPORAL DA QUEDA DE PRESSÃO NO LEITO

De acordo com o procedimento descrito no Capítulo 3, foram efetuadas aquisições de dados de queda de pressão em função do tempo, para as corridas da Tabela 3.2. Os dados desses experimentos podem ser analisados através de gráficos de queda de pressão versus tempo. As Figuras 4.1 a 4.6 mostram uma série temporal de queda de pressão, para cada um dos regimes estudados, nos dois leitos.

Como pode ser observado, as diferenças entre os gráficos, de queda de pressão em função do tempo para os vários regimes, são pequenas. Basicamente, residem no espaçamentos entre as oscilações e observa-se uma tendência de um menor número de períodos de oscilação para os gráficos de leitos em *slugging* em relação ao jorro estável, e também do jorro estável em relação ao leito fixo. Portanto, a utilização desse tipo de gráfico para a identificação do regime instalado num leito de jorro, não compõe um método objetivo de identificação,

caso cada gráfico seja analisado separadamente. Esse tipo de comportamento foi obtido para todas as corridas experimentais realizadas com os vários regimes.



Figura 4.1 - Queda de Pressão vs. Tempo - Leito fixo / Leito I - Corrida 11



Figura 4.2 - Queda de Pressão vs. Tempo - Jorro Estável/Leito I - Corrida 12



Figura 4.3 - Queda de Pressão vs. Tempo - Slugging / Leito I - Corrida 24



Figura 4.4 - Queda de Pressão vs. Tempo - Leito Fixo / Leito II - Corrida 75



Figura 4.5- Queda de Pressão vs. Tempo - Jorro Estável/Leito II - Corrida 76



Figura 4.6- Queda de Pressão vs. Tempo - Slugging / Leito II - Corrida 86

4.2 - APRESENTAÇÃO DOS ESPECTROS

Antes de se proceder a discussão sobre os espectros de potência, é necessário mostrar como os mesmos serão apresentados. Como descrito na Secão 3.2.1, foi efetuada uma preparação a fim de se obter a taxa de amostragem dos sinais de queda de pressão. Depois de vários testes utilizou-se uma taxa de amostragem de 100 medições por segundo. Essa taxa de amostragem leva a um intervalo de 0,01 segundo entre duas medições consecutivas. Os valores de frequência para os espectros foram calculados, pela rotina de FFT de acordo com a equação 4.1.

$$\lambda_n = \frac{n}{N.\Delta} \qquad n = 1, 2, \dots, N-1$$
(4.1)

onde N é o número total de pontos utilizados pela rotina de transformada de Fourier, N = 2^{γ} , sendo γ um número inteiro; Δ é o intervalo de amostragem e n é o número da posição do ponto amostrado no conjunto de N pontos. Como descrito na Seção 3.2.1, $\gamma = 10$ e $\Delta = 0,01$, dessa forma tem-se que

$$\lambda_n = \frac{n}{2^{10} \cdot 0.01} = \frac{n}{1024 \cdot 0.01} = \frac{n}{10.24}$$
 (Hz) (4.2)

De acordo com o Teorema da Amostragem, Seção 2.4.8, define-se uma frequência crítica de Nyquist como:

 $1/\Delta = 2f_c = 1/0,01 = 2f_c \implies f_c = 50 \text{ Hz}$

Dessa forma, como todos os experimentos foram realizados com a mesma taxa de amostragem, os espetros de frequência apresentarão valores no campo de $-50 < \lambda < 50$ como mostra o esquema da Figura 4.7.

Como mostra a Figura 4.7, para as frequências de valores $\lambda > | f_c |$ a amplitude deve apresentar valores iguais a zero. Além disso deve-se notar a simetria do espectro em relação a origem dos eixos. Dessa forma, no estudo

efetuado, todos os espectros apresentam um campo de freqüência de $0 < \lambda < 50$ Hz.



Figura 4.7 - Esquema de um Espectro de Frequência

4.2.1 - Espectro de um Leito em Jorro Estável

As Figuras 4.8 a 4.13 mostram espectros para leitos em jorro estável para as várias combinações de tamanho de leito, ângulo de base e tipo de partícula. Como pode ser observado, os espectros de potência para esse padrão de regime em leito de jorro são unimodais, ou seja, apresentam um pico único de frequência. A comparação dos espectros das Figuras 4.8. a 4.13 com o espectro de um leito vazio, apresentado na Figura 3.4, mostra na verdade um somatório de espectros. Assim nota-se que os espectros de um leito em regime de jorro estável apresentam, na realidade, um pico na região de 4 a 5 Hz. Pode-se, ainda, notar uma tendência de amplitudes iguais a zero quando o espectro se aproxima da frequência crítica de Nyquist, $f_c = 50$ Hz, obedecendo o teorema da amostragem.



Figura 4.8 - Espectro de Potência para Regime de Jorro Estável - Corrida 8 Leito I / Ângulo de base de 45° / Milho



Figura 4.9- Espectro de Potência para Regime de Jorro Estável - Corrida 48 Leito I / Ângulo de base de 60° / Milho



Figura 4.10 - Espectro de Potência para Regime de Jorro Estável-Corrida 30 Leito I / Ângulo de base de 45° / Soja



Figura 4.11 - Espectro de Potência para Regime de Jorro Estável-Corrida 66 Leito I / Ângulo de base de 60° / Soja



Figura 4.12 - Espectro de Potência para Regime de Jorro Estável-Corrida 76



Figura 4.13 - Espectro de Potência para Regime de Jorro Estável-Corrida 90 Leito II / Ângulo de base de 45° / Soja
4.2.2 - Espectros para Leitos em Regime Slugging

A medida que a carga de partículas se aproxima da altura máxima de jorro estável o leito começa a perder a estabilidade, ou seja, o jorro começa a apresentar dificuldades para atravessar, completamente, o leito de partículas. A Figura 4.14 apresenta o espectro para a corrida 54 da Tabela 3.2, onde o jorro ocorre, mas começam a se mostrar os primeiros sinais de instabilidade, onde a fonte do jorro é pequena e tende ao colapso. Como pode ser observado, o espectro apresenta o pico de jorro estável, na região de 4 a 5 Hz, mas exibe também um pico na região de 1 a 2 Hz. Dessa forma a presença dos dois picos no espectro de potência representa um estado onde o jorro começa a apresentar sinais de instabilidade e o regime de *slugging* está na iminência de se instalar. A mesma situação ocorreu na corrida 84, cujo espectro de frequência está ilustrado na Figura 4.15. Para leitos em regime de *slugging*, situação em que não existe um fluxo definido pelo centro do leito, os espectros apresentam somente o pico na região de 1 a 2 Hz, como mostram as Figuras 4.16, corrida 24, e 4.17, corrida 54.



Figura 4.14 - Espectro de Potência - Instabilidade no Jorro - Corrida 52 Leito I / Ângulo da base de 45° /Milho



Figura 4.15 - Espectro de Potência - Instabilidade no Jorro - Corrida 84 Leito II / Ângulo da base de 45° /Milho



Figura 4.16 - Espectro de Potência - Regime de *Slugging* - Corrida 24 Leito I / Ângulo da base de 60° /Milho



Figura 4.17 - Espectro de Potência - Regime de *Slugging* - Corrida 54 Leito I / Ângulo da base de 60° /Milho

4.2.3 -- Espectros para Leitos Fixos

Como já descrito no Capítulo 3, um leito fixo é o caso onde existe fluxo de gás/ar pelo leito de partículas, mas não ocorre movimento de partícula. Espectros para esse tipo de regime estão apresentados nas Figuras 4.18 a 4.23. Como pode ser observado em todos os espectros, não existe um ou vários picos característicos. Quando comparado com o espectro do leito vazio, Figura 3.4, nota-se, somente, um tendência de pequenos picos na região de 20 a 40 Hz.



Figura 4.18 - Espectro para um Leito Fixo - Corrida 11 Leito I / Ângulo de base 45° / Milho



Figura 4.19 - Espectro para um Leito Fixo - Corrida 47 Leito I / Ângulo de base 60° / Milho



Figura 4.20 - Espectro para um Leito Fixo - Corrida 29 Leito I / Ângulo de base 45° / Soja



Figura 4.21 - Espectro para um Leito Fixo - Corrida 59 Leito I / Ângulo de base 60° / Soja



Figura 4.22 - Espectro para um Leito Fixo - Corrida 81 Leito II / Ângulo de base 45° / Milho



Figura 4.23 - Espectro para um Leito Fixo - Corrida 91 Leito II / Ângulo de base 45° / Soja

4.3 - RESULTADOS FINAIS - MONITORAMENTO DE REGIMES

A análise dos espectros de potência, apresentados anteriormente nesse capítulo, mostra a viabilidade de se utilizar medidas de flutuações da queda de pressão para a obtenção de um método objetivo de identificação dos padrões de escoamento ou comportamento de leitos de partículas.

Foram gerados os mesmos tipos de gráficos para todas as corridas experimentais realizadas, e foram obtidos os mesmos resultados. Portanto, um espectro unimodal, para a queda de pressão no leito, com pico entre 4 e 5 Hz, indica jorro estável para tamanhos e geometrias de leito distintos e partículas de diferentes formas e diâmetros. No Apendice I são mostrados mais alguns exemplos desse comportamento para os casos estudados.

Uma vez que a queda de pressão pode ser tomada, instantaneamente, durante a operação de um leito de jorro, é possível se obter o processamento dos dados *on-line*, procedendo-se a transformada de Fourier e obtendo-se os espectros num painel de controle. Esse procedimento não só proporciona o monitoramento do processo em operação, mas também pode ser utilizado como parte de um controlador.

Uma das grandes vantagens desse procedimento, é o de não se necessitar dos valores das variáveis de processo, como tamanho e forma das partículas, vazão de gás, quantidade de partículas no leito, etc., utilizando-se somente o valor da variável de estado, queda de pressão.

CAPÍTULO 5

REVISÃO DA LITERATURA - RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS

O recobrimento de partículas é hoje uma operação de grande utilização na indústria farmacêutica e vem abrindo fronteiras em outros tipos e processos de recobrimento, com aplicações que cobrem o recobrimento de sementes e fertilizantes e inovações a serem ainda apresentadas ao mercado consumidor. A visão farmacêutica do recobrimento é a de proporcionar uma melhoria sensível no aspecto de ingestão de drogas, tendo como alvos a diminuição da quantidade de droga ingerida, uma vez que visa a liberação temporizada, seqüencial e direcionada ao melhor sítio para a absorção. De outro lado, a aplicação de recobrimento a processos agrícolas, pretende diminuir, sensivelmente, a quantidade de fertilizantes e pesticidas fornecida às plantações, conseguindo assim a diminuição dos agentes poluentes dos rios e proporcionando um tempo de vida fértil mais longo à terra cultivada, visto que 90 % das quantidades aplicadas, nas plantações convencionais, são lavadas pelas chuvas.

5.1 - RECOBRIMENTO DE SEMENTES

O recobrimento de sementes com fertilizantes ou outro ingrediente ativo antes do plantio tem um grande potencial de benefícios. O nutriente está disponível precisamente onde ele é requerido, e além disso, o recobrimento de sementes pode reduzir a taxa da aplicação de fertilizante. Scott (1986) mostrou que o recobrimento de sementes de alfafa, com fertilizante de fosfato, pode reduzir a taxa de aplicação de fertilizante a até ¹/₄ da taxa de fertilizantes aplicada convencionalmente. Recobrimento de sementes tem sido utilizado também numa variedade de outras aplicações incluindo a adição de herbicidas e fungicidas, Jeffs e Sttuden (1971), aumento em tamanho de sementes pequenas para utilização em equipamento mecânico de plantação, Knot e Lorenz (1950) e inoculação com rizóbia.

O recobrimento de sementes é comumente feito numa panela ou tambor rotativo de recobrimento, do mesmo estilo das drageadeiras utilizadas pelos farmacêuticos. As sementes são colocadas nos tambores e o fluido de recobrimento é atomizado sobres elas enquanto o tambor gira. Os leitos de jorro também têm sido testados e utilizados em aplicações de granulação e recobrimento, onde o líquido de recobrimento é uma solução, uma pasta ou um material fundido. Na granulação, o líquido de recobrimento é geralmente do mesmo material das partículas no leito. Isso não ocorre para aplicações de recobrimento, no entanto, o processo de crescimento das partículas é bastante similar. As vantagens principais do leito de jorro como equipamento de recobrimento sobre os tambores de recobrimento segundo, Liu e Lister (1993), são:

(i) não há formação de aglomerados de partículas;

(ii) As sementes são simultaneamente recobertas e secadas num leito de jorro;

(iii) um recobrimento muito uniforme é conseguido;

(iv) o leito de jorro é mecanicamente simples sem partes móveis.

5.1.1 - Aplicações do Recobrimento

O cisto nematóide da soja, Heterodera glycines, foi primeiramente encontrado nos Estados Unidos em 1954. Os sintomas em campos infestados são áreas circulares, ou ovais, de plantas atrofiadas com folhagens descoloridas que produzem uma perda de 15-20 % em peso. Nos anos 50 e 60 a fumigação do solo era um meio caro de controle do cisto nematóide da soja, por causa do baixo preço da soja, contudo o controle químico se tornou mais comum quando o valor da soja aumentou. 0 oxamil foi utilizado em grãos e atomizado sobre a folhagem, e sortiu efeito sobre o rendimento e peso da soja. Townshend (1989) trabalhou com o recobrimento de soja com uma solução polimérica de oxamil no estudo de germinação e crescimento. A soja se mostrou tolerante quando recoberta com oxamil até 160 mg/ml numa solução polimérica. A germinação de sementes recobertas foi menor que a de sementes não recobertas somente nos primeiros 5 dias depois do plantio. A solução polimérica na semente aparentemente diminui a absorção de água e assim retarda a germinação. O broto e a raiz das plantas de soja, recobertas com oxamil, excederam em peso as sementes não recobertas duas semanas depois do plantio, o que mostrou o potencial do recobrimento com oxamil para o controle da Heterodera glycines

Dadlani, Shenoy e Seshu (1991) estudaram o potencial de um alginato polissacarídio de sódio, altamente hidrofólico, em combinação com óxido de cálcio (CaO) como material de recobrimento para sementes de arroz. As sementes recobertas mostraram maior percentagem de germinação e melhor crescimento do broto que as sementes não recobertas, quando germinadas sob condições precárias de umidade causadas pela aplicação de uma solução de 20 % de polietileno glicol (PEG - 8000). Sob condições de chuva de até 164 mm durante 15 dias, a emergência do campo de sementes recobertas foi mais rápido e o crescimento do broto mais vigoroso, comparado com sementes não recobertas. A adsorção de umidade pelas sementes recobertas foi 121 % maior do que pelas não recobertas. Testes de envelhecimento acelerado indicaram níveis mais altos de viabilidade e

sementes recobertas que nas não recobertas, que podem ser atribuídos às presenças dos compostos antibióticos na emulsão de recobrimento.

As aplicações de recobrimento dos tipos citados acima ainda estão num processo inicial de implementação e necessitam de toda uma tecnologia de processos de recobrimento e de desenvolvimento de suspensões e emulsões de recobrimento, dirigidos a cada necessidade particularmente.

5.2 - RECOBRIMENTO DE COMPRIMIDOS

O recobrimento de comprimidos vem sendo utilizado há muitos anos pela indústria farmacêutica por inúmeras razões de aplicabilidade. Na verdade, o início da utilização de processos de recobrimento de produtos farmacêuticos data do século XVII, quando os franceses recobriam comprimidos com soluções a base de açúcar com o intuito de mascarar o sabor das pílulas. Na época, a idéia foi muito bem aceita e começou-se o desenvolvimento de processos e fluidos de recobrimento pela Europa e Estados Unidos.

Nas aplicações atuais as funções mais visadas para o recobrimento de comprimidos estão descritas abaixo:

- mascarar o sabor, odor, ou cor indesejável da droga;
- fornecer proteção física e química para a droga, contra a umidade e calor;
- proteger a droga do ambiente ácido do estômago;

- incorporar outra substância na fórmula através do recobrimento para evitar incompatibilidades químicas ou garantir liberação seqüencial;

- controlar o tempo e local de dissolução da droga, e
- melhorar a estética do produto.

5.2.1 - Liberação Controlada

A liberação dos princípios ativos, de um comprimido, cápsula ou microcápsula, é uma característica importante na biodisponibilidade e eficácia terapêutica. Muitos termos têm sido utilizados pela literatura para produtos farmacêuticos com um período maior de duração de ação, produzindo nomes e significados, por vezes, confusos:

- Prolonged action;
- Long lasting;
- Programmed release;

- Protracted release;
- Slowly acting;
- Sustained action;
- Time release;
- Repeated action;
- Depot;
- Retard;
- Slow release;
- Controlled release.

A liberação controlada é um conceito amplo que possui características predizíveis e reproduzíveis na cinética de dissolução. Os sistemas de liberação constituem-se fundamentalmente de duas formas: i) membranas poliméricas de permeação controlada, ii) matrizes plasmáticas de difusão controlada. No primeiro caso, uma membrana polimérica encapsula o princípio ativo e atua como controlador da liberação por permeação controlada. Para o caso das matrizes, o princípio ativo é distribuído de forma homogênea dentro da mesma. Para os dois casos citados a Lei de Fick se aplica para a difusão. No caso da membrana polimérica, a liberação é constante em função do tempo, e a taxa depende diretamente da sua concentração e espessura.

Os sistemas de entrega de velocidade controlada, baseado nas características do sistema para o qual é desenvolvido, podem ser classificados em quatro grupos:

(i) <u>Sistemas de entrega com velocidade pré-programada</u> - a liberação é planejada para um perfil de velocidade específico, controlando, por exemplo, a difusão molecular por uma barreira que reveste o sistema de entrega.

(ii) <u>Sistema de entrega de ativação modulada</u> - o controle da velocidade de liberação é obtido por meio de mecanismos de ativação físicos, como a pressão osmótica, pressão hidrodinâmica ou hidratação; químicos, como pH e íons; ou bioquímicos, ativação por enzima.

(iii) <u>Sistemas de entrega regulados por retroalimentação</u> - A liberação é ativada por um agente disparador, como uma substância biológica do corpo, sendo regulada pela concentração, num processo de retroalimentação.

(iv) <u>Sistemas de entrega lugar alvo.</u> - formados por polímero biodegradáveis não imunogênicos ligados a três tipos de grupos funcionais: guias para especificar lugar alvo, solubilizante que permite transporte até lugar alvo e princípio ativo ligado covalentemente.

5.3 - EQUIPAMENTOS DE RECOBRIMENTO

A operação de recobrimento consiste fundamentalmente da atomização de uma solução ou suspensão de recobrimento sobre um leito de partículas. O conhecimento das características do conjunto e variáveis do processo se faz necessário para a obtenção de resultados desejados.

Variações no sistema modificam as características do produto final. O bico atomizador e as condições do ar de atomização determinam o tamanho das gotas de produto atomizado, e consequentemente a velocidade de evaporação do solvente, enquanto o tempo de processo depende diretamente da taxa de suspensão de recobrimento aplicada ao leito de partículas. As condições de secagem do equipamento utilizado influenciam diretamente a eficiência do processo.

5.3.1 - Drageadeiras

Drageadeiras convencionais vêm sendo utilizadas há 140 anos. Originariamente, era movimentada à mão e aquecida por uma chama colocada por baixo. Nos últimos 40 anos a força manual foi substituída por um motor e a chama por um fluxo de ar aquecido.

A Figura 5.1 mostra uma drageadeira convencional.

As principais desvantagens são a baixa eficiência na secagem, especialmente quando se empregam suspensões de recobrimento com solventes aquosos, que podem acarretar aglomeração, criando-se pontos mortos e, consequentemente, uma má uniformidade; risco de explosão, quando da utilização de solventes orgânicos, devido a acúmulos de vapores orgânicos. Com o objetivo de se melhorar a eficiência e desempenho no revestimento aquoso, foram feitas inovações como o tubo de imersão de Strunk, mostrado na Figura 5.2. Esse tipo de equipamento consiste, basicamente, de um sistema de entrada e exaustão imerso no leito de partículas.



Figura 5.1 - Drageadeira Convencional



Figura 5.2 - Esquema de uma Drageadeira com Tubo de Imersão

O sistema de tubo de imersão, patenteado em 1970 na Alemanha, foi inicialmente desenvolvido para recobrimentos tipo filme, tendo sido projetado para substituição dos solventes orgânicos por solventes aquosos utilizando-se resinas acrílicas, e revestimento com açúcar com capacidade de até 300 kg por batelada.

5.3.2 - Drageadeiras Modificadas

A drageadeira convencional empregada para suspensões poliméricas com solventes orgânicos, representou por vários anos a forma mais prática e adequada para a o processo de recobrimento. As restrições no emprego destes solventes, instigaram o desenvolvimento de formulações para o revestimento com base aquosa o que comprometeu o processo nesses equipamentos.

A introdução do revestimento tipo filme e com solventes aquosos levaram a modificação e adequação das drageadeiras convencionais. A modificação mais significativa foi a colocação do eixo na posição horizontal, e implantação de duas janelas perfuradas, uma posição frontal e a outra na posição posterior, que permitiam o fluxo de ar quente através do leito de partículas, o que proporcionava uma secagem contínua e consequentemente um aumento na eficiência. Um exemplo de tipo de equipamento é o Accela-Cota (1968), cujo esquema é mostrado na Figura 5.3.

O modelo Driacoater, apresenta uma configuração diferente das drageadeiras descritas anteriormente por não ser cilíndrica, mas uma forma poligonal de nove lados, apresentando em cada um uma seção perfurada ligada por uma tubulação, com capacidade de produzir fluxos de ar positivo e negativo, e também uma terceira unidade funcionando basicamente como exaustor. Esta configuração permite ao driacoater três tipos diferentes de fluxo de ar, melhorando o sistema de secagem (Porter e Hogan, 1984). A Figura 5.4 mostra um esquema do equipamento em questão.



Figura 5.3 - Esquema do Equipamento Acella-Cota (1968)



Figura 5.4 - Esquema do Modelo Driacoater

5.3.3 - Recobrimento em Sistemas de Suspensão a Ar

Na década de 50 um novo tipo de equipamento de recobrimento foi introduzido por Wurster (1959) e este ficou conhecido como processo Wurster. O equipamento envolve um recipiente cilíndrico onde são colocadas as partículas e uma corrente de ar quente é distribuída pelo leito provocando assim o movimento das partículas, como ilustra a Figura 5.5. A solução de recobrimento é jateada sobre o leito de partículas através de um bico atomizador colocado no fundo do recipiente. A circulação, provocada pelo fluxo de ar, proporciona homogeneização e secagem da solução de recobrimento sobre as partículas.

A inovação do equipamento de Wurster trouxe várias vantagens em relação a drageadeira, incluindo redução de custos, com processamento de 200 a 400 mil comprimidos por dia, utilizando um espaço físico de apenas 22 m², menor tempo de processamento, menor demanda de espaço para a instalação do equipamento, flexibilidade com relação aos solventes, uma vez que sistema é totalmente fechado, diminuição nos riscos de explosão, uniformidade do produto recoberto, padronização do processo e tempo reduzido de treinamento dos operários.

Singiser, Heiser e Prillig (1966) introduziram uma modificação muito importante ao processo: a adaptação de uma parte inferior cônica à câmara de recobrimento, fazendo com que o movimento obtido fosse similar ao de um leito de jorro.



Figura 5.5 - Equipamento de Wurster

5.3.4 - Recobrimento em Leito de Jorro

Kucharski e Kmiéc (1983) iniciaram o trabalho de recobrimento de comprimidos e também os estudos sobre a fluidodinâmica e transferência de calor e massa durante o recobrimento em leito de jorro. Nesses estudos foram utilizados placebos de duas dimensões 4,0 x 7,0 mm. e 4,3 e 9,0 mm. com esfericidades iguais a 0,978 e 0,866, respectivamente. Foi construído um leito cone-cilíndrico, mas os experimentos foram realizados somente na parte cônica. A parte cilíndrica tinha 30 cm. de diâmetro e o orifício de entrada de ar, 8,2 cm. Foi utilizada uma solução de recobrimento a base de açúcar (43,5 %) em água.

Deste primeiro trabalho concluiu-se que as correlações desenvolvidas para o processamento de partículas em leito de jorro cônico sem recobrimento, poderiam ser utilizadas para se estimar a ordem de grandeza para variáveis da dinâmica do processo como a queda de pressão no leito ou o número de Nusselt em um leito com recobrimento.

Outros trabalhos foram apresentados pelos mesmos autores sobre o recobrimento em leito de jorro, analisando a distribuição de massa, eficiência do recobrimento e a cinética da granulação (1989), e os processos de transferência de calor (1991).

Com o objetivo de estudar também o recobrimento em leito de jorro, Santana et al. (1991) montaram um equipamento em escala de laboratório com uma carga prevista para até 5 kg de comprimidos. O leito foi construído em vidro Pyrex, para facilitar a visualização dos fenômenos, com um formato cone-cilíndrico, que possuía 16,5 cm de diâmetro para a parte cilíndrica e 60° como o ângulo para a base cônica. Os resultados obtidos permitiram a obtenção de correlações para a estimativa da velocidade de jorro mínimo e para a altura máxima de jorro estável.

Rocha, Taranto e Ayub (1995) estudaram a fluidodinâmica e transferência de calor para o processo de recobrimento de partículas em leitos de jorro bidimensionais. As partículas utilizadas foram placebos inertes de diâmetro médio igual a 6,49 mm. e esfericidade 0,857. O leito utilizado tinha 30,0 cm. de largura e 5,0 cm.de comprimento, e a entrada de ar com dimensões 5,0 x 5,0 cm. A base angulada do leito foi construída de forma a se poder alterar o valor do ângulo. Assim, foram utilizados os valores 30° , 45° e 60° a fim de se estudar a influência da variação do ângulo na dinâmica do processo.

Os experimentos foram realizados utilizando-se uma suspensão polimérica de recobrimento a base de hidroxietil celulose, talco neutro, estearato de magnésio, dióxido de titânio, corante e água destilada. A suspensão foi atomizada sobre as partículas por um bico atomizador instalado no topo do leito.

Os resultados do estudo mostraram que os valores de queda de pressão para o processo de recobrimento são os mesmos que para o processo sem a atomização de suspensão de recobrimento. O trabalho ainda apresenta correlações para a estimativa da máxima queda de pressão no leito, vazão de jorro mínimo e número de

Nusselt global para um leito bidimensional. As correlações são apresentadas na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 -	Correlações	Obtidas por	Rocha	et al. (1995)
·····				

Máxima Queda de Pressão				
$\frac{\Delta P_{\text{max}}}{H_{0} \rho_{b} g} = 1 + 0,0006 \left(\frac{L}{E}\right)^{5,04} \left(\frac{d_{p}}{\phi L} - 1\right)^{-1,92} \left(tg(\theta/2)\right)^{0,70}$				
Vazão de Jorro Mínimo				
$Q_{jm} = 5,92 \times 10^{-5} \left(\frac{d_p}{\phi L}\right)^{0,05} \left(\frac{E}{L}\right)^{-2,6} \left(tg(\theta/2)\right)^{0,06} \left(2 g H_0 (\rho_s - \rho_g)/\rho_g\right)$				
Número de Nusselt				
Nu = 0,9892 Re ^{1,6421} Pr ^{1/3} $\left(\frac{H_o}{\phi d_p}\right)^{-1,3363} \left(\frac{W_s}{W_g}\right)^{0,71} (tg(\theta / 2))^{0,1806}$				

onde θ é o ângulo da base

5.4 - TRANSFERÊNCIA DE CALOR EM LEITOS DE JORRO

O leito de jorro possui duas regiões distintas, a região de jorro e a anular, que, por sua vez, possuem comportamentos bastante diferenciados. A vazão de gás e a porosidade da região de jorro são muito maiores que da região anular. Dessa forma os coeficientes de transferência de calor também são distintos para as duas regiões. No entanto, a complexidade para se determinar as temperaturas do sólido e fluido separadamente para cada região leva a dificuldades na obtenção dos coeficientes.

Como alternativa para se estimar os coeficientes de transferência de calor, adota-se correlações desenvolvidas para o transporte pneumático para a região de jorro. Para a região anular utiliza-se correlações desenvolvidas para leitos empacotados.

5.4.1 - Coeficiente Global de Transferência de Calor

A literatura mostra que frequentemente utiliza-se um único coeficiente de troca térmica para o todo o leito. Apesar das diferenças impostas pelas características de cada região, esse coeficiente global pode ser representativo da transferência de calor gás-partícula total no leito. Mesmo com essa simplificação a dificuldade na obtenção de valores precisos das temperaturas do fluido e partículas persiste.

Kmiéc (1975) define a transferência de calor no leito como sendo:

$$q = h A_p \Delta T_{ml}$$
(5.1)

E define a diferença de temperatura para a troca térmica, ΔT_{ml} , como sendo:

$$\Delta T_{ml} = \frac{Tg_{en} - Tg_{ex}}{ln\left(\frac{Tg_{en} - T_p}{Tg_{ex} - T_p}\right)}$$
(5.2)

onde

 $A_p =$ área total das partículas no leito

 T_p = temperatura das partículas

 Tg_{en} = temperatura do gás na entrada do leito

 Tg_{ex} = temperatura do gás na saída do leito

Ponte e Freire (1988) apresentam duas definições para o fluxo de calor, mostradas nas equações (5.3) e (5.4).

$$q = h A_p (Tg_{en} - T_{p1})$$
 (5.3)

$$q = h A_p (Tg_{ex} - T_{p2})$$
 (5.4)

onde

 T_{p1} = temperatura da partícula no início do processo

 T_{p2} = temperatura da partícula no final do processo

Por adotarem definições diferentes para a diferença de temperatura, as três equações produzem diferentes resultados para o coeficiente de transferência de calor em uma mesma condição de processo.

A literatura apresenta ainda várias correlações desenvolvidas para a estimativa de um valor global para o número de Nusselt, que interpretasse a transferência de calor gás-partícula num leito de jorro.

Uemaki e Kugo (1967) estudaram a transferência de calor gás-partícula num leito de jorro cone-cilíndrico, com 9,2 cm de diâmetro para parte cilíndrica do leito. Trabalharam com altura de leito variando entre 12 a 15 cm e partículas de diâmetros entre 1 a 4 mm. No trabalho realizado os pesquisadores admitiram que a troca de calor ocorria somente na região de jorro, mas utilizaram a área total das partículas presentes no leito, como superfície de troca térmica. A diferença de temperatura utilizada foi tomada como a diferença entre a temperatura média do gás no jorro, calculada pela integração de vários pontos na região de jorro, e a temperatura média das partículas. A partir dos valores obtidos experimentalmente os autores propuseram uma correlação para a estimativa do número Nusselt que é mostrada na equação (5.5).

Nu = 0,0005
$$\left(\frac{d_{p} u_{mj} \rho_{g}}{\mu_{g}}\right)^{1,46} \left(\frac{u_{j}}{u_{mj}}\right)$$
 (5.5)

onde

 u_{mj} = velocidade do gás na condição de jorro mínimo u_j = velocidade do gás no jorro

Reger, Romankov e Rashkovskaya (1967) trabalharam com a secagem de suspensão de pigmentos sobre esferas de vidro, em leito de jorro. As esferas utilizadas tinham diâmetro variando entre 2,0 e 5,0 mm. Trabalharam com alturas de leito de até 15 cm. Do estudo realizado propuseram uma expressão para a estimativa do número de Nusselt global, para a interpretação da transferência de calor gás-partículas. Utilizaram a área total das partículas do leito e a diferença de temperatura foi tomada com sendo a diferença média logarítmica entre as temperaturas de entrada e saída do gás e a temperatura de bulbo úmido à saída do leito. A correlação obtida pelos autores é mostrada na equação (5.6).

Nu = 0,0597 Re^{2,0} Gu^{0,61} Ar^{-0,438}
$$\left(\frac{H_0}{d_p}\right)^{-1,0}$$
 (5.6)

Válida para a seguinte faixa de valores:

Um estudo sobre a transferência simultânea de calor e massa, foi realizado por Kmiéc (1975), durante a secagem de sílica gel e carvão ativado saturados com água. Kmiéc utilizou um leito de diâmetro igual a 9,0 cm e com ângulo da base cônica, θ , de 30° e 60°. A diferença de temperatura foi assumida como sendo a diferença média logarítmica entre as temperaturas de entra e saída do leito e a temperatura de bulbo úmido à saída do leito. A área de troca térmica foi tomada como a superfície total das partículas do leito. O experimentos realizados levaram à correlação (5.7).

Nu = 0,897 Re^{0,464} Pr^{0,333} Ar^{0,116}
$$(tg(\theta/2))^{-0,813} \left(\frac{H_0}{d_p}\right)^{-1,19} \left(\frac{1}{\phi}\right)^{2.26}$$
 (5.7)

Os intervalos de validade definidos para a equação (5.7) estão dispostos abaixo:

$$10 \le \text{Re} \le 210$$
 $0,268 \le \text{tg}(\theta/2) \le 100$ $1,21 \le 1/\phi \le 1,41$ $2,8 \ 10^3 \le \text{Ar} \le 1,8 \ 10^6$ $13 \le \text{H}_0/\text{d}_p \le 185$

Kmiéc (1975) mostrou ainda que os valores obtidos pelas correlações de Reger, Romankov e Rashkovskaya (1967) são aproximadamente 10 vezes maiores que os estimados pela correlação de Uemaki e Kugo (1967). Por sua vez, os valores obtido pela equação 5.7 são 50 % menores que os de Uemaki e Kugo (1967). As diferenças obtidas pelas correlações citadas devem-se principalmente às diferenças nas definições das médias de temperaturas assumidas, de área de troca térmica e das particularidades operacionais de cada conjunto de equipamento utilizado.

Oliveira, Silveira e Freire (1994) trabalharam com secagem de sangue bovino, com anticoagulante em leito de jorro, utilizando esferas de vidro de diâmetro médio de 1,0; 1,5; 3,0 mm. A coluna utilizada foi a de um leito cônico de 60°, como orifício de entrada de ar igual a 5,0 mm. Foi utilizada a área superficial total das esferas como área de troca térmica, e a diferença de temperatura foi a média logarítmica entre as temperaturas de entrada e saída do gás e temperatura de bulbo úmido do gás à saída do leito. Desse trabalho foi obtida uma correlação para a estimativa do número de Nusselt, mostrada na equação (5.8).

Nu = 0,01
$$\left(\frac{W_1}{W_g}\right)^{1,292}$$
 Re^{1,000} Gu^{-2,096} $\left(\frac{d_p}{d_i}\right)^{-0,811}$ (5.8)

onde

d_i = diâmetro da entrada de ar

W₁ = vazão de líquido fornecida ao processo

Gu = número de Gukhman = $\frac{Tg_{en} - Tg_{en,u}}{Tg_{en,u}}$

Tg_{en,u} = temperatura de bulbo úmido do gás na entrada do leito

A equação (5.8), é válida para os seguintes intervalos de valores: $614,0 \le \text{Re} \le 522,1$ $0,02 \le d_p/d_i \le 0,06$

$$0,170 \le Gu \le 0,215$$

Kucharski e Kmiéc (1991) estudaram a transferência de calor durante o processo de recobrimento de partículas em leitos de jorro. Os autores utilizaram um leito cone-cilíndrico com diâmetro de 30 cm para a região cilíndrica. O

recobrimento foi realizado com uma solução de açúcar fornecida ao leito por um atomizador instalado no fundo do leito. Como partículas foram utilizados placebos inertes. Das corridas experimentais realizadas foi obtida uma correlação para o cálculo do coeficiente médio de transferência de calor gás-partícula, dado através de Nusselt pela equação 5.9.

Nu = 9,4723 Re^{0,6128} Pr^{0,333} Ar^{0,2302}
$$\left(\frac{H}{d_p}\right)^{-1,031}$$

 $\left(\frac{W_s}{W_g}\right)^{0,8135} (1-c_s)^{0,795} \phi^{0,8326}$ (5.9)

onde

 $W_s = vazão de suspensão de recobrimento$ $W_g = vazão de gás entrando no leito$

H = altura do leito

 $d_p = diâmetro médio da partículas$

 c_s = concentração de sólidos na suspensão de recobrimento

 ϕ = esfericidade das partículas

5.4.2 - Transferência de Calor na Região do Jorro

A literatura não apresenta muitos trabalhos onde as regiões de jorro e anular são estudas separadamente quanto a transferência de calor. No entanto pode-se citar o trabalho de Bandrowski e Kaczmarzyc (1978) que propuseram uma expressão para o cálculo do coeficiente de transferência de calor em leitos pneumático de fase diluida que pode ser utilizado para a região de jorro, mostrada na equação (5.10)

Nu = 0,00114 (1 -
$$\varepsilon_j$$
)^{-0,5984} $\left[\frac{(u_j - u_p) d_p \rho_g}{\mu_g} \right]^{0,8159}$ (5.10)

válida para $0.95 \leq \epsilon_j \leq 0.99975$

Rowe e Claxton (1965) desenvolveram também outra correlação que pode ser utilizada para o cálculo do número de Nusselt na região de jorro, a equação (5.11).

Nu_j =
$$\frac{2}{1 - (1 - \varepsilon_j)^{0,333}} + (\frac{2}{\varepsilon_j}) \Pr^{0,333} \operatorname{Re}^{0,55}$$
 (5.11)

5.4.3 - Transferência de Calor na Região Anular

Pretrovic e Thodos (1968) propuseram uma correlação para a estimativa do número de Nusselt na região anular. A equação (5.12) dada em função do Fator de Colburn de transferência de calor, j_h , mostra o ajuste realizado.

$$j_{\rm h} = 1,12 / {\rm Re}^{0.363}$$
 (5.12)

onde

 j_h = fator de Colburn = St Pr^{2/3} St = número de Stanton = $\frac{h}{\rho v c_p}$ Pr = número de Prandtl = $\frac{\mu c_p}{k}$

Littman e Sliva (1970) sugeriram a equação (5.13) para a estimativa do coeficiente de transferência de calor na região anular para situações onde o número de Reynolds, Re, fosse menor que 100.

$$Nu_{a} = 0.42 + 0.35 \,\mathrm{Re}^{0.8} \tag{5.13}$$

5.5 - CRESCIMENTO DE PARTÍCULAS DURANTE PROCESSO DE RECOBRIMENTO

A literatura apresenta-se escassa de tentaivas de formulação do processoem leito de jorro. Kucharski e Kmiéc (1989), trabalharam com recobrimento de açúcar, em leitos de jorros cone-cilíndricos e, a partir da análise dimensional e tratamento estatístico, propuseram uma correlação para a estimativa da eficiência do processo de recobrimento, mostrada na equação (5.14).

$$\frac{\eta}{\eta_{\text{in}}} = 0.3253 \,\text{Re}^{1.0887} \left(\frac{H_0}{d_{\text{pt}}}\right)^{-0.0646} \left(\frac{W_s}{W_g}\right)^{0.0393}$$

$$(1 - c_s)^{1.0074} \phi^{-5.5280}$$
(5.14)

onde η_{in} é definida como a eficiência de fixação inercial das gotas atomizadas e pode se estimada pela equação (5.15):

$$\eta_{in} = Stk^2 / (Stk + 0.25)^{1.012}$$
 (5.15)

e Stk é dado por:

$$Stk = \frac{d_{pa}^2 \rho_s u_g}{36 \mu_g d_{pt}}$$
(5.16)

onde

d_{pt} = diâmetro da partícula sem atomização

d_{pa} = diâmetro da gota de solução atomizada

ug = velocidade do gás

c_s = concentração de sólido na solução de recobrimento

 $W_s = vazão de solução de recobrimento$

 $\mu_{g} = viscosidade do ar$

 ρ_g = massa específica do gás

Embora a equação (5.14) envolva todas as variáveis do processo de recobriemnto em leito de jorro, ela está restrita as condições experimentais do autor.

Oliveira (1992) trabalhou com leito de jorro cone-cilíndrico e com recobrimento com solução de açúcar, e relacionou o aumento da massa das partículas e a espessura da camada de recobrimento como funções do parâmetros de processo. No desenvolvimento foram consideradas as seguintes hipoteses:

- não ocorre quebra ou abrasão das partículas;

- as perdas permanecem constantes durante a operação;

- operação em batelada;

- o produto final é uniforme;

A eficiência foi calculada a partir dos dados experimentais pelo balanço de massa da equação (5.17):

$$\eta = \left(M_p - M_{po}\right) / \left(W_s c_s t_p\right)$$
(5.17)

A autor relacionou os dados calculados de eficiência numa correlação que involve os parâmetros do processo, como mostra a equação (5.18):

$$\eta = -3,34 + 9,4 \frac{W_s}{W_g^*} + 515,3 \frac{Q}{Q_{jm}} - 1,6 \frac{W_s}{W_g^{*2}} - 171,3 \frac{Q}{Q_{jm}^2} + 4,1 \frac{W_s}{W_g^*} \times \frac{Q}{Q_{jm}}$$
(5.18)

onde

Q = vazão volumétrica de gás entrando no leito $Q_{jm} =$ vazão volumétrica de jorro mínimo $W_g^* =$ vazão massica do gás x 10³ Ayub (1993) trabalharam com recobrimento de placebos em leito de jorro bidimensional sem placas internas, utilizando uma suspensão polimérica como recobrimento. O leito utilizado possuia 30 cm de largura e 5cm de comprimento, e base com ângulos variando entre 30°, 45° e 60°. As partículas utilizadas foram placebos com diâmetro médio 0,7211 e 0,7804 cm e esfereicidades 0,9510 e 0,9673. Os autores utilizaram também a equação (5.17) para o cálculo da eficiência do processo. Foram realizadas 31 corridas experimentais para as quais foram obtidas eficiências entre 60 e 90 %. Segundo os autores as perdas de suspensão de recobrimento se deve principalmete a elutriação.

CAPÍTULO 6

MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS E DE CÁLCULO -RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS E TRANSFERÊNCIA DE CALOR

Como especificado no capítulo de introdução, pretendeu-se estudar, como parte deste trabalho, a transferência de calor e a cinética de crescimento de partículas para o processo de recobrimento de partículas em leito de jorro bidimensional. Portanto, nesse capítulo serão apresentados a montagem experimental, com detalhamento para cada particularidade do equipamento; as partículas utilizadas, com suas propriedades físicas; a suspensão de recobrimento utilizada; as medidas efetuadas, bem como o método de tratamento dos dados para a obtenção dos coeficientes convectivos de troca térmica, para as duas regiões do leito de jorro, e a análise do crescimento de partículas.

6.1 - TRANSFERÊNCIA DE CALOR GÁS-PARTÍCULA

O estudo da transferência de calor residiu na determinação dos números de Nusselt para as trocas térmicas gás-partículas ocorridas na região de jorro e região anular durante o processo de recobrimento. Balanços de massa e energia foram realizados para as duas regiões do leito de jorro a fim de se poder estimar os coeficientes convectivos de troca térmica, individualmente, para a região de jorro e a região anular.

6.1.1 - Método de Cálculo para o Coeficiente Convectivo de Troca Térmica

Nessa seção serão apresentados os balanços de energia e o procedimento adotado para se avaliar os coeficientes convectivos de troca térmica separadamente para as regiões de jorro e anular. Os balanços que serão apresentados foram utilizados para os cálculos referentes à troca térmica durante os experimentos de recobrimento de partículas realizados nos dois leitos.

Balanço de Energia para o Leito

O esquema da Figura 6.1 e a equação 6.1 mostram o balanço de energia total para cada leito.



Figura 6.1 - Esquema para o Balanço de Energia no Leito

A quantidade de calor cedida pelo ar ao leito, Q_T , pode ser calculada de acordo com a equação 6.2.

$$Q_{T} = W_{g}c_{p}(Tg_{en} - Tg_{ex})$$
 (6.2)

onde:

 $W_g = vazão de gás (ar)$ fornecida ao leito $c_p = calor específico do ar$

Tgen = temperatura do ar na entrada do leito

 Tg_{ex} = temperatura do ar na saída do leito

Distribuição do Fluxo de Ar entre as Regiões de Jorro e Anular

Como as quantidades de calor fornecidas a cada região são funções das respectivas vazões de gás, faz-se necessário o conhecimento do valor das vazões para as regiões de jorro e anular, separadamente. Assim podemos escrever:

$$W_g = W_i + W_a \tag{6.3}$$

onde:

 W_j = vazão de ar no jorro W_a = vazão de ar no ânulo

O cálculo da vazão de gás no ânulo foi feito através da forma modificada da equação de Mamuro e Hattori (1968), apresentada por Stocker et al (1990), válida quando a altura da região anular é menor que altura máxima de jorro estável.

$$u_{a} = u_{mf} \left[1 - \left(1 - \frac{H_{o}}{H_{m}} \right)^{3} \right]$$
 (6.4)

onde

 u_a = velocidade do gás no ânulo u_{mf} = velocidade de mínima fluidização H_o = altura inicial do leito de partículas H_m = altura máxima de jorro estável
Na expressão (6.4) Mamuro e Hattori (1968) utilizaram a velocidade de mínima fluidização como uma aproximação para a velocidade do gás no ânulo para valores de H_o iguais, ou bem próximos a H_m . Para o cálculo de u_{mf} utilizouse a Equação (6.5), que é a expressão de Ergun modificada por Wen e Yu (1966):

$$u_{\rm mf} = \left[\left(33,7^2 + 0,0408 {\rm Ar} \right)^{1/2} - 33,7 \right] \frac{\mu_{\rm g}}{\rho_{\rm g} d_{\rm p}}$$
(6.5)

onde

 $\mu_g = viscosidade do ar$

 ρ_g = massa específica do ar

d_p = diâmetro médio da partícula

Ar = número de Archimedes =
$$\frac{d_p^3 g}{v_g^2} \frac{\rho_s - \rho_g}{\rho_g}$$

 v_g = viscosidade cinemática = μ_g / ρ_g

g = aceleração da gravidade

A altura máxima de jorro estável foi calculada pela expressão de Rocha et al (1995), desenvolvida para leitos bidimensionais, expressa na equação (6.6)

$$\frac{H_{m}}{L} = 0,2972 \times 10^{4} \left(\frac{L}{E}\right)^{-1,908} \left(\frac{d_{p}}{\phi L}\right)^{0,073} \left(\frac{\rho_{g}}{\rho_{s}}\right)^{0,408}$$
(6.6)

onde:

L = largura do leito

E = largura da entrada de ar

 ϕ = esfericidade da partícula

 $\rho_s = massa específica das partículas$

Assim, uma vez calculada a velocidade do gás no ânulo, a vazão de gás no ânulo pode ser calculada pela equação (6.7):

$$W_a = u_a \rho_g A_{ca} \varepsilon_a$$
 (6.7)

onde:

 A_{ca} = área da seção transversal da região anular

 $\varepsilon_a = \text{porosidade no ânulo}$

Para os cálculos efetuados neste estudo foi atribuído um valor de $\varepsilon_a = 0,4$, que é o valor utilizado para o leito empacotado de partículas.

Balanço de Energia para a Região de Jorro

O balanço de energia para a região de jorro é apresentado pelo esquema na figura 6.2 e pela equação 6.8:

$$Q_j = Q_{ju} + Q_{j-a} + P_j$$
 (6.8)

onde:

Q_{ju} = quantidade de calor transferida às partículas na região de jorro;

P_j = quantidade de calor perdida para o meio externo através das paredes da região de jorro

Figura 6.2 - Esquema para o Balanço de Energia na Região de Jorro

Como a equação (6.8) mostra, o calor cedido à região de jorro se divide entre o calor realmente transferido às partículas na região de jorro, a quantidade



de calor transferida para o ânulo, através das placas internas de acrílico e as perdas para o ambiente.

A quantidade de calor transferida da região de jorro para a região anular, pode ser calculada, assumindo-se que a transferência de calor da região de jorro para anular ocorre somente por condução através da placa de acrílico. Assim a condução ocorre como mostram, a figura 6.3 e a equação (6.9)



Figura 6.3 - Esquema para o Balanço de Energia na Placa Interna

$$Q_{j-a} = K_{ac} \frac{b.d}{e} (T_{wj} - T_{wa})$$
 (6.9)

onde

 K_{ac} = condutividade térmica do acrílico

b = altura da placa interna

d = largura da placa interna

e = espessura da placa interna

Twj = temperatura da placa interna no lado da região de jorro

 T_{wa} = temperatura da placa interna no lado da região anular

O cálculo da perda de calor para o meio externo, através das paredes do leito, pode ser feito pela avaliação da condução de calor do interior da região de jorro para o meio externo, através da parede do leito. Portanto podemos escrever:

$$P_{j} = K_{ac} \frac{S}{e} \left(T_{wj} - T_{e} \right)$$
(6.10)

onde

- S = área total da parede do leito na região de jorro
- e = espessura da parede da região de jorro

T_e = temperatura da parede externa à região de jorro

Durante os experimentos não foi feita a leitura da temperatura do lado de fora da parede da região de jorro, assim adotou-se uma rotina de cálculo para se obter essa temperatura. A equação (6.11) é o resultado do balanço de energia na parede da região de jorro e o meio externo.

$$\frac{K_{ac} S}{e} \left(T_{wj} - T_{e} \right) = h_{e} S \left(T_{e} - T_{\infty} \right)$$
(6.11)

onde

 h_e = coeficiente convectivo de troca térmica entre a parede externa à região de jorro e o ambiente

 T_{∞} = temperatura do meio externo ao leito

Utilizou-se a equação de Schmidt e Beckman (1977) para convecção natural em parede plana, que é mostrada na equação (6.12), para a estimativa de h_e .

$$Nu = \frac{h_e z}{K} = 0,480 Gr^{1/4}$$
 (6.12)

onde

Nu = número de Nusselt

z = comprimento da parede

Gr = número de Grashof =
$$\frac{g z^3 (T_e - T_{\infty})}{v^2 T \infty}$$

Combinando as equações (6.11) e (6.12) obtemos:

$$T_{e} = T_{wj} - \frac{e.K}{K_{ac} z} \ 0,480 Gr^{1/4} (T_{e} - T_{\infty})$$
(6.13)

Como a equação (6.13) é uma função implícita para T_e , utilizou-se o algoritmo de Newton-Raphson para a sua determinação.

Finalmente, o coeficiente convectivo de troca térmica no jorro, h_j , pode ser avaliado pela equação (6.14):

$$Q_{ju} = Q_j - Q_{ja} - P_j = h_j A_{pj} V_j (T_{gj} - T_{pj})$$
 (6.14)

onde

A_{pj} = área específica das partículas no jorro

 ε_j = porosidade na região de jorro

 T_{gj} = temperatura do ar na região de jorro

T_{pj} = temperatura da partícula na região de jorro

V_j = volume da região de jorro

Como foi visto na equação (6.14), o cálculo do coeficiente convectivo de troca térmica necessita do valor da área total de troca térmica, que na equação é dada pela multiplicação do volume da região de jorro, V_j, pela área específica das partículas, A_{pj}, mostrada na equação (6.15).

$$A_{pj} = 6(1 - \varepsilon_j)/d_p$$
(6.15)

Para a região de jorro, assumiu-se um valor para a porosidade igual a $\varepsilon_j = 0.98$, que é o valor típico para o transporte pneumático em fase diluída.

Balanço de Energia para a Região Anular

O procedimento empregado para a região anular é similar ao utilizado para a de jorro. O balanço de energia para o ânulo pode ser escrito como:

$$W_{a}c_{p}(T_{gen} - T_{gex}) = h_{a}A_{pa}V_{a}(T_{ga} - T_{pa}) - Q_{ja} + P_{a}$$
(6.16)

onde:

h_á = coeficiente convectivo de troca térmica para a região do jorro

A_{pa} = área específica das partículas na região anular

V_a = volume da região anular

T_{ga} = temperatura do gás na região anular

T_{pa}= temperatura da partícula na região anular

 P_{a} = perda de calor para o meio externo através das paredes da região anular.

A área específica das partículas na região anular pode ser calculada a partir da equação (6.17), onde a porosidade no anulo, ε_a , é igual a 0,4, como colocado previamente.

$$A_{pa} = 6(1 - \varepsilon_a)/d_p$$
(6.17)

Foi utilizado o mesmo valor para temperatura de saída do gás das regiões de jorro e anular, uma vez que em medições feitas previamente, os valores mostraram-se bastante próximos, diferindo no máximo em 10 %.

O procedimento utilizado para o cálculo das perdas de calor, da região anular para o meio externo, foi similar ao utilizado para a região de jorro, diferenciando-se no valor da temperatura interna da parede e na área de troca Pelo procedimento descrito na seção 6.1 e de posse das medidas experimentais, obteve-se os valores de h_j e h_a , os quais geraram os valores de Nu_j e Nu_a , para as 14 corridas experimentais de recobrimento de partículas realizadas. Os resultados obtidos são analisados no próximo capítulo.

6.2 - DETERMINAÇÃO DA CINÉTICA DO RECOBRIMENTO

Para o estudo do crescimento das partículas foram feitas coletas de amostras de partículas durante o processo de recobrimento. As amostras foram coletadas com um intervalo de tempo fixado entre 5 e 15 min. O crescimento foi analisado fazendo-se um estudo da variação da massa das partículas no processo.

A coleta de partículas foi efetuada através de amostradores instalados nas regiões de jorro e anular. Para cada corrida experimental foram realizadas amostragens de partículas com intervalos de tempos determinados para a corrida em particular. Esses intervalos serão mostrados no Capítulo 7. A quantidade de partículas coletadas por amostragem era de cerca de 20 partículas.

6.2.1 - Cinética e Eficiência de Recobrimento

A eficiência de um processo de recobrimento é dada em função da quantidade de suspensão absorvida pelo leito de partículas em relação à quantidade total fornecida ao processo. Como definido por Kucharski e Kmiéc (1989) a eficiência ou coeficiente de granulação pode ser escrita como na Equação (6.18).

$$\eta = \frac{\left(M_{p} - M_{po}\right)}{\left(W_{s}c_{s}t_{p}\right)}$$
(6.18)

onde:

 η = eficiência ou coeficiente de granulação

 M_p = massa de comprimidos no leito para um tempo de processamento, t_p

 M_{po} = massa inicial de comprimidos no leito

W_s = vazão de suspensão de recobrimento fornecida ao leito

c_s = concentração de sólidos na suspensão

 $t_p = tempo de processamento$

Pode-se rearranjar a Equação (6.18) da seguinte forma:

$$\frac{M_{\rm p}}{M_{\rm po}} = 1 + \frac{\eta W_{\rm s} c_{\rm s}}{M_{\rm po}} t_{\rm p}$$
(6.19)

Fazendo
$$G = \eta \frac{W_s c_s}{M_{po}}$$
, tem-se:

$$\left(\frac{M_{p}}{M_{po}} - 1\right) = G t_{p}$$
(6.20)

Na equação (6.20) se η for constante, o valor de G também será constante, fazendo com que a equação (6.20) seja uma reta. Dessa forma, a partir dos dados de crescimento das partículas obtidos experimentalmente é possível construir um gráfico de $\left(\frac{M_p}{M_{po}} - 1\right) \ge t_p$. Se os dados se ajustarem a uma reta, o valor de G define a cinética de recobrimento e a partir desse valor obtém-se a eficiência do processo para cada corrida experimental.

A equação (6.20) foi utilizada fazendo as seguintes considerações:

$$M_{p} = n. \overline{M}_{p}$$
(6.21)

$$M_{po} = n. \overline{M}_{po}$$
(6.22)

onde n é o número de partículas de um conjunto tomado para análise; \overline{M}_p é o valor médio da massa de uma partícula para um tempo t_p de processamento e \overline{M}_{po} é o valor médio da massa de uma partícula sem recobrimento. Nos experimentos realizados, para cada amostra retirada eram avaliadas as massas de 20 partículas, a fim de que a média das massas fornecesse um valor representativo da massa de uma partícula da amostra. Assim, com o

procedimento apresentado, foram obtidos os gráficos que geraram os valores de G e da eficiência que são mostrados e analisados no próximo capítulo.

6.3 - MONTAGEM EXPERIMENTAL

O equipamento descrito nessa seção são os equipamentos utilizado para a obtenção dos dados necessários para o estudo da tranferência de calor e também para o estudo da cinética de crescimento de partículas.

6.3.1 - Leitos Utilizados

Os leitos de jorro utilizados nessa etapa do trabalho são os mesmos leitos da primeira parte do trabalho, descritos no Capítulo 3. A montagem básica, foram adicionadas algumas partes necessárias para essa segunda etapa, sendo as alterações efetuadas apresentadas na Figura 6.4. A primeira modificação de projeto realizada foi a instalação de placas internas (draft plates) centralizadas no leito. A decisão de trabalhar com placas internas veio da premissa, de que com esse tipo de montagem, uma carga maior de partículas pode ser processada em leito de jorro, devido a diminuição da perda de carga imposta pelo leito de partículas. As placas foram instaladas com um valor de distância de separação diferente para cada leito. A distância de separação é o espaço entre a entrada de ar do leito até as placas, como mostra a Figura 6.4. As distâncias foram mantidas constantes para cada leito em 5 e 7 cm, respectivamente para os leitos menor (L = 50 cm) e maior (L = 90 cm). As placas tinham 5,0 cm de largura para os dois leitos e alturas de 75 cm para o leito menor e 100 cm para o leito maior. Para o leito maior foi possível se instalar uma placa com altura maior que a do leito menor. Dessa forma, como o leito possuía um volume anular maior, podia-se trabalhar com uma massa maior de partículas. As placas sendo mais altas permitiam também um tempo maior de permanência das partículas na região de jorro, e também um número maior de partículas na região de jorro, daí resolveuse ter uma distância de separação maior, que permitisse um maior fluxo de partículas da região anular para a de jorro.

O ângulo da base foi mantido em 45° para os dois leitos em todas as corridas experimentais. Experimentos preliminares mostraram que o ângulo de 45° proporcionou um melhor movimento de partículas, utilizando-se placas internas.

Uma outra modificação efetuada no leito, foi a utilização de somente um dos lados anulares do leito. Essa modificação foi possível através da instalação de um defletor que dirigia as partículas para somente um dos lados quando essas saíam da região de jorro. A Figura 6.5 mostra uma foto da situação descrita.

Para o estudo da cinética de crescimento das partículas, fez se necessário a amostragem de partículas do leito durante a operação de recobrimento. Para tanto, foram instalados dois coletores de amostras, um para a amostragem de partículas da região do jorro e outro para a região anular. O posicionamento dos amostradores pode ser observado na Figura 6.4.

Para regular e medir a vazão de ar fornecida aos leitos, foi utilizado o mesmo conjunto de sopradores e medidor de fluxo tipo tubo de Pitot, da primeira etapa, descritos no capítulo 3.







Figura - 6.5 - Fotografia do Leito Menor (L=50 cm) em Operação

6.3.2 - Medidas das Temperaturas - Termopares

Em função do método de análise de transferência de calor empregado, foram instalados termopares em várias regiões do leito. O método de determinação dos Números de Nusselt para a região de jorro e região anular, Nu_j e Nu_a, respectivamente, exigiu as seguintes medidas de temperatura:

- (1) temperatura de entrada do ar no leito;
- (2) temperatura de saída do ar do leito;
- (3) temperatura do ar na região do jorro;
- (4) temperatura do ar na região anular;
- (5) temperatura da partícula na região de jorro;
- (6) temperatura da partícula na região anular;
- (7) temperatura da placa interna no lado da região do jorro;
- (8) temperatura da placa interna no lado da região anular;
- (9) temperatura ambiente.

A Figura 6.6 mostra o posicionamento dos termopares nos leitos. As medidas das temperaturas das partículas, nas regiões de jorro e anular, foram efetuadas instalando-se termopares dentro dos amostradores. Assim a temperatura era medida pelo contato dos termopares com as partículas.

Os termopares foram conectados a um sistema de aquisição de dados a fim de se proceder a coleta dos dados de temperatura para o estudo da troca térmica. O equipamento utilizado foi o mesmo descrito no Capítulo 3, com uma placa Ômega de 16 canais. O Software utilizado, Labetch (Ômega Instruments), permitia o controle da taxa de aquisição, bem como a organização dos arquivos de dados gerados. A taxa de aquisição utilizada para os dados de temperatura era de 10 medições por segundo (10 Hz).



Figura 6.6 - Posicionamento dos Termopares e Coletor de Amostra

6.3.3 - Atomização

A atomização da suspensão de recobrimento, cuja composição é fornecida na seção 6.5, foi feita na base do leito com a instalação do bico atomizador na região definida pela distância de separação, ou seja, entre a entrada do ar no leito e as placas internas. O atomizador utilizado foi do tipo dois fluidos de mistura externa. Dessa forma foram conectadas ao bico uma linha de ar comprimido e a linha de suspensão de recobrimento..

Devido a configuração retangular do leito, foi adquirido um bico cuja atomização cobria sempre uma região retangular, diminuindo assim os problemas de perdas por impregnação das paredes, como ilusta a Figura 6.7.



Figura 6.7 - Área Coberta Pela Atomização

A instalação do bico atomizador foi feita de tal forma a se poder manuseálo pelo lado de fora do leito. Esse tipo de atomizador possui uma agulha de limpeza que funciona também como agulha dosadora, que permite o controle da mistura ar-suspensão de recobrimento. A atomização foi realizada de cima para baixo, ou seja, contra o fluxo de gás e partículas.

A operação da atomização fez uso ainda de uma linha de ar comprimido e uma bomba peristáltica para o transporte da suspensão de recobrimento de um reservatório até o bico atomizador. A figura 6.8 mostra uma fotografia do reservatório, bomba peristáltica e do leito menor (L = 50 cm).

Foi instalado um aquecedor de ar, de 2200 a 8800 watts, na linha de fornecimento de gás, que era regulado e controlado por um controlador tipo PD.



A figura 6.9 mostra um esquema da montagem experimental.

Figura 6.8 - Fotografia do Reservatório de Suspensão de Recobrimento e Bomba Peristáltica



Figura 6.9 - Esquema da Montagem Experimental Utilizada para o Estudo do Recobrimento

6.4 - SOBRE AS PARTÍCULAS UTILIZADAS

Os experimentos de recobrimento envolveram dois tipos de partículas nos dois leitos descritos. Utilizou-se a soja e o placebo (inerte). As características dessas partículas estão apresentadas na Tabela 6.1.

	ρ (kg/m ³)	$\overline{dp}.10^{-2}(m)$	¢
Placebo	1382,7	0,6697	0,79
Soja	1498,0	0,6480	0,98

Tabela 6.1 - Características das Partículas

Resolveu-se trabalhar com placebo e soja, pois as duas partículas são representantes das áreas de interesse do processo de recobrimento de partículas, farmacêutica e agrícola.

6.5 - SUSPENSÃO DE RECOBRIMENTO

A fim de se obter um recobrimento uniforme e com a qualidade de superfície similar aos recobrimentos encontrados nos processos industriais, desenvolveu-se uma suspensão com características físicas e reológicas similares às de uma suspensão de recobrimento utilizada comercialmente em laboratórios farmacêuticos. A composição e características da suspensão utilizada são apresentadas na Tabela 6.2. Dessa forma a suspensão de recobrimento utilizada foi uma suspensão aquosa polimérica. O polímero utilizado foi hidroxietil celulose ou Cellosize QP09 da Union Carbide. Na formulação incluía-se também uma suspensão de pigmentos a base de talco neutro, estearato de magnésio, dióxido de titânio, corante e polietileno glicol (PEG - 6000).

<u> </u>	Solução de Cellosize (7 % peso)	
1- Cellosize QP09		7 %
2 - Água destilada		93 %

Tabela 6.2 - Características da Suspensão de Recobrimento

Suspensão de Pigmentos (30 % peso)			
1- Talco neutro	14 %		
2 - Estearato de magnésio	4 %		
3 - Dióxido de titânio	5 %		
4 - Corante	4 %		
5- PEG 6000	3 %		
6 - Água destilada	70 %		

Suspensão final de recobrimento (11 % peso)				
1 - Solução de Cellosize	50 %			
2 - Suspensão de pigmentos	25 %			
3- Água destilada	25 %			

Propriedades físicas da Sus	pensão de recobrimento
Massa específica (kg/m ³)	1089,0
Tensão surperficial (N/m)	57,30
Reologia *	k = 1,141 n= 611,76

* - As constantes k e n apresentadas na Tabela 6.2 correspondem aos parâmetros do modelo reológico de Power Law: $\tau = k\gamma^n$, que foi o modelo que melhor se aplicou a suspensão.

6.6 - SEQÜÊNCIA EXPERIMENTAL

A sequência experimental descrita a seguir foi utilizada para os dois leitos e para os dois tipos de partículas:

(1) - alocar uma dada carga de partículas no leito;

(2) - ajustar a vazão de gás para manter o leito em jorro estável;

(3) - Ajustar o controlador de temperatura e esperar até que a temperatura de operação se estabilize;

(4) - Começar a atomização da suspensão de recobrimento, ajustando-se a vazão de suspensão através do potenciômetro da bomba peristáltica;

(5) - Efetuar a coleta de amostras de partículas num intervalo de tempo préfixado, e proceder a aquisição dos dados de temperatura.

Foram realizados 14 experimentos, dos quais 3 no leito maior. A Tabela 6.3 mostra as corridas experimentais realizadas e suas especificações.

Corrida	Carga	Partícula	$Ws(m^3/s).$	Wg	leito	Tg _{en}
	(kg)		10 ⁻⁶	(m ³ /s)		(K)
1	0,8	placebo	1,67	0,261	I	332,4
2	3,0	placebo	1,67	0,261	I	336,5
3	0,8	placebo	1,67	0,261	I.	339,2
4	3,0	placebo	1,67	0,261	I	350,2
5	0,8	placebo	3,34	0,261	I	327,2
6	3,0	placebo	3,34	0,261	Ι	328,4
7	0,8	placebo	3,34	0,261	I	336,3
8	3,0	placebo	3,34	0,261	I	338,0
9	8,0	soja	1,67	0,261	I	324,9
10	3,0	soja	1,67	0,261	I	342,2
11	3,0	soja	2,51	0,261	I	328,7

Tabela 6.3 - Especificações das Corridas Experimentais realizadas

Corrida	Carga	Partícula	$Ws(m^3/s)$.	Wg	leito	Tgen
	(kg)		10 ⁻⁶	(m ³ /s)		(K)
12	3,5	placebo	2,51	0,290	II	328,7
13	3,5	placebo	4,17	0,290	II	328,3
14	3,5	placebo	5,01	0,290	II	337,6

Leito I = leito menor, L=50cm

Leito II = leito maior, L=90 cm

Para o estudo da cinética do crescimento de partículas, foram considerados apenas os dados obtidos com placebo, por serem partículas inertes sem umidade, e portanto, mais propícios ao estudo do crescimento.

O capítulo 7 apresenta os dados e resultados referentes aos métodos de análise propostos no presente capítulo, bem como correlações ajustadas para a estimativa dos coeficientes de transferência de calor gás-partícula, nas regiões de jorro e anular, e também para a estimativa da eficiência do processo de recobrimento.

CAPÍTULO 7

ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS - RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS

Nesse capítulo serão apresentados os resultados obtidos, a partir das medidas realizadas e dos procedimentos de cálculo apresentados no Capítulo 6, para os estudos de transferência de calor e crescimento de partículas no processo de recobrimento em leito de jorro bidimensional. A partir desses resultados serão ajustadas correlações para a estimativa dos Números de Nusselt, para as regiões de jorro e anular, e também para a eficiência de recobrimento em função dos parâmetros geométricos e variáveis do processo.

7.1 - COEFICIENTE CONVECTIVO DE TROCA TÉRMICA

Nessa seção serão apresentados os resultados para os coeficientes convectivos de troca térmica e os respectivos Números de Nusselt para as duas regiões do leito de jorro, calculados para cada corrida experimental separadamente.

Foram apresentadas na Tabela 6.3 as condições de carga, vazão de gás e suspensão de recobrimento utilizadas e para o estudo da transferência de calor foram utilizadas medidas de temperatura como o indicado na Seção 6.3.2. Foram realizadas 75 medidas de temperatura, em cada termopar, para cada corrida experimental realizada, e dessas medidas foram feitas as médias para cada ponto de medida de temperatura. A Tabela 7.1 mostra as médias de temperatura para cada corrida experimental.

r	r							
Corrida	T _{gen}	T _{gex}	T _{gj}	T _{ga}	Т _{рј}	T _{pa}	T _{wj}	T _{wa}
1	332,4	324,5	327,3	314,5	313,0	307,3	321,1	314,4
2	336,5	328,3	329,0	319,8	316,9	310,1	322,7	320,0
3	339,2	330,9	333,5	318,5	316,9	316,1	326,9	319,4
4	350,2	339,7	342,1	329,9	324,8	317,7	335,9	331,5
5	327,2	320,8	321,7	307,5	310,7	306,0	315,8	308,6
6	328,4	318,1	318,4	307,2	310,8	304,2	312,0	308,2
7	336,3	328,3	327,7	313,1	316,7	311,0	322,2	314,6
8	338,0	236,9	326,1	311,9	315,3	308,9	320,1	312,9
9	324,9	319,6	321,0	313,3	313,5	306,9	316,9	312,9
10	342,2	333,2	336,0	319,9	325,2	307,6	334,3	321,3
11	328,7	317,7	322,8	311,1	310,9	307,1	311,6	314,1
12	328,7	321,4	322,5	311,1	311,0	306,2	308,4	310,3
13	328,3	317,5	318,1	306,7	311,6	305,5	311,9	308,1
14	337,6	326,4	326,4	312,3	316,2	309,6	321,5	313,6

Tabela 7.1 - Médias das Temperaturas Medidas em Cada Corrida Experimental (K)

Onde:

- Tg_{en} = temperatura do gás na entrada do leito
- Tg_{ex} = temperatura do gás na saída do leito
- T_{gj} = temperatura do gás na região do jorro
- T_{ga} = temperatura do gás na região anular
- T_{pj} = temperatura das partículas no jorro
- T_{pa} = temperatura das partículas na região anular
- Twj = temperatura da parede no lado do jorro
- T_{wa} = temperatura da parede no lado do ânulo

7.1.1 - Resultados para a Região do Jorro

A Tabela 7.2 apresenta os resultados encontrados para o coeficiente de troca térmica para região de jorro. Os coeficientes foram calculados para cada corrida experimental de acordo com a Tabela 6.3 e com a metodologia apresentada no Capítulo 6.

Corrida	Carga (kg)	$Ws(m^3/s).10^{-6}$	$h_j(W/m^2k)$	Nuj
1	0,8	1,67	966,79	2,240
2	3,0	1,67	1171,52	2,715
3	0,8	1,67	868,26	2,012
4	3,0	1,67	1062,28	2,462
5	0,8	3,34	1010,78	2,342
6	3,0	3,34	2351,31	5,449
7	0,8	3,34	1260,14	2,920
8	3,0	3,34	1777,81	4,120
9	0,8	1,67	1319,15	2,958
10	3,0	1,67	1579,3	3,542
11	3,0	2,51	1719,99	3,857
12	3,5	2,51	791,80	3,797
13	3,5	4,17	2051,94	4,775
14	3,5	5,01	1373,79	3,183

Tabela 7.2 - Coeficientes Convectivos de Troca Térmica e Número de Nusselt para a Região de Jorro

De posse dos resultados apresentados na Tabelas 6.3, 7.1 e 7.2 foi realizado um trabalho para se produzir uma correlação para a estimativa do Número de Nusselt em função da geometria dos leitos, características das partículas e variáveis do processo. A partir de resultados da literatura para transferência de calor gás-partícula em leito de jorro de diversas geometrias, com e sem atomização de solução de recobrimento e também da análise dos valores obtidos para N_{uj} em função dos nossos parâmetros, propos-se um ajuste em função dos seguintes grupos adimensionais: (L/E), (W_s/W_g), (H_o/ ϕ d_p), [(T_{gen} - T_∞)/T_{gen}] e Re. A equação 7.1 mostra a correlação obtida, utilizando-se o método numérico de Marquardt.

$$Nu_{j} = 2 + 0.1008 \left(\frac{L}{E}\right)^{-0.9508} \left(\frac{W_{s}}{W_{g}}\right)^{0.8792} \left(\frac{H_{o}}{\phi.dp}\right)^{0.7743} \left(\frac{T_{gen} - T\infty}{T_{gen}}\right)^{-3.7041} Re^{0.5000}$$
(7.1)

O número de Re utilizado foi definido da seguinte maneira:

$$Re = \frac{u_j d_p \rho_g}{\mu_g}$$

O valor do expoente do número de Reynolds na equação (7.1), 0,5000, foi proposto em função de ser um valor frequentemente utilizado na literatura.

A comparação dos dados obtidos experimentalmente e os calculados pela equação 7.1 são apresentados Tabela 7.3.

Tabela 7.3 - Comparação entre os Nu_j Obtidos Experimentalmente e os Calculados pela Equação (7.1)

Corrida	Nu _j (exp.)	Nu _j (calc.)	DR (%)
1	2,240	2,700	20,5
2	2,043	2,624	28,4
3	2,012	2,418	20,2
4	2,462	2,393	2,8
5	2,342	3,588	53,2
6	5,449	4,621	15,2
7	2,920	2,120	27,4
8	4,120	3,194	22,5
9	2,958	3,335	12,5
10	3,542	2,583	27,1

Corrida	Nu _j (exp.)	Nu _j (calc.)	DR (%)
11	3,857	3,669	5,1
12	3,797	3,797	23,8
13	4,775	4,719	1,2
14	3,183	3,265	2,6

Além da comparação entre os resultados experimentais e calculados, a Tabela 7.3 ainda apresenta os desvios relativos que foram calculados segundo a equação (7.2).

$$DR_{i}(\%) = ABS\left(\frac{Nu_{j(Exp)} - Nu_{j(calc)}}{Nu_{j(exp)}}\right).100$$
(7.2)

O desvio médio absoluto, dado pela equação (7.3) foi igual a 18,76 % para a correlação proposta.

DMA(%) =
$$\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} DR_i$$
 (7.3)

A comparação entre os dados obtidos experimentalmente e através da Equação (7.1) foi feita através do gráfico que está apresentado na Figura 7.1.



Figura 7.1 - Comparação entre os Nu_j Experimentais e os Calculados pela Equação (7.1)

O gráfico da Figura 7.1 mostra que, embora haja um DMA de 18,6 %, não muito pequeno, os valores estão, aleatoriamente, distribuidos acima e abaixo da reta de 45°, mostrando que a correlação é satisfatória. Saliente-se também que este é um estudo inédito gerando os valores para os coeficientes de transferência de calor gás-partícula em processo de recobrimento em leitos bidimensionais.

7.1.2 - Resultados para Região Anular

De acordo com o procedimento do Capítulo 6, foram calculados os coeficientes convectivos de transferência de calor e os Números de Nusselt para a região anular e cada corrida experimental. Os resultados estão apresentados na Tabela 7.4.

Corrida	Carga (kg)	$W_{s}(m^{3}/s).10^{-6}$	$h_a(w/m^2k)$	Nua
1	0,8	1,67	43,12	0,100
2	3,0	1,67	8,06	0,019
3	0,8	1,67	138,85	0,332
4	3,0	1,67	8,26	0,019
5	0,8	3,34	167,00	0,387
6	3,0	3,34	34,59	0,080
7	0,8	3,34	152,16	0,353
8	3,0	3,34	37,08	0,086
9	0,8	1,67	29,43	0,066
10	3,0	1,67	7,27	0,016
11	3,0	2,51	25,95	0,058
12	3,5	2,51	50,31	0,113
13	3,5	4,17	264,32	0,612
14	3,5	5,01	170,70	0,396

Tabela 7.4 - Coeficientes Convectivos de Troca Térmica e Número de Nusselt para a Região Anular

Para correlacionar os resultados obtidos para Nu_a, foram propostos os mesmos grupos adimensionais envolvidos na correlação da região de jorro, uma vez que reunem as influências da geometria do leito, das características das partículas e variáveis do processo. A correlação desenvolvida é apresentada pela Equação (7.4). O ajuste foi feito pelo método de Marquardt.

$$Nu_{a} = -0.2049 + 0.1418 \times 10^{4} \left(\frac{L}{E}\right)^{-0.9428} \left(\frac{H_{o}}{\phi, dp}\right)^{-0.5898} \left(\frac{Tg_{en} - T_{\infty}}{Tg_{en}}\right)^{-0.0912}.$$

$$\left(\frac{W_{s}}{W_{g}}\right)^{0.7393} Re^{0.8000}$$
(7.4)

Na equação (7.4) o número de Reynolds é definido como:

$$Re = \frac{u_a d_p \rho_g}{\mu_g}$$

A Tabela 7.5 mostra a comparação entre os valores de Nu_a experimentalmente e os calculados pela Equação (7.4)

Tabela 7.5 - Comparação entre os Nu_a Obtidos Experimentalmente e os Calculados pela Equação (7.4)

Corrida	Nu _a (exp)	Nu _a (calc)	DM(%)
1	0,100	0,149	48,9
2	0,019	0,023	21,1
3	0,146	0,155	6,4
4	0,019	0,025	31,6
5	0,387	0,276	28,6
6	0,080	0,096	20,1
7	0,353	0,361	2,2
8	0,086	0,090	4,9
9	0,141	0,152	7,7
10	0,086	0,089	4,2
11	0,058	0,043	24,4
12	0,146	0,155	6,4
13	0,413	0,440	6,7
14	0,396	0,385	2,8

A Tabela 7.5 apresenta também os desvios médios do valores de $Nu_a(exp)$ em relação aos $Nu_a(calc)$ calculados pela Equação (7.4), que levam a um desvio médio absoluto (DMA) igual a 15,4 (%). A comparação também é apresentada no gráfico da Figura 7.2.



Figura 7.2- Comparação entre os Nu_a Experimentais e os Calculados pela Equação (7.4)

A distribuição dos pontos, no gráfico da Figura 7.2, mostra a adequação do modelo aos dados experimentais utilizados.

As correlações citadas na literatura para o tratamento da transferência de calor em leitos de jorro, na maioria das vezes não levam em conta as influências da vazão de suspensão de recobrimento fornecida ao leito durante o processo e do valor da temperatura do gás que alimenta o leito. Como foi observado em nosso estudo, para as regiões de jorro e anular, os dois fatores citados conferem grande influência ao processo de transferência de calor. A diferença da ordem de grandeza, no valor do Número de Nusselt, para as regiões de jorro e anular, se explica em função da diferença do número de partículas em cada região, ou seja,

da diferença na área de troca térmica e da diferença na velocidade relativa gás partícula em cada região.

Os gráficos das figura 7.3 a 7.4 mostram as influências dos grupos (W_s/W_g) e $[(T_{gen} - T_{\infty})/T_{gen}]$ nos valores dos coeficientes de transferência de calor para as regiões de jorro e anular. Observa-se que à medida que (W_s/W_g) aumenta, o valor do Número de Nusselt aumenta e observa-se a diminuição do valor do Número de Nusselt conforme ocorre aumento do grupo $(T_{gen} - T_{\infty})/T_{gen}$, ou da temperatura de entrada do gás.



Figura 7.3 - Influência da Vazão de Suspensão de Recobrimento no Valor do Número de Nusselt para a Região de Jorro.



Figura 7.4 - Influência da Temperatura de Entrada do Gás no Valor do Número de Nusselt para a Região de Jorro

Os efeitos dos grupos nos valores obtidos do Nu, demonstrados pelas figuras 7.3 e 7.4 mostram a importância de considera-los na análise dimensional do problema de transferência de calor convectivo em leitos de jorro bidimensional com atomização de solução de recobrimento.

7.2 - CINÉTICA DO CRESCIMENTO DE PARTÍCULAS

Como foi exposto no Capítulo 6 o estudo da cinética do recobrimento de comprimidos foi efetuado a partir das amostragens de partículas feitas durante o processo de recobrimento.

Cada amostragem foi feita em um período de tempo pré-determinado, e a massa de cada amostra avaliada. Dessa forma, para cada corrida experimental, foi obtido o comportamento, em termos de variação da massa das partículas, em relação ao tempo.

Também no Capítulo 6 mostrou-se que a eficiência do recobrimento pode ser calculada a partir de

$$G = \eta \frac{W_s c_s}{M_{po}}$$
(7.5)

e G dado a partir da Equação (6.20):

$$\left(\frac{M_{p}}{M_{po}} - 1\right) = G t_{p}$$
(6.20)

Foram, portanto, plotados os gráficos de $\left(\frac{M_p}{M_{po}} - 1\right) \ge t_p$, que se ajustaram a

retas, cujos coeficientes angulares forneceram os valores de G.

A seguir é apresentada a sequência de análise para uma das corridas experimentais:

<u>Corrida 1</u> -

condições:

 $H_o = 0,196$ m, o que corresponde a $M_{po} = 800$ g. $W_s = 10$ ml/min

A Tabela 7.6 apresenta os valores das massas das partículas amostradas, M_p, em função do tempo e também do grupo $\left(\frac{M_p}{M_{pp}} - 1\right)$.

M _p	tp	$(M_p/M_{po})-1$
4,3362	5,0	0,0000
4,3501	10,0	0,0033
4,3689	15,0	0,0076
4,3853	20,0	0,0114
4,4025	25,0	0,0153
4,4164	30,0	0,0185
4,4301	35,0	0,0217

Tabela 7.6 - Crescimento das Partículas em relação ao Tempo - Corrida 1

A partir dos dados da Tabela 7.6, foi constrido o gráfico da Figura 7.5. Uma regressão linear foi utilizada para o ajuste dos valores experimentais.



Figura 7.5 - Crescimento das Partículas versus Tempo.

O coeficiente angular da reta obtida no gráfico da Figura 7.5 fornece um valor de $G = 5.9 \times 10^{-5} (1/\text{min})$, e um coeficiente de correlação para a reta ajustada de igual a 0,985. Para o cálculo da eficiência é necessário o conhecimento do valor da concentração de sólidos, c_s, na suspensão de recobrimento. Da Tabela 6.2, tem-se que a suspensão possue 11% de sólidos em peso. Assim, utilizando-se uma base cálculo de 1000 g de suspensão de recobrimento, tem-se 110 g de sólidos em um volume de 918,27 cm³ ($\rho = 1,089g/\text{cm}^3$) de suspensão. Dessa forma, temos:

 $c_s = 110/918,27 = 0,1198$ g de sólidos / cm³ de suspensão

De posse do valor de c_s podemos, então, calcular o valor da eficiência, a partir da equação (7.5). O valor para a corrida 1, correspondente a Tabela 7.6 é de $\eta = 40\%$.

O procedimento apresentado foi aplicado a todas as corridas e a Tabela 7.7 mostra os valores obtidos de G e η para todas a corridas realizadas.

Corrida	G x 10 ⁻⁵ (min ⁻¹)	η (%)
1	59,24	40,0
2	30,47	76,3
3	64,34	43,0
4	21,28	53,3
5	135,93	45,4
6	42,54	53,3
7	131,71	44,0
8	41,99	52,6
9	111,00	74,1
10	34,51	79,0

Tabela 7.7 - Co	eficiente de	Crescimento	e Eficiência	de	Recobrimento	para as
		Corridas Re	alizadas.			

Corrida	G x 10 ⁻⁵ (min ⁻¹)	η (%)
11	24,56	41,0
12	26,30	44,0
13	38,25	38,3
14	40,85	34,1

Os valores de eficiência obtidos são considerados baixos, do ponto de vista econômico do sistema. As principais causas dos baixos valores residem na impregnação das paredes do leito pela suspensão de recobrimento e também perdas de suspensão por elutriação. Durante os experimentos, embora tenha havido impregnação das paredes, a quantidade impregnada foi pequena e não foi considerada como fator principal para as perdas. Consideramos que a maior parte das perdas deveu-se à elutriação. Os problemas de elutriação, nesse caso, são devidos a secagem rápida da suspensão antes da aderência às partículas. Os fatores que mais influenciam no comportamento citado são: - a temperatura que poderia estar sendo utilizada num valor mais alto que o ideal, fazendo com que a secagem fosse muito rápida; - a localização do bico na região de jorro, que é o local de maior velocidade do gás que também facilita a secagem rápida: as placas internas, que não somente propiciam a impregnação por serem um barreira física, mas também fazem com que velocidade do gás na região do jorro seja muito mais alta que num leito sem placas. A alta velocidade do gás, junto com a alta temperatura, e a região de pouca concentração de partículas facilitam a secagem da suspensão antes que ela possa se aderir à partícula.
7.2.1 - Análise dos Resultados

Foi feito um estudo dos fatores que influenciam o coeficiente de crescimento das particulas, G. Decidiu-se realizar um planejamento experimental e estudar dois níveis de valores para a altura do leito, vazão de suspensão de recobrimento e temperatura, mostrados na Tabela 7.8, a fim de se obter um planejamento fatorial. Num palnejamento fatorial de três parâmetros e dois níveis são necessárias 2³ corridas experimentais. Assim, embora tenham sido feitas 14 corridas somente 8 foram utilizadas para o estudo das influências.

Tabela 7.8 - Valores das Variáveis Utilizadas para o Estudo das Influências. (+) Maior Valor; (-) Menor valor

Níveis	(-)	(+)
Altura do leito (m)	0,196	0,433
Temp de entrada do gás (K)	328	338
Vazão de Suspensão (ml/min)	10	20

A estimativa dos efeitos de cada fator foi feita utilizando-se o algoritmo de Yates (Bruns et al, 1995). A Tabela 7.9 mostra as estimativas dos efeitos. Os efeitos Ho, T, W_s, são efeitos principais. As influências cruzadas, são representadas por duas ou três das variáveis, e descrevem a interação de uma variável na outra no efeito.

Tabela - 7.9 - Estimativa dos Efeitos - Algoritmo de Yates

Corrida	Ho	T	Ws	$G_{x} 10^{5} (min^{-1})$	Estimativa do efeitos	
1	-	-		59,24	65,94	média
2	+	-	-	30,47	-63,72	Ho
3		-+		64,34	-2,23	Т
4	+	+	-	21,28	-2,67	H _o T
5	-	-	+	135,93	44,22	Ws
6	+		+	42,59	-27,81	H _o W _s

Corrida	Ho	Т	Ws	$G_{x}10^{5}$	Estimativa do efeitos	
				(1/min)		
6	+	-	+	42,59	-27,81	H_oW_s
7	-	+	+	131,71	-0,18	TWs
8	· +	+	+	41,99	4,48	H _o TW _s

Um efeito é apenas uma diferença de médias entre dois tratamentos, representados por dois níveis de uma variável, um superior (sinal +) e outro inferior (sinal -).

Com o intuito de se verificar se o valor do efeito é ou não, indicador de influência da variável na resposta, utilizou-se o teste estatístico, construindo-se intervalos de confiança. Um intervalo de confiança (L,U) é calculado com base nas observações amostrais $X_1, X_2, ..., X_n$, que inclua o valor verdadeiro desconhecido de θ com uma probabilidade alta previamente especificada. Onde $X_1, X_2, ..., X_n$ é uma amostra aleatória e θ é um parâmetro populacional desconhecido.

A distribuição utilizada neste trabalho foi a distribuição "t"de Student, que é utilizada quando o tamanho da amostra é pequeno, geralmente menor que 30.

Distribuição de Student

Seja a amostra aleatória de uma população normal $X_1, X_2, ..., X_n$, com média μ desvio padrão σ e tendo média amostral, \overline{X} , e variância, s, como descrito abaixo:

$$\overline{\mathbf{X}} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{n} \mathbf{X}_{i} \qquad \qquad \mathbf{s} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \left(\mathbf{X}_{i} - \overline{\mathbf{X}}\right)^{2}}{N-1}}$$

então a distribuição pode ser dada por : $t = \frac{\overline{X} - \mu}{s / \sqrt{n}}$.

Onde a distribuição "t"de Student tem N-1 graus de liberdade e n é o tamanho da amostra.

Para a determinação do intervalo de confiança é necessária a estimativa do desvio padrão. Umas das maneiras mais utilizadas para se estimar o desvio padrão é fazendo duplicatas de cada corrida, calculando-se assim a variância para cada corrida e, com isso, a variância total combinada. No caso em questão, não se dispõe de replicas das corridas. Dessa forma vamos proceder a estimativa do desvio padrão assumindo que as interações duplas e triplas são desprezíveis e que indicam diferenças devido a erro experimental. Assim, H_oT, H_oW_s, TW_s, HTW_s, são consideradas desprezíveis.

Da análise da variância temos que a variância combinada dos efeitos é fornecida pelo quadrado médio residual, dado pela Equação (7.6).

$$S_{E}^{2} = QM_{E} = \frac{SQ_{E}}{v_{E}}$$
 (7.6)

onde:

 S_E^2 = variância combinada dos efeitos

 $QM_E =$ quadrado médio residual

SQ_E = somatório dos quadrados residuais

 v_E = graus de liberdade

O somatório dos quadrados residuais é dado pela Equação (7.7).

$SQ_E = \sum SQ_{efeitos \ despreziveis}$ (7.7)

E o somatório dos quadrados de um efeito é dado por

$$SQ_{E} = \frac{v_{E}}{4} (efeito)^{2}$$
(7.8)

Onde v_E é o número de graus de liberdade, que é dado pelo número de variáveis desprezíveis, nesse caso v_E =4. A partir das equações pode-se calcular os efeitos desprezíveis, o somatório dos quadrados de cada efeito e os somatórios dos quadrados residuais. Os valores obtidos são apresentados na Tabela 7.10.

	Efeito	SQ _{efeito}
H _o T	-2,67	14,23
H _o W _s	-27,81	1546,51
TWs	-0,18	0,07
H _o TW _s	4,48	40,10
SQE	<u></u>	1600,91

Tabela 7.10 - Somatório dos Quadrados Residuais

A partir do valores da Tabela 7.10 pode-se calcular o quadrado médio residual pela Equação (7.6):

$$QM_E = 1600,91/4 = 400,10$$

e da Equação (7.8):

$$S_E = (QM_E)^{1/2} = 20,01$$

Para uma probabilidade de 95% tem-se, a partir da Tabela de distribuição

de Student (Bruns et al, 1995), que t = 2,776. Define-se um $\partial = 2.t. \frac{S_E}{\sqrt{N}} = 39,27.$

Nesse caso N é o número de pontos experimentais, N=8. Assim podemos escrever o intervalo de confiança:

I.C.(efeito 95 %) = efeito estimado \pm 39,27

A Tabela 7.11 apresenta os intervalos de confiança calculados, indicando quais são os significativos.

Tabela 7.11 - Intervalos de Confiança

Indicação: sim para os significativos, não para os não significativos

Identificação do Efeito	Intervalo de	Indicação	
	Confiança		
H _o	(-102,99;-24,45)	sim	
Т	(-41,50;37,04)	não	
Ws	(4,95; 83,49)	sim	

Um efeito é considerado significativo se ele for diferente de zero. Portanto, com relação a um efeito, este será significativo se o seu intervalo de confiança não passar pelo zero, como é o caso de H_0 , e W_s .

Assim tomando-se o efeito H_o , tem-se: H(-) = média dos valores de G obtidos com H_o = 19 cm. H(+) = média dos valores de G obtidos com com H_o = 43,3 cm



Assim o aumento da altura do leito implica numa diminuição do valor de G.

 $W_s(-) =$ média dos valores de G obtidos para $W_s = 10$ ml/min $W_s(+) =$ média dos valores de G obtidos para $W_s = 20$ ml/min



E o aumento no valor da vazão da suspensão de recobrimento causa uma aumento no valor de G.

Uma vez se conhecendo os efeitos e as variáveis que influenciam nos valores de constante de crescimento, foi realizado o ajuste numérico de G em função de H_o e W_s. Para trabalhar com números adimensionais, o ajuste foi realizado em função dos grupos $\left(\frac{H_o}{\phi,dp}\right) e\left(\frac{W_s}{W_g}\right)$. A expressão encontrada é apresentada na Equação 7.9;

G(1/min) = 1,2193 x 10⁴
$$\left(\frac{H_o}{\phi.dp}\right)^{-1,7762} \left(\frac{W_s}{W_g}\right)^{0,7071}$$
 (7.9)

Os coeficientes da Equação (7.9) vem corroborar as conclusões sobre o estudo das influências obtidas pelo modelo estatístico. A Tabela 7.12 mostra a comparação dos dados experimentais com os calculados pela Equação 7.9.

G (exp) x 10 ⁵	G (calc) x 10 ⁵	D.R.(%)
59,24	81,40	37,4
30,47	20,00	34,5
64,34	81,40	26,5
21,28	20,00	6,2
135,93	12,90	5,5
42,54	31,50	26,0
131,71	129,00	2,4
41,99	31,50	25,0
111,00	81,40	26,7
31,51	20,00	36,6
24,56	26,51	7,90
26,30	33,30	26,8
38,25	46,40	21,3
40,85	52,80	29,3

Tabela 7.12 - Comparação dos G Experimentais e os Calculados pela Equação (7.9)

Da Tabela 7.12 obtém-se um desvio médio absoluto de 22,29 %. A comparação gráfica dos dados experimentais e calculados mostra uma boa distribuição dos pontos em relação à reta de 45°, que pode ser vista na Figura 7.6.



Figura 7.6 - Comparação entre os Valores de G Calculados Experimentalmente e os Calculados a partir da Equação 7.9

Visto que a eficiência, η, é função de G, tem-se que é influenciada pelos mesmos grupos de variáveis

Uma correlação foi também desenvolvida para a estimativa de η em função de $\left(\frac{H_o}{\phi,dp}\right)e\left(\frac{W_s}{W_g}\right)$ que é apresentada na equação 7.10.

$$\eta = 4.8 \times 10^{-3} \left(\frac{H_o}{\phi.dp} \right)^{0.2444} \left(\frac{W_s}{W_g^*} \right)^{-0.5225}$$
(7.10)

Onde $W_g^* = W_g \ge 10^{-3}$.

Nota-se que, embora η seja função de G, as influências dos grupos adimensionais utilizados nas respectivas correlações, são invertidas, como mostra os sinais dos expoentes de cada grupo exponencial nas equações (7.9) e (7.10). Isso se deve ao fato de que não somente G tem influencia sobre η , mas também M_{po} , ou H_o e W_s como mostra a equação (7.5). A comparação dos dados experimentais e os calculados pela equação 7.10 são apresentados na Tabela 7.13.

η - Exp.(%)	η - Calc.(%)	D.R. (%)
40,0	54,5	36,1
76,3	66,1	13,4
43,0	54,5	26,6
53,3	66,1	24,0
45,4	38,9	14,3
53,3	47,2	11,5
44,0	38,9	11,6
52,58	47,2	10,2
74,12	54,5	26,3
78,91	66,1	16,3
41,00	54,0	30,8
44,00	52,0	18,1
38,31	40,7	62,4
34,10	37,0	8,5

Tabela - 7.13 - Comparação dos Valores de η Experimentais e os Calculados pela Equação 7.10

Os dados calculados pela equação 7.10 apresentam um desvio médio absoluto igual a 18,15 (%). A comparação também foi feita através do gráfico da Figura 7.7. A distribuição em relação à reta de 45[°] é aleatória, nos dois lados da reta, que indica um bom ajuste dos dados à correlação.



Figura 7.7 - Comparação entre os Dados de Eficiência Calculados Experimentalmente e os Calculados pela equação7.10

Sendo esse o primeiro trabalho a se utilizar placas internas num processo de recobrimento em leito de jorro, os valore obtidos para eficiência não foram muito altos, deixando ainda alguns estudos de aprimoramento a serem feitos no campo. As expressões aqui desenvolvidas para os calculos de G e η devem ser usadas para leitos bidimensionais com placas internas e para o mesmo local de instalação do bico atomizador.

CAPÍTULO 8

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

8.1 - CONCLUSÕES - IDENTIFICAÇÃO E MONITORAMENTO DE REGIMES

Com os resultados obtidos neste trabalho, podemos concluir que as flutuações da queda de pressão podem ser utilizadas na obtenção de um método objetivo de identificação de padrões de escoamento ou comportamento de leitos de jorro. Esse método foi desenvolvido no capítulo 4 e permite a identificação dos regimes de jorro estável, leito fixo e *slugging*. A análise dos espectros de potência dos regimes citados mostrou as seguintes conclusões:

 Jorro Estável: para esse tipo de regime, que é o regime desejado em leitos de jorro, o espectro de potência da queda de pressão apresenta um único pico bem definido na região de 4-5 Hz.

- <u>Leito Fixo</u>: para leitos empacotados, sem movimento, o espectro de potência apresenta-se multimodal, com uma região de picos mais pronunciados na região de 20-40 Hz.

<u>Regime de Slugging</u>: A instabilidade do jorro é expressa por um pico na região de 1-2 Hz. Esse pico começa a aparecer à medida que a instabilidade aparece no leito, junto com o pico de 4-5 Hz que corresponde à estabilidade. Uma vez que leito se torna completamente instável, ou em regime de *slugging*, o espectro apresenta somente o pico na faixa de 1-2 Hz.

A inovação e vantagem no método apresentado é a independência de variáveis do processo, como tamanho do leito, tamanho e forma das partículas, dependendo somente de uma variável de estado, no caso a queda de pressão do leito, que é de fácil obtenção.

O método apresentado não só pode ser utilizado como um procedimento e monitoramento de processos industriais envolvendo leitos de jorro, mas também podem ser utilizados como parte de um controlador de processo.

8.1.1 - Sugestões para Trabalhos Futuros - Identificação e Monitoramento de Regimes

Embora já se tenha resultados bastante satisfatórios para monitoramento de regimes, existe ainda muito que se pode estudar.

Como pode ser observado, na análise dos espectros de potência apresentados, só foi dada atenção aos valores ou faixas de frequência dos picos, enquanto que os valores de amplitude, para cada pico, só foram mencionados, pois a informação dos valores da frequência eram suficientes para a identificação dos regimes. No entanto, pode ser notado que para cada carga ou corrida realizada os valores para a amplitude eram diferentes, e devem conter informações valiosas para projetos de leitos e controladores.

Outro ponto que poderia ser enfocado seria a aplicação do método a outros tipos de leitos, como fluidizado, jorro-fluidizado, etc., na tentativa de se obter os espectros relativos a cada processo.

8.2 - CONCLUSÕES - RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS

Foi estudado o processo de recobrimento de partículas em leitos de jorro bidimensionais, com dois tipos de partículas diferentes e também com dois tamanhos diferentes de leito. A inovação no processo estudado foi a utilização de placas internas (*draft plates*), que permitem o processamento de uma maior quantidade de partículas por batelada. As principais conclusões desse trabalho são:

a viabilidade de se trabalhar com placas internas, uma vez que os resultados obtidos para o processo de recobrimento foram bastante aceitáveis.
 Isso propricia o projeto e desenvolvimento de equipamentos de recobrimento de partículas, utilizando-se leitos de jorro, com capacidades maiores do que os sem placas internas. Mesmo se obtendo baixos valores para a eficiência, para algumas condições do processo, o valor de η foi de 76 %;

 - a proposta de uma correlação para a estimativa do valor da eficiência que pode ser utilizada no projeto de novos equipamentos, uma vez que esta envolve os parâmetros de leito e partícula;

 - a realização do estudo da transferência de calor gás-partícula para as regiões de jorro e anular separadamente. Esse estudo mostrou que existe uma diferença significativa nas trocas térmicas para as duas regiões;

- a obtenção de duas correlações para a estimativa dos coeficientes de transferência de calor para as duas regiões do leito de jorro, que também podem ser utilizadas para o projeto de novos equipamentos, para as faixas de aplicação utilizadas neste trabalho.

8.2.1 - Sugestões para Trabalhos Futuros - Recobrimento de Partículas

Trabalhos futuros deverão enfocar o melhoramento do processo de recobrimento de partículas em leitos de jorro bidimensionais com placas internas, com vistas de uma maior eficiência. Para tanto podem ser sugeridas algumas mudanças e adaptações:

- pesquisa da posição ótima do bico atomizador;

- estudo da temperatura e vazão de entrada de gás ótimas no leito de jorro;

 - avaliação do valor da distância de separação, que controla, não só a taxa de gás fornecida ao ânulo, mas também a taxa de partículas que entra na região de jorro.

Os ítens descritos acima são os responsáveis pela taxa de elutriação da suspensão de recobrimento, que uma vez otimizados, podem levar a uma maior eficiência do processo.

Sobre o estudo da transferência de calor, a atenção deverá ser dirigida aos seguintes aspectos:

- a ampliação da faixa de validade das variáveis de processo, estudando-se leitos maiores e vários tamanhos e formas de partículas;

 Fazer medições das temperaturas do gás ao longo do leito, a fim de se ter os perfis de temperatura nas duas regiões do leito de jorro, e a partir disso obter uma melhor interpretação da transferência de calor.

ABSTRACT

This work is presented in two parts that focus on the study of the dynamics of coating of particles in two-dimensional spouted bed. The experimental part was carried out at the Faculty of Agricultural and Biosystems Engineering of McGill University, Montreal, Canada.

The first part of the work attained to the study of operation regimes in spouted beds. It was developed a method for identification and monitoring for process in spouted beds, utilizing only one of the state variables, the bed pressure drop. The experiments were carried out with two diferent-size two-dimensional spouted beds and with corn and soybeans as particles. The fluctuations of pressure drop were measured and treated with a Fast Fourier Transform (FFT) routine that produced power spectra that allow the identification and monitoring of possible regimes in spouted beds: packed beds, steady spout and slugging beds.

The second part was focused on the coating of particles in twodimensional spouted beds. The experiments utilized also two different sizes of spouted beds and placebos and soybeans as particles, covering the two most important areas of research, concerning coating of particles, the pharmaceutical and agricultural. The work included the study of gas-particle heat transfer, the kinetics of particle growing and efficiency of the coating process for twodimensional spouted beds, utilizing draft plates.

The experimental data were fit to produce correlations to estimate the heat transfer coeficient, for both regions of the spouted bed, separately, and also for the process efficiency.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACCELA-COLA - Manesty Machines Ltd. U.S. Patent 3 573 968 1968

- AKAGAWA, K.; HAMAMAGUCHI, H.; SAKAGUSHI, T.;IKARI, T. Studies on the fluctuations of pressure drop in two-phase slug flow. Bull. JSME, v.14, p.447-69, 1971.
- AYUB, G.S.E. Recobrimento de comprimidos em leito de jorro bidimensional: análise do crescimento e transferência de calor gáspartículas. Campinas, 1993. 107p. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, SP.
- BANDROWSKI, J.; KACZMARZYC, G. Gas-to-particle heat transfer in vertical pneumatic conveying of granular materials. Chem. Eng. Sci., v.33, p. 1303-1310, 1978.
- BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I.S.; BRUNS, R.E. Planejamento e otimização de experimentos. Campinas, Ed. da UNICAMP, 1995.
- BECKER, H.A. An investigation of laws governing the spouting of coarse particles. Chem. Eng. Sci., v.13, p.245, 1961.
- BRINGHAM, I.O. The fast Fourier transform. New Jersey: Prentice-Hall, 1974.
- COOLEY-TURKEY FFT Algorithm (1965). In: PRESS, W.H. et al. Numerical recipies. New York, Cambridge University Press, 1986. p.390-6.
- CREMASCO,M. A., ROCHA, S. C. S., MASSARANI, I. Secagem de milho de leito de jorro. Enconto sobre Escoamentos em Meios Porosos, 15, 1987. Anais do ..., Uberlândia, UFU, pp. 382-393, 1987.
- DADLANI, M.; SHENOY, V.V.; SESHU, D.V. Seed coating to improve stand establishment in rice. Seed Science and Technology, v. 20, p. 307-313, 1992.
- DUKLER, A. E.; TAITEL, Y. Flow regime transitions for upward gas liquid flow: a preliminary approach through physical modelling. Progress report No. 1, Nureg-0162, NCR 2,4, University of Houston, Texas, 1977.

- FRANÇA, F.A. Análise de sinais de pressão e queda de pressão como indicadores de regimes em fluxo bifásico horizontal. Revista Brasileira de Ciências Mecânicas, v.13, n.2, p.137-49, 1991.
- HUBBARD, N.G.; DUKLER, A.E. The characterization of flow regimes for horizontal two-phase flow: I. statistical analysis of wall pressure fluctuations.
 In: HEAT TRANSFER AND FLUID MECHANICS INSTITUTE, 1966
 Stanford. Proceedings. Stanford University Press, 1966.
- JEFFS, K.A.; TUPPEN, R.J. Seed treatment. Collaborative International Pesticides Analytical Council, p.10-23, 1978.
- JONES, O.C.; ZUBER, N. The interelations between void fraction fluctuations and flow patterns in two-phase flow. Int. J. Multiphase Flow, v.2, p.273-306, 1975.
- KMIÉC, A. Simultaneous heat and mass transfer in spouted beds. Can. J. Chem. Eng, v.53, p. 18-21, 1975.
- KNOTT, J.E.; LORENZ, O.A. Adv. Agron., v. 2, p.113, 1950.
- KUCHARSKI, J.; KMIÉC, A. Heat and mass transfer during coating of tablets in a spouted bed. In: International Symposyum in spouted beds, 3rd, 1991 Vancouver, Canada.
- KUCHARSKI, J.; KMIÉC, A. Hydrodynamics heat and mass transfer during coating of tablets in a spouted bed. Can. J. Chem. Eng., v. 61, p. 435-439, 1983.
- KUCHARSKI, J.; KMIÉC, A. Kinetics of Granulation process during coating of tablets in a spouted bed. **Can. J. Chem. Eng,** v. 44, p. 1627-1636, 1989.
- LEFROY, G.A.; DAVIDSON, J.F. The mechanics of spouted beds. Trans. Inst. Chem. Eng, v.47, p.T120, 1969.
- LITTMAN, H., SLIVA, D.E. Gas -particle heat transfer coefficients in packed beds at low Reynolds number. In: MATHUR, K.B. and EPSTEIN N. Spouted beds. New York, Academic Press, 1974. pp 131-150.

- LIU, L.X.; LISTER, J.D. Spouted bed seed coating: the effect of process variables on maximum coating rate and elutriation. Powder Technology, v. 74, p. 215-230, 1993.
- MALEK; M.A.; LU, B.C.Y. Pressure drop and spoutable bed height in spouted beds. Ind. Eng. Chem. Process Des. Develop., v.4, p123, 1965.
- MAMURO, T.; HATTORI, H. Flow pattern of fluid in spouted beds. J. Chem. Eng. Jap., v.1, p.1, 1968.
- MATHUR, K.B.; EPSTEIN, N. Spouted beds. New York, Academic Press, 1974.
- MATSUI, G. Identification of flow regimes in vertical gas-liquid two-phase flow using differential pressure fluctuations. Int. J. Multiphase Flow, v.10, n.6, p.711-20, 1983.
- NÉMETH, J.; PALLAI, I. Spouted bed technique and its applications. Magy. Kem. Lapja., v.25, p.74, 1970.
- NISHIKAWA, K.; SEKOGUSHI, K.; FUKANO, T. On the pulsation phenomena in gas-liquid two-phase flow. **Bull. JSME**, v.12, p.1410-6, 1969.
- OLIVEIRA, W.P. Recobrimento de partículas em leito de jorro. São Carlos, 1992. 97p. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de São Carlos, SP.
- OLIVEIRA, W.P., SILVEIRA, A.M., FREIRE, J.T. Análise da vazão máxima de alimentação de água e de sangue bovino em um secador de leito de jorro. In XXI Encontro Sobre Escoamento em Meios Porosos, Ouro Preto, MG, 1994, Anais do XXI ENEMP, p. 488-489, 1994
- PETROVIC, L. J.; THODOS, G. Effectiveness factors for heat transfer in fluidized beds. Can. J. Chem. Eng., v. 46, p. 114-118, 1968.
- PORTER, S.C., HOGAN, J.E. Tablet film coating. **Pharm. Int.**, v.5, n.5 p. 122-127, 1984.

- PRESS, W.H.; FLANNERY, B.P.; TEUKOLSKY, S.A.; VETTERLING, W.T. Numerical recipies: the art of scientific computing. New York, Cambridge University Press, 1986.
- REGER, E.O., ROMANKOV, P.G., RASHKOVSKAYA, N.B. Drying of pastelike materials on inert bodies in a spouting bed, Zh. Prikl. Khim., v. 40, n. 10, p. 2198-2191, 1967.
- ROCHA, S.C.S.; CARTAXO, S.J.M.; PERRUCCI, A.L. Desenvolvimento de correlações de parâmetros relevantes no projeto de leito de jorro bidimensional. (Apresentado no Congresso Brasileitro de Sistemas Particulados - ENEMP) 1995, Maringá, PR.
- ROCHA, S.C.S.; TARANTO, O.P.; AYUB, G.E. Aerodynamics and heat transfer during coating of tablets in two-dimensional spouted bed. Can. J. Chem. Eng., v. 73, p. 308-312, 1995.
- ROWE, P.N.; CLAXTON, K.T. Heat and mass transfer from a single sphere to fluid flowing through an array. **Trans. Inst. Chem. Eng.**, v. 43, p. T321-T331, 1965.
- SCHMIDT; BECKMAN Equation. In KREITH, F. Princípios da transmissão de calor. São Paulo, Edgard Blücher, 1977. pp. 310-330
- SCOTT, J.M. Ph.D. Thesis, Univ. Of New England, Australia, 1986
- SINGISER, R.E.; HEISER, A.L.; PRILLIG, E.B. Air-suspension tablet coating. Chem. Eng. Progress, v. 62, n. 4, p. 107-111, 1966.
- STOCKER, R.A.; ENG, J.H.; BEHIE, L.A. Hydrodynamic and thermal modelling of a high temperature spouted bed reactor with a draft tube. Canadian Journal of Chemical Engineering, v.68, p.302-11, Apr. 1990.
- TOWNSHEND, J.L. Efficacy of oxamyl coated on alfalfa seed with polymer sticker in *Pratylenchus penetrans and Meloidogyne hapla* infested soils. Journal of Nematology, v. 21, p. 242-246, 1989.
- TUTU, N.K. Pressure drop fluctuations and bubble-slug transitions in a vertical two-phase water flow. **Int. J. Multiphase Flow**, v.10, p.211-6, 1984.

- TUTU, N.K. Pressure fluctuations and flow pattern recognition in vertical twophase gas-liquid flow. Int. J. Multiphase Flow, v.8, p.443-7, 1982.
- UEMAKI, O. KUGO, M. Heat transfer in spouted beds. Kogahu kogashu, v.311, p. 348-353, 1967.
- WURSTER, .E. Air-suspension technique of coating drug particles. J. Am. Pharm. Assoc., .v. 48, p.451-454, 1959.

APÊNDICE I

IDENTIFICAÇÃO E MONITORAMENTO DE REGIMES

Esse apêndice apresenta os resultados obtidos do estudo de monitoramento de regimes, apresentados nos Capítulos 3 e 4. Como mostrado anteriormente foram realizadas em aproximadamente 130 corridas experimentais para esse estudo. No Capítulo 4 foram apresentados alguns exemplos de gráficos de queda de pressão versus tempo e de espectros de potência da queda de pressão, para cada tipo de regime estudado. A seguir serão apresentados mais algumas das corridas realizadas.



Carga = 2,5 kg de Soja / Leito I / Ângulo da base 45° Regime: Jorro Estável



Figura A-1 - Monitoramento de Regimes - Corrida 32



Carga = 4,0 kg de Soja / Leito I / Ângulo da base 45° Regime: Jorro Estável



Figura A-2 - Monitoramento de Regimes - Corrida 36 -



Carga = 6,0 kg de Soja / Leito I / Ângulo da base 45° Regime: Jorro Estável



Figura A-3 - Monitoramento de Regimes - Corrida 40



Carga = 8,0 kg de Soja / Leito I / Ângulo da base 45° Regime: Jorro Estável



Figura A-4 - Monitoramento de Regimes - Corrida 44



Carga = 1,0 kg de Soja / Leito I / Ângulo da base 60° Regime: Jorro Estável



Figura A-5 - Monitoramento de Regimes - Corrida 60



Carga = 2,0 kg de Soja / Leito I / Ângulo da base 60° Regime: Jorro Estável



Figura A-6 - Monitoramento de Regimes - Corrida 62



Carga = 5,0 kg de Soja / Leito I / Ângulo da base 60° Regime: Jorro Estável



b - Espectro de Potência

Figura A-7 - Monitoramento de Regimes - Corrida 68



Carga = 7,0 kg de Soja / Leito I / Ângulo da base 60° Regime: Jorro Estável



Figura A-8 - Monitoramento de Regimes - Corrida 71



Carga = 1,5 kg de Milho / Leito I / Ângulo da base 45° Regime: Jorro Estável



Figura A-9 - Monitoramento de Regimes - Corrida 6



Carga = 3,0 kg de Milho / Leito I / Ângulo da base 45° Regime: Jorro Estável



Figura A-10 - Monitoramento de Regimes - Corrida 12



Carga = 6,0 kg de Milho / Leito I / Ângulo da base 45° Regime: Jorro Estável



Figura A-11 - Monitoramento de Regimes - Corrida 16



Carga = 6,0 kg de Milho / Leito I / Ângulo da base 45° Regime: Jorro Estável



Figura A-12 - Monitoramento de Regimes - Corrida 18



Carga = 1,0 kg de Milho / Leito I / Ângulo da base 60° Regime: Jorro Estável



Figura A-13 - Monitoramento de Regimes - Corrida 46







Figura A-14 - Monitoramento de Regimes - Corrida 48



Carga = 2,0 kg de Soja / Leito II / Ângulo da base 45° Regime: Jorro Estável



Figura A-15 - Monitoramento de Regimes - Corrida 88



Carga = 5,0 kg de Soja / Leito II / Ângulo da base 45° Regime: Jorro Estável



Figura A-16 - Monitoramento de Regimes - Corrida 92


Carga = 5,0 kg de Milho / Leito II / Ângulo da base 45° Regime: Jorro Estável



Figura A-17 - Monitoramento de Regimes - Corrida 78



Carga = 7,0 kg de Milho / Leito II / Ângulo da base 45° Regime: Jorro Estável



Figura A-18 - Monitoramento de Regimes - Corrida 80



Carga = 1,0 kg de Soja / Leito I / Ângulo da base 45° Regime: Leito Fixo



Figura A-19 - Monitoramento de Regimes - Corrida 25



Carga = 8,0 kg de Soja / Leito I / Ângulo da base 45° Regime: Leito Fixo



Figura A-20 - Monitoramento de Regimes - Corrida 43



Carga = 1,0 kg de Milho / Leito I / Ângulo da base 60° Regime: Leito Fixo





Figura A-21- Monitoramento de Regimes - Corrida 45



Carga = 7,0 kg de Milho / Leito I / Ângulo da base 60° Regime: Leito Fixo



Figura A-22- Monitoramento de Regimes - Corrida 57