



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS**

**DIOGO OTÁVIO DE CASTRO SOUZA**

**MODELAGEM E SIMULAÇÃO DO PROCESSO DE GRANULAÇÃO  
DE ALIMENTOS EM LEITO FLUIDIZADO**

TESE DE DOUTORADO APRESENTADA À FACULDADE DE  
ENGENHARIA DE ALIMENTOS UNICAMP PARA OBTENÇÃO DO  
TÍTULO DE DOUTOR EM ENGENHARIA DE ALIMENTOS

**Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> FLORENCIA CECILIA MENEGALLI  
ORIENTADORA**

Este exemplar corresponde à versão final da tese  
defendida por Diogo Otávio de Castro Souza,  
aprovada pela comissão julgadora em \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_ e  
orientado pela Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Florencia Cecilia Menegalli

---

Assinatura do Orientador

**CAMPINAS/ SP, 2012**

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR  
CLAUDIA AP. ROMANO DE SOUZA – CRB8/5816 - BIBLIOTECA DA FACULDADE DE  
ENGENHARIA DE ALIMENTOS – UNICAMP

So89m Souza, Diogo Otávio de Castro  
Modelagem e simulação do processo de granulação  
de alimentos em leito fluidizado / Diogo Otávio de Castro  
Souza. -- Campinas, SP: [s.n.], 2012.

Orientador: Florencia Cecilia Menegalli.  
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de  
Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos.

1. Granulação. 2. Modelo de balanço populacional.  
3. Elutrição. 4. Incrustação. 5. Fluidização. I.  
Menegalli, Florencia Cecilia. II. Universidade Estadual de  
Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos. III.  
Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em inglês: Modelling and simulation of the food granulation process in a  
fluidized bed

Palavras-chave em inglês:

Granulation

Population balance model

Elutriation

Wall deposition

Fluidization

Área de concentração: Engenharia de Alimentos

Titulação: Doutor em Engenharia de Alimentos

Banca examinadora:

Florencia Cecilia Menegalli [Orientador]

Gustavo César Dacanal

Oswaldir Pereira Taranto

Rosiane Lopes da Cunha

Wanderley Pereira de Oliveira

Data da defesa: 24/04/2012

Programa de Pós Graduação: Engenharia de Alimentos

## **BANCA EXAMINADORA**

---

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Florência Cecília Menegalli  
(Orientadora)

---

Prof. Dr. Gustavo César Dacanal  
(Membro)

---

Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto  
(Membro)

---

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Rosiane Lopes da Cunha  
(Membro)

---

Prof. Dr. Wanderley Pereira de Oliveira  
(Suplente)

---

Prof. Dr. Javier Telis Romero  
(Suplente)

---

Prof. Dr. Marcello Nitz da Costa  
(Suplente)

---

Prof. Dr. Paulo José do Amaral Sobral  
(Suplente)

## **AGRADECIMENTOS**

À Deus, fonte de toda inspiração e vida.

À prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Florência Cecília Menegalli pela sábia orientação e confiança depositada ao longo de todo este trabalho.

Aos professores integrantes da banca e dos exames de qualificação, Dr. Gustavo César Dacanal, Dr. Osvaldir Pereira Taranto, Dr.<sup>a</sup> Rosiane Lopes da Cunha, Dr. Wanderley Pereira de Oliveira, Dr. Javier Telis Romero, Dr. Marcello Nitz da Costa, Dr. Paulo José do Amaral Sobral e Dr.<sup>a</sup> Sandra Cristina dos Santos Rocha, cujas sugestões muito contribuíram para este trabalho.

Ao CNPQ pelo apoio financeiro e ao Grupo Centro-Flora, pelo fornecimento da matéria-prima.

À minha esposa Sílvia por todo apoio, paciência e cuidado ao longo de toda esta jornada e ao meu filho Caio que teve que suportar tantas ausências do pai.

Aos meus pais, Jair e Marília e aos meus irmãos Márcio e Luciane, pelo suporte e incentivo.

À Talita Akemi pela ajuda nos experimentos e apoio logístico.

À Carlos Augusto Arentz Pereira e à Jorge Roberto Abrahão Hijjar por todo apoio e incentivo para conclusão deste trabalho.

Aos funcionários da FEA e UNICAMP e ao pessoal do Laboratório de Engenharia de Processos e de Engenharia Bioprocessos, pela disponibilização dos equipamentos e apoio durante as análises.

Àos amigos da Cúpula, por toda partilha, conselhos, enfim, por fazerem parte da minha vida.

Aos meus colegas de trabalho que muito me incentivaram e a todos que participaram direta ou indiretamente desta pesquisa.

---

**ÍNDICE**

ÍNDICE DE FIGURAS .....	iv
ÍNDICE DE TABELAS .....	viii
RESUMO.....	x
ABSTRACT .....	xi
NOMENCLATURA .....	xii
CAPÍTULO 1: Introdução Geral.....	17
1.1. Objetivos.....	18
1.2. Organização do Trabalho .....	19
1.3. Referências Bibliográficas .....	20
CAPÍTULO 2: Revisão Bibliográfica .....	22
2.1. O Processo de Granulação.....	22
2.2. Análise de Forma.....	26
2.3. Elutriação em Leitos Fluidizados .....	28
2.4. Incrustação .....	32
2.5. Modelagem Matemática do Processo de Granulação .....	33
2.5.1. Coalescência.....	35
2.5.2. Quebra das Partículas.....	38
2.5.3. Perdas no sistema.....	38
2.6. Referências Bibliográficas .....	39
Anexos.....	46
A. Dedução das Equações Segregadas do Modelo de Balanço Populacional para Coalescência .....	46
CAPÍTULO 3: Granulação de Suco de Goiaba em Pó em Leito Fluidizado .....	50
3.1. Introdução.....	50
3.2. Materiais e Métodos.....	51
3.2.1. Matéria-Prima.....	51
3.2.2. Descrição do Equipamento .....	51
3.2.3. Parâmetros Operacionais.....	53
3.2.4. Avaliação do Comportamento do Sistema Durante a Granulação .....	54
3.2.4.1. Perfil de Temperatura e Pressão.....	54
3.2.4.2. Teor de Umidade.....	55
3.2.4.3. Percentual de Massa no Leito, Elutriado e Incrustado.....	55
3.2.4.4. Cálculo da Umidade Relativa e Temperatura no Equipamento .....	56
3.2.5. Análises.....	62
3.2.5.1. Densidade aparente, tap e do sólido .....	62
3.2.5.2. Aquisição e Edição de Imagens.....	64
3.2.5.3. Distribuição de Tamanho das Partículas e Número de Partículas por Grama .....	65

3.2.5.4. <i>Análise de Forma</i> .....	67
3.2.5.5. <i>Tempo de Instanteização</i> .....	67
3.2.5.6. <i>Coefficiente de Variação (CV)</i> .....	68
3.3. Resultados e Discussão .....	68
3.3.1. Comportamento do Sistema.....	68
3.3.1.1. <i>Perfil de Temperatura</i> .....	68
3.3.1.2. <i>Perfil de Pressão</i> .....	73
3.3.1.3. <i>Perfil de Umidade Relativa</i> .....	75
3.3.1.4. <i>Percentual de Massa no Leito</i> .....	80
3.3.1.5. <i>Percentual de Massa Incrustada</i> .....	81
3.3.1.6. <i>Percentual de Massa Elutriada</i> .....	83
3.3.1.7. <i>Teor de Umidade do Material Granulado</i> .....	85
3.3.1.8. <i>Teor de Umidade da Incrustação</i> .....	86
3.3.2. Caracterização das Partículas .....	87
3.3.2.1. <i>Edição de Imagens</i> .....	87
3.3.2.2. <i>Diâmetro Médio</i> .....	89
3.3.2.3. <i>Distribuição de Tamanho</i> .....	91
3.3.2.4. <i>Análise de Forma</i> .....	95
3.3.2.5. <i>Densidade</i> .....	105
3.3.2.6. <i>Tempo de Instanteização</i> .....	107
3.4. Conclusões .....	109
3.5. Referências Bibliográficas .....	110
Anexos.....	112
A. Comparação entre a Velocidade Mínima de Fluidização Experimental e Obtida por Modelos.....	112
B. Gráficos dos Fatores de Forma .....	113
CAPÍTULO 4: Elutriação e Incrustação Durante a Granulação .....	119
4.1. Introdução.....	119
4.2. Materiais e Métodos.....	120
4.2.1. Matéria-Prima e Parâmetros Operacionais .....	120
4.2.2. Massa Incrustada e Elutriada .....	121
4.2.3. Modelagem Matemática .....	123
4.2.3.1. <i>Estimativa dos Parâmetros</i> .....	123
4.2.3.2. <i>Cálculo da massa de partículas</i> .....	124
4.2.3.3. <i>Cálculo da Velocidade Terminal e Velocidade de Bolha</i> .....	125
4.2.3.4. <i>Modelagem do Processo de Elutriação de Partículas</i> .....	127
4.2.3.5. <i>Modelagem do Processo de Incrustação de Partículas</i> .....	128
4.2.4. Validação do Modelo.....	132
4.3. Resultados e Discussão .....	133
4.3.1. Cálculo da Massa de Partículas.....	133
4.3.2. Elutriação de Partículas .....	135
4.3.3. Incrustação de Partículas.....	138
4.3.3. Validação dos Modelos de Elutriação e Incrustação .....	142
4.4. Conclusão.....	144
4.5. Referências Bibliográficas .....	145
ANEXOS.....	147

---

A. Regimes de Fluidização.....	147
B. Valores do Fator de Forma Arredondamento .....	151
C. Distribuição de Tamanho.....	157
D. Velocidade Terminal e de Bolha.....	158
CAPÍTULO 5: Modelagem do Processo de Granulação. ....	159
5.1. Introdução.....	159
5.2. Materiais e Métodos.....	160
5.2.1. Matéria-Prima e Parâmetros Operacionais .....	160
5.2.2. Ajuste do Modelo.....	161
5.2.3. Resolução do Modelo de Balanço Populacional .....	165
5.2.4. Estimativa das Constantes de Aglomeração e de Quebra .....	170
5.2.5. Validação do Modelo.....	174
5.3. Resultados e Discussão .....	175
5.3.1. Ajuste das Constantes do MBP aos Dados Experimentais .....	175
5.3.2. Estimativa das Constantes de Aglomeração e de Quebra .....	181
5.3.3. Validação do Modelo.....	186
5.4. Conclusão.....	189
5.5. Referências Bibliográficas. ....	190
ANEXOS.....	192
A. Distribuições de Tamanho Obtidas Pelo Modelo Com Ajuste das Constantes .....	192
B. Distribuições de Tamanho Obtidas pelo MBP, com Constantes Estimadas pelas Equações 5.16 e 5.17.....	193
CAPÍTULO 6: Simulação do Processo de Granulação. ....	196
6.1. Introdução.....	196
6.2. Modelagem Matemática.....	196
6.3. Materiais e Métodos.....	202
6.3.1. Parâmetros Operacionais das Simulações .....	202
6.3.1.1 <i>Estudo do Rendimento do Processo e Diâmetro Médio</i> .....	204
6.3.1.2 <i>Impacto do Diâmetro Médio Inicial das Distribuições de Tamanho de Partículas</i> .....	205
6.3.1.3 <i>Variação da Massa de Partículas no Leito</i> .....	207
6.4. Resultados e Discussão .....	208
6.4.1. Rendimento do Processo e Diâmetro Médio das Partículas .....	208
6.4.2. Impacto do Diâmetro Médio Inicial .....	216
6.4.3. Variação da Massa de Partículas no Equipamento.....	224
6.5. Conclusões .....	227
6.6. Referências Bibliográficas .....	228
CAPÍTULO 7: Conclusões Gerais .....	229
Sugestões Para Trabalhos Futuros .....	231

---

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1: Mecanismos de ligação entre as partículas (Pietsch, 2003). .....	23
Figura 2.2: Umedecimento e nucleação (IVESON et al., 2001) .....	24
Figura 2.3: Coalescência (IVESON et al., 2001) .....	24
Figura 2.4: Quebra e desgaste (IVESON et al., 2001) .....	24
Figura 3. 1: Esquema do equipamento utilizado. A – Ventilador; B – Válvula; C – Conjunto de Resistências; D – Controlador PID; E – Desvio do ar; F –Rotâmetro; G – Termopar; H – Placa distribuidora de ar; I – Coletor de amostras; J – Câmara de acrílico (leito); K – Bico aspersor; L – Alimentação do leito; M – Ciclone.....	52
Figura 3.2: Etapas do cálculo das propriedades o ar de fluidização: (a) Ar ambiente; (b) Ar aquecido; (c) Tcalc; (d) UR no equipamento. ....	61
Figura 3. 3: Esquema do picnômetro a ar. ....	62
Figura 3. 4: Esquema do medidor de tempo de instantaneização (HOGEKAMP e SCHUBERT, 2003). ....	67
Figura 3.5: Perfil de Temperatura do Experimento 1 (Vazão de ligante: 1 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 50 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,62 m/s). ....	69
Figura 3.6: Perfil de temperatura do Experimento 2 (Vazão de ligante: 0,3 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 60 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,50 m/s). ....	69
Figura 3.7: Perfil de temperatura do Experimento 3 (Vazão de ligante: 1 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 50 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,39 m/s). ....	70
Figura 3.8: Perfil de temperatura do Experimento 4 (Vazão de ligante: 1 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 70 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,39 m/s). ....	70
Figura 3.9: Perfil de temperatura do experimento 5 (Vazão de ligante: 2 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 50 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,50 m/s). ....	71
Figura 3.10: Variação do gradiente de pressão no equipamento durante o Experimento 1 (Velocidade do ar de fluidização: 0,62 m/s).....	73
Figura 3.11: Variação do gradiente de pressão no equipamento durante o Experimento 2 (Velocidade do ar de fluidização: 0,50 m/s).....	74
Figura 3.12: Variação do gradiente de pressão no equipamento durante o Experimento 3 (Velocidade do ar de fluidização: 0,39 m/s).....	74

Figura 3.13: Variação do gradiente de pressão no equipamento durante o Experimento 5 (Velocidade do ar de fluidização: 0,50 m/s).....	75
Figura 3.14: Perfil de UR do Experimento 1 (Vazão de ligante: 1 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 50 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,62 m/s). .....	76
Figura 3.15: Perfil de UR do Experimento 2 (Vazão de ligante: 0,3 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 60 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,50 m/s). .....	76
Figura 3.16: Perfil de UR do Experimento 3 (Vazão de ligante: 1 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 50 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,39 m/s). .....	77
Figura 3.17: Perfil de UR do Experimento 4 (Vazão de ligante: 1 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 70 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,39 m/s). .....	77
Figura 3.18: Perfil de UR do experimento 5 (Vazão de ligante: 2 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 50 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,50 m/s). .....	78
Figura 3.19: Evolução do percentual de massa no leito.....	80
Figura 3.20: Evolução do percentual incrustado no leito.....	81
Figura 3.21: Evolução do percentual elutriado. ....	84
Figura 3.22: Evolução do teor de umidade do material granulado com o tempo. .	85
Figura 3.23: Evolução, com o tempo, do teor de umidade do material incrustado.	86
Figura 3.24: Efeito da edição de imagens sobre uma fotografia (a) foto original, (b) foto editada.....	88
Figura 3.25: Evolução do diâmetro médio para as duas cinéticas .....	89
Figura 3.26: Distribuição de tamanho –Experimento 1.....	92
Figura 3.27: Distribuição de tamanho – Experimento 2.....	92
Figura 3.28: Distribuição de tamanho – Experimento 3.....	93
Figura 3.29: Distribuição de tamanho – Experimento 4.....	94
Figura 3.30: Distribuição de tamanho – Experimento 5 (média das repetições). ...	94
Figura 3.31: Dimensão fractal média (a) Experimento 1 (b) Experimento 2.....	96
Figura 3.32: Distribuição da dimensão fractal (a) Experimento 1 (b) Experimento 2. ....	97
Figura 3.33: Arredondamento médio (a) Experimento 1 (b) Experimento 2.....	98
Figura 3.34: Arredondamento médio - Experimento 3.....	99
Figura 3.35: Arredondamento médio - Experimento 4.....	100

Figura 3.36: Arredondamento médio - Experimento 5 (a) repetição 1, (b) repetição 2 e (c) repetição 3. ....	101
Figura 3.37: Alongamento médio (a) Experimento 1 (b) Experimento 2.....	102
Figura 3.38: Compacidade média (a) Experimento 1 (b) Experimento 2.....	104
Figura 3.39: Evolução das densidades aparente, $\rho_{ap}$ e do sólido. ....	106
Figura 3.40: Evolução com o tempo da Razão de Hausner. ....	107
Figura 3.41: Evolução do tempo de instantaneização com o tempo. ....	108
Figura 4.1: Comparação entre a massa de partículas no leito e a massa calculada pelas Equações 4.1 e 4.2.....	133
Figura 4. 2: Comparação entre a massa de partículas no leito e a massa calculada corrigida pela forma das partículas. ....	134
Figura 4.3: Desvios-Relativos obtidos para cada constante de elutrição presente na literatura. ....	135
Figura 4.4: Massa elutriada experimental e simulada (a) Experimento 1, (b) Experimento 2 (massa inicial total no equipamento = 200g).....	137
Figura 4.5: Massa incrustada experimental, estimada pelo ajuste do modelo e desvio-relativo. ....	139
Figura 4.6: Massa incrustada experimental, estimada pelo modelo utilizando a correlação (Equação 4.24) e desvio-relativo. ....	141
Figura 4.7: Comparação entre os dados de rendimento Experimental e Simulado para os dados de Souza (2007). ....	143
Figura 5.1: Fluxograma do algoritmo utilizado para resolução do MBP. ....	169
Figura 5.2: Mecanismo do impacto de $S_0$ sobre $\beta_0$ . ....	172
Figura 5.3: Comparação diâmetro médio experimental e o obtido pelo ajuste do MBP para o experimento 1 (a), experimento 2 (b) e experimentos 3 a 5 (c).....	178
Figura 5.4: Qui-Quadrado e respectivo p-valor para cada ponto experimental. ...	179
Figura 5.5: Distribuições de tamanho obtidas para os diversos tempos do experimento 2.....	180
Figura 5.6: Diâmetro médio experimental e estimado pelo MBP (estimativa das constantes de aglomeração e de quebra pelas Equações 5.16 e 5.17, respectivamente).....	183
Figura 5.7: Qui-Quadrado e respectivo p-valor para cada ponto experimental. ...	184
Figura 5.8: Distribuições de tamanho obtidas para os diversos tempos do experimento 2, valores experimentais e simulados (constantes do MBP estimadas pelas Equações 5.16 e 5.17).....	185
Figura 5.9: Diâmetro médio experimental (SOUZA, 2007) e estimado. ....	186

Figura 5. 10: Qui-Quadrado e respectivo p-valor para cada ponto experimental. 187

Figura 5.11: Distribuições de tamanho obtidas para os diversos tempos obtidos por SOUZA (2007) e valores simulados. .... 188

Figura 6.1: Fluxograma do algoritmo utilizado nas simulações. .... 201

Figura 6.2: Evolução, com o tempo, do diâmetro médio, rendimento, percentual elutriado e percentual incrustado nas condições ótimas (diâmetro inicial 118  $\mu\text{m}$ ).  
..... 209

Figura 6.3: Evolução das distribuições de tamanho nas condições ótimas de processamento (diâmetro inicial 118  $\mu\text{m}$ )..... 210

Figura 6.4: Efeito da vazão de ligante no rendimento do processo após 20 min ( $V_{ar}=0,30$  m/s)..... 211

Figura 6.5: Efeito da vazão de ligante no rendimento do processo após 20 min ( $T_f=80^\circ\text{C}$ ,  $V_{mf}= 0,27$  m/s). .... 212

Figura 6.6: Efeito da vazão de ligante na massa elutriada (a) e incrustada (b) após 20 min ( $T_f= 80^\circ\text{C}$ ). .... 213

Figura 6.7: Efeito da vazão de ligante no crescimento das partículas após 20 min ( $V_{ar}=0,30$  m/s)..... 214

Figura 6.8: Efeito da vazão de ligante no crescimento das partículas após 20 min ( $T_f= 80^\circ\text{C}$ ). .... 215

Figura 6. 9: Distribuições percentuais de tamanho iniciais..... 217

Figura 6.10: Evolução das distribuições de tamanho nas condições ótimas de processamento (diâmetro inicial 87  $\mu\text{m}$ )..... 220

Figura 6.11: Evolução das distribuições de tamanho nas condições ótimas de processamento (diâmetro inicial 94  $\mu\text{m}$ )..... 220

Figura 6.12: Evolução das distribuições de tamanho nas condições ótimas de processamento (diâmetro inicial 121  $\mu\text{m}$ ) (a) 0 a 20 min de granulação; (b) 5 a 20 min de granulação..... 221

Figura 6.13: Evolução do diâmetro equivalente médio, nas condições ótimas de processamento, para as quatro diferentes distribuições de tamanho. .... 222

Figura 6.14: Evolução do diâmetro equivalente médio, nas condições ótimas de processamento, para as três diferentes massas iniciais de partículas no equipamento..... 226

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1: Classificação das Partículas pela Circularidade.....	27
Tabela 2.2: Correlações para a constante de elutriação (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).....	31
Tabela 2.3: Diversas propostas para o núcleo de coalescência (SOUZA, 2007)..	36
Tabela 3.1: Parâmetros operacionais do granulador.....	54
Tabela 3. 2: Relação entre RH e o nível de fluidez (TINKE et al., 2009).....	64
Tabela 3.3: Variação percentual do diâmetro médio final em relação aos diversos tempos de granulação.....	90
Tabela 4.1: Parâmetros operacionais do granulador.....	120
Tabela 4.2: Caracterização das partículas e da fluidização .....	121
Tabela 4.3: Massa Incrustada e Elutriada para o Experimentos 1.....	122
Tabela 4.4: Massa Incrustada e Elutriada para o Experimento 2.....	122
Tabela 4.5: Massa Incrustada e Elutriada para os Experimentos 3 a 5.....	122
Tabela 4.6: Parâmetros operacionais do granulador (SOUZA, 2007).....	132
Tabela 4.7: Valores da constante de incrustação obtidos pelo ajuste aos dados experimentais.....	139
Tabela 4.8: Valores ajustados, estimados e desvio-relativo para a constante de incrustação.....	141
Tabela 5. 1: Parâmetros operacionais do granulador.....	161
Tabela 5.2: Núcleos de coalescência utilizados neste trabalho.....	162
Tabela 5.3: Valor das constantes de aglomeração e de quebra, obtidos por ajuste aos dados experimentais, valor de Qui-Quadrado e condições operacionais, para cada experimento.....	175
Tabela 5. 4: Valores ótimos, máximos e mínimos da constante de aglomeração e de quebra e condições operacionais.....	176
Tabela 5.5: Valores das constantes de aglomeração, de quebra e do modelo de estimativa.....	182
Tabela 6. 1: Parâmetros fixos em todas as simulações.....	202
Tabela 6. 2: Intervalo de tamanho e arredondamento.....	203
Tabela 6. 3: Condições Operacionais Pesquisadas.....	204
Tabela 6.4: Distribuição de tamanho percentual.....	205

Tabela 6.5: Diferentes distribuições de tamanho percentual utilizadas nas simulações. ....	206
Tabela 6.6: Condições operacionais ótimas obtidas pelo modelo.....	208
Tabela 6.7: Rendimento e crescimento das partículas, para as quatro distribuições de tamanho, nas condições ótimas da distribuição com 118 $\mu\text{m}$ de diâmetro médio. ....	218
Tabela 6.8: Rendimento e crescimento das partículas, para as quatro distribuições de tamanho, nas condições ótimas. ....	219
Tabela 6.9: Condições operacionais alternativas. ....	223
Tabela 6.10: Condições operacionais alternativas ( $deq_{\text{médio}}$ inicial 121 $\mu\text{m}$ ) .....	224
Tabela 6.11: Condições operacionais ótimas obtidas pelo modelo, para os três diferentes valores de massa inicial.....	225

## **RESUMO**

A granulação é um processo de aumento de tamanho de pós finos, que pode ser utilizado na indústria de alimentos para aumentar a qualidade de alimentos em pó, pelo aumento da sua dispersibilidade e solubilidade em líquidos. O modelo de balanço populacional (MBP) é normalmente utilizado para modelar este processo. Entretanto, nos trabalhos existentes, o MBP não leva em consideração as perdas de partículas no processo por elutriação e incrustação, muito relevantes para granulação de sucos em pó. Além disso, não existe na literatura correlações para estimar estas constantes com base nas condições operacionais do equipamento e nas características das partículas. Diante disso, o objetivo deste trabalho foi o estudo do impacto das condições operacionais no modelo de balanço populacional, durante a granulação de suco de goiaba em pó, em leite fluidizado. Diversos experimentos foram realizados de forma a adquirir os dados que alimentaram os modelos matemáticos desenvolvidos. Estes dados foram obtidos fora das zonas de máximo rendimento a fim de se obter um modelo mais abrangente, que pudesse simular o processo de granulação em todas as condições de processo. Foram desenvolvidas e validadas correlações para estimativa da taxa de elutriação, para estimativa das constantes de aglomeração e de quebra do MBP. Além disso, foi desenvolvido um modelo para estimativa da massa incrustada de partículas. Os modelos se mostraram capazes de estimar o rendimento do processo, os valores de diâmetro médio e da distribuição de tamanho de partículas. Foram feitas simulações alterando a velocidade do ar de fluidização, a vazão de ligante, o diâmetro médio inicial da distribuição, o formato da distribuição e a massa total de partículas. A análise das simulações realizadas sugere que as condições ótimas precisam ser avaliadas para cada distribuição de tamanho e para cada quantidade de partículas no equipamento, não somente para cada tipo de produto. De modo geral, os modelos desenvolvidos se mostraram adequados para aumentar a compreensão do processo de granulação e para obtenção de ótimos de processamento. Cabe ressaltar a necessidade de futuras investigações para verificar a aplicação destes modelos com outros tipos de material particulado e em outras faixas de operação.

## **ABSTRACT**

Granulation is a size-enlargement process, in which small particles are agglomerated together. It is used in the food industry to increase the quality of food powder, by increasing its solubility. The population balance model (PBM) is a widely used model for this process. However, it is usually applied without account losses in the process by elutriation and wall deposition, which are very important for granulation of powdered juices. In addition, there is no correlation in the literature able to estimate the constants of the model from the operational conditions and from the particles' characteristics. The objective of this work was to study the impact of operational conditions into the population balance model for the granulation of guava juice powder, in a fluidized bed. Several experiments were performed in order to acquire data that fed the mathematical models developed in this work. These data weren't obtained from the zones of maximum process yield in order to achieve a more comprehensive model, which could simulate the granulation process in all process' conditions. It was developed and validated a correlation for the estimation of the rate of elutriation, a model for the estimation of the particles' wall deposition, a correlation for estimation the constants of agglomeration and for estimation of the breakage constant of the PBM. The models predicted, with good accuracy, the process yield, the mean diameter and particle size distribution. Simulations were made by changing the fluidizing air temperature, the liquid binder flow rate, the fluidizing air velocity, the initial mean diameter, the shape of the particles size distribution and the total mass of particles. The analysis of the simulations suggests that the optimal conditions must be evaluated for each kind of particle size distribution and for each mass of particles into the equipment, not only for each type of product. The models developed showed to be suitable to increase the understanding of the granulation process and to obtain process' optimal conditions. It is worth emphasizing the need of further research to verify the application of these models for others types of particles and others operational ranges.

## NOMENCLATURA

$\%me_t$	Percentual de massa elutriada no tempo t, %
$\%m_{ic,t}$	Percentual de massa incrustada no tempo t
$\%ml_t$	Percentual de massa no leito no tempo t
$A_{fJ}$	Área da placa na foto J, $\mu m^2$
$Al$	Alongamento
$a_n$	Constante
$A_p$	Área da partícula, $\mu m^2$
$Ar$	Arredondamento
$\bar{A}r_i$	Média do arredondamento no intervalo i
$A_T$	Área total da placa, $\mu m^2$
$Atl$	Área transversal do leito, $m^2$
$B(t)$	Funções de entrada de partículas
$b(u,t)$	Fração de partículas de tamanho v quebrando no tempo t
$C$	Circularidade
$c_1$	Constante
$c_2$	Constante de ponderação entre os volumes
$c_3$	Constante
$c_4$	Constante
$c_5$	Constante
$CV$	Coefficiente de variação, %
$d$	Número total de fotos analisadas
$D(t)$	Funções de saída de partículas
$d_b$	Diâmetro de bolha, m
$d_{b0}$	Diâmetro de bolha logo acima do distribuidor, m
$d_{base}$	Diâmetro da base do leito, m
$d_{bm}$	Diâmetro máximo de bolha, m
$dc$	Diâmetro do equipamento, m
$deq$	Diâmetro equivalente, m
$deq_i$	Diâmetro equivalente das partículas pertencentes ao intervalo de tamanho i, m

---

$d_{eq_{m\u00e9dio}}$	Di\u00e2metro equivalente m\u00e9dio, m
$d_p^*$	Di\u00e2metro de part\u00edcula adimensional m\u00e9dio
$d_{pi}^*$	Di\u00e2metro de part\u00edcula adimensional
E	Fra\u00e7\u00e3o de part\u00edculas incrustadas por efeito eletrost\u00e1tico, %
$E_{maior}$	Comprimento do maior eixo, m
$E_{menor}$	Comprimento do menor eixo, m
f	Fator de ajuste \u00e0 geometria do equipamento
f%	Frequ\u00eancia, %
h	Entalpia espec\u00edfica, kJ/kg
$h_{i_{ar}}$	Entalpia espec\u00edfica do ar na entrada do equipamento, kJ/kg
$h_{o_{ar}}$	Entalpia espec\u00edfica do ar \u00famido, kJ/ kg
$h_{wf}$	Entalpia espec\u00edfica da \u00e1gua na temperatura do ar quente, kJ/kg
$h_{wi}$	Entalpia espec\u00edfica da \u00e1gua na temperatura de entrada no equipamento, kJ/kg
i	Intervalo de tamanho
I	N\u00famero de intervalos de part\u00edculas
$Inc_0$	Constante de incrusta\u00e7\u00e3o, 1/s
$Inc_i$	Taxa de incrusta\u00e7\u00e3o das part\u00edculas de tamanho i, 1/s
J	N\u00famero da foto
j	Intervalo de tamanho
k	Fator de corre\u00e7\u00e3o de volume
$k_i$	Taxa de elutria\u00e7\u00e3o, 1/s
$k_i^*$	Constante de elutria\u00e7\u00e3o, kg/(m\u00b7s)
$m_{e_t}$	Massa elutriada no tempo t, kg
$m_{e_t}$	Massa de part\u00edculas elutriadas no tempo t, kg
$m_i$	Massa de part\u00edculas de tamanho i no leito, kg
$\dot{m}_{i_{ar}}$	Vaz\u00e3o m\u00e1ssica do ar de entrada, kg/s
$m_{i0}$	Massa inicial de part\u00edculas de tamanho i no leito, kg
$m_{ie}$	Massa de part\u00edculas de tamanho i elutriadas no tempo t, kg
$m_{inc}$	Massa total incrustada, kg
$m_{inc,i}$	Massa incrustada de part\u00edculas de tamanho i, kg
$m_{inc,t}$	Massa incrustada no tempo t, kg

---

## Nomenclatura

---

$m_{it}$	Massa de partículas de tamanho $i$ no leite no tempo $t$ , kg
$\dot{m}_w$	Vazão mássica de entrada de ligante, kg/s
$\dot{m}_{o_{ar}}$	Vazão mássica do ar úmido na saída do equipamento, kg/s
$m_t$	Massa de partículas no leite no tempo $t$ , kg
$m_t$	Massa no leite no tempo $t$ , kg
$m_{total}$	Massa de total de partículas na amostra, kg
$m_{TP}$	Massa total de amostra presente na placa, g
$m_u$	Massa de partículas de tamanho $u$ no leite, kg
$n$	Número de moles, mol
$N(t)$	Número total de partículas
$N(v,t)$	Número de partículas de tamanho $v$ no tempo $t$
$NF$	Número total de fotos
$n_i$	Número de partículas do intervalo $i$ por unidade de massa, 1/kg
$N_i$	Número de partículas de tamanho $i$
$N_i(t_z)$	Número de partículas pertencentes ao intervalo $i$ no tempo $z$
$\hat{N}_i(t_z, \beta_0, S_0)$	Número de partículas pertencentes ao intervalo $i$ no tempo $z$ , obtidas por simulação utilizando um determinado valor de $\beta_0$ e $S_0$
$N_{i, \text{área}}$	Número de partículas do intervalo $i$ , por área fotografada, $\mu\text{m}^{-2}$
$N_{i,J}$	Número de partículas do intervalo $i$ na foto $J$
$n_{i0}$	Número de partículas do intervalo $i$ por unidade de massa, no tempo 0, 1/kg
$N_{i0}$	Número de partículas de tamanho $i$ no tempo 0
$N_{iet}$	Número de partículas de tamanho $i$ elutriadas no tempo $t$
$N_{inc,i}$	Número de partículas incrustadas de tamanho $i$
$N_T$	Número total de partículas analisadas
$n_T$	Número total de partículas por grama de material, $\text{g}^{-1}$
$N_{T0}$	Número total de partículas no leite no tempo 0
$N_{total}(t_z)$	Número total de partículas no leite no tempo $z$
$\hat{N}_{total}(t_z, \beta_0, S_0)$	Número total de partículas no tempo $z$ , obtidas por simulação utilizando um determinado valor de $\beta_0$ e $S_0$
$o$	Valor observado
$O(v,t)$	Taxa de desaparecimento de partículas de tamanho $v$ no tempo $t$

$p$	Número de partículas de tamanho menor ou igual a $v$
$P$	Perímetro, $\mu\text{m}$
$P(v/u,t)$	Probabilidade de formação de partículas de tamanho $v$ , pela quebra de partículas de tamanho $u$
$P_t$	Pressão total, kPa
$P_{vS}$	Pressão de vapor na saturação, kPa
$P_{vU}$	Pressão de vapor na temperatura de bulbo úmido, kPa
$P_x^y$	Pressão no recipiente $x$ no tempo $y$ , Pa
$q$	Parâmetro de ajuste do modelo de quebra de partículas
$\dot{q}$	Taxa de transferência de calor entre o ar quente e a massa de pó, kJ/ s
$R$	Compacidade
$R_A$	Constante dos gases, 0,28705 kJ/kg.K
Rep	Reynolds da partícula
RH	Razão de Hausner
$S_0$	Constante de quebra, 1/(m·s)
$t$	Tempo, s
$T$	Temperatura de bulbo seco, K
$t_{asp}$	Tempo de aspersão do ligante, s
$t_{BS}$	Temperatura de bulbo seco, em °C
$t_{BU}$	Temperatura de bulbo úmido, em °C
$T_{BU}$	Temperatura de bulbo úmido, em K
$T_{calc}$	Temperatura calculada, em °C
$T_f$	Temperatura do ar de fluidização, K
$u$	Tamanho da partícula
$u^*$	Velocidade de partícula adimensional
$U_a$	Umidade absoluta, kg água/ kg ar seco
$U_{AS}$	Umidade absoluta na saturação na temperatura de bulbo seco, kg água/ kg ar seco
$U_{AU}$	Umidade absoluta na saturação na temperatura de bulbo úmido, kg água/ kg ar seco
UR	Umidade relativa, %
$U_{ti}^*$	Velocidade do ar adimensional
$v$	Tamanho da partícula

## Nomenclatura

---

$\dot{V}_0$	Vazão do ar de fluidização, m <sup>3</sup> /s
$V_{ar}$	Velocidade do ar de fluidização, m/s
$V_b$	Velocidade da bolha, m/s
$V_{br}$	Velocidade da bolha com relação à fase emulsão, m/s
$V_{esp}$	Volume específico, m <sup>3</sup> /kg
$v_i$	Volume de uma partícula de tamanho $i$ , m <sup>3</sup>
$V_{leito}$	Volume interno do leito, m <sup>3</sup>
$\dot{V}_{lig}$	Vazão de líquido ligante, m <sup>3</sup> /s
$V_{mf}$	Velocidade mínima de fluidização, m/s
$V_{ti}$	Velocidade terminal da partícula de tamanho $i$ , m/s
$V_x^y$	Volume do recipiente $x$ no tempo $y$ , m <sup>3</sup>
$w$	Razão de mistura, kg de água/kg de ar seco
$w_{Iar}$	Razão de mistura no ar de entrada, kg de água/kg de ar seco
$w_{Oar}$	Razão de mistura no ar de saída, kg de água/kg de ar seco
$x$	Distância acima do distribuidor, m
$z$	Constante

### SIMBOLOS GREGOS

$\sigma$	Desvio-Padrão
$\beta$	Núcleo de coalescência, 1/s
$\beta^*$	Função que relaciona $\beta$ a $u$ e $v$
$\beta_0$	Constante de aglomeração, 1/s
$\mu$	Viscosidade do ar de fluidização, Pa·s
$v(u,t)$	Número médio de partículas formadas pela quebra de uma partícula de tamanho $u$ no tempo $t$
$\rho$	Densidade de distribuição por número
$\rho_{aparente}$	Densidade aparente, kg/m <sup>3</sup>
$\rho_g$	Densidade do ar de fluidização, kg/ m <sup>3</sup>
$\rho_s$	Densidade do sólido, kg/ m <sup>3</sup>
$\rho_{tap}$	Densidade tap, kg/ m <sup>3</sup>
$\chi^2_{calc}$	Qui-Quadrado calculado
$\chi^2_{calc}(\beta_0, S_0)$	Qui-Quadrado calculado para um par de valores de $\beta_0$ e $S_0$

## **CAPÍTULO 1: Introdução Geral**

É crescente a demanda por alimentos de fácil preparo e, diante disto, os alimentos em pó representam uma boa alternativa para a indústria de alimentos atender a este mercado. Os alimentos em pó atendem de maneira excelente às exigências da vida moderna devido à sua versatilidade de manuseio, armazenamento e sua estabilidade química e microbiológica.

Dentro deste contexto, o processo de granulação pode ser aplicado aos alimentos em pó de maneira a aumentar a qualidade destes. Por granulação entende-se o processo de aumento do tamanho de pós finos de forma a produzir grânulos com propriedades controladas, como taxa de dissolução, força do grânulo e densidade aparente. É um processo chave em muitas indústrias, incluindo a de alimentos, fertilizantes, agroquímica e farmacêutica. Mas apesar de sua importância, ainda é um processo muito pouco compreendido, e, por isso, pouco eficiente em processos industriais (IVESON, LITSTER e ENNIS 1996; TARDOS, KHAN e MORT, 1997, CAMERON et al., 2005).

Este processo pode ser realizado em diversos equipamentos, como tambores rotativos, misturadores e leitos fluidizados. O equipamento de leito fluidizado apresenta a vantagem de ser um equipamento versátil, propiciando tanto a umidificação como a secagem das partículas em uma única operação. Entretanto, tal equipamento requer cuidados especiais já que as características fluidodinâmicas do sistema são alteradas ao longo do processo de granulação, podendo resultar em defluidização, quebra das partículas, redução no rendimento do processo devido a perdas por incrustação das partículas nas paredes do equipamento e devido à elutriação de finos.

A utilização de modelos matemáticos para descrição do processo de granulação tem sido tema de pesquisa de diversos pesquisadores, principalmente o uso de modelos de balanço populacional. Usualmente, tais modelos requerem o ajuste de uma constante ao sistema em questão e existem evidências de que parâmetros operacionais influenciem tal constante. As tentativas existentes de estimar as constantes do modelo são para sistemas em que não há solubilidade

das partículas no ligante, fazendo uso de partículas modelo, necessitando de estudos de sua aplicação em sistemas reais (REINHOLD et al., 2011; RAJNIAK et al., 2009; BOEREFIJN e HOUNSLOW, 2005). Tais modelos levam em conta a redução do número de partículas apenas por aglomeração, sem levar em consideração as perdas por incrustação e elutriação, muito relevantes para a granulação de alimentos. Diante disso, estudos são requeridos para que se tenha uma modelagem completa da granulação de alimento em leite fluidizado, indicando a influência das variáveis do processo na taxa de crescimento das partículas, nas taxas de elutriação e de incrustação, de maneira a se ter uma ferramenta útil para aumento de escala e estudo do processo.

Souza (2007) estudou o ajuste do modelo de balanço populacional ao processo de granulação de suco de goiaba em pó, sendo o modelo capaz de prever o comportamento das distribuições de tamanho das partículas e número de partículas totais no reator. Entretanto, tal ajuste se deu em condições de alto rendimento do processo. Para que o modelo se torne uma ferramenta útil para investigação do comportamento deste processo, nas diversas condições operacionais, existe a necessidade de estudo fora das condições de alto rendimento do processo, de maneira que se possa avaliar a capacidade do modelo de, mediante simulações, conduzir o pesquisador às condições de alto rendimento do processo.

### **1.1. Objetivos**

Este trabalho tem como objetivo o estudo do impacto das condições operacionais no modelo de balanço populacional, aplicado à granulação de suco de goiaba em pó. Para tanto, foram propostos os seguintes objetivos específicos:

- 1) Aquisição de dados experimentais da granulação de suco de goiaba em pó, em leite fluidizado, em cinco condições operacionais distintas, não ótimas;
- 2) Avaliar alterações no comportamento do sistema durante os experimentos;

- 3) Avaliar as alterações sofridas nas características das partículas para cada condição operacional dos experimentos;
- 4) Propor e validar um modelo para estimar a taxa de elutriação e de incrustação de partículas durante a granulação;
- 5) Calcular a constante de coalescência e de quebra do modelo de balanço populacional, para cada um dos experimentos, e verificar o ajuste do modelo;
- 6) Propor e validar um modelo para estimar as constantes de aglomeração e de quebra do modelo de balanço populacional;
- 7) Realizar simulações, em diferentes condições operacionais, do processo, utilizando o modelo de balanço populacional.

## **1.2. Organização do Trabalho**

O **Capítulo 1 (Introdução)** diz respeito às explicações sobre o tema central da tese e seus objetivos.

No **Capítulo 2 (Revisão Bibliográfica)** é feita uma revisão bibliográfica sintética sobre o processo de granulação de partículas em leito fluidizado e sobre como mensurar as alterações na forma das partículas. Descrevem também os estudos existentes sobre elutriação, incrustação em leitos fluidizados e sobre a modelagem matemática dos processos de coalescência, quebra e perdas das partículas durante o processo de granulação em leitos fluidizados.

O **Capítulo 3 (Granulação de Suco de Goiaba em Pó em Leito Fluidizado)** descreve o processo de aquisição dos dados experimentais e os resultados obtidos, subsídios para os modelos utilizados nos capítulos subseqüentes.

No **Capítulo 4 (Elutriação e Incrustação Durante a Granulação de Partículas)** é apresentado um modelo para calcular a taxa de elutriação e de incrustação das partículas de suco de goiaba em pó durante a granulação em leito fluidizado. Devido à necessidade de se estimar a massa de partículas elutriadas e incrustadas com base no número destas, foi desenvolvido um modelo para fazer

esta conversão. Ao final do capítulo é apresentada uma correlação para estimar o valor da constante de incrustação a partir das condições operacionais do equipamento.

No **Capítulo 5 (Modelagem do Processo de Granulação)** é feita a modelagem do processo de crescimento das partículas utilizando o modelo de balanço populacional com os termos de coalescência, quebra e perdas por elutriação e incrustação. Primeiro foi realizado o ajuste das constantes do modelo aos dados experimentais e, então, são propostas correlações para estimá-las com base em propriedades das partículas e condições operacionais do equipamento.

A partir dos modelos desenvolvidos nos capítulos 4 e 5, foram realizadas diversas simulações do processo, variando as condições operacionais do equipamento, a massa das partículas e as distribuições de tamanho iniciais das mesmas. Os resultados obtidos são apresentados no **Capítulo 6 (Simulação do Processo de Granulação)** assim como uma discussão sobre as limitações dos modelos desenvolvidos.

Por fim, o **Capítulo 7 (Conclusões)** apresenta as principais conclusões deste trabalho, assim como sobre sugestões para trabalhos futuros.

### ***1.3. Referências Bibliográficas***

BOEREFIJN, R.; HOUNSLOW, M.J. Studies of fluid bed granulation in a industrial R&D context. **Chemical Engineering Science**, v.60, p.3879-3890, 2005.

CAMERON, I. T.; WANG, F. Y.; IMMANUEL, C. D.; STEPANEK, F. Process systems modelling and applications in granulation: A review. **Chemical Engineering Science**, v.60, p.3723-3750, 2005.

IVESON, S. M.; LITSTER, J. D.; ENNIS, B. J. Fundamental studies of granule consolidation. Part 1: Effects of binder content and binder viscosity. **Powder Technology**. v.88, p.15-20, 1996.

RAJNIAK, P., STEPANEK, F., DHANASEKHRAN, K., FAN, R., MANCINELLI, C.,  
CHERN, R.T., A combined experimental and computational study of wet  
granulation in a Wurster fluid bed granulator. **Powder Technology**, v.189,  
p.190-201, 2009.

REINHOLD, A., BRIESEN, H. Numerical behavior of a multiscale aggregation  
model – coupling population balances and discrete element models.  
**Chemical Engineering Science**, In press, 2011.

TARDOS, G.I.; KHAN, M. I.; MORT, P. R. Critical parameters and limiting  
conditions in binder granulation of fine powders. **Powder Technology**, v.94,  
p.245-258, 1997.

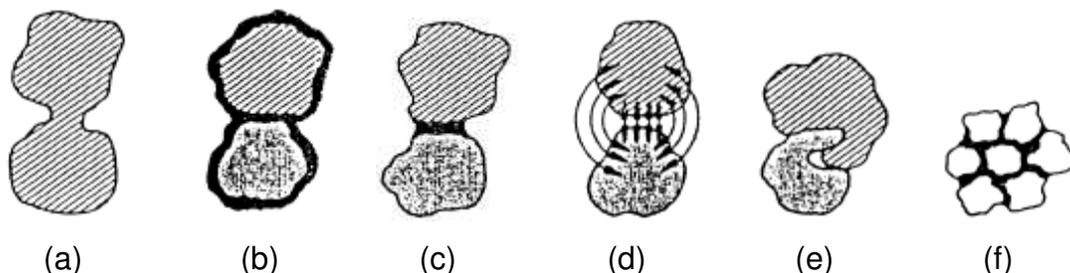
## **CAPÍTULO 2: Revisão Bibliográfica**

### **2.1. O Processo de Granulação**

Granulação (ou aglomeração) é uma operação de aumento de tamanho, na qual sólidos particulados são aglomerados. Este processo é utilizado para se obter grânulos com propriedades específicas, tais como: menor quantidade de finos, com conseqüente minimização de perdas, inalação e riscos de explosões; melhora no escoamento e manuseio destes; taxas de dissolução controladas; e aumento da densidade e superfície aparente (TARDOS et al., 1997; IVESON et al., 2001). É um processo importante em muitas indústrias, incluindo a de alimentos, fertilizantes, agroquímica e farmacêutica. Entretanto, segundo York (2009), atualmente o processo de granulação ainda é muito ineficiente, com taxas de reciclo de 50%, o que significa que metade da corrente de saída precisa retornar ao processo, fazendo com que o granulador principal seja duas vezes maior do que seria necessário, aumentando o custo de capital.

Existem diferentes maneiras pelas quais as partículas podem ser ligadas durante a granulação. Pietsch (2003) apresenta 14 formas principais: fusão parcial ou solidificação de substâncias solúveis, quando as partículas são solúveis no líquido ligante (Figura 2.1a); reação química, endurecimento do líquido ligante, líquidos ligantes de alta viscosidade ou camadas de adsorção (Figura 2.1b); pontes líquidas ou cristalização de material dissolvido no líquido ligante (Figura 2.1c); forças moleculares, forças eletrostáticas, forças magnéticas ou forças de van der Waals (Figura 2.1d); encaixe superficial (Figura 2.1e); e forças capilares (Figura 2.1f). A forma de ligação preponderante dependerá das partículas utilizadas, do tipo de ligante, do equipamento e das condições operacionais utilizadas. Souza (2007), trabalhando com granulação de suco de goiaba em pó em leite fluidizado, utilizando água como ligante, verificou que o mecanismo predominante de ligação entre as partículas foi a solidificação de substâncias solúveis (Figura 2.1a), já que, no sistema estudado, o ligante dissolvia

parcialmente as partículas, que se ligavam, e então o ligante era evaporado pelo ar de fluidização.



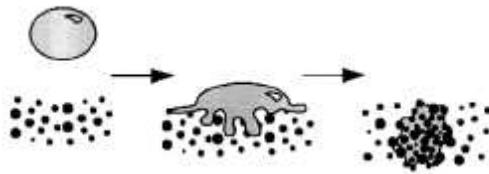
**Figura 2.1:** Mecanismos de ligação entre as partículas (Pietsch, 2003).

O processo de granulação pode ocorrer em diversos tipos de equipamentos: leitos fluidizados (DACANAL, 2009), leito de jorro (TARDOS et al., 1997), tambores rotativos (POON et al., 2009) e misturadores (RAMACHANDRAN et al., 2009). Cada processo com parâmetros operacionais, e impactos nas cinéticas, distintos.

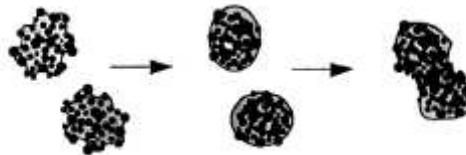
A granulação em equipamentos de leito fluidizado difere dos outros tipos de granulação pelo fato de que o gás que produz a agitação do pó também causa a evaporação do líquido e o resfriamento (ou aquecimento) do pó. Além disso, o aumento do tamanho das partículas em um leito fluidizado está associado com diversas mudanças nas características de fluidização, principalmente as propriedades de mistura do leito. Essas interações, que ocorrem no leito fluidizado, fazem com que este seja o sistema mais versátil de granulação e também o mais complexo, o que causa dificuldades no aumento da escala para escala industrial (TARDOS et al., 1997).

Durante o processo de granulação em leito fluidizado, ocorrem diversos processos simultaneamente, incluindo a atomização do líquido ligante, fluidização do produto, aglomeração (incluindo nucleação e coalescência), consolidação, solidificação do líquido ligante, secagem e atrito (TARDOS et al., 1997; GOLDSCHMIDT et al., 2003).

Por umedecimento e nucleação entende-se a adesão de partículas primárias pequenas, devido à sua captura por uma gota do líquido ligante (Figura 2.2). Coalescência é o processo no qual dois aglomerados maiores combinam-se para formar um grânulo, devido à agitação e colisão (Figura 2.3). Na coalescência, a face porosa do grânulo é saturada com o líquido e os grânulos colidentes são suficientemente maleáveis para permitir sua deformação e ligação. A quebra e o desgaste (Figura 2.4) ocorrem quando os grânulos se tornam muito grandes ou muito secos, tornando-se fracos e frágeis (TARDOS et al., 1997; IVESON et al., 2001; TAN et al., 2006a). Segundo Goldschmidt et al. (2003), estes processos são influenciados pelas características dos granuladores e parâmetros de operação.



**Figura 2.2:** Umedecimento e nucleação (IVESON et al., 2001)



**Figura 2.3:** Coalescência (IVESON et al., 2001)



**Figura 2.4:** Quebra e desgaste (IVESON et al., 2001)

Como forma de verificar o impacto das variáveis de processo, durante a cinética de aglomeração, Tan et al. (2006) estudaram a cinética de aglomeração de vidro ballotini em leito fluidizado, utilizando polietilenoglicol (PEG) como líquido

ligante, mais precisamente PEG 1500 e PEG 4000. Neste sistema, o crescimento dos grânulos foi diretamente dependente da quantidade de líquido ligante adicionada ao leite, o que também determinou a velocidade do crescimento. Conclusão semelhante obteve Dacanal (2009), aglomerando proteína de soja em um leite fluidizado pulsado e Dacanal (2005), aglomerando suco de acerola em leite fluidizado. Segundo Dacanal (2009) o aumento excessivo da quantidade de líquido favorece a formação de torrões e o colapso do leite. Tan et al. (2006) também observaram que o aumento no tamanho das gotas do líquido ligante proporcionou um aumento na taxa global de crescimento, apesar de as gotas menores aumentarem a velocidade de crescimento inicial. O aumento da velocidade do ar de fluidização reduziu a taxa de crescimento global e a distribuição de tamanho final dos grânulos se mostrou mais estreita, com o aumento da temperatura do leite e da velocidade do ar de fluidização.

Outras variáveis importantes no processo de granulação dizem respeito às características iniciais dos grânulos. Thielmann et al. (2008) investigaram o efeito do umedecimento da superfície das partículas primárias pelo ligante, trabalhando com partículas hidrofílicas e hidrofóbicas. Estes pesquisadores observaram que as partículas hidrofóbicas obtiveram uma maior amplitude na distribuição de tamanho, frente às partículas hidrofílicas, além de uma maior fração de finos não granulados. Também observaram que os grânulos formados a partir de partículas hidrofóbicas eram mais redondos e compactos.

Realpe et al. (2008) estudaram o efeito da distribuição de tamanho inicial (unimodal versus bimodal) das partículas. Foi utilizado um misturador para aglomerar partículas de lactose anidro e lactose monohidratada, utilizando água como ligante. Eles observaram que as distribuições bimodais apresentaram dois estágios de cinética de crescimento (crescimento rápido e crescimento lento), enquanto as distribuições unimodais exibiram uma cinética de baixo crescimento e em um único estágio. Segundo os autores, isto se deve ao fato de que partículas de tamanhos similares não aglomeram. Conclusão semelhante foi obtida por Souza (2007), trabalhando com suco de goiaba em pó, em leite fluidizado. Em seu trabalho, trabalhando com modelagem do processo, o modelo que obteve o

melhor ajuste aos dados experimentais foi o que proporcionava uma aglomeração tanto maior quanto maior fosse a diferença de tamanho entre as partículas colidentes.

### **2.2. Análise de Forma**

A forma das partículas desempenha um papel essencial em vários aspectos da tecnologia de partículas, por afetar, entre outros fatores, o escoamento de pós, as características de meios porosos e a superfície de contato das partículas. Durante o processo de granulação a morfologia das partículas afeta as características fluidodinâmicas do sistema, a transferência de calor, as considerações utilizadas nos modelos matemáticos e as características sensoriais do produto acabado (ALLEN, 1997; PONS et al. 1999). O conhecimento de como a forma das partículas se altera ao longo do processo de granulação pode ajudar na elaboração de mecanismos para as diversas alterações que ocorrem no sistema.

Apesar de perceptível, as alterações de forma das partículas, ao longo da granulação, não são facilmente quantificáveis. Alguns autores apenas afirmam que houve afastamento ou aproximação da forma esférica, sem quaisquer parâmetros mensuráveis (ZHAI et al., 2009).

A utilização de ferramentas de análise de imagens possibilita uma caracterização quantitativa das partículas analisadas, por meio dos fatores de forma. Dentre estes, os mais utilizados são: o arredondamento,  $Ar$  (Equação 2.1); a circularidade,  $C$  (Equação 2.1); o alongamento,  $Al$  (Equação 2.2); e a compacidade,  $R$  (Equação 2.3) (TURCHIULI et al., 2005):

$$Ar = \frac{1}{C} = \frac{4 \cdot \pi \cdot A_p}{P^2} \quad (2.1)$$

$$Al = \frac{E_{maior}}{E_{menor}} \quad (2.2)$$

$$R = \frac{d_{eq}}{E_{maior}} \quad (2.3)$$

onde  $P$  é o perímetro,  $A_p$  é a área,  $E_{maior}$  é o comprimento do maior eixo e  $E_{menor}$  é o comprimento do menor eixo, da partícula sendo analisada.

A circularidade e o arredondamento comparam a superfície do objeto com a do disco de mesmo perímetro, podendo as partículas ser classificadas conforme a Tabela 2.1 (TURCHIULI et al., 2005):

**Tabela 2.1:** Classificação das Partículas pela Circularidade

Valor da Circularidade	Classificação
< 1,25	Circular
1,25 < C < 2	Angular
> 2	Comprida

Quanto mais irregular for a partícula, ou mais alongada, maior o valor de  $C$ .

O alongamento ( $Al$ ) mede a razão entre o maior e o menor eixo do objeto (Equação 2.2). Se o alongamento for igual a um, o objeto é circular ou quadrático. Para valores maiores do que 1, o objeto é mais alongado.

A compacidade ( $R$ ) (Equação 2.3) é, também, uma medida de quão circular é o objeto. Quando seu valor for igual a 1, o objeto é aproximadamente circular.

Turchiuli et al. (2005), trabalhando com granulação de partículas de zeína em leite fluidizado, não conseguiram relacionar os valores médios dos fatores de forma alongamento, circularidade e compacidade, com as propriedades de produto acabado: molhabilidade, rigidez (“friability”) e escoabilidade. Em seu processo de granulação, houve um aumento na circularidade e uma diminuição na compacidade, ao longo do tempo, mostrando que as partículas ficaram menos esféricas.

Souza (2007) utilizou os fatores de forma alongamento, arredondamento e compacidade, para caracterização das partículas de suco de goiaba em pó, e

verificou que apenas a compacidade, nas diversas classes de distribuição de tamanho, foi capaz de caracterizar as formas das partículas. Souza (2007) verificou a massa de pós não poderia ser caracterizada, com precisão, por um fator de forma médio, sendo importante verificar a distribuição do fator de forma em estudo.

Dacanal (2005), trabalhando com aglomeração de suco de acerola em pó, apresentou diversas micrografias das partículas, em diversos diâmetros, de onde se pode observar a forma irregular destas. Entretanto, não foi avaliada quantitativamente a forma de suas partículas.

Existem diversos outros fatores de forma encontrados na literatura, dentre os mais complexos, tem-se a dimensão fractal e os descritores de Fourier.

A dimensão fractal pode ser uma maneira de se caracterizar pós irregulares (PONS et al., 1999). Esta pode ser entendida como uma caracterização das irregularidades das partículas, verificada pelo aumento do perímetro destas com a diminuição da escala de medida, significando o quanto de espaço a forma ocupa (FALCONER, 1990). Entretanto, nenhum estudo foi encontrado na literatura caracterizando a forma de aglomerados por meio desta ferramenta.

Lorén et al. (2006), sugerem o uso da série de Fourier para descrição de formas complexas. Em seu trabalho os autores quantificaram a forma de emulsões heterogêneas e sugeriram a aplicação de tal metodologia a outros tipos de alimentos que apresentam formas irregulares. Entretanto, Wang et al. (2008), afirmam que a série de Fourier não proporciona uma descrição física direta do objeto, mas consegue reter a informação morfológica e tem capacidade de reconstruir a forma.

### ***2.3. Elutriação em Leitos Fluidizados***

Elutriação é o processo pelo qual as partículas presentes no leito são arrastadas para fora deste pelo ar de fluidização. Em alguns processos é desejável, como na incineração de borra (MILIOLI e FOSTER, 1995a) ou como técnica de separação (SANTANA et al., 1999). Este processo, entretanto, é

indesejável em processos de craqueamento catalítico, por causar ineficiência, (MILIOLI e FOSTER, 1995a) e em processos de aglomeração e de secagem de partículas, por causar a redução do rendimento deste processo.

Durante a fluidização, as partículas cujas velocidades terminais forem menores do que a velocidade de fluidização, tendem a ser arrastadas para fora do leito. Segundo Milioli e Foster (1995a), em leitos borbulhantes, mesmo partículas com velocidades terminais superiores à de fluidização são arrastadas para fora do leito pela erupção das bolhas.

O processo de elutriação sofre influência de diversas variáveis experimentais, como diâmetro da coluna, altura da coluna, tamanho das partículas, tipo de partículas e velocidade superficial do gás. A diferença entre a velocidade superficial e a velocidade terminal das partículas é considerada a variável mais importante (LI e KATO, 2001). Smolders e Baeyens (1997) investigaram a influência da expansão da área superficial do leito na elutriação de partículas. Eles demonstraram que um aumento na área reduz a quantidade de material elutriado.

Partículas com diferentes classificações de Geldart tendem a ter características de elutriação diferentes (MA e KATO, 1998). Segundo Li e Kato (2001), a taxa de elutriação de partículas pertencentes aos grupos A ou B de Geldart é afetada pelas propriedades físicas das partículas elutriadas, como a densidade, além de sofrer influência das propriedades do ar de fluidização. Estas não são afetadas pela distribuição de tamanho das partículas, diferentemente das partículas pertencentes ao grupo C de Geldart (coesivas), cuja elutriação é fortemente influenciada pelo diâmetro médio da distribuição de partículas presente no leito, sendo menor a elutriação quanto maior o diâmetro médio das partículas.

A elutriação é normalmente modelada utilizando modelos dinâmicos (ou pneumáticos), baseados no balanço de momento de cada partícula entrando na camada superior livre do leito; ou utilizando correlações empíricas/ semi-empíricas. A extrema complexidade dos modelos dinâmicos torna estes modelos de difícil aplicação prática (MILIOLI e FOSTER, 1995b).

A forma mais comum de modelar o processo de elutriação consiste na resolução da Equação 2.4 (KUNII e LEVENSPIEL, 1991):

$$\frac{dm_i}{dt} = -k_i \cdot m_i \quad (2.4)$$

Onde  $m_i$  é a massa de partículas de tamanho  $i$  que permanecem no leito no tempo  $t$ , em kg,  $t$  é o tempo de processo, em s,  $k_i$  é a taxa de elutriação, em 1/s. Separando as variáveis e integrando entre  $m_{i0}$ , a massa inicial de partículas de tamanho  $i$  no leito e  $m_{it}$ , que é a massa de partículas de tamanho  $i$ , no tempo  $t$ ; e entre tempo igual a 0 até  $t$ , chega-se à Equação 2.5:

$$m_{it} = m_{i0} \cdot e^{-k_i \cdot t} \quad (2.5)$$

A massa de material elutriada ( $m_{et}$ ) pode então ser calculada pelas Equações 2.6 e 2.8:

$$m_{iet} = m_{i0} - m_{it} \quad (2.6)$$

$$m_{iet} = m_{i0} \cdot (1 - e^{-k_i \cdot t}) \quad (2.7)$$

$$m_{et} = \sum m_{iet} \quad (2.8)$$

onde  $m_{ie}$  é a massa de partículas de tamanho  $i$  elutriadas no tempo  $t$ , em kg e  $m_{et}$  é a massa total elutriada, em kg.

A taxa de elutriação pode ser calculada a partir de dados experimentais. Existem diversas correlações na literatura para o cálculo, com base em propriedades do sistema, de uma constante de elutriação ( $k_i^*$ ) a partir da qual a taxa de elutriação pode ser calculada (Equação 2.9) (KUNII e LEVENSPIEL, 1991). A Tabela 2.2 apresenta alguns exemplos de correlações encontradas na literatura para estimar a constante de elutriação.

$$k_i = \frac{k_i^* \cdot A_{tl}}{m_t} \quad (2.9)$$

**Tabela 2.2:** Correlações para a constante de elutriação (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

Referência	$\Delta d_i$ ( $\mu\text{m}$ )	Grupo de Geldart	$V_0$ (m/s)	Correlação
Wen e Hashinger (1960)	41-280	A/ B	0,22-1,32	$\frac{k_i^*}{\rho_g \cdot (V_{ar} - V_{ti})} = 1,52 \cdot 10^{-5} \cdot \left[ \frac{(V_{ar} - V_{ti})^2}{\rho_g \cdot d_i} \right]^{0,5} \cdot \text{Re}_t^{0,725} \cdot \left( \frac{\rho_s - \rho_g}{\rho_g} \right)^{1,15}$
Colakyan e Levenspiel (1984)	36 - 1000	A/ B	0,90-3,66	$k_i^* = 0,11 \cdot \rho_g \cdot \left( 1 - \frac{V_{ti}}{V_{ar}} \right)^2$
Merrick e Highley (1974)	8-1000	A	0,61-2,44	$\frac{k_i^*}{\rho_g \cdot V_{ar}} = 0,0001 + 130 \cdot \exp \left[ -10,4 \cdot \left( \frac{V_{ti}}{V_{ar}} \right)^{0,5} \cdot \left( \frac{V_{mf}}{V_{ar} - V_{mf}} \right)^{0,25} \right]$
Kato et al. (1986)	37-282	A	0,2-1,1	$\frac{k_i^*}{\rho_g \cdot (V_{ar} - V_{ti})} = 2,07 \cdot 10^{-4} \cdot \left[ \frac{(V_{ar} - V_{ti})^2}{\rho_g \cdot d_i} \right]^{\text{Re}_t^{-0,6}} \cdot \text{Re}_t^{1,6} \cdot \left( \frac{\rho_s - \rho_g}{\rho_g} \right)^{0,61}$

onde  $V_{ar}$  é a velocidade do ar de fluidização, em m/s,  $V_{ti}$  é a velocidade terminal da partícula de tamanho  $i$ , em m/s,  $\rho_g$  é a densidade do ar de fluidização, em  $\text{kg/m}^3$ ,  $\rho_s$  é a densidade da partícula, em  $\text{kg/m}^3$ , e  $k_i^*$  é a constante de elutriação, em  $\text{kg}/(\text{m}^2 \cdot \text{s})$ ;  $m_t$  é a massa total no leito no tempo  $t$ , em kg;  $A_{tl}$  é a área transversal do leito, em  $\text{m}^2$ . Segundo Kunii e Levenspiel (1991), se a massa no leito se alterar menos do que 20%, o valor de  $m_t$  pode ser considerado constante. Sendo assim, a partir do cálculo da constante de elutriação por alguma das correlações presentes na Tabela 2.2, pode-se, utilizando a Equação 2.9, calcular a taxa de elutriação e, então, aplicando as Equações 2.7 e 2.8, calcular a massa total de partículas elutriadas no leito.

Os resultados obtidos por cada correlação da Tabela 2.2 podem diferir enormemente uns dos outros em função das diferentes características dos materiais e condições experimentais (LIU e KATO, 2001), devendo ser verificados para cada sistema em estudo.

### 2.4. Incrustação

Por incrustação entende-se o processo nos quais as partículas presentes no granulador aderem à superfície do equipamento. A incrustação de partículas nas paredes do granulador é altamente indesejável. As partículas incrustadas aumentam o custo do processo, por aumentar o número de paradas para limpeza do equipamento. Além disso, afetam a qualidade do produto final, já que, as partículas incrustadas recebem um tratamento térmico mais intenso, com alterações nas cores, conteúdo de umidade e solubilidade, e contaminam o produto ao se soltarem das paredes do equipamento (GOULA e ADAMOPOULOS, 2005).

Apesar do impacto da incrustação no rendimento e na qualidade do processo de granulação, são raros os estudos a respeito dos mecanismos que governam este processo e sobre a modelagem matemática do mesmo. A maior parte dos estudos existentes se dá em processos de *spray drying* (WOO et al., 2009; LANGRISH et al., 2007; GOULA e ADAMOPOULOS, 2005).

A incrustação se dá por dois mecanismos: por deposição eletrostática (SOWINSKI, et al., 2010) e por deposição de partículas úmidas na parede do equipamento (LANGRISH et al., 2007).

Segundo Sowinski, et al. (2010) a geração de cargas eletrostáticas dentro do equipamento acontece devido às colisões partícula-partícula e partícula-parede, gerando incrustação na parede do equipamento e aglomeração das partículas. Não existem estudos descrevendo separadamente o impacto da deposição de partículas úmidas e da deposição eletrostática.

Dacanal (2009), trabalhando com granulação de suco de acerola em pó em leite fluidizado, avaliou as variáveis que proporcionavam o aumento do rendimento do processo. Seu trabalho demonstrou que há diminuição no rendimento do processo com a diminuição da velocidade do ar de fluidização, com o aumento da vazão de líquido ligante e com a diminuição da temperatura do ar de fluidização. Entretanto, ele não quantificou separadamente a massa de partículas elutriada e a incrustada, trabalhando apenas com rendimento total do processo. Conclusões

semelhantes foram obtidas por Goula e Adamopoulos (2005) trabalhando com secagem em *spray drier* de polpa de tomate.

## **2.5. Modelagem Matemática do Processo de Granulação**

Para modelagem do crescimento das partículas durante processos de granulação, dois tipos de modelo têm sido aplicados: os modelos de elementos discretos, os quais processam as colisões partícula a partícula (GOLDSCHMIDT et al., 2003) e os modelos de balanço populacional (MBP). Diversos autores trabalharam com modelos baseados em balanços populacionais para simulação de processos de granulação, por apresentarem bons resultados e alta eficiência computacional (PEGLOW et al., 2007; TAN et al., 2006b; LIU e LITSTER, 2002).

O MBP é um balanço baseado na conservação das propriedades dos sistemas particulados. Neste tipo de modelo as partículas são descritas tanto em coordenadas de propriedades internas, relacionadas com o estado interno da partícula (por exemplo: tamanho, volume, concentração, atividade química, temperatura, etc.), como em coordenadas externas, que determinam a localização da partícula.

Para sistemas descritos apenas pela coordenada interna tamanho das partículas, o MBP é simplesmente um balanço numérico em torno de cada fração da distribuição de tamanhos, baseado na conservação do número de partículas. O modelo descreve como a taxa de variação no número de partículas pode ser relacionada com a taxa na qual as partículas entram ou saem daquele intervalo de tamanho, por diferentes fenômenos que ocorrem no sistema (nucleação, agregação, quebra, etc.) (RAMKRISHNA, 2000). O MBP é dado pela Equação 2.10 (RAMKRISHNA, 2000; HOUNSLOW et al., 2001):

$$\begin{aligned}
 \frac{\partial \rho(v,t)}{\partial t} = & \frac{1}{2} \int_0^v \beta(v-u, u, t) \rho(v-u) \rho(u) du && \text{(termo de aparecimento por coalescência)} \\
 & + \int_0^\infty v(u, t) b(u, t) P(v/u, t) \rho(u, t) du && \text{(termo de aparecimento por quebra)} \\
 & - \rho(v, t) \int_0^\infty \beta(v, u, t) \rho(u, t) du && \text{(termo de desaparecimento por coalescência)} \\
 & - b(v, t) \rho(v, t) && \text{(termo de desaparecimento por quebra)} \\
 & - O(v, t) \rho(v, t) && \text{(termo de desaparecimento por perdas no sistema)}
 \end{aligned}
 \tag{2.10}$$

sendo,

$$\rho(v, t) = \frac{\partial N(v, t)}{\partial v}
 \tag{2.11}$$

onde  $v$  e  $u$  são tamanhos de partículas,  $\rho(v, t)$  é a densidade de distribuição por número (Equação 2.11),  $N(v, t)$  é o número de partículas de tamanho  $v$  no tempo  $t$ ,  $\beta$  é o núcleo de coalescência,  $v(u, t)$  é o número de partículas formadas pela quebra de uma única partícula de tamanho  $u$  no tempo  $t$ ,  $b$  é a fração de partículas quebradas por unidade de tempo,  $P(v/u, t)$  é a probabilidade de se formar uma partícula de tamanho  $v$  a partir da quebra de uma partícula de tamanho  $u$  no tempo  $t$  e  $O(v, t)$  é a taxa de desaparecimento de partículas de tamanho  $v$  no tempo  $t$ .

Vale ressaltar que até então pouquíssimos trabalhos referentes à modelagem matemática do processo de aglomeração foram feitos utilizando partículas reais. Em geral são utilizadas esferas de vidro (TURCHIULLI et al., 2011), ou partículas ideais (BRAUMAN et al., 2009), o que torna a modelagem do processo de aglomeração, com partículas reais, um grande campo de pesquisa que necessita ser explorado (BOEREFIJN e HOUNSLOW 2005).

### 2.5.1. Coalescência

A Equação 2.10 dificilmente pode ser resolvida analiticamente, devendo ser resolvida numericamente. Diversos autores trabalharam em sua resolução para sistemas em que ocorre crescimento apenas por coalescência (ALOPAEUS et al., 2006; LIU e CAMERON, 2003; MAHONEY et al., 2002; KUMAR e RAMKRISHNA, 1996). Existem diversas técnicas de solução do MBP na literatura: métodos de aproximações sucessivas, métodos dos momentos, elementos finitos, simulação de Monte Carlo, etc. (KUMAR et al., 2009). A maneira mais usual de resolução é a proposta por Hounslow et al (1988), por sua simplicidade e eficiência. Por esta maneira, a Equação 2.10, considerando apenas os termos de coalescência, é dividida em um sistema de equações diferenciais ordinárias (Equação 2.12), cuja dedução pode ser encontrada no Anexo A:

$$\begin{aligned}
 \frac{dN_1}{dt} &= -N_1 \sum_{j=1}^I \beta_{1,j} N_j \\
 \frac{dN_2}{dt} &= \frac{1}{2} \beta_{1,1} N_1^2 - N_2 \sum_{j=1}^1 2^{j-2} \beta_{2,j} N_j - N_2 \sum_{j=2}^I \beta_{2,j} N_j \\
 &\vdots \\
 \frac{dN_I}{dt} &= N_{I-1} \sum_{j=1}^{I-2} 2^{j-I+1} \beta_{I-1,j} N_j + \frac{1}{2} \beta_{I-1,I-1} N_{I-1}^2 - N_I \sum_{j=1}^{I-1} 2^{j-I} \beta_{I,j} N_j - N_I \sum_{j=I}^I \beta_{I,j} N_j
 \end{aligned} \tag{2.12}$$

onde  $i$  e  $j$  são os intervalos de tamanho de partículas e  $I$  é o número total de intervalos considerados.

O núcleo de coalescência  $\beta$ , representa a frequência de colisões entre as partículas de tamanho  $v$  e  $u$ , bem-sucedidas em formar uma partícula de tamanho  $v+u$ , e é crucial no modelo de balanço populacional. Em geral o núcleo de coalescência pode ser dividido em duas partes (Equação 2.13):

$$\beta(v,u) = \beta_0 \cdot \beta^*(v,u) \tag{2.13}$$

onde  $\beta_0(t)$  é a constante de aglomeração dependente do tempo e das condições do granulador e  $\beta^*(v, u)$  mostra a dependência do núcleo de coalescência com o tamanho dos grânulos aglomerando (LIU e LITSTER, 2002).

Existem diversos trabalhos com propostas para a forma  $\beta^*(v, u)$ , como pode ser observado na Tabela 2.3, cada qual estabelecendo um tipo de colisão mais favorável à aglomeração dentro do sistema. Em geral, o termo  $\beta_0(t)$  é ajustado a dados experimentais utilizando uma definição da forma de  $\beta^*(v, u)$  (SOUZA, 2007; TAN et al., 2006b).

**Tabela 2.3:** Diversas propostas para o núcleo de coalescência (SOUZA, 2007).

<b>Núcleo de Coalescência</b>	<b>Referência</b>	<b>Comentário</b>
$\beta(t) = \beta_0(t)$	SMOLUCHOWSKI (1917)	Todas as colisões são equiprováveis.
$\beta = \beta_0 \frac{(u+v)^{E1}}{(uv)^{E2}}$	KAPUR (1972)	Colisões prováveis dependentes dos valores de E1 e E2.
$\beta = \beta_0 \frac{(u^{2/3} + v^{2/3})}{(1/u + 1/v)}$	SASTRY (1975)	Favorece a colisão entre partículas pequenas.
$\beta = \beta_0  u - v $	SOUZA (2007)	Favorece as colisões de maior gradiente de tamanho.
$\beta = \beta_0 \frac{(u-v)^2}{(u+v)}$	GOLOVIN (1963)	Favorece as condições entre partículas pequenas e grandes.
$\beta = \beta_0 \left(\frac{1}{u} + \frac{1}{v}\right)^{1/2} (u^{1/3} + v^{1/3})^2$	FRIEDLANDER (1977)	Favorece as colisões entre partículas pequenas.
$\beta = \beta_0 \left(\frac{1}{u^{1/3}} + \frac{1}{v^{1/3}}\right) (u^{1/3} + v^{1/3})$	FRIEDLANDER (1977)	Favorece as colisões entre partículas pequenas.
$\beta_{i,j} = \beta_0(t) (d_i + d_j)^2 \sqrt{\frac{1}{deq_i^3} + \frac{1}{deq_j^3}}$	HOUNSLOW (1998)	Favorece as colisões entre partículas pequenas e grandes.

Souza (2007), trabalhando com suco de goiaba em pó, comparou a influência dos diversos núcleos de coalescência presentes na Tabela 2.3 à qualidade do ajuste de  $\beta_0(t)$  aos dados experimentais de cinética de granulação, em um leito fluidizado modificado. Seu trabalho mostrou que, para aquele sistema, o núcleo de coalescência que favorece as colisões de maior gradiente de tamanho entre as partículas, apresentou melhor ajuste. Terrazas-Velarde et. al (2009), trabalhando com aglomeração de esferas de vidro em leito fluidizado, chegaram à conclusão semelhante, assim como Realpe et al. (2008), trabalhando com aglomeração de lactose em misturadores.

A influência dos parâmetros operacionais no valor de  $\beta_0(t)$  foi estudada por Tan et al. (2006), utilizando vidro ballotini em um leito fluidizado, tendo PEG como líquido ligante. Os autores verificaram que o valor de  $\beta_0(t)$  aumenta linearmente com o aumento vazão de líquido ligante ( $\dot{V}_{lig}$ ); que o valor de  $\beta_0(t)/\dot{V}_{lig}$  aumenta com o aumento do tamanho das gotas de líquidos ligantes e diminui com o aumento da velocidade de fluidização. Já o efeito da temperatura seria variado. Para ligantes de maior peso molecular, o aumento da temperatura do leito resultou em um aumento do valor de  $\beta_0(t)/\dot{V}_{lig}$ , por retardar a solidificação do ligante, enquanto que, para os ligantes de menor peso molecular, houve um aumento do valor até um determinado ponto, seguindo de uma diminuição, caso a temperatura continuasse aumentando. Tal diminuição ocorre devido à formação de pontes líquidas cada vez mais frágeis entre as partículas. Os autores não propuseram nenhuma relação que quantificasse tais alterações.

Boerefijn e Hounslow (2005), trabalhando com quatro diferentes sólidos, verificaram uma forte influência do parâmetro  $\dot{V}_{lig}/(\rho_p V_{ar})$  no valor de  $\beta_0$ . Segundo estes autores, tal parâmetro indica que o valor de  $\beta_0$  pode ser definido a priori, com base nas condições operacionais. O problema que surge, deve-se ao fato de que as unidades de  $\beta_0$  são dependentes da escolha de  $\beta^*(v, u)$ , cuja forma mais adequada pode variar entre sistemas (SOUZA, 2007).

### **2.5.2. Quebra das Partículas**

Segundo Tan et al. (2004), a quebra de partículas é o processo no qual os grânulos são reduzidos a partículas menores por forças mecânicas. Eles trabalharam com granulação de vidro ballotini em leito fluidizado e propuseram três possíveis mecanismos pelos quais as partículas podem se quebrar: atrito, pelo o qual o grânulo se quebra originando uma partícula de tamanho comparável às partículas primárias e outra partícula de tamanho um pouco menor que o grânulo, mas pertencente ao mesmo intervalo de tamanho deste; fragmentação, na qual o grânulo é reduzido completamente às suas partículas constituintes primárias; e quebra aleatória binária, na qual se tem igual probabilidade de formação de grânulos menores a partir da quebra de um grânulo maior. Em tal trabalho, os autores concluíram que o modelo de quebra aleatória binária, descrito pelas equações 2.14 e 2.15, foi o que apresentou o melhor ajuste:

$$v(u) \cdot P(v/u) = \frac{1}{m(u)} \quad (2.14)$$

$$b(u, t) = S_0 \cdot deq_i^q \quad (2.15)$$

onde  $S_0$  e  $q$  seriam parâmetros a serem ajustados e  $m(u)$  é a massa da partícula de tamanho  $u$ ,  $deq$  é o diâmetro equivalente das partículas pertencentes ao intervalo de tamanho  $i$ . Para Tan et al (2004), o melhor valor de  $q$  na descrição do processo foi igual a zero, enquanto que Alopaeus et al. (2006) utilizaram um valor de  $q$  igual a 3.

### **2.5.3. Perdas no sistema**

Em um leito fluidizado, as partículas também podem desaparecer das diversas classes de tamanhos independentemente de efeitos de coalescência ou quebra, mas por elutriação ou incrustação nas paredes do equipamento. Entretanto, não existem trabalhos que quantifiquem ou modelem este tipo de processo juntamente com o MBP.

## 2.6. Referências Bibliográficas

- ALLEN, T., **Particle Size Measurement**. v.1. 2.ed. London: Chapman & Hall: Boundary Row, 1997. 525p.
- ALOPAEUS, V.; LAAKKONEN, M.; AITTAMAA, J. Solution of population balances with breakage and agglomeration by high-order moment-conserving method of classes. **Chemical Engineering Science**, v.61, p.6732-6752, 2006.
- BOEREFIJN, R.; HOUNSLOW, M.J. Studies of fluid bed granulation in a industrial R&D context. **Chemical Engineering Science**, v.60, p.3879-3890, 2005.
- BRAUMANN, A., KRAFT, M., MORT, P.R., Parameter estimation in a multidimensional granulation model, **Powder Technology**, v.197, p.196-210, 2009.
- COLAKYAN, M., LEVENSPIEL, O., Elutriation from fluidized beds, **Powder Technology**, n.38, p.223-232, 1984.
- DACANAL, G. C. Aglomeração de polpa de acerola e proteína isolada de soja em pó em leito fluidizado cônico e pulsado, **Tese de Doutorado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, SP, 2009.
- DACANAL, G. C. Estudo da granulação de suco de acerola desidratado em leito fluidizado, **Dissertação de Mestrado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, SP, 2005.
- DACANAL, G.C., MENEGALLI, F.C., Experimental study and optimization of the agglomeration of acerola powder in a conical fluid bed. **Powder Technology**, v.188, p.187-194, 2009.
- FALCONER, K. **Fractal Geometry - Mathematical Foundations and Applications**, 1ed., Chichester: John Wiley & Sons, 1990.

- FRIEDLANDER, S. K. **Smoke, Dust and Haze**, 1ed., New York: Oxford University Press, 1977.
- GOLDSCHMIDT, M. J. V.; WEIJERS, G. G. C.; BOEREFIJN, R.; KUIPERS, J. A. M. Discrete element modelling of fluidised bed spray granulation. **Powder Technology**, v.138, p.39-45, 2003.
- GOLOVIN, A. M. The solution of the coagulation equation for raindrops, taking condensation into account. **Soviet Physics Doklady**, v.8, p.191, 1963.
- GOULA A.M., ADAMOPOULOS K.G., Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. The effect on product recovery. **Journal of Food Engineering**, v.66, p.25-34, 2005.
- HOUNSLOW, M. J. Population Balance as a tool for understanding particle rate process. **Kona**, p.179-193, 1998.
- HOUNSLOW, M. J.; RYALL, R. L.; MARSHALL, V. R. A Discretized Population Balance for Nucleation, Growth, and Aggregation, **AIChE Journal**, v.34, n.11, p.1821-1832, 1988.
- HOUNSLOW, M.J.; PEARSON, J. M. K.; INSTONE, T. Tracer Studies of High-Shear Granulation: II. Population Balance Modeling. **AIChE**, v.47, v.9, p.1984-1999, 2001.
- IVESON, S.M.; LITSTER, J. D.; HAPGOOD, K.; ENNIS, B. J. Nucleation, growth and breakage phenomena in agitated wet granulation processes: a review. **Powder Technology**, v.117, p.3-39, 2001.
- KATO, K., TAJIMA, T., MAO, M., IWAMOTO, H., **Fluidization' 85, Science and Technology**, Tokyo: Science Press, 1985.

- KUMAR, J., WARNECHE, G., PEGLOW, M., HEINRICH, S., Comparison of numerical methods for solving population balance equations incorporating aggregation and breakage. **Powder Technology** , v.189, p.218-229, 2009.
- KUMAR, S.; RAMKRISHNA, D. On the solution of population balance equations by discretization – I. A fixed pivot technique. **Chemical Engineering Science**, v.51, n.8, p.1311-1332, 1996.
- KUNII D., LEVENSPIEL O. **Fluidization Engineering**. 2.ed. Butterworth-Heinemann, 491p., 1991.
- LANGRISH, T. A. G., CHAN, W. C., KOTA K., Comparison of maltodextrin and skim milk wall deposition rates in a pilot-scale spray dryer. **Powder Technology**, v.179, p.84-89, 2007.
- LI J., KATO K., A correlation of the elutriation rate constant for adhesion particles (group C particles). **Powder Technology**, v.118, p.209-218, 2001.
- LIU, L.X.; LITSTER, J. D.; Population balance modelling of granulation with a physically based coalescence kernel. **Chemical Engineering Science**, v.57, p.2183-2191, 2002.
- LIU, Y.; CAMERON, I.T. A new wavelet-based adaptive method for solving population balance equations. **Powder Technology**, v.130, p.181-188, 2003.
- LORÉN, N.; HAMBERG, L.; HERMANSSON, A. Measuring shapes for application in complex food structures. **Food Hydrocolloids**, v.20, p.712-722, 2006.
- MA X., KATO K., Effect of interparticle adhesion forces on elutriation of fine powders from a fluidized bed of binary particle mixture. **Powder Technology**, v.95, p.93-101, 1998.

- MAHONEY, A. W.; DOYLE III, F. J.; RAMKRISHNA, D. Inverse problems in population balances: growth and nucleation from dynamic data. **AIChE Journal**, v.48, n.5, p.981-990, 2002.
- MERRICK, D., HIGHLEY, J., Particle size reduction and elutriation in a fluidized bed process, **AIChE Symp. Ser.**, v.70, n.137, p.366-378, 1974.
- MILIOLI F.E, FOSTER P.J., Entrainment and Elutriation modeling in bubbling fluidized beds. **Powder Technology**, v.83, p. 233-243, 1995a.
- MILIOLI F.E., FOSTER P.J., A model for particle size distribution and elutriation in fluidized beds. **Powder Technology**, v.83, p.265-280, 1995b.
- PEGLOW, M.; KUMAR, J.; HEINRICH, S.; WARNECKE, G.; TSOTSAS, E.; MORL, L.; WOLF, B. A generic population balance model for simultaneous agglomeration and drying in fluidized beds, **Chemical Engineering Science**, v.62, p.513-532, 2007.
- PIETSCH, W. An interdisciplinary approach to size enlargement by agglomeration. **Powder Technology**, v.130, p.8-13, 2003.
- PONS, M. N.; VIVIER, H.; BELAROU, K.; BERNARD-MICHEL, B.; CORDIER, F.; OULHANA, D.; DODDS, J. A., Particle morphology: from visualization to measurement. **Powder Technology**, v.103, p.44-57, 1999.
- POON, J.M.H., RAMACHANDRAN, R., SANDERS, C.F.W., GLASER, T., IMMANUEL, C. D., DOYLE III, F.J., LITSTER, J.D., STEPANEK, F., WANG, F., CAMERON, I.T. Experimental validation studies on a multi-dimensional and multi-scale population balance model of batch granulation. **Chemical Engineering Science**, v.64, p.775-786, 2009.
- RAMACHANDRAN, R., IMMANUEL, C.D., STEPANEK, F., LITSTER, J.D., DOYLE III, F.J., A mechanistical model for breakage in population balances of granulation: theoretical kernel development and experimental validation. **Chemical Engineering Research and Design**, v.87, p.598-614, 2009.

- RAMKRISHNA, D. **Population Balances: Theory and Applications to Particulate Systems in Engineering**, San Diego: Academic Press, 2000. 365p.
- REALPE, A., VELÁSQUEZ, C., Growth kinetics and mechanism of wet granulation in a laboratory-scale high shear mixer: Effect of initial polydispersity of particle size. **Chemical Engineering Science**, v.63, p.1602-1611, 2008.
- SANTANA D., RODRIGUEZ J.M., MACÍAS-MACHÍN A., Modelling fluidized bed elutriation of fine particles. **Powder Technology**, v.106, p.110-118, 1999.
- SASTRY, K.V.S. Similarity size distributions of agglomerates during their growth by coalescence in granulation or green pelletization. **International Journal of Mineral Processing**, v.2, p.187-203, 1975.
- SMOLDERS K., BAEYENS J., Elutriation of fines from gas fluidized beds: mechanisms of elutriation and effect of freeboard geometry. **Powder Technology**, v.92, p.35-46, 1997.
- SMOLUCHOWSKI, M. V. Mathematical theory of the kinetics of the coagulation of colloidal solutions. **Phys. Chem.**, v.92, p.129, 1917.
- SOUZA, D. O. C. Granulação de alimentos: caracterização morfológica das partículas e modelagem matemática do processo, **Dissertação de Mestrado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, SP, 2007.
- SOWINSKI A., MILLER L., MEHRANI, P., Investigation of electrostatic charge distribution in gas-solid fluidized beds. **Chemical Engineering Science**, in press, 11p., 2010.
- TAN, H. S., SALMAN, A. D., HOUNSLOW, M. J. Kinetics of fluidized bed melt granulation – IV: Selecting the breakage model. **Powder Technology**, v.143, p.65 -83, 2004.

- TAN, H. S., SALMAN, A. D., HOUNSLOW, M. J. Kinetics of fluidized bed melt granulation – I: The effect of process variables. **Chemical Engineering Science**, v.61, p.1585-1601, 2006a.
- TAN, H. S., SALMAN, A. D., HOUNSLOW, M. J. Kinetics of fluidized bed melt granulation – II: Modelling the net rate of growth. **Chemical Engineering Science**, v.61, p.3930-3941, 2006b.
- TARDOS, G.I.; KHAN, M. I.; MORT, P. R. Critical parameters and limiting conditions in binder granulation of fine powders. **Powder Technology**, v.94, p.245-258, 1997.
- TERRAZAS-VELARDE, K., PEGLOW, M., TSOTSAS E., Stochastic simulation of agglomerate formation in fluidized bed spray drying: A micro-scale approach. **Chemical Engineering Science**, v.64, p. 2631-2643, 2009.
- THIELMANN, F., NADERI, M., ANSARI, M.A., STEPANEK, F., The effect of primary particle surface energy on agglomeration rate in fluidized bed wet granulation. **Powder Technology** , v.181, p.60-168, 2008.
- TURCHIULI, C., ELOUALIA, Z., MANSOURI, N. E., DUMOULIN, E. Fluidised bed agglomeration: Agglomerates shape and end-use properties. **Powder Technology**, v.157, p.168-175, 2005.
- TURCHIULLI, C., JIMENEZ, T., DUMOULIN. E. Identification of thermal zones and population balance modeling of fluidized bed spray granulation. **Powder Technology**, v.208, p.542-552, 2011.
- WANG, X.Z., ROBERTS, K.J., MA, C., Crystal growth measurement using 2D and 3D imaging and the perspectives for shape control. **Chemical Engineering Science**, v.63, p.1173-1184, 2008.
- WEN, C.Y., HASHINGER, R.F., Elutriation of solid particles from a dense phase fluidized bed, **AIChE**, v.6, p.220, 1960.

WOO M.W., DAUD W.R.W., TASIRIN S.M., TALIB M.Z.M., Controlling food powder deposition in spray dryers: Wall surface energy manipulation as an alternative. **Journal of Food Engineering**, v.94, p.192-198, 2009.

YORK, D.W., Agglomeration from the sharp end. **Powder Technology** 189 (2009) 138-140.

ZHAI, H., LI, S., ANDREWS, G., JONES, D., BELL, S., WALKER, G., Nucleation and growth in fluidised hot melt granulation. **Powder Technology**, v.189, p.230-237, 2009.

## Anexos

### A. Dedução das Equações Segregadas do Modelo de Balanço Populacional para Coalescência

Pelo método de segregação desenvolvido por HOUNSLOW et. al. (1988), tem-se que a distribuição de tamanho de partículas é dividida em intervalos tais que satisfaçam a Equação 2A.1:

$$\frac{v_j}{v_i} = 2^{j-i} \quad (2A.1)$$

onde  $v$  é o tamanho da partícula, por exemplo, o volume, e  $i$  e  $j$  são os intervalos de tamanho.

A função de densidade de distribuição por número,  $\rho$ , para este caso é dada pela Equação 2.A2:

$$\rho = \frac{N_i}{v_i} \quad (2A.2)$$

onde  $N_i$  é o número de partículas no intervalo  $i$ .

Quatro mecanismos são considerados:

1. Aparecimento de partículas no intervalo  $i$ , pela agregação de partículas do intervalo  $i-1$  com partículas de intervalo menor ou igual a  $i-2$ ;
2. Aparecimento de partículas no intervalo  $i$ , pela agregação de partículas do intervalo  $i-1$  com partículas do intervalo  $i-1$ ;
3. Desaparecimento de partículas no intervalo  $i$ , pela agregação de partículas do intervalo  $i$  com partículas de intervalo menor ou igual a  $i-1$ ;
4. Desaparecimento de partículas no intervalo  $i$ , pela agregação de partículas do intervalo  $i$  com partículas de intervalo maior ou igual a  $i$ ;

Pelo mecanismo 1, para que uma partícula de tamanho  $a$ , no intervalo  $j$ , tal que  $j < i-1$ , forme uma partícula no intervalo  $i$ , essa deve colidir com uma partícula de tamanho  $v$  no intervalo tal que  $v_{i-a} \leq v < v_i$ . O número de partículas no intervalo  $i-1$  disponível para colisão ( $N_d$ ) é dado pela Equação 2A.3:

$$N_d = \int_{v_{i-a}}^{v_i} \rho dv = \int_{v_{i-a}}^{v_i} \frac{N_{i-1}}{v_{i-1}} dv = \frac{aN_{i-1}}{v_{i-1}} \quad (2A.3)$$

A taxa diferencial de agregação ( $dG_{i,j}^{[1]}$ ), é então dada pela Equação 2A.4:

$$dG_{i,j}^{[1]} = \beta \frac{aN_{i-1}}{v_{i-1}} dN = \beta \frac{aN_{i-1}}{v_{i-1}} \rho(a) da$$

$$dG_{i,j}^{[1]} = \beta \frac{aN_{i-1}}{v_{i-1}} \frac{N_j}{v_j} da \quad (2A.4)$$

A taxa de agregação pelo mecanismo 1,  $G_{i,j}^{[1]}$ , é obtida pela integração da Equação A4 ao longo do intervalo  $j$  (Equação 2A.5):

$$G_{i,j}^{[1]} = \beta_{i-1,j} \int_{v_j}^{v_{j+1}} a \frac{N_{i-1}}{v_{i-1}} \frac{N_j}{v_j} da$$

$$G_{i,j}^{[1]} = 3 \cdot 2^{j-i} \beta_{i-1,j} N_{i-1} N_j \quad (2A.5)$$

onde  $\beta = \beta_{i-1,j}$ .

A taxa total de aparecimento de partículas pelo mecanismo 1 ( $G_i^{[1]}$ ) é dada pela soma da taxa de agregação (Equação 2A.5) ao longo de todos os possíveis valores de  $j$  (Equação 2A.6):

$$G_i^{[1]} = \sum_{j=1}^{i-2} 3 \cdot 2^{j-i} \beta_{i-1,j} N_{i-1} N_j \quad (2A.6)$$

A taxa diferencial de agregação pelo mecanismo 2, pelo qual se tem o aparecimento de partículas no intervalo  $i$  pela agregação de partículas do intervalo  $i-1$ , é dada pela Equação 2A.7:

$$dG_i^{[2]} = \frac{1}{2} N_{i-1} \frac{N_{i-1}}{v_{i-1}} da \quad (2A.7)$$

a divisão da Equação 2A.7 por 2 é para evitar que se conte duas vezes a mesma colisão. A taxa de agregação total ( $G_i^{[2]}$ ) é então obtida pela integração da Equação 16 ao longo do intervalo  $i-1$ , resultando na Equação 2A.8:

$$G_i = \frac{1}{2} \beta_{i-1,i-1} N_{i-1}^2 \quad (2A.8)$$

O desaparecimento de partículas no intervalo  $i$  ocorre quando uma partícula do intervalo  $i$  colide e aglomera com uma partícula de tamanho suficiente para que a partícula resultante pertença a um intervalo de tamanho maior do que  $i$ . Pelo mecanismo 3, uma partícula do intervalo  $i$ , de tamanho  $v$ , desaparece por aglomeração com uma partícula de tamanho  $a$ , pertencente a um intervalo  $j$  tal que  $j < i$ . O valor de  $v$  deve ser tal que  $v_{i+1}-a \leq v < v_{i+1}$ . De maneira semelhante ao mecanismo 1, tem-se a taxa diferencial de agregação pelo mecanismo 3 ( $dG_{i,j}^{[3]}$ ) e a taxa de agregação total ( $G_i^{[3]}$ ), mostradas nas Equações 2A.9 e 2A.10, respectivamente.

$$dG_{i,j}^{[3]} = \beta \frac{N_i}{v_i} \frac{N_j}{v_j} a \cdot da \quad (2A.9)$$

$$G_i^{[3]} = N_i \sum_{j=1}^{i-1} 3\beta_{i,j} 2^{j-i-1} N_j \quad (2A.10)$$

Para desaparecimento pelo mecanismo 4, uma partícula do intervalo  $i$  deve aglomerar com uma partícula pertencente a um intervalo maior do que  $i$ . A taxa total ( $G_i^{[4]}$ ) é dada pela Equação 2A.11:

$$G_i^{[4]} = N_i \sum_{j=i}^{\infty} \beta_{i,j} N_j \quad (2A.11)$$

A taxa total de variação no número de partículas do intervalo  $i$  é obtida pela soma dos 4 mecanismos (Equação 2A.12):

$$\frac{dN_i}{dt} = kG_i^{[1]} + G_i^{[2]} - kG_i^{[3]} - G_i^{[4]} \quad (2A.12)g$$

onde  $k$  é um fator de correção de volume. Segundo Hounslow et. al. (1988), o valor de  $2/3$  permite à Equação 2A.12 prever corretamente a mudança total no volume das partículas. O modelo de balanço populacional (Equação 2.10), considerando apenas a coalescência das partículas, é então transformado em um sistema de equações diferenciais ordinárias (Equação 2A.13):

$$\begin{aligned} \frac{dN_1}{dt} &= -N_1 \sum_{j=1}^I \beta_{1,j} N_j \\ \frac{dN_2}{dt} &= \frac{1}{2} \beta_{1,1} N_1^2 - N_2 \sum_{j=1}^1 2^{j-2} \beta_{2,j} N_j - N_2 \sum_{j=2}^I \beta_{2,j} N_j \\ &\vdots \\ \frac{dN_I}{dt} &= N_{I-1} \sum_{j=1}^{I-2} 2^{j-I+1} \beta_{I-1,j} N_j + \frac{1}{2} \beta_{I-1,I-1} N_{I-1}^2 - N_I \sum_{j=1}^{I-1} 2^{j-I} \beta_{I,j} N_j - N_I \sum_{j=I}^I \beta_{I,j} N_j \end{aligned} \quad (2A.13)$$

## **CAPÍTULO 3: Granulação de Suco de Goiaba em Pó em Leito Fluidizado**

### **3.1. Introdução**

Granulação (ou aglomeração) é o processo de aumento no tamanho de partículas de maneira a se obter propriedades específicas, como aumento na solubilidade, redução de finos e melhora no escoamento das partículas. Apesar de ser um processo muito utilizado em diversas indústrias como a farmacêutica, de fertilizantes e de alimentos, este ainda é um processo pouco conhecido, o que resulta em altas taxas de reprocessamento na indústria.

Muitos estudos têm sido realizados utilizando partículas modelo (esferas de vidro, principalmente) e poucos estudos lidam com partículas reais. Raros são os estudos que quantificam o rendimento do processo em termos de material elutriado e incrustado, variáveis importantes para o processo de aglomeração de sucos em pó.

Na parte de modelagem matemática do processo, existe uma carência de dados experimentais que possibilitem uma comparação com os resultados obtidos pelos modelos, além da falta de dados experimentais apresentados com as características que tornem possível o ajuste dos modelos, já que estes exigem uma regra específica de distribuição de tamanho das partículas e que as partículas estejam apresentadas em base numérica.

O objetivo deste capítulo foi obter dados experimentais sobre a fluidodinâmica do sistema de granulação de suco de goiaba em pó em leito fluidizado, em diferentes condições operacionais, além de verificar as alterações ocorridas nas partículas aglomeradas. Foram trabalhadas condições operacionais não ótimas, em que os valores de material incrustado e elutriado são relevantes, como forma de aumentar o conhecimento do comportamento do processo em tais condições. Os dados aqui apresentados foram utilizados para alimentar os modelos matemáticos desenvolvidos nos próximos capítulos.

## **3.2. Materiais e Métodos**

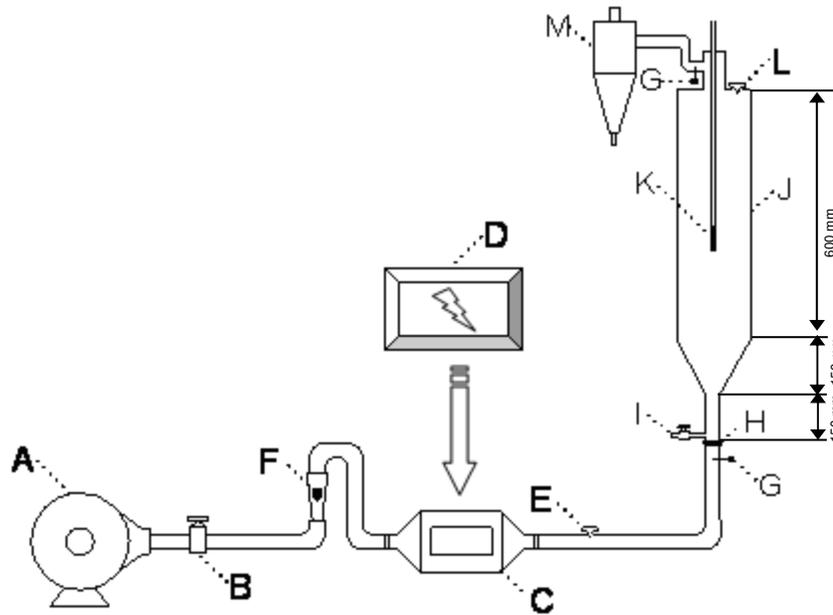
### **3.2.1. Matéria-Prima**

Suco de goiaba em pó foi utilizado como matéria-prima em todos os experimentos. O produto foi obtido por secagem em *spray drier* e fornecido pela indústria *Grupo Centro-Flora*, localizada na cidade de Botucatu – SP. Trata-se de um produto rico em carboidratos.

As amostras foram coletadas segundo a metodologia da AOAC 970.28 (1995), para leite em pó, de maneira a evitar variações em função da amostragem. Uma sonda foi inserida a partir da superfície do pó armazenado em um saco de polietileno contendo 25 kg do produto. O pó foi coletado em diversas alturas, em diversos pontos da superfície. Toda a massa coletada foi então misturada, de onde então amostras de cerca de 200 g foram retiradas e armazenadas em sacos de polietileno.

### **3.2.2. Descrição do Equipamento**

Para a realização dos ensaios experimentais foi utilizado um leito fluidizado não convencional (Figura 3.1), operado em batelada, localizado na planta piloto do Departamento de Engenharia de Alimentos, UNICAMP. A aglomeração de partículas foi realizada pela atomização de água destilada (líquido ligante) sobre as partículas de suco de goiaba em pó. O leito é constituído por uma base cilíndrica de 75 mm de diâmetro por 150 mm de altura. Acima desta apresenta-se uma câmara de expansão cônica de 75 mm-150 mm de diâmetro por 150 mm de altura. Tal câmara de expansão favorece um escoamento preferencial pelo centro do leito, à semelhança de um leito de jorro. Esta característica do leito proporciona uma diminuição no número de partículas elutriadas durante o processo de granulação. Por fim, acima da câmara de expansão há um corpo cilíndrico de 150 mm de diâmetro por 600 mm de altura.



**Figura 3. 1:** Esquema do equipamento utilizado. A – Ventilador; B – Válvula; C – Conjunto de Resistências; D – Controlador PID; E – Desvio do ar; F – Rotâmetro; G – Termopar; H – Placa distribuidora de ar; I – Coletor de amostras; J – Câmara de acrílico (leito); K – Bico aspersor; L – Alimentação do leito; M – Ciclone.

Para aspersão do ligante (água destilada) foi utilizado um bico aspersor tipo duplo-fluido e com mistura interna, com entrada para líquido e ar comprimido (modelo: 1/8JBC–SS+SU13A–SS, Spraying Systems do Brasil). Um compressor propiciou a injeção de ar comprimido, enquanto que uma bomba peristáltica propiciava a injeção de ligante. A aspersão foi feita em modo contracorrente ao fluxo do ar de fluidização.

A operação do leito fluidizado seguiu o seguinte procedimento (DACANAL, 2005):

1. *Estabilização do equipamento:* Com o leito vazio, fixavam-se as condições de operação de vazão do ar de entrada, temperatura, vazão de ar no bico aspersor e vazão de água no bico aspersor. O equipamento então era deixado operando vazio, por cerca de 1 hora para atingir a estabilização destes valores, sofrendo pequenos ajustes quando necessário.
2. *Alimentação:* Após a estabilização, a vazão de líquido era suspensa, abria-se o desvio do ar e a matéria-prima era adicionada (0,200 kg), sendo então novamente fechado o desvio do ar. A matéria-prima permanecia no sistema,

sem adição de líquido, por cerca de 3 minutos para estabilização da temperatura da massa de pó. Durante este período eram corrigidos os valores da vazão do ar de entrada e temperatura do ar de entrada.

3. *Operação do equipamento*: Estabilizada a temperatura na massa de pó, iniciava-se a contagem de tempo de granulação a partir do início de aspersão de água.
4. *Retirada da amostra*: Depois de atingido o tempo final de granulação, a vazão de líquido era suspensa e toda a massa de pó retirada do leito e embalada em sacos de polietileno para análise posterior.

### **3.2.3. Parâmetros Operacionais**

Foram trabalhadas cinco condições operacionais distintas, incluindo duas cinéticas de granulação. Estas condições propostas foram diferentes das utilizadas por Souza (2007) para o mesmo processo, que eram condições ótimas. Tal escolha foi realizada para realizar a avaliação do modelo de balanço populacional fora da condição ótima e verificar se é possível utilizá-lo para estimá-la. Os parâmetros experimentais estão descritos na Tabela 3.1. Os parâmetros dos experimentos foram determinados com base em testes preliminares que visaram averiguar por quanto tempo, dadas às condições experimentais, poderia ocorrer a granulação. Tal ponto foi determinado ou por rendimento do processo inferior a 40% em massa, ou por defluidização do sistema. Em cada intervalo de medição, de cada experimento, toda a massa de pó era retirada para posterior análise e o processo era retomado do início, com uma nova massa de partículas, até o próximo intervalo de medição. Para os Experimentos 1 e 2 foram feitas também medições para o intervalo de 3 minutos após as partículas serem inseridas no equipamento (tempo de estabilização do equipamento, descrito na seção anterior). O Experimento 5 foi realizado com três repetições como forma de averiguar a repetibilidade do sistema. A velocidade mínima de fluidização foi de 0,28 m/s. No Anexo A é apresentada uma comparação entre a velocidade mínima de fluidização experimental e a obtida por modelos presentes na literatura.

**Tabela 3.1:** Parâmetros operacionais do granulador.

<b>Parâmetro</b>	<b>Exp. 1</b>	<b>Exp. 2</b>	<b>Exp. 3</b>	<b>Exp. 4</b>	<b>Exp. 5</b>
<b>Parâmetros Fixos</b>					
Altura do Bico de Aspersão (cm)	60	60	60	60	60
Massa de Amostra (kg)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Pressão de atomização (bar)	1	1	1	1	1
<b>Parâmetros Variáveis</b>					
Temperatura do ar (°C)	50	60	50	70	60
Vazão de água no bico aspersor (mL/ min)	1	0,3	1	1	2
Velocidade do ar de fluidização (m/s)	0,62	0,50	0,39	0,39	0,50
Tempo de Processo (min)	8	50	15	15	12
Intervalo de Medição (min)	2	10	15	15	12
Total de Pontos Experimentais	6	7	2	2	2
Repetições	1	1	1	1	3

### **3.2.4. Avaliação do Comportamento do Sistema Durante a Granulação**

Como forma de avaliar o comportamento e as transferências de calor e massa do sistema, foi analisado o perfil de temperatura, perfil de pressão, percentual de massa no leito, percentual de massa incrustada, percentual de massa elutriada, teor de umidade da massa no leito e teor de umidade do material incrustado.

#### **3.2.4.1. Perfil de Temperatura e Pressão**

A coleta de dados para elaboração do perfil de temperatura e de pressão foi realizada utilizando-se um sistema de aquisição de dados (Field Logger/ DigiRail, NOVUS), utilizando sensores de temperatura PT100 (termopar) e sensor de pressão modelo T40-050D-15-007 (0 a 127 mmH<sub>2</sub>O, *Cole Parmer Instruments c.o., EUA*). Os dados foram adquiridos em intervalos de cinco segundos. O perfil

de temperatura foi determinado por termopares inseridos na parede do equipamento, nas alturas de 5, 10, 15, 20, 25, 35, 55 e 75 cm a partir da placa distribuidora de ar. Como a presença dos termopares poderia influenciar na fluidodinâmica do sistema real, já que as partículas se ligam aos sensores, nos experimentos de medição do perfil de temperatura não foram analisadas as características das partículas, sendo o material totalmente descartado ao final de cada experimento.

A avaliação do perfil de pressão foi feita pelo registro da queda de pressão antes da placa distribuidora de ar e a 80 cm de altura do leito. No caso dos experimentos com mais de um ponto experimental (Experimentos 1 e 2) ou com repetições (Experimento 5), foi calculada a média da queda de pressão nos pontos.

#### **3.2.4.2. Teor de Umidade**

O teor de umidade das amostras de pó foi determinado seguindo a metodologia da AOAC 920.151 (1995) para determinação de sólidos totais em produtos açucarados. Cerca de 3 a 4 g de amostra foram colocadas em pesa-filtros e secas em estufa a vácuo, a 70 °C, sob pressão  $\leq 100$  mmHg, até o peso tornar-se constante.

#### **3.2.4.3. Percentual de Massa no Leito, Elutriado e Incrustado**

Foram determinadas a massa no leito, massa incrustada nas paredes e elutriada para as diversas condições operacionais. O cálculo dos percentuais de massa no leito, elutriado e incrustado foi realizado em base seca (b.s.). O percentual de massa no leito foi calculado segundo a Equação 3.1:

$$\%ml_t = \frac{m_t}{m_{i0}} \cdot 100 \quad (3.1)$$

onde % $m_l_t$  é o percentual de massa no leite no tempo  $t$ ,  $m_t$  é a massa de pó (b.s.) no leite no tempo  $t$  e  $m_{i0}$  é a massa de pó (b.s.) inicial no leite.

Para a determinação do percentual de massa incrustada no leite, foi feita a medição da massa incrustada (b.s.) no tempo  $t$  ( $mic_t$ ), que é a diferença de massa da câmara de acrílico antes e após a granulação, medida em balança de precisão centesimal (0,01g). Com este dado, foi calculado o percentual de massa incrustada no tempo  $t$  (% $mic_t$ ) utilizando a Equação 3.2:

$$\%mic_t = \frac{mic_t}{m_t} \cdot 100 \quad (3.2)$$

O percentual de massa elutriada (b.s.) no tempo  $t$  (% $me_t$ ) foi calculado pela diferença (Equação 3.3):

$$\%me_t = \frac{m_{i0} - m_t - mic_t}{m_{i0}} \quad (3.3)$$

#### **3.2.4.4. Cálculo da Umidade Relativa e Temperatura no Equipamento**

A Umidade Relativa (UR) do ar de fluidização é um parâmetro importante durante a granulação de produtos açucarados por influenciar tanto na taxa de umidificação/ secagem do produto em pó, quanto na temperatura de transição vítrea. Para o cálculo da umidade relativa no interior do equipamento, foram seguidas as seguintes etapas:

1. Cálculo das propriedades psicrométricas do ar de entrada no equipamento utilizando os dados de temperatura de bulbo seco e de bulbo úmido;
2. Cálculo das propriedades psicrométricas do ar de fluidização logo após o aquecimento (razão de umidade constante);
3. Cálculo das propriedades psicrométricas do ar de fluidização no equipamento.

Para o cálculo das propriedades psicrométricas do ar, foram utilizadas as equações propostas por Wilhelm (1976), citado por Jesus e Silva (2002) (Equações 3.4 a 3.12):

$$\ln(P_{VU}) = \frac{-7511,52}{T_{BU}} + 89,63121 + 0,02399897 \cdot T_{BU} - 1,1654551 \cdot 10^{-5} \cdot T_{BU}^2 - 1,2810336 \cdot 10^{-8} \cdot T_{BU}^3 + 2,0998405 \cdot 10^{-11} \cdot T_{BU}^4 - 12,150799 \cdot \ln(T_{BU}), \quad (3.4)$$

$$p / 273,16 \leq T_{BU} \leq 393,16K$$

$$U_{AU} = 0,62198 \cdot \frac{P_{VU}}{Pt - P_{VU}} \quad (3.5)$$

$$\ln(P_{VS}) = \frac{-7511,52}{T} + 89,63121 + 0,02399897 \cdot T - 1,1654551 \cdot 10^{-5} \cdot T^2 - 1,2810336 \cdot 10^{-8} \cdot T^3 + 2,0998405 \cdot 10^{-11} \cdot T^4 - 12,150799 \cdot \ln(T), \quad (3.6)$$

$$p / 273,16 \leq T \leq 393,16K$$

$$U_{AS} = 0,62198 \cdot \frac{P_{VS}}{Pt - P_{VS}} \quad (3.7)$$

$$w = \frac{(2501 - 2,411 \cdot t_{BU}) \cdot U_{AU} - 1,006 \cdot (t_{BS} - t_{BU})}{2501 + 1,775 \cdot t_{BS} - 4,186 \cdot t_{BU}}, \quad p / -50 \leq t_{BS} \leq 110^\circ C \quad (3.8)$$

$$P_V = \frac{Pt \cdot w}{0,62198 + w} \quad (3.9)$$

$$UR = \frac{P_V}{P_{VS}} \quad (3.10)$$

$$V_{esp} = \frac{R_A \cdot T}{Pt} \cdot (1 + 1,6078 \cdot w) \quad (3.11)$$

$$h = 1,006 \cdot t_{BS} + w \cdot (2501 + 1,775 \cdot t_{BS}), \quad p / -50 \leq t_{BS} \leq 110^\circ C \quad (3.12)$$

onde Pt é a pressão total, em kPa; P<sub>VS</sub> é a pressão de vapor na saturação, kPa; P<sub>VU</sub> é a pressão de vapor na temperatura de bulbo úmido; R<sub>A</sub> é a constante dos gases, R<sub>A</sub>=0,28705 kJ/kg.K; t<sub>BS</sub> é a temperatura de bulbo seco, em °C; T é a

temperatura de bulbo seco, em K;  $t_{BU}$  é a temperatura de bulbo úmido em °C;  $T_{BU}$  é a temperatura de bulbo úmido em K;  $V_{esp}$  é o volume específico, em m<sup>3</sup>/kg;  $h$  é a entalpia específica em kJ/kg de ar seco;  $w$  é a razão de mistura, em kg de água/kg de ar seco;  $U_{AS}$  é a umidade absoluta na saturação na temperatura de bulbo seco, em kg de água/kg de ar seco;  $U_{AU}$  é a umidade absoluta na saturação na temperatura de bulbo úmido, em kg de água/kg de ar seco; e UR é a umidade relativa.

Para o cálculo das propriedades psicrométricas do ar no equipamento, foram utilizados os balanços de massa e energia no equipamento (Equações 3.13 e 3.14). Não foram considerados os efeitos do ar que entra no equipamento pelo bico aspersor, nem os efeitos de aumento/ diminuição de umidade da massa de partículas. Foi considerado que todo o líquido aspergido sairá com o ar de fluidização.

$$\dot{m}_{ar} \cdot w_{i_{ar}} + \dot{m}_w = \dot{m}_{o_{ar}} \cdot w_{o_{ar}} \quad (3.13)$$

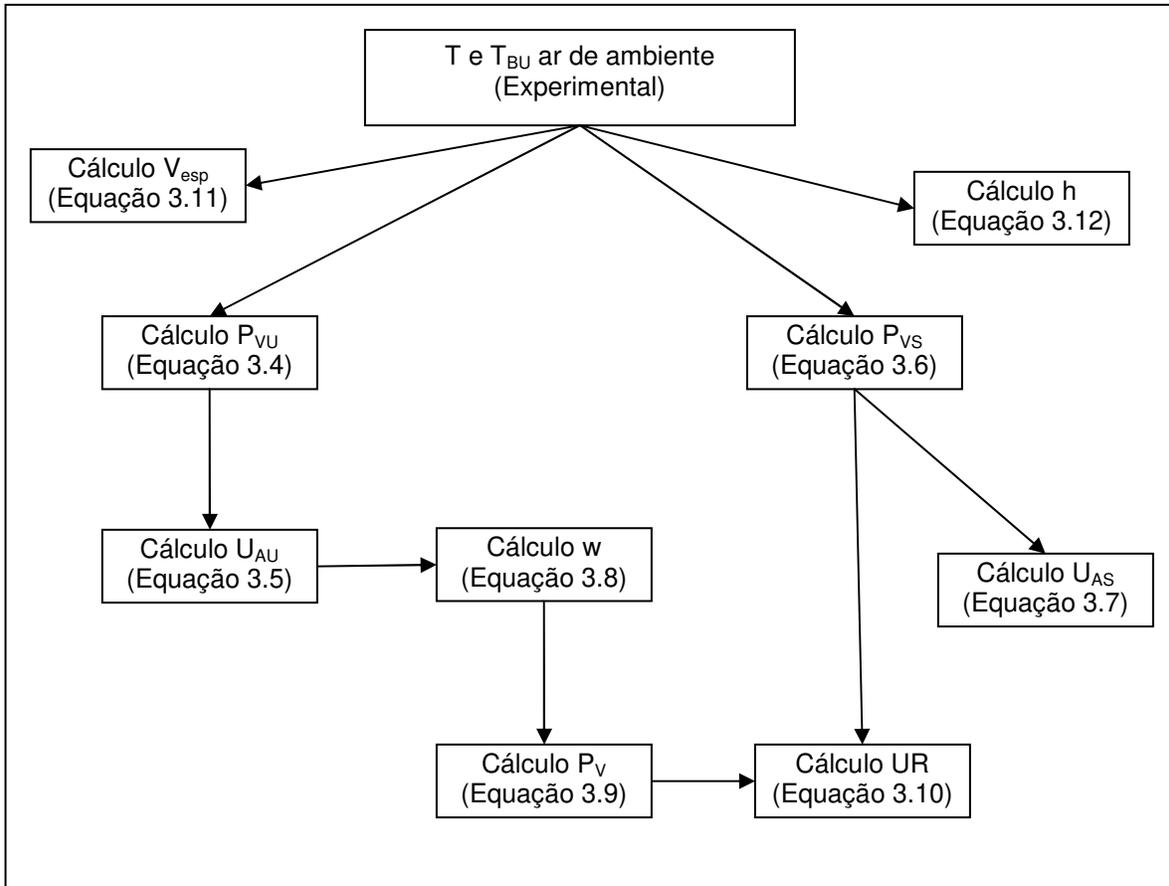
$$\dot{m}_{ar} \cdot h_{i_{ar}} + \dot{m}_w \cdot (h_{wi} - h_{wf}) + \dot{q} = \dot{m}_{o_{ar}} \cdot h_{o_{ar}} \quad (3.14)$$

Onde  $\dot{m}_{ar}$  é a vazão mássica do ar de entrada, em kg de ar seco/s;  $\dot{m}_w$  é a vazão mássica de entrada de ligante, em kg de água/s;  $\dot{m}_{o_{ar}}$  é a vazão mássica do ar na saída do equipamento, em kg de ar seco/s;  $w_{i_{ar}}$  é a razão de mistura do ar de entrada, em kg de água/kg de ar seco;  $w_{o_{ar}}$  é a razão de mistura do ar de saída do equipamento, em kg de água/kg de ar seco;  $h_{i_{ar}}$  é a entalpia específica do ar na entrada do equipamento, em kJ/kg de ar seco;  $h_{wi}$  é a entalpia específica da água na temperatura de entrada no equipamento, em kJ/kg;  $h_{wf}$  é a entalpia específica da água na temperatura do ar quente, em kJ/kg;  $\dot{q}$  é a taxa de transferência de calor do ar quente e a massa de pó somada às perdas para o ambiente, em kJ/s; e  $h_{o_{ar}}$  é a entalpia específica do ar na saída do equipamento, em kJ/kg de ar seco.

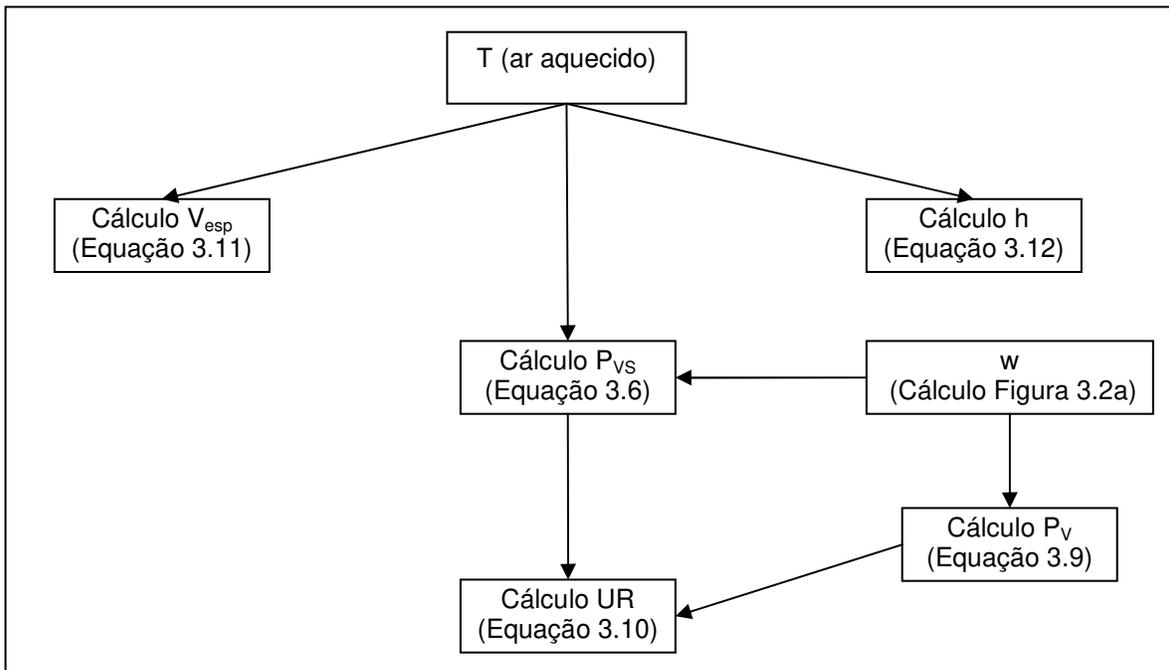
O valor de  $\dot{q}$  foi calculado pela Equação 3.14, com base nos dados de temperatura na saída do equipamento (seção 3.3.1) e da razão de mistura do ar na saída do equipamento ( $w_{ar}$ , Equação 3.13), utilizados para o cálculo de  $h_{ar}$  (Equação 3.12).

Foi calculada a temperatura na saída do equipamento ( $T_{calc}$ ) supondo que todo o ligante fosse evaporado pelo ar de fluidização, na ausência de transferência de calor do ar de fluidização para as partículas no equipamento e na ausência de perdas para o ambiente ( $\dot{q}=0$ ).

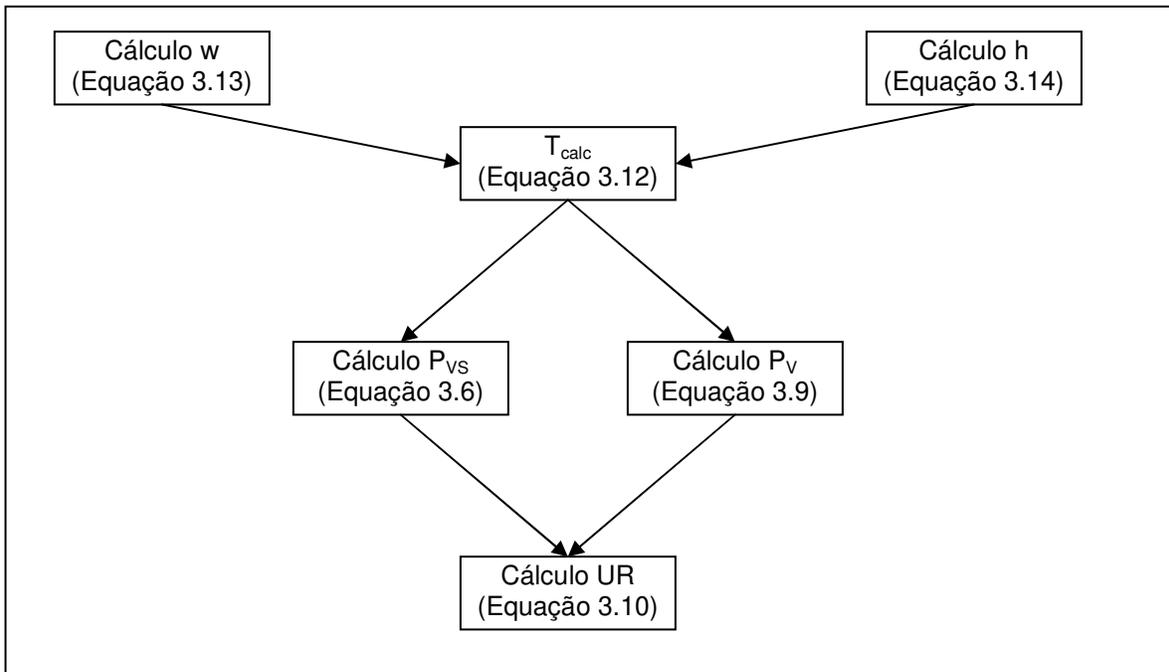
As etapas de cálculo e as respectivas equações utilizadas durante o cálculo dos valores de UR no equipamento e  $T_{calc}$  estão apresentadas na Figura 3.2:



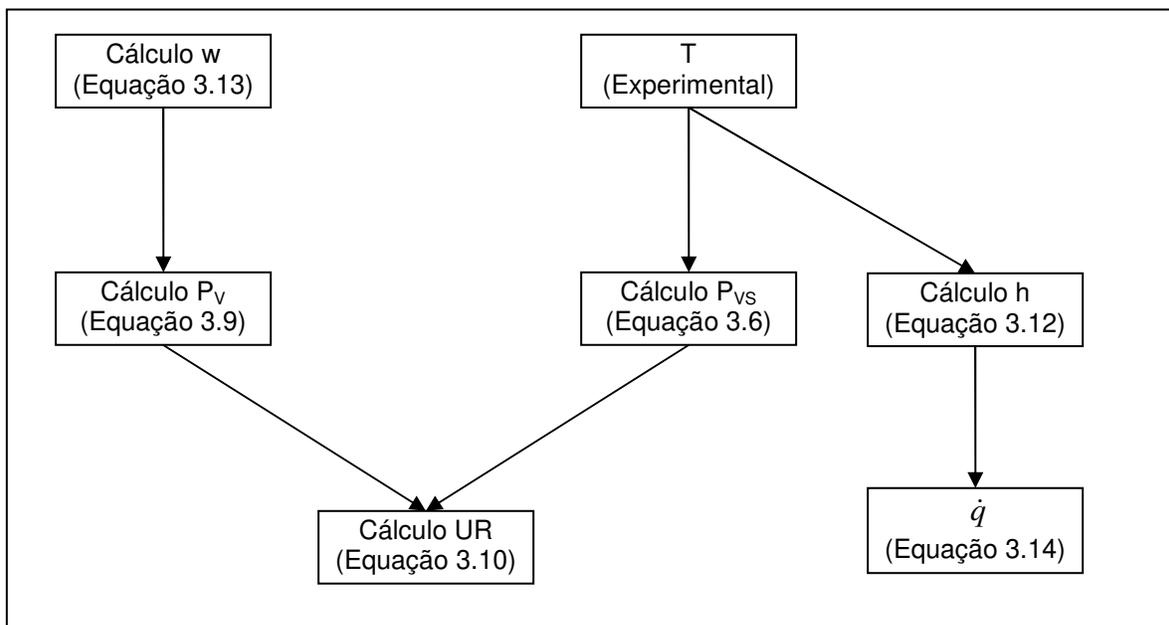
(a)



(b)



(c)



(d)

**Figura 3.2:** Etapas do cálculo das propriedades o ar de fluidização: (a) Ar ambiente; (b) Ar aquecido; (c) Tcalc; (d) UR no equipamento.

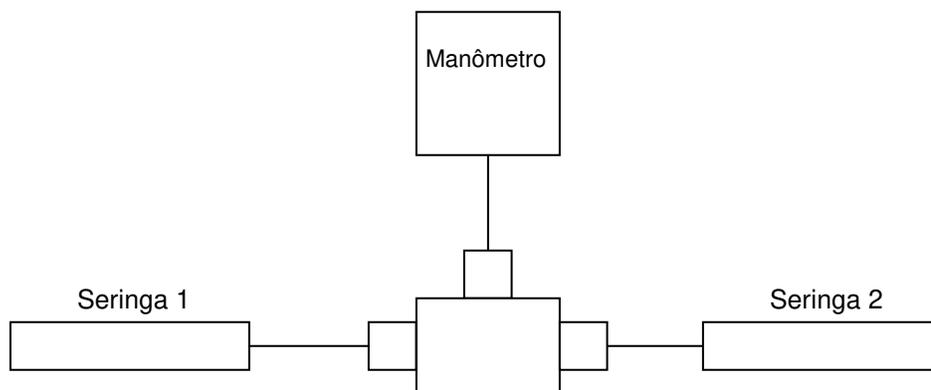
### 3.2.5. Análises

Durante os experimentos, foram recolhidas amostras do produto granulado para realização das análises de densidade, distribuição de tamanho das partículas, número de partículas por grama de material, molhabilidade e forma.

#### 3.2.5.1. Densidade aparente, *tap* e do sólido

A densidade aparente ( $\rho_l$ ) foi determinada pela medição do volume de 10 g das partículas, em uma proveta de 50 mL. As partículas foram adicionadas com o auxílio de um funil. Para determinação da densidade *tap*, foi medido o volume da mesma massa de partículas após 20 batidas da proveta na bancada. Os experimentos foram feitos em triplicata.

A densidade do sólido foi determinada com um picnômetro a ar, cujo esquema pode-se observar na Figura 3.3.



**Figura 3. 3:** Esquema do picnômetro a ar.

As duas seringas tinham capacidade de 5 mL. A seringa 2 era cheia da massa de pó até a marca de 5 mL, pesada e novamente conectada ao equipamento. A seringa 1 então era comprimida e a variação de pressão no manômetro anotada. Este procedimento foi realizado 3 vezes para cada amostra..

Para o cálculo da densidade do sólido, como a seringa 2 está cheia do material particulado, no período inicial (0) tem-se:

$$P_1^0 = P_2^0 = P_3^0 \quad (3.15)$$

onde  $P_x^t$  é a pressão no recipiente x no tempo t. O volume 3 é o volume de todas as mangueiras de ligação entre as seringas e o manômetro, além do volume interno da peça de ligação das mangueiras. A Equação 3.16 indica a quantidade de moles totais no sistema:

$$n_T = n_1^0 + n_2^0 + n_3^0 \quad (3.16)$$

onde n é o número de moles. Como o sistema opera a baixas pressões (1 atm), pode-se considerar o ar no sistema um gás ideal e portanto:

$$P_1^0 V_T = P_1^0 V_1^0 + P_2^0 V_2^0 + P_3^0 V_3^0 \quad (3.17)$$

No tempo 1 o êmbolo da seringa 1 é comprimido totalmente isotermicamente, portanto:

$$V_1^1 = 0 \quad (3.18)$$

$$n_T = \frac{(P_2^0 + \Delta P)V_2}{RT} + \frac{(P_3^0 + \Delta P)V_3}{RT} \quad (3.19)$$

$$(P_2^0 + \Delta P)V_2 + (P_3^0 + \Delta P)V_3 = P_1^0 V_1^0 + P_2^0 V_2^0 + P_3^0 V_3^0 \quad (3.20)$$

Isolando  $V_2$ :

$$V_2 = \frac{P_1^0 V_1^0 - \Delta P V_3}{\Delta P} \quad (3.21)$$

onde  $V_2$  é o volume de ar na seringa. Como:

$$V_{\text{sólido}} = V_{\text{seringa}} - V_2 \quad (3.22)$$

basta conhecer a massa de sólido dentro da seringa que se obtém a densidade do sólido. Para conhecer o valor de  $V_3$  basta não adicionar sólidos na seringa 2 e fazer a medição. Como  $V_2$  é conhecido, tem-se o valor de  $V_3$ .

Utilizando os dados de densidade aparente e *tap*, foi calculada a Razão de Hausner (RH), utilizando a Equação 3.23:

$$RH = \frac{\rho_{\text{tap}}}{\rho_{\text{aparente}}} \quad (3.23)$$

onde  $\rho_{\text{tap}}$  é a densidade *tap* e  $\rho_{\text{aparente}}$  é a densidade aparente das partículas.

A Razão de Hausner (RH) é um indicativo da coesividade das partículas. A Tabela 3.2 indica a relação entre a RH e o nível de fluidez (TINKE et al., 2009, DACANAL, 2009).

**Tabela 3. 2:** Relação entre RH e o nível de fluidez (TINKE et al., 2009).

Valor da RH	Nível de Fluidez
< 1,2	Escoa livremente
1,2 < RH < 1,4	Intermediário
> 1,4	Coesivo

#### 3.2.5.2. Aquisição e Edição de Imagens

O processo de aquisição e edição de imagens foi semelhante ao realizado por Souza (2007). As amostras foram misturadas dentro do próprio saco de polietileno, e manipuladas próximas a uma placa de petri com sílica, de maneira a minimizar o efeito da umidade do ar nas amostras. Cerca de 20 mg de amostra foram pesados em balança analítica, sobre uma placa de petri de 9,15 cm de

diâmetro interno. As placas foram fechadas e agitadas de maneira a se espalhar o pó na superfície.

Para obtenção das fotos das amostras, foi utilizada uma câmera digital KODAK, EasyShare DX4530, acoplada a um estereomicroscópio da marca Carl Zeiss Jena, modelo CITOVAL 2 . O aumento utilizado foi de 24 vezes, o que permitiu obter com boa precisão, imagens de partículas de até 26 µm de diâmetro. As fotos foram tiradas girando a placa em sentido horário, em forma de espiral, de fora para dentro. Também foi tirada a foto de uma lâmina de calibração.

A edição e análise de imagens foram realizadas no programa IMAGEJ. Foram utilizadas as seguintes ferramentas de edição: *threshold* (que divide a imagem em preto e branco), transformação da imagem para 8-bits, transformação para binária e *watershed*.

A ferramenta *watershed* consiste na detecção, na fotografia, das linhas contínuas dos locais de pixels máximos. Possui como suas duas principais aplicações, a separação de partículas que se tocam e restauração de linhas de contorno de grãos.

### **3.2.5.3. Distribuição de Tamanho das Partículas e Número de Partículas por Grama**

A análise de tamanho de partículas foi realizada por análise de imagens, seguindo o procedimento proposto por Souza e Menegalli (2011), com um mínimo de 550 partículas sendo avaliadas por foto.

As partículas foram classificadas segundo o diâmetro equivalente baseado na área projetada ( $d_{eq}$ ) (Equação 3.24):

$$d_{eq} = \sqrt{\frac{4 \cdot A_p}{\pi}} \quad (3.24)$$

onde  $A_p$  é a área da partícula, calculada pelo programa IMAGEJ.

Os diâmetros de partículas de cada intervalo foram separados de maneira a obedecer a Equação 3.25:

$$\frac{deq_{i+1}}{deq_i} = \sqrt[3]{2} \quad (3.25)$$

onde  $i$  é o intervalo de tamanho. A separação dos diâmetros segue a mesma proposta utilizada para a solução do modelo de balanço populacional proposta por Hounslow (1988).

Para o cálculo do número de partículas por grama de material ( $n_T$ ), foram utilizadas as Equações 3.26 e 3.27:

$$n_i = \frac{A_T}{m_{TP}} \cdot \frac{\sum_{J=1}^{NF} N_{i,J}}{\sum_{J=1}^{NF} Af_J} \quad (3.26)$$

$$n_T = \sum_{i=1}^I n_i \quad (3.27)$$

onde  $n_i$  é o número total de partículas do intervalo  $i$  por grama de material,  $N_{i,J}$  é o número de partículas do intervalo  $i$  na foto  $J$ ,  $Af_J$  é a área da placa na foto  $J$ ,  $NF$  é o número total de fotos,  $A_T$  é a área total da placa e  $m_{TP}$  é a massa total de amostra presente na placa e  $I$  é o número total de intervalos.

Define-se a distribuição percentual ou frequência,  $f_i\%$ , como sendo a relação do número de partículas no intervalo  $i$  ( $N_i$ ), com o número total de partículas ( $N_T$ ), podendo ser calculada pela Equação 3.28:

$$f_i \% = \frac{N_i}{N_T} \cdot 100 = \frac{n_i}{n_T} \cdot 100 \quad (3.28)$$

Foi avaliado também o diâmetro equivalente médio das partículas,  $deq_{médio}$  (Equação 3.29):

$$deq_{médio} = \sum_{i=1}^I \frac{n_i \cdot deq_i}{n_T} \quad (3.29)$$

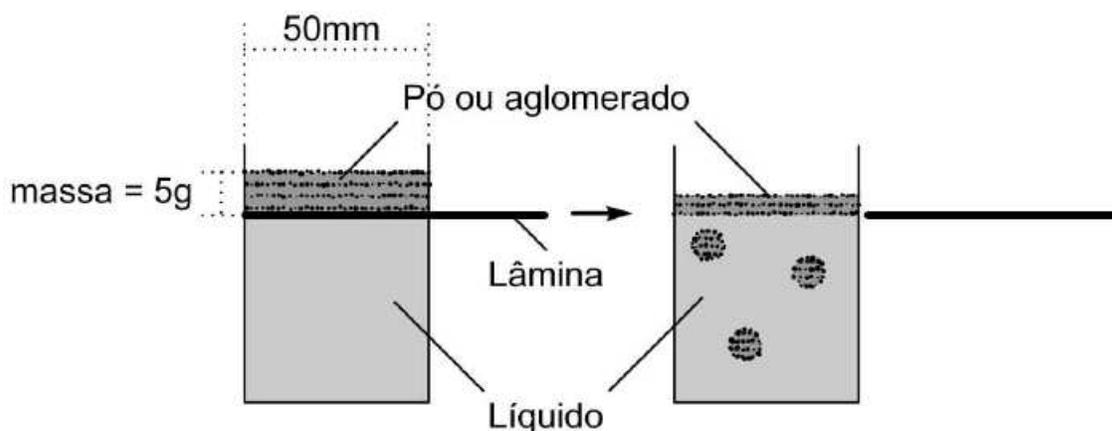
onde  $deq_i$  é o diâmetro equivalente das partículas no intervalo  $i$ .

#### 3.2.5.4. Análise de Forma

Para a avaliação da forma, 1300 partículas, no mínimo, foram analisadas (SOUZA e MENEGALLI, 2011). Foram avaliados os fatores: compactidade, dimensão fractal, alongamento e arredondamento. Todos os cálculos dos fatores de forma utilizaram o programa IMAGEJ. As análises foram realizadas com base na média para toda a massa de partículas.

#### 3.2.5.5. Tempo de Instanteização

O tempo de instantaneização é o tempo necessário para que uma amostra de pó fique completamente submersa após ser colocada sobre a superfície de um líquido. Foi utilizada a metodologia proposta por Dacanal (2005), com 3 repetições, na qual se utiliza o dispositivo esquematizado na Figura 3.4.



**Figura 3. 4:** Esquema do medidor de tempo de instantaneização (HOGEKAMP e SCHUBERT, 2003).

Foi utilizada uma massa de 5 g de amostra e cerca de 80 mL de água em cada teste. O teste é iniciado com a retirada da lâmina e o contato do pó com o líquido, terminando quando todo o pó estiver submerso.

### **3.2.5.6. Coeficiente de Variação (CV)**

Em diversas análises foi calculado o Coeficiente de Variação (CV):

$$CV = \frac{\text{Desvio - Padrão}}{\text{Média}} \quad (3.30)$$

O CV é simplesmente a relação entre o desvio-padrão e a média do atributo estudado. É um indicativo da dispersão dos dados em relação à média

## **3.3. Resultados e Discussão**

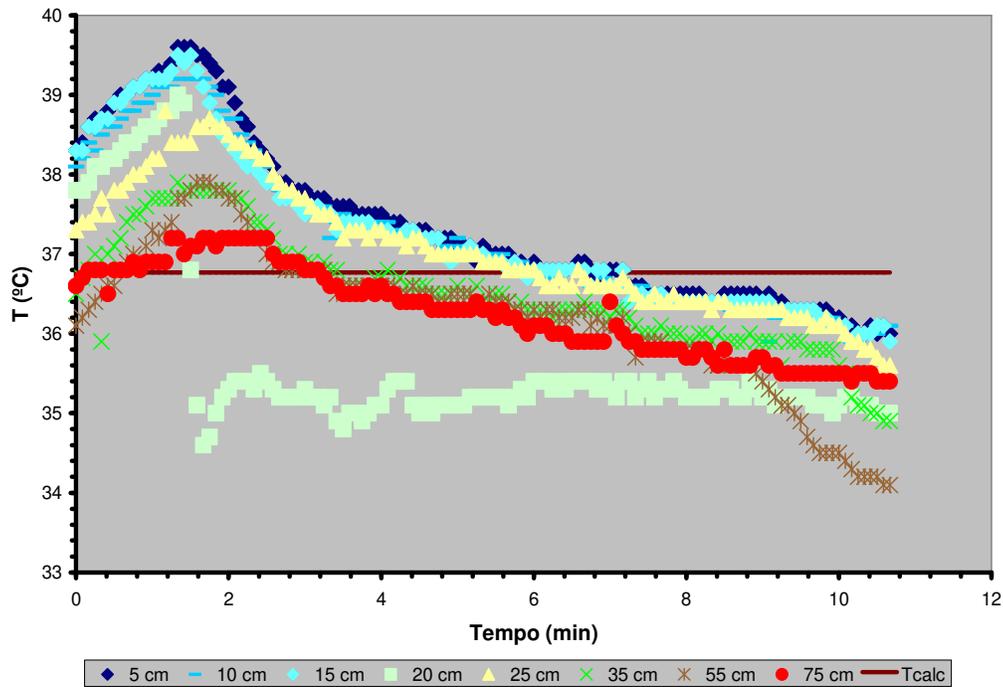
Foram realizados experimentos em cinco condições operacionais distintas, fora da condição ótima do sistema. Apenas o Experimento 2 foi interrompido por baixo rendimento do processo (30% de massa final no sistema). Os outros experimentos foram interrompidos devido à defluidização do sistema.

### **3.3.1. Comportamento do Sistema**

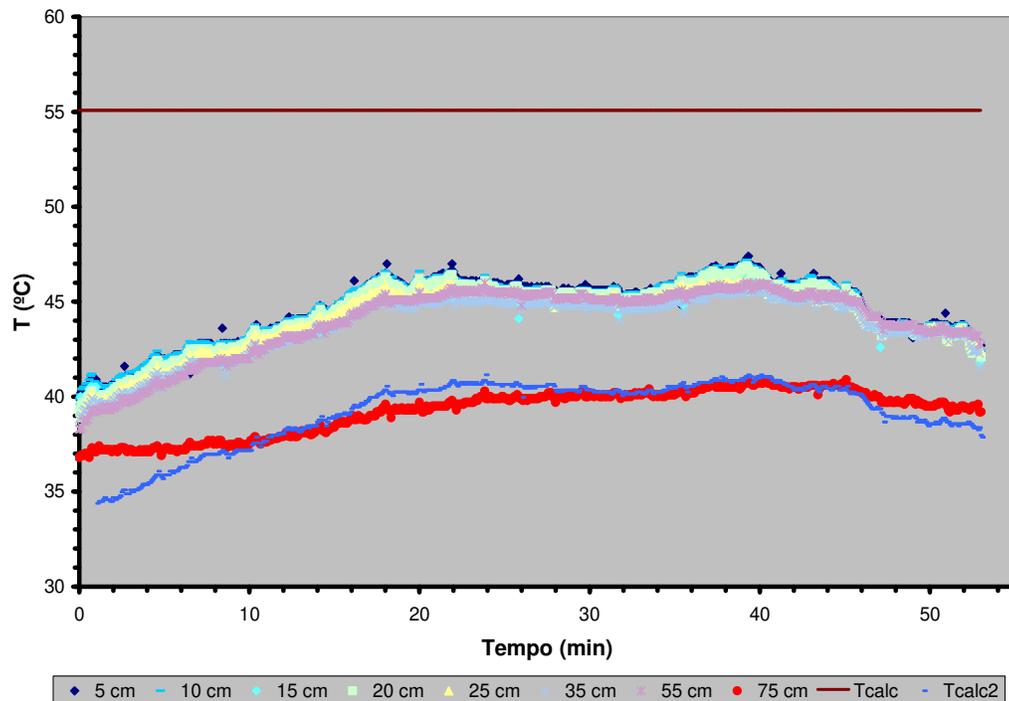
Foi estudado o perfil de temperatura, perfil de pressão, percentual de massa no leite, percentual de massa incrustada, percentual de massa elutriada e teor de umidade da incrustação.

#### **3.3.1.1. Perfil de Temperatura**

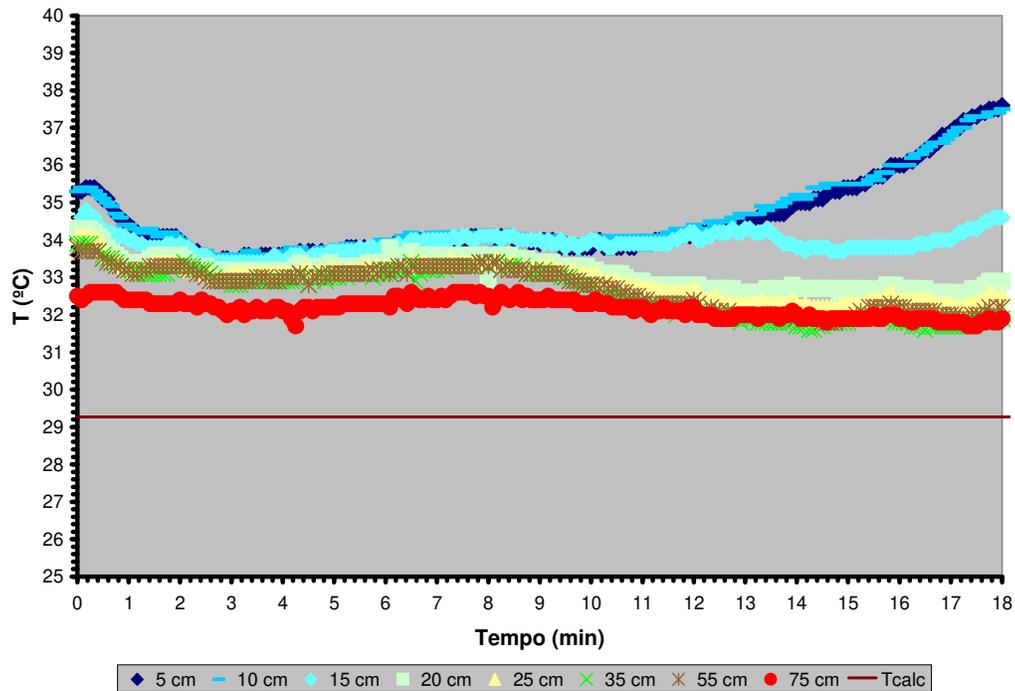
O perfil de temperatura foi determinado por termopares colocados nas paredes do equipamento, nas alturas de 5, 10, 15, 20, 25, 35, 55 e 75 cm, a partir da placa distribuidora de ar. Os dados foram obtidos desde a inserção das partículas no equipamento, até o fim da aspensão de ligante. Utilizando os balanços de massa e energia, foi possível também calcular a temperatura do ar de fluidização ( $T_{calc}$ ) obtida caso todo o ligante tenha evaporado, desconsiderando a transferência de calor entre o ar de fluidização, as partículas e o ambiente ( $\dot{q}=0$ , processo adiabático). As Figuras 5 a 9, mostram o perfil de temperatura para os Experimentos 1 a 5, respectivamente.



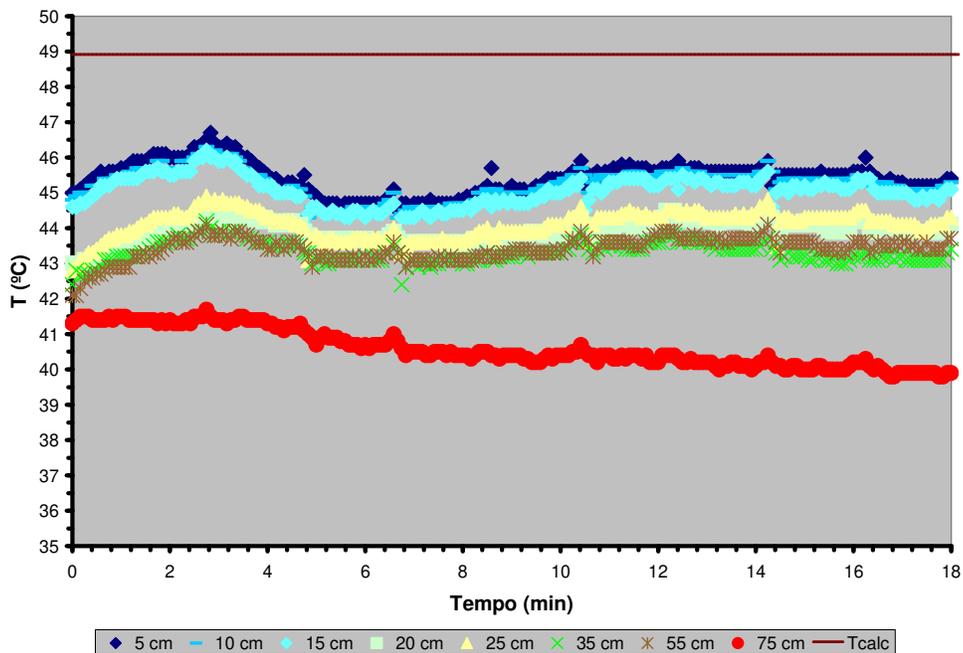
**Figura 3.5:** Perfil de Temperatura do Experimento 1 (Vazão de ligante: 1 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 50 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,62 m/s).



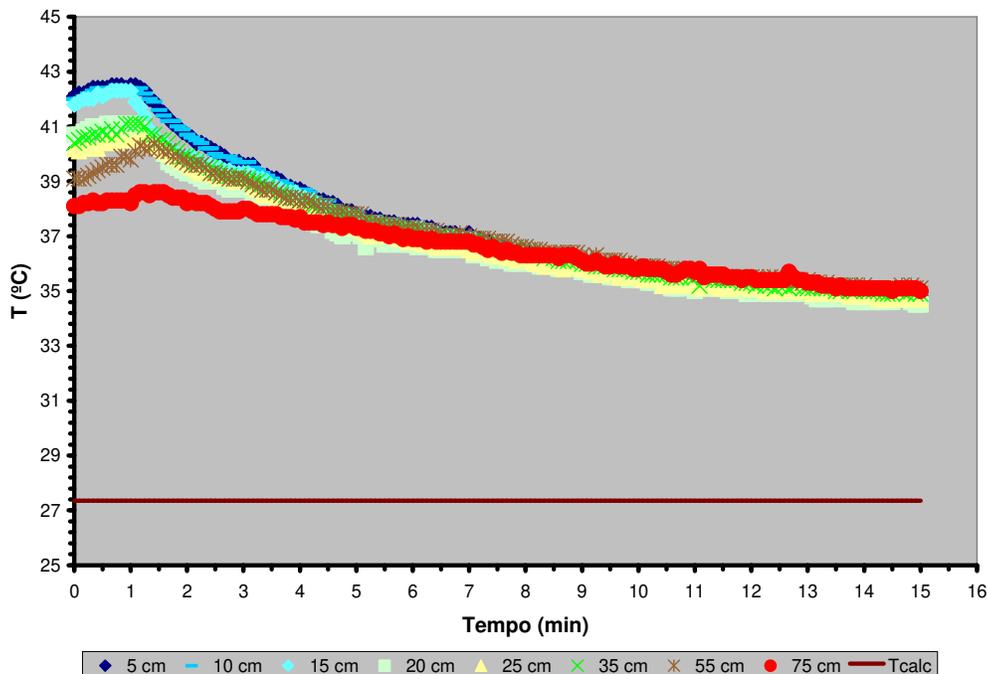
**Figura 3.6:** Perfil de temperatura do Experimento 2 (Vazão de ligante: 0,3 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 60 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,50 m/s).



**Figura 3.7:** Perfil de temperatura do Experimento 3 (Vazão de ligante: 1 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 50 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,39 m/s).



**Figura 3.8:** Perfil de temperatura do Experimento 4 (Vazão de ligante: 1 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 70 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,39 m/s).



**Figura 3.9:** Perfil de temperatura do experimento 5 (Vazão de ligante: 2 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 50 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,50 m/s).

Em todos os experimentos é possível notar uma queda de temperatura após alguns minutos do início do experimento, que é o momento em que se inicia a aspersão de água, que varia em torno de 1 a 3 minutos do início da aquisição dos dados de temperatura. Tal redução de temperatura deve-se à evaporação da água adicionada.

Pode-se observar que um deslocamento da medição do termopar à 20 cm de altura, no Experimento 1. Possivelmente este deslocamento deve-se à incrustação de partículas em torno do termopar, o que atrapalhou a medição de temperatura. De um modo geral, houve uma diminuição da diferença de temperatura entre os termopares e uma redução da temperatura do leito. Nota-se que a temperatura final obtida foi inferior à  $T_{calc}$ , o que é um indicativo de que todo o ligante foi evaporado.

No Experimento 2, Figura 3.6, também é possível notar uma diminuição da diferença de temperatura entre os termopares ao longo do tempo e uma  $T_{calc}$  maior do que a temperatura do sistema, também indicando que há total

evaporação do ligante. Observa-se uma grande diferença de temperatura entre o termopar à 55 cm de altura e o termopar à 75 cm de altura. Esta diferença, possivelmente, deve-se ao fato de que o bico aspersor se encontra entre os dois termopares (à 60 cm de altura) e como as partículas de água são muito pequenas, devido à menor vazão de água (0,3 mL / min), o ar de fluidização arrasta uma grande parte das gotículas, diminuindo a temperatura do mesmo. Para provar esta hipótese, foi calculado, a partir da temperatura do termopar à 55 cm de altura e utilizando os balanços de massa e energia no equipamento, a temperatura do ar de fluidização caso todo o ligante seja evaporado ( $T_{calc2}$ ). Nota-se no gráfico que os valores obtidos pela  $T_{calc2}$  são muito próximos aos obtidos pelo termopar à 75 cm de altura, provando que a evaporação do ligante ocorre na região entre 55 cm e 75 cm de altura no leito.

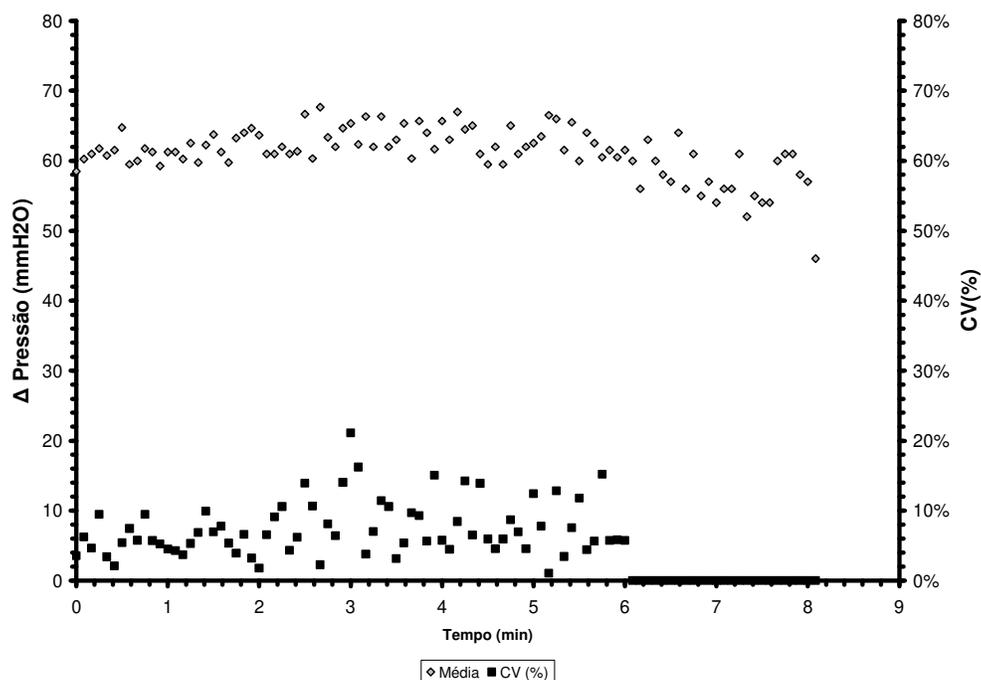
Nos Experimentos 3 e 4 (Figuras 3.7 e 3.8, respectivamente) não houve grandes variações de temperatura ao longo do tempo, resultado semelhante ao obtido por Dacanal (2009), trabalhando com aglomeração de proteína de soja em leite fluidizado pulsado. No Experimento 3, pode-se observar um aumento de temperatura nos termopares à 5 e 10 cm de altura, a partir de 13 minutos de granulação. Este aumento de temperatura pode ser explicado pela existência de torrões no sistema que, não circulando no leito e, portanto, não recebendo água, permaneceram próximos à tela distribuidora de ar, trocando calor com o ar de fluidização à 50 °C. Nota-se também que no Experimento 3, a temperatura no equipamento é maior do que a  $T_{calc}$ , indicando que não há total evaporação do ligante adicionado ao sistema. Já para o Experimento 4,  $T_{calc}$  é maior do que a temperatura do equipamento, indicando a total evaporação do ligante adicionado ao sistema.

O Experimento 5 (Figura 3.9) foi o que apresentou o menor gradiente de temperatura entre os termopares e menor temperatura do sistema. Foi o experimento que utilizou a maior vazão de água no bico aspersor (2 mL/min) e a segunda maior velocidade do ar de fluidização (0,50 m/s). Esta combinação pode ter favorecido uma melhor distribuição de água no sistema, uniformizando a temperatura do mesmo. Entretanto, tal vazão de água se mostrou superior à

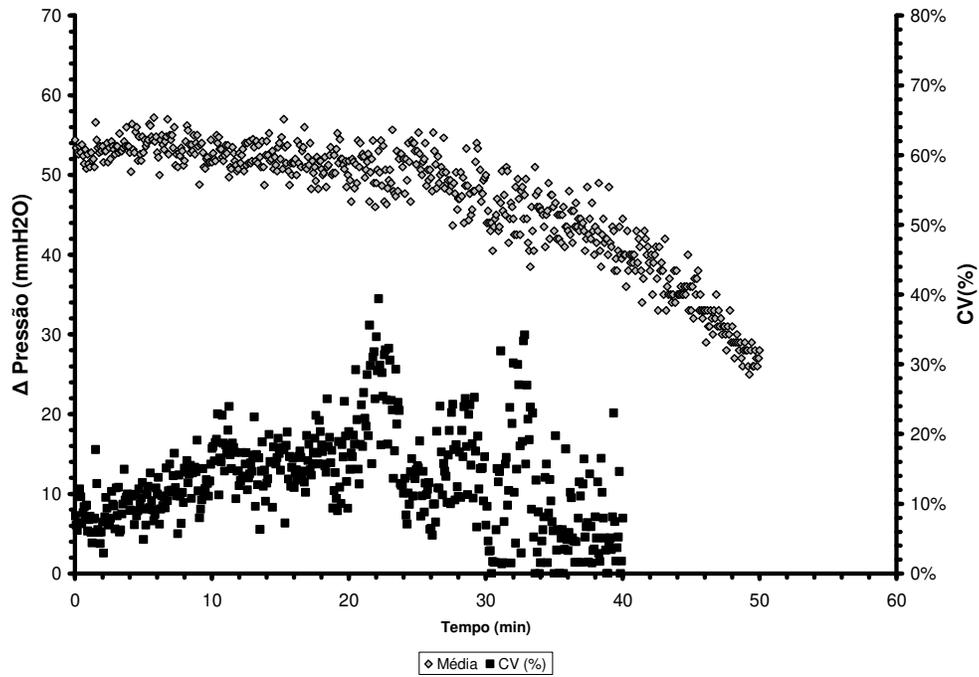
capacidade do sistema de evaporar o ligante, indicado pela temperatura do sistema maior do que a  $T_{calc}$ .

### 3.3.1.2. Perfil de Pressão

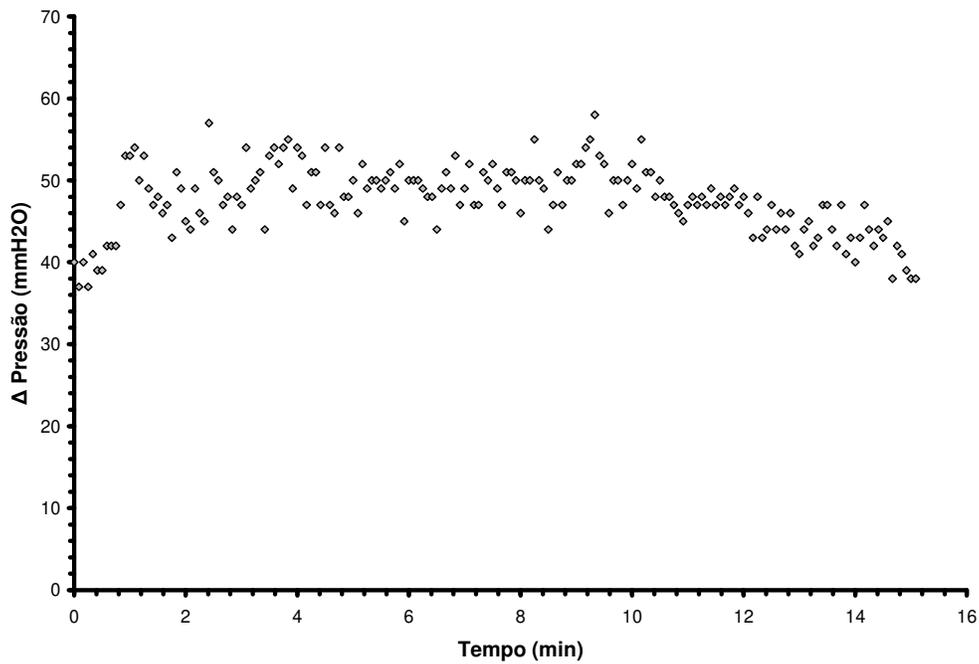
A avaliação do perfil de pressão foi feita pelo registro da queda de pressão antes da placa distribuidora de ar e a 80 cm de altura do leito. No caso dos Experimentos 1, 2 e 5, foi calculada a média da queda de pressão nos pontos onde havia repetições. Não foi possível o registro do perfil de pressão no Experimento 4 devido a uma falha no equipamento. As Figuras 3.10 a 3.13 mostram a variação do gradiente de pressão nos Experimentos 1, 2, 3 e 5, respectivamente.



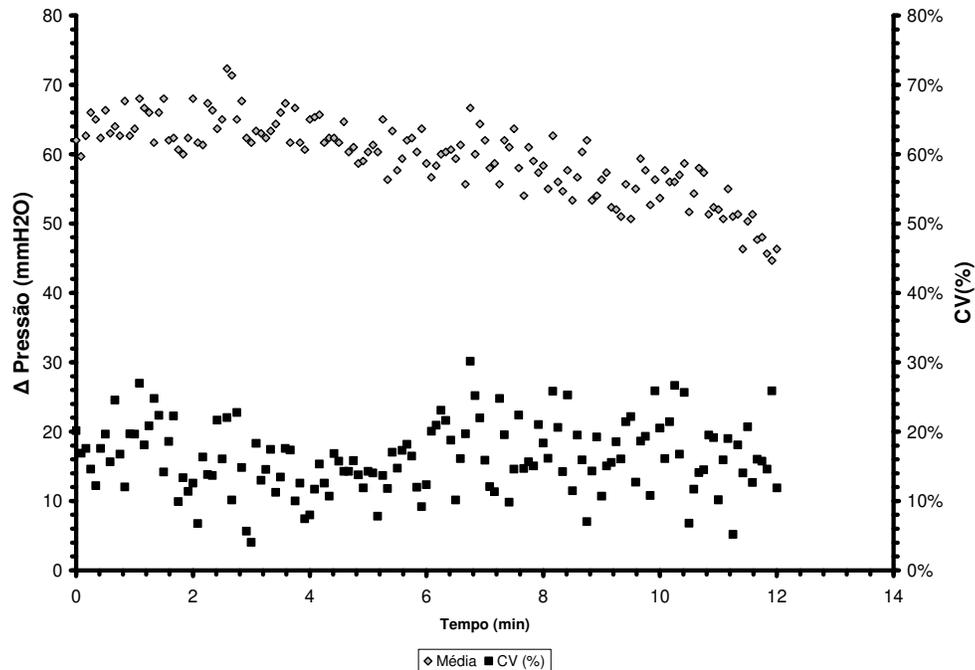
**Figura 3.10:** Variação do gradiente de pressão no equipamento durante o Experimento 1 (Velocidade do ar de fluidização: 0,62 m/s).



**Figura 3.11:** Variação do gradiente de pressão no equipamento durante o Experimento 2 (Velocidade do ar de fluidização: 0,50 m/s).



**Figura 3.12:** Variação do gradiente de pressão no equipamento durante o Experimento 3 (Velocidade do ar de fluidização: 0,39 m/s).

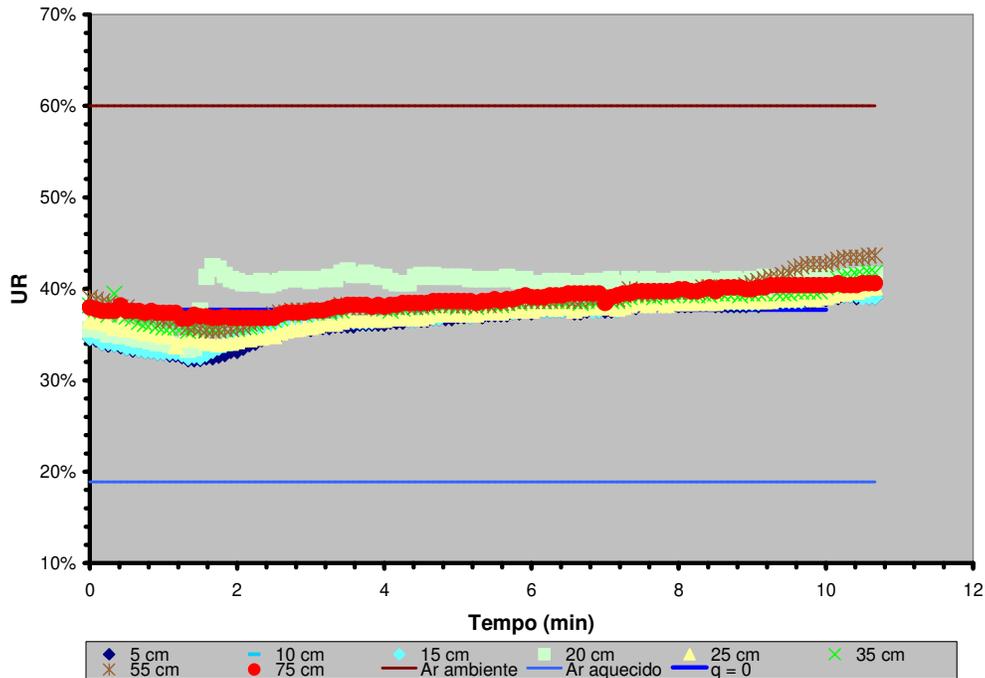


**Figura 3.13:** Variação do gradiente de pressão no equipamento durante o Experimento 5 (Velocidade do ar de fluidização: 0,50 m/s).

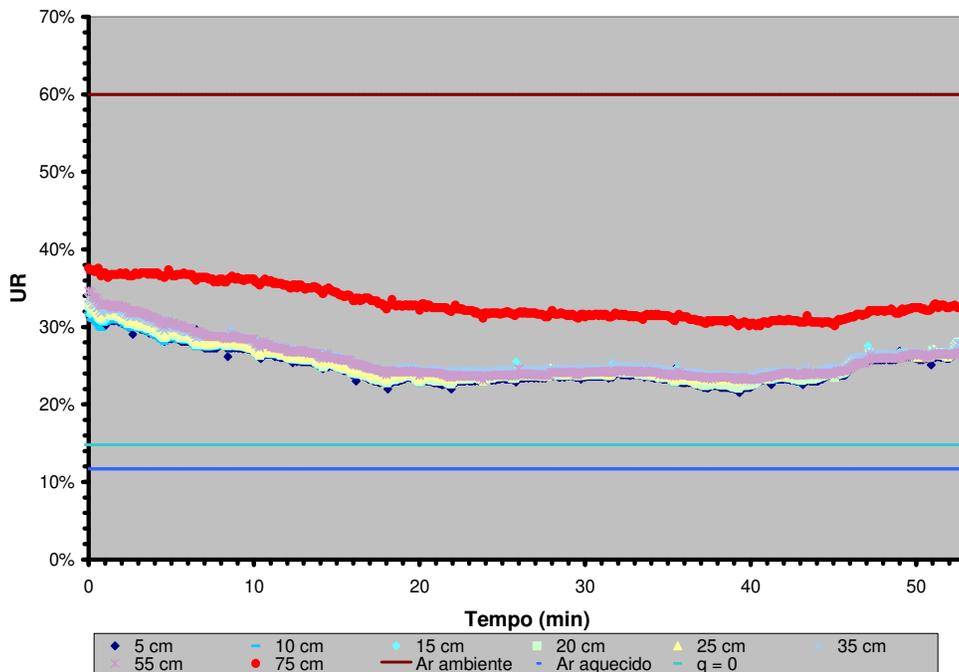
Em todos os experimentos nota-se uma queda no gradiente de pressão ao longo do tempo. Este fenômeno pode ser explicado pela redução na massa do leito. Nota-se, também, a boa repetibilidade em todos os experimentos, verificado pelo baixo CV.

### 3.3.1.3. Perfil de Umidade Relativa

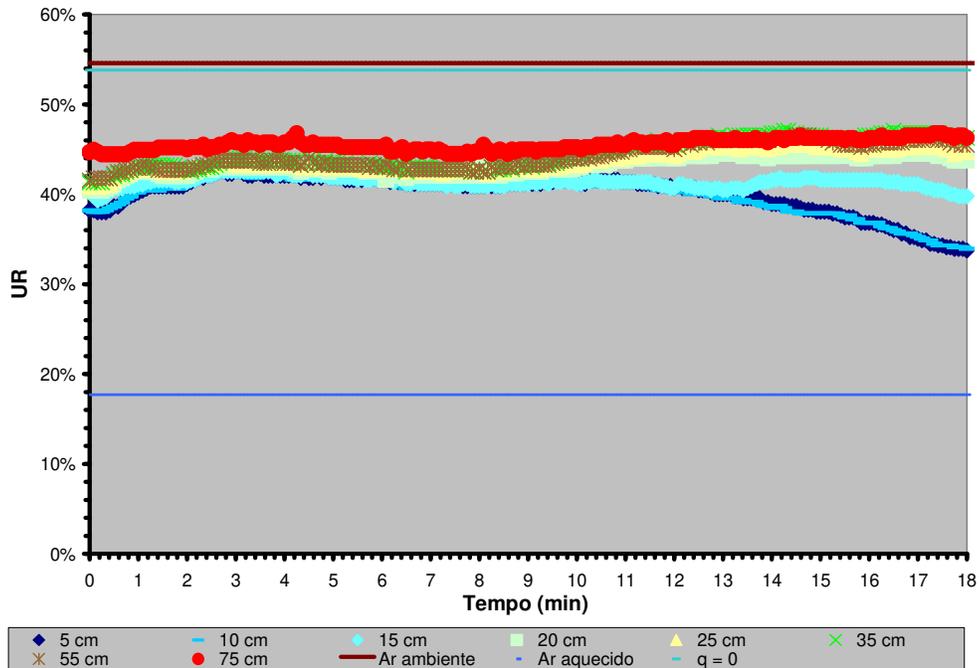
O perfil de umidade relativa (UR), no interior do equipamento, foi determinado com base nos balanços de massa e energia descritos na seção 3.2.4.4 e das temperaturas obtidas pelos termopares localizados no equipamento nas alturas de 5, 10, 15, 20, 25, 35, 55 e 75 cm, a partir da placa distribuidora de ar. Também foram calculados os valores de UR do ar ambiente, utilizando os valores de temperaturas de bulbo seco e bulbo úmido medidas no início do experimento; e o valor da UR no equipamento considerando ausência de troca de calor entre o ar de fluidização, as partículas e o ambiente ( $\dot{q} = 0$ ). As Figuras 3.14 a 3.18, mostram o perfil de UR para os Experimentos 1 a 5, respectivamente.



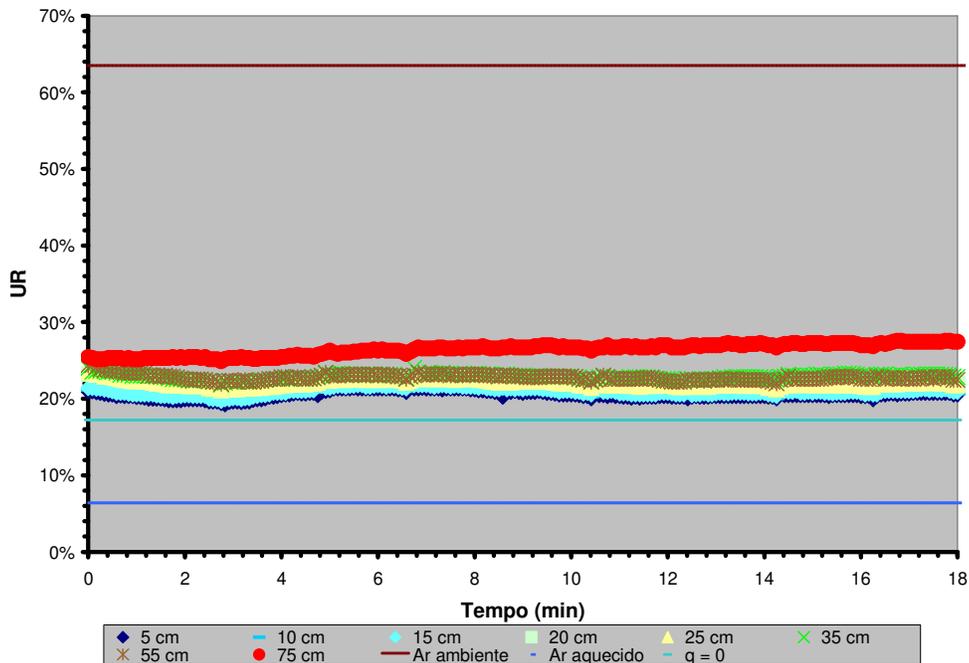
**Figura 3.14:** Perfil de UR do Experimento 1 (Vazão de ligante: 1 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 50 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,62 m/s).



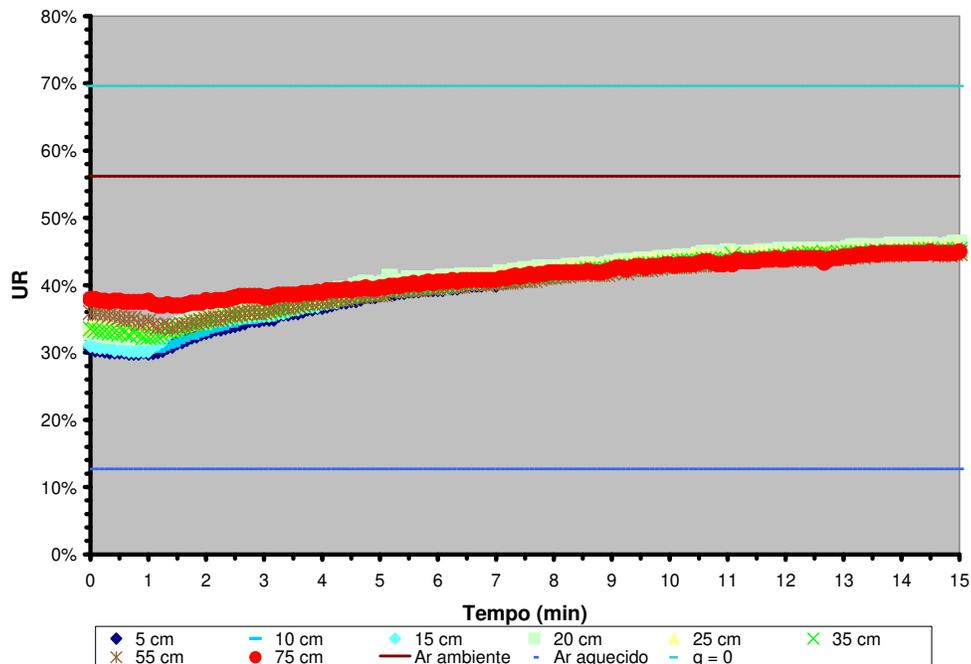
**Figura 3.15:** Perfil de UR do Experimento 2 (Vazão de ligante: 0,3 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 60 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,50 m/s).



**Figura 3.16:** Perfil de UR do Experimento 3 (Vazão de ligante: 1 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 50 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,39 m/s).



**Figura 3.17:** Perfil de UR do Experimento 4 (Vazão de ligante: 1 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 70 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,39 m/s).



**Figura 3.18:** Perfil de UR do experimento 5 (Vazão de ligante: 2 mL/min; Temperatura do ar de fluidização: 50 °C; Velocidade do ar de fluidização: 0,50 m/s).

No Experimento 1 (Figura 3.14), houve um ligeiro aumento da UR no interior do equipamento com o tempo, com um mínimo de 32% e um máximo de 42%. Observando a diferença dos valores de UR entre as linhas sem transferência de calor ( $q=0$ ) e ar aquecido, nota-se que o efeito na UR da adição de ligante foi um aumento de 20%. Entretanto, este valor é inferior ao valor de UR do ar ambiente (60%, com temperatura média de 26 °C, para todos os experimentos).

Observando os valores de UR para o Experimento 2 (Figura 3.15), tem-se que até os 18 minutos de granulação há uma diminuição da UR em virtude da transferência de calor. Comparando os valores de UR sem considerar a transferência de calor (linha  $q=0$ ) e os valores de UR para o ar aquecido, tem-se que a adição de ligante proporciona um aumento na UR de aproximadamente 2%. Este valor é muito inferior aos calculados a partir da medição de temperatura nos termopares, de onde se pode concluir que o efeito da transferência de calor foi predominante para o aumento da UR. Nota-se uma grande diferença entre os

valores de UR à 75 cm de altura e os demais. Conforme discutido na seção 3.3.1.2., a respeito da temperatura, a região entre os termopares situados à 55 cm e 75 cm, de altura, parece ser a região onde há a evaporação da água adicionada ao sistema, com conseqüente aumento da UR, para estas condições experimentais.

No Experimento 3 (Figura 3.16), os valores de UR ficaram abaixo do valor calculado desconsiderando a transferência de calor (linha  $q=0$ ) e com pouca alteração ao longo do experimento. Comparando com o Experimento 1, cuja diferença nas condições operacionais é a maior velocidade do ar de fluidização deste, nota-se que o Experimento 3 apresenta maiores valores de UR. Este efeito se dá pela menor massa de ar seco no Experimento 3, já que, para a mesma quantidade de ligante adicionada, este experimento apresenta maior razão de mistura. As quedas de UR nos termopares de 5 cm e 10 cm de altura, ao final do experimento, podem ser devidas às incrustações próximas ao termopar, que, por não circularem nas regiões de umedecimento, não recebem ligante e se aproximam do valor de UR do ar aquecido.

No Experimento 4 (Figura 3.17), a UR permaneceu praticamente estável ao longo da granulação, com um mínimo de 18% no termopar à 5 cm de altura e um máximo de 28% no termopar à 75 cm de altura. Observa-se um descolamento cada vez maior dos valores de UR neste termopar em relação aos demais. Este efeito pode ter ocorrido devido à maior evaporação do ligante na região entre 55 cm e 75 cm de altura. Por ter sido realizado com uma temperatura do ar de fluidização maior do que a do Experimento 3, este experimento apresentou menores valores de UR.

Diferentemente dos demais experimentos, no Experimento 5 (Figura 3.18), o valor de UR desconsiderando a transferência de calor (linha  $q=0$ ) é superior ao valor de UR do ar ambiente. É possível notar um crescimento, em todos os termopares, da UR ao longo do tempo. Neste experimento foi observada a menor variação da UR entre os termopares (diferença de cerca de 5%). Comparando-o com o Experimento 2, cuja diferença nas condições operacionais é a menor vazão de ligante deste, nota-se que o Experimento 5 apresenta maiores valores de UR.

Tal efeito se dá pela maior razão de mistura do Experimento 5 em relação ao Experimento 2.

### 3.3.1.4. Percentual de Massa no Leito

Foi feita a medição da quantidade de massa restante no leito ao final de cada tempo de granulação. A Figura 3.19 mostra a evolução da massa no leito, ao longo da granulação, para cada experimento.

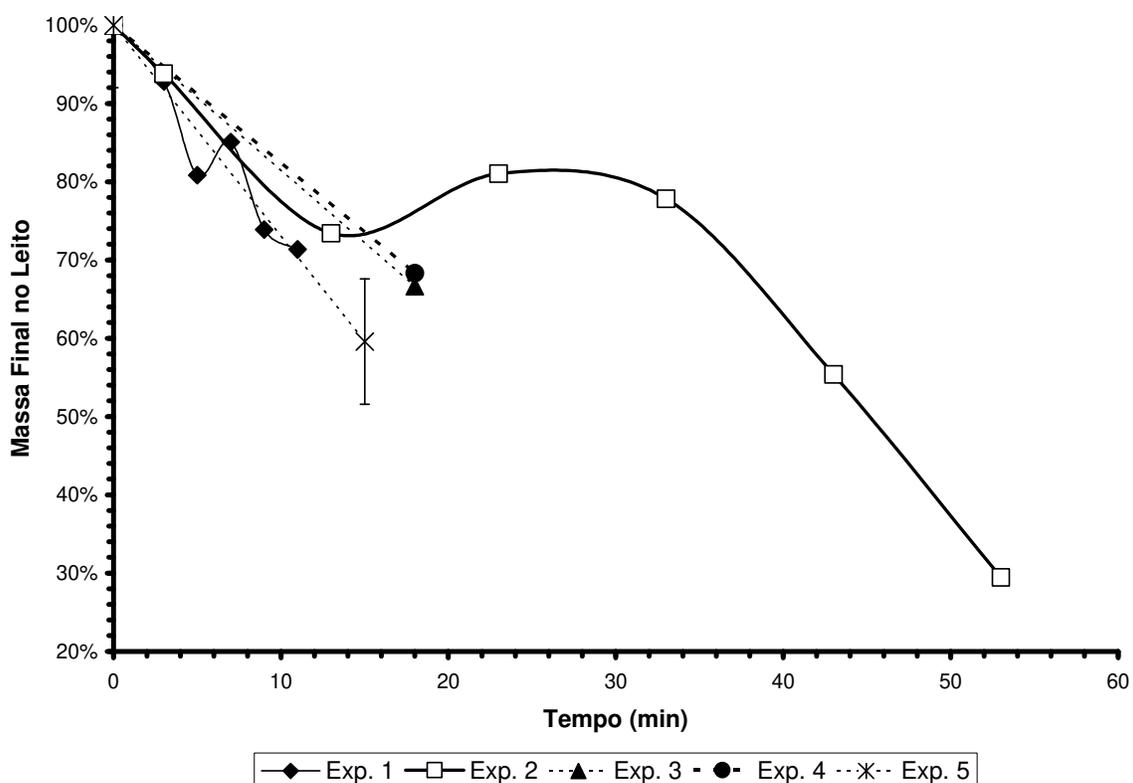


Figura 3.19: Evolução do percentual de massa no leito.

Analisando a Figura 3.19, nota-se que existe uma redução da massa no leito ao longo do tempo. Esta redução ocorre porque há um aumento da incrustação nas paredes do leito e da elutriação no sistema. Nos 3 minutos iniciais, período este que não há adição de ligante, há uma redução de aproximadamente 5% da massa no leito.

O Experimento 2 foi interrompido, justamente, pelo baixo rendimento do processo, no caso 30% de massa final do leito. Os demais experimentos foram interrompidos por defluidização do sistema.

A repetibilidade do processo foi medida no experimento 5, que foi executado em triplicata. Este experimento apresentou um valor de CV de 14% para a massa final no equipamento, indicando uma boa repetibilidade do processo.

### 3.3.1.5. Percentual de Massa Incrustada

O cálculo do percentual de massa incrustada no leito foi realizado com base na diferença de massa da câmara de acrílico antes e após a granulação, para cada intervalo de medição. A Figura 3.20 mostra a evolução do percentual incrustado no leito, para cada experimento, ao longo do tempo.

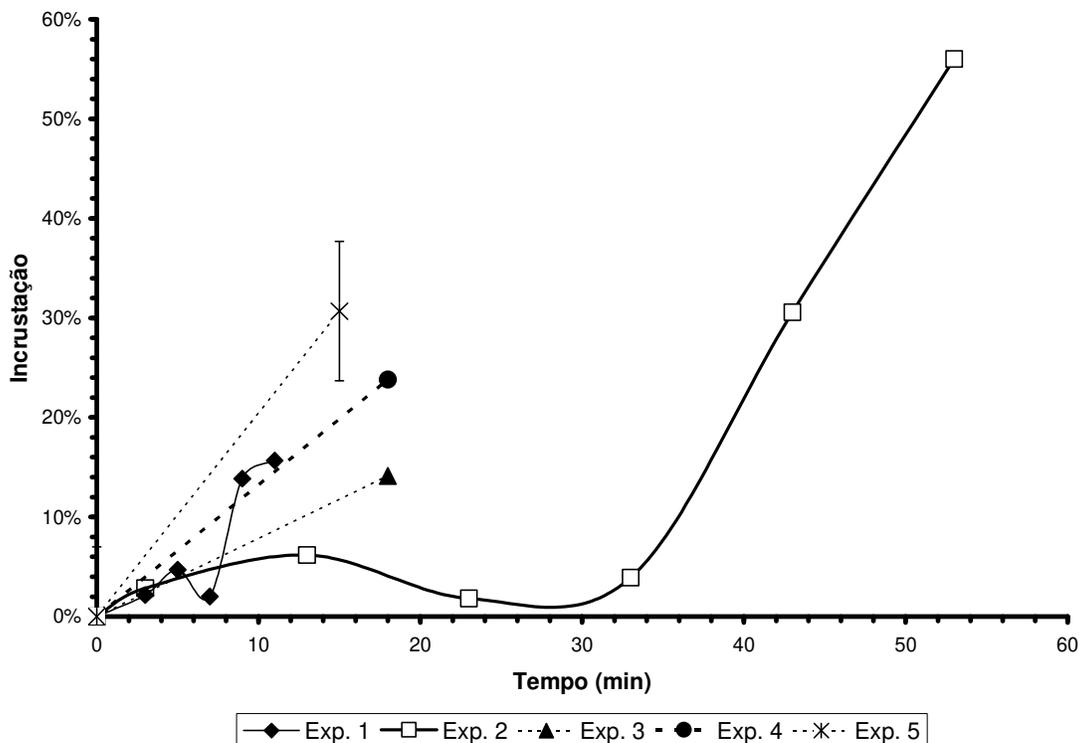


Figura 3.20: Evolução do percentual incrustado no leito.

Analisando a Figura 3.20, verifica-se uma tendência de aumento do percentual de massa incrustada, ao longo do tempo, sendo que, para o Experimento 2, é aproximadamente linear após 30 minutos de granulação. Novamente, o Experimento 5 apresentou boa repetibilidade, com CV de 22%.

A incrustação ocorre quando as partículas colidem com as paredes do leito e permanecem ligadas a estas. Este mecanismo pode ser favorecido por forças eletrostáticas, pelas partículas umedecidas ou pela parede do leito umedecida. Observações experimentais mostram indícios de que este último caso parece favorecer a formação de torrões que, em um momento posterior, se desprendem da parede, dificultando a fluidização do sistema.

Utilizando como base de comparação os 10 minutos iniciais de granulação, já que nenhum experimento foi encerrado antes deste tempo, verificou-se que o Experimento 5 apresentou o maior valor de percentual incrustado e o Experimento 2 o menor. Estes experimentos são, respectivamente, os de maior e menor vazão de ligante (2 mL/min e 0,3 mL/min), indicando uma relação diretamente proporcional entre a vazão de ligante e a taxa de incrustação.

Observando os Experimentos 1 e 3, cuja única diferença, em termos das condições operacionais, é o fato de o Experimento 1 ter uma maior velocidade do ar de fluidização (0,62 m/s contra 0,39 m/s), verificou-se que o Experimento 1 apresentou um valor maior de percentual de material incrustado. Uma maior velocidade do ar de fluidização, por proporcionar uma maior taxa de secagem do ligante, proporciona um efeito de diminuição do percentual de massa incrustada. Entretanto, uma maior velocidade do ar de fluidização também proporciona um aumento na agitação das partículas no leito, com aumento na frequência de colisões das partículas com as paredes do equipamento, o que aumentaria o percentual de material incrustado. Pela observação dos dados experimentais, este último efeito parece se sobrepor ao primeiro.

Comparando os Experimentos 3 e 4, cuja única diferença, em termos das condições operacionais, é o fato de o Experimento 4 ter uma maior temperatura do ar de fluidização (70 °C contra 50 °C), verificou-se que o Experimento 4

apresentou um valor maior de percentual de material incrustado. Uma maior temperatura do ar de fluidização, por proporcionar uma maior taxa de secagem do ligante, supostamente deveria diminuir o percentual de massa incrustada. Dacanal (2009), trabalhando com granulação de suco de acerola em pó em leito fluidizado, observou um aumento no rendimento do processo com o aumento da temperatura. Esse resultado diverso do Experimento 4 parece ser oriundo de erros experimentais, diminuindo a importância do efeito da temperatura do ar de fluidização na taxa de incrustação frente às demais condições operacionais.

Outro comportamento que merece destaque diz respeito aos Experimentos 1 e 2. Observa-se, na Figura 3.20, que o percentual de massa incrustada no leito permanece aproximadamente constante por um período e depois aumenta rapidamente. Uma possível explicação para tal comportamento seria o fato de que as partículas úmidas ao colidirem com a parede do equipamento e incrustarem, pelo fato de não circularem no equipamento, apresentam uma taxa de secagem do ligante inferior à das demais partículas. Além disto, estas partículas continuam recebendo ligante, permanecendo úmidas. Nesta condição, as partículas incrustadas passariam a favorecer a incrustação de outras partículas secas, aumentando a taxa de incrustação.

#### **3.3.1.6. Percentual de Massa Elutriada**

O percentual de massa elutriada foi calculado com base na diferença da massa de pó colocada no leito e a massa final e incrustada. A Figura 3.21 mostra a evolução da massa elutriada percentual.

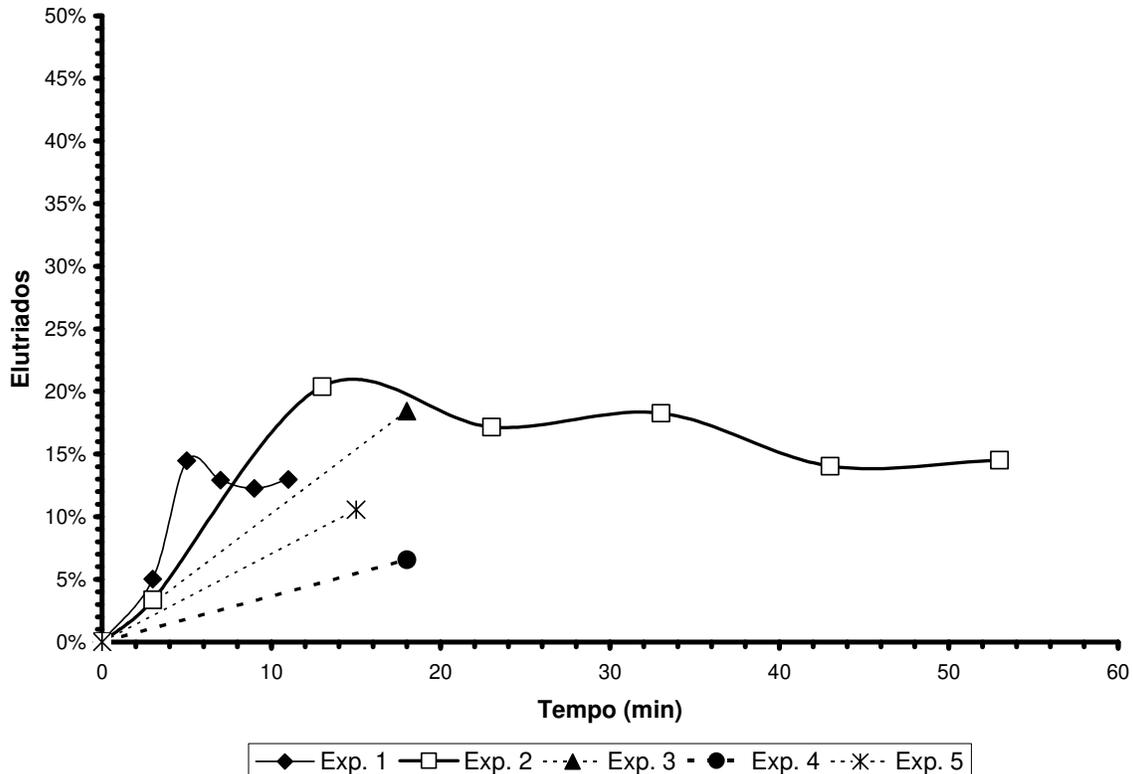


Figura 3.21: Evolução do percentual elutriado.

Nos Experimentos 1 e 2, cerca de 5% das partículas foram elutriadas nos 3 minutos iniciais, antes da adição de ligante. Nota-se, nestes experimentos, que o percentual elutriado aumenta rapidamente ao longo da granulação, permanecendo aproximadamente estável em seguida. Isto se deve ao fato de que a maioria das partículas susceptíveis à elutriação é removida logo no início do processo. As pequenas oscilações apresentadas na Figura 3.21 podem ser oriundas de erros experimentais devido a variações nas distribuições iniciais das partículas granuladas, em cada tempo de medição, e por diferenças no acerto da velocidade do ar de fluidização durante a estabilização do equipamento, que podem ter proporcionado uma elutriação ligeiramente diferente em alguns tempos.

Comparando os Experimentos 3 e 4, cuja única diferença, em termos das condições operacionais, é o fato de o Experimento 4 ter uma maior temperatura do ar de fluidização (70°C contra 50 °C), verifica-se que o Experimento 4 apresentou um valor menor de percentual de material elutriado. Como uma maior temperatura

do ar de fluidização reduz a densidade do ar de fluidização, há uma redução da força de arrasto e, conseqüentemente uma redução do percentual elutriado.

O Experimento 5 apresentou boa repetibilidade, com CV de 1,47%.

### 3.3.1.7. Teor de Umidade do Material Granulado

Foi estudada variação do teor de umidade, em base seca, do material granulado, em todos os tempos estudados, para cada experimento. A Figura 3.22 apresenta os resultados encontrados.

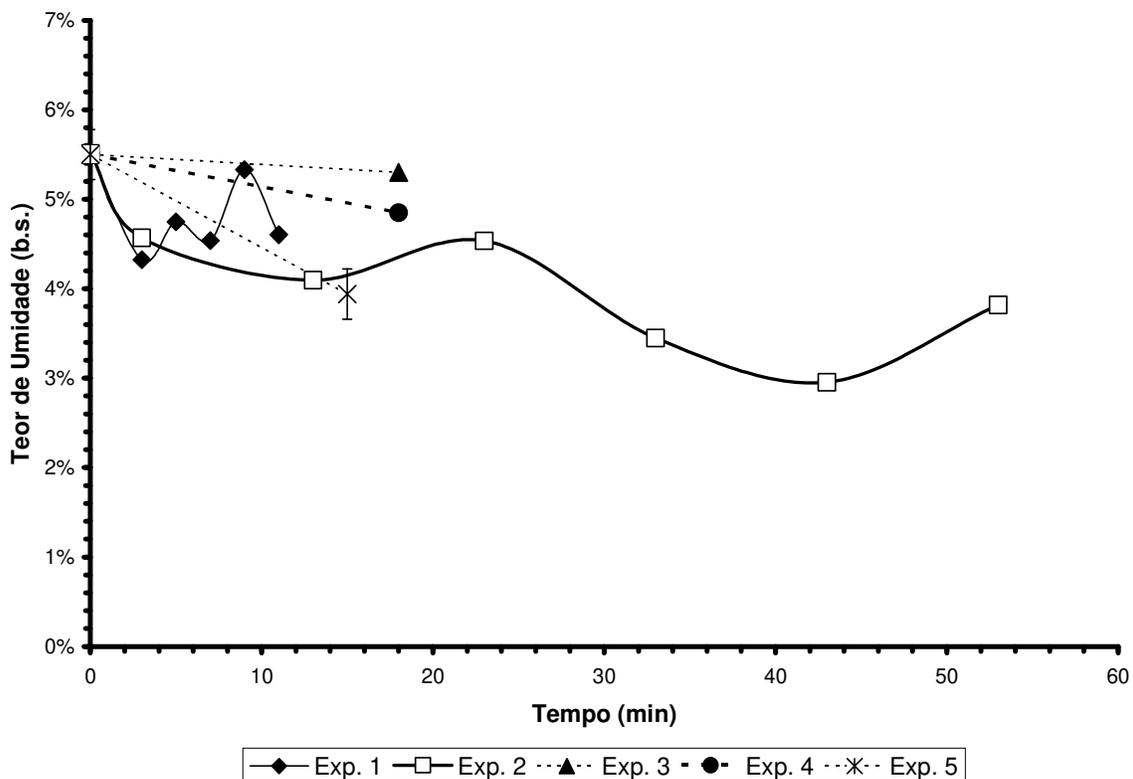


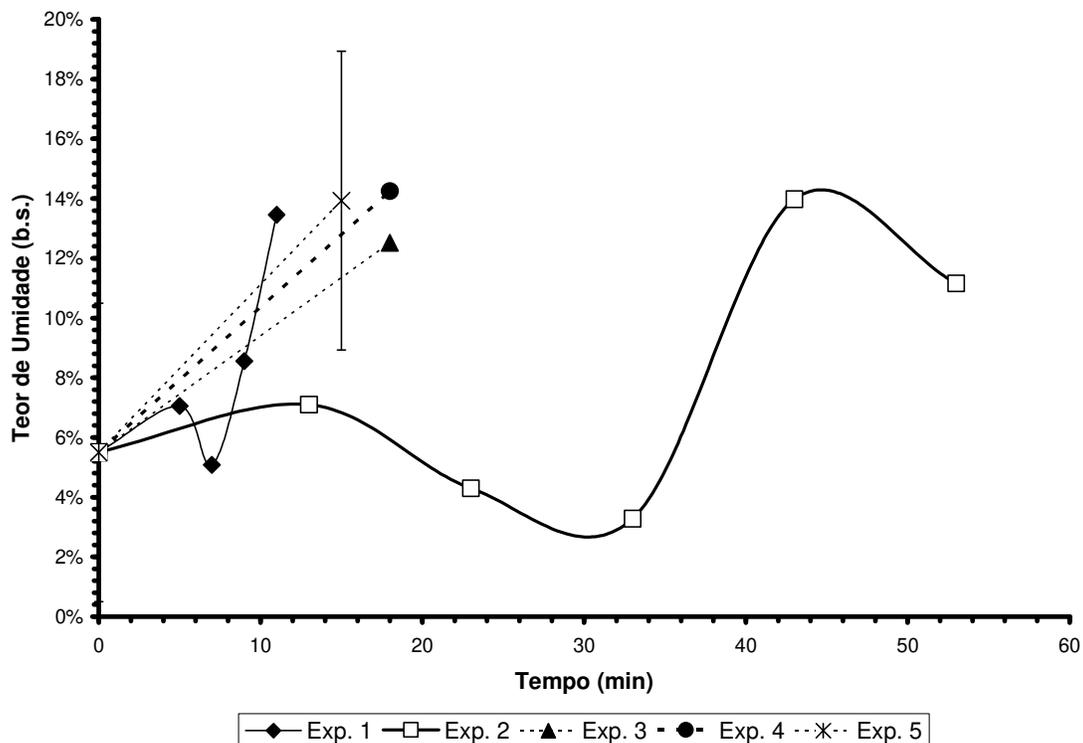
Figura 3.22: Evolução do teor de umidade do material granulado com o tempo.

Observando a Figura 3.22, nota-se que houve uma diminuição do teor de umidade do material granulado ao longo do tempo, indicando que há a secagem das partículas pelo ar de fluidização, removendo não apenas a água adicionada a estas partículas, mas também parte do conteúdo de água original destas. A diminuição do teor de umidade é mais acentuada no Experimento 2, que recebeu o menor volume de água. Comparando o Experimento 1 e 3, cuja diferença em

termos de parâmetros operacionais é a maior velocidade do ar de fluidização do Experimento 1, verificou-se o efeito de secagem do material granulado, com produto final de menor teor de umidade. O Experimento 5 apresentou um CV de 7,18%, indicando boa repetibilidade do sistema. Este resultado é interessante porque um aumento do conteúdo de umidade, do produto granulado, poderia proporcionar problemas na conservação deste, por aumentar a atividade de água do produto, o que seria indesejável.

#### 3.3.1.8. Teor de Umidade da Incrustação

Foi estudada a variação do conteúdo de umidade do material incrustado. A Figura 3.23 apresenta os resultados encontrados, para todos os experimentos:



**Figura 3.23:** Evolução, com o tempo, do teor de umidade do material incrustado.

Observando a Figura 3.23, verifica-se a tendência de aumento de umidade com o tempo, para todos os experimentos. O teor de umidade final se situou muito

acima do teor de umidade do material granulado, tendo valor máximo de 14% para o Experimento 4. Esta variação pode ser explicada pelo fato de que o material com maior teor de umidade tem uma tendência maior de incrustar e, além disso, como não circula mais dentro do sistema, tem uma taxa de secagem reduzida.

Este aumento do teor de umidade do material incrustado favorece a formação de torrões, que se soltando das paredes do equipamento, impedem a fluidização do sistema. Nota-se que os experimentos que foram interrompidos por defluidização do leito (Experimentos 1, 3, 4 e 5) estavam com um teor de umidade do material incrustado superior a 12%, podendo ser este um limite de uma adequada operação do equipamento para granulação.

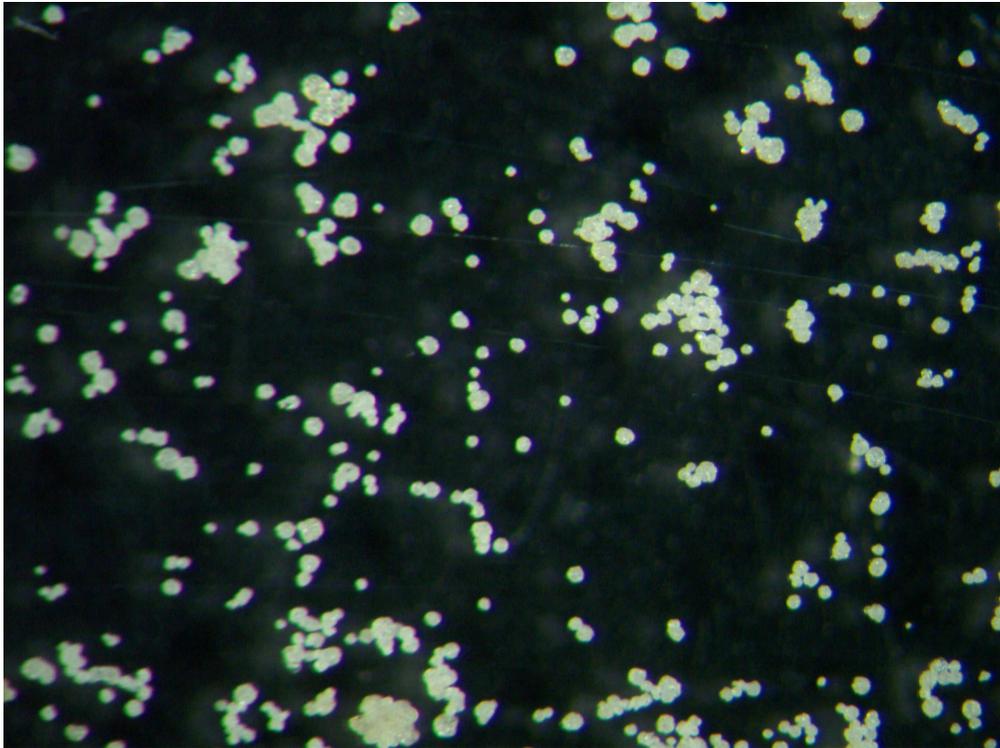
Ressalta-se o valor elevado de CV do Experimento 5 (37,16%), indicando a alta variabilidade do teor de umidade do material incrustado.

### **3.3.2. Caracterização das Partículas**

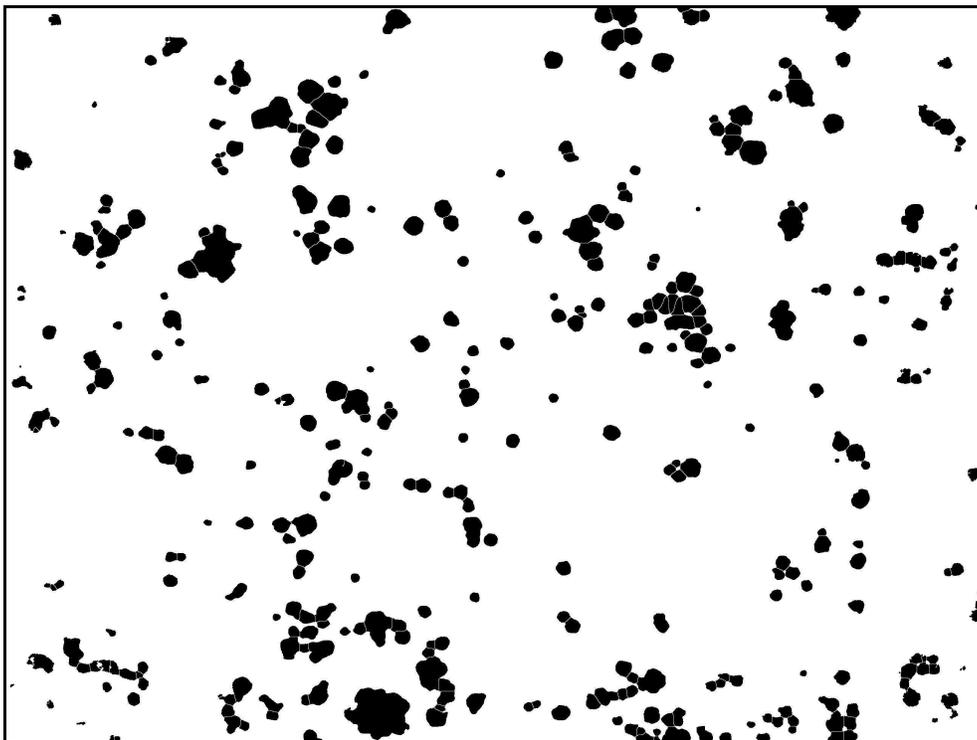
Para a caracterização das partículas foram analisadas fotografias digitais, a partir das quais se calculou o diâmetro médio, a distribuição de tamanho e a forma. Também foram estudadas a densidade e a molhabilidade das partículas.

#### **3.3.2.1. Edição de Imagens**

As fotografias foram editadas e analisadas utilizando o *software* IMAGEJ. A Figura 3.24 mostra os efeitos da edição de imagens em uma fotografia (*threshold*, transformação da imagem para 8-bits, transformação para binária e *watershed*).



(a)



(b)

**Figura 3.24:** Efeito da edição de imagens sobre uma fotografia (a) foto original, (b) foto editada.

Analisando a Figura 3.24, observa-se que o filtro *watershed* consegue separar diversas partículas que estavam unidas na fotografia. Entretanto, algumas partículas que, aparentemente, estão aglomeradas, o filtro divide. Apesar desta desvantagem, este estudo optou pela utilização do filtro, uma vez que os casos de partículas se tocando são muito superiores, em número, do que o caso de separação de partículas aglomeradas. Ressalta-se, entretanto, a limitação do método e a necessidade de mais estudos para padronização da edição de imagens.

### 3.3.2.2. Diâmetro Médio

Como forma de caracterizar o aumento no tamanho das partículas, foi calculado o diâmetro médio para cada um dos pontos experimentais. Os resultados podem ser observados na Figura 3.25:

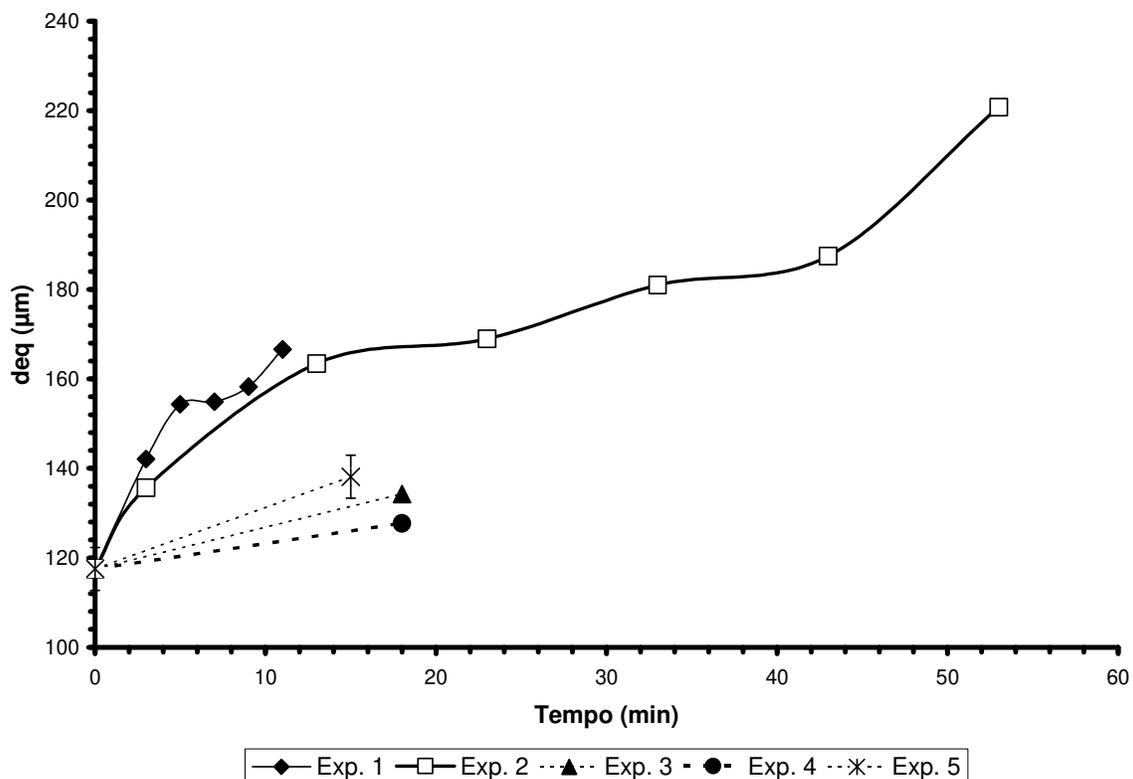


Figura 3.25: Evolução do diâmetro médio para as duas cinéticas

Em todos os experimentos houve um aumento do diâmetro médio das partículas. Destaque para o Experimento 2, que apresentou o maior diâmetro médio final. Nas condições operacionais do Experimento 2, com 10 minutos de processo, tem-se um diâmetro médio aproximadamente igual ao final do Experimento 1 e superior aos de todos os outros experimentos, com rendimento do processo superior (Seção 3.3.1.4. *Massa do Leito Percentual*). Não foi possível verificar nas cinéticas a presença de um período de indução, sendo o crescimento já acelerado desde o início do processo.

A Tabela 3.3 apresenta uma comparação entre o diâmetro equivalente médio de diversos tempos de granulação. A coluna  $d_{eq}$  final/  $d_{eq}$  0 min mostra o aumento percentual do diâmetro médio final do experimento em relação ao tempo 0, que é o tempo que a massa de suco é adicionada ao sistema, antes do período de estabilização do equipamento. A coluna  $d_{eq}$  Final/  $d_{eq}$  3 min, mostra a comparação entre o diâmetro equivalente final do experimento e o diâmetro equivalente após 3 minutos, que é o tempo em que se inicia a aspensão de água. A coluna  $d_{eq}$  0 min/  $d_{eq}$  3 min, mostra a variação percentual do diâmetro equivalente médio durante o período de estabilização do equipamento (período entre 0 e 3 minutos).

**Tabela 3.3:** Variação percentual do diâmetro médio final em relação aos diversos tempos de granulação.

<b>Experimento</b>	<b>Deq Final/ Deq 0 min</b>	<b>Deq Final / Deq 3 min</b>	<b>Deq 0 min / Deq 3 min</b>
Experimento 1	41,8%	17,3%	20,9%
Experimento 2	87,9%	62,8%	15,4%
Experimento 3	14,3%	-	-
Experimento 4	8,7%	-	-
Experimento 5	17,5%	-	-

Observando a Tabela 3.3, destaca-se que cerca de 20% do aumento do diâmetro médio das partículas do Experimento 1 foi realizado sem adição de

ligante, durante o período de 0 a 3 minutos. Percentual este maior do que com a adição de ligante (17,3%). Este efeito pode ter acontecido em virtude da maior velocidade do ar de fluidização no Experimento 1, que elutriou as partículas menores do sistema durante os 3 primeiros minutos. Outra observação importante diz respeito ao Experimento 4, com um aumento inferior a 9% de diâmetro médio. Comparando-o com o Experimento 3, cuja única diferença, em termos de parâmetros operacionais, é a menor temperatura do ar de fluidização deste, presume-se que a maior temperatura do ar de fluidização do Experimento 4 tenha retirado a umidade das partículas antes destas aglomerarem, reduzindo drasticamente o número de colisões bem sucedidas em formar aglomerados. Souza (2007), trabalhando com granulação de suco de goiaba em pó, obteve um aumento de 31%, em relação ao tempo inicial, valor este inferior aos valores observados nos Experimentos 1 e 2 e superior aos valores obtidos nos Experimentos 3 a 5. Souza (2007) trabalhou com condições operacionais e distribuição de tamanho das partículas distintas.

### ***3.3.2.3. Distribuição de Tamanho***

As análises de distribuição de tamanho foram feitas em base numérica (número total de partículas), ao final de cada intervalo de tempo, para os Experimentos 1 e 2, e em base numérica e percentual, para os Experimentos 3 a 5. A análise em base numérica permite avaliar, simultaneamente, os efeitos de deslocamento da distribuição e a redução do número total de partículas, além de ser a base de entrada dos modelos de balanço populacional. As Figuras 3.26 e 3.27 apresentam os resultados encontrados para os Experimentos 1 e 2, respectivamente.

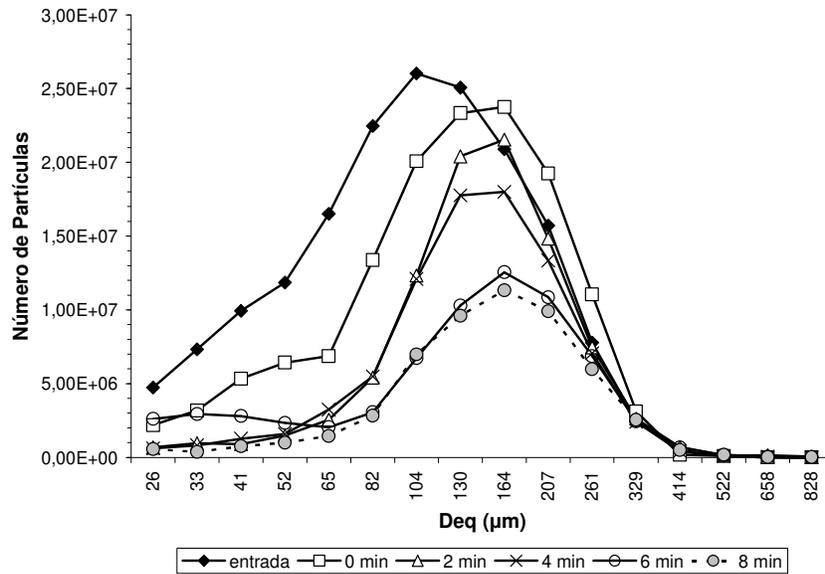


Figura 3.26: Distribuição de tamanho – Experimento 1.

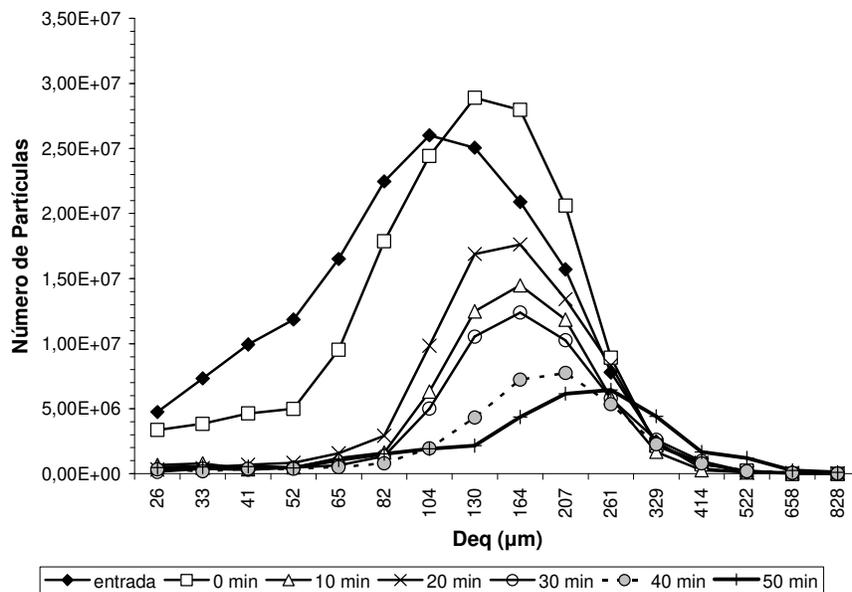


Figura 3.27: Distribuição de tamanho – Experimento 2.

Nos dois experimentos é possível observar a gradual redução do número de partículas total e o deslocamento do pico das distribuições para a direita, começando com um pico em 104 µm e terminando com pico de 164 µm, no Experimento 1, e 261 µm, no Experimento 2. Nota-se também a grande redução do número de partículas menores que 104 µm, entre o tempo de entrada e o

tempo 0 min, tempo este que não há adição de ligante. Neste mesmo intervalo de tempo é possível observar, no Experimento 2, um aumento no número de partículas maiores que 130  $\mu\text{m}$ , o que é um indício de aglomeração. Esta aglomeração pode ter ocorrido devido à ação de forças eletrostáticas. Entretanto, a grande redução no número destas partículas nos tempos seguintes sugere que estas ligações podem não ter resistido ao atrito interno no sistema, ocorrendo a quebra destes aglomerados.

As Figuras 3.28 a 3.30 mostram a evolução da distribuição numérica e percentual para os Experimentos 3 a 5:

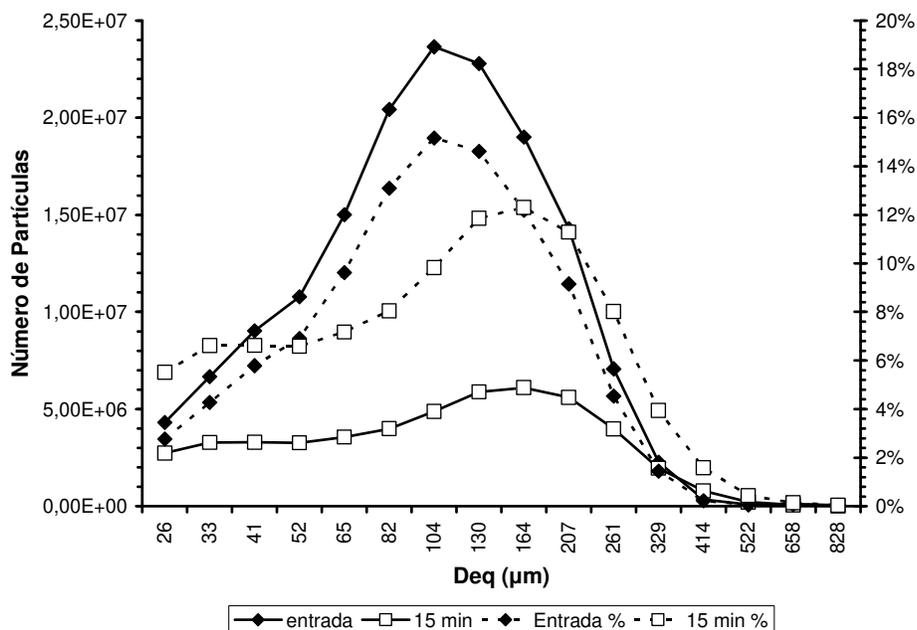


Figura 3.28: Distribuição de tamanho – Experimento 3.

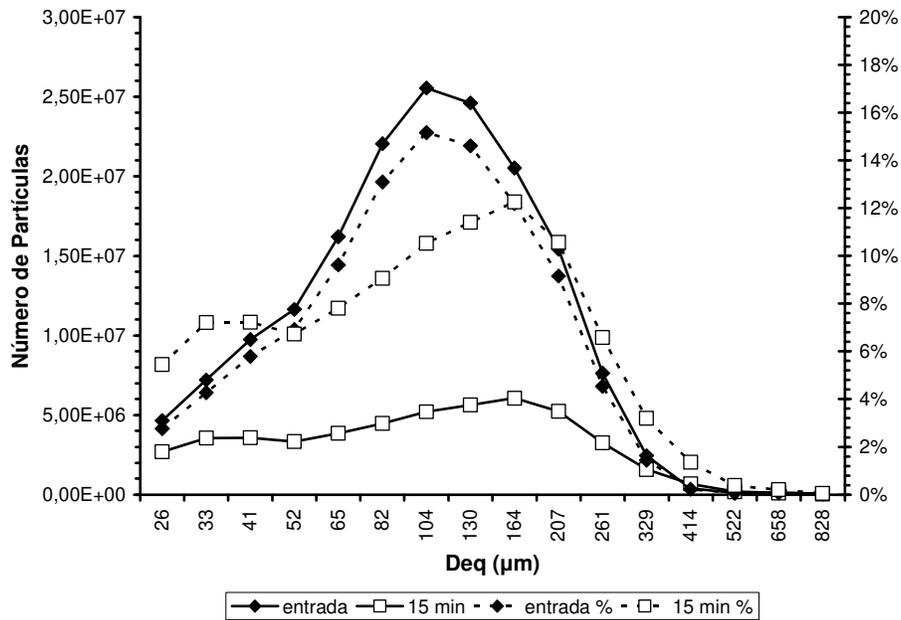


Figura 3.29: Distribuição de tamanho – Experimento 4.

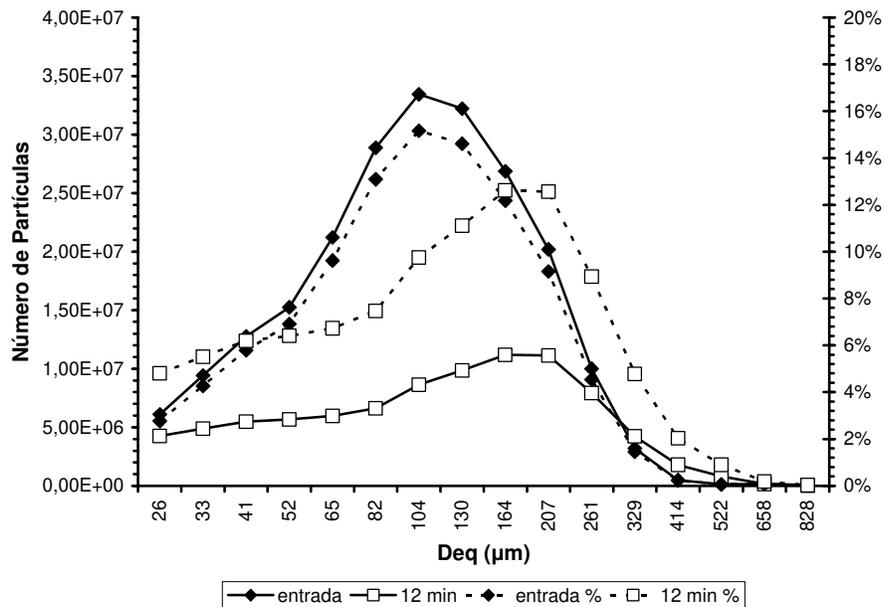


Figura 3.30: Distribuição de tamanho – Experimento 5 (média das repetições).

É possível observar, em todos os experimentos (Figuras 3.28 a 3.30), a redução do número de partículas total e o deslocamento da distribuição de tamanho para a direita. A maior redução, percentual, se dá entre os intervalos de

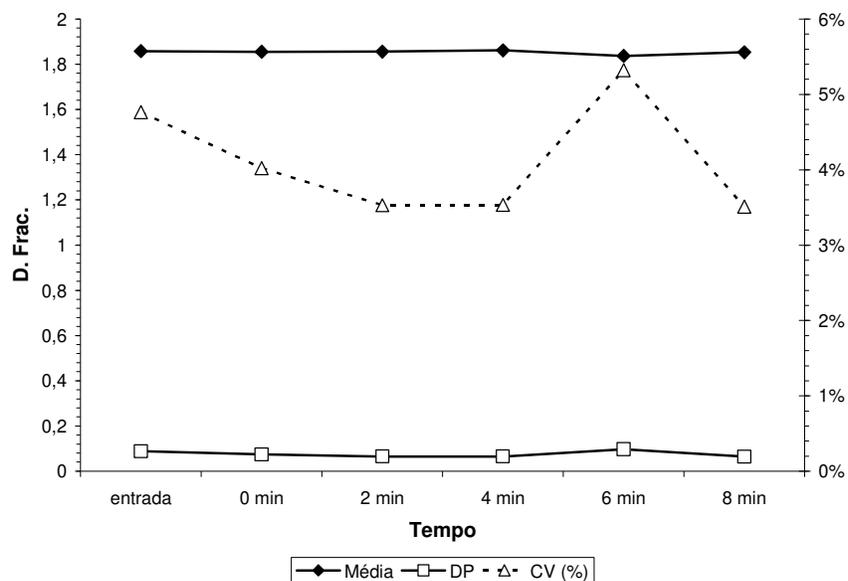
tamanho entre 52  $\mu\text{m}$  e 164  $\mu\text{m}$ , talvez a região de tamanho com maior tendência de aglomerar. Em todos os casos observa-se um alargamento da distribuição final, tornando-a menos uniforme.

### 3.3.2.4. Análise de Forma

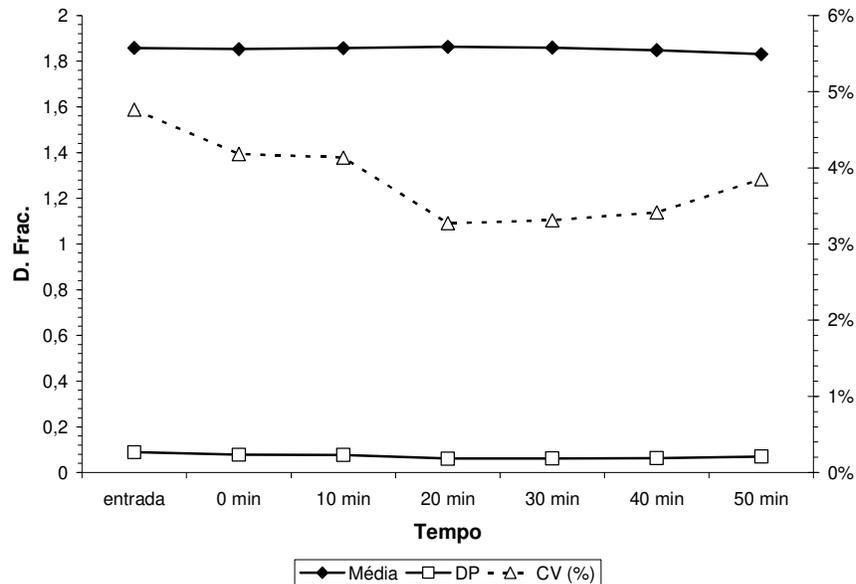
Foram analisados os seguintes fatores de forma: dimensão fractal, arredondamento, alongamento e compacidade. Os valores foram calculados pelo programa IMAGEJ.

#### 3.3.2.4.1. Dimensão Fractal

A dimensão fractal é um indicativo da complexidade de uma forma, assumindo o valor igual a 2 para objetos regulares. A Figura 3.31 apresenta os valores médios, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV), encontrados para os Experimentos 1 e 2:



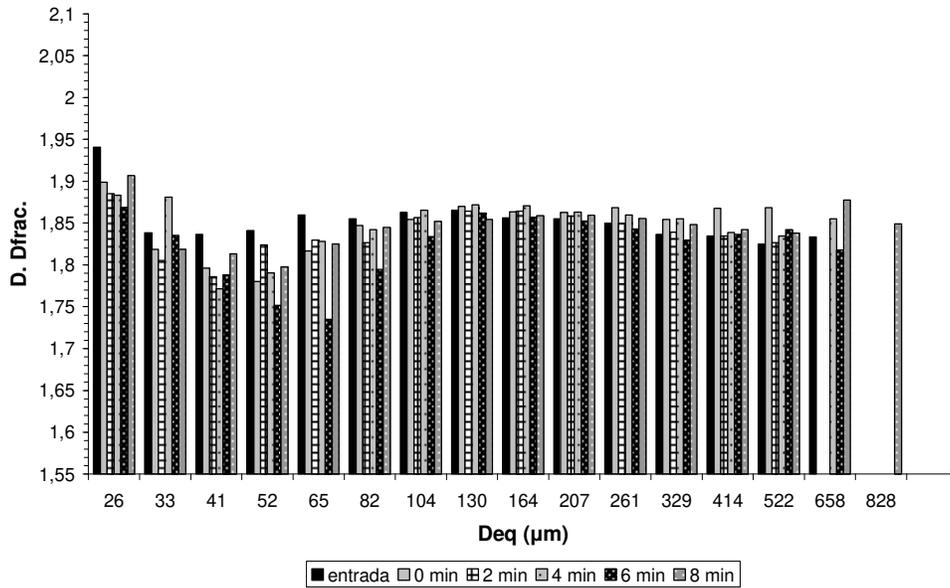
(a)



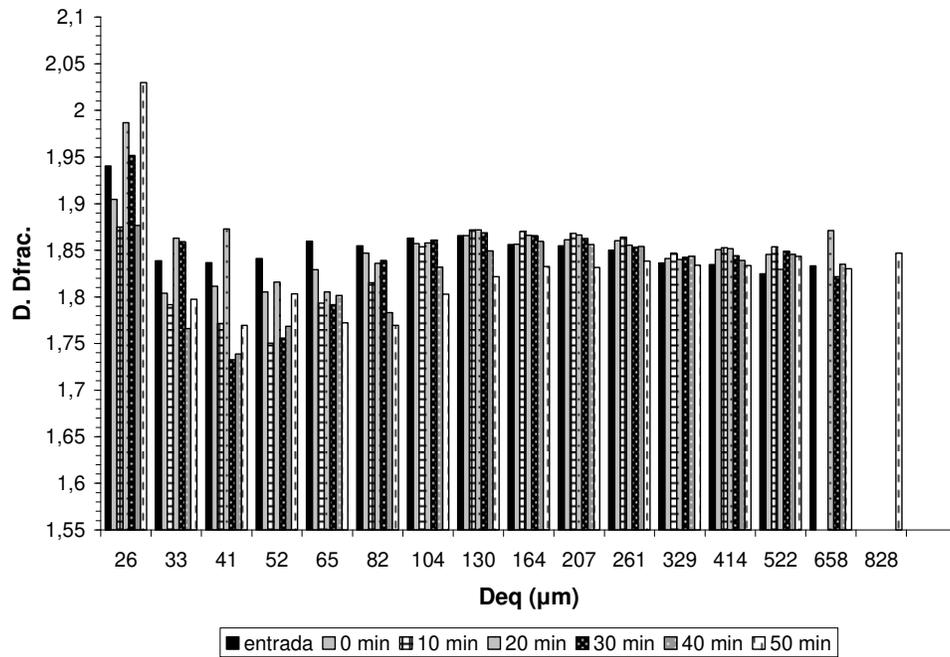
(b)

**Figura 3.31:** Dimensão fractal média (a) Experimento 1 (b) Experimento 2.

Nota-se que nos dois casos a dimensão fractal média ficou estável em 1,85, os valores do coeficiente de variação (CV) permaneceram muito baixos (menores que 10%), indicando pouca dispersão dos valores encontrados. Isto indica que o valor médio deste fator de forma não é capaz de detectar as mudanças de forma ocorridas nos grânulos, ao longo da granulação, apenas indicando a irregularidade das formas das partículas, já que o valor é menor do que 2. Analisando as distribuições da dimensão fractal para cada intervalo de tamanho (Figura 3.32):



(a)



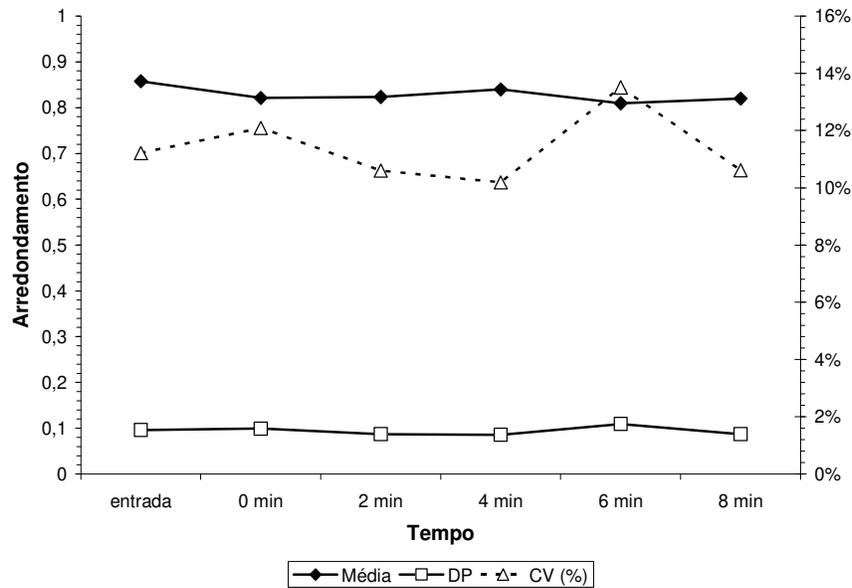
(b)

**Figura 3.32:** Distribuição da dimensão fractal (a) Experimento 1 (b) Experimento 2.

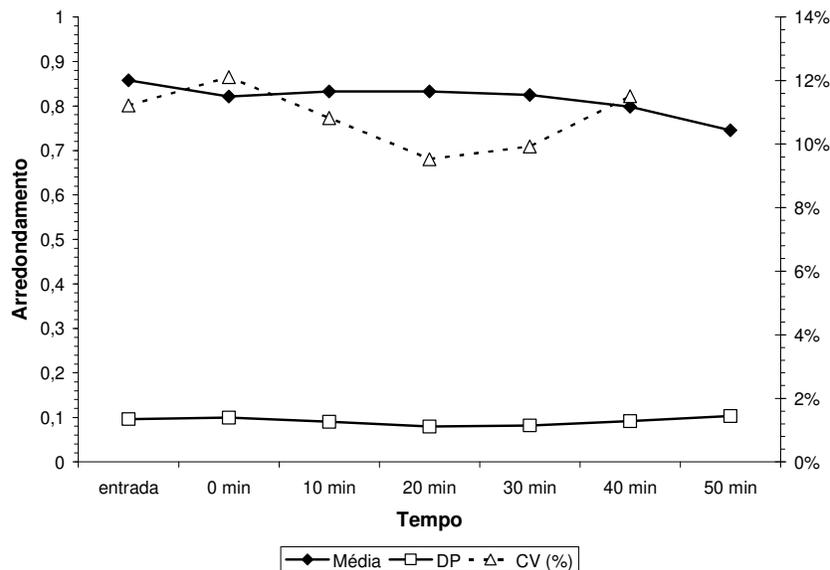
Assim como para os valores médios, observaram-se poucas variações na dimensão fractal dentro de cada intervalo de tamanho. Por isso, este parâmetro não foi investigado nos outros experimentos.

3.3.2.4.2. Arredondamento

O arredondamento, definido na Equação 2.1, relaciona a área da partícula com o seu perímetro, tendo valor igual a 1 para partículas esféricas. A Figura 3.33 apresenta os valores médios, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV) de arredondamento para os Experimentos 1 e 2.



(a)



(b)

Figura 3.33: Arredondamento médio (a) Experimento 1 (b) Experimento 2.

De um modo geral, o produto apresentou uma queda de arredondamento médio ao longo do tempo, com uma redução ao final de 4%, para o Experimento 1, e 14%, para o Experimento 2. Nota-se os baixos valores de CV (inferiores 15%), o que indica pouca dispersão dos dados. Desta forma, verifica-se que o arredondamento médio conseguiu captar as mudanças de forma das partículas ao longo da granulação, podendo ser utilizado para relacionar mudanças nas propriedades físicas da massa de grânulos. Tal conclusão contrasta com a obtida por Souza (2007), na qual os valores de CV eram elevados (maiores do que 20%), indicando a baixa representabilidade do fator de forma médio. Esta diferença pode ter ocorrido devido ao uso do filtro *watershed* durante as edições de imagens, neste trabalho. Com a separação de partículas que se tocavam, foi reduzida a dispersão da forma destas, com redução do CV, tornando a média mais representativa.

As Figuras 3.34 a 3.35 mostram os valores encontrados para os Experimentos 3 a 5, respectivamente.

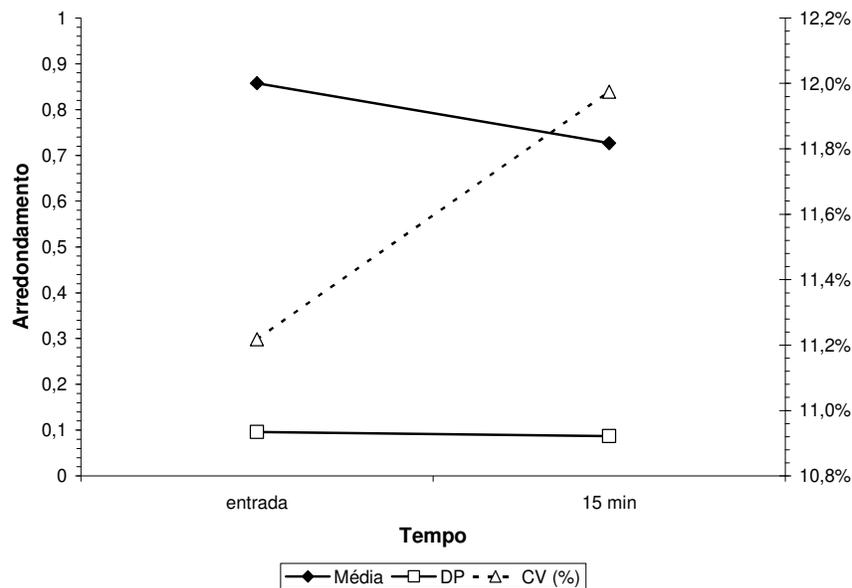


Figura 3.34: Arredondamento médio - Experimento 3.

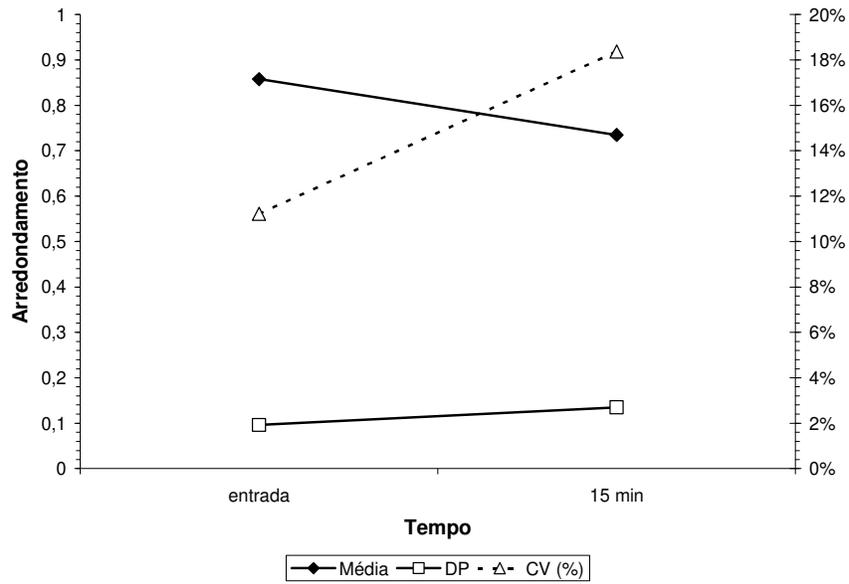
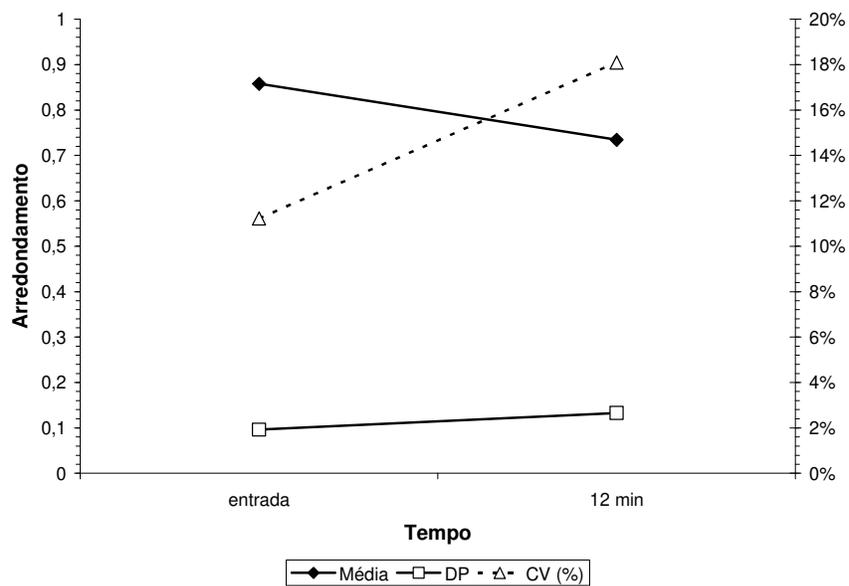
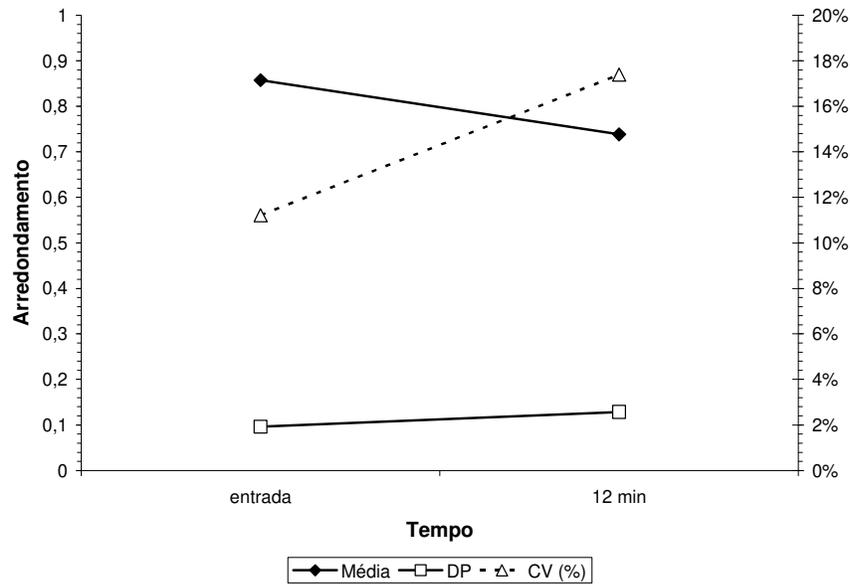


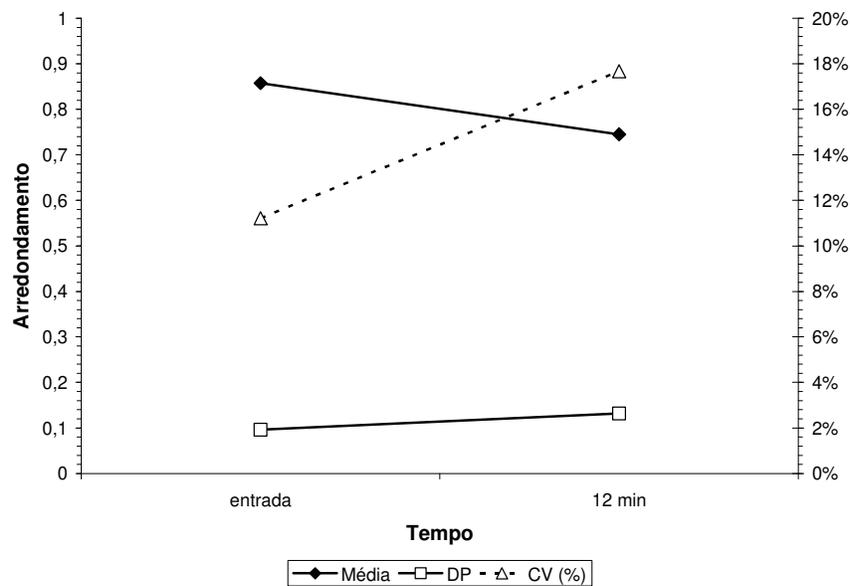
Figura 3.35: Arredondamento médio - Experimento 4.



(a)



(b)



(c)

**Figura 3.36:** Arredondamento médio - Experimento 5 (a) repetição 1, (b) repetição 2 e (c) repetição 3.

Assim como nos Experimentos 1 e 2, observa-se uma redução do arredondamento médio, com baixos valores de CV. Uma redução de 15%, no Experimento 3; 14% no Experimento 4; e uma redução média de 13,8% (CV de 4%) no Experimento 5. Nota-se a boa repetibilidade do fator de forma, indicada pelo baixo CV do Experimento 5. O Experimento 4 apresentou uma variação

percentual no arredondamento maior do que a variação percentual do diâmetro equivalente médio.

### 3.3.2.4.3. Alongamento

O fator de forma alongamento é baseado na relação entre o maior e o menor eixo das partículas, com valor igual a 1 para partículas esféricas e maiores do que 1, para partículas alongadas. A Figura 3.37 apresenta os valores médios, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV) obtidos para os Experimentos 1 e 2:

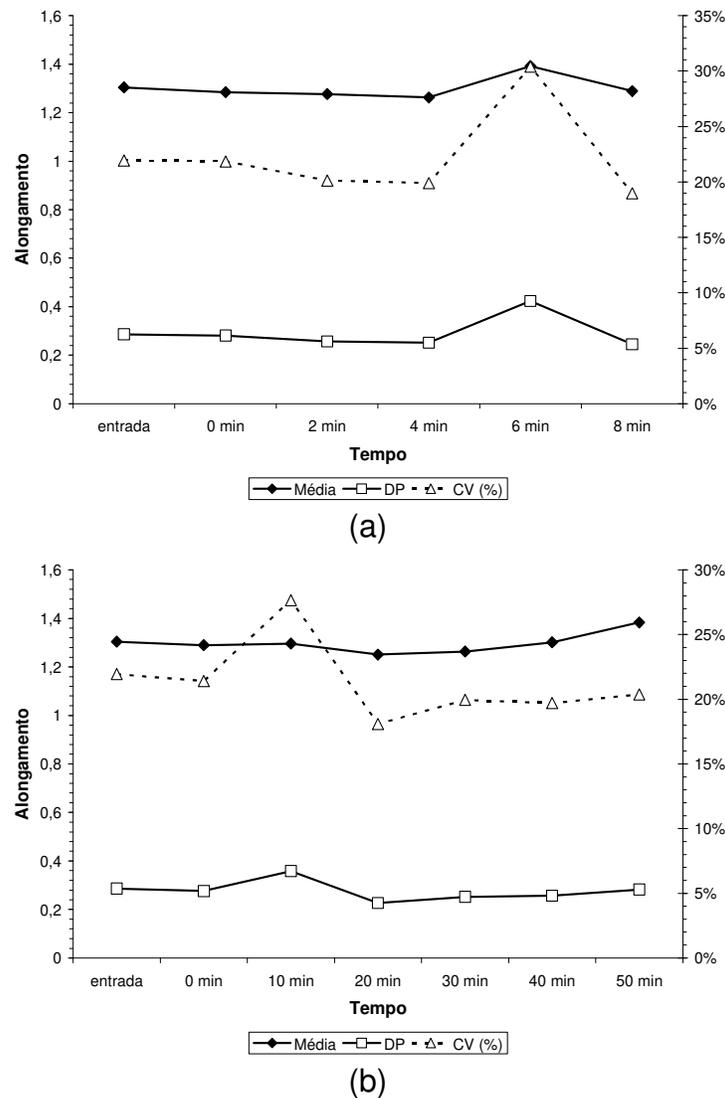
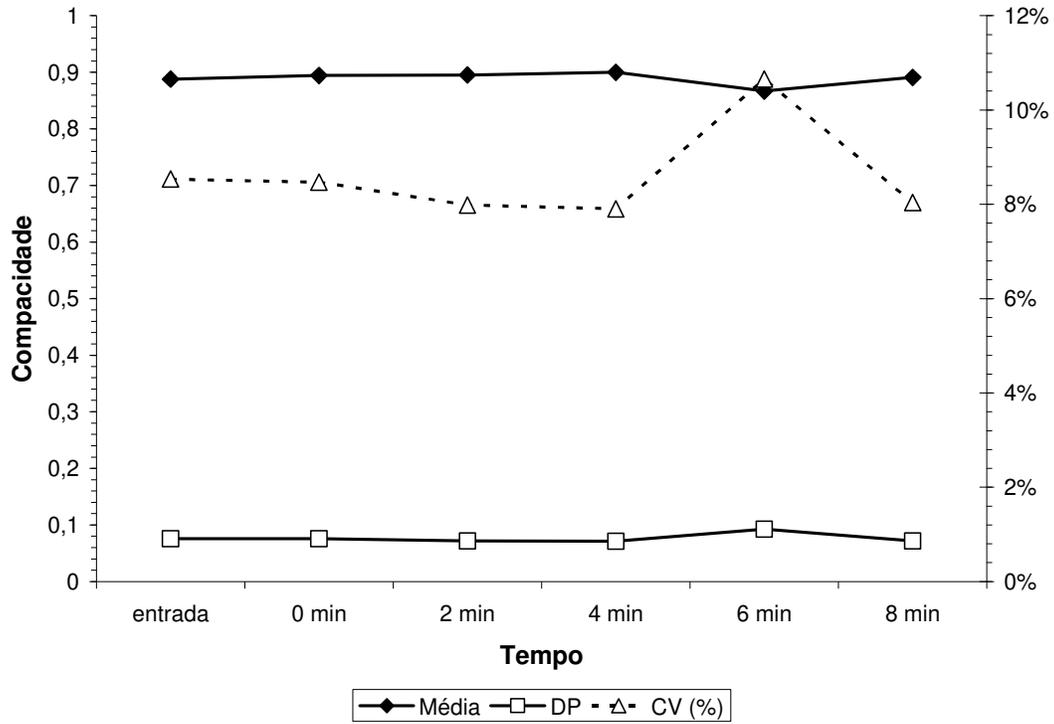


Figura 3.37: Alongamento médio (a) Experimento 1 (b) Experimento 2.

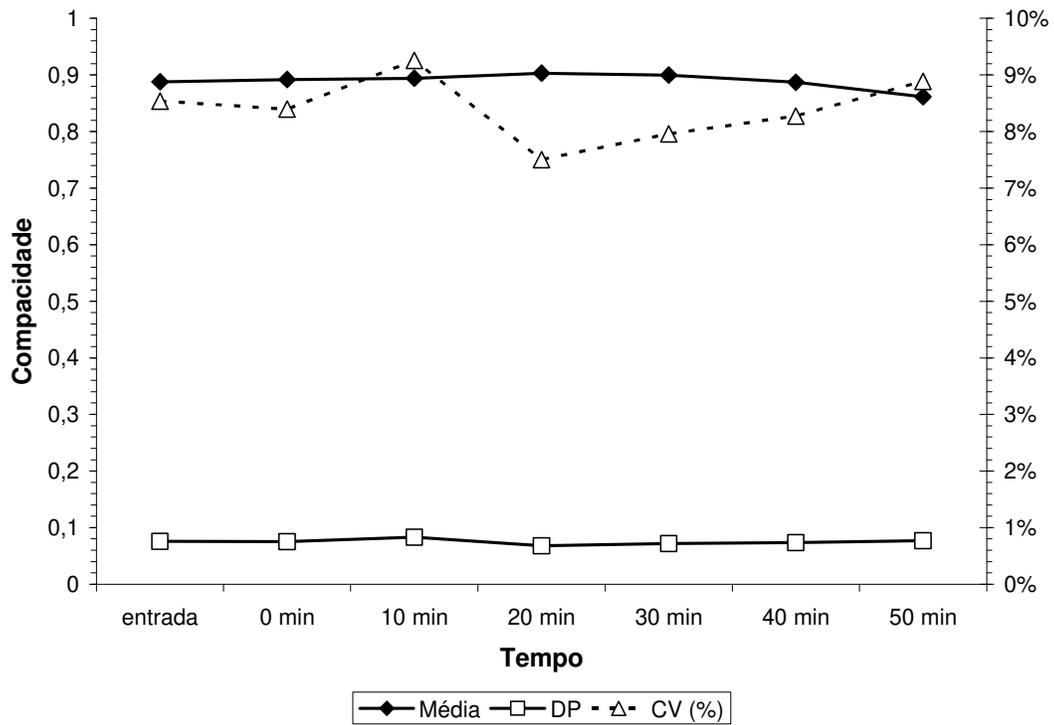
Diferentemente do arredondamento, o alongamento apresentou valores altos de CV, o que indica uma grande dispersão dos valores encontrados em torno da média. Desta forma, este fator de forma médio não é um bom indicador das mudanças de forma das partículas. Os resultados encontrados para os Experimentos 3 a 5 podem ser observados no Anexo B.

#### ***3.3.2.4.4. Compacidade***

A Compacidade é calculada com base no diâmetro equivalente da partícula e o comprimento do seu maior eixo. O valor da Compacidade é igual a 1, para partículas esféricas, e menor do que 1, na medida em que a forma da partícula se afasta da forma esférica. A Figura 3.38 apresenta os valores médios, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV) de Compacidade para os Experimentos 1 e 2:



(a)



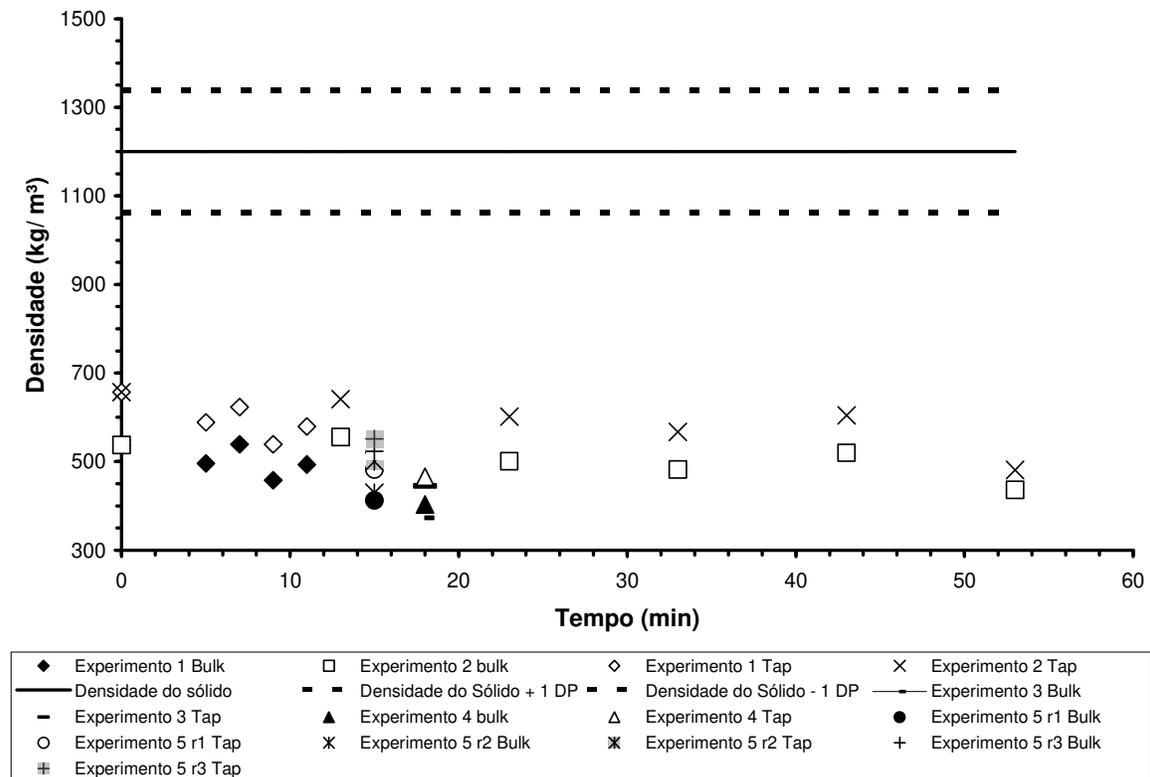
(b)

Figura 3.38: Compacidade média (a) Experimento 1 (b) Experimento 2.

Observa-se que a Compacidade pouco variou ao longo da granulação, permanecendo estável ao final do Experimento 1 e sendo reduzida em 3%, no Experimento 2. Os valores de CV permaneceram baixos para todos os dados, indicando que a média da Compacidade é representativa dos dados observados. Para os demais Experimentos, a redução do valor da Compacidade foi de cerca de 5% (gráficos no Anexo B). Esta pequena variação deste indicador, ao longo da granulação, é um indício de que a média deste indicador, da mesma forma que o Alongamento, não consegue captar as mudanças de forma nas partículas ao longo da granulação, ou seja, que as mudanças forma ocorridas nas partículas não afetaram de modo significativo a média da relação entre o diâmetro equivalente e o comprimento do maior eixo das partículas. Conclusão semelhante foi encontrada por Souza (2007).

#### **3.3.2.5. Densidade**

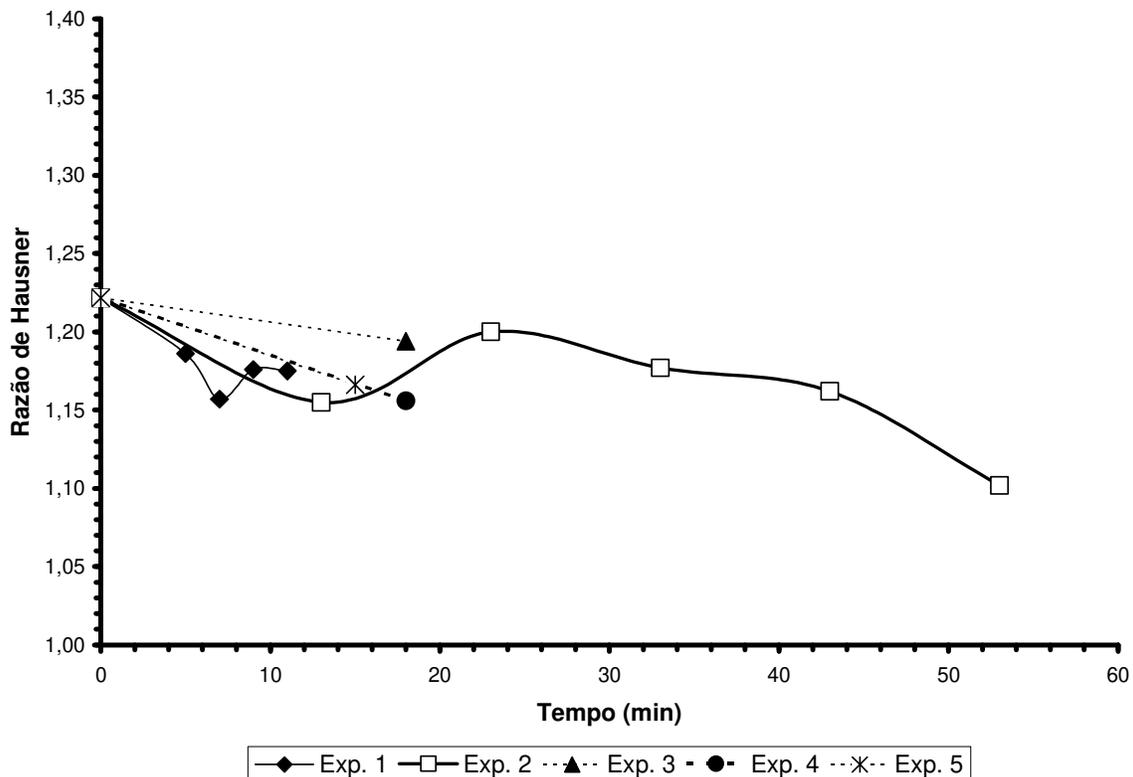
Foram estudadas as densidades de sólido, aparente e *tap*. A Figura 3.39 apresenta os resultados encontrados.



DP: desvio padrão.

**Figura 3.39:** Evolução das densidades aparente, *tap* e do sólido.

A densidade de sólido apresentou o valor de 1200 kg/ m<sup>3</sup> e um CV de 11%, o que indica uma baixa dispersão dos dados. Esta baixa dispersão dos dados se deve ao fato de que a densidade do sólido, para a granulação usando água como ligante, varia ao longo do processo apenas em função do conteúdo de umidade das partículas. Como houve pequena variação no conteúdo de umidade (conforme apresentado na seção 3.3.1.7. *Teor de Umidade do Material Granulado*), o CV para a densidade de sólido média foi baixo. O valor de densidade de sólido encontrado é bem próximo do obtido por Dacanal (2009) para suco de acerola em pó, de 1127 kg/ m<sup>3</sup>. A relação entre a densidade aparente e *tap* é mais bem observada pela Razão de Hausner (Figura 3.40).



**Figura 3.40:** Evolução com o tempo da Razão de Hausner.

Observa-se, na Figura 3.40, uma redução na Razão de Hausner (RH) com o tempo, indicando uma melhora na escoabilidade das partículas. A maior redução ocorreu no Experimento 2 (10%). A menor redução ocorreu no Experimento 3 (3%). O Experimento 5 apresentou boa repetibilidade, com CV de 0,3%. As partículas, mesmo antes da granulação (no tempo 0), já seriam classificadas na faixa de escoamento livre.

### 3.3.2.6. Tempo de Instantaneização

O tempo de instantaneização é o tempo necessário para que uma amostra de pó fique completamente submersa após ser colocada sobre a superfície de um líquido. Foram feitos testes para cada tempo estudado. A Figura 3.41 apresenta os resultados encontrados.

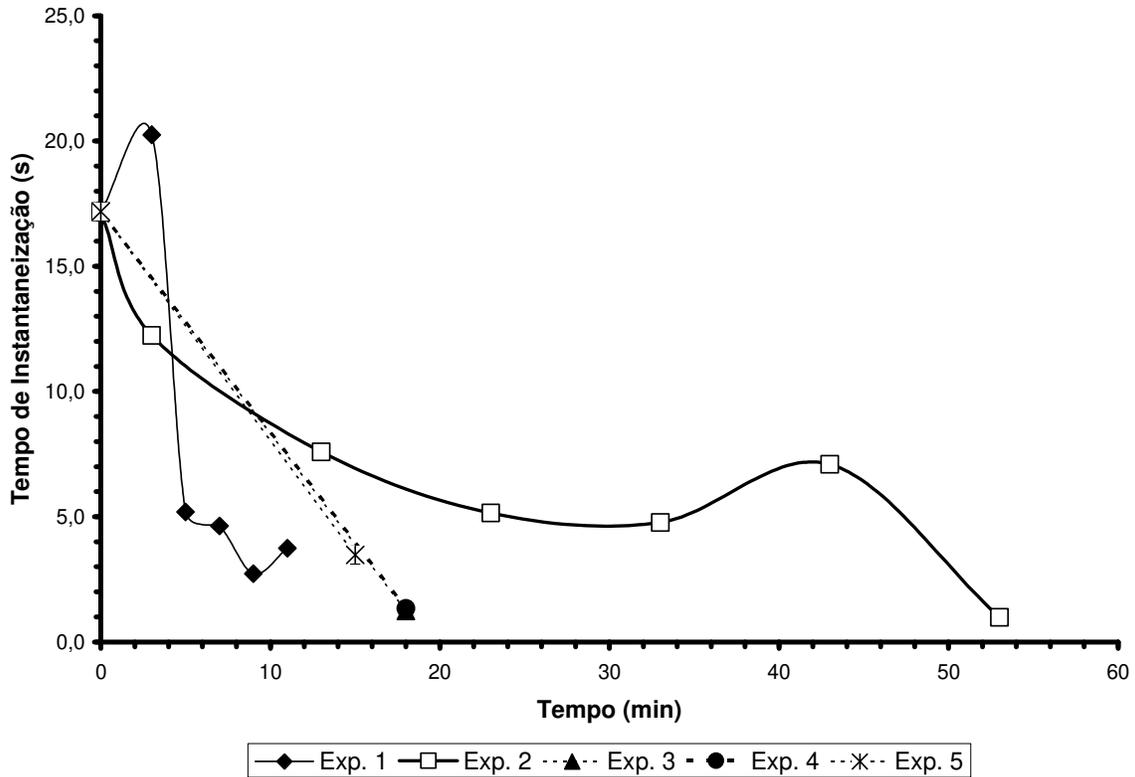


Figura 3.41: Evolução do tempo de instantaneização com o tempo.

Todos os experimentos apresentaram uma tendência de redução do tempo de instantaneização com o tempo. As reduções foram entre 80% e 90%. O Experimento 5 apresentou boa repetibilidade, com CV de 10%.

### **3.4. Conclusões**

Foi possível observar diferentes características de comportamento do sistema e diferentes características das partículas aglomeradas.

Apenas um experimento (Experimento 2) foi encerrado por baixo rendimento do processo, sendo os demais encerrados por colapso do leito. As análises de teor de umidade do material incrustado indicam que este fator parece ter uma grande influência no colapso do leito ao favorecer a formação de torrões, que, ao se soltar das paredes do equipamento, impedem a fluidização do sistema. Foi observado que os experimentos que foram interrompidos por colapso do leito estavam com um teor de umidade do material incrustado superior à 12%, podendo ser este um limite para uma boa granulação.

O maior crescimento das partículas ocorreu no Experimento 2, com um aumento de 88% no diâmetro médio das partículas. O menor crescimento ocorreu no Experimento 4, de apenas 9%.

Houve um aumento do percentual de material incrustado com o aumento da velocidade do ar de fluidização. A taxa de incrustação aumentou com o aumento do material incrustado, indicando que as partículas já incrustadas favorecem a incrustação das demais.

O aumento da temperatura do ar de fluidização resultou em uma redução da elutrição, assim como em uma menor taxa de crescimento das partículas.

Foram estudados os fatores de forma arredondamento, alongamento, compacidade e dimensão fractal. Apenas o arredondamento médio se mostrou capaz de detectar adequadamente as mudanças de forma ocorridas nas partículas aglomeradas.

Todos os experimentos proporcionaram uma redução na Razão de Hausner, indicando uma melhora na escoabilidade das partículas, e no tempo de instantaneização, sendo que a redução do tempo de instantaneização se situou na faixa entre 80% e 90%, para todos os experimentos.

### **3.5. Referências Bibliográficas**

- A.O.A.C. **Official Methods of Analysis of AOAC International**. Gaithersburg, Maryland. Association of Official Analytical Chemists, 1995.
- CHITESTER, D. C., KORNOSKY, R. M., Characteristics of fluidization at high pressure, **Chemical Engineering Science**, v.39, p.253-261, 1984.
- DACANAL, G. C. Aglomeração de polpa de acerola e proteína isolada de soja em pó em leito fluidizado cônico e pulsado, **Tese de Doutorado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, SP, 2009.
- DACANAL, G. C. Estudo da granulação de suco de acerola desidratado em leito fluidizado, **Dissertação de Mestrado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, SP, 2005.
- HOGEKAMP S., SCHUBERT H., Rehydration of food powders, **Food Science and Technology International**, v.9, n.3, p.223-235, 2003.
- HOUNSLOW, M. J.; RYALL, R. L.; MARSHALL, V. R. A Discretized Population Balance for Nucleation, Growth, and Aggregation, **AIChE Journal**, v.34, n.11, p.1821-1832, 1988.
- JESUS, M. F.; SILVA, G. F. Programa para estimativa das propriedades psicrométricas. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v.4, n.1, p.63-70, 2002.
- KUNII D., LEVENSPIEL O. **Fluidization Engineering**. 2.ed. Butterworth-Heinemann, 491p., 1991.
- NODA, K., UCHIDA, S., MAKINO, T., KAMO, H. Minimum Fluidization Velocity of Binary Mixture of Particles with Large Size Ratio. **Powder Technology**, v.46, p.149-154, 1986.
- SOUZA, D. O. C. Granulação de alimentos: caracterização morfológica das partículas e modelagem matemática do processo, **Dissertação de**

**Mestrado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, SP, 2007.

SOUZA, D.O.C., MENEGALLI, F.C. Image analysis: statistical study of particle size distribution and shape characterization. **Powder Technology**, v.214, p.57 - 63, 2011.

TINKE, A.P., GOVOREANU, R., WEUTS, I., VANHOUTTE, K., DE SMAELE, D., A review of underlying Fundamentals in wet dispersion size analysis of powders, **Powder Technology** 196 (2009) 102-114.

WEN, C.Y., YU, Y.H., A generalized method for predicting the minimum fluidization velocity, **AIChE Journal**, v.12, n.3, p.610-612, 1966.

WILHELM, L. R., Numerical calculation of psychrometrical properties in SI units, **Trans. of the ASAE**, v.19, p.318-325, 1976.

## Anexos

### A. Comparação entre a Velocidade Mínima de Fluidização Experimental e Obtida por Modelos

Existem diversas correlações experimentais na literatura para estimar a velocidade mínima de fluidização a partir das características das partículas no equipamento e das condições operacionais. Como forma de validar alguns desses modelos, foram comparados, com os dados experimentais, três modelos presentes na literatura (Equações 3A.1 a 3A.3), propostos por Chitester et al. (1984), por Wen e Yu (1966) citado por Kunii e Levenspiel (1991), e por Noda et al. (1986), respectivamente:

$$V_{mf} = \frac{\mu}{\rho_g \cdot deq} \cdot \left( 28,7^2 + 0,0494 \cdot \frac{deq^3_{médio} \cdot \rho_g \cdot (\rho_s - \rho_g) \cdot 9,81}{\mu^2} \right)^{0,5} - 28,7 \quad (3A.1)$$

$$V_{mf} = \frac{\mu}{\rho_g \cdot deq} \cdot \left( 33,7^2 + 0,0408 \cdot \frac{deq^3_{médio} \cdot \rho_g \cdot (\rho_s - \rho_g) \cdot 9,81}{\mu^2} \right)^{0,5} - 33,7 \quad (3A.2)$$

$$V_{mf} = \frac{\mu}{\rho_g \cdot deq} \cdot \left( 0,114^2 + 0,0605 \cdot \frac{deq^3_{médio} \cdot \rho_g \cdot (\rho_s - \rho_g) \cdot 9,81}{\mu^2} \right)^{0,5} - 0,114 \quad (3A.3)$$

Kunii e Levenspiel (1991) recomendam a utilização da Equação 3A.1 para sistemas com partículas grossas e da Equação 3A.2 para sistemas com partículas finas. A Equação 3A.3 foi proposta por Noda et al. (1986) para sistemas com misturas de partículas finas e grossas. A Tabela 3A.1 apresenta os valores obtidos pelas correlações, o valor experimental e os respectivos desvios-relativos.

**Tabela 3A.1:** Velocidade mínima de fluidização, valores experimentais e calculados pelas correlações.

<b>Correlação</b>	<b>Valor Experimental (m/s)</b>	<b>Valor Calculado pela Correlação (m/s)</b>	<b>Desvio-relativo (%)</b>
Chitester et al. (1984) – Equação 3A.1	0,28	0,01	96%
Wen e Yu (1966) - Equação 3A.2	0,28	0,01	96%
Noda et al. (1986) - Equação 3A.3	0,28	0,25	12%

Por apresentar o menor desvio-relativo, o modelo proposto por Noda et al. (1986) foi utilizado neste trabalho.

## **B. Gráficos dos Fatores de Forma**

As Figuras abaixo apresentam os valores médios, desvio-padrão e CV, para os fatores de forma alongamento e compacidade, para os Experimentos 3 a 5. Os valores foram calculados pelo programa IMAGEJ.

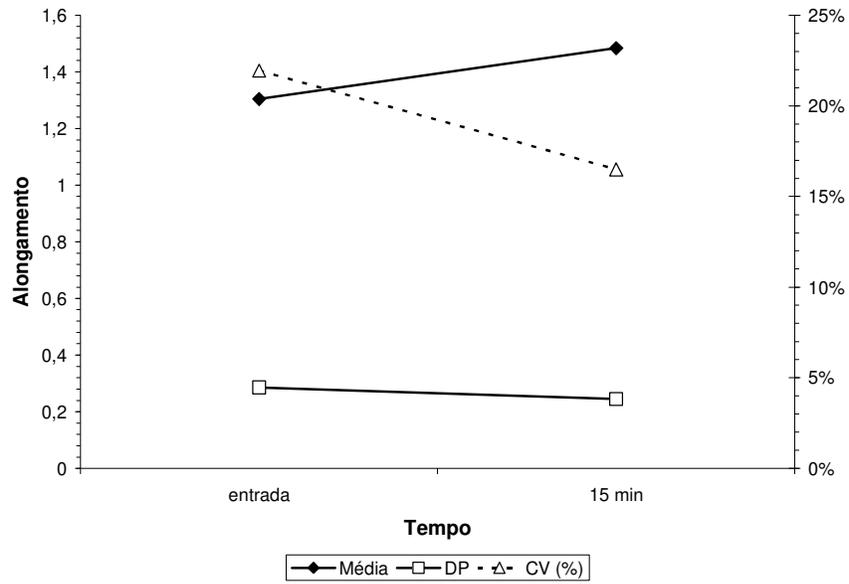


Figura 3A.1: Alongamento médio - Experimento 3.

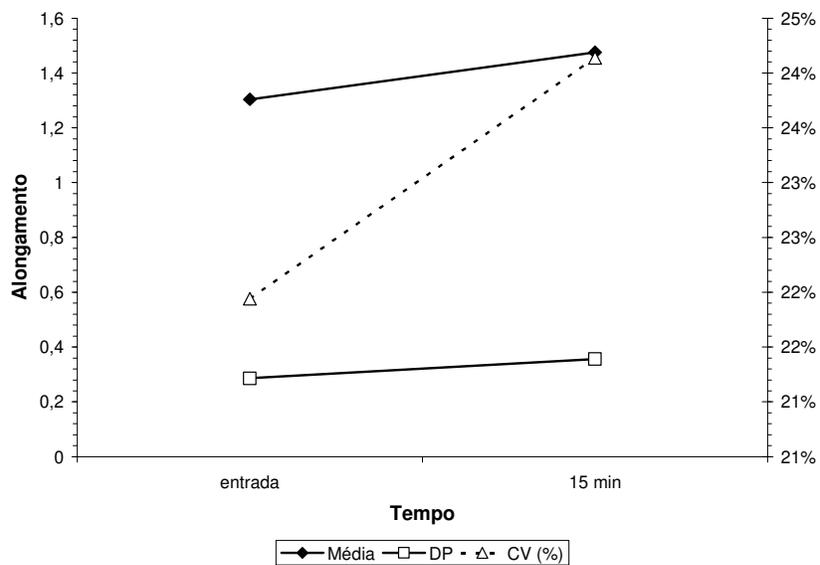
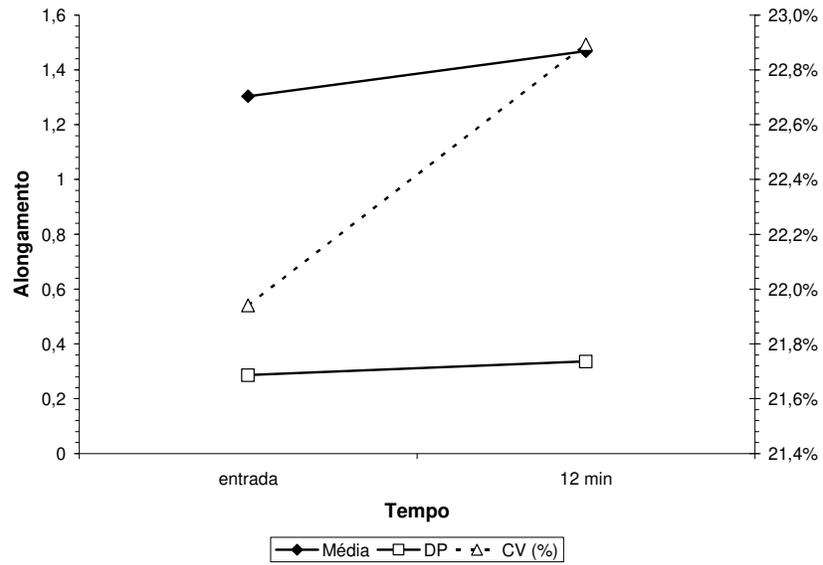
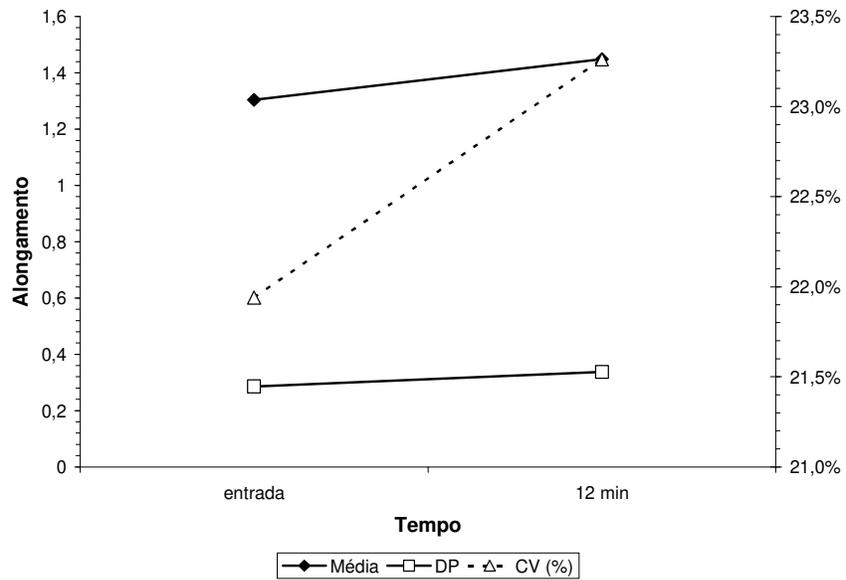


Figura 3A.2: Alongamento médio - Experimento 4.



(a)



(b)

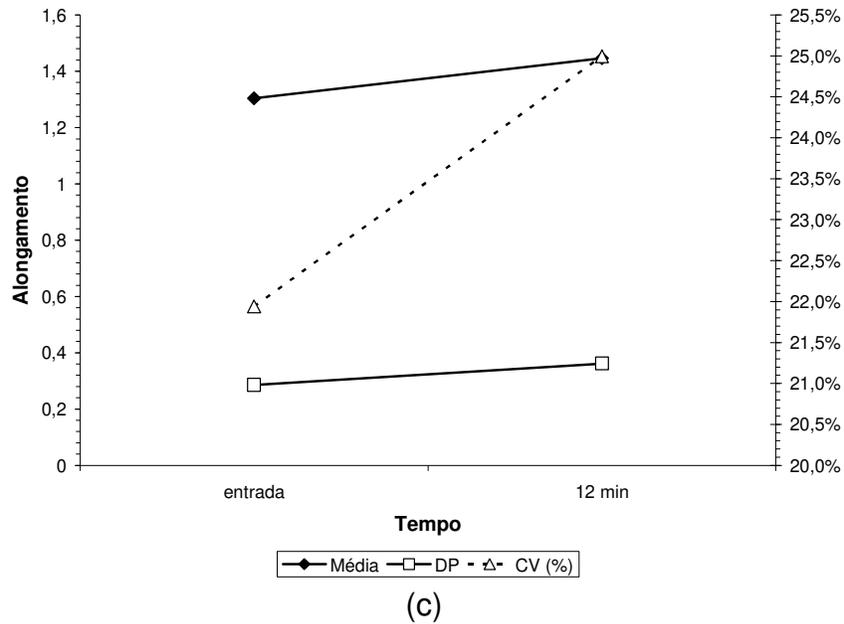


Figura 3A.3: Alongamento médio – Experimento 5, (a) repetição 1, (b) repetição 2 e (c) repetição 3.

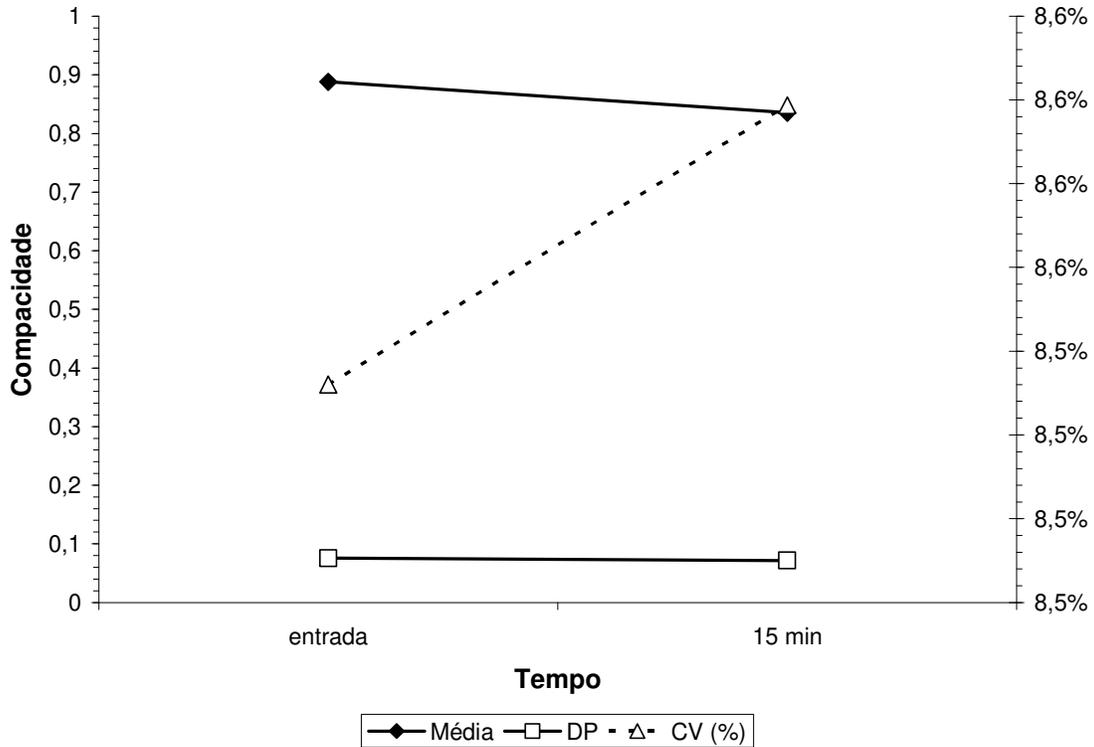


Figura 3A.4: Compacidade média - Experimento 3.

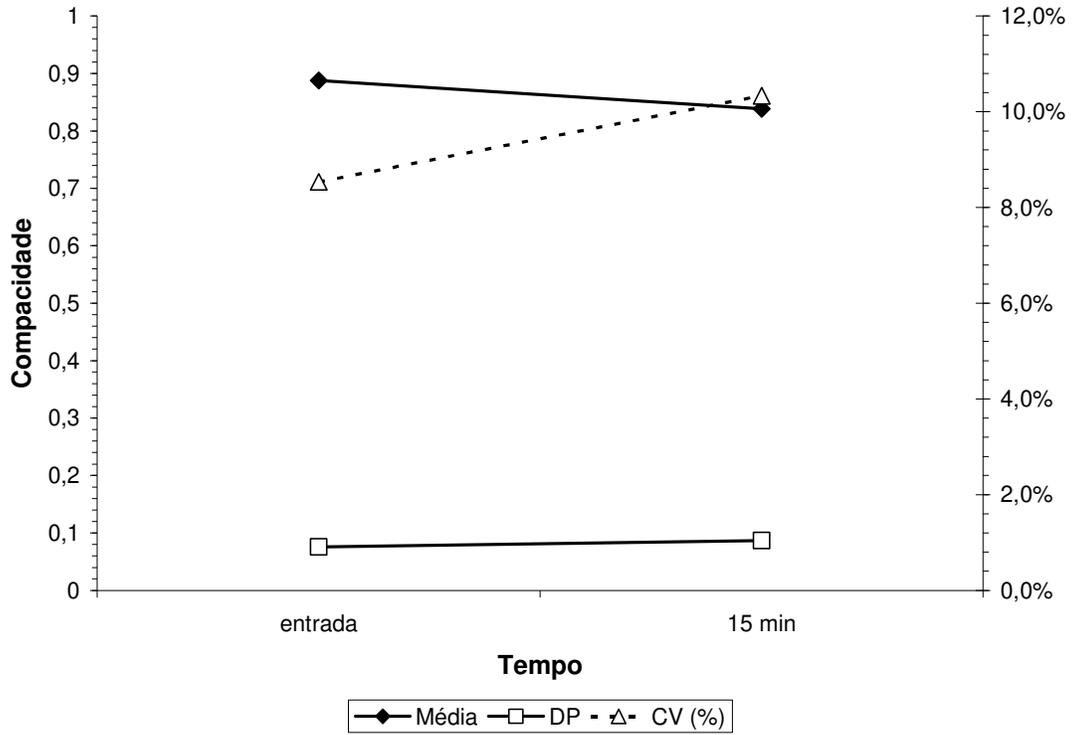
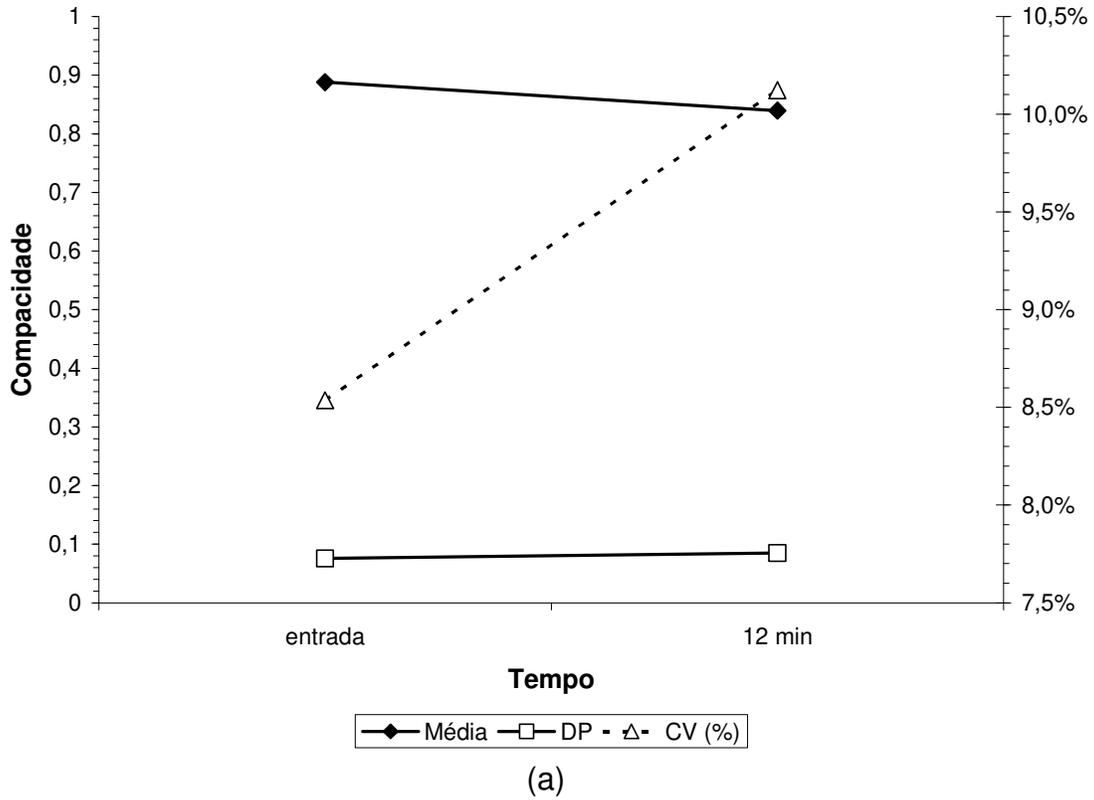
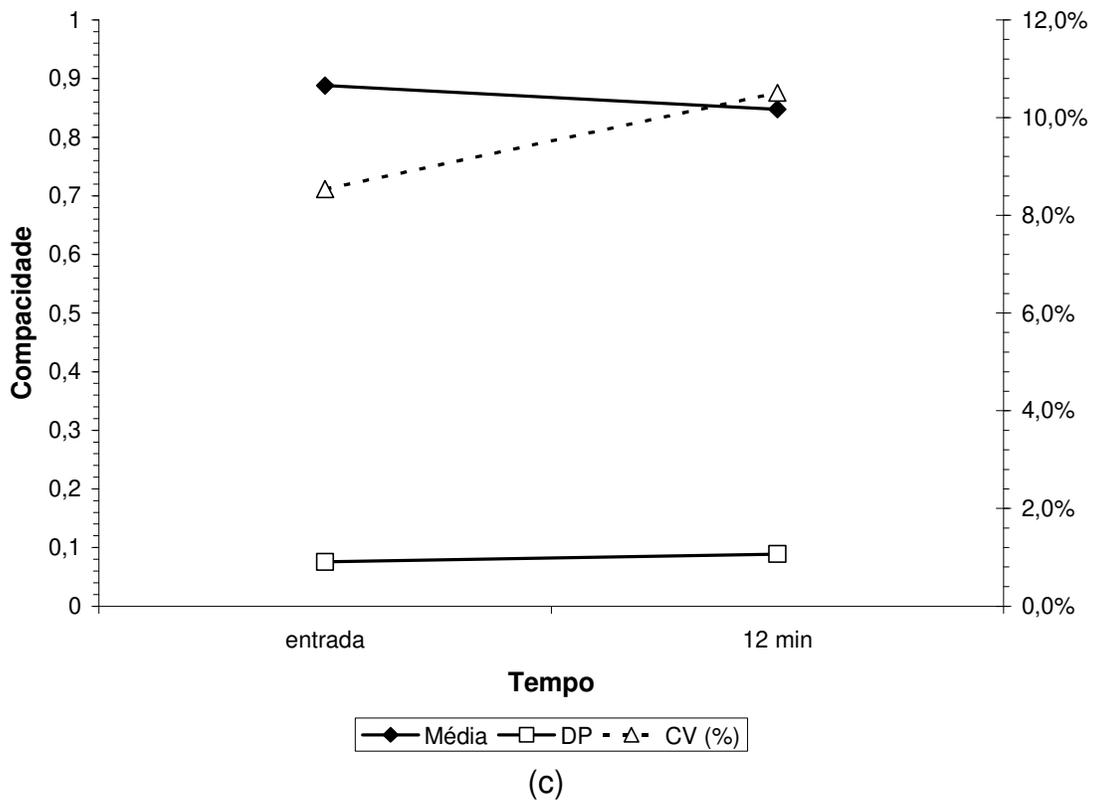
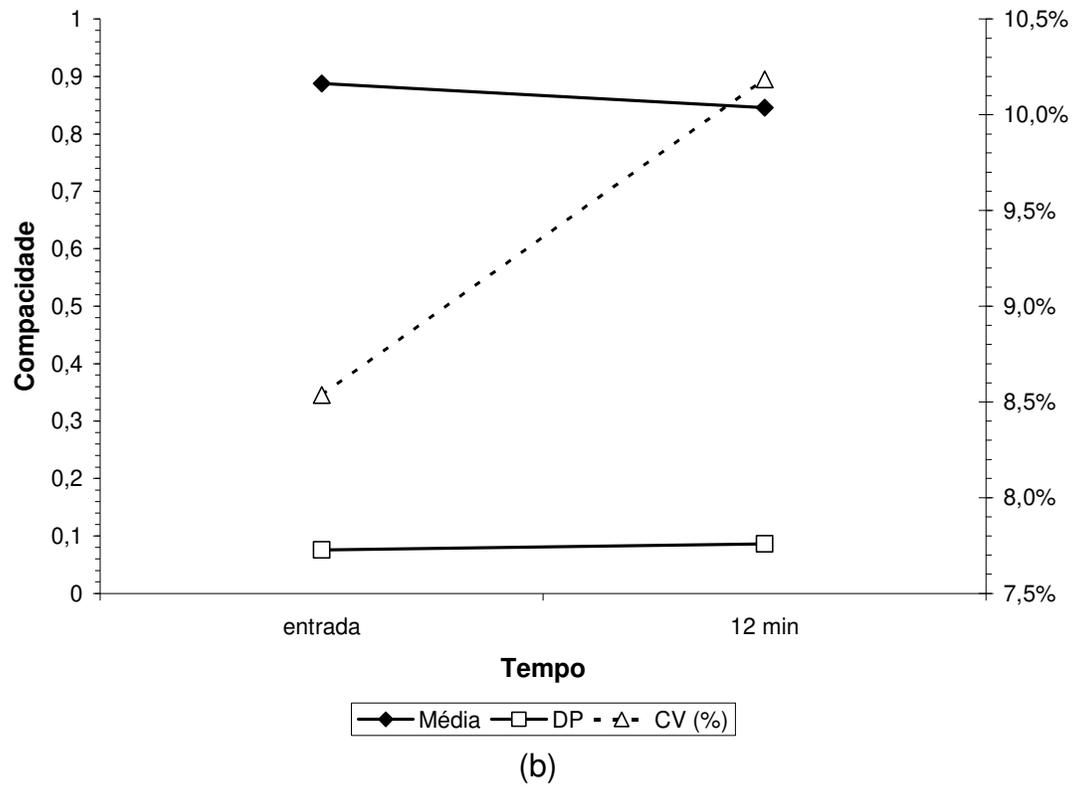


Figura 3A.5: Compacidade média - Experimento 4.





**Figura 3A.6:** Compacidade média – Experimento 5, (a) repetição 1, (b) repetição 2 e (c) repetição 3.

## **CAPÍTULO 4: Elutriação e Incrustação Durante a Granulação**

### **4.1. Introdução**

Durante a granulação de partículas em leito fluidizado, ocorrem dois fenômenos que proporcionam a diminuição do rendimento do processo: a elutriação e a incrustação.

Por elutriação entende-se o processo pelo qual as partículas presentes no leito são arrastadas para fora deste pelo ar de fluidização. É um processo que remove principalmente as partículas menores da distribuição, devido à menor velocidade terminal.

A incrustação é o processo pelo qual as partículas no leito aderem à superfície do equipamento. Apesar de ter grande impacto na redução do rendimento do processo, poucos autores trabalharam na tentativa de identificar os mecanismos de incrustação das partículas durante a aglomeração.

O modelo de balanço populacional (MBP) apresenta termos de aparecimento e desaparecimento de partículas apenas por coalescência ou quebra das partículas, não contemplando o desaparecimento destas por elutriação ou incrustação. Se o processo já estiver próximo da condição ótima de rendimento (baixos valores de elutriação e incrustação) o impacto no MBP não é significativo. Entretanto, caso se deseje utilizar o MBP para otimizar o processo, sem ter a certeza de que as condições experimentais estão próximas do ótimo de rendimento, torna-se necessário a incorporação de termos de desaparecimento de partículas por elutriação e incrustação.

O objetivo deste capítulo é verificar a aplicabilidade dos modelos de elutriação presentes na literatura, além de propor um modelo para o processo de incrustação durante processo de granulação de suco de goiaba em pó, em leito fluidizado.

## 4.2. Materiais e Métodos

### 4.2.1. Matéria-Prima e Parâmetros Operacionais

Suco de goiaba em pó foi utilizado como matéria-prima durante todos os experimentos. Trata-se de um produto rico em carboidratos.

Os experimentos foram executados conforme descrito no Capítulo 3 – *Granulação de Suco de Goiaba em Pó em Leito Fluidizado* (Seção 3.2.1. *Matéria-Prima* e Seção 3.2.3. *Parâmetros Operacionais*). Foram trabalhadas cinco condições operacionais, sendo duas cinéticas de granulação. Os parâmetros experimentais estão dispostos na Tabela 4.1. Os parâmetros dos experimentos foram determinados com base em testes preliminares que visaram averiguar por quanto tempo, dadas às condições experimentais, poderia ocorrer a granulação. Tal ponto foi determinado ou por rendimento do processo inferior a 40% em massa, ou por defluidização do sistema. Em cada tempo de medição, de cada experimento, toda a massa de pó foi retirada para posterior análise. O experimento 5 foi realizado com três repetições como forma de averiguar a repetibilidade do sistema.

**Tabela 4.1:** Parâmetros operacionais do granulador.

<b>Parâmetro</b>	<b>Exp. 1</b>	<b>Exp. 2</b>	<b>Exp. 3</b>	<b>Exp. 4</b>	<b>Exp. 5</b>
<b>Parâmetros Fixos</b>					
Altura do Bico de Aspersão (cm)	60	60	60	60	60
Massa de Amostra (kg)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Pressão de atomização (bar)	1	1	1	1	1
<b>Parâmetros Variáveis</b>					
Temperatura do ar (°C)	50	60	50	70	60
Vazão de água no bico aspersor (mL/ min)	1	0,3	1	1	2
Velocidade do ar de fluidização (m/s)	0,62	0,50	0,39	0,39	0,50
Tempo de Processo (min)	8	50	15	15	12
Intervalo de Medição (min)	2	10	15	15	12
Total de Pontos Experimentais	6	7	2	2	2
Repetições	1	1	1	1	3

A Tabela 4.2 apresenta as características da fluidização e das partículas presentes no equipamento.

**Tabela 4.2:** Caracterização das partículas e da fluidização

Parâmetro	Exp. 1	Exp. 2	Exp. 3	Exp. 4	Exp. 5
Densidade de sólido (kg/m <sup>3</sup> )	1200	1200	1200	1200	1200
Densidade do ar de fluidização (kg/m <sup>3</sup> )	1,09	1,06	1,09	1,03	1,06
Viscosidade do ar de fluidização (Pa·s)	1,96E-05	2,00E-05	1,96E-05	2,05E-05	2,01E-05
Classificação de Geldart <sup>1</sup>	A	A/B <sup>2</sup>	A	A	A
Regime de Fluidização <sup>3</sup>	L. Borbulhante	L. Borbulhante	L. Borbulhante	L. Borbulhante	L. Borbulhante

<sup>1</sup> Classificadas conforme metodologia apresentada por Kunii e Levenspiel (1991), memória de cálculo apresentada no Anexo A;

<sup>2</sup> As medidas com 40 minutos e 50 minutos de aspersão de líquido ligante obtiveram a classificação B.

<sup>3</sup> Classificadas conforme metodologia apresentada por Kunii e Levenspiel (1991); a memória de cálculo é apresentada no Anexo A;

#### 4.2.2. Massa Incrustada e Elutriada

Os dados experimentais de massa incrustada e elutriada utilizados foram apresentados no Capítulo 3 – *Granulação de Suco de Goiaba em Pó em Leito Fluidizado* (Seção 3.2.4.3. *Percentual de massa no leito, elutriado e incrustado*, Seção 3.3.1.5. *Massa Incrustada Percentual* e Seção 3.3.1.6. *Massa Elutriada Percentual*).

Estes dados experimentais estão dispostos na Tabela 4.3 e 4.5:

**Tabela 4.3:** Massa Incrustada e Elutriada para o Experimentos 1.

<b>Experimento 1</b>			
<b>Tempo (min)</b>	<b><math>mi_t</math> (g)</b>	<b>Umidade Incrustação (b.s)</b>	<b><math>me_t</math> (g de produto seco)</b>
3	4,35	4,32%	9,73
5	9,39	7,05%	26,99
7	3,78	5,08%	22,99
9	28,88	8,56%	23,52
11	34,97	13,46%	25,50

Onde:  $me_t$  é a massa elutriada no tempo t  
 $mic_t$  é a massa incrustada no tempo t.

**Tabela 4.4:** Massa Incrustada e Elutriada para o Experimento 2.

<b>Experimento 2</b>			
<b>Tempo (min)</b>	<b><math>mi_t</math> (g)</b>	<b>Umidade Incrustação (b.s)</b>	<b><math>me_t</math> (g de produto seco)</b>
3	5,95	4,57%	6,71
13	11,59	7,10%	35,69
23	3,51	4,30%	31,78
33	7,78	3,28%	35,22
43	63,37	13,98%	25,54
53	127,11	11,16%	29,64

Onde:  $me_t$  é a massa elutriada no tempo t  
 $mic_t$  é a massa incrustada no tempo t.

**Tabela 4.5:** Massa Incrustada e Elutriada para os Experimentos 3 a 5.

<b>Experimento</b>	<b>Tempo (min)</b>	<b><math>mic_t</math> (g)</b>	<b>Umidade Incrustação (b.s)</b>	<b><math>me_t</math> (g de produto seco)</b>
3	18	28,79	12,52%	31,61
4	18	53,16	14,25%	12,14
5	15	68,75	13,93%	21,48

Onde:  $me_t$  é a massa elutriada no tempo t  
 $mic_t$  é a massa incrustada no tempo t.

Ressalta-se que nas Tabelas 4.3 a 4.5, na coluna tempo, foi somado o tempo de 3 minutos iniciais, período no qual há massa de partículas no equipamento, mas ainda não há adição de ligante.

### **4.2.3. Modelagem Matemática**

#### **4.2.3.1. Estimativa dos Parâmetros**

Para a estimativa dos diversos parâmetros presentes neste trabalho optou-se pela metodologia de Pesquisa Sequencial (BAJPAI et al., 1980), própria para resolução de problemas não-lineares.

A metodologia de Pesquisa Seqüencial funciona da seguinte maneira:

1. Definição de uma função objetivo (função que se queira maximizar ou minimizar), por exemplo, minimizar o desvio-relativo;
2. Fixação de todos os parâmetros do modelo e calcular o valor da função;
3. Alteração dos valores de uma variável até atingir o valor da função objetivo. Por exemplo, até minimizar o desvio-relativo.
4. Atingindo o valor da função objetivo, fixa-se o valor daquela variável;
5. Troca-se a variável de pesquisa e repetem-se os passos 3, 4 e 5, incluindo o retorno à primeira variável, caso necessário, até que quaisquer alterações em quaisquer variáveis alterem negativamente o resultado da função objetivo, por exemplo, aumentem o valor do desvio-relativo.

O processo precisa ser repetido, a partir do passo 2, por pelo menos 2 pontos iniciais diferentes.

Para estimativa dos parâmetros, foram utilizados todos os dados dos Experimentos 1 a 5.

### 4.2.3.2. Cálculo da massa de partículas

Como a análise de tamanho de partículas foi feita por imagens digitais, seguindo a metodologia proposta por Souza e Menegalli (2011), descrita no Capítulo 3 – *Granulação de Suco de Goiaba em Pó em Leito Fluidizado* (Seção 3.2.5.3. *Distribuição de Tamanho das Partículas e Número de Partículas por Grama*), surgiu o problema de se correlacionar uma distribuição em base numérica com os dados de elutriação e de incrustação em base mássica. A transformação para base mássica é normalmente feita considerando-se as partículas esféricas, empregando as Equações 4.1 e 4.2:

$$m_i = N_i \cdot \frac{4}{3} \cdot \pi \left( \frac{deq_i}{2} \right)^3 \cdot \rho_s \quad (4.1)$$

$$m_{total} = \sum m_i \quad (4.2)$$

onde  $m_i$  é a massa das partículas de tamanho  $i$  presente na amostra,  $N_i$  é o número de partículas de tamanho  $i$  presente na amostra,  $deq_i$  é o diâmetro equivalente da partícula de tamanho  $i$ ,  $\rho_s$  é a densidade da partícula, em  $\text{kg}/\text{m}^3$  e  $m_{total}$  é a massa total de partículas na amostra, em  $\text{kg}$ .

Ressalta-se, entretanto, que pelo fato de as partículas não serem esféricas, há uma distorção nos valores obtidos pelas Equações 4.1 e 4.2. Por isso foi feita uma comparação entre os resultados obtidos por essa metodologia e os resultados obtidos corrigindo o diâmetro equivalente pelo fator de forma arredondamento (Equação 4.3):

$$m_i = N_i \cdot \frac{4}{3} \cdot \pi \left( \frac{deq_i}{2} \right)^3 \cdot \rho_s \cdot \bar{A}_{ri}^z \quad (4.3)$$

onde  $\bar{A}_{ri}$  é a média do fator de forma arredondamento ao longo de toda a granulação, para o intervalo de tamanho de partícula  $i$  e  $z$  é uma constante. A estimativa da constante  $z$  foi feita utilizando a metodologia de pesquisa

seqüencial, descrita na Seção 4.2.3.1. Os valores de arredondamento utilizados podem ser consultados no Anexo B.

#### 4.2.3.3. Cálculo da Velocidade Terminal e Velocidade de Bolha

Uma partícula do leito é elutriada quando a sua velocidade supera a velocidade terminal. Quando a fluidização é particulada, as partículas são elutriadas quando a velocidade do ar de fluidização no leito supera a velocidade terminal. No entanto, para leitos borbulhantes, o arraste do material está mais relacionado com a velocidade com que as bolhas atravessam o sistema. Como todos os experimentos foram caracterizados como leito borbulhante (Tabela 4.2) e como as bolhas dentro do equipamento podem arrastar partículas para fora deste (MILIOLI e FOSTER, 1995a), foi calculada a velocidade de bolha e esta foi utilizada nos cálculos ao invés da velocidade do ar de fluidização. Cálculos preliminares demonstraram que a quantidade elutriada experimental era superior à calculada utilizando a velocidade de ar de fluidização no leito.

Para o cálculo da velocidade terminal ( $V_{ti}$ ) foram utilizadas as Equações 4.4 a 4.6 (KUNII e LEVENSPIEL, 1991):

$$V_{ti} = U_{ti}^* \cdot \left[ \frac{\mu \cdot (\rho_s - \rho_g) \cdot g}{\rho_g^2} \right]^{\frac{1}{3}} \quad (4.4)$$

onde,

$$U_{ti}^* = \left( \frac{18}{d_{pi}^{*2}} + \frac{2,335 - 1,744 \cdot \bar{A}_{ri}}{d_{pi}^{*0,5}} \right)^{-1} \quad (4.5)$$

$$d_p^* = \left[ \frac{deq_i^3 \cdot \rho_g \cdot (\rho_s - \rho_g) \cdot g}{\mu^2} \right]^{\frac{1}{3}} \quad (4.6)$$

## Capítulo 4: Elutriação e Incrustação

---

onde  $V_{ti}$  é a velocidade terminal da partícula de tamanho  $i$ , em m/s;  $U_{ti}^*$  é a velocidade do ar adimensional para partículas de tamanho  $i$ ;  $\mu$  é a viscosidade do ar de fluidização, em Pa·s;  $\rho_s$  é a densidade da partícula, em kg/m<sup>3</sup>;  $\rho_g$  é a densidade do ar de fluidização, em kg/m<sup>3</sup>;  $d_{pi}^*$  é o tamanho de partícula adimensional. Na Equação original existe o termo Esfericidade que aqui foi substituído pelo termo  $\bar{A}_{ri}$ . A Equação 4.4 é válida para valores de Reynolds da partícula ( $Re_p$ , Equação 4.7) menores do que 25.000 e a Equação 4.5 é válida para valores de  $\bar{A}_{ri}$  maiores do que 0,5 e menores do que 1.

$$Re_p = \frac{\rho_s \cdot V_0 \cdot deq_{m\u00e9dio}}{\mu} \quad (4.7)$$

Onde  $deq_{m\u00e9dio}$  é o di\u00e2metro equivalente m\u00e9dio das part\u00edculas, em m.

Para o c\u00e1lculo da velocidade de bolha foram utilizadas as Equa\u00e7\u00f5es 4.8 a 4.12 (DAVIDSON et al., 1985), v\u00e1lidas para part\u00edculas dos grupos A e B de Geldart:

$$V_b = V_0 - V_{mf} + V_{br} \quad (4.8)$$

sendo,

$$V_{br} = 0,711 \cdot (g \cdot d_b)^{1/2} \quad (4.9)$$

$$d_b = d_{bm} - (d_{bm} - d_{b0}) \cdot e^{-\frac{0,3 \cdot x}{d_c}} \quad (4.10)$$

$$d_{b0} = 0,376 \cdot (V_0 - V_{mf})^2 \quad (4.11)$$

$$d_{bm} = 1,49 \cdot [d_c^2 \cdot (V_0 - V_{mf})]^{0,4} \quad (4.12)$$

onde  $V_b$  \u00e9 a velocidade de uma bolha subindo atrav\u00e9s do leito, em m/s;  $d_b$  \u00e9 o di\u00e2metro da bolha, em m;  $d_c$  \u00e9 o di\u00e2metro do equipamento, em m;  $V_{br}$  \u00e9 a velocidade de uma bolha subindo atrav\u00e9s do leito, com respeito \u00e0 fase emuls\u00e3o, em m/s;  $d_{bm}$  \u00e9 o di\u00e2metro m\u00e1ximo de uma bolha, em m;  $d_{b0}$  \u00e9 o di\u00e2metro de uma bolha logo acima do distribuidor, em m; e  $x$  \u00e9 a dist\u00e2ncia acima do distribuidor, em m. Foi utilizada a dist\u00e2ncia de 15 cm como valor de  $x$ , que \u00e9 a dist\u00e2ncia do

distribuidor de ar até o início da base cônica. Para o cálculo da Equação 4.10, o valor do diâmetro do equipamento,  $d_c$ , utilizado, foi igual ao da base do leito (0,075 m), porém, para o cálculo de  $d_{bm}$ , foi utilizado o diâmetro da coluna do equipamento (15 cm).

#### 4.2.3.4. Modelagem do Processo de Elutriação de Partículas

Para a modelagem do processo de elutriação de partículas, foram utilizadas as Equações 4.13 a 4.16:

$$N_{iet} = f \cdot N_{i0} \cdot (1 - e^{-k_i \cdot t}) \quad (4.13)$$

sendo,

$$f = \left( \frac{d_{base}}{d_c} \right)^B \quad (4.14)$$

$$B = \frac{V_0}{V_{mf}} \quad (4.15)$$

$$k_i = k_i^* \cdot n_{i0} \cdot \frac{A_{tl}}{N_{t0}} \quad (4.16)$$

Onde  $N_{iet}$  é o número de partículas de tamanho  $i$  elutriadas no tempo  $t$ ;  $N_{i0}$  é o número de partículas de tamanho  $i$  presentes no leito no tempo 0;  $n_{i0}$  é o número de partículas de tamanho  $i$ , por massa de partículas, presentes no leito no tempo 0, em 1/kg;  $f$  é um fator de ajuste à geometria do equipamento;  $d_{base}$  é o diâmetro da base do leito, em m;  $d_c$  é o diâmetro da coluna de acrílico do leito, em m;  $m_t$  é a massa total no leito, em kg;  $N_{t0}$  é o número total de partículas no tempo 0;  $A_{tl}$  é a área transversal do leito, em  $m^2$ . Para o cálculo da  $A_{tl}$  foi utilizado o diâmetro da coluna (0,015 m).

A Equação 4.13 é uma modificação da Equação 2.7 (Seção 2.3. *Elutriação em Leitos Fluidizados*), sendo proposta por este trabalho para adequar as características do equipamento e trabalhar em base numérica, em vez de base

mássica. O parâmetro  $f$  (Equação 4.14) é um ajuste à geometria do equipamento. Como o equipamento possui uma base cônica, há uma redução na quantidade de material elutriado. A proposta deste parâmetro é que esta redução será tanto maior quanto maior for a diferença entre os diâmetros da base do equipamento e quanto maior for a razão entre a velocidade de fluidização e a velocidade mínima de fluidização (Equação 4.15). A Equação 4.16, também proposta por este trabalho, transforma a constante de elutriação de base mássica para a base numérica.

Para o cálculo da constante de elutriação, foram utilizadas as correlações existentes na literatura, apresentadas na Tabela 2.2. Foram comparados os desvios-relativos entre a massa elutriada calculada pela Equação 4.13 e a massa elutriada experimental, para cada correlação.

**Tabela 2.2:** Correlações para a constante de elutriação (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

Referência	$\Delta d_i$ ( $\mu\text{m}$ )	Grupo de Geldart	$V_0$ (m/s)	Correlação
Wen e Hashinger (1960)	41-280	A/ B	0,22-1,32	$\frac{k_i^*}{\rho_g \cdot (V_{ar} - V_{ti})} = 1,52 \cdot 10^{-5} \cdot \left[ \frac{(V_{ar} - V_{ti})^2}{\rho_g \cdot d_i} \right]^{0,5} \cdot \text{Re}_t^{0,725} \cdot \left( \frac{\rho_s - \rho_g}{\rho_g} \right)^{1,15}$
Colakyan e Levenspiel (1984)	36 - 1000	A/ B	0,90-3,66	$k_i^* = 0,11 \cdot \rho_g \cdot \left( 1 - \frac{V_{ti}}{V_{ar}} \right)^2$
Merrick e Highley (1974)	8-1000	A	0,61-2,44	$\frac{k_i^*}{\rho_g \cdot V_{ar}} = 0,0001 + 130 \cdot \exp \left[ -10,4 \cdot \left( \frac{V_{ti}}{V_{ar}} \right)^{0,5} \cdot \left( \frac{V_{mf}}{V_{ar} - V_{mf}} \right)^{0,25} \right]$
Kato et al. (1986)	37-282	A	0,2-1,1	$\frac{k_i^*}{\rho_g \cdot (V_{ar} - V_{ti})} = 2,07 \cdot 10^{-4} \cdot \left[ \frac{(V_{ar} - V_{ti})^2}{\rho_g \cdot d_i} \right]^{\text{Re}_t^{-0,6}} \cdot \text{Re}_t^{1,6} \cdot \left( \frac{\rho_s - \rho_g}{\rho_g} \right)^{0,61}$

#### 4.2.3.5. Modelagem do Processo de Incrustação de Partículas

Não existe na literatura um modelo para estimar a taxa de incrustação durante a granulação de partículas em leito fluidizado, de forma que o modelo aqui apresentado é uma proposta deste trabalho.

Para modelagem do processo de incrustação de partículas foi proposto o modelo abaixo (Equação 4.15):

$$\frac{dN_{inc,i}}{dt_{asp}} = Inc_i \cdot N_{inc,i} \quad (4.15)$$

onde  $N_{inc,i}$  é o número de partículas incrustadas de tamanho  $i$ ;  $t_{asp}$  é o tempo de aspersão de líquido ligante, em s; e  $Inc_i$  é a taxa de incrustação das partículas de tamanho  $i$ , em 1/s.

Por este modelo tem-se que a incrustação é proporcional ao número de partículas incrustadas. Como as partículas aderidas à parede continuam recebendo ligante, estas partículas úmidas proporcionam um ricochete menor do que o proporcionado pela parede rígidas do equipamento. Além disso, por se tratar de um material rico em carboidratos, a adição de ligante facilita a aderência de outras partículas devido à pegajosidade do material.

Separando as variáveis e integrando a Equação 4.15:

$$N_{inc,i} = c_1 \cdot e^{Inc_i \cdot t} \quad (4.16)$$

onde  $c_1$  é uma constante.

Durante a operação do equipamento, logo após as partículas serem introduzidas, estas permanecem cerca de 3 minutos sem receber líquido ligante enquanto as condições de operação do equipamento eram ajustadas (Seção 3.2.2. *Descrição do Equipamento*). Portanto, no tempo 0 de aspersão de ligante, logo após este período de ajuste do equipamento, as únicas partículas incrustadas serão aquelas que o fizeram por efeito eletrostático. Seja  $E$  a fração de partículas incrustadas por efeito eletrostático neste período de ajuste, em %, temos que:

$$t = 0 \rightarrow N_{inc,i} = E \cdot N_{i0} \quad (4.17)$$

Substituindo na Equação 4.16:

$$c_1 = E \cdot N_{i0} \quad (4.18)$$

Substituindo o valor da constante  $c_1$  na Equação 4.16:

$$N_{inc,i} = E \cdot N_{i0} \cdot e^{Inc_i \cdot t} \quad (4.19)$$

que é o modelo de incrustação proposto por este trabalho.

A massa total incrustada foi calculada pela Equação 4.20:

$$m_{inc} = \sum m_{inc,i} \quad (4.20)$$

onde  $m_{inc}$  é a massa total incrustada, em kg, e  $m_{inc,i}$  é a massa incrustada de partículas de tamanho  $i$ , em kg, calculada a partir das Equações 4.19 e 4.3.

O valor de  $Inc_i$  é dado pela Equação 4.21:

$$Inc_i = Inc_0 \cdot \left( \frac{v_i}{v_{leito}} \right)^{c_2} \quad (4.21)$$

onde  $Inc_0$  é a constante de incrustação, em 1/s;  $v_i$  é o volume de uma partícula de tamanho  $i$ , em  $m^3$ ;  $v_{leito}$  é o volume interno do leito, igual a  $0,0022 m^3$ ; e  $c_2$  é uma constante de ponderação da razão entre volumes.

A Equação 4.21 indica que a taxa de incrustação é maior para partículas de tamanho maior, o que é justificável pela maior probabilidade destas partículas captarem o líquido ligante e também por ocuparem maior espaço dentro do leito, o que facilita o encontro com as paredes do equipamento. A taxa de incrustação é menor quanto maior for o volume do leito, já que o aumento do espaço interno diminui a probabilidade de colisão das partículas com as paredes do equipamento.

A partir dos dados de incrustação dos experimentos 1 a 5, os valores de  $Inc_0$  e  $C$  foram ajustados de maneira que minimizasse o desvio-relativo entre o

valor calculado e o valor experimental, para cada experimento, utilizando a metodologia de Pesquisa Seqüencial (Seção 4.2.3.1.).

Como forma de estimar a constante de incrustação,  $Inc_0$ , com base nos parâmetros operacionais, também foi estudada a seguinte proposta de correlação (Equação 4.22):

$$Inc_0 = \frac{1}{T_f} \cdot \left( \frac{V_0}{V_{mf}} \right)^{c_3} \cdot \ln \left( c_4 \cdot \frac{\dot{V}_{lig}}{\dot{V}_0} \right) \cdot c_5 \quad (4.22)$$

onde  $T_f$  é a temperatura do ar de fluidização, em K;  $\dot{V}_{lig}$  é a vazão de líquido ligante, em m<sup>3</sup>/s;  $\dot{V}_0$  é a vazão do ar de fluidização, em m<sup>3</sup>/s.;  $c_3$ ,  $c_4$  e  $c_5$  são constantes.

A correlação proposta descreve a influência dos parâmetros operacionais na taxa de incrustação conforme tendências experimentais verificadas por diversos pesquisadores. O primeiro termo à direita na Equação 4.22 descreve o efeito negativo do aumento da temperatura na taxa de incrustação. Em uma granulação por adição de água como ligante, o aumento de temperatura aumenta a taxa de secagem do ligante, impedindo que se formem ligações mais resistentes entre as partículas e as paredes do equipamento, diminuindo a taxa de incrustação. O segundo e terceiro termos à direita na Equação 4.22 descrevem o duplo efeito da velocidade do ar de fluidização. Se por um lado o aumento da velocidade do ar diminui a taxa de incrustação, por aumentar a secagem das partículas e por arrastar o ligante (efeito no terceiro termo), por outro, o aumento da velocidade do ar implica em maior agitação das partículas e, portanto, maior probabilidade de colisão destas com as paredes do equipamento, aumentando a taxa de incrustação. Por fim o terceiro termo também descreve o impacto positivo do aumento da vazão de ligante na taxa de incrustação. Tais efeitos descrevem de maneira adequada outros resultados presentes na literatura (DACANAL, 2009; GOULA e ADAMOPOULOS, 2005).

Para estimativa das constantes presentes na Equação 4.22, foi utilizada a metodologia de Pesquisa Sequencial, visando minimizar a soma dos desvios-relativos entre os valores experimentais e estimados de  $Inc_0$ . Foi estabelecida também uma faixa aceitação  $Inc_0$ , para cada experimento, segundo a qual os valores simulados de  $Inc_0$  deveriam se situar. Ou seja, mesmo que uma alteração no valor de uma constante proporcionasse uma redução no desvio-relativo total, se esta alteração proporcionasse um valor de  $Inc_0$  fora da faixa de aceitação, tal alteração não seria realizada, seguindo o procedimento para o passo seguinte. Para definição da faixa de aceitação, os valores de  $Inc_0$  deveriam ser tais que proporcionassem um desvio-relativo máximo entre a massa incrustada simulada e experimental de  $\pm 40\%$ , para os minutos finais de cada experimento.

### 4.2.4. Validação do Modelo

Como forma de avaliar os modelos propostos, os resultados das simulações com os modelos de elutriação e incrustação foram comparados aos resultados experimentais obtidos por Souza (2007), para aglomeração de suco de goiaba em pó, em leito fluidizado. Os parâmetros operacionais estão dispostos na Tabela 4.5. Os valores da distribuição de tamanho podem ser consultados no Anexo C.

**Tabela 4.6:** Parâmetros operacionais do granulador (SOUZA, 2007).

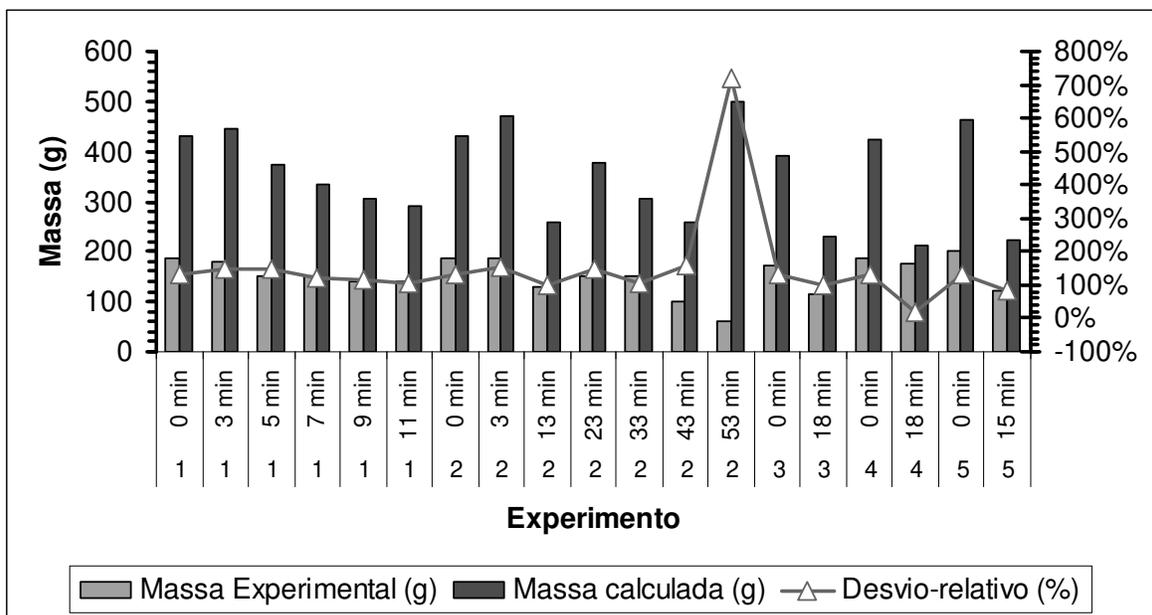
Parâmetro	Valor
Altura do Bico de Aspersão (cm)	60
Massa de Amostra (kg)	0,25
Temperatura do ar (°C)	80
Vazão de água no bico aspersor (mL/ min)	0,5
Pressão do ar no bico aspersor (bar)	1
Velocidade do ar de fluidização (m/s)	0,25
Velocidade Mínima de Fluidização (m/s)	0,17
Tempo de Processo (min)	20
Rendimento do Processo	91,5 %

### 4.3. Resultados e Discussão

#### 4.3.1. Cálculo da Massa de Partículas

Foi feita a comparação entre duas metodologias para transformação do número de partículas em massa de partículas. A primeira metodologia, presente na literatura, considera as partículas esféricas (Equações 4.1 e 4.2); a segunda metodologia, que é proposta por este trabalho, adiciona o fator de forma arredondamento, elevado à uma constante  $z$ , à Equação 4.1, como forma de corrigir o afastamento da forma esférica.

A comparação entre a massa total calculada pela primeira metodologia (Equações 4.1 e 4.2) pode ser observada na Figura 4.1:



**Figura 4.1:** Comparação entre a massa de partículas no leito e a massa calculada pelas Equações 4.1 e 4.2.

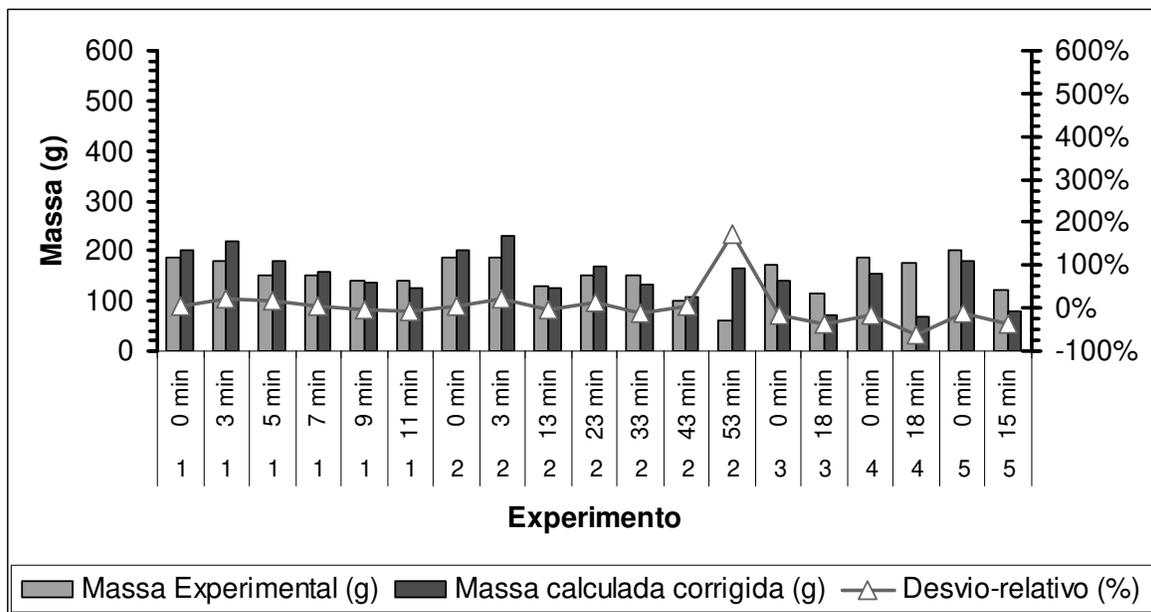
Pode-se observar na Figura 4.1 que os desvios são superiores a 100% para a maioria dos pontos, sendo que os valores de massa das partículas calculada usando a Equação 4.1 resultam em valores sempre superiores aos experimentais. Indicando a limitação dessa metodologia para o cálculo da massa das partículas.

Isto pode ser devido ao fato de que os fatores de forma foram avaliados em 2D e há necessidade de corrigir os valores para o cálculo do volume.

Pela segunda metodologia, o ajuste do valor da constante z aos valores de massa de partícula experimentais, resultou no valor de 3 para a mesma, ficando a Equação 4.3 na forma da Equação 4.23:

$$m_i = N_i \cdot \frac{4}{3} \cdot \pi \left( \frac{deq_i}{2} \right)^3 \cdot \rho_s \cdot \bar{A}_{ri}^3 \quad (4.23)$$

A Figura 4.2 mostra a comparação entre os valores obtidos pelas Equações 4.23 e 4.2 e os valores experimentais:

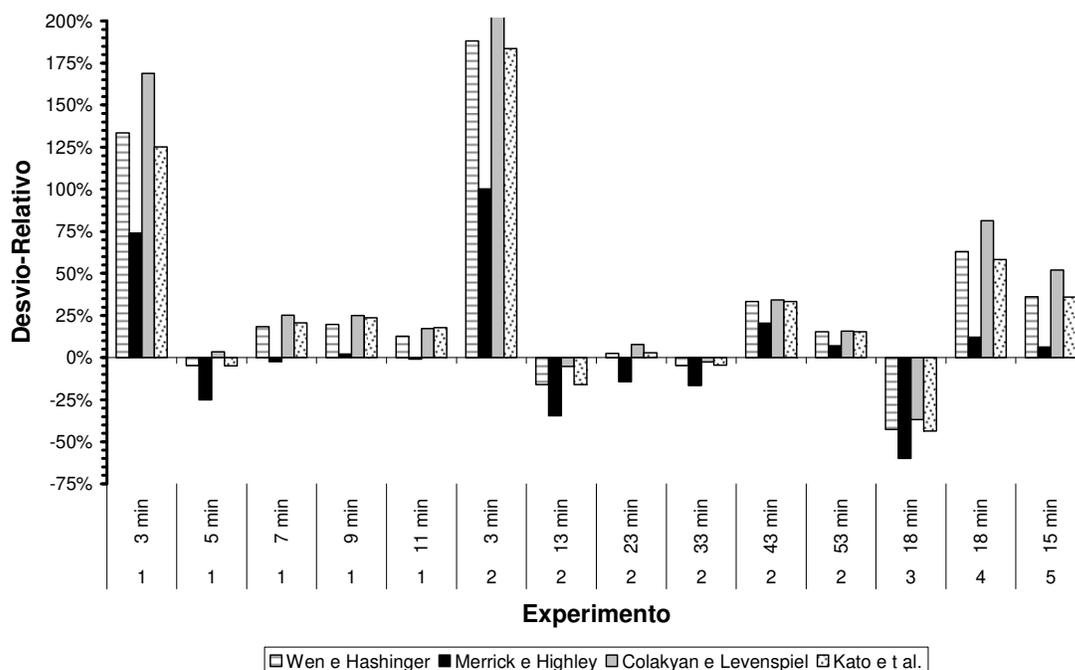


**Figura 4. 2:** Comparação entre a massa de partículas no leito e a massa calculada corrigida pela forma das partículas.

Observando a Figura 4.2, verifica-se uma redução substancial nos desvios. Optou-se por utilizar as Equações 4.23 e 4.2 para correlacionar o número de partículas com a massa de partículas, ao longo de todo o trabalho.

### 4.3.2. Elutriação de Partículas

Utilizando as correlações existentes na literatura, para o cálculo da constante de elutriação (Tabela 2.2), foi feita a estimativa da massa elutriada empregando o modelo de elutriação (Equação 4.13). Como critério para determinar se um intervalo de tamanho de partículas poderia conter partículas passíveis de serem elutriadas, foram utilizadas a velocidade terminal e a velocidade de bolha de cada partícula de tamanho  $i$ . Caso a velocidade de bolha no início da base cônica fosse igual ou superior à velocidade terminal, este intervalo de tamanho foi considerado passível de elutriação e a constante de elutriação calculada. Caso o contrário, a constante de elutriação era zerada. Foram calculadas as velocidades terminais para cada intervalo de tamanho (Equação 4.4) e a velocidade de bolha (Equação 4.8), cujos resultados, junto com os valores das constantes de elutriação, podem ser observados no Anexo C. A Figura 4.3 apresenta os desvios relativos entre a massa elutriada experimental e simulada, encontrados para cada experimento.



**Figura 4.3:** Desvios-Relativos obtidos para cada constante de elutriação presente na literatura.

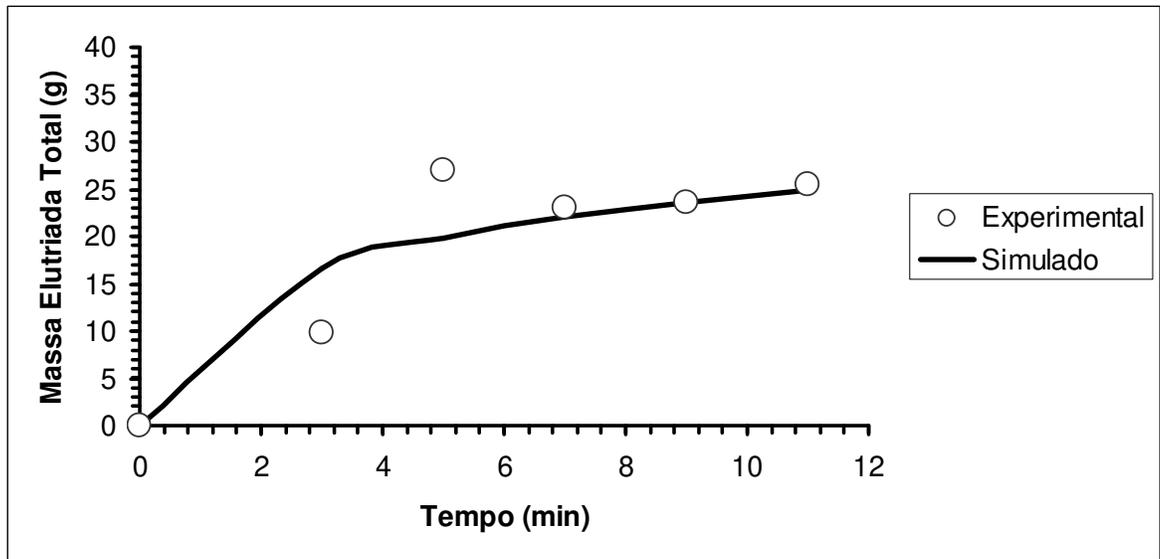
Analisando a Figura 4.3, observa-se que, na maioria dos casos, a correlação de Merrick e Highley proporcionou os menores desvios-relativos. Observam-se desvios muito baixos para os pontos finais da granulação. Os maiores desvios foram observados nos 3 minutos iniciais dos Experimentos 1 e 2 (desvios positivos) e no Experimento 3 (desvio negativo). Como é justamente neste período que são realizados os ajustes na velocidade e na temperatura do ar de fluidização, possivelmente o modelo superestima a elutriação neste período devido à queda de velocidade que ocorre no equipamento ao se adicionar as partículas ao mesmo (tempo 0).

Além do efeito da variação da velocidade e temperatura do ar no equipamento, outra contribuição para os desvios pode ter originado da conversão de número de partículas para massa de partículas. Observa-se na Figura 4.2 que na conversão há uma tendência de superestimar a massa de partículas nos 3 minutos iniciais dos Experimentos 1 e 2 e subestimar a massa de partículas no Experimento 3. Entretanto, observa-se que, para aplicação deste modelo junto ao modelo de balanço populacional, não há necessidade desta conversão.

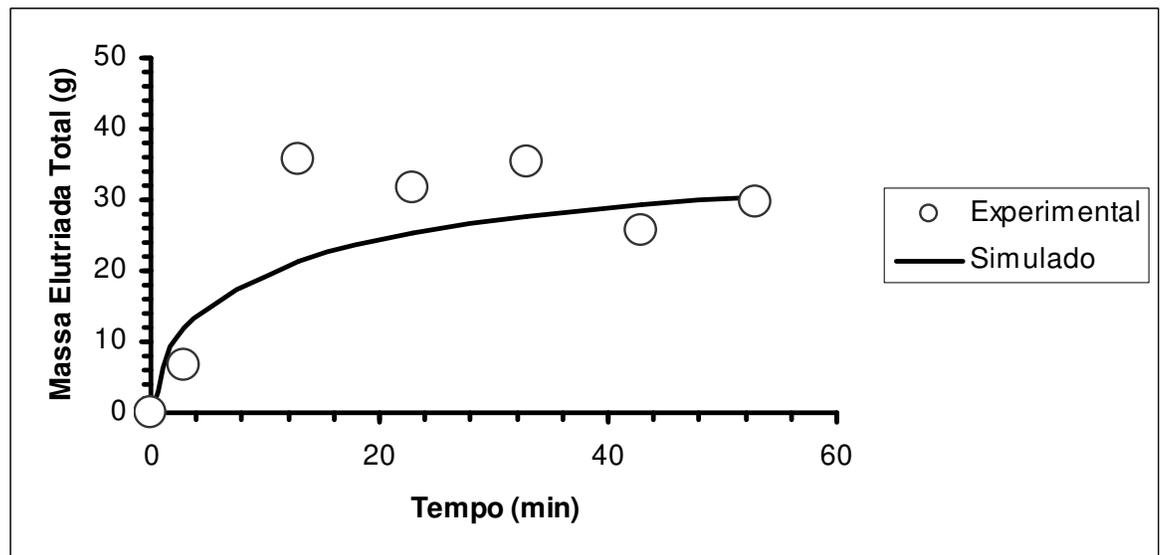
De modo geral, os desvios encontrados foram menores ou iguais aos existentes na literatura. Choi et al. (2001), utilizou um modelo para estimar a taxa de elutriação de areia em leito fluidizado, seu modelo subestimou a taxa de elutriação em cerca de 30%. Já Santana et al. (1999) observaram desvios de até 30% na comparação entre a massa elutriada prevista pelo modelo e a massa elutriada obtida experimentalmente. Ma e Kato (1998) também observaram desvios da ordem 30% na comparação entre a constante de elutriação calculada e a ajustada aos dados experimentais. Smolders e Baeyens (1997) compararam diversas correlações e nenhuma foi capaz de prever os resultados experimentais, apenas a tendência, sendo os desvios na comparação entre as constantes calculadas e as ajustadas aos dados experimentais foram de diversas ordens de magnitude (> 10 vezes). Já para o modelo de Milioli e Foster (1995b), os desvios relativos na comparação entre os diâmetros médios das distribuições de material elutriado experimental e simulada foram da ordem de 130%, e para a comparação

entre massa elutriada experimental e simulada, os desvios relativos foram de aproximadamente 15%.

A Figura 4.4 apresenta os gráficos de massa elutriada experimental e simulada, utilizando a correlação de Merrick e Highley, para os Experimentos 1 e 2:



(a)



(b)

**Figura 4.4:** Massa elutriada experimental e simulada (a) Experimento 1, (b) Experimento 2 (massa inicial total no equipamento = 200g).

Observando a Figura 4.4, nota-se que as maiores diferenças se dão no Experimento 2. Estas diferenças são, principalmente, devidas à redução do material elutriado com o tempo nos valores experimentais, redução esta possivelmente oriunda de erros de medição, uma vez que o material elutriado não deveria retornar ao equipamento. Talvez seja possível melhorar os resultados do modelo com medições mais precisas do material elutriado, mas, conforme discutido acima, os desvios encontrados são relativamente baixos e satisfatórios para estimativa da massa elutriada de partículas.

### 4.3.3. Incrustação de Partículas

Utilizando os dados experimentais de massa incrustada, foi calculada a constante de incrustação utilizando o modelo proposto por este trabalho (Equações 4.19 e 4.21):

$$N_{inc,i} = E \cdot N_{i0} \cdot e^{I_i \cdot t} \quad (4.19)$$

sendo,

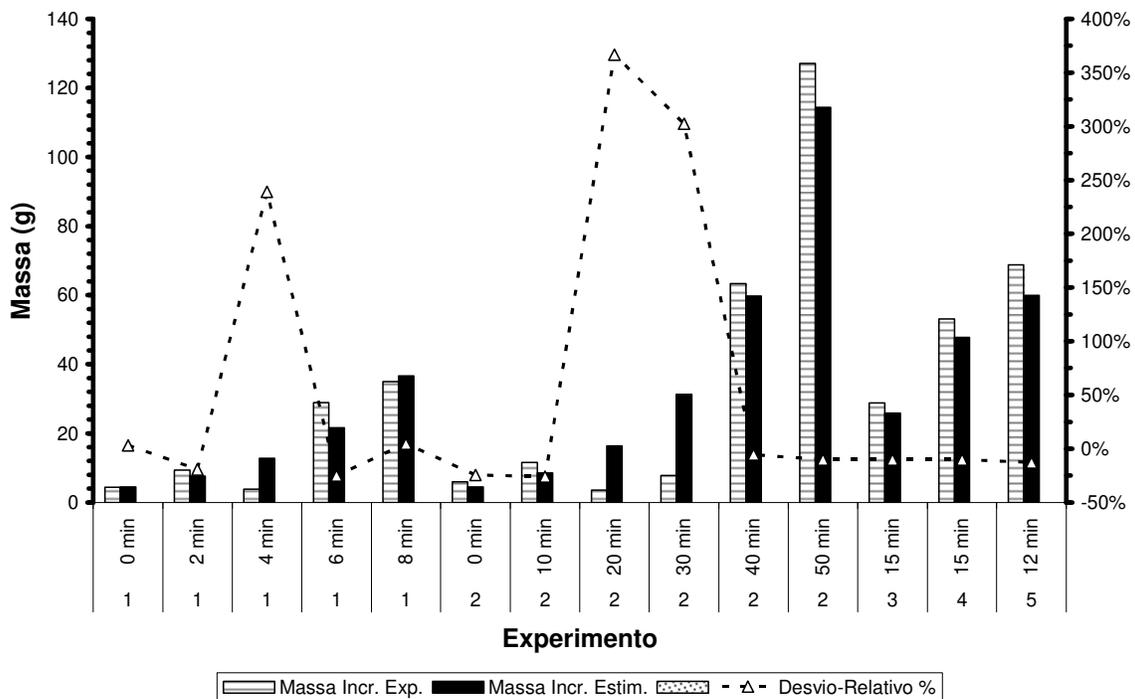
$$I_i = I_0 \cdot \left( \frac{v_i}{v_{leito}} \right)^C \quad (4.21)$$

Foi encontrado o valor de 2,25% para o parâmetro E, que se refere ao percentual de massa incrustada por efeito eletrostático. Nos Experimentos 1 e 2 têm-se o valor experimental do percentual de massa incrustada antes da adição de ligante (tempo de 3 minutos), que corresponde aos valores de 2,10% e 2,86%, respectivamente, valores bem próximos aos obtidos pelo ajuste do parâmetro. Já para o valor do parâmetro C, foi encontrado o valor de 0,01 como o valor que minimizou o desvio-relativo. Os valores obtidos para a constante de incrustação ( $Inc_0$ ), podem ser observados na Tabela 4.6:

**Tabela 4.7:** Valores da constante de incrustação obtidos pelo ajuste aos dados experimentais.

Experimento	Constante de Incrustação (1/min)
1	0,320
2	0,079
3	0,171
4	0,213
5	0,275

A Figura 4.5 apresenta os dados experimentais de massa incrustada, a massa incrustada estimada pelo ajuste do modelo aos dados experimentais, e os respectivos desvios-relativos para cada Experimento.



**Figura 4.5:** Massa incrustada experimental, estimada pelo ajuste do modelo e desvio-relativo.

De modo geral o modelo estimou satisfatoriamente a massa incrustada experimental. Os maiores desvios ocorreram nos pontos Experimento 1-4 min, Experimento 2-20 min e Experimento 2-30min. Nota-se que nestes pontos há uma diminuição da massa incrustada experimental em relação ao tempo anterior. Tal decréscimo pode ocorrer por 2 razões: erro experimental ou desprendimento das partículas da parede do equipamento. O desprendimento das partículas pode ter sido provocado pelo próprio processo de medição, dado que nos minutos finais da granulação há um aumento considerável da massa de partículas incrustada. Essas diminuições não são captadas pelo modelo, pelo qual a massa incrustada sempre aumenta. Com exceção desses três pontos, todos os demais apresentaram baixos valores de desvio-relativo.

Com base nos dados da constante de incrustação, foi proposta uma correlação para estimá-la a partir dos parâmetros operacionais (Equação 4.22). Utilizando a metodologia de Pesquisa Sequencial, de forma a minimizar o desvio-relativo entre o valor da constante estimada pela correlação e o valor da constante obtido pelo ajuste aos dados experimentais, chegou-se à seguinte correlação (Equação 4.24):

$$Inc_0 = \frac{1}{T_f} \cdot \left( \frac{V_0}{V_{mf}} \right)^{1,3} \cdot \ln \left( 8,75 \cdot 10^5 \cdot \frac{\dot{V}_{lig}}{V_0} \right) \cdot 0,310 \quad (4.24)$$

onde  $T_f$  é a temperatura do ar de fluidização, em K;  $\dot{V}_{lig}$  é a vazão de líquido ligante, em m<sup>3</sup>/s;  $\dot{V}_0$  é a vazão do ar de fluidização, em m<sup>3</sup>/s. Foram estimados três parâmetros (1,3;  $8,75 \cdot 10^5$  e 0,310) pela metodologia de Pesquisa Seqüencial. Cerca de 200 iterações foram necessárias para obtenção destes valores.

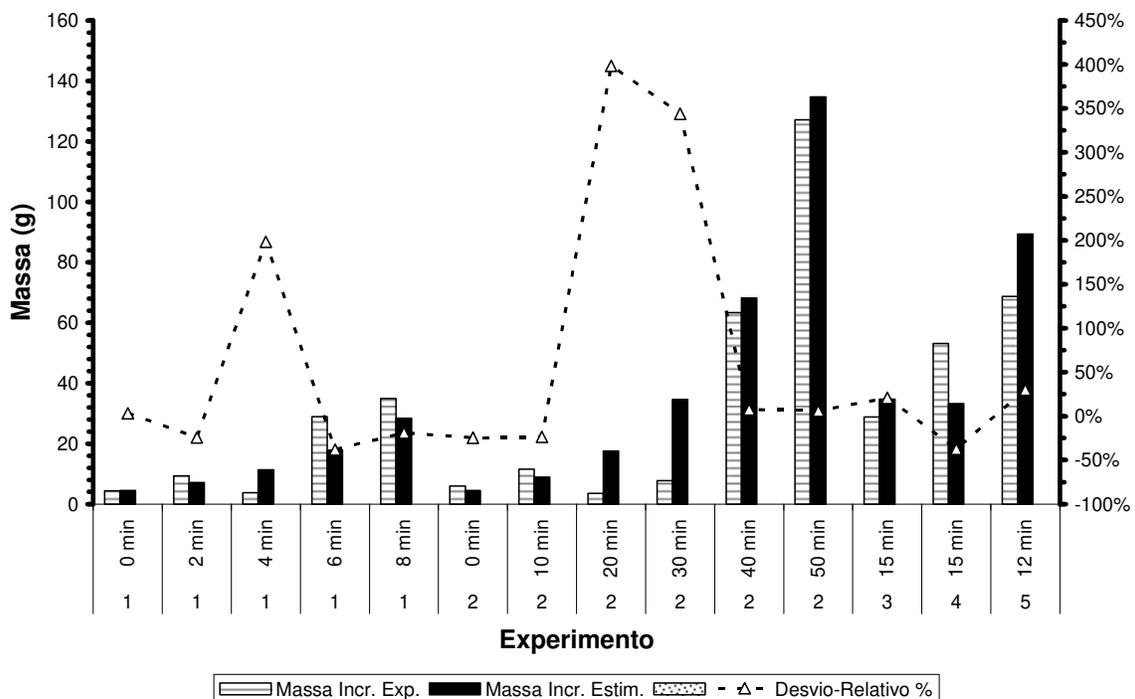
A Tabela 4.7 apresenta os valores da constante de incrustação ajustados aos valores experimentais, os valores obtidos pela correlação (Equação 4.24) e o desvio-relativo.

**Tabela 4.8:** Valores ajustados, estimados e desvio-relativo para a constante de incrustação.

Experimento	Constante de Incrustação (1/min)		
	Inc <sub>0</sub> obtido por ajuste do modelo	Inc <sub>0</sub> correlação (Equação 4.24)	Desvio-Relativo %
1	0,320	0,281	-12,3%
2	0,079	0,083	5,0%
3	0,171	0,195	14,1%
4	0,213	0,184	-13,7%
5	0,275	0,315	14,7%

Observa-se na Tabela 4.7 que a correlação proporcionou um desvio-relativo máximo de 14,7% em relação ao valor estimado utilizando os dados experimentais, mostrando ser bem adequado ao processo.

A Figura 4.6 apresenta os dados de massa incrustada experimental e calculada empregando a correlação da constante de incrustação (Equações 4.19, 4.21 e 4.24), além dos desvios-relativos para cada Experimento.



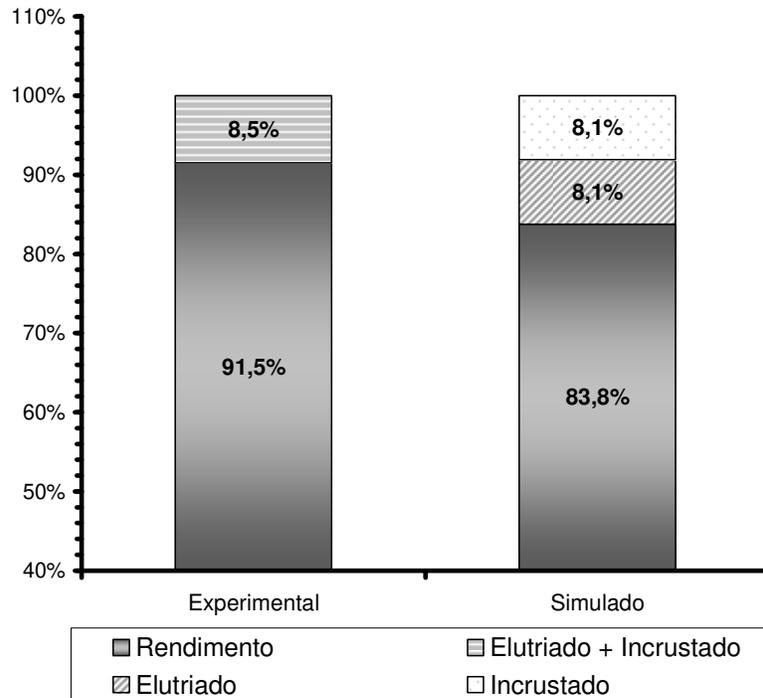
**Figura 4.6:** Massa incrustada experimental, estimada pelo modelo utilizando a correlação (Equação 4.24) e desvio-relativo.

Houve um aumento no desvio relativo na comparação com o modelo ajustado aos dados experimentais (Figura 4.5), mas ainda abaixo de 30% para a maioria dos pontos, o que pode ser considerado satisfatório. Os principais desvios continuaram ocorrendo nos pontos Experimento 1-4 min, Experimento 2-20 min e Experimento 2-30min somado agora ao Experimento 4, pelos mesmos motivos apresentados anteriormente (variação da velocidade e temperatura do ar nos minutos iniciais e impacto das transformações de base numérica para mássica), que não inviabilizam a utilização do modelo.

O modelo de estimativa da massa incrustada no equipamento e a correlação para estimativa da constante de incrustação apresentaram resultados razoáveis na comparação com os valores experimentais, sendo estes resultados promissores para o uso em conjunto com o modelo de balanço populacional.

### **4.3.3. Validação dos Modelos de Elutriação e Incrustação**

Como forma de avaliar os resultados obtidos pelos modelos de Elutriação (Equação 4.13), estimando a taxa de elutriação pela correlação de Merrick e Highley; e pelo modelo de Incrustação (Equação 4.19), estimando a constante de incrustação pela correlação proposta por este trabalho (Equação 4.24), foram utilizados os dados de Souza (2007) para granulação de suco de goiaba em pó, em leite fluidizado. A Figura 4.7 exhibe os dados de rendimento experimental (SOUZA, 2007) e simulado.



**Figura 4.7:** Comparação entre os dados de rendimento Experimental e Simulado para os dados de Souza (2007).

Observando a Figura 4.7, verifica-se que os modelos de elutriação e incrustação foram capazes de obter um valor bem próximo para o rendimento do processo, 83,8% contra 91,5% verificado experimentalmente. Devido ao baixo valor do desvio-relativo (-8,5%), pode-se concluir que os modelos de elutriação e de incrustação, apresentados neste trabalho, podem ser utilizados para estimar o rendimento do processo de granulação de partículas de suco de goiaba em pó, em leite fluidizado, dentro da faixa dos parâmetros de operação estudada.

#### **4.4. Conclusão**

Foram propostos modelos para estimativa dos valores de massa elutriada e incrustada de partículas durante a granulação de suco de goiaba em pó, em leito fluidizado.

Os modelos apresentaram resultados satisfatórios na estimativa do número de partículas elutriada e incrustada, indicando a possibilidade de serem utilizados em conjunto com o modelo de balanço populacional para modelagem do processo de granulação de partículas.

A comparação entre os resultados experimentais de Souza (2007) e os resultados simulados pelos modelos de Elutriação e Incrustação, sugerem que estes podem ser utilizados, com boa precisão, para a estimativa do rendimento do processo de granulação de partículas de suco de goiaba em pó, em leito fluidizado, dentro da faixa estudada dos parâmetros de operação.

Futuras investigações deverão ser realizadas para verificar a aplicação dos modelos aqui desenvolvidos para outros tipos de material particulado, para outras faixas de operação e outros tipos de leitos.

#### 4.5. Referências Bibliográficas

CHOI L., SUH J., CHANG I., SHUN D., YI C., SON J., KIM S., The effect of fine particles on elutriation of coarse particles in a gas fluidized bed. **Powder Technology**, v.121, p.190-194, 2001.

BAJPAI A. C., MUSTOE L. R., WALKER D., **Matemática avançada para engenharia**, Hemus, 578p., 1980.

COLAKYAN, M., LEVENSPIEL, O., Elutriation from fluidized beds, **Powder Technology**, n.38, p.223-232, 1984.

DACANAL, G. C., MENEGALLI F. C. Experimental study and optimization of acerola powder in a conical fluid bed. **Powder Technology**, v.188, p.187-194, 2009.

DAVIDSON J. F., CLIFT R., HARRISON D., **Fluidization**. 2.ed. Academic Press, 733p.,1985.

GOULA A.M., ADAMOPOULOS K.G., Spray drying of tomato pulp in dehumidified air: I. The effect on product recovery. **Journal of Food Engineering**, v.66, p.25-34, 2005.

KATO, K., TAJIMA, T., MAO, M., IWAMOTO, H., **Fluidization' 85, Science and Technology**, Tokyo: Science Press, 1985.

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

MA X., KATO K., Effect of interparticle adhesion forces on elutriation of fine powders from a fluidized bed of binary particle mixture. **Powder Technology**, v.95, p.93-101, 1998.

#### *Capítulo 4: Elutriação e Incrustação*

---

- MERRICK, D., HIGHLEY, J., Particle size reduction and elutriation in a fluidized bed process, **AIChE Symp. Ser.**, v.70, v.137, p.366-378, 1974.
- MILIOLI F.E, FOSTER P.J., Entrainment and Elutriation modeling in bubbling fluidized beds. **Powder Technology**, v.83, p. 233-243, 1995a.
- MILIOLI F.E., FOSTER P.J., A model for particle size distribution and elutriation in fluidized beds. **Powder Technology**, v.83, p.265-280, 1995b.
- SANTANA D., RODRIGUEZ J.M., MACÍAS-MACHÍN A., Modelling fluidized bed elutriation of fine particles. **Powder Technology**, v.106, p.110-118, 1999.
- SMOLDERS K., BAEYENS J., Elutriation of fines from gas fluidized beds: mechanisms of elutriation and effect of freeboard geometry. **Powder Technology**, v.92, p.35-46, 1997.
- SOUZA, D. O. C. Granulação de alimentos: caracterização morfológica das partículas e modelagem matemática do processo, **Dissertação de Mestrado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, SP, 2007.
- SOUZA, D.O.C., MENEGALLI, F.C. Image analysis: statistical study of particle size distribution and shape characterization. **Powder Technology**, v.214, p.57 - 63, 2011.
- WEN, C.Y., HASHINGER, R.F., Elutriation of solid particles from a dense phase fluidized bed, **AIChE**, v.6, p.220, 1960.

## ANEXOS

### A. Regimes de Fluidização

Segue abaixo a memória de cálculo dos regimes de fluidização, segundo metodologia proposta por Kunii e Levenspiel (1991). Esta metodologia parte do cálculo do diâmetro de partículas adimensional médio,  $d_p^*$  e velocidade de partícula adimensional,  $u^*$ , cujos cálculos são realizados utilizando as Equações 4A.1 e 4A.2, respectivamente:

$$d_p^* = deq_{m\u00e9dio} \cdot \left[ \frac{\rho_g \cdot (\rho_s - \rho_g) \cdot g}{\mu^2} \right]^{\frac{1}{3}} \quad (4A.1)$$

$$u^* = V_0 \cdot \left[ \frac{\rho_g^2}{\mu \cdot (\rho_s - \rho_g)} \right]^{\frac{1}{3}} \quad (4A.2)$$

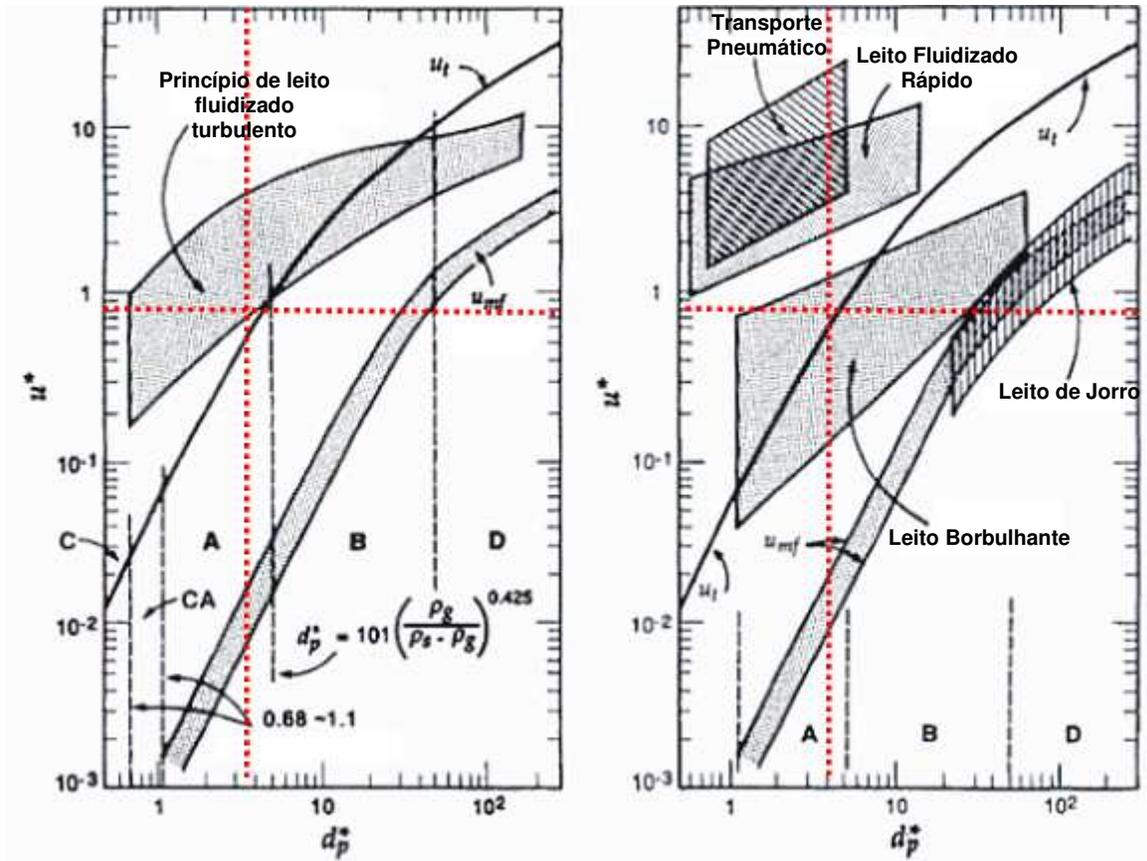
onde  $deq_{m\u00e9dio}$  é o diâmetro equivalente médio das partículas, em m;  $\rho_g$  é a densidade do ar de fluidização, em  $\text{kg/m}^3$ ;  $\rho_s$  é a densidade da part\u00edcula, em  $\text{kg/m}^3$ ;  $\mu$  é a viscosidade do ar de fluidiza\u00e7\u00e3o, em Pa.s.

A Tabela 4A.1 apresenta os valores de  $d_p^*$  e  $u^*$  para cada um dos experimentos.

**Tabela 4A. 1:** Parâmetros para caracterização do regime de fluidização.

Experimento	Tempo	Deq ( $\mu\text{m}$ )	dp*	u*
1	0 min	118	3,81	1,06
1	3 min	142	4,61	1,06
1	5 min	154	5,01	1,06
1	7 min	155	5,02	1,06
1	9 min	158	5,13	1,06
1	11 min	167	5,40	1,06
2	0 min	118	3,72	0,84
2	3 min	136	4,29	0,84
2	13 min	163	5,17	0,84
2	23 min	169	5,34	0,84
2	33 min	181	5,72	0,84
2	43 min	187	5,93	0,84
2	53 min	221	6,98	0,84
3	0 min	118	3,81	0,67
3	18 min	134	4,36	0,67
4	0 min	118	3,63	0,64
4	18 min	128	3,94	0,64
5	0 min	118	3,72	0,84
5	15 min	140	4,43	0,84

A classificação foi realizada utilizando o diagrama de fluidização proposto por Kunii e Levenspiel (1991). As Figuras 4A.1 e 4A.2 mostram dois exemplos de caracterização do regime de fluidização, para os pontos Experimento 2, no tempo de 0 minutos e 53 minutos, respectivamente.



**Figura 4A. 1:** Caracterização da fluidização do Experimento 2, tempo 0 min (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

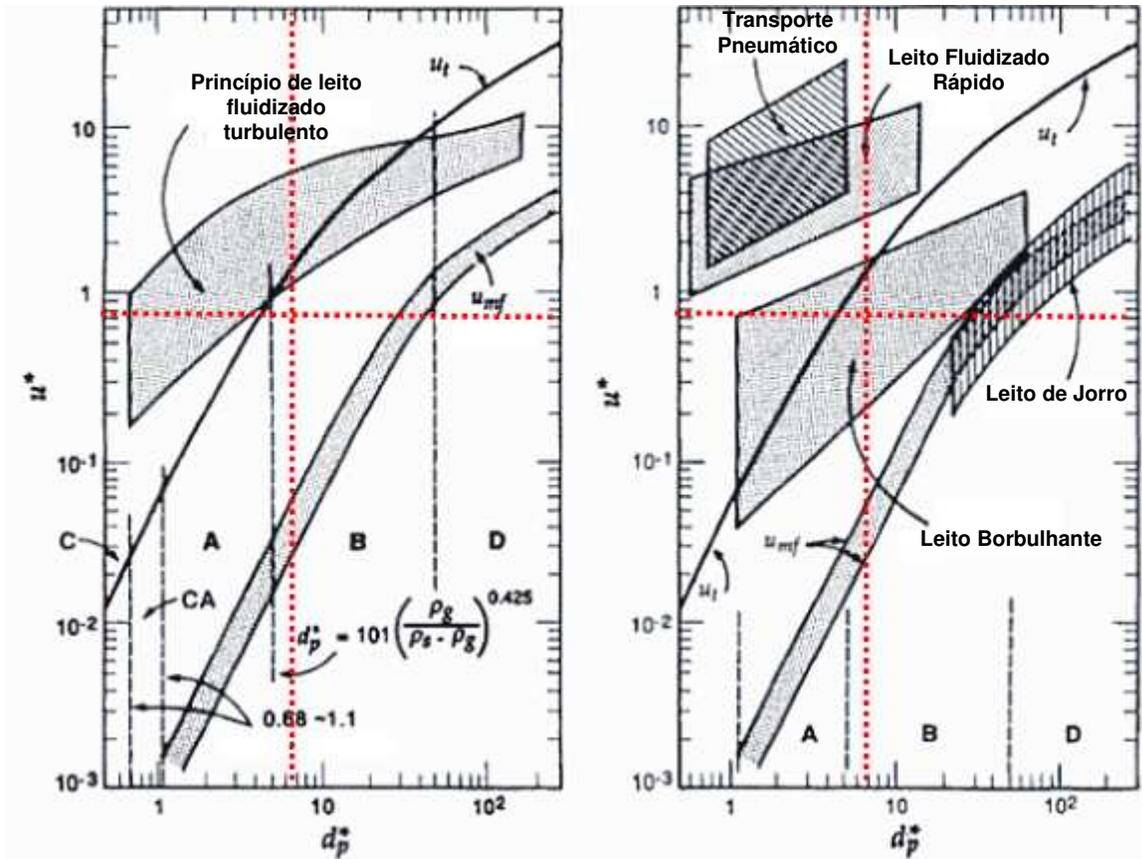


Figura 4A. 2: Caracterização da fluidização do Experimento 2, tempo 53 min (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

**B. Valores do Fator de Forma Arredondamento**

As Tabelas 4.A.2 a 4.A.11 apresentam a distribuição por intervalo de tamanho do fator de forma arredondamento e os respectivos Coeficientes de Variação, para todos os experimentos:

**Tabela 4A.2:** Distribuição do fator de forma arredondamento - Experimento 1.

Deq (µm)	Tempo (min)						Média
	0	3	5	7	9	11	
26	0,99	0,96	0,98	0,96	0,97	0,95	0,97
33	0,92	0,88	0,90	0,94	0,91	0,89	0,91
41	0,91	0,84	0,83	0,84	0,84	0,86	0,85
52	0,89	0,79	0,83	0,82	0,77	0,83	0,82
65	0,89	0,81	0,82	0,84	0,73	0,83	0,82
82	0,87	0,82	0,82	0,85	0,77	0,85	0,83
104	0,87	0,84	0,84	0,86	0,81	0,84	0,84
130	0,84	0,83	0,84	0,86	0,83	0,84	0,84
164	0,82	0,83	0,83	0,84	0,83	0,83	0,83
207	0,80	0,81	0,81	0,82	0,80	0,81	0,81
261	0,76	0,79	0,77	0,79	0,76	0,78	0,78
329	0,70	0,74	0,72	0,75	0,70	0,73	0,72
414	0,66	0,69	0,65	0,70	0,67	0,69	0,68
522	0,62	0,54	0,61	0,64	0,63	0,63	0,61
658	0,55			0,65	0,63	0,53	0,59
828						0,56	0,56
1.044						0,52	0,52

**Tabela 4A.3:** Distribuição do CV para o fator de forma arredondamento - Experimento 1.

Deq (µm)	Tempo (min)						Média
	0	3	5	7	9	11	
26	8%	9%	8%	6%	8%	7%	2%
33	11%	11%	10%	9%	8%	8%	2%
41	11%	14%	18%	12%	13%	12%	4%
52	10%	14%	14%	15%	16%	15%	5%
65	8%	15%	14%	12%	20%	12%	6%
82	9%	13%	13%	11%	19%	10%	5%
104	8%	12%	10%	10%	14%	10%	2%
130	9%	11%	9%	9%	10%	9%	1%
164	10%	11%	9%	9%	9%	9%	1%
207	10%	10%	9%	9%	10%	10%	1%
261	12%	11%	10%	10%	10%	10%	2%
329	12%	13%	11%	11%	15%	10%	3%
414	15%	10%	12%	12%	14%	8%	3%
522	11%	21%	13%	15%	11%	13%	6%
658	9%			0%	0%	18%	10%
828						0%	2%
1.044						10%	2%

**Tabela 4A.4:** Distribuição do fator de forma arredondamento - Experimento 2.

Deq (µm)	Tempo (min)							Média
	0	3	13	23	33	43	53	
26	0,99	0,96	0,96	0,97	0,99	0,95	0,99	0,97
33	0,92	0,87	0,88	0,91	0,90	0,89	0,91	0,90
41	0,91	0,84	0,85	0,89	0,80	0,78	0,82	0,84
52	0,89	0,80	0,77	0,83	0,78	0,76	0,81	0,81
65	0,89	0,82	0,77	0,83	0,77	0,80	0,72	0,80
82	0,87	0,84	0,79	0,84	0,83	0,75	0,74	0,81
104	0,87	0,84	0,84	0,85	0,84	0,79	0,74	0,82
130	0,84	0,83	0,85	0,85	0,85	0,82	0,77	0,83
164	0,82	0,81	0,85	0,84	0,84	0,83	0,77	0,82
207	0,80	0,80	0,83	0,82	0,82	0,81	0,77	0,81
261	0,76	0,77	0,80	0,79	0,78	0,78	0,75	0,77
329	0,70	0,71	0,73	0,73	0,74	0,73	0,72	0,72
414	0,66	0,68	0,69	0,68	0,66	0,69	0,68	0,68
522	0,62	0,64	0,66	0,66	0,62	0,63	0,63	0,64
658	0,55			0,66	0,57	0,58	0,59	0,59
828							0,54	0,54
1.044							0,62	0,62

**Tabela 4A.5:** Distribuição do CV para o fator de forma arredondamento - Experimento 2.

Deq ( $\mu\text{m}$ )	Tempo (min)							Média
	0	3	13	23	33	43	53	
26	8%	9%	8%	10%	9%	9%	10%	2%
33	11%	11%	12%	9%	8%	8%	8%	2%
41	11%	13%	13%	9%	15%	10%	12%	6%
52	10%	16%	16%	12%	13%	16%	11%	5%
65	8%	13%	16%	14%	17%	12%	16%	7%
82	9%	12%	14%	11%	12%	15%	18%	6%
104	8%	11%	11%	9%	9%	14%	18%	5%
130	9%	10%	9%	8%	8%	11%	13%	4%
164	10%	11%	8%	8%	8%	9%	12%	3%
207	10%	11%	9%	8%	8%	10%	11%	2%
261	12%	12%	11%	10%	10%	10%	11%	2%
329	12%	11%	12%	12%	11%	12%	11%	2%
414	15%	13%	12%	8%	14%	10%	10%	2%
522	11%	12%	10%	0%	10%	10%	12%	2%
658	9%			10%	13%	9%	13%	7%
828							11%	
1.044							14%	

**Tabela 4A.6:** Distribuição do fator de forma arredondamento - Experimento 3.

Deq ( $\mu\text{m}$ )	Tempo (min)		Média
	0	18	
26	0,99	0,95	0,97
33	0,92	0,88	0,90
41	0,91	0,80	0,85
52	0,89	0,76	0,82
65	0,89	0,72	0,81
82	0,87	0,70	0,79
104	0,87	0,70	0,78
130	0,84	0,69	0,77
164	0,82	0,69	0,75
207	0,80	0,69	0,74
261	0,76	0,68	0,72
329	0,70	0,62	0,66
414	0,66	0,60	0,63
522	0,62	0,56	0,59
658	0,55	0,47	0,51

**Tabela 4A.7:** Distribuição do CV para o fator de forma arredondamento - Experimento 3.

Deq ( $\mu\text{m}$ )	Tempo (min)		Média
	0	18	
26	8%	9%	3%
33	11%	10%	4%
41	11%	13%	9%
52	10%	14%	11%
65	8%	15%	15%
82	9%	16%	16%
104	8%	17%	15%
130	9%	18%	14%
164	10%	16%	12%
207	10%	16%	11%
261	12%	16%	8%
329	12%	16%	9%
414	15%	15%	6%
522	11%	14%	7%
658	9%	13%	11%

**Tabela 4A.8:** Distribuição do fator de forma arredondamento - Experimento 4.

Deq ( $\mu\text{m}$ )	Tempo (min)		Média
	0	18	
26	0,99	0,94	0,97
33	0,92	0,87	0,89
41	0,91	0,80	0,85
52	0,89	0,74	0,82
65	0,89	0,74	0,81
82	0,87	0,70	0,79
104	0,87	0,71	0,79
130	0,84	0,71	0,78
164	0,82	0,70	0,76
207	0,80	0,70	0,75
261	0,76	0,67	0,71
329	0,70	0,64	0,67
414	0,66	0,59	0,62
522	0,62	0,54	0,58
658	0,55	0,56	0,56

**Tabela 4A.9:** Distribuição do CV para o fator de forma arredondamento - Experimento 4.

Deq ( $\mu\text{m}$ )	Tempo (min)		Média
	0	18	
26	8%	9%	4%
33	11%	11%	5%
41	11%	14%	9%
52	10%	14%	13%
65	8%	15%	13%
82	9%	17%	16%
104	8%	18%	14%
130	9%	18%	12%
164	10%	18%	11%
207	10%	16%	9%
261	12%	17%	8%
329	12%	16%	7%
414	15%	14%	8%
522	11%	11%	10%
658	9%	15%	2%

**Tabela 4A.10:** Distribuição do fator de forma arredondamento - Experimento 5.

Deq ( $\mu\text{m}$ )	Tempo (min)		Média
	0	15	
26	0,99	0,95	0,97
33	0,92	0,87	0,90
41	0,91	0,80	0,86
52	0,89	0,75	0,82
65	0,89	0,72	0,80
82	0,87	0,70	0,79
104	0,87	0,73	0,80
130	0,84	0,73	0,79
164	0,82	0,73	0,77
207	0,80	0,72	0,76
261	0,76	0,68	0,72
329	0,70	0,65	0,67
414	0,66	0,61	0,64
522	0,62	0,57	0,60
658	0,55	0,51	0,53

**Tabela 4A.11:** Distribuição do CV para o fator de forma arredondamento - Experimento 5.

Deq ( $\mu\text{m}$ )	Tempo (min)		Média
	0	15	
26	8%	9%	3%
33	11%	11%	4%
41	11%	13%	9%
52	10%	15%	12%
65	8%	15%	15%
82	9%	16%	15%
104	8%	16%	12%
130	9%	16%	10%
164	10%	16%	8%
207	10%	16%	8%
261	12%	16%	7%
329	12%	15%	6%
414	15%	14%	5%
522	11%	13%	6%
658	9%	16%	5%

### C. Distribuição de Tamanho

A Tabela 4.A.12 apresenta os valores de distribuição de tamanho de partícula inicial utilizados por SOUZA (2007) para granulação de suco de goiaba em pó, em leite fluidizado.

**Tabela 4A.12::** Distribuição de Tamanho (SOUZA, 2007)

<b>Intervalo de Tamanho (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Distribuição Percentual</b>	<b>Número de Partículas (<math>10^7</math>)</b>
7,1	0,97%	0,88
8,9	1,16%	1,06
11,2	1,32%	1,19
14,2	2,23%	2,02
17,9	3,24%	2,94
22,5	5,10%	4,64
28,3	7,08%	6,43
35,7	9,68%	8,79
45	13,36%	12,1
57	15,26%	13,9
71	13,8%	12,5
90	11,22%	10,2
113	7,6%	6,90
143	4,74%	4,30
180	1,65%	1,50
227	0,97%	0,88
286	0,57%	0,52
360	0,06%	0,06
<b>Total</b>	<b>100%</b>	<b>90,8</b>

### D. Velocidade Terminal e de Bolha

A Tabela 4.A.13 apresenta os valores de velocidade e de velocidade bolha, para cada experimento.

**Tabela 4A.13:** Velocidade Terminal e de Bolha

Deq ( $\mu\text{m}$ )	Velocidade Terminal (m/s)				
	Exp. 1	Exp. 2	Exp. 3	Exp. 4	Exp. 5
26	0,022	0,022	0,022	0,021	0,022
33	0,035	0,034	0,035	0,033	0,034
41	0,054	0,052	0,053	0,051	0,052
52	0,082	0,081	0,081	0,078	0,080
65	0,126	0,120	0,122	0,119	0,123
82	0,191	0,181	0,181	0,176	0,186
104	0,282	0,265	0,264	0,259	0,279
130	0,407	0,388	0,375	0,372	0,408
164	0,571	0,542	0,519	0,515	0,586
207	0,771	0,741	0,695	0,700	0,810
261	0,997	0,960	0,897	0,894	1,083
329	1,208	1,193	1,072	1,102	1,398
414	1,419	1,411	1,294	1,291	1,784
522	1,606	1,614	1,481	1,476	2,332
658	1,689	1,815	1,578	1,789	2,712
828	2,030	2,012	1,828	1,869	3,175
<b>Velocidade de Bolha (m/s)</b>	<b>1,108</b>	<b>0,890</b>	<b>0,666</b>	<b>0,666</b>	<b>0,890</b>

Obs: Valores sombreados onde a velocidade terminal é maior do que a velocidade de bolha.

## **CAPÍTULO 5: Modelagem do Processo de Granulação.**

### **5.1. Introdução**

O processo de granulação de partículas em leito fluidizado, apesar de utilizado em diversas indústrias, possui poucos estudos na área de modelagem de produtos acabados. A maioria dos estudos de modelagem é realizada com partículas modelo, principalmente esferas de vidro, que podem ter comportamento bem distinto de partículas reais que, por exemplo, podem se dissolver no líquido ligante e apresentar problemas de incrustação e elutriação significantes.

Dentre os diversos tipos de modelos existentes para modelagem do crescimento das partículas durante processos de granulação, duas abordagens têm sido mais aplicadas: os modelos de elementos discretos (DEM), os quais processam as colisões partícula a partícula (GOLDSCHMIDT et al., 2003) e os modelos de balanço populacional (MBP). A grande limitação do modelo de elementos discretos diz respeito ao grande esforço computacional necessário (LIU et al., 2011), inviabilizando seu uso para simulação de processos industriais. Diversos autores trabalharam com modelos baseados em balanços populacionais para simulação de processos de granulação, por esses modelos apresentarem bons resultados e apresentarem alta eficiência computacional (LIU et al., 2011; POON et al., 2009; PEGLOW et al., 2007; TAN et al., 2006a; LIU e LITSTER, 2002).

Nos anos recentes, vários modelos teóricos foram desenvolvidos para tentar prever a probabilidade de coalescência com base nas propriedades físicas das partículas primárias, dos grânulos e ligante. Entretanto, os modelos não conseguem prever resultados com base nas condições operacionais do processo, mas apenas ajustando parâmetros aos dados experimentais (REINHOLD et al., 2011; RAJNIK et al., 2009).

Não existe na literatura registro de uso do MBP concomitantemente ao uso de modelos de elutriação e incrustação de partículas. Não considerar a saída de

partículas do sistema devido à elutriação e à incrustação causa distorção no resultado do MBP, podendo interferir nas conclusões obtidas, já que este contabilizaria as partículas retiradas do sistema como partículas aglomeradas.

O presente capítulo tem como objetivos apresentar o resultado da utilização do MBP em uso conjunto do modelo de elutriação e incrustação, apresentado no capítulo anterior, para o processo de granulação de suco de goiaba em pó, em diferentes condições experimentais. Além disso, é apresentada, e validada, uma correlação para estimativa das constantes do MBP, dentro do intervalo de condições operacionais estudadas.

### **5.2. Materiais e Métodos**

#### **5.2.1. Matéria-Prima e Parâmetros Operacionais**

Suco de goiaba em pó foi utilizado como matéria-prima em todos os experimentos. O produto foi obtido por secagem em *spray drier* e fornecido pela indústria *Grupo Centro-Flora*, localizada na cidade de Botucatu – SP. Trata-se de um produto rico em carboidratos.

Foram utilizados os dados experimentais obtidos no Capítulo 3 – *Granulação de Suco de Goiaba em Pó em Leito Fluidizado* (Seção 3.2.1. *Matéria-Prima*, Seção 3.2.3. *Parâmetros Operacionais*, Seção 3.3.2.2. *Diâmetro Médio*, Seção 3.3.2.3. *Distribuição de Tamanho* e Seção 3.3.2.4. *Análise de Forma*). Os dados foram adquiridos em cinco condições operacionais distintas, sendo duas cinéticas de granulação. Os parâmetros experimentais estão dispostos na Tabela 5.1. Os parâmetros dos experimentos foram determinados a partir de testes preliminares que visaram averiguar por quanto tempo, dadas às condições experimentais, poderia ocorrer a granulação. Tal ponto foi determinado ou por rendimento do processo inferior a 40% em massa, ou por defluidização do sistema. Em cada tempo de medição, de cada experimento, toda a massa de pó foi retirada para posterior análise. O experimento 5 foi realizado com três repetições como forma de averiguar a repetibilidade do sistema. Estas condições

não são ótimas em termos do rendimento do processo, entretanto, Souza (2007) averiguou a capacidade do MBP de simular o processo na condição ótima, com bons resultados. Ressalta-se que, para que se possa utilizar o MBP para otimização de processos, cabe verificar a sua capacidade de simular o processo de granulação fora das condições ótimas de rendimento.

**Tabela 5. 1:** Parâmetros operacionais do granulador.

Parâmetro	Exp. 1	Exp. 2	Exp. 3	Exp. 4	Exp. 5
<b>Parâmetros Fixos</b>					
Altura do Bico de Aspersão (cm)	60	60	60	60	60
Massa de Amostra (kg)	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
Pressão de atomização (bar)	1	1	1	1	1
<b>Parâmetros Variáveis</b>					
Temperatura do ar (°C)	50	60	50	70	60
Vazão de água no bico aspersor (mL/ min)	1	0,3	1	1	2
Velocidade do ar de fluidização (m/s)	0,62	0,50	0,39	0,39	0,50
Tempo de Processo (min)	8	50	15	15	12
Intervalo de Medição (min)	2	10	15	15	12
Total de Pontos Experimentais	6	7	2	2	2
Repetições	1	1	1	1	3

### 5.2.2. Ajuste do Modelo

Foi trabalhado o modelo de balanço populacional (MBP), na forma discreta, com os termos de coalescência, quebra e perdas por elutriação e incrustação.

Para o termo de coalescência foram estudados três núcleos de coalescência (*kernels*) (Tabela 5.2). Souza (2007), trabalhando com diferentes núcleos de coalescência propostos na literatura, constatou que aqueles núcleos que favoreciam a coalescência em virtude do gradiente de tamanho entre as partículas colidentes, eram os núcleos que forneciam melhores ajustes. Desta

forma, foram estudados os núcleos de coalescência propostos por Hounslow (1998), Souza (2007) e um terceiro proposto por este trabalho. O núcleo proposto por Souza (2007) foi modificado pela inserção do termo volume do reator, para que o termo  $\beta_0$  estivesse nas mesmas unidades dos outros núcleos (1/s). Além disso, foi inserido o expoente 0,0001, que propiciou melhor ajuste aos dados experimentais.

**Tabela 5.2:** Núcleos de coalescência utilizados neste trabalho.

<b>Núcleo de Coalescência</b>	<b>Referência</b>	<b>Comentário</b>
$\beta_{i,j} = \beta_0(t)(d_i + d_j)^2 \sqrt{\frac{1}{deq_i^3} + \frac{1}{deq_j^3}}$	HOUNSLOW (1998)	Favorece as colisões entre partículas pequenas e grandes.
$\beta = \beta_0 \left( \frac{ u-v }{V_{leito}} \right)^{0,0001}$	SOUZA (2007)	Favorece as colisões de maior gradiente de tamanho.
$\beta = \beta_0 \left( \frac{u}{v} \right), \text{ onde } u > v$	SOUZA (2012)	Favorece as colisões de maior gradiente de tamanho.

Para modelar a quebra das partículas no equipamento, foi utilizado o termo de quebra, modificando a forma sugerida por Tan et al. (2004) para base volumétrica e com o valor do índice q igual a 1 (Equações 5.1 e 5.2):

$$v(u) \cdot P(v/u) = \frac{1}{u} \tag{5.1}$$

$$b(u,t) = S_0 \cdot deq_i \tag{5.2}$$

onde  $deq_i$  é o diâmetro equivalente da partícula pertencente ao intervalo de tamanho  $i$ , em m,  $S_0$  é a constante de quebra, em 1/(m·s). Não foi considerado o termo da Equação 5.1 (desaparecimento por quebra) para partículas de intervalo de tamanho igual ao primeiro intervalo de tamanho (26  $\mu\text{m}$ ), ou seja, foi considerado que a taxa de quebra de partículas de tamanho menor ou igual a 26

um não é significativa frente à taxa de quebra de partículas pertencentes a intervalos de tamanho superiores.

Desta forma, o modelo de balanço populacional (MBP) proposto por Houslow (1988) foi modificado, pela adição do termo de quebra, ficando o sistema de equações diferenciais da seguinte forma (Equação 5.3):

$$\begin{aligned}
 \frac{dN_1}{dt} &= -N_1 \sum_{j=1}^l \beta_{1,j} N_j + \sum_{j=2}^l N_j \cdot S_0 \cdot deq_j \cdot \frac{1}{V_j} \\
 \frac{dN_2}{dt} &= \frac{1}{2} \beta_{1,1} N_1^2 - N_2 \sum_{j=1}^l 2^{j-2} \beta_{2,j} N_j - N_2 \sum_{j=2}^l \beta_{2,j} N_j - N_2 \cdot S_0 \cdot deq_2 + \sum_{j=3}^l N_j \cdot S_0 \cdot deq_j \cdot \frac{1}{V_j} \\
 &\vdots \\
 \frac{dN_l}{dt} &= N_{l-1} \sum_{j=1}^{l-2} 2^{j-l+1} \beta_{l-1,j} N_j + \frac{1}{2} \beta_{l-1,l-1} N_{l-1}^2 - N_l \sum_{j=1}^{l-1} 2^{j-l} \beta_{l,j} N_j - N_l \sum_{j=1}^l \beta_{l,j} N_j - N_l \cdot S_0 \cdot deq_l + \sum_{j=l+1}^l N_j \cdot S_0 \cdot deq_j \cdot \frac{1}{V_j}
 \end{aligned} \tag{5.3}$$

As partículas elutriadas e incrustadas foram removidas do sistema utilizando os modelos desenvolvidos no Capítulo 4.

Para a elutriação:

$$N_{iet} = f \cdot N_{i0} \cdot (1 - e^{-k_i \cdot t}) \tag{4.13}$$

onde,

$$f = \left( \frac{d_{base}}{d_c} \right)^B \tag{4.14}$$

$$B = \frac{V_0}{V_{mf}} \tag{4.15}$$

$$k_i = k_i^* \cdot n_{i0} \cdot \frac{A_{il}}{N_{T0}} \tag{4.16}$$

$$k_i^* = (\rho_g \cdot V_0) \cdot \left\{ 0,0001 + 130 \cdot \exp \left[ -10,4 \cdot \left( \frac{V_{ii}}{V_0} \right)^{0,5} \cdot \left( \frac{V_{mf}}{V_0 - V_{mf}} \right)^{0,25} \right] \right\} \tag{5.4}$$

$$V_{ii} = U_{ii}^* \cdot \left[ \frac{\mu \cdot (\rho_s - \rho_g) \cdot g}{\rho_g^2} \right]^{\frac{1}{3}} ; \text{Re}_p < 25\ 000 \tag{4.4}$$

$$U_{ti}^* = \left( \frac{18}{d_{pi}^{*2}} + \frac{2,335 - 1,744 \cdot \bar{A}_{ri}}{d_{pi}^{*0,5}} \right)^{-1}; 0,5 < \bar{A}_{ri} < 1 \quad (4.5)$$

$$d_p^* = \left[ \frac{d_{eqi}^3 \cdot \rho_g \cdot (\rho_s - \rho_g) \cdot g}{\mu^2} \right]^{\frac{1}{3}} \quad (4.6)$$

$$Re_p = \frac{\rho_s \cdot V_0 \cdot deq_{m\u00e9dio}}{\mu} \quad (4.7)$$

Para a incrustação:

$$N_{inc,i} = E \cdot N_{i0} \cdot e^{Inc_i \cdot t} \quad (4.19)$$

onde,

$$Inc_i = Inc_0 \cdot \left( \frac{v_i}{v_{leito}} \right)^{0,01} \quad (4.21)$$

$$Inc_0 = \frac{1}{T_f} \cdot \left( \frac{V_0}{V_{mf}} \right)^{1,3} \cdot \ln \left( 8,75 \cdot 10^5 \cdot \frac{\dot{V}_{lig}}{V_0} \right) \cdot 0,310 \quad (4.24)$$

$N_{iet}$  é o número de partículas de tamanho  $i$  elutriadas no tempo  $t$ ;  $N_{i0}$  é o número de partículas de tamanho  $i$  presentes no leito no tempo 0;  $n_{i0}$  é o número de partículas de tamanho  $i$ , por massa de partículas, presentes no leito no tempo 0, em 1/kg;  $f$  é um fator de ajuste à geometria do equipamento;  $d_{base}$  é o diâmetro da base do leito, em m;  $d_c$  é o diâmetro da coluna de acrílico do leito, em m;  $N_{T0}$  é o número total de partículas no tempo 0;  $A_{ti}$  é a área transversal do leito, em m<sup>2</sup> (0,018 m<sup>2</sup>),  $V_{ti}$  é a velocidade terminal da partícula de tamanho  $i$ , em m/s,  $\rho_g$  é a densidade do ar de fluidização, em kg/m<sup>3</sup>,  $\rho_s$  é a densidade da partícula, em kg/m<sup>3</sup>;  $U_{ti}^*$  é a velocidade do ar adimensional para partículas de tamanho  $i$ ;  $d_{pi}^*$  é o tamanho de partícula adimensional;  $deq_{m\u00e9dio}$  é o diâmetro equivalente médio das partículas;  $\mu$  é a viscosidade do ar de fluidização, em Pa·s;  $\bar{A}_{ri}$  é o arredondamento médio das partículas de tamanho  $i$ , ao longo da granulação;  $Inc_0$  é a constante de incrustação, em 1/s;  $v_i$  é o volume da partícula, em m<sup>3</sup>;  $v_{leito}$  é o volume interno do

leito, igual a 0,0022 m<sup>3</sup>; T<sub>f</sub> é a temperatura do ar de fluidização, em K;  $\dot{V}_{lig}$  é a vazão de líquido ligante, em m<sup>3</sup>/s e  $\dot{V}_0$  é a vazão do ar de fluidização, em m<sup>3</sup>/s.

### 5.2.3. Resolução do Modelo de Balanço Populacional

Para resolução das equações de balanço populacional, foram utilizados os algoritmos desenvolvidos por Souza (2007) para o *software* SCILAB 4.0. Tais algoritmos utilizam o método de Runge-Kutta de 4<sup>a</sup> ordem, para resolução do sistema de equações diferenciais ordinárias.

Pelo método de Runge-Kutta (RK) de 4<sup>a</sup> ordem para resolução de sistemas de EDO's, tem-se que, dado um sistema compostos das funções  $y_1, y_2, \dots, y_I$ , tal que (Equação 5.5):

$$\frac{dy_i}{dt} = f(t, y_1, y_2, \dots, y_I) \quad (5.5)$$

onde t é o tempo. O valor de  $y_i$  no tempo z+1 é dado pelas Equações de 5.6 a 5.10 (CHAPRA e CANALE, 1990):

$$y_{i,z+1} = y_{i,z} + \left[ \frac{1}{6} (K_{i,1} + 2K_{i,2} + 2K_{i,3} + K_{i,4}) \right] h \quad (5.6)$$

onde,

$$K_{i,1} = f(t_z, y_{i,z}, y_{i+1,z}, \dots, y_{I,z}) \quad (5.7)$$

$$K_{i,2} = f\left(t_z + \frac{h}{2}, y_{i,z} + \frac{hK_{i,1}}{2}, y_{i+1} + \frac{hK_{i+1,1}}{2}, \dots, y_I + \frac{hK_{I,1}}{2}\right) \quad (5.8)$$

$$K_{i,3} = f\left(t_z + \frac{h}{2}, y_{i,z} + \frac{hK_{i,2}}{2}, y_{i+1} + \frac{hK_{i+1,2}}{2}, \dots, y_I + \frac{hK_{I,2}}{2}\right) \quad (5.9)$$

$$K_{i,4} = f(t_z + h, y_{i,z} + hK_{i,3}, y_{i+1} + hK_{i+1,3}, \dots, y_I + hK_{I,3}) \quad (5.10)$$

Para o sistema utilizado (Equação 5.3), tem-se que  $y$  é igual a  $N$ , o número de partículas,  $I$  é o número de intervalos de tamanho,  $i$  é o intervalo de tamanho analisado, e  $t$  é o tempo.

Para o ajuste dos valores de  $\beta_0$  e  $S_0$ , foi utilizada a minimização do valor de Qui-Quadrado (Equação 5.11):

$$\chi^2(\beta_0, S_0) = \sum_i \sum_z \frac{[x_{\text{exp } i}(t_z) - x_{\text{sim } i}(t_z, \beta_0, S_0)]^2}{x_{\text{exp } i}} \quad (5.11)$$

onde,

$$x_{\text{exp } i}(t_z) = \frac{N_i(t_z)}{N_{\text{total}}(t_z)} \cdot 100 \quad (5.12)$$

$$x_{\text{sim } i}(t_z) = \frac{\hat{N}_i(t_z, \beta_0, S_0)}{\hat{N}_{\text{total}}(t_z, \beta_0, S_0)} \cdot 100 \quad (5.13)$$

onde  $\chi^2(\beta_0, S_0)$  é o valor de Qui-Quadrado para um determinado valor de  $\beta_0$  e  $S_0$ ,  $N_i(t_z)$  é o número de partículas no intervalo  $i$  do tempo  $z$  e  $\hat{N}_i(t_z, \beta_0, S_0)$  é o número de partículas no intervalo  $i$ , do tempo  $t_z$ , obtidas por simulação utilizando um valor de  $\beta_0$  e de  $S_0$ ,  $N_{\text{total}}(t_z)$  é o número total de partículas no tempo  $z$  e  $\hat{N}_{\text{total}}(t_z, \beta_0, S_0)$  é o número total de partículas no tempo  $z$  obtidas por simulação utilizando um determinado valor de  $\beta_0$  e de  $S_0$ .

Os valores de  $\beta_0$  e de  $S_0$  foram determinados utilizando a metodologia de Pesquisa Sequencial (BAJPAI et al., 1980), própria para resolução de problemas não-lineares. Tal metodologia está devidamente detalhada no Capítulo 4 – *Elutriação e Incrustação Durante a Granulação* (Seção 4.2.3.1. *Estimativa dos Parâmetros*).

O programa pode ser resumido, em linhas gerais, da seguinte forma:

1. *Dados de inicialização*: Os seguintes dados devem ser fornecidos ao programa:
  - a. Dados experimentais da cinética de granulação, em todos os tempos;
  - b. Número de intervalos de tamanho utilizado;
  - c. Valores dos diâmetros equivalentes de cada intervalo de tamanho;
  - d. Faixa de varredura dos valores de  $\beta_0$ , ou de  $S_0$  (um dos dois parâmetros deve permanecer fixo em cada rodada), com a respectiva taxa de aumento;
  - e. Passo de tempo utilizado;
  - f. Tempo final de granulação;
  - g. Os intervalos de tempos utilizados na medição dos valores experimentais da cinética de granulação;
  - h. Densidade do ar de fluidização, em kg/m<sup>3</sup>;
  - i. A densidade da partícula, em kg/m<sup>3</sup>;
  - j. A distribuição dos valores de arredondamento (valores médios ao longo da granulação, para cada intervalo de tamanho);
  - k. Viscosidade do ar de fluidização, em Pa·s;
  - l. Diâmetro da coluna do equipamento, em m;
  - m. Velocidade do ar de fluidização, em m/s;
  - n. A distância, acima do distribuidor de ar, onde está sendo avaliado o diâmetro de bolha;
  - o. Diâmetro da base do equipamento, em m;
  - p. Temperatura do ar de fluidização, em K;
  - q. Massa total inicial de partículas, em kg;
  - r. Vazão de líquido ligante, em m<sup>3</sup>/s;
  - s. Vazão do ar de fluidização, em m<sup>3</sup>/s;
  - t. Volume total do leito, em m<sup>3</sup>;
  - u. Tempo inicial da granulação, em min;
  - v. Tempo de início da adição de ligante, em min;

2. *Cálculo das constantes de elutriação e incrustação:* Utilizando as equações 5.4, 4.14, 4.15, 4.4, 4.5, 4.6, 4.7, 4.21 e 4.24, foram calculadas as constantes de elutriação e incrustação;
3. *Definição dos valores de  $\beta_0$  e  $S_0$ :* Com base nos valores de entrada, é selecionado o par de valores da taxa de aglomeração e da taxa de quebra;
4. *Resolução do MBP:* o sistema de EDO's (Equação 5.3) é resolvido utilizando o método de RK de 4ª ordem, com passo de 1 min, para cada intervalo de tamanho;
5. *Remoção de partículas por elutriação e incrustação:* Após o programa ter calculado a distribuição de tamanho, em cada tempo, pela resolução do MBP, há o processo de remoção das partículas por elutriação e por incrustação, utilizando as equações 4.13 e 4.19;
6. *Cálculo do valor de  $\chi^2 (\beta_0, S_0, t_z)$ :* Para cada valor de  $\beta_0$  (ou  $S_0$ ), o programa calcula o respectivo valor para  $\chi^2$ .
7. *Cálculo do total de partículas elutriadas e incrustadas:* Empregando as Equações 4.13 e 4.19, o programa calcula o total de partículas incrustadas e elutriadas, para cada intervalo de tamanho, ao longo de todo o tempo de granulação.
8. *Dados de saída do programa:* O programa libera os seguintes dados: o menor valor de  $\chi^2 (\beta_0, S_0)$  encontrado, os respectivos valores de  $\beta_0$  e  $S_0$ , as distribuições obtidas para cada valor de  $\beta_0$  (ou  $S_0$ ), a distribuição de partículas elutriadas, a distribuição de partículas incrustada e todos os valores de  $\chi^2$  obtidos.

A Figura 5.1 apresenta um fluxograma descritivo do funcionamento do programa utilizado para o ajuste do modelo de balanço populacional:

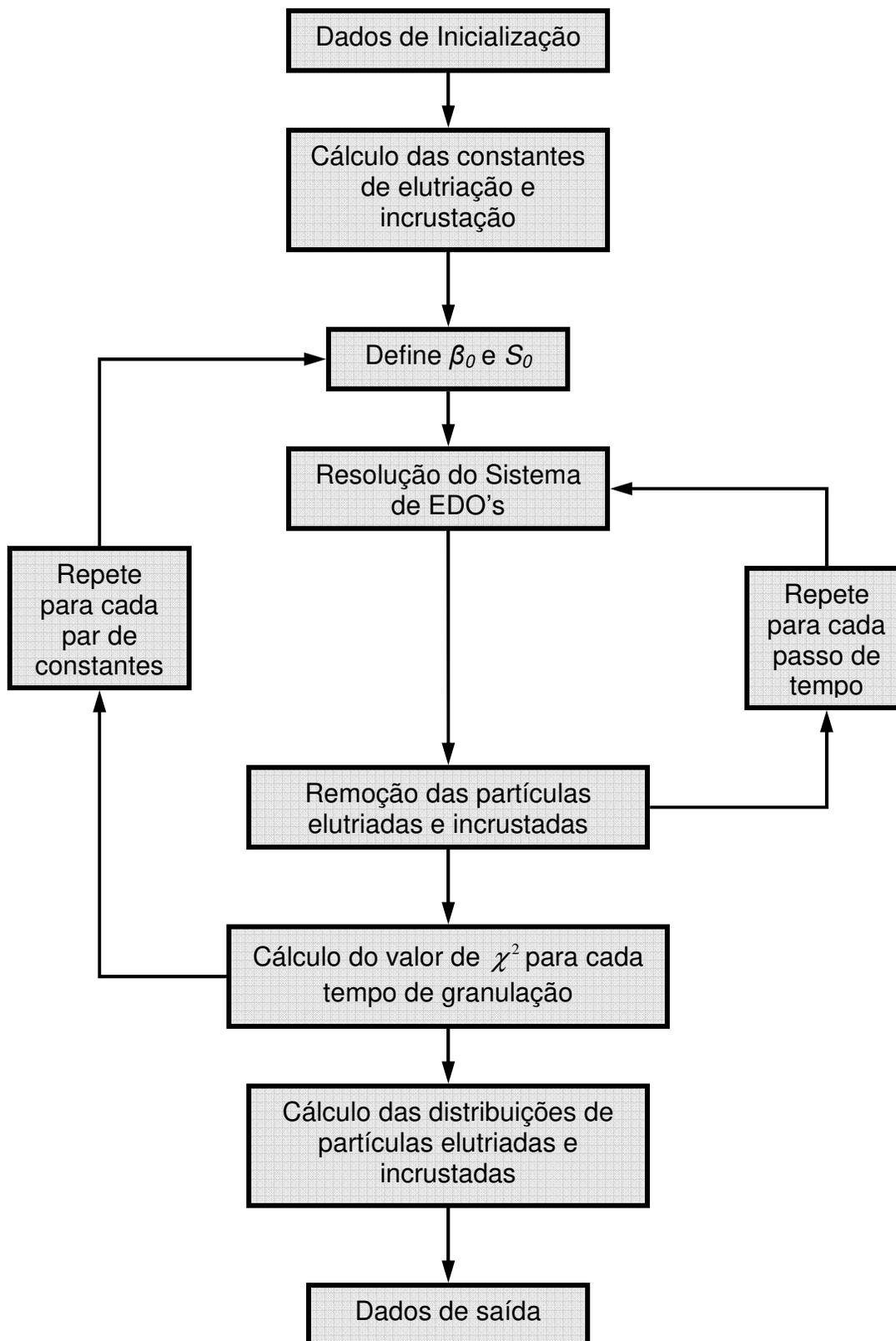


Figura 5.1: Fluxograma do algoritmo utilizado para resolução do MBP.

#### 5.2.4. Estimativa das Constantes de Aglomeração e de Quebra

Como forma de estimar os valores das constantes de aglomeração ( $\beta_0$ ) e de quebra ( $S_0$ ), foram propostas duas correlações (Equações 5.14 e 5.15), cujas variáveis foram escolhidas com base nos resultados experimentais apresentados no Capítulo 3 – *Granulação de Suco de Goiaba em Pó em Leito Fluidizado* (Seção 3.3.2.2. *Diâmetro Médio* e 3.3.2.3. *Distribuição de Tamanho*) e nas diversas tendências experimentais existentes na literatura:

$$\beta_0 = \left( \frac{T_{eb}}{T_f} \right)^{a_1} \cdot \left( \frac{V_{ar}}{V_{mf}} \right)^{a_2} \cdot \exp(a_3 \cdot S_0) \cdot a_4 \quad (5.14)$$

$$S_0 = \exp \left( a_5 \cdot V_{ar} + a_6 \cdot \frac{\dot{V}_{lig}}{\dot{V}_0} \right) \cdot a_7 \quad (5.15)$$

onde  $T_f$  é a temperatura do ar de fluidização, em K;  $T_{eb}$  é a temperatura de ebulição do líquido ligante, em K;  $V_{ar}$  é a velocidade do ar de fluidização, em m/s;  $V_{mf}$  é a velocidade mínima de fluidização, em m/s;  $\dot{V}_{lig}$  é a vazão de líquido ligante, em m<sup>3</sup>/s;  $\dot{V}_0$  é a vazão do ar de fluidização, em m<sup>3</sup>/s; e  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$ ,  $a_4$ ,  $a_5$ ,  $a_6$  e  $a_7$  são constantes empíricas.

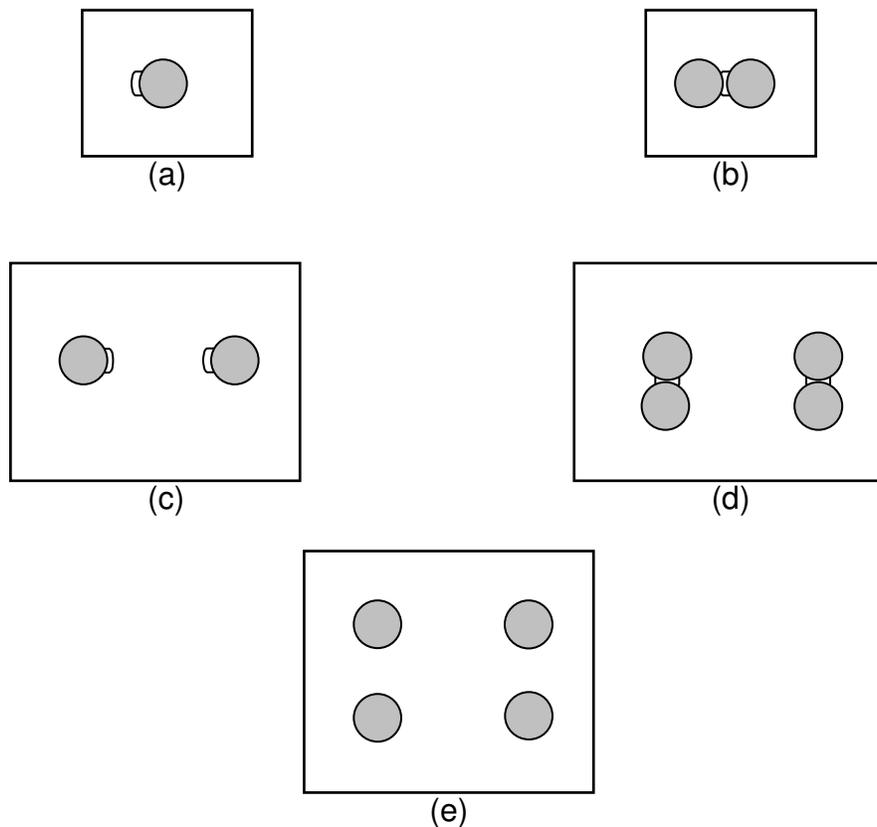
Diversas tentativas de incluir o diâmetro na correlação para o  $\beta_0$  foram realizadas, mas nenhuma influenciou nos resultados obtidos pelo modelo. Pelo visto, o impacto do diâmetro se dá preponderantemente pela relação entre os volumes das partículas colidentes, que é a segunda parte do  $\beta$  (U/V). O  $\beta_0$  depende basicamente das condições operacionais.

O lado direito da equação 5.14 pode ser dividido em 4 termos. O primeiro termo diz respeito ao efeito do aumento na temperatura do ar de fluidização na redução da constante de aglomeração, este efeito se deve ao fato de que com uma maior temperatura do ar de fluidização há uma secagem mais rápida do líquido ligante, fazendo com que este evapore antes que as partículas aglomerem. Este efeito foi verificado nos experimentos de Dacanal e Menegalli (2009), com a

granulação de suco de acerola em pó, em leito fluidizado, utilizando água como ligante. Tan et al. (2006b) trabalhando com esferas de vidro granuladas em leito fluidizado, utilizando PEG como ligante, obtiverem uma conclusão inversa. Ressalta-se, entretanto, a natureza diversa das condições experimentais de Tan et al. (2006b). Enquanto no sistema suco de acerola/água um aumento da temperatura significa uma menor interação entre as partículas e o ligante, devido à evaporação deste, no sistema vidro/PEG, um aumento na temperatura significa uma maior interação entre as partículas e o ligante por retardar a solidificação deste. Por entender que o sistema suco de goiaba/água é semelhante ao sistema suco de acerola/água, o modelo proposto propõe que a constante de aglomeração diminua com o aumento da temperatura.

O segundo termo da equação 5.14 diz respeito ao aumento da aglomeração com o aumento da velocidade de fluidização. Fisicamente, o aumento da velocidade do ar de fluidização aumenta o número de colisões das partículas entre si, com conseqüente aumento da taxa de aglomeração, ao mesmo tempo em que aumenta a força com que as mesmas colidem entre si e com o as paredes do equipamento, aumentando a chance de quebra. Este segundo efeito aparece no primeiro termo à direita da equação 5.15, referente à constante de quebra. Dacanal e Menegalli (2009) detectaram apenas este segundo o efeito. Seu modelo estatístico, obtido através da metodologia de planejamento experimental, apresentava um termo negativo (indicando uma redução da taxa de aglomeração pelo aumento da velocidade do ar de fluidização).

O terceiro termo à direita da Equação 5.14 é um ajuste referente à constante de quebra, verificado ao longo do processo de Pesquisa Seqüencial. Com o aumento da constante de quebra, há um aumento nas frações de tamanho de partículas menores e uma redução na fração de partículas maiores, o que torna necessário um aumento na constante de aglomeração para a realização do ajuste. Além deste efeito estatístico do ajuste destas constantes, um possível mecanismo que explica o fato de que com uma constante de quebra maior ( $S_0$ ) há uma maior freqüência de colisões bem sucedidas em se formar um aglomerado ( $\beta$ , que é função de  $\beta_0$ ) está ilustrado na Figura 5.2:



**Figura 5.2:** Mecanismo do impacto de  $S_0$  sobre  $\beta_0$ .

Seja o tempo  $t$ , no qual uma partícula recebe uma pequena quantidade de ligante (Figura 5.2 (a)). Esta partícula úmida, ao colidir com outra partícula seca, é bem sucedida em formar um aglomerado (função de  $\beta_0$ ), ilustrado na Figura 5.2 (b). Como a quantidade de ligante é pequena, ou porque a velocidade do ar de fluidização é muito alta, esta ligação é rompida, originando a quebra do aglomerado (função de  $S_0$ ) – Figura 5.2 (c). Entretanto, apesar da quebra, as partículas permanecem com um ponto úmido até que o ligante seja completamente evaporado, sendo que, enquanto isto não ocorrer, estas partículas ao entrarem em contato com outras partículas, irão originar mais colisões bem sucedidas em formar aglomerados (maior valor do  $\beta_0$ ) – Figura 5.2 (d). Por mais que estas ligações não resistam às colisões futuras (Figura 5.2 (e)), não resultando em aumento do diâmetro médio das partículas. No caso de uma baixa

taxa de quebra, as partículas colidentes permanecem unidas e não existe disponibilidade de partes úmidas destas partículas para colisões com outras (Figura 5.2 (b)), enquanto estas não receberem mais ligante. Ou seja, por mais que haja uma menor freqüência de colisões bem sucedidas em formar aglomerados (resultando em um menor  $\beta_0$ ), há um maior taxa de crescimento de tamanho das partículas, pela menor taxa de quebra (menor valor  $S_0$ ).

O quarto termo da Equação 5.14, assim como o terceiro termo da Equação 5.15, é uma constante de proporcionalidade.

O segundo termo à direita da equação 5.15, diz respeito à diminuição na taxa de quebra devido ao aumento na vazão de ligante. Este aumento pode ser minimizado pelo aumento na vazão do ar de fluidização, que pode arrastar as gotículas de ligante. Quanto maior a adição de ligante, maior a força das ligações entre as partículas e menor a chance de quebra das mesmas. Diversos autores não trabalharam diferenciando os efeitos de aglomeração e de quebra, apenas verificando a taxa de aumento de tamanho das partículas. Neste sentido, Tan et al. (2006b) verificaram um aumento na taxa de crescimento das partículas com o aumento da vazão de ligante. Estas considerações demonstram a correspondência entre as correlações propostas por este trabalho (Equações 5.14 e 5.15) e as diversas tendências experimentais encontradas na literatura.

Para estimativa das constantes presentes nas Equações 5.14 e 5.15, foi utilizada a metodologia de Pesquisa Sequencial, descrita no Capítulo 4 – *Elutriação e Incrustação Durante a Granulação* (Seção 4.2.3.1. *Estimativa dos Parâmetros*). Para tanto, foi feita uma estimativa da faixa de aceitação dos parâmetros utilizando a metodologia descrita na seção anterior e calculado o valor médio desta faixa. Foi utilizado como critério para estabelecimento desta faixa que o p-valor para cada ponto experimental se situasse na faixa de 85% ou o valor máximo do erro relativo para o diâmetro médio fosse menor do que 10%. A Pesquisa Seqüencial foi feita, então, visando minimizar a soma dos desvios-relativos entre os valores ajustados médios e os valores estimados do parâmetro, desde que respeitasse a faixa de aceitação. Assim, mesmo que uma alteração no valor de uma constante proporcionasse uma redução no desvio-relativo total, se

esta alteração proporcionasse um valor do parâmetro estimado fora da faixa de aceitação, tal alteração não seria realizada, seguindo o procedimento para o passo seguinte.

### 5.2.5. Validação do Modelo

Como forma de validar as correlações propostas na seção anterior, foram utilizados os dados experimentais de Souza (2007) para granulação de suco de goiaba em pó em leito fluidizado. As condições experimentais e as distribuições de tamanho utilizadas foram descritas no Capítulo 4 – *Elutriação e Incrustação Durante a Granulação* (Seção 4.2.4 – *Validação do Modelo* e Anexo B do mesmo capítulo).

**Tabela 4.5:** Parâmetros operacionais do granulador (SOUZA, 2007).

Parâmetro	Valor
Altura do Bico de Aspersão (cm)	60
Massa de Amostra (kg)	0,25
Temperatura do ar (°C)	80
Vazão de água no bico aspersor (mL/ min)	0,5
Pressão de atomização (bar)	1
Velocidade do ar de fluidização (m/s)	0,25
Velocidade Mínima de Fluidização (m/s)	0,17
Tempo de Processo (min)	20
Rendimento do Processo	91,5 %

### 5.3. Resultados e Discussão

#### 5.3.1. Ajuste das Constantes do MBP aos Dados Experimentais

Foram feitos ajustes das constantes de aglomeração e de quebra aos dados experimentais, utilizando 3 diferentes núcleos de aglomeração. Os resultados do somatório do valor de Qui-Quadrado, para cada um dos experimentos, podem ser observados na Tabela 5.3:

**Tabela 5.3:** Valor das constantes de aglomeração e de quebra, obtidos por ajuste aos dados experimentais, valor de Qui-Quadrado e condições operacionais, para cada experimento.

Exp.	Constante de Aglomeração, $\beta_0$ (1/min)		Constante de Quebra, $S_0$ (1/(m·min))	Qui-Quadrado	Temp. (°C)	Vazão Ligante (mL/min)	Velocidade do Ar de Fluidização (m/s)
	Tipo	Valor (1/min)					
1	SOUZA (2012)	7,20E-11	0,0	68,4	50	1,0	0,62
1	SOUZA (2007)	1,70E-09	0,0	61,6	50	1,0	0,62
1	HOUSLOW (1998)	1,60E-11	10,0	64,2	50	1,0	0,62
2	SOUZA (2012)	4,50E-11	0,0	142,9	60	0,3	0,50
2	SOUZA (2007)	4,00E-10	0,0	307,9	60	0,3	0,50
2	HOUSLOW (1998)	4,50E-12	0,0	307,0	60	0,3	0,50
3	SOUZA (2012)	6,20E-13	8,2	3,9	50	1,0	0,39
3	SOUZA (2007)	7,80E-11	7,4	3,7	50	1,0	0,39
3	HOUSLOW (1998)	0	1,0	9,2	50	1,0	0,39
4	SOUZA (2012)	1,50E-12	12,0	2,938	70	1,0	0,39
4	SOUZA (2007)	3,80E-12	7,4	2,77	70	1,0	0,39
4	HOUSLOW (1998)	9,50E-13	10,0	2,743	70	1,0	0,39
5	SOUZA (2012)	6,20E-19	2,1	1,6	60	2,0	0,50
5	SOUZA (2007)	2,30E-10	4,8	7,08	60	2,0	0,50
5	HOUSLOW (1998)	2,70E-12	9,6	1,73	60	2,0	0,50

Observa-se na Tabela 5.3 que o núcleo de coalescência proposto por este trabalho (SOUZA, 2012) foi o que apresentou o melhor resultado para os experimentos 2 e 5, sendo que o núcleo de coalescência proposto por Souza

(2007) foi o melhor para os experimentos 1 e 3. Por fim, o núcleo de coalescência proposto por Houslow (1998) foi o que apresentou os melhores resultados para o experimento 4. Nota-se que existe uma grande influência do tipo de núcleo de coalescência utilizado no experimento 2, resultando na grande diferença dos valores de Qui-Quadrado observados. Entretanto, nos demais experimentos, não existiram diferenças tão grandes entre os resultados obtidos pelos diferentes núcleos de coalescência, o que nos leva a utilizar o núcleo proposto por este trabalho (SOUZA, 2012) para as demais análises. Outro ponto importante de se ressaltar é o fato de que os experimentos 1 e 2 são compostos por diversos pontos experimentais (cinéticas de granulação). Como o valor de Qui-Quadrado é dado pelo somatório de todos os pontos experimentais, daí resulta que estes experimentos apresentam valores maiores que os demais.

A Tabela 5.4 apresenta os valores ótimos da constante de aglomeração proposta por este trabalho, os valores ótimos da constante de quebra e os respectivos valores máximos e mínimos admitidos. Estes valores foram definidos pelo p-valor de cada ponto experimental ( $\geq 85\%$ ) ou pelo erro relativo para o diâmetro médio ( $\leq 10\%$ ).

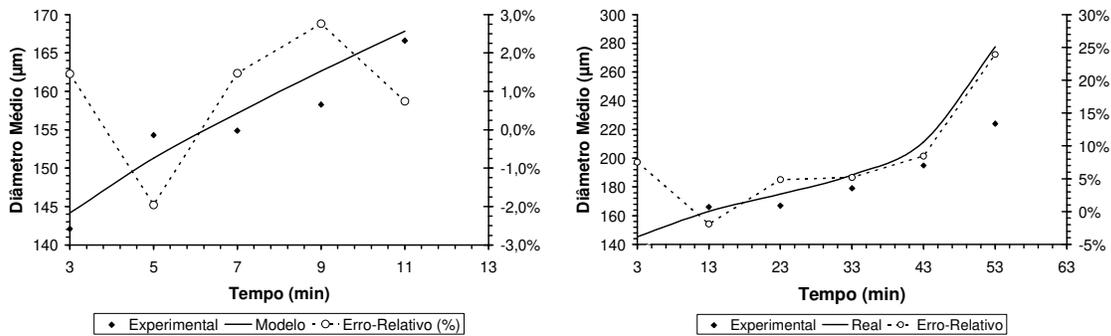
**Tabela 5. 4:** Valores ótimos, máximos e mínimos da constante de aglomeração e de quebra e condições operacionais.

Exp.	Constante de Aglomeração, $\beta_0$ (1/min)			Constante de Quebra, $S_0$ (1/(m·min))			$T_f$ (°C)	$\dot{V}_{lig}$ (m <sup>3</sup> /s)	$V_{ar}$ (m/s)
	Ótimo	Mínimo	Máximo	Ótimo	Mínimo	Máximo			
1	7,2E-11	6,0E-11	7,60E-11	0	0,0	50,0	50	1,0	0,6
2	4,5E-11	4,0E-11	7,70E-11	0	0,0	27,0	60	0,3	0,5
3	6,2E-13	0	3,20E-12	8,2	2,3	14,0	50	1,0	0,4
4	1,5E-12	0	4,90E-12	12	4,4	20,0	70	1,0	0,4
5	6,2E-19	0	1,75E-12	2,1	0,0	5,0	60	2,0	0,5

onde :  $T_f$ : temperatura do ar de fluidização;  $\dot{V}_{lig}$  : vazão de ligante;  $V_{ar}$  é a velocidade do ar de fluidização.

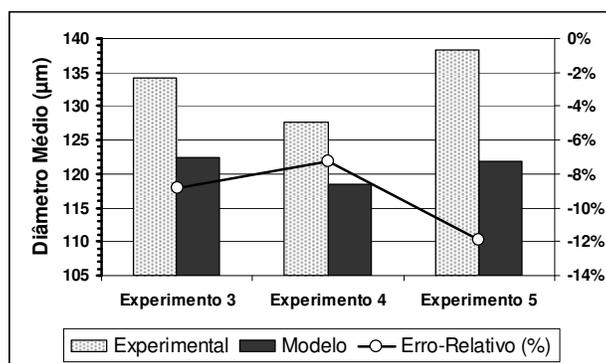
Os Experimentos 1 e 2 foram os que apresentaram os maiores valores de  $\beta_0$ , sendo os experimentos com menor valor de temperatura do ar de fluidização e com maiores valores de velocidade do ar de fluidização. Comparando os Experimentos 2 e 5, cuja única diferença, em termos de condições operacionais do equipamento, é o valor da vazão de ligante, percebe-se que o aumento da vazão de ligante não resultou em um aumento de  $\beta_0$ , mas sim em uma redução de  $S_0$ . Outra comparação pertinente diz respeito aos Experimentos 3 e 4, cuja única diferença, em termos de condições operacionais do equipamento, é o valor da temperatura do ar de fluidização. O aumento da temperatura resultou não só em um aumento de  $S_0$ , mas também em um aumento de  $\beta_0$ . Isto sugere que existe uma relação entre os valores de  $S_0$  e  $\beta_0$  já que o aumento da temperatura diminui a taxa de crescimento das partículas, portanto, deveria diminuir  $\beta_0$ . A relação entre  $S_0$  e  $\beta_0$  se deve ao fato de que, durante o ajuste das constantes pelo método de Pesquisa Seqüencial, ao aumentarmos o valor de  $S_0$ , há um aumento nas frações de tamanho de partículas menores e uma redução na fração de partículas maiores, o que torna necessário um aumento no valor de  $\beta_0$  para compensar este efeito.

A Figura 5.3 apresenta os resultados experimentais, os resultados obtidos pelo ajuste do modelo de balanço populacional (MBP), utilizando o núcleo de coalescência proposto por este trabalho, e o erro relativo da evolução do diâmetro médio para cada um dos experimentos:



(a)

(b)

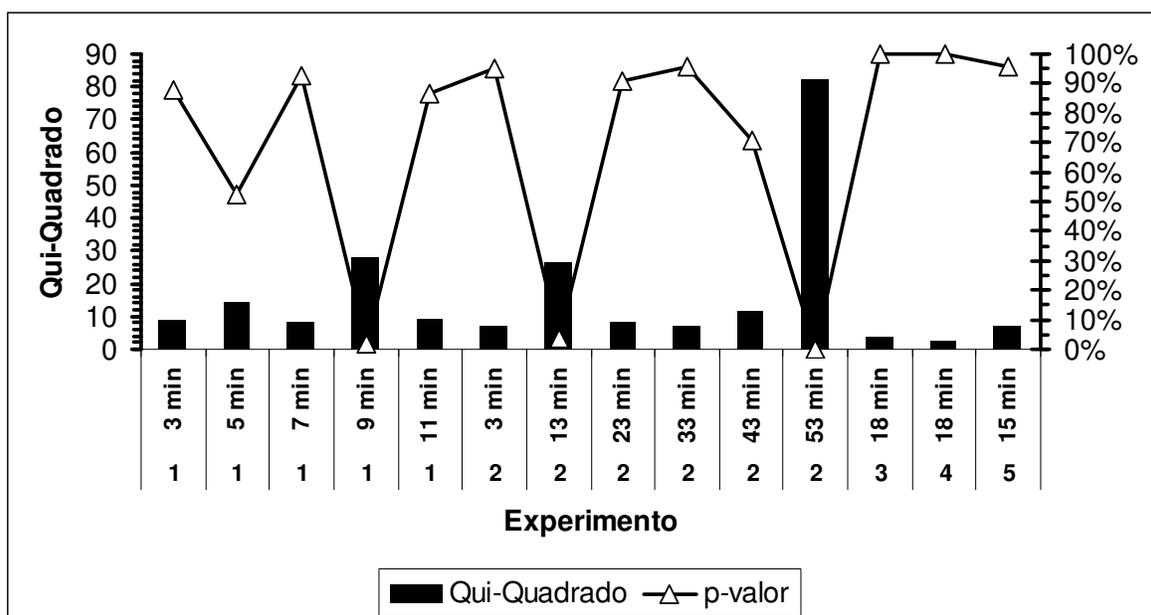


(c)

**Figura 5.3:** Comparação diâmetro médio experimental e o obtido pelo ajuste do MBP para o experimento 1 (a), experimento 2 (b) e experimentos 3 a 5 (c).

Analisando a Figura 5.3, observa-se que o modelo ajustado, com exceção do tempo de 50 min de aspersão do experimento 2, apresenta baixos valores de erro-relativo entre o diâmetro médio experimental e o diâmetro médio obtido pelo ajuste do modelo. Como este tempo representa uma situação na qual o processo já deveria ter sido interrompido (rendimento de processo abaixo de 40%), pode-se dizer que o MBP tem aplicação limitada ao rendimento do processo, que deve ser superior à 50%. Os erros relativos encontrados foram inferiores aos existentes na literatura: 20% (LIU et al., 2011), 100% (TURCHIULLI et al., 2011) e 40% (TAN et al., 2004).

Com relação à análise das distribuições de tamanho obtidas pelo modelo, a Figura 5.4 apresenta os valores de Qui-Quadrado, para cada tempo experimental, assim como o respectivo p-valor (com 15 graus de liberdade):



**Figura 5.4:** Qui-Quadrado e respectivo p-valor para cada ponto experimental.

Quanto maior o p-valor, maior a similaridade entre as distribuições experimentais e obtidas pelo modelo. Observa-se, na Figura 5.4, que a grande maioria dos pontos se situou na região de p-valor 90%, o que indica grande similaridade entre as distribuições. Apenas três pontos obtiveram p-valores baixos (experimento 1, tempo de 9 min; experimento 2, tempo de 13 min e de 53 min), indicando haver diferença significativa entre as distribuições experimentais e as distribuições obtidas pelo modelo. O tempo de 53 minutos do experimento 2, conforme citado anteriormente, parece se situar em uma faixa onde o modelo não tem capacidade de descrição do processo, porém é uma região onde a operação do equipamento já deveria ter sido suspensa, pois o rendimento do processo é muito baixo, portanto não representa uma grande limitação do modelo. Para os demais pontos (experimento 1, tempo de 9 min e experimento 2, tempo de 13 min), vale ressaltar que, apesar de existirem diferenças significativas entre as distribuições de tamanho, o erro-relativo do diâmetro-médio foi muito baixo (-4% e -2%, respectivamente), conforme explicitado na Figura 5.3.

As distribuições de tamanho para o experimento 2 podem ser observadas na Figura 5.5, abaixo. As demais distribuições podem ser observadas no Anexo A.

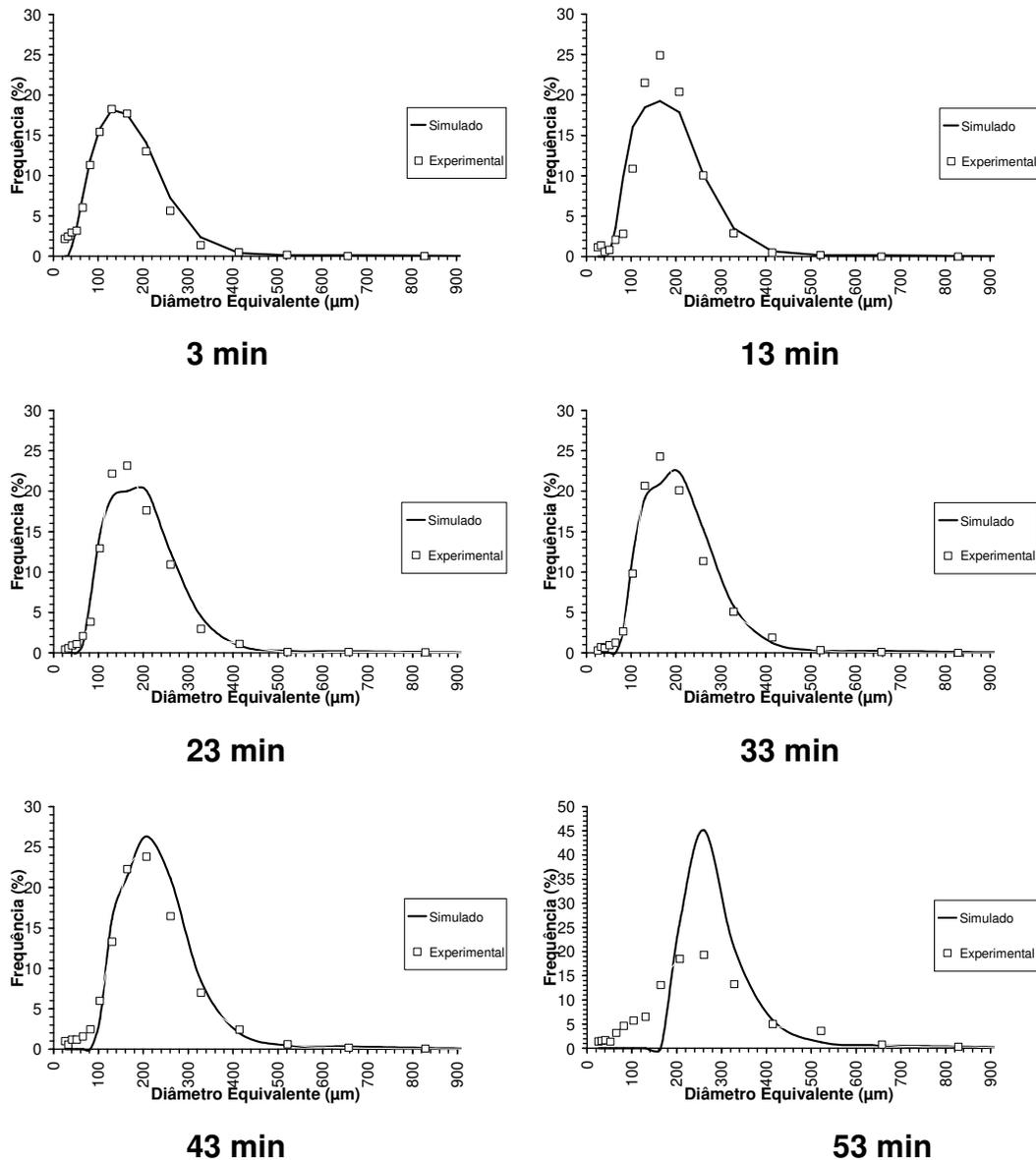


Figura 5.5: Distribuições de tamanho obtidas para os diversos tempos do experimento 2.

Observa-se o bom ajuste das distribuições, com exceção do tempo de 53 minutos. Desta forma, verifica-se que o ajuste do MBP permite a obtenção de projeções adequadas de diâmetro médio de partículas, distribuição de tamanho e rendimento do processo (que é obtido pela análise das partículas incrustadas e elutriadas, conforme exposto no capítulo anterior, cujas equações foram incorporadas a este modelo).

### 5.3.2. Estimativa das Constantes de Aglomeração e de Quebra

Os valores das constantes de aglomeração e de quebra obtidos na seção anterior foram oriundos do ajuste das constantes do modelo aos valores experimentais. Nesta seção são apresentados modelos para estimar os valores destas constantes, tendo como base apenas as condições operacionais do equipamento e propriedades das partículas (Equações 5.14 e 5.15).

$$\beta_0 = \left(\frac{T_{eb}}{T}\right)^a \cdot \left(\frac{V_{ar}}{V_{mf}}\right)^b \cdot \exp(c \cdot S_0) \cdot d \quad (5.14)$$

$$S_0 = \exp\left(e \cdot V_{ar} - g \cdot \frac{\dot{V}_{lig}}{\dot{V}_0}\right) \cdot h \quad (5.15)$$

Para estimativas das diversas constantes presentes nas equações acima, foi utilizada a metodologia de Pesquisa Seqüencial, visando minimizar a soma dos desvios-relativos entre os valores ajustados médios (média entre os valores máximos e mínimos das constantes de aglomeração e de quebra, presentes na Tabela 5.4) e os valores estimados do parâmetro, desde que respeitasse a faixa de aceitação. Ou seja, mesmo que uma alteração no valor de uma constante proporcionasse uma redução no desvio-relativo total, se esta alteração proporcionasse um valor do parâmetro estimado fora da faixa de aceitação, tal alteração não seria realizada, seguindo o procedimento para o passo seguinte. Foram necessárias cerca de 1000 iterações para obtenção dos valores das constantes presentes nas Equações 5.14 e 5.15.

A Tabela 5.5 apresenta os valores ótimos, obtidos pelo ajuste de  $\beta_0$  e  $S_0$  aos dados experimentais; das constantes de aglomeração e de quebra, os valores estimados pelas Equações 5.14 e 5.15; a respectiva faixa de aceitação (valores mínimos e máximos) e os valores das constantes presentes nas correlações propostas por este trabalho:

**Tabela 5.5:** Valores das constantes de aglomeração, de quebra e do modelo de estimativa.

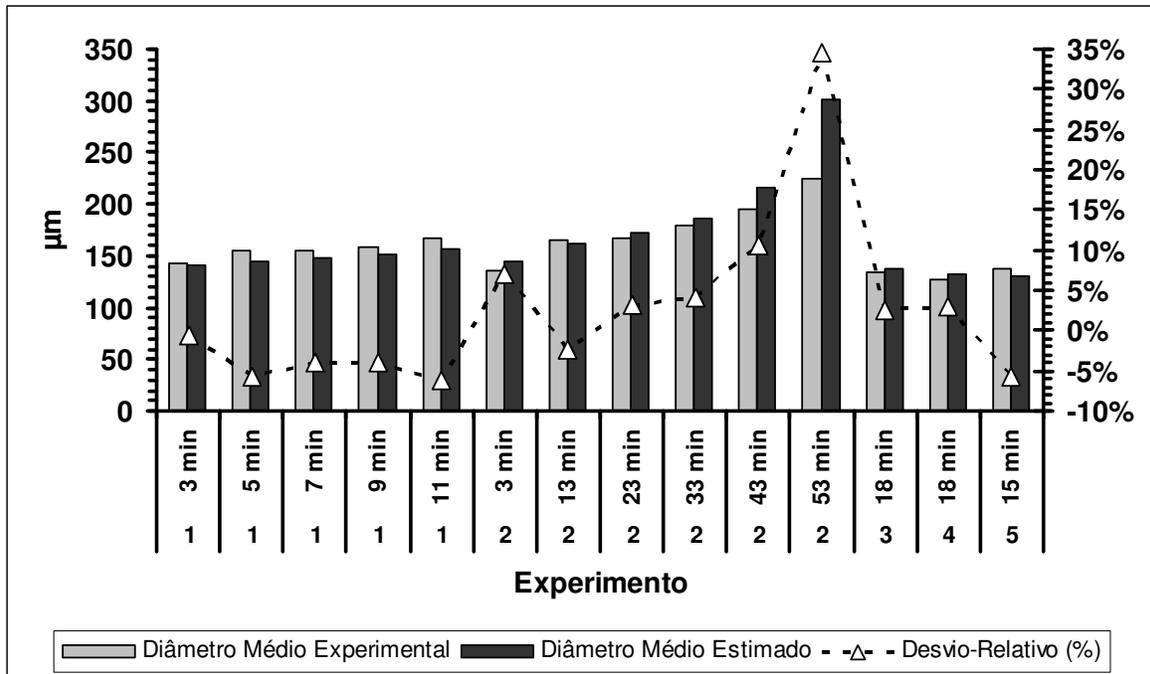
Experimento	Constante de Aglomeração ( $\beta_0$ ) (1/min)				Constante de Quebra ( $S_0$ ) (1/(m·min))			
	Ótimo	Estimado	Mínimo	Máximo	Ótimo	Estimado	Mínimo	Máximo
1	7,2E-11	6,02E-11	6,00E-11	7,60E-11	0	22,51	0,0	50,0
2	4,5E-11	7,20E-11	4,00E-11	7,70E-11	0	26,30	0,0	27,0
3	6,2E-13	2,30E-12	0	3,20E-12	8,2	4,70	2,3	14,0
4	1,5E-12	1,45E-12	0	4,90E-12	12	4,70	4,4	20,0
5	6,2E-19	1,73E-12	0	1,75E-12	2,1	3,01	0,0	5,0
<b>Constante</b>	<b>a</b>	<b>b</b>	<b>c</b>	<b>d</b>	<b>e</b>	<b>g</b>	<b>h</b>	
<b>Valor</b>	<b>7,68</b>	<b>0,9</b>	<b>0,16</b>	<b>2,66E-13</b>	<b>4,21</b>	<b>-1,70E+05</b>	<b>4,7</b>	
<b>Unidade</b>	-	-	min	1/min	s/m	- 1/(m·min)		

Analisando a Tabela 5.5, observa-se que todos os valores estimados permaneceram dentro da faixa de aceitação. As Equações 5.16 e 5.17 apresentam o modelo com as respectivas constantes:

$$\beta_0 = \left(\frac{T_{eb}}{T}\right)^{7,68} \cdot \left(\frac{V_{ar}}{V_{mf}}\right)^{0,9} \cdot \exp(0,16 \cdot S_0) \cdot 2,66 \cdot 10^{-13} \quad (5.16)$$

$$S_0 = \exp\left(4,21 \cdot V_{ar} - 1,7 \cdot 10^5 \cdot \frac{\dot{V}_{lig}}{V_0}\right) \cdot 4,7 \quad (5.17)$$

A Figura 5.6 apresenta uma comparação entre os valores de diâmetro médio experimentais e os valores obtidos a partir do MBP, sendo a estimativa das constantes de aglomeração e de quebra obtidas pelas Equações 5.16 e 5.17, respectivamente.



**Figura 5.6:** Diâmetro médio experimental e estimado pelo MBP (estimativa das constantes de aglomeração e de quebra pelas Equações 5.16 e 5.17, respectivamente).

Observa-se na Figura 5.6 que o erro relativo permaneceu na faixa de  $\pm 10\%$ , indicando a boa capacidade de estimativa do modelo, sendo que a maioria dos pontos está na faixa de  $\pm 5\%$ . A exceção é o ponto 53 min do experimento 2, que, conforme já explicado anteriormente, está fora da faixa de aplicação do MBP.

Com relação à distribuição de tamanhos, a Figura 5.7 apresenta os valores de Qui-Quadrado, para cada tempo experimental, assim como o respectivo p-valor (com 15 graus de liberdade).

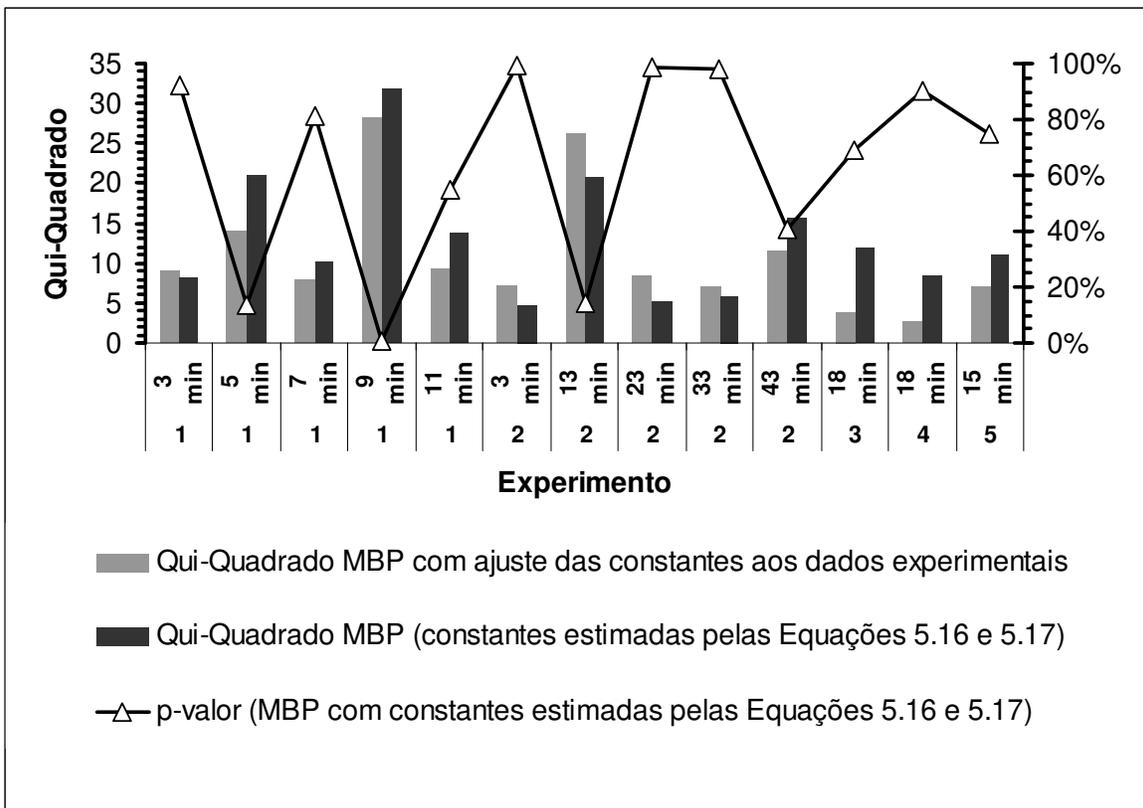
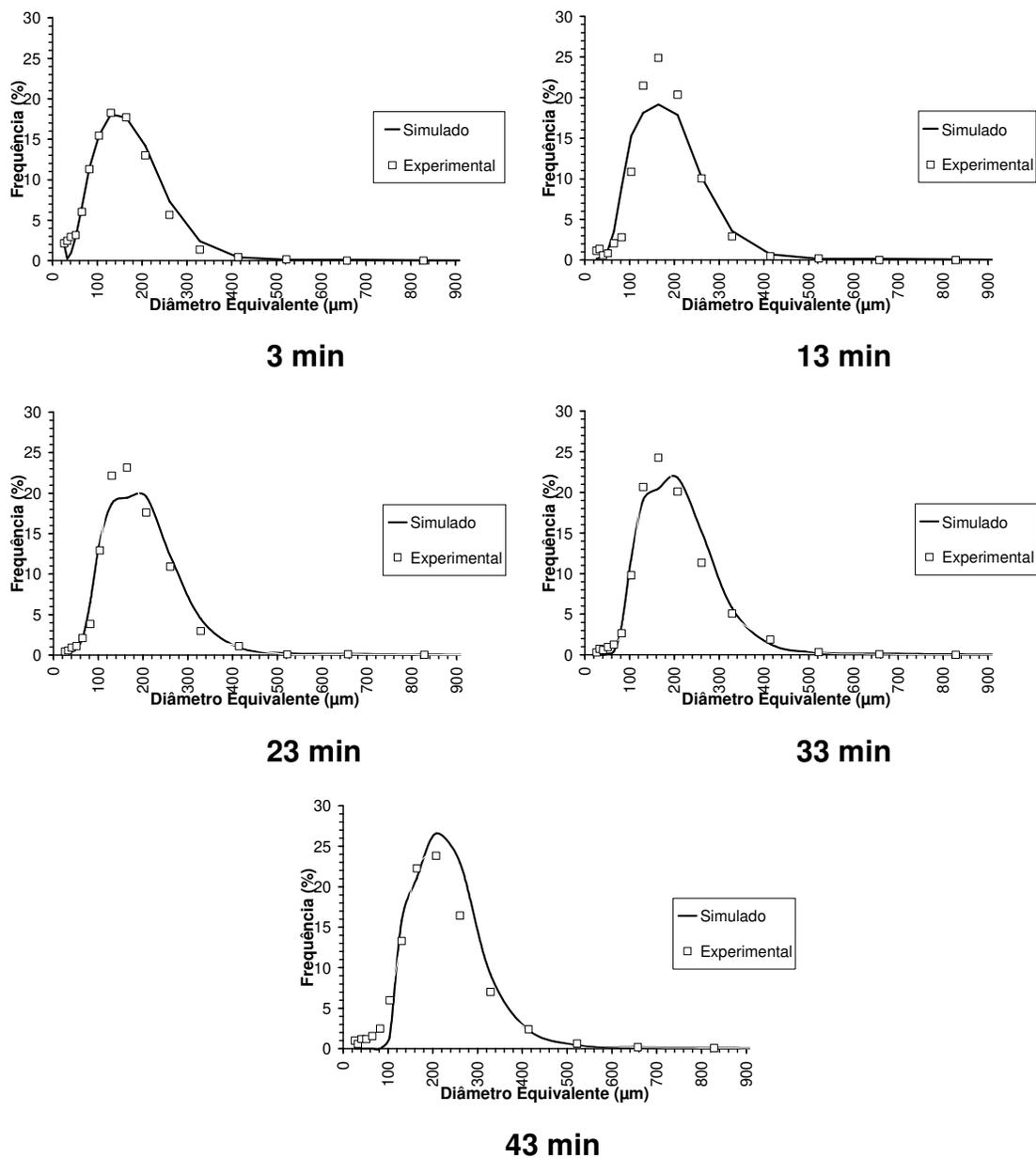


Figura 5.7: Qui-Quadrado e respectivo p-valor para cada ponto experimental.

Observando o gráfico da Figura 5.7, nota-se que o p-valor da grande maioria dos pontos se situou acima de 70%, com diversos pontos acima de 90%. Os pontos que apresentaram diferença significativa entre a distribuição simulada e a experimental (pontos com p-valor  $\leq 10\%$ ) foram os mesmos que já apresentaram esta diferença no ajuste do modelo, portanto, um problema do MBP em si, ou dos dados experimentais, mas não das correlações para estimativa das constantes. O ponto experimental referente ao Experimento 2, no tempo de 53 min, foi excluído por estar fora da faixa de aplicação do MBP, conforme explicado anteriormente. As distribuições de tamanho para o Experimento 2 estão dispostas na Figura 5.8. As demais distribuições podem ser observadas no Anexo B.



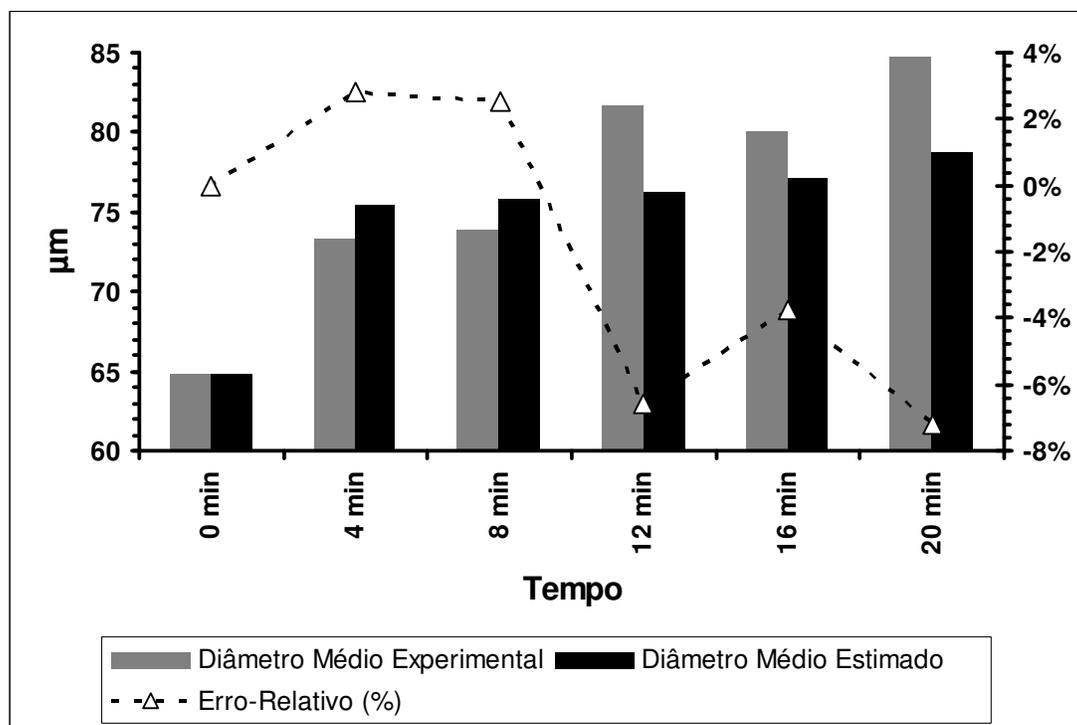
**Figura 5.8:** Distribuições de tamanho obtidas para os diversos tempos do experimento 2, valores experimentais e simulados (constantes do MBP estimadas pelas Equações 5.16 e 5.17).

Nota-se a boa capacidade do MBP em estimar valores da distribuição percentual de tamanho.

### 5.3.3. Validação do Modelo

Como forma de validar as correlações propostas para estimativa das constantes de aglomeração e de quebra (Equações 5.16 e 5.17), foram utilizados os dados experimentais de granulação de suco de goiaba em pó obtidos por Souza (2007). Tais dados não foram utilizados no ajuste das constantes do modelo.

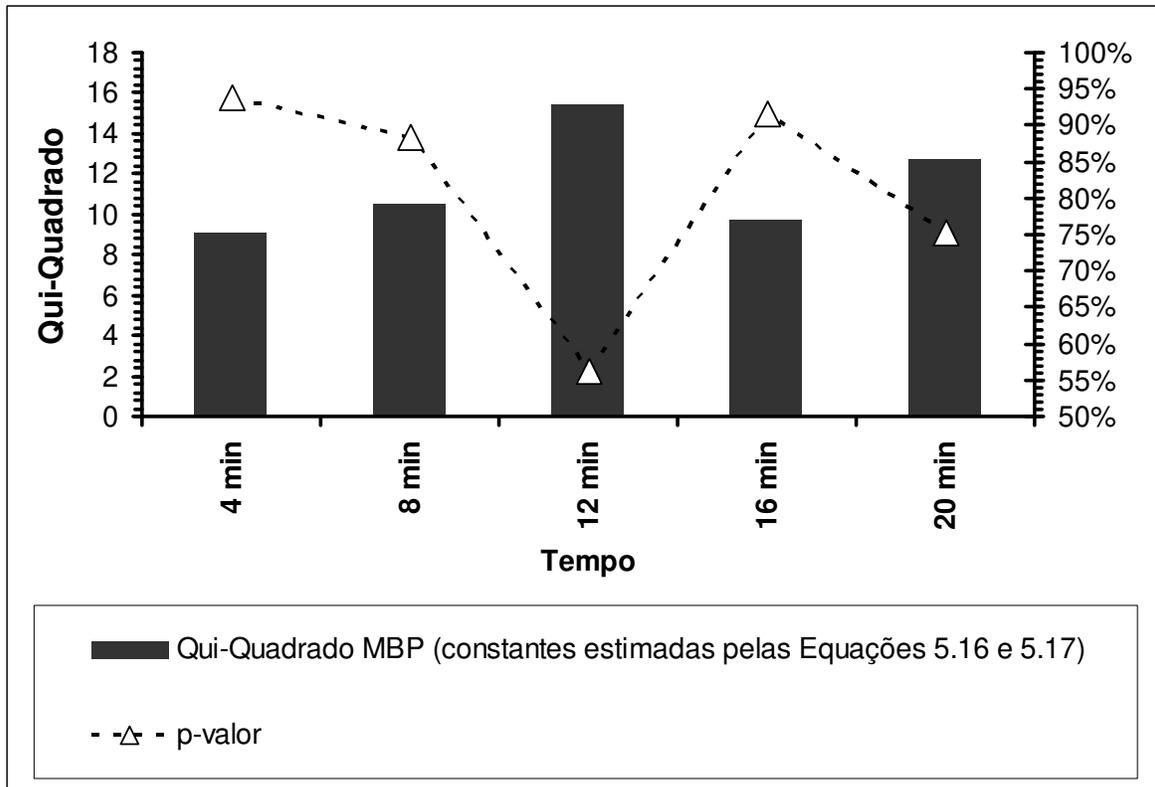
A Figura 5.9 apresenta uma comparação entre os valores de diâmetro médio obtidos a partir do modelo e os valores experimentais.



**Figura 5.9:** Diâmetro médio experimental (SOUZA, 2007) e estimado.

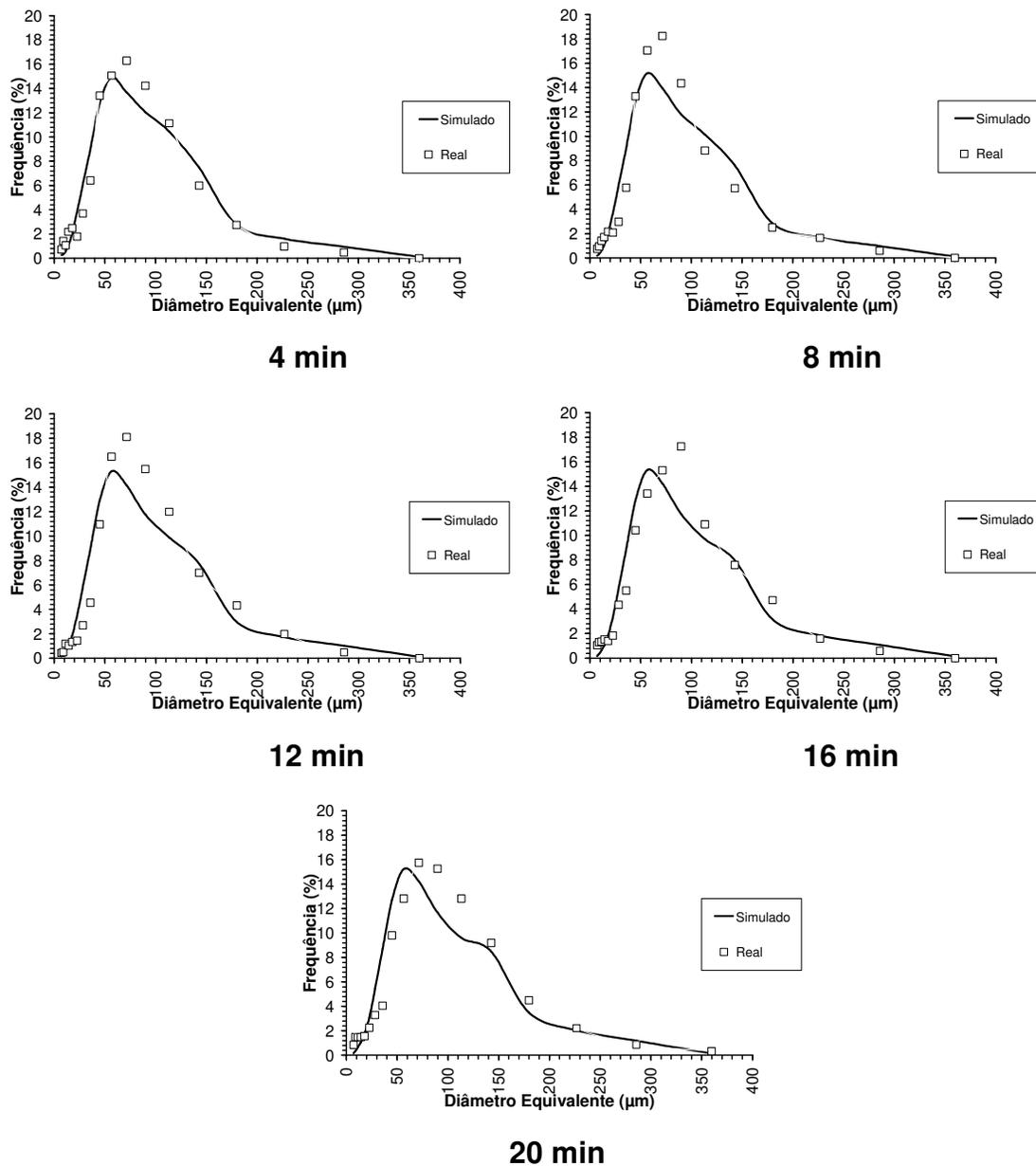
Observa-se na Figura 5.9 a boa capacidade de previsão do diâmetro médio do modelo, com erro máximo de -8%, para todos os tempos experimentais.

A Figura 5.10 apresenta os valores de Qui-Quadrado, para cada tempo experimental, assim como o respectivo p-valor (com 17 graus de liberdade):



**Figura 5. 10:** Qui-Quadrado e respectivo p-valor para cada ponto experimental.

Dos cinco pontos experimentais, três apresentaram resultados excelentes ( $p\text{-valor} \geq 90\%$ ), e, mesmo os pontos que apresentaram baixo p-valor, não existe diferença significativa entre as distribuições ( $p\text{-valor} \geq 10\%$ ), o que indica a boa capacidade do modelo de estimar a distribuição de tamanho das partículas. A Figura 5.11 apresenta as distribuições de tamanho experimentais e simuladas:



**Figura 5.11:** Distribuições de tamanho obtidas para os diversos tempos obtidos por SOUZA (2007) e valores simulados.

Analisando os gráficos apresentados na Figura 5.11, observa-se que o MBP, com as constantes estimadas pelas correlações propostas por este trabalho, conseguiu estimar distribuições de tamanho muito próximas às obtidas experimentalmente por Souza (2007). Isto é um indicativo da possibilidade de uso deste modelo para otimização do processo de granulação de alimentos.

Entretanto, vale ressaltar a necessidade de estudos para outras faixas de operação do equipamento, outros tipos de materiais a serem granulados e de formatos de leito, para poder estender a faixa de aplicação do modelo.

### **5.4. Conclusão**

Com base nos dados experimentais de granulação de suco de goiaba em pó, em leito fluidizado, utilizando água como ligante, foi feito o ajuste do Modelo de Balanço Populacional (MBP) utilizando termos de coalescência, quebra, elutriação e incrustação. O modelo se mostrou capaz de estimar com boa precisão os valores de diâmetro médio e da distribuição de tamanho de partículas. O MBP apresentou incapacidade de estimar valores de diâmetro médio e de distribuição de tamanho quando o rendimento do processo foi inferior à 40% em massa. Entretanto, tal limitação não é de grande importância, já que nestas condições o processo já deveria ter sido interrompido.

Dois correlações para estimativa das constantes de coalescência e de quebra foram propostas. O MBP, em conjunto com estas correlações, conseguiu estimar com boa precisão o diâmetro médio e a distribuição de tamanho das partículas. Para validá-lo, foram utilizados os dados experimentais de Souza (2007), para suco de goiaba em pó, em leito fluidizado. Novamente o modelo conseguiu estimar com boa precisão a evolução do diâmetro médio e da distribuição de tamanho das partículas ao longo da granulação, indicando a possibilidade de uso deste modelo para simulações da granulação de suco de goiaba em pó em leito fluidizado, dentro da faixa de valores das variáveis operacionais estudadas. Entretanto, ressalta-se a necessidade de estudos em outras faixas operacionais e com outros materiais para ampliar a aplicabilidade deste modelo.

### **5.5. Referências Bibliográficas.**

- BAJPAI A. C., MUSTOE L. R., WALKER D., **Matemática avançada para engenharia**, Hemus, 578p., 1980.
- CHAPRA, S. C.; CANALE, R. P. **Numerical Methods for Engineers**. 2.ed. Singapore: McGraw-Hill, 1990.812p.
- DACANAL, G.C., MENEGALLI, F.C., Experimental study and optimization of the agglomeration of acerola powder in a conical fluid bed. **Powder Technology**, v.188, p.187-194, 2009.
- GOLDSCHMIDT, M. J. V.; WEIJERS, G. G. C.; BOEREFIJN, R.; KUIPERS, J. A. M. Discrete element modelling of fluidised bed spray granulation. **Powder Technology**, v.138, p.39-45, 2003.
- HOUNSLOW, M. J.; RYALL, R. L.; MARSHALL, V. R. A Discretized Population Balance for Nucleation, Growth, and Aggregation, **AIChE Journal**, v.34, n.11, p.1821-1832, 1988.
- HOUNSLOW, M. J. Population Balance as a tool for understanding particle rate process. **Kona**, p.179-193, 1998.
- LIU, L.X.; LITSTER, J. D.; Population balance modelling of granulation with a physically based coalescence kernel. **Chemical Engineering Science**, v.57, p.2183-2191, 2002.
- LIU, L.X., ROBINSON, D.J., ADDAI-MENSAH, J. Population balance based modelling of nickel laterite agglomeration behaviour. **Powder Technology**, in press, 2011.
- PEGLOW, M.; KUMAR, J.; HEINRICH, S.; WARNECKE, G.; TSOTSAS, E.; MORL, L.; WOLF, B. A generic population balance model for simultaneous agglomeration and drying in fluidized beds, **Chemical Engineering Science**, v.62, p.513-532, 2007.

- POON, J.M.H., RAMACHANDRAN, R., SANDERS, C.F.W., GLASER, T., IMMANUEL, C. D., DOYLE III, F.J., LITSTER, J.D., STEPANEK, F., WANG, F., CAMERON, I.T. Experimental validation studies on a multi-dimensional and multi-scale population balance model of batch granulation. **Chemical Engineering Science**, v.64, p.775-786, 2009.
- RAJNIAK, P., STEPANEK, F., DHANASEKHRAN, K., FAN, R., MANCINELLI, C., CHERN, R.T., A combined experimental and computational study of wet granulation in a Wurster fluid bed granulator. **Powder Technology**, v.189, p.190-201, 2009.
- REINHOLD, A., BRIESEN, H. Numerical behavior of a multiscale aggregation model – coupling population balances and discrete element models. **Chemical Engineering Science**, In press, 2011.
- SOUZA, D. O. C. Granulação de alimentos: caracterização morfológica das partículas e modelagem matemática do processo, **Dissertação de Mestrado**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, SP, 2007.
- TAN, H.S., SALMAN, A.D., HOUNSLOW, M.J., Kinetics of fluidized bed melt granulation IV: Selecting the breakage model. **Powder Technology**, v.143-144, p.65-83, 2004.
- TAN, H. S., SALMAN, A. D., HOUNSLOW, M. J. Kinetics of fluidized bed melt granulation – II: Modelling the net rate of growth. **Chemical Engineering Science**, v.61, p.3930-3941, 2006a.
- TAN, H. S., SALMAN, A. D., HOUNSLOW, M. J. Kinetics of fluidized bed melt granulation – I: The effect of process variables. **Chemical Engineering Science**, v.61, p.1585-1601, 2006b.
- TURCHIULLI, C., JIMENEZ, T., DUMOULIN. E. Identification of thermal zones and population balance modeling of fluidized bed spray granulation. **Powder Technology**, v.208, p.542-552, 2011.

## ANEXOS

### A. Distribuições de Tamanho Obtidas Pelo Modelo Com Ajuste das Constantes

As Figuras 5.A.1 e 5.A.2 apresentam as distribuições de tamanho obtidas pelo modelo de balanço populacional (MBP) com o ajuste das constantes aos dados experimentais, para os Experimentos 1, 3, 4 e 5.

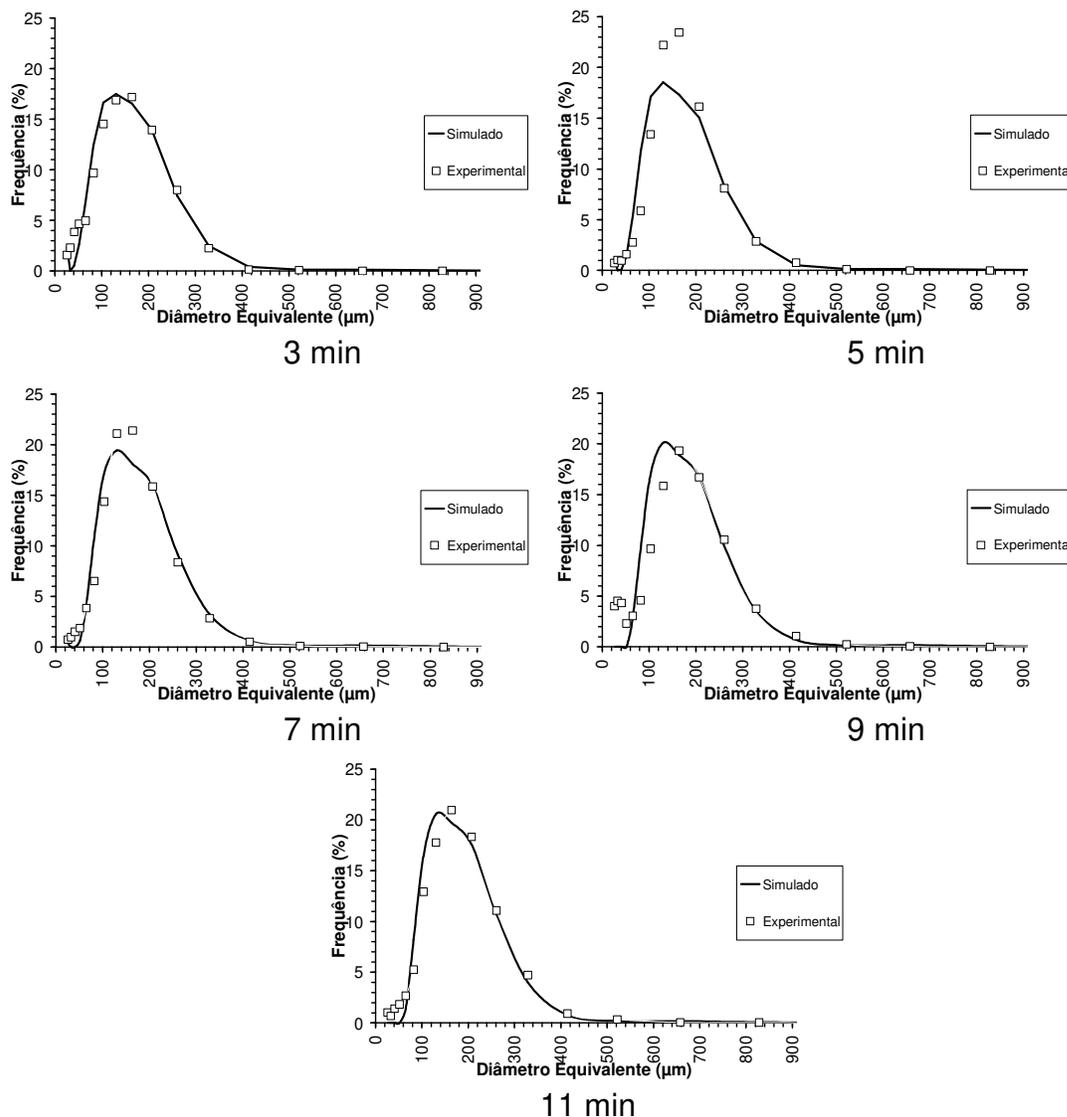
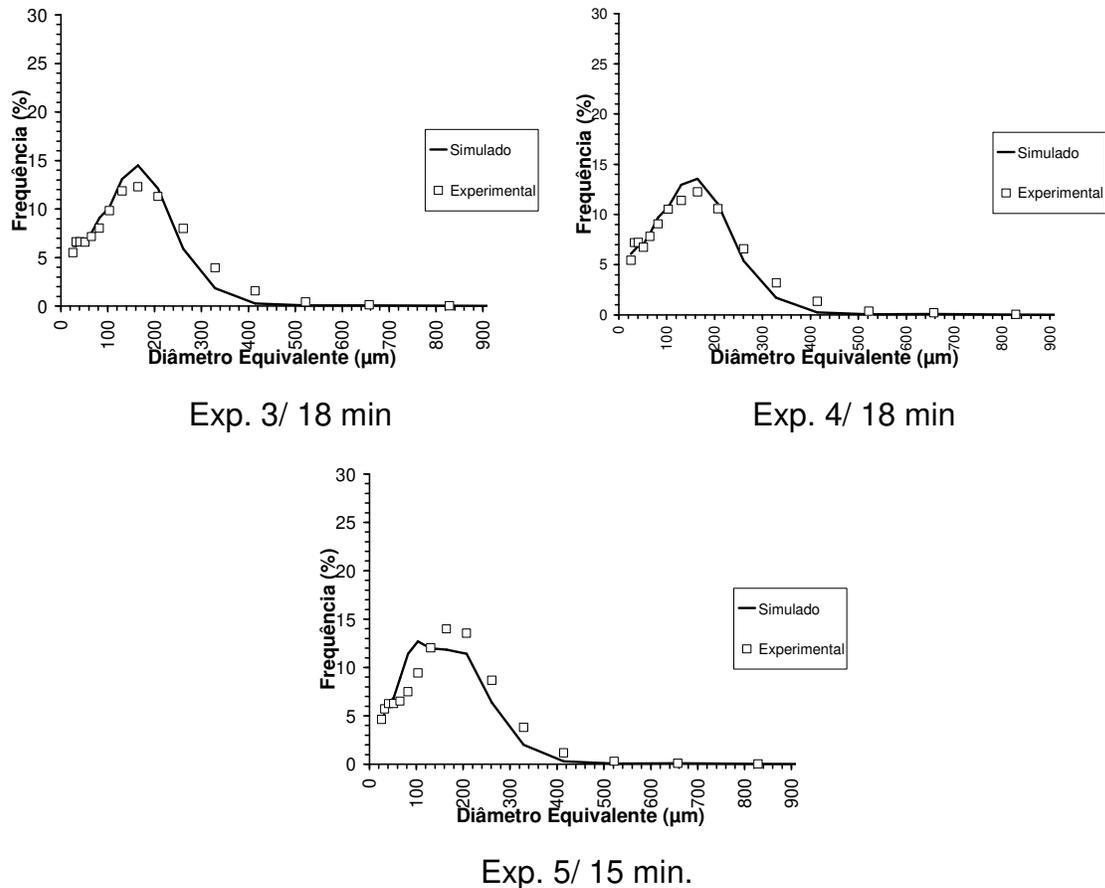


Figura 5A.1: Distribuições de tamanho obtidas para os diversos tempos do Experimento 1.



**Figura 5A.2:** Distribuições de tamanho obtidas para os experimentos 3 a 5.

O MBP conseguiu estimar com boa precisão as distribuições de tamanho experimentais. O Experimento 5 foi o que apresentou o maior desvio, sendo a distribuição experimental ligeiramente deslocada para a direita em relação à distribuição simulada. Entretanto tal deslocamento resultou em um desvio do diâmetro médio de apenas 12%.

**B. Distribuições de Tamanho Obtidas pelo MBP, com Constantes Estimadas pelas Equações 5.16 e 5.17.**

As Figuras 5.A.3 e 5.A.4 apresentam as distribuições de tamanho obtidas pelo modelo de balanço populacional (MBP), com as constantes estimadas pelas Equações 5.16 e 5.17, para os Experimentos 1, 3, 4 e 5.

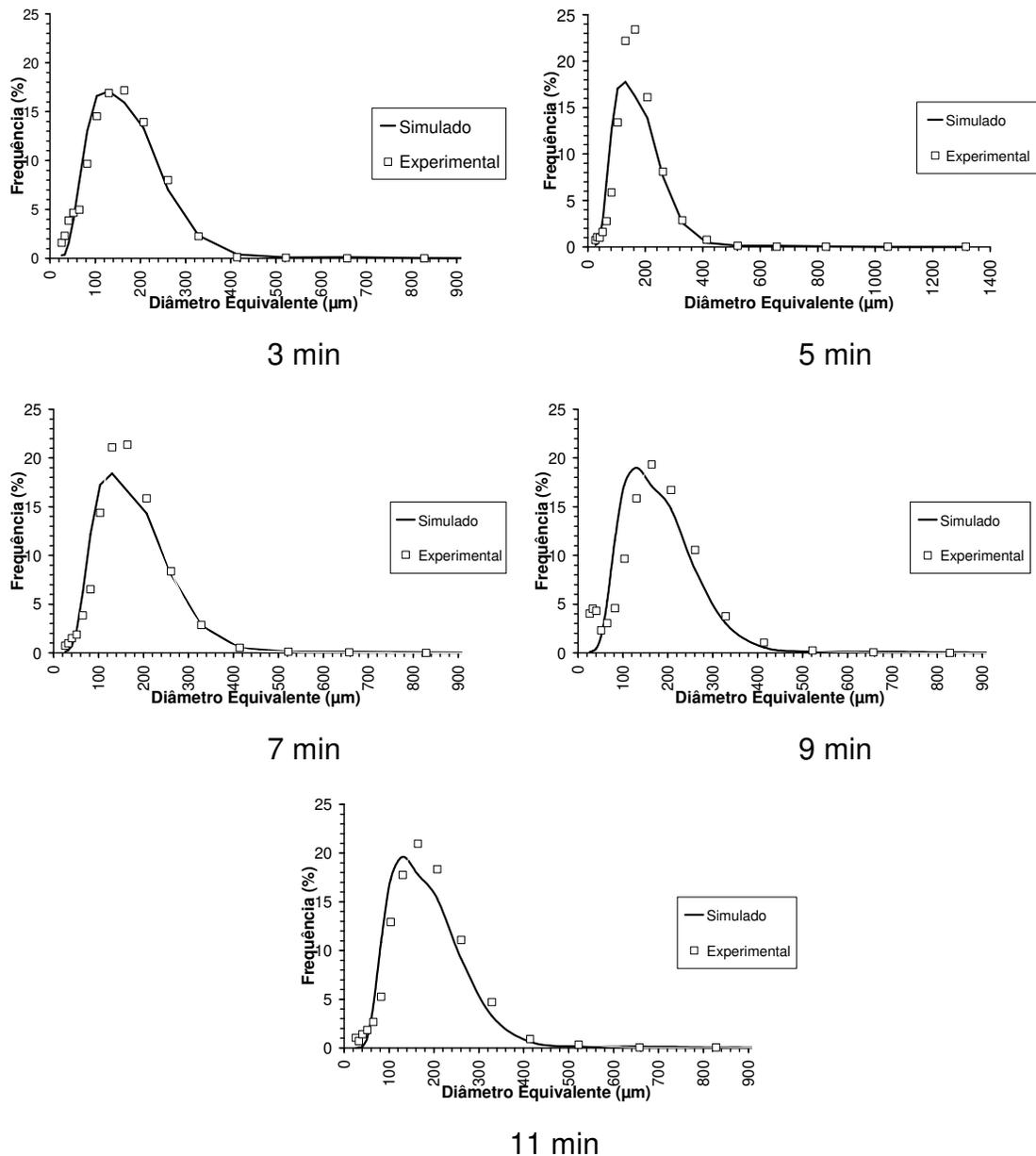
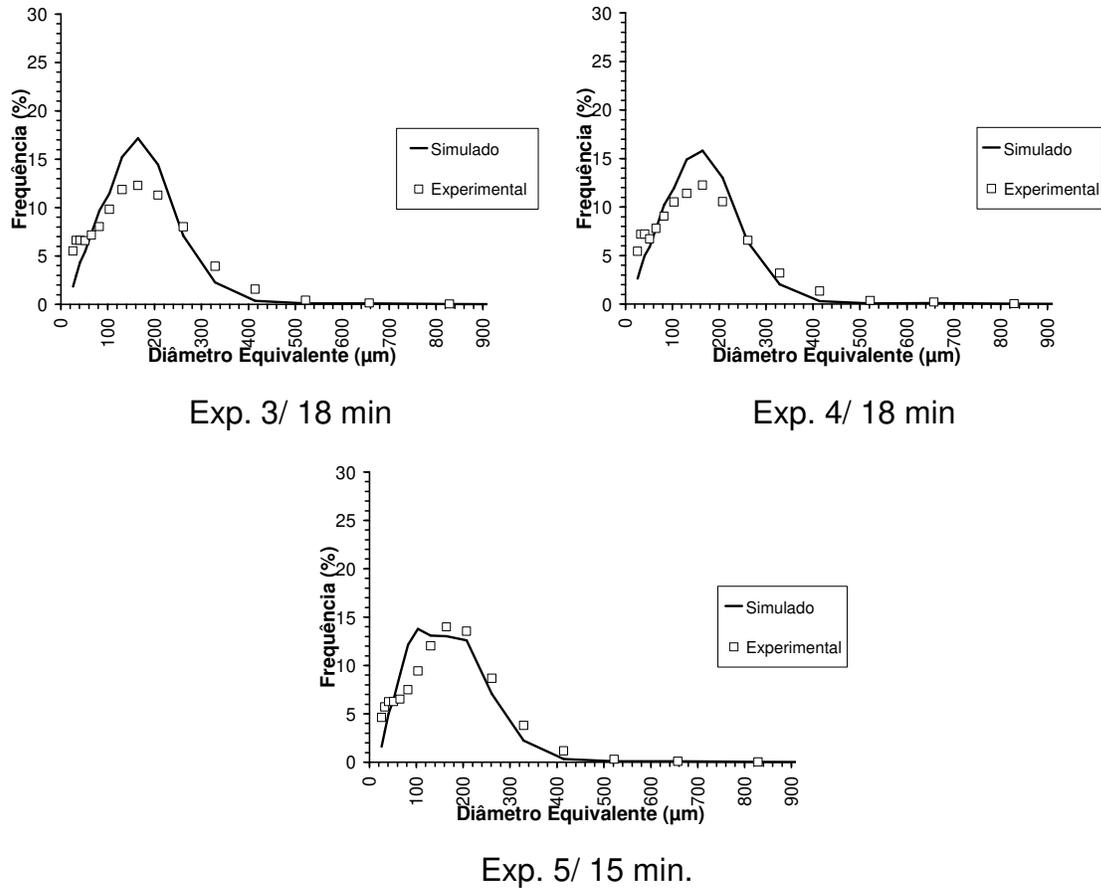


Figura 5A.3: Distribuições de tamanho obtidas para os diversos tempos do experimento 1 (constantes estimadas).



**Figura 5A. 4:** Distribuições de tamanho obtidas para os experimentos 3 a 5 (constantes estimadas).

O MBP conseguiu estimar, com boa precisão, as distribuições de tamanho percentual, para todos os experimentos.

## CAPÍTULO 6: Simulação do Processo de Granulação.

### 6.1. Introdução

A simulação matemática é uma ferramenta muito utilizada na engenharia de processos para pesquisa de pontos ótimos de processo, controle e dimensionamento de equipamentos, por proporcionar um maior entendimento de processos industriais com um custo inferior ao da obtenção de dados experimentais. Apesar das diversas tentativas de simular o processo de aglomeração de partículas, os modelos existentes na literatura não foram validados experimentalmente.

Nos capítulos anteriores foram propostos e validados modelos para a descrição das taxas de incrustação, elutriação e crescimento das partículas de suco de goiaba em pó em leito fluidizado. O presente capítulo tem como objetivo apresentar diversas simulações do processo de granulação de suco de goiaba em pó, em leito fluidizado, para avaliar os limites de aplicação destes modelos e adquirir maior conhecimento do processo.

### 6.2. Modelagem Matemática

Foi utilizado o modelo de balanço populacional (MBP), com os termos de coalescência e quebra (Equação 5.3).

$$\begin{aligned}
 \frac{dN_1}{dt} &= -N_1 \sum_{j=1}^l \beta_{1,j} N_j + \sum_{j=2}^l N_j \cdot S_0 \cdot deq_j \cdot \frac{1}{V_j} \\
 \frac{dN_2}{dt} &= \frac{1}{2} \beta_{1,1} N_1^2 - N_2 \sum_{j=1}^l 2^{j-2} \beta_{2,j} N_j - N_2 \sum_{j=2}^l \beta_{2,j} N_j - N_2 \cdot S_0 \cdot deq_2 + \sum_{j=3}^l N_j \cdot S_0 \cdot deq_j \cdot \frac{1}{V_j} \\
 &\vdots \\
 \frac{dN_l}{dt} &= N_{l-1} \sum_{j=1}^{l-2} 2^{j-l+1} \beta_{l-1,j} N_j + \frac{1}{2} \beta_{l-1,l-1} N_{l-1}^2 - N_l \sum_{j=1}^{l-1} 2^{j-l} \beta_{l,j} N_j - N_l \sum_{j=1}^l \beta_{l,j} N_j - N_l \cdot S_0 \cdot deq_l + \sum_{j=l+1}^l N_j \cdot S_0 \cdot deq_j \cdot \frac{1}{V_j}
 \end{aligned}
 \tag{5.3}$$

O núcleo de coalescência ( $\beta$ ) utilizado foi proposto por este trabalho (Equação 6.1):

$$\beta = \beta_0 \left( \frac{u}{v} \right), \text{ onde } u > v \quad (6.1)$$

onde  $\beta_0$  é a constante de aglomeração, em 1/s,  $u$  e  $v$  são os volumes das partículas colidentes, em  $m^3$ .

Foi utilizado o núcleo de quebra proposto por Tan et al. (2004) modificado para base volumétrica (Equações 5.1 e 5.2):

$$v(u) \cdot P(v/u) = \frac{1}{u} \quad (5.1)$$

$$b(u, t) = S_0 \cdot deq_i \quad (5.2)$$

onde  $deq_i$  é o diâmetro equivalente da partícula pertencente ao intervalo de tamanho  $i$ , em  $m$ ,  $S_0$  é a constante de quebra, em  $1/(m \cdot s)$ . Não foi considerado o termo da Equação 5.1 (desaparecimento por quebra) para partículas pertencentes ao primeiro intervalo de tamanho da distribuição, ou seja, foi considerado que a taxa quebra de partículas pertencentes ao primeiro intervalo de tamanho não é significativa frente à taxa de quebra de partículas pertencentes a intervalos de tamanho superiores.

Para estimativa das constantes de aglomeração e de quebra, foram utilizadas as correlações desenvolvidas no capítulo anterior (Equações 5.16 e 5.17):

$$\beta_0 = \left( \frac{T_{eb}}{T_f} \right)^{7,68} \cdot \left( \frac{V_{ar}}{V_{mf}} \right)^{0,9} \cdot \exp(0,16 \cdot S_0) \cdot 2,66 \cdot 10^{-13} \quad (5.16)$$

$$S_0 = \exp \left( 4,21 \cdot V_{ar} - 1,7 \cdot 10^5 \cdot \frac{\dot{V}_{lig}}{\dot{V}_0} \right) \cdot 4,7 \quad (5.17)$$

onde  $T_f$  é a temperatura do ar de fluidização, em K;  $T_{eb}$  é a temperatura de ebulição do líquido ligante, em K;  $V_{ar}$  é a velocidade do ar de fluidização, em  $m/s$ ;

## Capítulo 6: Simulação do Processo de Granulação

---

$V_{mf}$  é a velocidade mínima de fluidização, em m/s;  $\dot{V}_{lig}$  é a vazão de líquido ligante, em m<sup>3</sup>/s; e  $\dot{V}_0$  é a vazão do ar de fluidização, em m<sup>3</sup>/s.

O cálculo das partículas removidas do sistema por elutriação e incrustação foi feito utilizando as equações abaixo:

Para a elutriação:

$$N_{iet} = f \cdot N_{i0} \cdot (1 - e^{-k_i \cdot t}) \quad (4.13)$$

onde,

$$f = \left( \frac{d_{base}}{d_c} \right)^B \quad (4.14)$$

$$B = \frac{V_0}{V_{mf}} \quad (4.15)$$

$$k_i = k_i^* \cdot n_{i0} \cdot \frac{A_{rl}}{N_{T0}} \quad (4.16)$$

$$k_i^* = (\rho_g \cdot V_0) \cdot \left\{ 0,0001 + 130 \cdot \exp \left[ -10,4 \cdot \left( \frac{V_{ti}}{V_0} \right)^{0,5} \cdot \left( \frac{V_{mf}}{V_0 - V_{mf}} \right)^{0,25} \right] \right\} \quad (5.4)$$

$$V_{ti} = U_{ti}^* \cdot \left[ \frac{\mu \cdot (\rho_s - \rho_g) \cdot g}{\rho_g^2} \right]^{\frac{1}{3}} ; \text{Re}_p < 25\ 000 \quad (4.4)$$

$$U_{ti}^* = \left( \frac{18}{d_{pi}^{*2}} + \frac{2,335 - 1,744 \cdot \bar{A}_{ri}}{d_{pi}^{*0,5}} \right)^{-1} ; 0,5 < \bar{A}_{ri} < 1 \quad (4.5)$$

$$d_p^* = \left[ \frac{d_{eqi}^3 \cdot \rho_f \cdot (\rho_s - \rho_g) \cdot g}{\mu^2} \right]^{\frac{1}{3}} \quad (4.6)$$

$$\text{Re}_p = \frac{\rho_s \cdot V_0 \cdot deq_{médio}}{\mu} \quad (4.7)$$

Para a incrustação:

$$N_{inc,i} = E \cdot N_{i0} \cdot e^{Inc_i \cdot t} \quad (4.19)$$

onde,

$$Inc_i = Inc_0 \cdot \left( \frac{V_i}{V_{leito}} \right)^{0,01} \quad (4.21)$$

$$Inc_0 = \frac{1}{T_f} \cdot \left( \frac{V_0}{V_{mf}} \right)^{1,3} \cdot \ln \left( 8,75 \cdot 10^5 \cdot \frac{\dot{V}_{lig}}{\dot{V}_0} \right) \cdot 0,310 \quad (4.24)$$

$N_{iet}$  é o número de partículas de tamanho  $i$  elutriadas no tempo  $t$ ;  $N_{i0}$  é o número de partículas de tamanho  $i$  presentes no leito no tempo 0;  $n_{i0}$  é o número de partículas de tamanho  $i$ , por massa de partículas, presentes no leito no tempo 0, em 1/kg;  $f$  é um fator de ajuste à geometria do equipamento;  $d_{base}$  é o diâmetro da base do leito, em m;  $d_c$  é o diâmetro da coluna de acrílico do leito, em m;  $N_{T0}$  é o número total de partículas no tempo 0;  $A_{ti}$  é a área transversal do leito, em  $m^2$  (0,018  $m^2$ ),  $V_{ti}$  é a velocidade terminal da partícula de tamanho  $i$ , em m/s,  $\rho_g$  é a densidade do ar de fluidização, em  $kg/m^3$ ,  $\rho_s$  é a densidade da partícula, em  $kg/m^3$ ;  $U_{ti}^*$  é a velocidade do ar adimensional para partículas de tamanho  $i$ ;  $d_{pi}^*$  é o tamanho de partícula adimensional;  $deq_{médio}$  é o diâmetro equivalente médio das partículas;  $\mu$  é a viscosidade do ar de fluidização, em Pa·s;  $\bar{A}_{ri}$  é o arredondamento médio das partículas de tamanho  $i$ , ao longo da granulação;  $Inc_0$  é a constante de incrustação, em 1/s;  $v_i$  é o volume da partícula, em  $m^3$ ;  $v_{leito}$  é o volume interno do leito, igual a 0,0022  $m^3$ ;  $T_f$  é a temperatura do ar de fluidização, em K;  $\dot{V}_{lig}$  é a vazão de líquido ligante, em  $m^3/s$  e  $\dot{V}_0$  é a vazão do ar de fluidização, em  $m^3/s$ .

O cálculo do rendimento do processo foi realizado convertendo o número de partículas removidas por elutriação e incrustação para massa de partículas, de acordo com as Equações 4.23 e 4.2:

$$m_i = N_i \cdot \frac{4}{3} \cdot \pi \left( \frac{deq_i}{2} \right)^3 \cdot \rho_s \cdot \bar{A}_{ri}^3 \quad (4.23)$$

$$m_t = \sum m_i \quad (4.2)$$

onde  $m_i$  é a massa das partículas de tamanho  $i$  presente na amostra,  $N_i$  é o número de partículas de tamanho  $i$  presente na amostra,  $deq_i$  é o diâmetro equivalente da partícula de tamanho  $i$ ,  $\rho_s$  é a densidade da partícula, em  $\text{kg/m}^3$ ;  $\bar{A}_{r_i}$  é a média do fator de forma arredondamento ao longo de toda a granulação, para o intervalo de tamanho de partícula  $i$ ; e  $m_t$  é a massa total de partículas na amostra, em  $\text{kg}$ .

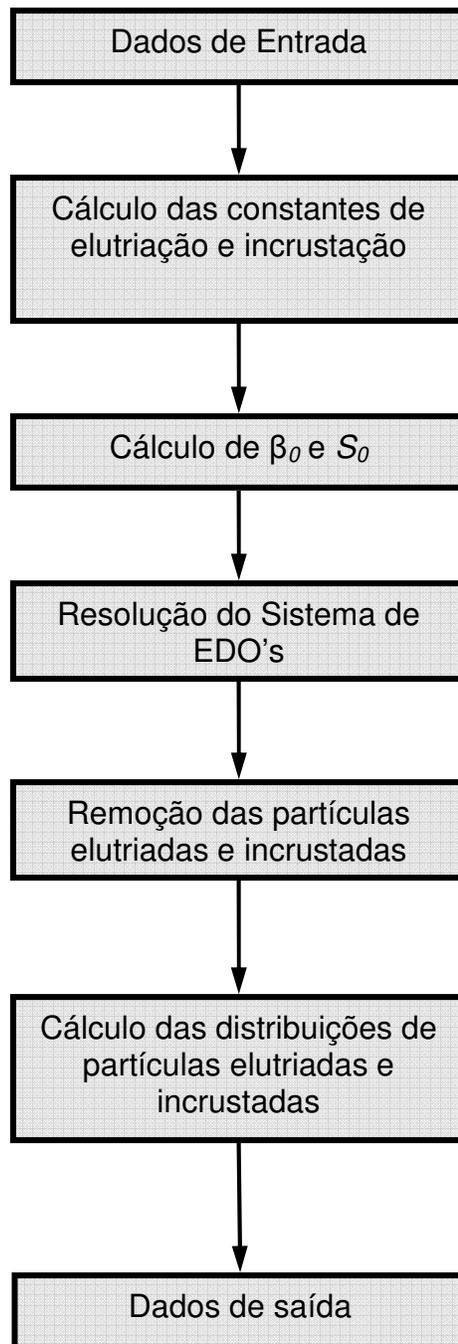
A velocidade mínima de fluidização ( $V_{mf}$ ) foi estimada utilizando as correlações propostas por Noda et al. (1986) (Equação 3A.2), cuja validação foi realizada no *Capítulo 3 – Granulação de Suco de Goiaba em Pó em Leito Fluidizado (Anexo A)*.

$$V_{mf} = \frac{\mu}{\rho_g \cdot deq} \cdot \left( 0,114^2 + 0,0605 \cdot \frac{deq_{\text{médio}}^3 \cdot \rho_g \cdot (\rho_s - \rho_g) \cdot 9,81}{\mu^2} \right)^{0,5} - 0,114 \quad (3A.2)$$

Onde  $\rho_g$  é a densidade do ar de fluidização, em  $\text{kg/m}^3$ ;  $\mu$  é a viscosidade do ar de fluidização, em  $\text{Pa}\cdot\text{s}$ ;  $\rho_s$  é a densidade da partícula, em  $\text{kg/m}^3$ ,  $deq_{\text{médio}}$  é o diâmetro equivalente médio das partículas, em  $\text{m}$ .

Para resolução das equações do MBP, foi utilizado o método de Runge-Kutta de 4ª ordem, conforme descrito no *Capítulo 5: Modelagem do Processo de Granulação (Seção 5.2.3. Resolução do Modelo de Balanço Populacional)*.

A Figura 6.1 apresenta um fluxograma da rotina utilizada para simular o processo de granulação de suco de goiaba em pó, em leito fluidizado:



**Figura 6.1:** Fluxograma do algoritmo utilizado nas simulações.

### 6.3. Materiais e Métodos

#### 6.3.1. Parâmetros Operacionais das Simulações

Todas as simulações foram feitas considerando suco de goiaba em pó como partícula e água como ligante. Foram feitas diversas simulações, variando a massa de partículas, a distribuição de tamanho, a velocidade de fluidização, a temperatura de fluidização e a vazão de ligante.

A Tabela 6.1 apresenta os parâmetros fixos em todas as simulações.

**Tabela 6. 1:** Parâmetros fixos em todas as simulações.

<b>Parâmetro</b>	<b>Valor</b>
Altura do Bico de Aspersão (cm)	60
Densidade de sólido (kg/m <sup>3</sup> )	1226
Diâmetro da base do equipamento (m)	0,075
Diâmetro do Equipamento (m)	0,15
Distância de avaliação da velocidade de bolha (m)	0,15
Início da adição de ligante (min)	3
Pressão do ar no bico aspersor (bar)	1
Volume do leito (m <sup>2</sup> )	0,0022
Tempo de aspersão (min)	17

Os intervalos de tamanho utilizados e os respectivos valores do fator de forma arredondamento estão dispostos na Tabela 6.2:

**Tabela 6. 2:** Intervalo de tamanho e arredondamento.

<b>Intervalo de Tamanho (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Arredondamento</b>
26	0,97
33	0,91
41	0,85
52	0,82
65	0,82
82	0,83
104	0,84
131	0,84
164	0,83
207	0,81
261	0,78
329	0,72
414	0,68
522	0,61
658	0,59
829	0,56

Os valores de arredondamento apresentados na Tabela 6.2 foram obtidos do Experimento 1 (Capítulo 3 – *Granulação de Suco de Goiaba em Pó em Leito Fluidizado*), considerando a inexistência de um modelo para estimar os valores de arredondamento em função da aglomeração.

A Tabela 6.3 apresenta as condições operacionais pesquisadas, em um total de 294 simulações por estudo:

**Tabela 6. 3:** Condições Operacionais Pesquisadas.

Parâmetro	Valor Mínimo	Valor Máximo	Valor do incremento	Total de pontos
Temperatura	50 °C	80 °C	5 °C	7
Velocidade do Ar de Fluidização	0,30 m/s	0,60 m/s	0,5 m/s	7
Vazão de Ligante	0,30 mL/min	1,80 mL/min	0,30 mL/min	6

O crescimento das partículas foi medido pela variação do diâmetro equivalente médio ( $deq_{médio}$ ):

$$Crescimento (\%) = \frac{deq_{médio\_inicial} - deq_{médio\_final}}{deq_{médio\_inicial}} \cdot 100 \quad (6.2)$$

### **6.3.1.1 Estudo do Rendimento do Processo e Diâmetro Médio**

Foram feitas simulações visando maximizar o rendimento do processo (minimizar o total de partículas elutriadas e incrustadas) e o diâmetro médio das partículas, após 20 minutos de granulação. A distribuição de tamanho percentual utilizada foi a da matéria-prima, obtida no Capítulo 3 – *Granulação de Suco de Goiaba em Pó em Leito Fluidizado* (Seção 3.2.5.3. *Distribuição de Tamanho das Partículas e Número de Partículas por Grama*) e está apresentada na Tabela 6.4. A massa de partículas no equipamento foi de 200 g.

**Tabela 6.4:** Distribuição de tamanho percentual.

Intervalo de Tamanho ( $\mu\text{m}$ )	%
26	2,77
33	4,28
41	5,79
52	6,92
65	9,63
82	13,10
104	15,17
131	14,62
164	12,19
207	9,16
261	4,54
329	1,45
414	0,23
522	0,06
658	0,08
829	0,03

Após a definição do ótimo do processo em 20 minutos de granulação, foi feita uma busca em todas as simulações, nos tempos inferiores a 20 minutos, de parâmetros que possibilitem uma melhora no rendimento do processo e/ ou no diâmetro médio das partículas.

### **6.3.1.2 Impacto do Diâmetro Médio Inicial das Distribuições de Tamanho de Partículas**

Foram feitas simulações visando maximizar o rendimento do processo e o diâmetro médio das partículas, com diferentes distribuições de tamanho das partículas iniciais. Foram consideradas 4 distribuições de tamanho, apresentadas na Tabela 6.5:

**Tabela 6.5:** Diferentes distribuições de tamanho percentual utilizadas nas simulações.

Intervalo de Tamanho (µm)	Distribuição 1	Distribuição 2	Distribuição 3	Distribuição 4
26	4,00%	1,00%	2,77%	4,00%
33	7,00%	5,00%	4,28%	11,00%
41	9,00%	11,00%	5,79%	16,00%
52	16,00%	17,00%	6,92%	10,00%
65	17,00%	15,00%	9,63%	7,00%
82	14,00%	14,00%	13,10%	2,00%
104	11,00%	11,00%	15,17%	4,00%
130	9,00%	9,00%	14,62%	10,00%
164	6,00%	8,00%	12,19%	14,00%
207	5,00%	5,00%	9,16%	9,00%
261	1,50%	3,00%	4,54%	7,00%
329	0,50%	1,00%	1,45%	4,00%
414	0,00%	0,00%	0,23%	2,00%
522	0,00%	0,00%	0,06%	0,00%
658	0,00%	0,00%	0,08%	0,00%
828	0,00%	0,00%	0,03%	0,00%
<b>Diâmetro Médio</b>	<b>87</b>	<b>94</b>	<b>118</b>	<b>121</b>

As distribuições de tamanho 1 a 3 foram utilizadas, especificamente, para verificar o impacto do aumento do diâmetro médio das partículas no rendimento e no diâmetro médio final da granulação. A distribuição de tamanho 4 foi utilizada para avaliar o impacto de uma distribuição bimodal no rendimento e no diâmetro médio final da granulação.

Foram utilizadas as condições operacionais presentes na Tabela 6.3 (Seção 6.3.1.), em um total de 294 simulações por distribuição de tamanho. A massa inicial de partículas no equipamento, em todas as simulações, foi de 200 g. Após a definição do ótimo do processo em 20 minutos de granulação, para cada distribuição, foi feita uma busca em todas as simulações com aquela distribuição, nos tempos inferiores a 20 minutos, de forma a verificar a existência de parâmetros que possibilitem uma melhora no rendimento do processo e/ ou no diâmetro médio das partículas.

### **6.3.1.3 Variação da Massa de Partículas no Leito**

Foram feitas simulações variando a massa de partículas no equipamento. Três valores de massa inicial de partículas foram utilizados (150 g, 200 g e 250 g). As simulações realizadas visaram maximizar o rendimento do processo (minimizar o total de partículas elutriadas e incrustadas) e o diâmetro médio das partículas, após 20 minutos de granulação. A distribuição de tamanho percentual utilizada foi a mesma da matéria-prima, obtida no Capítulo 3 – *Granulação de Suco de Goiaba em Pó em Leito Fluidizado* (Seção 3.2.5.3. *Distribuição de Tamanho das Partículas e Número de Partículas por Grama*) e foi disposta na Tabela 6.4 (Seção 6.3.1.).

As condições operacionais utilizadas, para cada valor de massa de partículas, estão presentes na Tabela 6.3 (Seção 6.3.1.).

## 6.4. Resultados e Discussão

### 6.4.1. Rendimento do Processo e Diâmetro Médio das Partículas

Foram feitas simulações visando maximizar o rendimento do processo (minimizar o total de partículas elutriadas e incrustadas) e o diâmetro médio das partículas, após 20 minutos de granulação.

Observou-se que existe uma concorrência entre o aumento do diâmetro médio e o rendimento do processo. As condições operacionais que proporcionavam os maiores rendimentos eram as que resultavam em menor crescimento do diâmetro médio. Desta forma, a condição considerada ótima foi aquela que apresentou o maior crescimento das partículas e um rendimento superior a 75%.

A Tabela 6.6 apresenta as condições operacionais ótimas obtidas pelo modelo para o processo de granulação de suco de goiaba em pó em leito fluidizado:

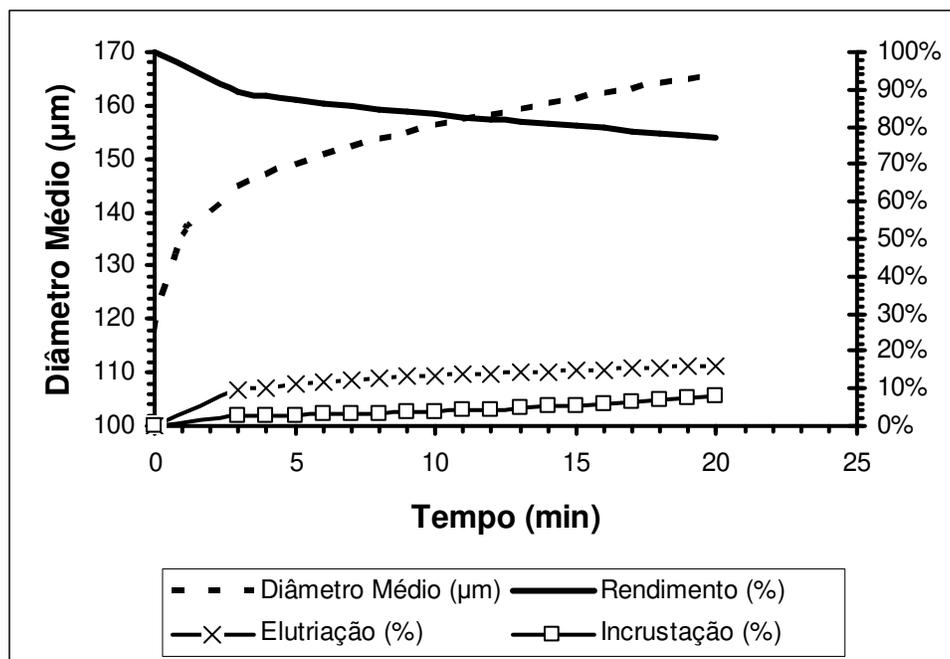
**Tabela 6.6:** Condições operacionais ótimas obtidas pelo modelo.

$T_f$ (°C)	Vlig (mL/min)	$V_0$ (m/s)	deq <sub>médio</sub> Inicial (μm)	Rendimento	deq <sub>médio</sub> Final (μm)	Crescimento (%)	$\beta_0$ (1/min)	$S_0$ (1/(m·min))
65	0,30	0,50	118	77%	166	41%	6,56E-11	26,25

Onde:  $T_f$  – temperatura do ar de fluidização;  
Vlig – vazão de ligante;  
 $V_0$  – vazão do ar de fluidização;  
deq<sub>médio</sub> – diâmetro equivalente médio da distribuição.

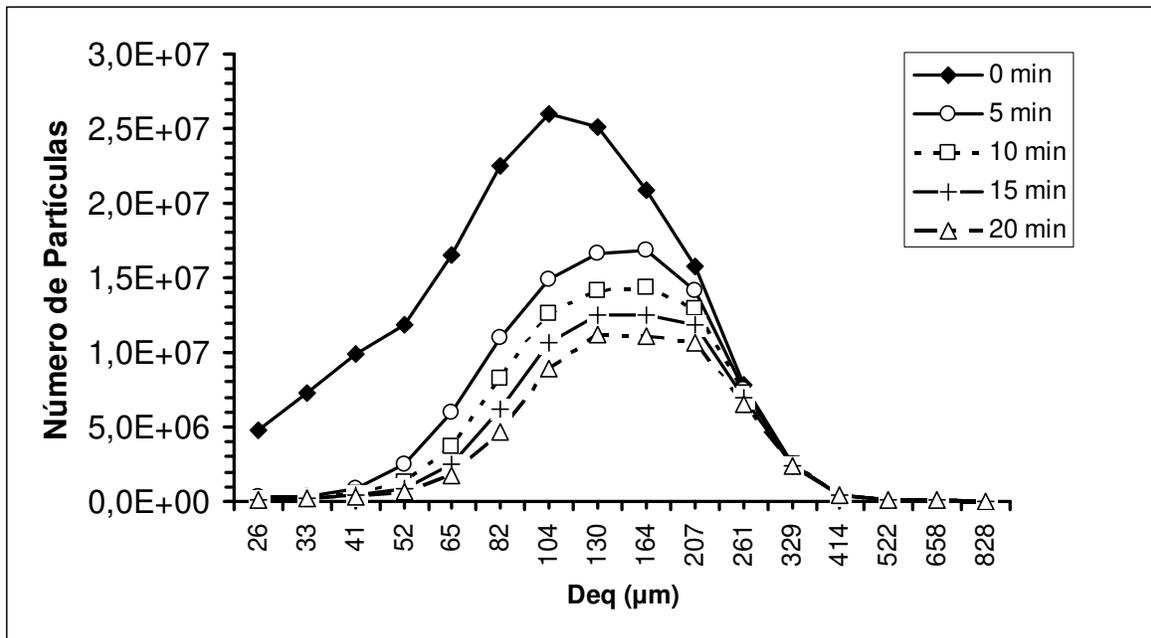
Durante o processo de simulação, verificou-se que valores da constante de quebra ( $S_0$ ) superiores a 26,25/(m·min) resultavam em instabilidade no sistema, e em erro no software. Além disso, para valores de  $S_0$  iguais a 26,25/(m·min), o mesmo acontecia se o valor da constante de aglomeração ( $\beta_0$ ) fosse superior a  $6,56 \cdot 10^{-11}$ /min, exatamente os valores obtidos para o ponto ótimo. Este fato sugere que deve existir um valor máximo de  $S_0$ , necessitando ser verificado experimentalmente.

A Figura 6.2 apresenta os valores da evolução do diâmetro médio, do rendimento do processo, do percentual elutriado e do percentual incrustado ao longo do tempo, nas condições ótimas de processamento:



**Figura 6.2:** Evolução, com o tempo, do diâmetro médio, rendimento, percentual elutriado e percentual incrustado nas condições ótimas (diâmetro inicial 118 μm).

A Figura 6.2 permite que se escolha a condição adequada aos requisitos do produto final com relação ao rendimento do processo e ao crescimento de partículas. O percentual elutriado foi maior do que o incrustado ao longo da simulação. A evolução das distribuições de tamanho está disposta na Figura 6.3:

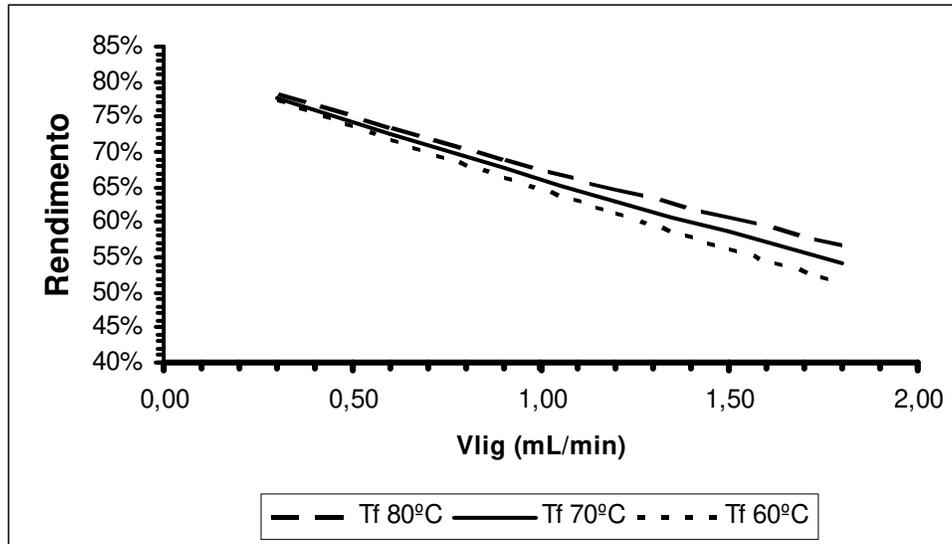


**Figura 6.3:** Evolução das distribuições de tamanho nas condições ótimas de processamento (diâmetro inicial 118 µm).

Observando a Figura 6.3, nota-se que logo nos cinco primeiros minutos de granulação há uma mudança no pico da distribuição, saindo de 104 µm para 164 µm. Ao final do processo o pico da distribuição vai para 130 µm, mas com um número de partículas muito próximo ao número de partículas dos intervalos de tamanho 164 µm e 207 µm, o que é uma distribuição de tamanho interessante se o objetivo for maximizar esta faixa de tamanho das partículas. Além disso, verifica-se uma gradual redução da dispersão das partículas, pela redução da distância entre as caudas da distribuição.

Após a definição do ótimo do processo em 20 minutos de granulação, foi feita uma busca em todas as simulações, nos tempos inferiores a 20 minutos, de parâmetros que possibilitem uma melhora no rendimento do processo e/ ou no diâmetro médio das partículas. Entretanto, nenhuma condição operacional, em nenhum tempo, apresentou quaisquer melhorias em relação à condição ótima.

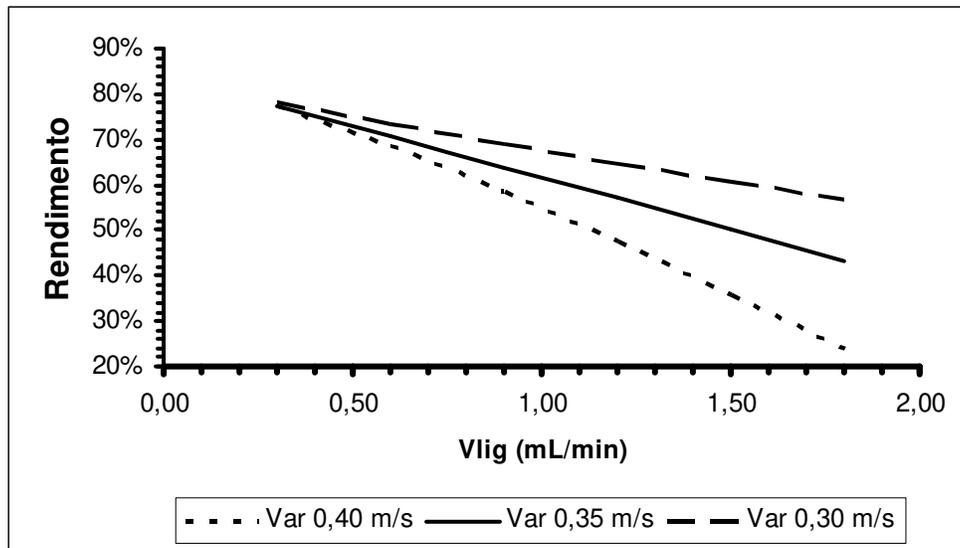
A Figura 6.4 apresenta o efeito da vazão de ligante no rendimento do processo, para 3 temperaturas do ar de fluidização:



**Figura 6.4:** Efeito da vazão de ligante no rendimento do processo após 20 min ( $V_{ar}=0,30$  m/s).

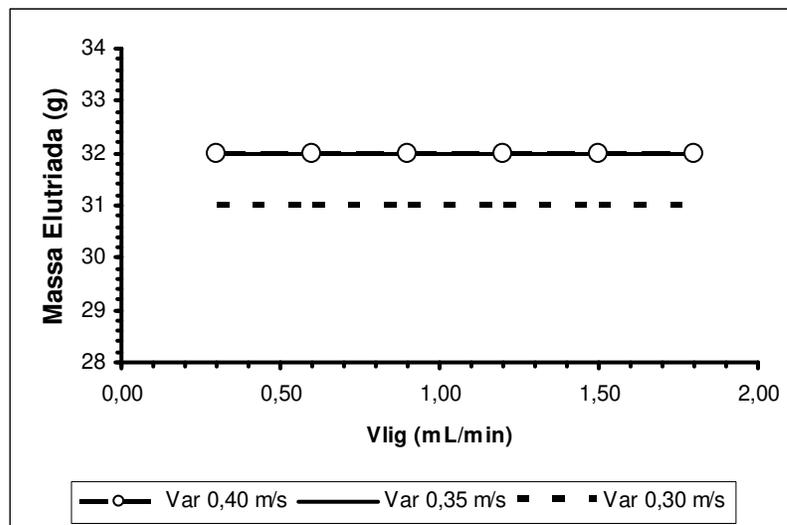
Dois efeitos podem ser verificados na Figura 6.4. Primeiro, a redução do rendimento do processo com o aumento da vazão de ligante. Segundo, este efeito é mais pronunciado quanto menor for a temperatura do ar de fluidização. O aumento da vazão de ligante aumenta a massa incrustada, reduzindo o rendimento do processo. Além disso, a diminuição da temperatura do ar de fluidização reduz a taxa de secagem do ligante, aumentando a disponibilidade deste para que as partículas úmidas se liguem à parede do equipamento, aumentando a massa incrustada e reduzindo o rendimento do processo.

Na figura 6.5 é possível visualizar o efeito do aumento da vazão de ligante no rendimento do processo para 3 diferentes velocidades do ar de fluidização ( $V_{ar}$ ):

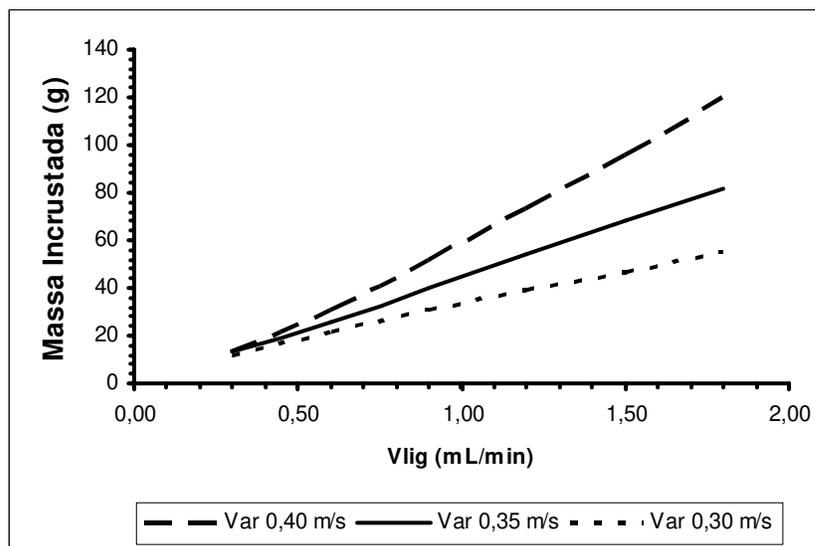


**Figura 6.5:** Efeito da vazão de ligante no rendimento do processo após 20 min ( $T_f = 80^\circ\text{C}$ ,  $V_{mf} = 0,27 \text{ m/s}$ ).

Nota-se uma redução do rendimento do processo com o aumento da vazão de ligante e com o aumento da velocidade do ar de fluidização. Com o aumento da vazão de ligante, há uma maior quantidade de partículas úmidas que podem se ligar às paredes do equipamento, aumentando a massa incrustada e reduzindo o rendimento do processo. Além disso, com o aumento da velocidade do ar de fluidização, tanto a taxa de incrustação quanto a taxa de elutriação aumentam, reduzindo o rendimento do processo. Os efeitos sobre a massa incrustada e elutriada podem ser mais bem observados na Figura 6.6:



(a)



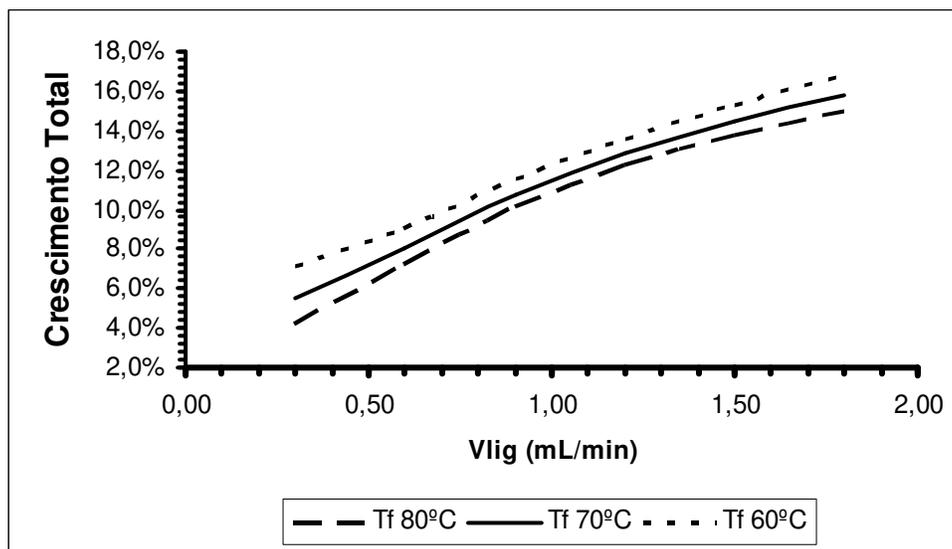
(b)

**Figura 6.6:** Efeito da vazão de ligante na massa elutriada (a) e incrustada (b) após 20 min ( $T_f = 80^\circ\text{C}$ ).

O aumento da vazão de ligante não apresenta qualquer efeito sobre a massa elutriada, sendo que, após 20 min, nem a velocidade do ar de fluidização tem grande impacto. A simulação utilizando a  $V_{ar}$  de 0,30 m/s teve uma massa elutriada ligeiramente menor do que as demais. O impacto da  $V_{ar}$  diz mais respeito à taxa de elutriação, que após 20 min é muito pequena. Em relação à massa incrustada, nota-se um aumento da massa incrustada com o aumento da vazão de

ligante, sendo este aumento tanto maior quanto maior for a velocidade do ar de fluidização. O aumento da  $V_{ar}$  aumenta o número de colisões entre as partículas, e também entre as partículas e as paredes do equipamento, o que aumenta a taxa de incrustação.

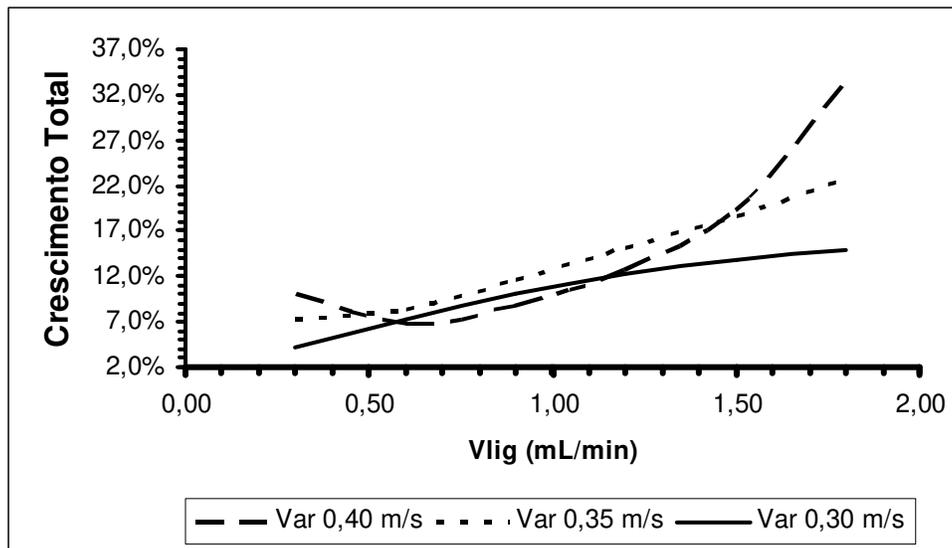
A Figura 6.7 apresenta o efeito do aumento da vazão de ligante no crescimento das partículas, para 3 diferentes temperaturas do ar de fluidização ( $T_f$ ):



**Figura 6.7:** Efeito da vazão de ligante no crescimento das partículas após 20 min ( $V_{ar}=0,30$  m/s).

Observando a Figura 6.7 verifica-se o efeito positivo do aumento da vazão de ligante no crescimento total das partículas para todas as temperaturas. O aumento da vazão de ligante reduz a taxa de quebra das partículas por permitir a formação de ligações mais resistentes entre as partículas. O efeito da taxa de secagem do ligante também pode ser verificado, já que quanto maior a temperatura do ar de fluidização, maior a taxa de secagem e menor o crescimento final, uma vez que uma maior taxa de secagem reduz a disponibilidade de ligante para formação de ligações entre as partículas.

A Figura 6.8 apresenta o efeito do aumento da vazão de ligante para diversas velocidades de fluidização ( $V_{ar}$ ):



**Figura 6.8:** Efeito da vazão de ligante no crescimento das partículas após 20 min ( $T_f = 80^\circ\text{C}$ ).

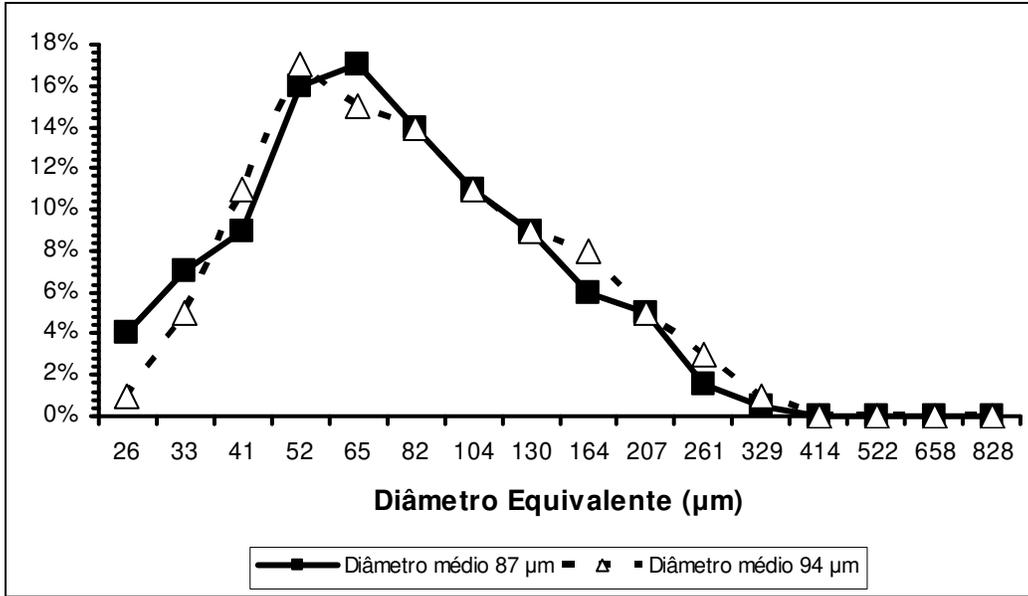
De um modo geral, o aumento da vazão de ligante conduz a um aumento do crescimento das partículas e este aumento é mais pronunciado para maiores velocidades do ar de fluidização. Entretanto, a região entre 0,5 mL/min e 1,0 mL/min apresenta um comportamento distinto. Primeiro, as diferenças entre os percentuais de crescimento das partículas para os três valores de  $V_{ar}$  são menores do que para outros valores de  $V_{lig}$  e, segundo, para  $V_{ar}$  de 0,40 m/s, chega a ocorrer uma diminuição do crescimento das partículas com o aumento de  $V_{lig}$ .

O aumento de  $V_{ar}$  conduz a um aumento da frequência de colisões entre as partículas e a uma maior taxa de secagem. O aumento da frequência de colisões conduz a um aumento da taxa de aglomeração das partículas, por aumentar a probabilidade de partículas úmidas colidirem com outras partículas; a um aumento da taxa de quebra, já que aumenta a força entre as colisões; e a um aumento da taxa de incrustação, por aumentar a probabilidade de uma partícula úmida colidir com as paredes do equipamento. A maior taxa de secagem, por outro lado, reduz a taxa de incrustação, por reduzir a disponibilidade de ligante, mas também aumenta a taxa de quebra, já que a menor disponibilidade de ligante gera ligações mais frágeis entre as partículas. O comportamento da região entre 0,5 mL/min 1,0

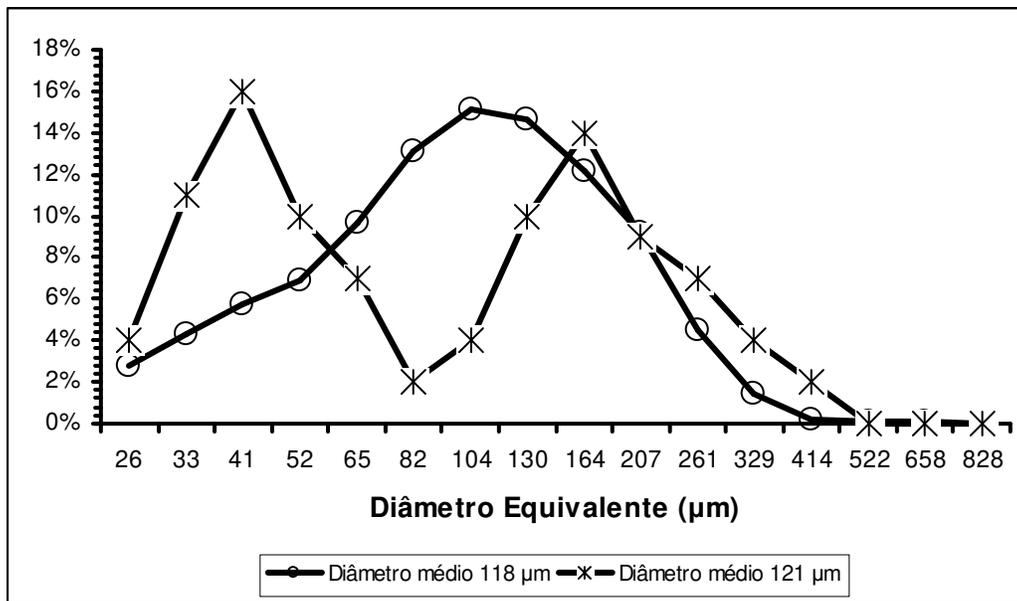
mL/min, na Figura 6.5, parece ser originado da taxa de incrustação. Como as partículas maiores têm maior probabilidade de incrustarem, por terem maior probabilidade de receberem ligante, parece haver uma maior taxa de remoção destas partículas, neste conjunto de condições operacionais, resultando em uma menor taxa de crescimento ou até uma pequena redução. Conforme apresentado na Figura 6.6 (b), o efeito da incrustação é mais pronunciado para maiores valores de  $V_{ar}$ , daí, portanto, o maior efeito nos valores de  $V_{ar}$  0,40 m/s. Cabe ressaltar que, após a região entre 0,5 mL/min e 1,0 mL/min, há um aumento do crescimento das partículas com o aumento de  $V_{lig}$ , sendo a taxa maior para  $V_{ar}$  de 0,40 m/s.

### **6.4.2. Impacto do Diâmetro Médio Inicial**

Foram feitas simulações visando maximizar o rendimento do processo e o diâmetro médio das partículas, com diferentes distribuições de tamanho das partículas iniciais. Foram consideradas 4 distribuições de tamanho com diâmetros médios de 87, 94, 118 e 121  $\mu\text{m}$ . A última distribuição de tamanho (121  $\mu\text{m}$ ) era bimodal. As distribuições percentuais de tamanho iniciais podem ser visualizadas na Figura 6.9:



(a)



(b)

**Figura 6. 9:** Distribuições percentuais de tamanho iniciais.

A Tabela 6.7 apresenta o rendimento do processo e o diâmetro final para cada distribuição de tamanho estudada, nas condições ótimas da distribuição de 118 µm, definidas na seção anterior.

**Tabela 6.7:** Rendimento e crescimento das partículas, para as quatro distribuições de tamanho, nas condições ótimas da distribuição com 118  $\mu\text{m}$  de diâmetro médio.

$d_{eq\text{médio}}\text{ Inicial}$ ( $\mu\text{m}$ )	Tipo	$T_f$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$V_{lig}$ ( $\text{mL}/\text{min}$ )	$V_{ar}$ ( $\text{m}/\text{s}$ )	Rendimento	$d_{eq\text{médio}}\text{ Final}$ ( $\mu\text{m}$ )	Crescimento (%)	$\beta_0$ ( $1/\text{min}$ )	$S_0$ ( $1/(\text{m}\cdot\text{min})$ )
87	unimodal	65	0,30	0,50	74,96%	153	76,7%	7,89E-11	26,25
94	unimodal	65	0,30	0,50	76,48%	161	70,5%	7,44E-11	26,25
118	unimodal	65	0,30	0,50	76,96%	166	40,9%	6,56E-11	26,25
121	bimodal	65	0,30	0,50	82,02%	208	72,0%	6,56E-11	26,25

Nota-se que o rendimento do processo aumenta com o aumento do diâmetro das partículas e o crescimento diminui, para as distribuições unimodais. Isto se deve ao fato de que a velocidade mínima de fluidização aumenta, e, para uma mesma velocidade do ar de fluidização, há uma redução na agitação das partículas, diminuindo a probabilidade destas aglomerarem, diminuindo o crescimento das partículas. Com a redução do diâmetro médio da distribuição, para uma mesma velocidade do ar de fluidização, há um aumento na elutriação das partículas, reduzindo o rendimento do processo.

A distribuição bimodal apresentou um elevado crescimento das partículas. A grande diferença de tamanho entre as partículas favorece a aglomeração destas, aumentando o crescimento. A presença de partículas mais pesadas reduz a elutriação, aumentando o rendimento do processo.

Durante o processo de simulação, assim como citado na seção anterior, verificou-se que valores da constante de quebra ( $S_0$ ) superiores a 26,25/( $\text{m}\cdot\text{min}$ ) resultavam em instabilidade no sistema e em erro. Além disso, para valores de  $S_0$  iguais a 26,25/ ( $\text{m}\cdot\text{min}$ ), o mesmo acontecia se o valor da constante de aglomeração ( $\beta_0$ ) fosse superior a  $9,94\cdot 10^{-11}/\text{min}$ , para  $d_{eq\text{médio}}$  inicial de 84  $\mu\text{m}$ ;  $9,36\cdot 10^{-11}/\text{min}$ , para  $d_{eq\text{médio}}$  inicial de 94  $\mu\text{m}$ ; e  $6,56\cdot 10^{-11}/\text{min}$ , para  $d_{eq\text{médio}}$  inicial de 118  $\mu\text{m}$ . Para a distribuição bimodal, cujo  $d_{eq\text{médio}}$  inicial era 121  $\mu\text{m}$ , o valor máximo da constante de aglomeração, sem que ocorresse erro, foi de  $7,36\cdot 10^{-11}/\text{min}$ . Novamente, este fato sugere que deve existir um valor máximo de  $S_0$ , necessitando ser avaliado experimentalmente.

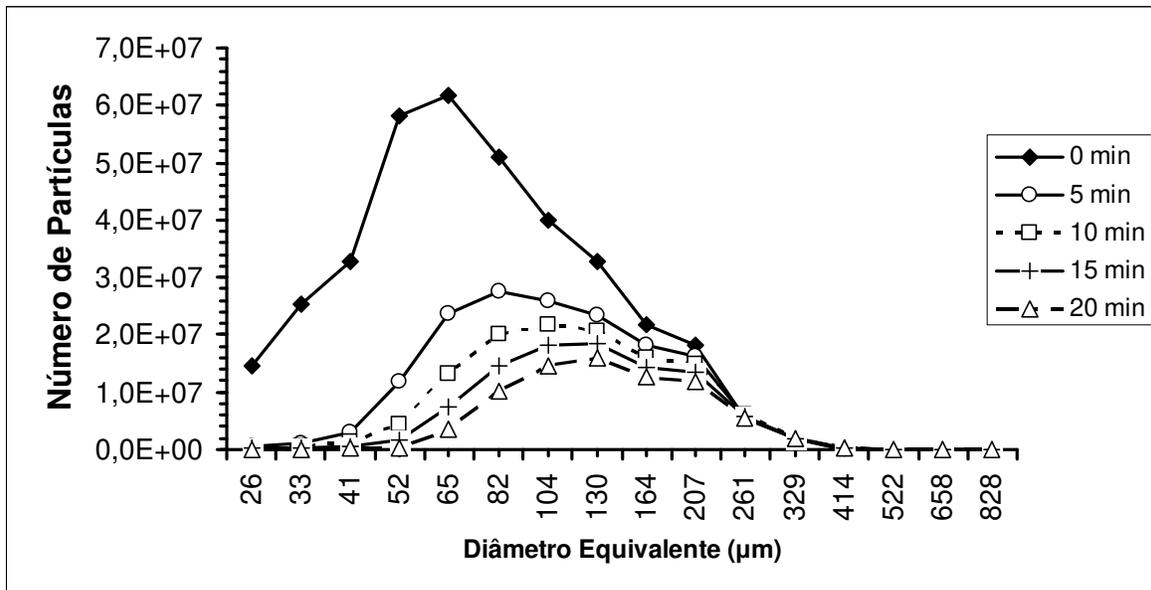
A Tabela 6.8 apresenta as condições ótimas, que é a condição que proporciona o maior crescimento das partículas, com rendimento superior a 75%, para cada distribuição de tamanho:

**Tabela 6.8:** Rendimento e crescimento das partículas, para as quatro distribuições de tamanho, nas condições ótimas.

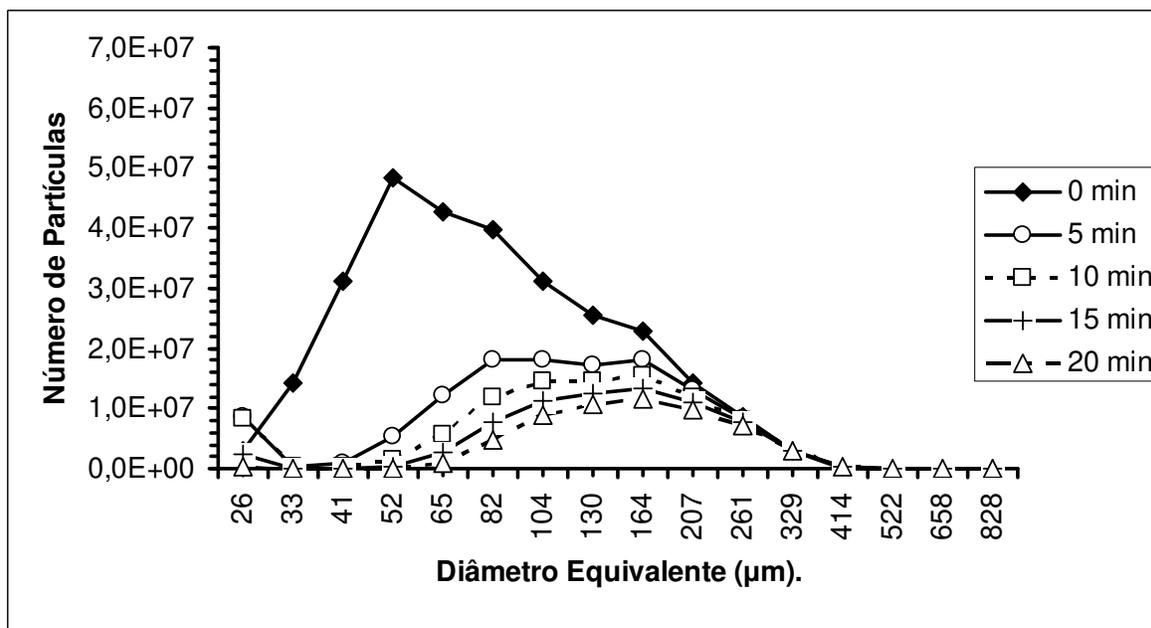
deq <sub>médio</sub> Inicial ( $\mu\text{m}$ )	Tipo	T <sub>f</sub> ( $^{\circ}\text{C}$ )	V <sub>lig</sub> (mL/min)	V <sub>ar</sub> (m/s)	Rendimento	deq <sub>médio</sub> Final ( $\mu\text{m}$ )	Crescimento (%)	$\beta_0$ (1/min)	S <sub>0</sub> (1/ (m·min))
87	unimodal	70	0,30	0,50	75,32%	149	71,2%	7,05E-11	26,25
94	unimodal	55	0,30	0,50	75,77%	170	80,1%	9,36E-11	26,25
118	unimodal	65	0,30	0,50	76,96%	166	40,9%	6,56E-11	26,25
121	bimodal	60	0,30	0,50	81,77%	211	74,2%	7,36E-11	26,25

As diferenças entre as condições operacionais da Tabela 6.8 e da Tabela 6.7 se restringiram aos valores da temperatura do ar de fluidização. A vazão de ligante permaneceu no menor valor estudado. Estas diferenças observadas indicam a necessidade de avaliar a condição ótima de processo para cada distribuição de tamanho, e não somente para cada produto.

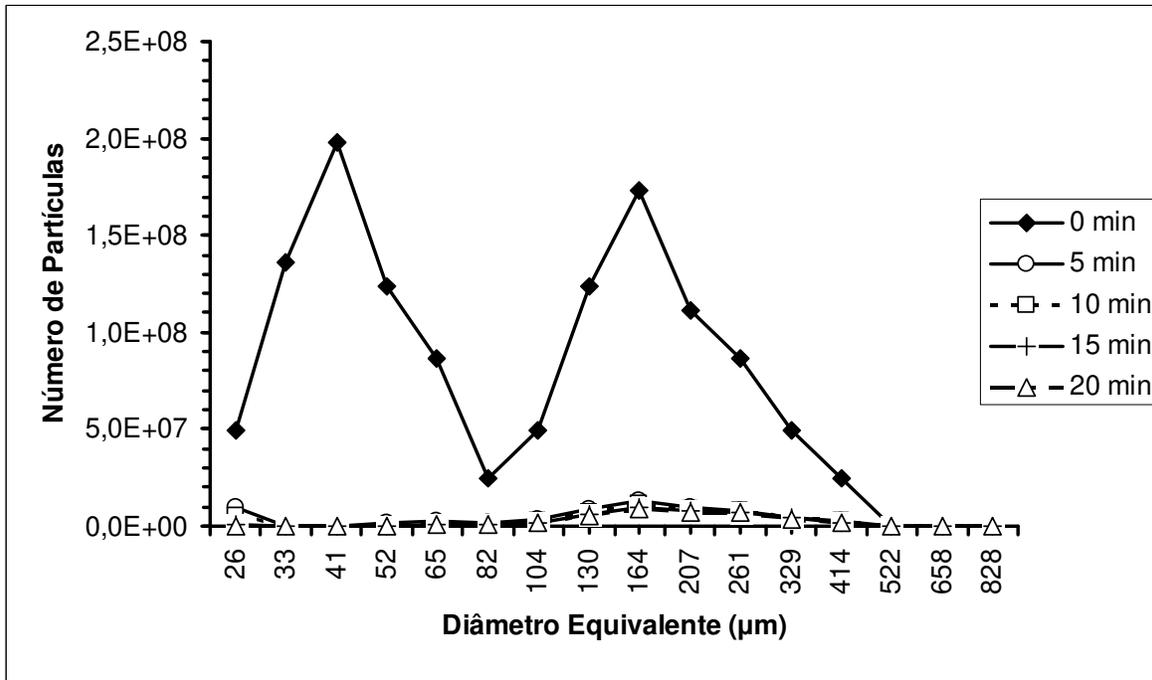
As Figuras 6.10 a 6.12 mostram a evolução da distribuição de tamanho, em base numérica, para as distribuições com diâmetro médio de 87  $\mu\text{m}$ , 96  $\mu\text{m}$  e 121  $\mu\text{m}$ , respectivamente, lembrando que a evolução da distribuição de tamanho da distribuição de diâmetro médio 117  $\mu\text{m}$  foi apresentada anteriormente, na Figura 6.3.



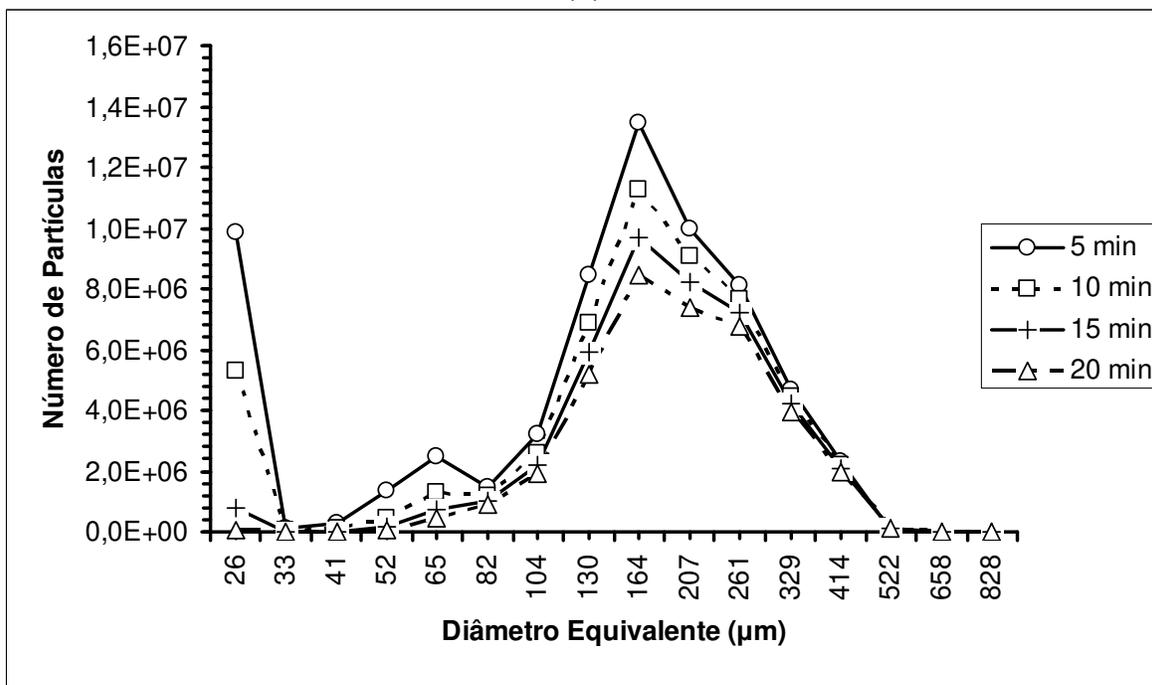
**Figura 6.10:** Evolução das distribuições de tamanho nas condições ótimas de processamento (diâmetro inicial 87 µm).



**Figura 6.11:** Evolução das distribuições de tamanho nas condições ótimas de processamento (diâmetro inicial 94 µm).



(a)

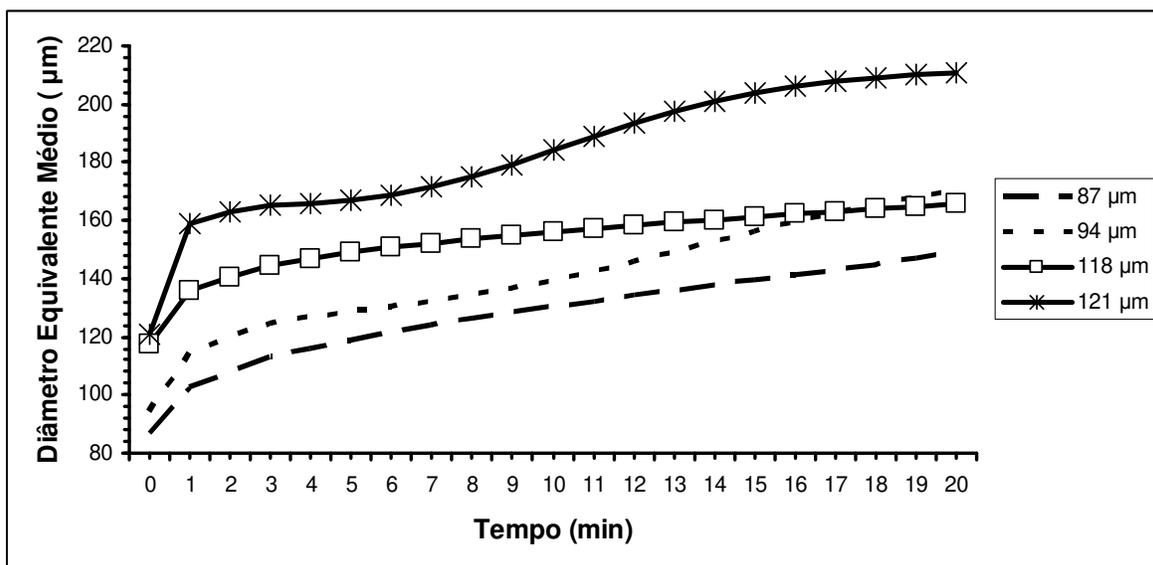


(b)

**Figura 6.12:** Evolução das distribuições de tamanho nas condições ótimas de processamento (diâmetro inicial 121 μm) (a) 0 a 20 min de granulação; (b) 5 a 20 min de granulação.

De modo geral, todas as distribuições apresentaram uma mudança no pico da distribuição e uma menor dispersão das partículas, visível pelo estreitamento da distribuição. As maiores reduções ocorrem nos primeiros 5 minutos de granulação. Destaque merece a evolução da distribuição bimodal apresentada na Figura 6.12. A aglomeração é tão intensa que a distribuição praticamente se torna unimodal nos 5 primeiros minutos de granulação, com a redução do pico de menor diâmetro.

A intensidade do crescimento das partículas pode ser mais bem visualizada na Figura 6.13 que apresenta a evolução do diâmetro equivalente médio, para as quatro distribuições iniciais:



**Figura 6.13:** Evolução do diâmetro equivalente médio, nas condições ótimas de processamento, para as quatro diferentes distribuições de tamanho.

Novamente é possível visualizar a alta taxa de crescimento da distribuição bimodal (diâmetro equivalente médio inicial de 121 µm). Outro destaque é a taxa de crescimento da distribuição de diâmetro inicial de 94 µm frente à de 118 µm. A maior taxa de crescimento da primeira faz com que o diâmetro final da mesma ultrapasse o da última ao final do processo. Isto se deve ao fato de a primeira distribuição poder ser submetida a condições de granulação que favoreçam mais a aglomeração das partículas, frente às condições operacionais da distribuição de

diâmetro equivalente inicial de 118  $\mu\text{m}$ , que sofre maiores restrições quanto ao rendimento do processo. Diante disso, pode-se supor que, além de existir uma condição ótima para cada distribuição de tamanho de partícula, também deve existir um formato específico de distribuição de tamanho que favoreça a aglomeração das partículas, por permitir condições operacionais mais propícias ao crescimento das partículas, sem maiores impactos no rendimento do processo.

Após a definição do ótimo do processo em 20 minutos de granulação, foi feita uma busca em todas as simulações, nos tempos inferiores a 20 minutos, de parâmetros que possibilitem uma melhora no rendimento do processo e/ ou no diâmetro médio das partículas. Apenas a distribuição com diâmetro médio inicial de 87  $\mu\text{m}$  apresentou uma condição alternativa à ótima. Estas condições estão dispostas na Tabela abaixo:

**Tabela 6.9:** Condições operacionais alternativas.

$d_{eq\text{médio}}^{\text{Inicial}}$ ( $\mu\text{m}$ )	Tempo de granulação (min)	$T_f$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$V_{\text{lig}}$ (mL/min)	$V_{\text{ar}}$ (m/s)	Rendimento	$d_{eq\text{médio}}^{\text{Final}}$ ( $\mu\text{m}$ )	Crescimento (%)	$\beta_0$ (1/min)	$S_0$ (1/ (m·min))
87	16	60	0,30	0,50	78,35%	150	72,3%	8,85E-11	26,25

Comparando a Tabela 6.8 e 6.9, verifica-se que as alterações se deram na temperatura do ar de fluidização e no tempo de granulação, havendo uma redução de ambos. Destaca-se que os valores de vazão de ligante e de velocidade do ar de fluidização permaneceram iguais para todas as distribuições, sendo o valor de vazão de ligante o menor dentro da faixa simulada. Isto pode ser um indicativo de que esta vazão já é suficiente para promover a granulação das partículas e que a taxa de crescimento diz mais respeito à taxa de secagem do ligante e à frequência de colisões das partículas, influência da temperatura do ar de fluidização e da velocidade do ar de fluidização. O aumento da vazão de ligante provoca um efeito mais intenso na redução no rendimento do processo do que no aumento na taxa de crescimento.

Vale ressaltar que a condição ótima depende da aplicação do modelo. Não sendo necessário o maior diâmetro, é possível selecionar outros pontos e outras condições do processo que favoreçam o rendimento do processo em menor tempo de granulação. Por exemplo, no caso da distribuição de tamanho bimodal ( $deq_{\text{médio}}$  inicial de 121  $\mu\text{m}$ ), se um diâmetro final de 201  $\mu\text{m}$  for suficiente, é possível obter um rendimento de 85% com 10 minutos de granulação, utilizando as condições operacionais da Tabela 6.10, reduzindo pela metade o tempo de processamento.

**Tabela 6.10:** Condições operacionais alternativas ( $deq_{\text{médio}}$  inicial 121  $\mu\text{m}$ ) .

$deq_{\text{médio}}$ Inicial ( $\mu\text{m}$ )	Tempo de granulação (min)	$T_f$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$V_{\text{lig}}$ (mL/ min)	$V_{\text{ar}}$ (m/s)	Rendimento	$deq_{\text{médio}}$ Final ( $\mu\text{m}$ )	Crescimento (%)	$\beta_0$ (1/min)	$S_0$ (1/ (m·min))
121	10	50	0,60	0,55	84,77%	201	66,1%	6,68E-11	23,64

### 6.4.3. Variação da Massa de Partículas no Equipamento

Foram feitas simulações variando a massa de partículas no equipamento, para a mesma distribuição percentual de tamanho inicial. Três valores de massa inicial de partículas foram utilizados (150 g, 200 g e 250 g). As simulações realizadas visaram maximizar o rendimento do processo (minimizar o total de partículas elutriadas e incrustadas) e o diâmetro médio das partículas, após 20 minutos de granulação.

A Tabela 6.11 apresenta as condições operacionais ótimas obtidas pelo modelo para o processo de granulação de suco de goiaba em pó em leito fluidizado, para as três diferentes quantidades de massa de partícula no equipamento.

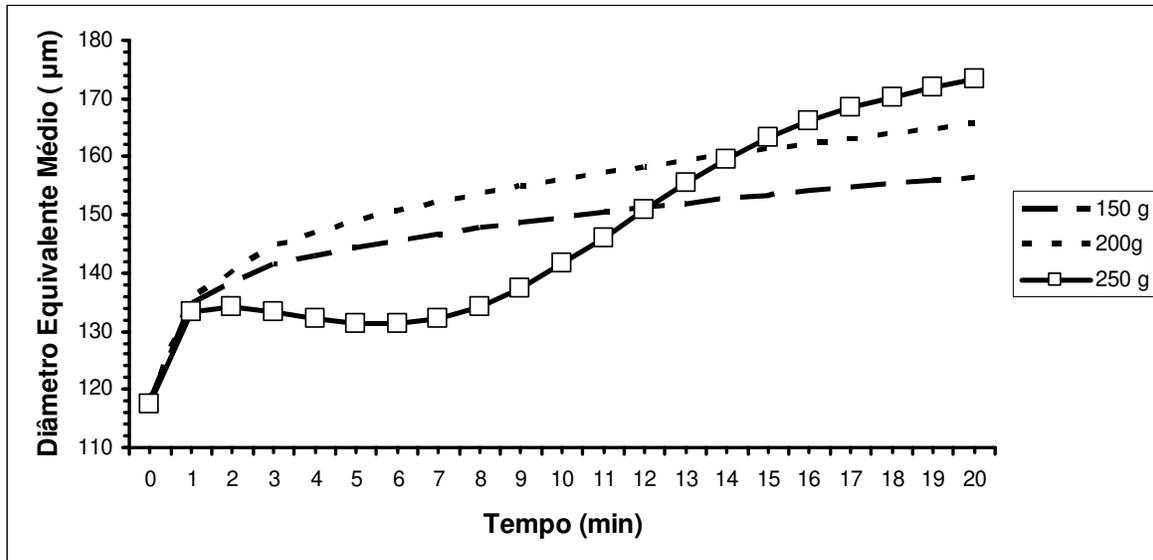
**Tabela 6.11:** Condições operacionais ótimas obtidas pelo modelo, para os três diferentes valores de massa inicial.

Massa Inicial (g)	$T_f$ (°C)	$V_{lig}$ (mL/min)	$V_0$ (m/s)	$d_{eq\text{médio}}\text{ Inicial}$ ( $\mu\text{m}$ )	Rendimento	$d_{eq\text{médio}}\text{ Final}$ ( $\mu\text{m}$ )	Crescimento (%)	$\beta_0$ (1/min)	$S_0$ (1/(m·min))
150	65	0,30	0,50	118	76,96%	156	33,1%	6,56E-11	26,25
200	65	0,30	0,50	118	76,96%	166	40,9%	6,56E-11	26,25
250	65	0,30	0,50	118	76,96%	174	47,4%	6,56E-11	26,25

Verifica-se na Tabela 6.11 que não houve quaisquer alterações nas condições operacionais do equipamento e no rendimento final do processo. Entretanto, houve um crescimento maior das partículas para maiores quantidades de massa no equipamento. O maior número de partículas proporciona uma quantidade maior de colisões, originando uma quantidade maior de aglomerados, sem diminuir o rendimento do processo.

Durante o processo de simulação, verificou-se que valores da constante de quebra ( $S_0$ ) superiores a 26,25/ (m·min) resultavam em instabilidade no sistema e em erro. Além disso, para valores de  $S_0$  iguais a 26,25/ (m·min), o mesmo acontecia se o valor da constante de aglomeração ( $\beta_0$ ) fosse superior a  $6,56 \cdot 10^{-11}$ /min, exatamente os valores obtidos para o ponto ótimo. Este fato sugere que deve existir um valor máximo de  $S_0$ , necessitando ser verificado experimentalmente.

A Figura 6.14 apresenta a evolução do diâmetro médio para cada massa inicial de partículas.



**Figura 6.14:** Evolução do diâmetro equivalente médio, nas condições ótimas de processamento, para as três diferentes massas iniciais de partículas no equipamento.

Analisando a Figura 6.14 verifica-se o comportamento distinto da evolução do diâmetro médio para a simulação com 250 g de partículas. Após 1 minuto no equipamento, enquanto as outras simulações continuam a ter um aumento no diâmetro médio, esta simulação continua com o diâmetro estável, apresentando uma ligeira queda, até os 6 minutos. Como a quantidade de ligante é a mesma para todas as simulações, tem-se que nesta, por ter um número maior de partículas, e conseqüentemente, um número maior de colisões, apresenta muita quebra no início do processo, pela pouca quantidade de ligante por partícula. Após 6 minutos, já há quantidade de ligante no equipamento suficiente para promover o crescimento das partículas, o que, aliado ao grande número destas, promove uma alta taxa de crescimento, chegando a ultrapassar o diâmetro médio final das outras simulações.

### **6.5. Conclusões**

Neste capítulo foram realizadas diversas simulações do processo de granulação de suco de goiaba em pó em leito fluidizado, utilizando os modelos desenvolvidos nos capítulos anteriores. Foram feitas simulações alterando a velocidade do ar de fluidização, a vazão de ligante, a velocidade do ar de fluidização, o diâmetro médio inicial da distribuição, o formato da distribuição e a massa total de partículas.

Observou-se que existe uma concorrência entre o aumento do diâmetro médio e o rendimento do processo. As condições operacionais que proporcionavam os maiores rendimentos foram as que resultavam em menor crescimento do diâmetro médio. Daí a necessidade de se definir uma meta, seja de rendimento, seja de crescimento das partículas, para se avaliar quais as condições operacionais que melhor satisfaçam estes requisitos.

Valores elevados da constante de quebra resultaram em instabilidade do sistema e em erro do software. Parece haver um valor máximo para a constante de quebra, que necessita ser avaliado experimentalmente.

A análise das simulações realizadas sugere que as condições ótimas devem ser avaliadas para cada distribuição de tamanho e para cada quantidade de partículas no equipamento, não somente para cada tipo de produto.

Os modelos se mostraram como uma boa ferramenta para compreensão do processo de granulação e obtenção de ótimos de processamento.

### **6.6. Referências Bibliográficas**

NODA, K., UCHIDA, S., MAKINO, T., KAMO, H. Minimum Fluidization Velocity of Binary Mixture of Particles with Large Size Ratio. **Powder Technology**, v.46, p.149-154, 1986.

TAN, H.S., SALMAN, A.D., HOUNSLOW, M.J., Kinetics of fluidized bed melt granulation IV: Selecting the breakage model. **Powder Technology**, v.143-144, p.65-83, 2004.

## **CAPÍTULO 7: Conclusões Gerais**

Este trabalho teve como objetivo o estudo do impacto das condições operacionais no modelo de balanço populacional, durante a granulação de suco de goiaba em pó.

Foram realizados experimentos de forma a adquirir os dados necessários para alimentar os modelos matemáticos desenvolvidos. Trabalhou-se com a granulação de suco de goiaba em pó, em leito fluidizado, utilizando água como líquido ligante, em cinco diferentes condições operacionais distintas, sendo duas cinéticas de granulação.

Os dados experimentais obtidos proporcionaram observar diferentes características de comportamento do sistema e diferentes características das partículas aglomeradas.

Apenas um dos experimentos (Experimento 2) foi encerrado por baixo rendimento do processo, sendo os demais encerrados por colapso do leito. As análises de teor de umidade do material incrustado indicaram que este fator parece ter uma grande influência no colapso do leito ao favorecer a formação de torrões, que, ao se soltar das paredes do equipamento, impedem a fluidização do sistema. Observou-se que os experimentos que interrompidos por colapso do leito estavam com um teor de umidade do material incrustado superior a 12%, podendo ser este um limite para uma boa granulação.

Foram propostos modelos para estimativa dos valores de elutriação e incrustação de partículas durante a granulação de suco de goiaba em pó, em leito fluidizado. Estes modelos apresentaram resultados satisfatórios na estimativa do número de partículas elutriada e incrustada.

A comparação entre os resultados experimentais de Souza (2007) e os resultados simulados pelos modelos de elutriação e incrustação, sugerem que estes podem ser utilizados, com boa precisão, para a estimativa do rendimento do processo de granulação de partículas de suco de goiaba em pó, em leito fluidizado, dentro da faixa estudada dos parâmetros de operação.

A partir dos dados experimentais foi feito o ajuste do Modelo de Balanço Populacional (MBP) utilizando termos de coalescência, quebra, elutriação e incrustação. O modelo se mostrou capaz de estimar com boa precisão os valores de diâmetro médio e da distribuição de tamanho de partículas. O MBP apresentou incapacidade de estimar valores de diâmetro médio e de distribuição de tamanho quando o rendimento do processo foi inferior a 40% em massa. Entretanto, tal limitação não é de grande importância, já que nestas condições o processo já deveria ter sido interrompido.

Duas correlações para estimativa das constantes de coalescência e de quebra foram propostas. O MBP, em conjunto com estas correlações, conseguiu estimar com boa precisão o diâmetro médio e a distribuição de tamanho das partículas. Para validá-lo, foram utilizados os dados experimentais de Souza (2007), para suco de goiaba em pó, em leito fluidizado. Novamente o modelo conseguiu estimar com boa precisão a evolução do diâmetro médio e da distribuição de tamanho das partículas ao longo da granulação, indicando a possibilidade de uso deste modelo para simulações da granulação de suco de goiaba em pó em leito fluidizado, dentro da faixa de valores das variáveis operacionais estudadas.

Por fim, foram executadas diversas simulações do processo de granulação de suco de goiaba em pó em leito fluidizado, utilizando os modelos desenvolvidos. Foram feitas simulações alterando a velocidade do ar de fluidização, a vazão de ligante, a velocidade do ar de fluidização, o diâmetro médio inicial da distribuição, o formato da distribuição e a massa total de partículas.

Valores elevados da constante de quebra resultaram em instabilidade do sistema e erro do software, parecendo existir um valor máximo para a constante de quebra. Tal valor necessita ser verificado experimentalmente.

A análise das simulações realizadas sugere que as condições ótimas precisam ser avaliadas para cada distribuição de tamanho e para cada quantidade de partículas no equipamento, não somente para cada tipo de produto.

De modo geral os modelos desenvolvidos se mostraram adequados para utilização como ferramenta para aumentar a compreensão do processo de

granulação e para obtenção de ótimos de processamento. Cabe ressaltar a necessidade de futuras investigações para verificar a aplicação destes modelos com outros tipos de material particulado e em outras faixas de operação.

### ***Sugestões Para Trabalhos Futuros***

- Ampliação da faixa de aplicação dos modelos, pela obtenção de dados experimentais em outras condições operacionais;
- Modelagem da forma das partículas com o objetivo de estimar, a partir das condições operacionais, as alterações na forma ao longo da granulação. Tal estudo é importante para que se possa aumentar a precisão da estimativa da massa de partículas elutriada e incrustada ao longo da granulação;
- Verificar a aplicação dos modelos aqui desenvolvidos para granulação de outros tipos de produtos;
- Verificar a aplicação dos modelos aqui desenvolvidos para granulação em leite fluidizado pulsado;