

Secagem de defensivo agrícola do tipo grânulo dispersível em leito fluidizado de escala piloto

Drying of pesticide of the type dispersible granule in pilot scale fluidized bed

DOI:10.34117/bjdv7n4-002

Recebimento dos originais: 07/03/2021

Aceitação para publicação: 01/04/2021

Tales Martins Londe

Mestre Engenharia Química
Rua Macapá 50 - Santa Marta- Uberaba-MG
E-mail: tales.martins@hotmail.com

Euclides Antônio Pereira de Lima

Doutor Engenharia Química
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química –UNIUBE
Campos Aeroporto. Av. Nenê sabino 1801. 38.055-500. Uberaba-MG
E-mail: euclidesapl@yahoo.com.br

José Roberto Delalibera Finzer

Doutor Engenharia de Alimentos
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química -UNIUBE
Campos Aeroporto. Av. Nenê sabino 1801. 38.055-500. Uberaba-MG
E-mail: jose.finzer@uniube.br

RESUMO

Para a indústria de defensivos agrícolas, as formulações de Grânulos Dispersíveis são bastante comuns, sendo assim garantir a qualidade do produto final é fundamental para uma boa formulação. Submeter os Grânulos Dispersíveis a secagem em leito fluidizado é utilizado pela empresa onde se desenvolve este projeto. Para este trabalho, se faz necessário conhecer o comportamento das partículas e um estudo das suas características, a fim de realizar a secagem dos grânulos de um defensivoagrícola que será lançada futuramente pela empresa, e assim descrever o comportamento de um leito fluidizado em escala piloto, operando em batelada, na secagem dos grânulos para previsão do comportamento de uma unidade industrial. Os ensaios realizados ajudaram a determinar as melhores condições operacionais, e sua influência na qualidade final do produto. A secagem na temperatura de 60°C possibilitou obter o produto com umidade média especificada entre 1% e 3% com a qualidade desejada.

Palavras-Chave: Secador de Leito Fluidizado. Grânulos Dispersíveis. Secagem. Defensivos Agrícolas.

ABSTRACT

For the pesticide industry, Dispersible Granule formulations are quite common, so ensuring the quality of the final product is essential for a good formulation. Submitting the Dispersible Granules to fluidized bed drying is used by the company where this project is being developed. For this work, it is necessary to know the behavior of the

particles and a study of their characteristics, in order to dry the granules of a pesticide that will be launched in the future by the company, and thus describe the behavior of a fluidized bed on a pilot scale. , operating in batch, drying the granules to predict the behavior of an industrial unit. The tests carried out helped to determine the best operational conditions, and their influence on the final quality of the product. Drying at a temperature of 60°C made it possible to obtain the product with a specified average humidity between 1% and 3% with the desired quality.

Keywords: FluidizedBed Dryer.DispersibleGranules.Drying.Pesticides.

1 INTRODUÇÃO

Uma formulação de defensívo agrícola bastante utilizada na indústria, é a do tipo WG (Grânulos Dispersíveis em água) que comumente é efetuada por extrusão. É composta por inertes que podem ser solúveis ou não e por ingredientes ativos que são insolúveis, e que posteriormente serão dispersos em calda para aplicação.

Uma das etapas primordiais na produção dos grânulos é a de secagem, que pode influenciar diretamente na qualidade e custo do produto. A secagem por sua vez é uma etapa apoiada na termodinâmica onde ocorre transporte de massa (água) em contrapartida a troca de energia (calor). A duração da operação depende diretamente das características do material, do formato, do tipo de equipamento utilizado e de suas condições de operação. A vibração do leito de secagem consiste em uma das técnicas usadas para aperfeiçoar a secagem: FINZER, et al., 1997; MENEZES et al., 1998; FINZER, et al., 2003; FINZER, et al., 2007.

A secagem normalmente é uma etapa de alto custo que demanda grandes quantidades de energia para evaporar a água presente no material úmido, por meio de seu aquecimento, cujo objetivo é reduzir a presença de água no material à valores especificados que normalmente variam de acordo com material e necessidades do processo. Nessa etapa de fabricação de grânulos dispersíveis, pode ser primordial na qualidade do produto final, uma vez que durante a mesma, ocorrem inúmeras variações nas características físicas, químicas e mecânicas do material, tornando fundamental ter conhecimento desses mecanismos, do material e de seus efeitos. Um estudo de estabilidade dos produtos finais após os ensaios, será realizado com as amostras produzidas, a fim de entender a influência das variáveis do processo em suas características e em sua vida de prateleira, para que se garanta um produto de qualidade juntamente com a otimização das condições de operação do secador.

O presente trabalho tem por objetivo utilizar um secador de leite fluidizado em escala piloto para realizar a secagem de um novo produto que será lançado pela empresa OuroFino Química S.A, a fim de se determinar qual a melhor temperatura de secagem para o produto, e garantir que se tenha uma alta qualidade durante toda a vida de prateleira.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 DEFENSIVOS AGRÍCOLAS

Agrotóxicos, defensivos agrícolas, pesticidas, praguicidas, remédios de planta ou veneno: são inúmeras as denominações relacionadas a um grupo de substâncias químicas utilizadas no controle de pragas e doenças de plantas.

No Brasil o MAPA (Ministério da Agricultura, pecuária e Abastecimento) estabelece por meio do decreto nº 4.074, de 4 de janeiro de 2002, a seguinte denominação para os defensivos agrícolas:

Agrotóxicos e afins - produtos e agentes de processos físicos, químicos ou biológicos, destinados ao uso nos setores de produção, no armazenamento e beneficiamento de produtos agrícolas, nas pastagens, na proteção de florestas, nativas ou plantadas, e de outros ecossistemas e de ambientes urbanos, hídricos e industriais, cuja finalidade seja alterar a composição da flora ou da fauna, a fim de preservá-las da ação danosa de seres vivos considerados nocivos, bem como as substâncias e produtos empregados como desfolhantes, dessecantes, estimuladores e inibidores de crescimento (BRASIL, 2002).

Os principais tipos de defensivos descritos por Silva e Costa (2012) são:

Herbicidas – produtos destinados para eliminação ervas daninhas. E podem ser classificados de acordo com seu uso (aplicados no solo, pré-emergentes ou pós-emergentes) e modo de ação sobre o mecanismo bioquímico da planta. Podem ser também segmentados em herbicidas não seletivos (que destroem todas as plantas) e seletivos (aqueles que atacam unicamente a praga, preservando a lavoura). **Inseticidas** – são produtos à base de substâncias químicas ou agentes biológicos destinados a eliminar insetos. **Fungicidas** – são agentes físicos, químicos ou biológicos destinados a combater os fungos. **Acaricidas** – produtos químicos destinados a controlar ou eliminar ácaros. **Agentes biológicos de controle** – organismos vivos que atuam por meio de uma ação biológica como a de parasitismo ou de competição com a praga.

2.1.1 Formulação De Um Defensivo

Os defensivos agrícolas estão disponíveis no mercado em varias formas diferentes, e a sua formulação é um processo pelo qual o produto é colocado em uma forma que pode ser facilmente produzido, armazenado, transportado e aplicado de modo prático e seguro, e que também possua eficácia no controle (HAZRA; PURKAIT, 2019). Para a elaboração de uma formulação Azevedo e Freire (2006) relatam que se faz necessário conhecer as principais características físico químicas do ingrediente ativo utilizado, sendo elas.

Aspecto físico – O ingrediente ativo pode ser um líquido viscoso, ou cristais.

Solubilidade – Se possui ou não solubilidade em água, ou em algum outro solvente organico, e se é estável no mesmo.

Ponto de Fusão – Para formulações que nescesitem processos de moagem, pode ocorrer o aquecimento durante o mesmo.

Estabilidade Química – Conhecimento da estabilidade química é importante e útil para se definir qual o tipo de formulação que poderá ser desenvolvido. Por exemplo, se o ingrediente ativo tem facilidade de se hidrolisar. Neste caso, não é seguro uma formulação que possua água em sua composição.

2.2 GRÂNULOS DISPERSÍVEIS (WG)

Os grânulos dispersíveis em água (WG), são descritos por Hazra e Purkait (2019) como um produto composto pela agregação de pós em grânulos uniformes para facilitar o manuseio e minimizar a suspensão de particulados respiráveis. Para aplicação são dispersos em tanque de pulverização e então aplicados como uma suspensão. Os grânulos devem ser resistentes o suficiente para não se desintegrarem em pó, e também se dispersar prontamente e completamente no tanque de pulverização, evitando assim o entupimento dos bicos de aplicação.

Varios métodos podem ser usados para a formação dos granulos a partir da mistura de pós inicial, estes incluem a granulação em panela rotativa (*pan granulation*), granulação em leito fluidizado, secagem por pulverização (*spray dryer*) e extrusão, sendo esta ultima a mais comum. Existem várias vantagens da formulação WG em relação as demais, como: Baixa emissão de pós durante o preparo da calda; Facilidade no manuseio e dosagem; Boa estabilidade físico química; Possibilita formulações de altas concentrações de ingredientes ativos; Fácil estocagem de embalagens após o uso.

2.3 EXTRUSÃO

Riaz *et al.* (2009) descreve a extrusão como um processo que combina várias operações unitárias. E também modificações físico-químicas, frequentemente em combinação, como mistura, corte, moldagem, fusão, secagem e também processos como a texturização, culminando na saída do respectivo produto através de um orifício. O processo de extrusão pode ser promovido através da utilização de um pistão, de um conjunto de rolos ou uma rosca sem fim (parafuso), para forçar o material, normalmente através de uma abertura estreita, a chegar à forma desejada. Os equipamentos que asseguram a efetivação desta etapa de processamento industrial denominam-se extrusoras ou extrusores (LOPES-DA-SILVA; CHOUPINA, 2014).

São utilizados, para produzir diversos tipos de produtos com uma gama de formas e texturas (BERNARDES, 2006). A extrusão tem por objetivo transformar partículas de pós cristalinos ou amorfos em agregados sólidos de resistência e porosidade variada. Em comparação a uma simples mistura de pós, o granulado apresenta algumas vantagens (COUTO, 2000).

Facilidade de escoamento e boas propriedades de fluidez – Muitos pós, devido ao seu tamanho pequeno, forma irregular ou características de superfície, são muito aderentes e não permitem uma boa fluidez.

2.4 SECAGEM

Secagem é um processo de transferência simultânea de calor e massa. O calor é necessário para evaporar a água removida da superfície do produto que está sendo secado pelo meio externo que promove a secagem, normalmente o ar (OLIVEIRA; MARTINS, 2020).

Mujumdar *et al.* (2006) descreve os dois processos que ocorrem simultaneamente como:

Transferência de energia (principalmente como calor) do ambiente circundante para para o sólido, utilizada para evaporar a umidade da superfície. A remoção de água como vapor da superfície do material, depende das condições externas de temperatura, umidade do ar e velocidade, área superficial e pressão.

Transferência de umidade interna para a superfície do sólido e sua subsequente evaporação associado ao mecanismo citado anteriormente. O movimento da umidade de dentro para fora do sólido, é uma função da natureza física do sólido, da temperatura e seu teor de umidade. Portanto, em função do material processado e do tipo de secador,

ocorrem vários aspectos fenomenológicos citados por: BUCEK, *et al.*, 2020; CAVALLARO, *et al.*, 2020; LOURENÇO e FINZER, 2013; SFREDO, *et al.*, 2005.

Para Albuquerque (2011) alguns dos mecanismos de transferência de água do interior do material para a superfície, mais importantes são:

Difusão líquida: Relacionada a existência de um gradiente de concentração no material.

Difusão de Vapor: Devido ao gradiente de pressão de vapor que é causado pelo gradiente de temperatura e concentração.

Escoamento de Líquido e vapor: Que ocorre devido a diferença de pressão externa, capilaridade, concentração e alta temperatura.

Determinar quais dos mecanismos estão atuando durante a secagem do material pode ser bastante complexo, normalmente um mecanismo tem predominância durante determinado instante do processo, porém pode haver diferentes mecanismos atuando em diferentes fases ou até mesmo em conjunto durante a etapa completa de secagem. A predominância do mecanismo está relacionada às características físicas e estruturais do sólido e a distribuição da umidade durante a secagem. Durante a secagem é bastante comum a classificação de dois períodos de taxa de secagem. Sendo um período de taxa constante de secagem e um período de taxa decrescente, ambos baseados na velocidade de secagem do material.

Durante o período de taxa constante, a transferência de umidade no produto é suficientemente alta para manter uma saturação de água na superfície, e a taxa de secagem é controlada pela taxa de calor transferida para a superfície de evaporação. A taxa de transferência de massa se equilibra com a taxa de transferência de calor e a temperatura da superfície permanece constante. O término desta etapa corresponde ao momento em que a migração interna de água para a superfície do material não consegue mais compensar a evaporação da água livre na superfície, então a taxa de secagem começa a diminuir e a temperatura do sólido a aumentar. Então é atingido o segundo período, o de taxa decrescente de secagem. Neste período a taxa de secagem depende do transporte de umidade do interior do material para a sua superfície. Então a taxa de secagem decresce continuamente até que o sistema atinja o equilíbrio caracterizado pela igualdade de atividade de água no ar e superfície do sólido (PERRY *et al.*, 1997).

2.5 FLUIDIZAÇÃO

Para Kunii e Levenspiel (1991) a fluidização é uma condição em que partículas sólidas são colocadas em estado de fluido por meio de suspensão em um gás ou líquido. Quando o fluido escoar em baixa velocidade, percolando entre os espaços vazios do material particulado, inicialmente em estado estacionário, sem promover sua suspensão, este leito é dito como fixo. Aumentando a velocidade de escoamento do fluido, ao ponto em que a força de arrasto promovida pelo fluido nas partículas se iguala a força peso das partículas, ocorre a suspensão do sólido particulado, classificando assim, o leito como fluidizado.

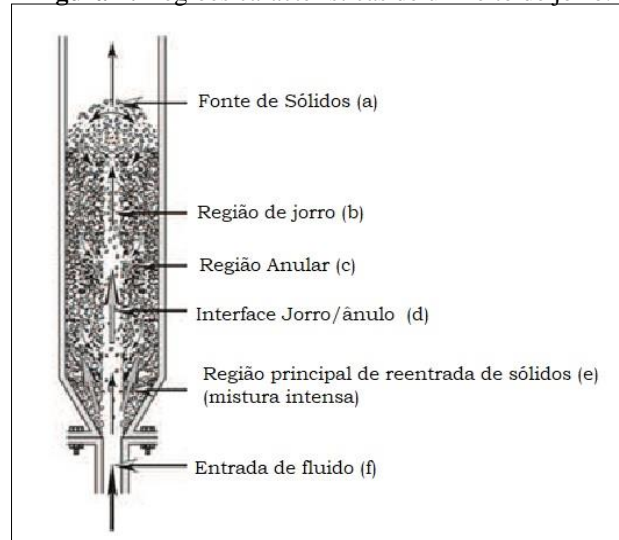
2.6 LEITO DE JORRO

Para Cremasco (2018) o leito de jorro é um caso particular da fluidização, sendo aplicados em partículas grandes como as do grupo D de Geldart, para promover o contato fluido-partículas durante a fluidização. A rápida coalescência de bolhas, altas taxas de transferência de massa e calor, intensa mistura do material fluidizado, as altas taxas de circulação das partículas que acendem na parte central do leito com recirculação pelas laterais e a necessidade de grandes quantidades de fluido para promover a fluidização dos materiais são algumas das principais características deste tipo de fluidização. Este sistema é classificado em cinco regiões distintas do contato fluido-partículas, conforme Figura 1.

A região de fonte de sólidos, Figura 1(a), é o local onde finaliza o jorro vertical onde se distribuem as partículas para o espaço radial. A região de jorro, Figura 1(b), é onde ocorre o transporte ascendente e diluído das partículas; a região anular, Figura 1(c), é o domínio onde se tem as partículas em fase densa, escoando em contracorrente à fase fluida em ascensão; a interface jorro/ânulo, Figura 1(d), como o próprio nome diz, é o local que limita as regiões de jorro e anular; já a região principal de reentrada de sólidos, Figura 1(e), situa-se na base do leito, onde ocorre uma mistura intensa fluido/partícula.

Em se tratando de fluidização gás-sólido, geralmente usa-se distribuidores localizados na base do leito, na região de entrada de fluido, Figura 1(f), os quais têm as funções de servir como suporte aos sólidos particulados, bem como, homogeneizar o escoamento de fluido, e melhorando a distribuição nos sólidos particulados. Para auxiliar na formação do jorro, geralmente um secador ou outro equipamento como um reator para este fim tem base cônica.

Figura 1: Regiões características de um leito de jorro.



Fonte: Adaptado de Cremasco, (2018).

2.7 PREVISÃO DO REGIME DE FLUIDIZAÇÃO

Inicialmente para prever o comportamento de uma operação de secagem em sistema gás-sólido, o regime de contato durante a operação deve ser identificado, para assim utilizar as equações de desempenho apropriadas ao regime determinado, entre vários gráficos construídos para mapear estes regimes Kunii e Levenspiel, (1991) citam que o modelo de Grace, apresenta ser útil para aplicações em engenharia. Utilizando-se o diagrama Figura 3 é possível quantificar as configurações possíveis de leitos fluidizados gás-sólido em função do tamanho adimensional das partículas, d_p^* , calculada conforme a Equação (1). É possível quantificar o início da fluidização assim como a velocidade terminal em leitos com partículas de tamanho único e localizar os limites para a classificação de sólidos de Geldart.

$$d_p^* \equiv d_p \left[\frac{\rho_g(\rho_p - \rho_g)g}{\mu_f^2} \right]^{\frac{1}{3}} = Ar^{\frac{1}{3}}, \quad (1)$$

A velocidade adimensional do gás, u^* , calculada conforme a equação (2);

$$u^* \equiv u_g \left[\frac{\rho_g^2}{\mu_f(\rho_p - \rho_g)g} \right]^{\frac{1}{3}} = \frac{Re_p}{Ar^{\frac{1}{3}}}. \quad (2)$$

Nas Equações (1) E (2), u_g é a velocidade superficial do gás, ρ_g é a densidade do gás, ρ_p é a densidade da partícula, μ_g é a viscosidade do gás.

Ar é o número de Arquimedes representado pela equação (3);

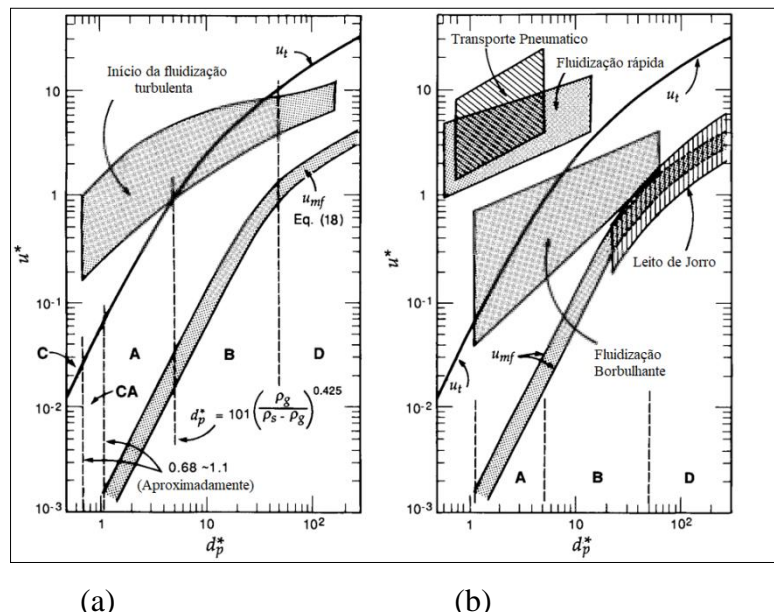
$$Ar = \left(\frac{gd_p^3 \rho_g (\rho_p - \rho_g)}{\mu_f^2} \right) \quad (3)$$

Re_p é o número de Reynolds da partícula representado pela equação (4);

$$Re_p = \left(\frac{\rho_g u_g d_p}{\mu_f} \right) \quad (4)$$

Diagramas como este se aplicam a velocidade mínima de fluidização, e velocidade terminal para leitos com partículas de um único tamanho. Também mostram que as partículas do grupo A e B de Geldart operam de forma estável, enquanto que para as do grupo D, a faixa de velocidade para o regime borbulhante é estreita.

Figura 2: Diagrama geral do regime e de escoamento para toda a faixa de contato gás-sólido, a partir da classificação de Geldart para sólidos.



Fonte: Adaptado de Kunii e Levenspiel, (1991).

2.8 ESFERICIDADE

A forma de uma partícula individual é convenientemente expressa em termos da esfericidade Φ_s , que é independente do tamanho da partícula. Para uma partícula esférica de diâmetro D_p , a esfericidade é $\Phi_s = 1$; para uma partícula não esférica, a esfericidade é definida pela relação da Equação (5):

$$\phi_s \equiv \frac{6V_p}{D_p S_p} \quad (5)$$

Onde:

D_p é o diâmetro equivalente ou diâmetro nominal da partícula;

S_p é a área de superfície de uma partícula;

V_p é o volume de uma partícula.

Com esta definição $\phi = 1$ para esferas e $0 < \phi < 1$ para todas as outras formas de partículas. A Tabela 1 lista exemplos de esfericidades calculadas para diferentes sólidos.

Tabela 1: Esfericidade de partículas.

Tipo de partícula	Esfericidade	ϕ_s
Esfera	1.00	
Cubo	0.81	
Cilindro		
h = d	0.87	
h = 5d	0.70	
h = 10d	0.58	

Fonte: Adaptado de Kunii e Levenspiel, (1991).

2.9 DIÂMETRO DE PENEIRAS

Para tamanhos intermediários de partículas, a análise granulométrica é a maneira mais conveniente para medir o tamanho das partículas. São disponíveis várias peneiras padronizadas comumente da série padrão Tyler. As partículas passantes através de uma tela de malha 150, mas retidas em uma tela de malha 200 são representadas por -150 + 200, e então calculado conforme Equação (6):

$$d_{\#} = \frac{104 + 74}{2} = 89 \mu m \quad (6)$$

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 MATERIAL

O material trabalhado consiste em um defensivo agrícola do tipo WG (Grânulo Dispersível) produzido por extrusão, possui formato similar a um cilindro e aspecto poroso, como pode ser visto na Figura 3.

Figura 3: Defensivo agrícola do Tipo WG.



Fonte: Autor, (2020).

3.2 O EQUIPAMENTO

A Figura 4 demonstra o aparato experimental que é composto pelo leito fluidizado, unidade de controle e leitura de dados, câmera de aquecimento do ar, e compressor centrífugo. O conjunto fica alocado em uma capela equipada com lavador de gases, (em virtude de particulados finos ($< 100\mu\text{m}$) não serem retidos pelo filtro na extremidade do equipamento) no laboratório de PD&I (Pesquisa, Desenvolvimento e Inovação) da Empresa Ourofino Química S.A. O secador de leito fluidizado, de formato cilíndrico é constituído em acrílico para melhor observação do conteúdo processado, possui 19,3 cm de diâmetro Interno, 32,0 cm de altura. Possui três pontos de monitoramento de temperatura, sendo, um na entrada do ar, o segundo a altura de 3,0 cm em contato com material, este por sua vez utilizado como ponto de coleta de amostras, e o terceiro ponto a 39,5 cm de altura na saída do ar.

Figura 4: Equipamento utilizado no experimento e principais dimensões



Fonte: Autor, (2020).

O fundo do leito para que se possa ter uma distribuição uniforme do ar em escoamento, é constituído por uma malha (*mesh*)100 que possui abertura de 150 μm , as dimensões do equipamento são apresentadas na Figura 4.

O ar alimenta o leito fluidizado por sua base, sendo transportado por uma tubulação de diâmetro 12 cm, menor que o diâmetro do leito, o que concentra o ar em escoamento no centro do equipamento ocasionando na periferia do leito uma região sem escoamento de ar.

A fim de distribuir melhor o ar no equipamento, uma barreira foi adicionada abaixo da malha que constitui o fundo do mesmo, entretanto, o problema não foi mitigado, pois gerou na região central do equipamento uma zona de menor fluxo de ar, que acarreta no acúmulo de particulados não fluidizados, devido ao baixo fluxo. Para mitigar o problema, um funil com as extremidades vedadas e de mesmas dimensões da barreira foi adicionado no interior do leito ocupando a região de menor fluxo, assim durante a fluidização as partículas ao se deslocarem para a região central (de menor escoamento de ar) no sentido descendente, se chocam com o funil e são reorientadas para as extremidades do equipamento, sendo esta a região de ar em escoamento. Devido a necessidade de tais ajustes o funcionamento do leito é similar ao de um leito de jorro, porém com o escoamento na fonte com direção invertida.

3.3 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA DAS PARTÍCULAS

A fim de realizar uma análise granulométrica das partículas uma população de 50 partículas foi separada aleatoriamente durante o experimento e foram mensuradas suas dimensões de comprimento e diâmetro com auxílio de um paquímetro digital da marca *Mitutoyo* que é submetido a calibração anualmente.

3.4 EXPERIMENTO

3.4.1 Secagem do material

Após a etapa de extrusão o material então passa por uma etapa manual de quebra dos grânulos para obter-se um produto mais homogêneo granulometricamente. Uma amostra representativa de todo material foi retirada para determinação da umidade inicial do material, e então o mesmo foi fracionado em 6 partes de 450 gramas e foram submetidas ao secador nas mesmas condições de operação, as quais são utilizadas no dia a dia de operação do equipamento conforme indicação do fabricante, assim tendo como única variável a temperatura de secagem. As frações do material foram submetidas às

temperaturas de 45°C, 50°C, 55°C, 60°C, 65°C e 70°C. Durante a secagem amostras foram retiradas a cada 2 minutos para acompanhamento da umidade das mesmas.

3.4.2 Determinação da umidade das amostras

Para determinação do teor de umidade das amostras, o material foi analisado por titulação pelo método de Karl Fischer no equipamento (Methrom 870 KF Titrino Plus), ver a Figura 5. Foram utilizadas amostras de aproximadamente 0,2 gramas para cada determinação. As medidas foram realizadas em triplicata e os resultados expressos em média.

Figura 5: Titulador Karl Fisher



Fonte: Autor, (2020).

3.5 AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DO MATERIAL

Durante o desenvolvimento de formulações de defensivos, é essencial que o produto mantenha suas características físicas e químicas durante todo o seu prazo de validade similares, as iniciais de quando o produto foi desenvolvido, para isso o material é armazenado em diversas condições e análises são realizadas ao decorrer do tempo a fim de avaliar o comportamento do produto durante o seu prazo de validade. É denominado testes de estabilidade acelerada quando o produto é armazenado em altas temperaturas para que o produto fique sob situação de maior *stress* do que quando armazenado em temperatura ambiente, estas condições de armazenagem usadas nos testes são as descritas a seguir:

- 54°C por 14 dias, 40°C por um mês, 40°C por dois meses, 40°C por três meses.
- Temperatura ambiente durante o prazo pretendido de validade do produto.

Para que o produto seja considerado uma formulação estável o mesmo precisa ser aprovado nas análises pertinentes a cada tipo de formulação quando submetidas às temperaturas descritas acima.

3.5.1 Dispersibilidade

Para formulações de Grânulos dispersíveis (WG), uma avaliação de suma importância é a dispersibilidade, este teste consiste adicionar uma determinada massa do produto em uma proveta com água, e então a mesma é invertida 180° e retorna a sua posição inicial, considerando este ciclo como uma unidade, e então esta operação é repetida até total dispersão dos grânulos. Para este teste quanto menor a quantidade de inversões melhor. Parâmetros internos para este teste, um bom produto deve iniciar a estabilidade com menos de 20 inversões, e nas análises de 14 dias a 54°C e três meses a 40°C não ultrapassem 30 inversões.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 AVALIAÇÃO DOS RESULTADOS DE UMIDADE

Para realização do experimento o material formulado foi fracionado e identificado da seguinte forma:

- Amostra 1: Material submetido a secagem a 45°C.
- Amostra 2: Material submetido a secagem a 50°C.
- Amostra 3: Material submetido a secagem a 55°C.
- Amostra 4: Material submetido a secagem a 60°C.
- Amostra 5: Material submetido a secagem a 65°C.
- Amostra 6: Material submetido a secagem a 70°C.

Inicialmente antes das etapas de secagem o foi determinada a umidade inicial do material que foi de 12,09% (base úmida), determinada via Karl Fisher. Após análise inicial as amostras foram submetidas à secagem em leito fluidizado e os resultados obtidos são mostrados na Tabela 3 referente aos valores de umidade das amostras.

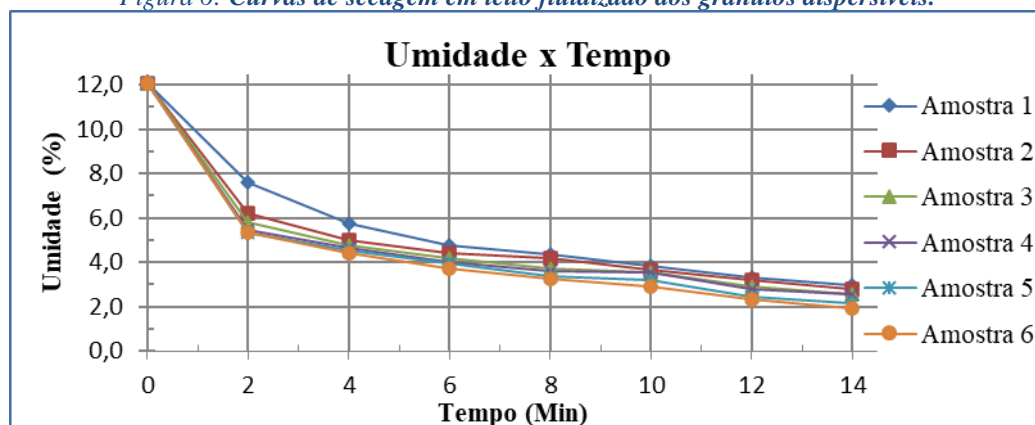
Tabela 2: Resultados de umidade (base úmida) das amostras em %.

Tempo de secagem (min)	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4	Amostra 5	Amostra 6
2	7,63	6,2	5,81	5,45	5,37	5,33
4	5,78	4,99	4,76	4,66	4,53	4,44
6	4,79	4,4	4,19	4,03	3,98	3,71
8	4,36	4,17	3,73	3,61	3,37	3,23
10	3,82	3,69	3,54	3,53	3,22	2,91
12	3,34	3,18	2,89	2,79	2,44	2,32
14	2,99	2,77	2,58	2,57	2,17	1,9

Fonte: Autor, (2020).

Relacionando os valores de umidade x tempo das amostras obtém-se o gráfico da Figura 23 que mostra as curvas de secagem em leito fluidizado. Em cada batelada foram alimentados no leito 0,45 kg de granulado com umidade inicial de 12,09% (base úmida). Os grânulos que devem ter a umidade reduzida para valores entre 1 e 3% por razões do processo industrial. Para os grânulos temperaturas de até 70°C não apresentam restrições no sistema de secagem. Para obter a umidade menor que 3% (base úmida) a temperatura do ar de secagem em 70°C possibilita a obtenção desta umidade em um menor tempo 10 minutos. Porém ainda será necessário uma avaliação de estabilidade do material.

Figura 6: Curvas de secagem em leito fluidizado dos grânulos dispersíveis.



Fonte: Autor, (2020).

4.2 RESULTADOS DA ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

Os resultados encontrados da análise granulométrica realizada no experimento são representados na Tabela 4 abaixo, como o formato das partículas é similar a um cilindro, foi quantificado o comprimento e diâmetro médio da população total das partículas analisadas, sendo encontrado um comprimento de 3,02 mm e diâmetro de 0,98 mm.

Tabela 3: Resultado da análise granulométrica das partículas

Nº da Partícula	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Comprimento (mm)	2,87	3,49	2,39	2,14	2,83	2,67	1,88	2,49	2,88	3,08
Diâmetro (mm)	0,97	0,99	0,97	0,97	0,98	1,00	0,98	0,96	0,99	0,96
Nº da Partícula	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
Comprimento (mm)	2,85	1,86	1,88	3,73	2,89	3,65	3,02	3,30	2,19	3,26
Diâmetro (mm)	0,98	0,99	1,00	0,96	0,97	1,00	0,97	0,98	1,02	0,95
Nº da Partícula	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
Comprimento (mm)	2,74	3,72	2,28	2,90	4,62	3,96	3,49	4,22	2,50	3,05
Diâmetro (mm)	0,94	1,00	0,94	0,96	1,00	0,94	0,94	0,98	1,01	0,96
Nº da Partícula	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40
Comprimento (mm)	1,66	3,26	2,18	3,44	3,54	2,34	3,06	3,87	2,63	3,27
Diâmetro (mm)	0,98	0,99	1,01	0,95	0,97	0,97	0,94	0,96	0,98	0,99
Nº da Partícula	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50
Comprimento (mm)	3,03	3,83	2,40	5,58	3,97	4,39	2,73	2,07	2,89	2,17
Diâmetro (mm)	1,00	0,99	1,00	1,00	0,97	0,98	0,99	0,98	0,98	0,97

Fonte: Autor, 2020.

Simulando que essa população de partículas fosse submetida a uma serie de peneiras Tyler, e que a retenção das mesmas seja apenas pelo comprimento, obtém-se a seguinte distribuição.

Tabela 4: Distribuição de partículas em sistema de malhas Tyler.

Malhas Tylers	Abertura (mm)	Diâmetro médio (mm)	Número Partículas Retidas	Fração retida	Fração Passante (x _r)	$\frac{X_n}{a_n}$
3,5	5,66	-	0	0,000	1,000	0,000
4,0	4,76	4,380	1	0,020	0,980	0,005
5,0	4,00	3,680	3	0,060	0,920	0,016
6,0	3,36	3,095	11	0,220	0,700	0,071
7,0	2,83	2,605	15	0,300	0,400	0,115
8,0	2,38	2,190	9	0,180	0,220	0,082
10,0	2,00	1,840	7	0,140	0,080	0,076
12,0	1,68	1,545	3	0,060	0,020	0,039
14,0	1,41	1,300	1	0,020	0,000	0,015

Fonte: Autor, 2020.

4.3 DETERMINAÇÃO DO DIÂMETRO MÉDIO DE SAUTER

O diâmetro Médio de Sauter, diâmetro médio da partícula tal que: se todas as partículas tivessem esse diâmetro médio, a área da superfície total seria a mesma que a da mistura (RICHARDSON, et al, 2006). Calculado conforme a Equação 7:

$$\bar{D}_P = \frac{1}{\sum \frac{X_n}{a_n}} \quad (7)$$

Sendo: X_na fração de massa retida na malha

a_n a media entre a abertura das duas peneiras, passante e retida.

$$\bar{D}_p = \frac{1}{0,3528} = 2,83 \text{ mm}$$

4.4 REGIME DE OPERAÇÃO DO LEITO FLUIDIZADO

Analisando a distribuição granulométrica pode-se observar que maior parte das partículas ficaram retidas na peneira nº 70 que indica diâmetro médio para essas partículas de 3,095 mm não gerando grande discrepância em relação ao diâmetro de Sauter que é de 2,83 mm.

O comprimento e diâmetro médio dos grânulos são de 3,02mm e 0,98mm, respectivamente, obtidos pela média de leitura de 50 partículas. Os dados do experimento foram usados para quantificar a densidade absoluta das partículas obtendo-se 1,33 g/cm³.

O diâmetro da esfera de mesmo volume que a partícula, foi calculado considerando que, as partículas possuem forma cilíndrica, com comprimento médio de 3,08 vezes o diâmetro, aplicando as equações 8 e 9.

$$V_{cilindro} = \left(\frac{\pi d^2}{4}\right) 3,08d = \frac{\pi d_s^3}{6} \quad (8)$$

Relacionando o volume do cilindro no cálculo do diâmetro da esfera tem-se:

$$d_s = \left[\left(\frac{6 \times 3,08}{4}\right) d^3\right]^{1/3} \rightarrow d_s = 4,62^{1/3} \times d = 1,73 \times d \quad (9)$$

Sendo o diâmetro 0,98 mm tem-se: $\rightarrow d_s = 1,73 \times 0,98 = 1,70 \text{ mm}$

Ao obter o diâmetro da esfera de mesmo volume pode-se relacionar a Equação (10).

$$\phi_s \equiv \frac{6V_p}{D_p S_p} \rightarrow \phi_s = \frac{\pi \cdot (1,70^2) \cdot d^2}{\frac{\pi}{2} \cdot d^2 + 3,08\pi d^2} \rightarrow \frac{(1,70)^2}{0,5 + 3,08} \rightarrow \frac{2,89}{3,58} \rightarrow \phi_s \cong 0,82 \quad (10)$$

O diâmetro da esfera de mesmo volume que a partícula é de 1,70 mm e a esfericidade 0,82. A velocidade do ar na entrada do leito foi de 2,36m/s, medida com anemômetro digital, como média aritmética de 12 repetições. Na parte central do secador

a velocidade média na operação foi de 1,90 m/s, devido a influência do funil central adicionado para eliminar a zona de menor escoamento de ar presente no equipamento.

A porosidade do leito fixo foi quantificada determinando-se o número de partículas contidas (2340 partículas) em uma proveta de 10 mL, com o volume médio de uma partícula se obtém o volume total das partículas e a porosidade do leito em 47%.

A velocidade mínima de fluidização foi obtida com aplicação da Equação (11), em função do número de Archimedes, Equação (12), descritas por Rhodes (2008).

$$Re_{mf} = 25,7 \left(\sqrt{(1 + 5,53 \cdot 10^{-5} Ar)} \right) - 1 \quad (11)$$

$$Ar = \frac{d_p^3 \cdot \rho (\rho_s - \rho) \cdot g}{\mu^2} \quad (12)$$

Sendo:

Re_{mf} referente à velocidade mínima de fluidização; d_p o diâmetro médio de Sauter (2,83 mm); ρ e ρ_s a densidade do ar e das partículas, respectivamente; g a aceleração gravitacional e μ a viscosidade do ar, referente à operação de secagem na temperatura de 70°C.

Com o número de Archimedes (1.832.480,37) e de Reynolds obtidos (258,98) se obtém a velocidade mínima de fluidização 0,97 m/s. A velocidade de operação é 2,43 vezes a u_{mf} . Para os parâmetros da Figura 7: $dp^* = Ar^{1/3}$ e $u^* = Re_p / Ar^{1/3}$, sendo 122,7 e 2,12, respectivamente. O ponto P em azul da referida figura consiste na representação da operação de secagem do estudo atual para as partículas calculadas a partir do diâmetro médio de Sauter.

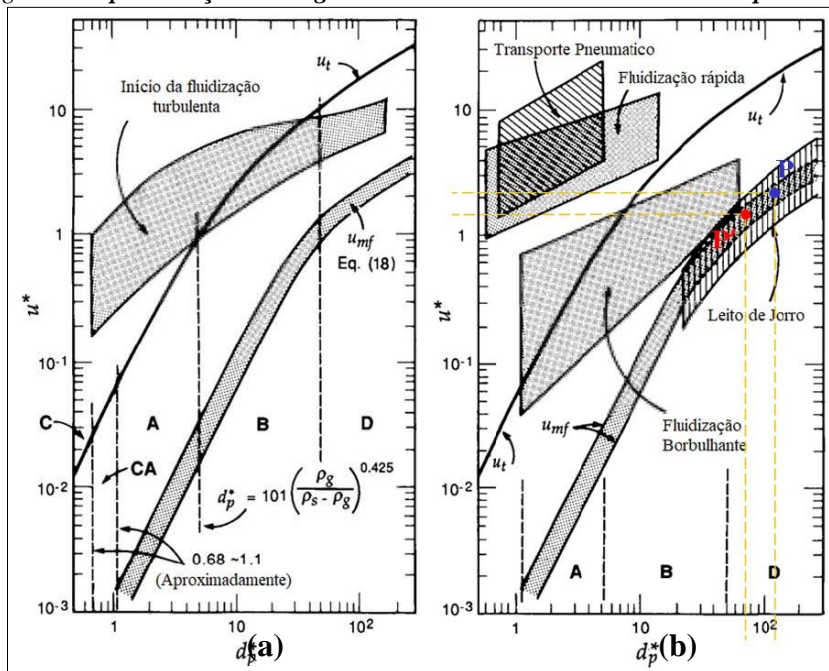
Considerando os cálculos feitos anteriormente agora para d_p sendo o diâmetro da esfera de mesmo volume (1,70 mm); e todos os demais parâmetros conforme utilizados no exemplo anterior, obtém-se, número de Archimedes (397.216,05) e de Reynolds (122,16), que nos permite calcular novos valores de dp^* e u^* , conforme Equações (1) e (2).

$$d_p^* = Ar^{1/3} \rightarrow d_p^* = 138.346^{1/3} \rightarrow d_p^* \cong 73,5 \quad (1)$$

$$u^* = Re_p / Ar^{1/3} \rightarrow u^* = 66,42 / 138.346^{1/3} \rightarrow u^* \cong 1,66 \quad (2)$$

Os novos valores obtidos são representados na Figura 7 pelo ponto P' em vermelho (para partículas considerando diâmetro da esfera) e P azul (para partícula calculado pelo Diâmetro Médio de Sauter).

Figura 7: Representação dos regimes de escoamento encontrados no experimento.



Fonte: Adaptado de (Kunii e Levenspiel, 1991).

4.5 AVALIAÇÃO DA ESTABILIDADE DO MATERIAL

O material produzido durante os testes de secagem foram submetidos ao procedimento de avaliação da estabilidade conforme parâmetros internos da empresa onde o material foi desenvolvido, o teste realizado foi de dispersibilidade devido a sua criticidade para este tipo de formulação. Os resultados de dispersibilidade do produto são apresentados na Tabela 6, e representam quantas vezes a proveta contendo o material foi invertida em um ângulo de 180° para que ocorra total dispersão dos granulos.

Tabela 5: Resultados de dispersibilidade após testes de estabilidade.

Material	Temp. Ar Secagem	Inicial	54°C 14 Dias	T.A 1 Mês	T.A 2 Meses	T.A 3 Meses	40°C 1 Mês	40°C 2 Meses	40°C 3 Meses
Amostra 1	45°C	13	15	13	14	14	17	16	17
Amostra 2	50°C	14	16	14	15	15	17	18	18
Amostra 3	55°C	13	16	15	14	15	17	18	18
Amostra 4	60°C	14	28	15	15	16	18	18	21
Amostra 5	65°C	15	44	17	17	17	18	22	28
Amostra 6	70°C	18	68	17	17	17	18	25	57

Fonte: Autor, 2020.

A **amostra 4** apresentou considerável aumento no número de inversões após estabilidade de 54°C 14 dias, 28 inversões e 21 inversões após 3 meses a 40°C, porém os resultados obtidos são aceitáveis para aprovação do produto. Amostra considerada Aprovada.

A **amostra 5** após 3 meses a 40°C ainda apresentou valores dentro do aceitável, 28 inversões, porém ao avaliar amostra após submetida a 54°C por 14 dias, a mesma apresentou 44 inversões, o que reprova o produto de acordo com os parâmetros internos.

A **amostra 6**, foi Reprovada por apresentar altos valores após submetida a 40°C por 3 meses, 57 inversões, e 68 após 54°C por 14 dias. Resultados que não atendem padrões internos de aprovação do produto.

5 CONCLUSÃO

Para as duas classificações de partículas determinadas, do sistema de secagem em leite fluidizado utilizado no experimento, localizou-se o regime de operação para ambas as simulações na região de leito de jorro conforme os regimes mapeados por Kunii e Levenspiel,(1991). O comportamento na região de leito de jorro para as duas simulações possui uma explicação física, pois a velocidade no centro do secador é inferior da região anular o que provoca um escoamento da periferia para o centro e com circulação do fundo para a periferia, então ao contrário do leito de jorro convencional, porém, com o mesmo desempenho em termos de secagem.

A temperatura do ar de secagem de 70°C possibilitou a secagem dos grânulos dispersíveis dentro dos padrões necessário de umidade, em 10 minutos sendo a mais eficiente para o processo. Porém, após avaliação das amostras de estabilidade geradas no experimento, as Amostras 5 e 6 não apresentaram resultados satisfatórios de aprovação do produto, o que nos leva a concluir que a etapa de secagem nas temperaturas de 65°C e 70°C apesar de serem as mais eficientes, não são indicadas para o produto, por influenciarem na qualidade final do material.

Para determinar a melhor temperatura de secagem mostra-se necessária uma avaliação direta entre a temperatura de secagem e a estabilidade do produto, os dados colhidos no experimento permite determinar que as etapas de secagem nas temperaturas de 55°C e 60°C respectivamente apresentaram rendimento de secagem muito próximos, e a estabilidade das amostras 3 e 4 também apresentaram resultados adequados para aprovação do produto.

Baseado nos resultados obtidos nos testes, os parâmetros indicados neste trabalho podem ser utilizados como referências para a produção em escala industrial do novo produto, reduzindo riscos de que o mesmo apresente qualidade fora dos parâmetros desejados, com tendência de se manter estável durante sua vida de prateleira.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à OuroFino Química S.A, a UNIUBE – Universidade de Uberaba e à FAPEMIG – Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais, pelo apoio disponibilizado para o desenvolvimento deste estudo.

REFERÊNCIAS

ALBUQUERQUE, Waldízia Maria Souza de. **Estudo da secagem de tecido jeans**. 2011. 107 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Mecânica, Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2011. Disponível

em:https://repositorio.ufpe.br/bitstream/123456789/5240/1/arquivo3329_1.pdf

AZEVEDO, Francisco Roberto de; FREIRE, Francisco das Chagas Oliveira. **Tecnologia de Aplicação de Defensivos Agrícolas**. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2006. 47 p. Disponível

em:<https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/426350/1/Dc102.pdf>

BERNARDES, Laudo José Landi. A Granulação de Materiais. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 11, n. 3, p. 17-22, maio 2006. Trimestral. Disponível em: <https://www.ceramicaindustrial.org.br/article/5876572a7f8c9d6e028b46f7/pdf/ci-11-3-5876572a7f8c9d6e028b46f7.pdf>

BRASIL. **Decreto nº 4074, de 2 de janeiro de 2002**. Regulamenta a Lei Nº 7.802, De 11 De Julho de 1989, que dispõe sobre a pesquisa, a experimentação, a produção, a embalagem e rotulagem, o transporte, o armazenamento, a comercialização, a propaganda comercial, a utilização, a importação, a exportação, o destino final dos resíduos e embalagens, o registro, a classificação, o controle, a inspeção e a fiscalização de agrotóxicos, seus componentes e afins, e dá outras providências. **Lex: Coletânea de Legislação e Jurisprudência**, Brasília, 8 jan. 2002. Disponível em: http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/decreto/2002/d4074.htm

BUCEK, E. U. ; FINZER, J. R. D ; CAVALLARO, R. J. . Mathematical Model for Determining the Coffee Leaf Area. **American Scientific Research Journal for Engineering, Technology, and Sciences**, v. 71, p. 11-19, 2020.

CAVALLARO, Reginaldo José; UBER BUCEK, Elizabeth ; FINZER, José Roberto Delalibera . Inativação enzimática de folhas de café para uso em bebidas. **RESEARCH, SOCIETY AND DEVELOPMENT**, v. 9, p. 1-17, 2020. DOI: <http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v9i7.4598>.

COUTO, A.G.; GONZÁLEZ, G.O.; PETROVICK, P.R. **Granulação**. Caderno de Farmácia, v. 16, n.1, p13-20. Programa de Pós-graduação em ciências farmacêuticas, Faculdade de Farmácia, UFRGS, 2000. Disponível em: https://www.lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/19356/000294_901.pdf

CREMASCO, M. A. **Operações Unitárias em Sistemas Particulados e Fluidomecânicos**. São Paulo: Blucher, 2018. 424 p.

Finzer, J.R.D., Menezes, E.A., Limaverde, J.R. Drying coffee beans in vibrated trays dryer. **Drying Technology**. v.15: 6-8, p. 1983–1994. 1997.

Finzer, J.R.D., Limaverde, J.R., Freitas, A.O., Limaverde Jr., J.R., Sfredo, M.A. Drying of coffee berries in a vibrated tray dryer operated with solids recycle and single-stage. **Journal of Food Process Engineering**, v. 26: 2, p. 207–222, 2003.

Finzer, J.R.D., Sfredo, M.A., Sousa, G.D.B., Limaverde, J.R. Dispersion coefficient of coffee berries in vibrated bed dryer. *Journal of Food Engineering*, v. 79:3, p. 905–912. 2007.

HAZRA, Dipak Kumar; PURKAIT, Alope. Role of pesticide formulations for sustainable crop protection and environment management: A review. **Journal Of Pharmacognosy And Phytochemistry**. Gurgaon, p. 686-693. fev. 2019. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/341755301_Role_of_pesticide_formulations_for_sustainable_crop_protection_and_environment_management_A_review

KUNII, D.; LEVENSPIEL, O. **Fluidization Engineering**. Second ed. New York: 1991. 412 p.

Lopes-Da-Silva, Maria de Fátima; Choupina, Luís Santos e Altino. A extrusão em tecnologia alimentar: tipos, vantagens e equipamentos. **Revista de Ciências Agrárias**, Lisboa, v. 1, n. 38, p. 3-10, nov. 2014. Trimestral. Disponível em: <https://revistas.rcaap.pt/rca/article/view/16862/13744>

LOURENÇO, Giovani Aud; FINZER, José Roberto Delalibera . Secagem parcial de tomate-cereja em secador de bandejas vibradas com reciclo. **Brazilian Journal of Food Technology** (Online), v. 16, p. 334-345, 2013.

Menezes, E.A., Finzer, J.R.D., Oliveira, D.L. A study of the drying performance of a vibrating tray dryer. **Drying Technology**, v. 16: 9-10, p. 1987–1998. 1998.

MUJUMDAR, Arun S. *et al* (ed.). **Handbook of Industrial Drying**. 3. ed. Boca Raton: Crc Press, 2006. 1312 p.

OLIVEIRA, Wanderson Leandro de; MARTINS, José Helvecio. SIMULAÇÃO DE SECAGEM DE MILHO EM CAMADA ESTACIONÁRIA POR MEIO DE MODELAGEM COMPUTACIONAL. **Brazilian Journal Of Development**, [S.L.], v. 6, n. 8, p. 56128-56154, 2020. Brazilian Journal of Development. <http://dx.doi.org/10.34117/bjdv6n8-141>

PERRY, Robert H. *et al* (ed.). **Perry's Chemical Engineers' Handbook**: prepared by a staff of specialists under the editorial direction of. 7. ed. United States Of America: R. R. Donnelley & Sons Company., 1997.

RIAZ, Mian N. *et al*. Stability of Vitamins during Extrusion. **Critical Reviews In Food Science And Nutrition**, [S.L.], v. 49, n. 4, p. 361-368, 24 fev. 2009. Informa UK Limited. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/24032724_Stability_of_Vitamins_during_Extrusion

RHODES, M. *Introduction to Particle Technology*, 2nd Edition. Chichester: Publisher John Wiley & Son, 2008.

SFREDO, Marília Assunta ; FINZER, José Roberto Delalibera ; LIMAVARDE, José

Romário . Heat and mass transfer in coffee fruits drying. **Journal of Food Engineering**, Oxford, v. 70, p. 15-25, 2005.

SILVA, Martim Francisco de Oliveira e; COSTA, Leticia Magalhães da. **A indústria de defensivos agrícolas. Banco Nacional de Desenvolvimento Econômico e Social: BNDES Setorial**, Rio de Janeiro, v. 35, p. 233-279, mar. 2012. Disponível em: https://web.bndes.gov.br/bib/jspui/bitstream/1408/1513/1/A%20set.35_A%20ind%20industria%20de%20defensivos%20agr%20adcolas_P.pdf