UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA



Recobrimento de Comprimidos em Leito de Jorro Bi-Dimensional: Análise do Crescimento e Transferência de Calor Gás-Partícula.

Autor: Gamel Said Eduardo Ayub.

Campinas Julho de 1993 UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA DEPARTAMENTO DE TERMOFLUIDODINÂMICA

Recobrimento de Comprimidos em Leito de Jorro Bi-Dimensional: Análise do Crescimento e Transferência de Calor Gás-Partícula.

Autor: Gamel Said Eduardo Ayub.%

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química como requisito parcial à obtenção do Título de Mestre em Engenharia Química.

Área de Concentração: Engenharia de Processos. Orientador(a): Profª. Drª. Sandra Cristina do Santos Rocha.

> Campinas Julho de 1993

FICHA CATALOGRAFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL - UNICAMP

Au96r

Ayub, Gamel Said Eduardo

Recobrimento de comprimidos em leito de jorro bi-dimensional : analise do crescimento e transferencia de calor gas-particula / Gamel Said Eduardo Ayub. -- Campinas, SP : [s.n.], 1993.

Orientador : Sandra Cristina dos Santos Rocha. Dissertacao (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química.

 Leito de jorro bi-dimensional.
 Transferencia de calor gas-particula.
 Processo de recobrimento.
 Rocha, Sandra Cristina dos Santos.
 Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química.
 III. Titulo.

20. CDD-660.283 -621.402 2 -660.284 2

Indíces para Catalogo Sistematico:

1. Leito de jorro bi-dimensional 660.283

2. Transferencia de calor gas-particula 621.402 2

3. Processo de recobrimento 660.284 2

Tese defendida e aprovada, em 22 de julho de 1993, pela banca examinadora constituída pelos professores:

JChRocha

Profa. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha

Shik

Prof. Dr. Theo Guenter Kieckbusch

1 de Granne Jawr

Profª. Drª. Ida Caramico Soares

Aos meus Pais, Eduardo e Maria Luiza A minha noiva Marina Aos meus irmãos, e a todos aqueles que me são próximos com carinho e gratidão.

i

AGRADECIMENTOS

Gostaria de expressar minha mais profunda amizade e gratidão às seguintes pessoas e Instituições:

- A Profª. Drª. Sandra Cristina dos Santos Rocha, pela orientação segura, objetiva e amizade recebida ao longo deste trabalho.

- A Prof^a. Dr^a. Gisella Maria Zanin, pelo seu incentivo e amizade.

- A meus pais, Eduardo Ayub Daza e Maria Luiza Monastério de Ayub, por igual apoio e carinho.

- A minha noiva Marina de Assis pelas horas de paciência e compreensão.

- Aos técnicos José Adilson dos Santos e Fábio Albuquerque Vilalba pela ajuda prestada na construção dos equipamentos.

- Ao Ricardo Kazuo Miura e Celso Luiz de Camargo pelo auxílio na edição da tese.

- A CAPES pela ajuda financeira.

- A UNION CARBIDE DO BRASIL LTDA pela doação de materiais utilizados no desenvolvimento deste trabalho.

- A Profar./ Laboratório de Inovação Farmacêutica do Departamento de Farmácia da Faculdade de Ciências Farmacêuticas da Universidade de São Paulo pela confecção dos núcleos inertes.

- A todos aqueles que de uma forma ou de outra colaboraram durante este trabalho.

SUMÁRIO

LISTA DE TABELASv
LISTA DE FIGURASvi
NOMENCLATURA
RESUMOxiii
1-Introdução
2 - Revisão Bibliográfica03
2.1 - O Leito de Jorro03
2.2 - Condições Necessárias para o Jorro
2.3 - Mecanismo de Transição07
2.4 - Transferência de Calor Fluido-Partícula09
2.4.1 - Mecanismo de Transferência de Calor
Fluido-Partícula
2.4.2 - Alguns Estudos Experimentais12
2.5 - Modificações no Projeto do Leito de Jorro17
2.6 - Recobrimento de Comprimidos18
2.6.1 - Finalidades do Recobrimento
2.6.2 - Soluções utilizadas no Recobrimento de
Comprimidos
2.6.3 - Equipamentos para Recobrimento de
Comprimidos23
2.6.3.1 - Recobrimento de Comprimidos
em Drageadeiras23
2.6.3.2 - Recobrimento de Comprimidos
em Leitos Móveis27
2.6.3.3 - Recobrimento de Comprimidos
em Leito de Jorro29
2.6.3.4 - Atomizador
3 - Materiais, Equipamentos e Métodos Experimentais44
3.1 - Materiais44
3.2 - Equipamentos49
3.2.1 - Leito de Jorro

.,

iv

LISTA DE TABELAS

Tabela	2.1	- Correlações indicadas por Kmiéc e kurcharski
		[22] para Recobrimento de Comprimidos em Leito
		de Jorro Cônico31
Tabela	2.2	- Características dos Três Métodos de Atomização
		em Leito Fluido42
Tabela	3.1	- Características das Partículas Utilizadas47
Tabela	3.2	- Massas Específicas e Dimensões das Partículas
		Utilizadas49
Tabela	3.3	- Correlações para as Propriedades Físicas Vari-
		ando com a Temperatura62
Tabela	3.4	- Condições Experimentais Realizadas68
Tabela	4.1	- Valores Experimentais de Porosidade, ϵ , Área de
		Troca Térmica, A, e Altura Estática do Leito,
		Ho, para as Condições Operacionais Estudadas69
Tabela	4.2	- Resultados Experimentais do Coeficiente Médio de
		Transferência de Calor Fluido-Partícula, hc71
Tabela	4.3	- Valores do Número de Nusselt Experimental e o Es-
		timado pela Equação (2.17) de Kmiéc e Kurcharski
		[26]72
Tabela	4.4	- Resultados dos Números de Nusselt Experimentais
		e Calculados pela Correlação (4.5)
Tabela	4.5	- Valores da Perda de Calor por Convecção Natural81
Tabela	4.6	- Valores da Taxa de Crescimento K $_1$ (min $^{-1}$) e
		Eficiência do Processo η Experimentais e Estima-
		dos por Oliveira [21]84

.

v

LISTA DE FIGURAS

.

Figura	2.1	-	Diagrama Esquemático de um Leito de Jorro04
Figura	2.2	-	Transição de Fase com o Aumento da Velocidade
			do Fluido05
Figura	2.3	-	Diagramas de Fases06
Figura	2.4	-	Curva Característica de Queda de Pressão no
			Leito de versus Velocidade Superficial do
			Fluido07
Figura	2.5	-	Simulação do Comportamento Térmico de uma
			Partícula na Região Central do Leito11
Figura	2.6	-	Perfil de Temperatura do Ar Quente13
Figura	2.7		Comparação de Valores Calculados a partir do
			Modelo proposto com os Dados Experimentais do
			Coeficiente de Transferência de Calor16
Figura	2.8	-	Comparação de Valores Calculados a partir do
			Modelo proposto com os Dados Experimentais do
			Coeficiente de Transferência de Calor17
Figura	2.9		Mecanismo do Recobrimento de Comprimidos19
Figura	2.10	-	Diagrama de uma Drageadeira Padrão24
Figura	2.11.a	-	Diagrama da Drageadeira de Pellegrini25
Figura	2.11.b		Diagrama de uma Drageadeira Padrão com Tubo de
			Imersão
Figura	2.11.c	-	Diagrama de uma Drageadeira Padrão com Espada
			de Imersão26
Figura	2.12	-	Diagrama de uma Drageadeira Perfurada27
Figura	2.13	-	Equipamento de Wurster28
Figura	2.14	-	Diagrama de um Equipamento para Recobrimento
			em Leito Fluido29
Figura	2.15		Coeficientes de Transferência de Calor e Massa
			Fluido-Partícula em função da Velocidade Super-
	٩		ficial do Gás32
Figura	2.16	-	Estrutura do Leito de Jorro - Zonas Anular e
			Central e Fases Consideradas no Recobrimento34

.

Figura	2.17	459	Queda de Pressão no Leito versus a vazão de
			Ar durante o Recobrimento de comprimidos para
			uma Carga de 1600g e Inclinação da Base Cônica
			de 45°
Figura	2.18	-	Queda de Pressão no Leito versus a Vazão de Ar
			durante o Recobrimento de Comprimidos para uma
			Carga de 1200g e Inclinação da Base Cônica de
			30°
Figura	2.19.a	-	Atomização da Solução no Topo do Leito usada
			em Recobridores Convencionais40
Figura	2.19.b	-	Atomização da Solução na Base do Leito usada
			no Processo Wurster41
Figura	2.19.c	-	Atomização Tangencial da Solução usada no Leito
			Rotativo41
Figura	2.20	-	Dissolução de Maleato de Cloro-Fenil-Amina em
			função do Tempo para Diferentes Posições da
			Atomização no Recobrimento de Comprimidos43
Figura	3.1	-	Formato da Partícula45
Figura	3.2	-	Aspecto Geral do Equipamento Experimental
			Utilizado
Figura	3.3	-	Esquema do Leito Bi-Dimensional
Figura	3.4		Parte Inclinada de 30, 45 e 60°, respectiva-
			mente, do Leito Bi-Dimensional
Figura	3.5	-	Bomba Peristáltica54
Figura	3.6	-	Bico Atomizador
Figura	3.7	-	Esquema do Sistema Experimental Utilizado58
Figura	3.8		Balanço de Massa de Sólidos no Leito65
Figura	4.1	-	Dependência do Número de Nusselt com o Número
			de Reynolds74
Figura	4.2	-	Dependência do Número de Nusselt com Ho/ ϕ dp75
Figura	4.3	-	Dependência do Número de Nusselt com tg($\gamma/2$)76
Figura	4.4	-	Dependência do Número de Nusselt com W _s /W _q 77

.

Figura	4.5	-	Comparação dos Dados Experimentais com os Cal-
			culados pela Equação (4.5)80
Figura	4.6	-	Crescimento da Partículas em função do Tempo
			de Processamento - Corridas 1 e 285
Figura	4.7	-	Crescimento das Partículas em função do Tempo
			de Processamento - Corridas 3 e 485
Figura	4.8	-	Crescimento das Partículas em função do Tempo
			de Processamento - Corridas 1' e 2'86
Figura	4.9	-	Crescimento das Partículas em função do Tempo
			de Processamento - Corridas 1' e 3'86
Figura	4.10	-	Crescimento da Partículas em função do Tempo
			de Processamento - Corridas 11' e 12'87
Figura	4.11	-	Crescimento das Partículas em função do Tempo
			de Processamento - Corridas 8' e 12'87
Figura	4.12		Crescimento das Partículas em função do Tempo
			de Processamento - Corridas 13' e 14'88
Figura	4.13	-	Crescimento das Partículas em função do Tempo
			de Processamento - Corridas 14' e 16'88
Figura	4.14	-	Crescimento das Partículas em função do Tempo
			de Processamento - Corridas 2', 8' e 14'89
Figura	4.15		Crescimento das Partículas em função do Tempo
			de Processamento - Corridas 1" e 2"89
Figura	4.16	-	Crescimento das Partículas em função do Tempo
			de Processamento - Corridas 2" e 4"90
Figura	4.17		Crescimento das Partículas em função do Tempo
			de Processamento - Corridas 3", 7", 1" e 5"90
Figura	4.18	-	Etapas de Recobrimento em Intervalos de 7 minu-
			tos para $\gamma = 45^{\circ} e W_s = 7 \text{ ml/min}94$
Figura	4.19	-	Uniformidade Visual no Recobrimento do Compri-
			mido. Experimento realizado em $\gamma = 45^{\circ}$ 94
Figura	4.20		Forma e Tamanho dos Comprimidos Utilizados nos
			Experimentos95

Figura 4.21 - Observação Visual da não Absorção da Solução de Recobrimento e da Formação da Película de Recobrimento......95

. _:

NOMENCLATURA

```
a - área superficial da partícula, m^2/m^3.

 A - área total de troca térmica, m<sup>2</sup>.

C - corridas experimentais, ----.
C<sub>s</sub> - fração mássica de sólidos na solução, Kg/Kg.
C<sub>p</sub> - capacidade calorífica, J/Kg K.
D<sub>c</sub> - diâmetro correspondente à carga de partícula, m.
D<sub>o</sub> - diâmetro da entrada do leito, m.
D_v - coeficiente da difusão do vapor, m<sup>2</sup>/s.
d - diâmetro, m.
g - aceleração da gravidade, m/s<sup>2</sup>.
h - altura, m.
h<sub>c</sub> - coeficiente de transferência de calor convectivo, W/m<sup>2</sup>K.
Ho - altura estática do leito, m.
K_{\alpha} - condutividade térmica do gás, W/m.K.
K_1 - taxa de crescimento, min<sup>-1</sup>.
K_v - coeficiente convectivo de transferência de massa, m/s.
L - largura do leito, m.
M<sub>o</sub> - massa total de partículas no leito, Kg.
m - massa de partícula, Kg.
m - fluxo mássico de ar, Kg/min.
n - número de partículas, ----.
\mathbf{P} - pressão, N/m<sup>2</sup>.
Q - vazão volumétrica, m<sup>3</sup>/min.
q - fluxo de calor, W.
r<sub>c</sub> - raio correspondente à carga de partículas, m.
S - largura da fenda, m.
T - temperatura, °C.
tg - tangente, ----.
t<sub>p</sub> - tempo de processo, s.
\mathbf{U_c} - velocidade superficial do ar na coluna, m/s.
U - velocidade, m/s.
```

```
V - volume, m<sup>3</sup>.
W<sub>g</sub> - vazão mássica de ar, Kg/min.
W<sub>s</sub> - vazão mássica de solução de recobrimento, Kg/min.
Y - umidade do ar, Kg<sub>água</sub>/Kg<sub>ar seco</sub>
Z - altura, m
```

```
Símbolos Gregos
```

- ϵ porosidade, .
- γ ângulo da base cônica, graus.
- ▲ variação, .
- ϕ esfericidade, -----.
- μ viscosidade, Kg/ms.
- η fração mássica de sólidos incorporada pelas partículas,
 Kg/Kg.
- $\eta_{\texttt{in}}\text{-}$ eficiência de fixação inercial das gotas atomizadas, Kg/Kg.
- ρ massa específica, Kg/m³.
- $\rho_{\rm b}$ massa específica do leito expandido, Kg/m³.
- λ calor latente de vaporização, J/Kg.
- - tempo, s.
- Σ somatória, ——.

Subscritos

- ac ar comprimido.
- **bs** bulbo seco.
- bu bulbo úmido.
- **b** leito.
- **ca** calota.
- **calc.** calculado.
- **ci** cilindro
- est. valor estimado.
- **exp.** valor experimental.
- **f** final.

- gás. g - Jorro. J - condições de jorro mínimo. mj - valor máximo. máx. - partícula. p - sauter. ps r - recobrimento. - sólido. S - inicial. 0 - entrada. 1
- 2 saída.

Superscrito

- s sólido atomizado.
- t partícula inerte.
- - valor médio.

Números Adimensionais

Ar - número de Arquimedes, g d_p^3 ($\rho_p - \rho_g$) $\rho_g / {\mu_g}^2$. Nu - número de Nusselt, h_c , d_p / Kg . Pr - número de Prandtl, $c_{pg} U_g / Kg$. Re_p- número de Reynolds, $U_g d_p \rho_g / \mu_g$. Sc - número de Schmidt, $\mu_g / \rho_g / D_v$. Sh - Número de Sherwood, Kg d_p / D_v .

Resumo

Neste trabalho objetivou-se o estudo da transferência de calor fluido-partícula, da taxa de crescimento da partícula, k_1 , e eficiência do processo, η , no recobrimento de comprimidos em um leito de jorro bi-dimensional.

As partículas utilizadas foram placebos no formato lenticular, de comprimidos reais, com dp = 7,2117 x 10^{-3} m e dp = 7,8039 x 10^{-3} m e esferidades de 0,9510 e 0,9673, respectivamente. Como solução de recobrimento foi utilizada uma solução aquosa polimérica a 50°C. O leito de jorro utilizado foi construído em acrílico e com a possibilidade de variação do ângulo da base inclinada. Os experimentos foram realizados com ângulos de base 30, 45 e 60°, na faixa de temperatura de 70°C a 85°C e vazões de solução de recobrimento na faixa de 7,0 ml/min a 13,0 ml/min. Um atomizador de duplo fluido com mistura externa foi instalado no topo do leito, e a solução de recobrimento foi alimentada em contra-corrente com o ar de jorro.

Determinou-se o coeficiente médio de transferência de calor, que foi expresso através do número de Nusselt, Nu, verificando-se que Nu aumenta quando Re e W_g/W_g aumentam e quando Ho/ ϕ dp e tg($\gamma/2$) diminuem. Foi efetuada uma análise dimensional do processo e os dados experimentais foram ajustados, através dos métodos dos mínimos quadrados, obtendo-se a seguinte correlação:

$$Nu = 0,9892 \ Pr^{1/3} \ Re^{1,6421} \left(\frac{W_s}{W_g}\right)^{0,7808} \left(\frac{H_o}{\Phi dp}\right)^{-1,3363} \left(tg\frac{\gamma}{2}\right)^{0,1806}$$

O sistema experimental, a formulação da solução e as temperaturas utilizadas no processo mostraram-se adequadas à verificação da variação da massa dos comprimidos com o tempo do processo de recobrimento. Verificou-se uma relação linear do crescimento da partícula com o tempo, sendo esse crescimento função de W_g/W_{g} .

Nas condições estudadas, a temperatura não apresentou influência significativa na taxa de crescimento, k_1 , e nem na eficiência do processo, η . Os valores obtidos para eficiência foram considerados satisfatórios, variando entre 57% e 81% para a inclinação de 45°.

O melhor ângulo de trabalho foi o de 45°, apresentando boa circulação dos comprimidos levando assim a um recobrimento uniforme e altas taxas de crescimento e eficiência do recobrimento. O recobrimento foi considerado satifatório por observação visual, com boa adesão e não ocorrendo o fenômeno de " peeling ", nem penetração da solução.

Capítulo 1

Introdução

Em 1954, Gishler e Mathur [1], desenvolveram a técnica do leito de jorro como um método para secagem de trigo; eles estudaram as características do leito usando uma variedade de materiais sólidos e como meio de jorro usaram ar e água. Basicamente, o leito de jorro é formado por uma coluna cilíndrica de base cônica, denominada leito de jorro cone-cilíndrico, ou simplesmente pela base cônica, denominado leito de jorro cônico, com um pequeno orifício na base. As partículas são adicionadas ao leito, e um fluxo de ar entrando por baixo faz com que as partículas sejam projetadas para uma fase dispersa, originando um jorro ou fonte no qual as partículas desaceleram-se e caem junto à parede, originando uma fase densa anular de sólidos. Uma fração do gás admitido sobe pelo leito através da região anular em contra-corrente com as partículas que ciclicamente se movem em direção à base do leito.

As primeiras unidades de leito de jorro comerciais foram instaladas em 1962 no Canadá, para secagem de ervilhas, lentilhas e linho. Posteriormente foram construídas em vários outros países para secagem, assim como para mistura de sólidos, resfriamento, recobrimento e granulação.

A grande maioria dos trabalhos apresentados na literatura são referentes aos leitos de jorro cônicos e cone-cilíndricos, os quais apresentaram problemas de ampliação de escala, tornando-os inviáveis para produção em grande escala. Assim, modificações foram propostas na construção do leito, surgindo o leito tipo bidimensional. Passos [2] estudou extensivamente esse leito e verificou ser particularmente vantajoso em relação aos leitos convencionais pela facilidade de ampliação de escala.

Pela facilidade de ampliação de escala e por ser uma nova configuração de contato gás-sólido, tem-se como meta explorar o leito bi-dimensional aplicado ao recobrimento de comprimidos. Assim, os principais objetivos a serem alcançados com a realização deste trabalho são:

1- Determinação experimental do coeficiente médio de transferência de calor gás-partícula, hc, no recobrimento de comprimidos em um leito de jorro bi-dimensional;

2- Estudos da taxa de crescimento , k_1 , e eficiência do processo em relação à perda de solução, η ; e

3- Expressar o número de Nusselt obtido experimentalmente em função de grupos adimensionais envolvendo as variáveis do processo.

CAPÍTULO 2

Revisão Bibliográfica

2.1 - <u>O Leito de Jorro</u>

O sistema que é denominado leito de jorro, e como foi dito no Capítulo 1 foi criado por Gishler e Mathur em 1954 [1], é basicamente um recipiente cilíndrico aberto no topo e preenchido com partículas relativamente grossas. Na base há um pequeno centralizado, onde o fluido é orifício, por injetado, verticalmente, com velocidade suficiente para que uma corrente de partículas erga-se rapidamente ocorrendo a formação de um canal preferencial. Estas partículas atingem uma certa altura, onde caem de volta na região anular entre o canal preferencial e a parede da coluna, formando um leito poroso descendente, reencontrando o canal preferencial e iniciando o movimento cíclico como mostra a Figura 2.1.

O leito como um todo torna-se um composto de regiões distintas. O centro, região de jorro, é constituído por um canal preferencial que é uma região diluída onde ocorre o transporte pneumático das partículas devido à grande velocidade do fluido. A região acima do leito, onde as partículas advindas da região de jorro movimentam-se em regime desacelerado caindo na região anular, é denominada de fonte. A região entre a parede do recipiente e a região de jorro é chamada de região anular ou ânulo. A região anular é uma fase densa com percolação contra-corrente de fluido, comportando-se como um leito deslizante.

Para realçar o movimento dos sólidos e eliminar os espaços mortos no fundo do recipiente, é comum usar base cônica divergente, com injeção de fluido no ápice truncado do cone.

Assim um padrão ciclico sistemático de movimento de sólidos é estabelecido, tornando um sistema hidrodinâmico único que é mais adequado para certas aplicações que as configurações sólido-fluido convencionais. A intensa mistura faz com que se produza um alto grau de contato fluido-partícula e que se obtenha elevada taxa de circulação de sólidos.



Figura 2.1 - Diagrama Esquemático de um Leito de Jorro

2.2 - Condições Necessárias para o Jorro

O jorro ocorre numa faixa definida de velocidade do fluido para uma dada combinação de fluido, sólido e configuração do leito. Pelo fato do jorro ser um fenômeno visível, pode-se observar a transição que ocorre no leito à medida que se aumenta a velocidade do fluido. Esta transição seria de um leito fixo para um leito de jorro, que com um aumento ainda maior da velocidade do fluido passaria para um leito borbulhante e posteriormente para o regime " slugging " como ilustra a Figura 2.2.



Figura 2.2 - Transição de Fase com o Aumento da Velocidade do Fluido.

As transições observadas na Figura 2.2, também podem ser representadas quantitativamente através do gráfico da altura do leito versus a velocidade do fluido ou diagrama de fase, exemplos dos quais são dados nas Figuras 2.3 a,b,c e d [1].

As Figuras mostram que, para um sólido em contato com um fluido em um leito geometricamente definido, há uma altura máxima de jorro, além da qual a ação do jorro não ocorre, sendo substituída por uma pobre qualidade de fluidização. Verifica-se, também, que para um dado sólido, fluido e diâmetro da coluna, há um diâmetro de entrada do fluido máximo além do qual o jorro não ocorre, fazendo com que o leito mude diretamente do estado estático para o estado agregativamente fluidizado.



Figura 2.3 a, b, c e d - Diagramas de Fase.

2.3 - Mecanismo de Transição

O mecanismo de transição de um leito estático a um leito de jorro é melhor descrito através de um gráfico de queda pressão no leito versus velocidade superficial do fluido na entrada do leito como mostra a Figura 2.4.



Velocidade Superficial do Ar (m/s)

Figura 2.4 - Curva Característica de Queda de Pressão no Leito versus Velocidade Superficial do Fluido.

A Figura 2.4 ilustra dados experimentais de Madonna et al. [3], onde se pode observar a seguinte sequência de eventos conforme o fluxo de fluido é aumentado:

1 - A baixas vazões, o fluido simplesmente percola as partículas sem perturbá-las, a queda de pressão aumenta com o aumento da vazão e o leito (ao longo de AB) comporta-se como um leito fixo. 2 - A uma certa vazão, a velocidade do fluido torna-se suficientemente alta para empurrar as partículas, deslocando-as para a vizinhança da entrada do fluido e ocasionando a formação de uma cavidade relativamente vazia logo acima da entrada. As partículas que circundam a cavidade são comprimidas contra o material acima formando um arco compacto e oferecendo uma maior resistência ao fluxo de fluido. Como consequência há um aumento na queda de pressão total do leito.

3 - Com um leve aumento no fluxo de fluido, a cavidade alonga- se a um jorro interno. O arco de sólidos compactados ainda existe acima do jorro interno de tal forma que a queda de pressão através do leito aumente até que atinja um valor máximo (ΔP_m) no ponto B, cuja velocidade superficial correspondente é denominada U_m.

4 - Assim que a vazão de fluido é levemente acrescida além do ponto B, a altura do jorro interno torna-se maior em comparação com os sólidos empacotados acima do jorro, fazendo com que a queda de pressão diminua ao longo de BC.

5 - Aproximando-se do ponto C, que é denominado de jorro incipiente, sólidos suficientes são deslocados causando a expansão do leito. Essa expansão geralmente é acompanhada por expansão e contração alternada do jorro interno.

6 - Com um leve aumento da vazão além do ponto C, o jorro interno rompe a superfície do leito provocando uma redução na queda de pressão até o ponto D (início do jorro), no qual o leito inteiro torna-se móvel e o jorro contínuo se instala.

7 - Com o aumento da vazão, o fluido adicional simplesmente passa através da região do jorro, que é o caminho de menor resistência, tornando a fonte mais alta, porém sem afetar significativamente a queda de pressão total. Portanto a queda de pressão além do ponto D permanece constante.

A velocidade do jorro incipiente (C) e o início do jorro (D) não são exatamente reprodutíveis. A velocidade mais reprodutível é a velocidade mínima de jorro, U_{ms}, que é obtida diminuindo-se lentamente a vazão de fluido. O leito permanece no estado de jorro até o ponto C', que representa a condição de jorro mínimo. Uma leve redução na vazão faz com que o jorro sofra um colapso e que a queda de pressão se eleve subitamente ao ponto B'. Diminuindo-se a vazão, a queda de pressão decresce continuamente ao longo de B'A. Agora a curva principal cai abaixo da curva de fluxo crescente, pois a energia requerida pelo fluido para penetrar nos sólidos não é mais consumida durante o colapso do jorro.

2.4 - Transferência de Calor Fluido-Partícula

O leito de jorro tem como característica principal um elevado grau de contato entre o fluido e as partículas. A interação fluido- partícula, no leito de jorro, pode envolver a transferência de calor acompanhada de transferência de massa ou reação química, porém neste trabalho nos deteremos apenas ao estudo da transferência de calor fluido-partícula. Portanto, o estudo do mecanismo pelo qual a transferência de calor ocorre, entre os sólidos do leito e o fluido de jorro, é o primeiro passo para um melhor entendimento das interações mais complicadas envolvidas em processo como secagem, granulação, carbonização, entre outras.

2.4-1 - Mecanismo de Transferência de Calor Fluido-Partícula

Epstein e Mathur [4] analisaram o mecanismo global pelo qual o calor é transferido do fluido de jorro aos sólidos do leito, e para isso consideraram duas situações:

- 1 A transferência de calor fluido-partícula é controlada pela convecção, não há gradiente de temperatura intraparticular.
- 2 A transferência de calor fluido-partícula ocorre sob condições de controle interno, condução.

Para o primeiro caso, Epstein e Mathur [4] consideraram que os sólidos sofrem uma mistura perfeita de tal forma que a sua temperatura média em diferentes partes do leito fosse substancialmente a mesma. No entanto, o leito de jorro consiste de duas regiões distintas, o jorro e o ânulo. No jorro, a velocidade média do fluido é de uma a duas ordens de magnitude maior que no ânulo, implicando num maior coeficiente de transferência de calor. Assim, os autores utilizaram a equação de Rowe e Claxton [5], válida para altas porosidades e elevado número de Reynolds (Re_n > 1000), para estimar o coeficiente convectivo de transferência de calor, h_c, no jorro.

$$Nu = \frac{h_c \, dp}{K_g} = \frac{2}{1 - (1 - \epsilon)^{1/3}} + \frac{2}{3\epsilon} Pr^{1/3} Re_p^{0,55}$$
(2.1)

Para a fase anular, com baixo número de Reynolds da partícula (Re_p < 1000), escolheram a equação de Littman e Silva [6], para leito fixo:

$$Nu = \frac{h_c \, dp}{K_a} = 0,42 \pm 0,35 \, Re_p^{0,8} \tag{2.2}$$

Os valores obtidos para os coeficientes de transferência de calor, através das equações (2.1) e (2.2), foram: 400 W/m^2K para o jorro e 50 W/m^2K para o ânulo. A conclusão obtida foi a de que a transferência de calor ocorre com maior intensidade na região de jorro, como esperado.

A importância da região anular é elucidada através da análise do perfil de temperatura de uma partícula circulando no leito. Assumindo um processo de aquecimento de sólidos, a partícula que entra no jorro, próxima ao fundo do leito, tem um tempo de residência insignificante comparado com o tempo gasto no ânulo, porém sob a influência de um coeficiente de transferência de calor elevado. Essa partícula que sai do jorro está, portanto, mais quente que os sólidos anulares e com isso transfere parte de seu

Capítulo 2

calor por condução às partículas circundantes e parte por convecção ao gás que percola o ânulo. Logo, a função do ânulo é servir como sorvedouro para as partículas circundantes, as quais pegam calor do fluido do jorro durante cada ciclo e age como uma fonte de calor para as partículas frias de alimentação em regime contínuo.

No segundo caso, Epstein e Mathur [4], apontam que os gradientes de temperatura intra-partícula, que são usualmente ignorados na fluidização, podem ocorrer para o caso do leito de jorro onde as partículas utilizadas são grandes. Eles simularam o histórico da temperatura de uma partícula, através de equações de balanço e dos perfis de velocidade do gás e dos sólidos, da temperatura do fluido e porosidade local. O resultado desta simulação é ilustrado na Figura 2.5.



Figura 2.5 - Simulação do Comportamento Térmico de uma Partícula na Região Central do Leito - Epstein e Mathur [4].

A Figura 2.5 mostra que um gradiente de temperatura aparece subitamente no início do jorro e que iguala-se assim que a partícula sobe, no entanto um pequeno gradiente reverso chega a se desenvolver na parte superior do jorro. Esse gradiente reverso, no qual o fluido no jorro continua a se resfriar em presença de uma superfície de partícula mais quente, é explicado pelo fato de que o fluxo cruzado entrega muitas partículas mais frias nas regiões do jorro ao longo do comprimento total do leito. Apesar destes gradientes intra-partícula ocorrerem no jorro, os autores admitem que êles são relaxados durante o percurso na região anular devido à alta àrea de transferência de calor, nesta região, ocasionando um rápido equilíbrio térmico fluido-partícula.

2.4.2 - Alguns Estudos Experimentais

O mecanismo de transferência de calor apresentado no ítem anterior, é em parte apoiado pelo trabalho de Uemaki e Kugo [7].

Uemaki e Kugo [7] estudaram a transfêrencia de calor fluidopartícula em um leito de jorro de 9,2 cm. de diâmetro de coluna, ângulo de 60° na base cônica e com alimentação contínua de sólidos. A altura de carga no leito variou de 12 a 15 cm. e como fluido de jorro foi utilizado ar a 70°C. Diversas partículas como trigo, coque, sílica, alumina e esferas de vidros com diâmetro entre 1 e 4 mm. e densidade entre 0,93 e 2,54 Kg/cm³ foram utilizadas nos experimentos. Os autores, com os dados experimentais obtidos, verificaram que a diminuição na temperatura do fluido com o aumento do nível do leito ocorre mais gradualmente no jorro que no ânulo, e que o equilíbrio térmico fluido-partícula no ânulo é próximo à entrada do ar como ilustra a Figura 2.6.

A inclinação em ambas as curvas, na parte superior do leito, é justificada pelo efeito da alimentação de partículas frescas no topo do leito, com isso reduzindo a porosidade de jorro e acentuando a inclinação na curva de jorro.



Figura 2.6 - Perfil de Temperatura do Ar Quente.

Uemaki e Kugo [7] também determinaram o coeficiente de transferência de calor fluido-partícula. Para isso supuseram que o calor total do gás é transferido aos sólidos na região de jorro, de modo que definiram sua diferença de temperatura como sendo a média integrada entre a temperatura do fluido na região de jorro menos a temperatura média da mistura dos sólidos. No entanto, a área superficial das partículas ao invés de se limitar à região de jorro foi baseada na área superficial total das partículas no leito. Por essa razão, os valores do coeficiente de transferência de calor fluido-partícula obtidos, $3,4 - 17,0 \text{ W/m}^2 \text{ K}$, são quase duas ordens de magnitude menores do que aqueles encontrados através da equação (2.1). A correlação obtida por Uemaki e Kugo [7] tem a seguinte forma.

$$Nu = \frac{h_c d_p}{K_g} = 0,0005 \left(\frac{d_p U_{mj} \rho_g}{\mu_g}\right)^{1,46} \left(\frac{U_j}{U_{mj}}\right)^{1,3} (2.3)$$

Kmiéc [8] estudou a transferência de calor e massa fluidopartícula na secagem de sílica-gel e carvão ativo no leito de jorro cônico, nos ângulos de 30° e 90° da base cônica. Utilizou ar a 50 °C como fluido de jorro, entrada de 13 mm. para o ar e o leito foi mantido a temperatura constante através de isolamento e de um aquecedor elétrico. Foi verificada a existência do período de taxa de secagem constante para as partículas saturadas, e foram determinados os coeficientes médios de transferência de calor e massa. O coeficiente médio de transferência de calor calculado foi baseado na área superficial total das partículas no leito e na diferença de temperatura média logarítmica. Assim,

$$q = \overline{h}_c A \Delta T_m \tag{2.4}$$

onde:

$$A = a V_s = \frac{6(1-\epsilon)\Phi}{d_p}$$
(2.5)

$$\Delta T_{m} = \frac{T_{g1} - T_{g2}}{\ln\left(\frac{T_{g1} - T_{p}}{T_{g2} - T_{p}}\right)}$$
(2.6)

e o fluxo de calor, q, foi calculado a partir do fluxo mássico de vapor d'água:

$$q = \hat{m}_{q} (Y_2 - Y_1) \lambda$$
 (2.7)

Kmiéc [8], analisou o coeficiente de transferência de calor em função da velocidade do fluido, do diâmetro da partícula, da altura do leito e do ângulo do cone. Aplicando a análise dimensional e ajuste de dados experimentais, o autor obteve as seguintes correlações:

$$Nu=0,897 \ Re_p^{0,464} \ Pr^{1/3} \ Ar^{0,116} \ \Phi^{2,261} \left(\frac{H_o}{d_p}\right)^{-1,19} \left(tg\frac{\gamma}{2}\right)^{-0,813} (2.8)$$

Sh=0,829
$$Re_p^{0,687}Sc^{1/3}Ar^{0,031}\Phi^{1,754}\left(\frac{H_o}{\overline{d_p}}\right)^{-1,227}\left(tg\frac{\gamma}{2}\right)^{-0,915}$$
 (2.9)

Válidas para : $10 < \text{Re}_p < 210$ $2,8 \times 10^3 < \text{Ar} < 1,84 \times 10^6$ $1,21 < \Phi < 1,41$ $0,268 < \text{tg } \gamma/2 < 1,00$ $13 < \text{Ho}/\overline{\text{dp}} < 185$

onde o Φ , fator de forma, é maior que 1 e foi obtido pelas medidas de permeabilidade em uma coluna recheada com a partícula utilizada, e usando a equação de Leva [9].

Em 1980, Kmiéc [10] desenvolveu um modelo matemático para a circulação das partículas na região de jorro e para a distribuição de temperatura do gás na região de jorro e anular, o qual envolveu a utilização de equações constitutivas empíricas. O conjunto de equações diferenciais foi resolvido numericamente e a partir da distribuição de temperatura, o coeficiente médio de transferência de calor foi determinado e comparado com os valores experimentais.

obtenção dos dados experimentais do coeficiente de Para transferência de calor, o autor utilizou como sólido a sílica-gel com diâmetro de partícula de 3,5 e 2,233 mm. e altura de carga de 0,21 m. num leito de jorro cone-cilíndrico com diâmetro de coluna de 0,308 m. e diâmetro de entrada do fluido de 0,05 m. Kmiéc [10] concluiu que os resultados obtidos através dos modelos matemáticos propostos para a fluidodinâmica e para a transfêrencia de calor, resolvido numericamente, estão de acordo COM os dados experimentais. A Figura 2.7 e 2.8 ilustram a comparação do coeficiente de transferência de calor calculado numéricamente com o experimental.





Figura 2.7 \rightarrow Comparação de Valores Calculados a partir do Modelo proposto com os Dados Experimentais do Coeficiente de Transferência de Calor. D_c=0,308 m. e D_o=0,05 m. o, modelo; — , experimental [Kmiéc (10)].



Altura do Leito, H_o (m)

Figura 2.8 \rightarrow Comparação de Valores Calculados a partir do Modelo proposto com os Dados Experimentais do Coeficiente de Transfêrencia de Calor. D_c=0,308 m. e D_o=0,05 m. o, modelo; — , experimental [Kmiéc (10)].

2.5 - Modificações no Projeto do Leito de Jorro

Em razão dos problemas de ampliação de escala nos leitos de jorro cônico, cilíndrico e cone-cilíndrico, Mujumdar [11] propôs a geometria retangular com base inclinada, denominada leito de jorro bi-dimensional, onde o problema de ampliação de escala se reduz à simples extensão de uma dimensão do leito.

O leito de jorro bi-dimensional consiste basicamente de um leito retangular com paredes verticais planas e uma base inclinada, que permite melhor recirculação das partículas para dentro do jorro e evita a formação de zonas de estagnação [11].

As relações entre as dimensões do leito foram propostas por Kalwar et al. [12] que utilizaram essa geometria de leito na secagem de milho, soja e trigo obtendo bons resultados quanto a circulação de sólidos e estabilidade do movimento para as massas de grãos utilizadas. De acordo com o autor, a espessura do orifício de entrada do ar deve ser igual à espessura do leito e a largura do orifício deve ficar compreendido entre 1/6 e 1/20 da largura do leito.

Alguns estudos já foram realizados em leito bi-dimensional. Kudra et al. [13] determinaram o coeficiente de transferência de calor fluido-partícula, através do método de secagem no período de taxa constante, propondo uma equação empírica para o número de Nusselt em função do número de Reynolds e parâmetros geométricos relevantes, equação (2.10)

$$Nu = \frac{\overline{h}_c d_p}{K_g} = 1,975 \ Re_p^{0,64} \left(\frac{H_0}{d_p}\right)^{-1,20} \left(\frac{H_0}{L}\right)^{0,45} \left(\frac{S}{d_p}\right)^{0,26}$$
(2.10)

para seguinte faixa de aplicabilidade:

Passos [14] estudou a fluidodinâmica de diferentes partículas no leito bi-dimensional com movimentos de jorro e jorrofluidizado. Taranto [15] estudou a fluidodinâmica de um leito de jorro bi-dimensional aplicado ao recobrimento de comprimidos.

2.6 - Recobrimento de Comprimidos.

O recobrimento de comprimidos é basicamente uma operação unitária que visa aplicar uma solução de recobrimento em um substrato, no caso comprimidos, recobrindo-o totalmente.

O mecanismo pelo qual ocorre o recobrimento , é ilustrado na Figura 2.9. Quando a solução de recobrimento é atomizada, as gotas
formadas retêm suficiente fluidez para umidecer a superfície a ser recoberta. E entrando em contato com a superfície, as gotas atomizadas difundem-se e coalescem [16].



Figura 2.9 - Mecanismo do Recobrimento de Comprimidos.

O revestimento de drogas é um assunto um tanto complexo e vasto, não sendo o objetivo deste trabalho discutí-lo em toda sua extensão. Assim, para melhor descrever o recobrimento levaremos em consideração alguns fatores envolvidos no processo е suas finalidades interações. Esse fatores são: do recobrimento, propriedades dos comprimidos, soluções utilizadas no recobrimento de comprimidos e equipamentos utilizados para recobrir. Com isso ter-se-a um conhecimento objetivo sobre o tema.

2.6.1 - Finalidades do Recobrimento.

As finalidades do recobrimento de comprimidos, apesar de ser um custo adicional ao processo, são as seguintes:

- Mascarar o sabor, odor ou cor indesejável da droga;

- Proteção da droga da ação de agentes ambientais, em particular contra umidade, luminosidade e calor excessivo;
- Fornecer proteção à droga do ambiente gástrico do estômago;
- Facilitar a manipulação do comprimido, onde o recobrimento reduz a um mínimo a possibilidade de contaminação do produto;
- Possibilidade de adição de outra substância na fórmula através do recobrimento para evitar incompatibilidades químicas ou garantir a dissolução sequencial de drogas;
- Controlar o tempo e local de dissolução da droga, e
- Melhorar a estética do produto.

As características físicas dos comprimidos a serem recobertos são de grande importância, pois influenciam na qualidade do recobrimento. Durante o processo de recobrimento as partículas sofrem intenso atrito. Assim, os comprimidos devem ser resistentes mecanicamente e suportar a presença de calor. Ainda, os comprimidos não podem ser afetados pela composição da solução de recobrimento.

2.6.2 - Soluções utilizadas no Recobrimento de Comprimidos

Os principais tipos de recobrimento são: recobrimento com suspensões aquosas à base de açúcar, que foram as primeiras a serem utilizadas com bom resultado; e recobrimento com soluções poliméricas, as quais formam uma fina película sobre o comprimido.

O processo de recobrimento a base de açúcar baseia-se nas seguintes etapas [16]:

(1) Selamento ou Isolamento - É a aplicação de uma cera, geralmente a goma laca, sobre o comprimido com a finalidade de evitar a presença de água no núcleo do comprimido.

(2) Pré-Recobrimento - É a aplicação de um xarope menos viscoso e de um sólido (Carbonato de Cálcio) ocasionando um aumento de volume no comprimido.

(3) Coloração e acabamento- É a aplicação da solução

propriamente dita com corante, a qual é adicionada gradualmente até a tonalidade desejada. Esta etapa é realizada até se obter homogeneidade na superfície do comprimido.

(4) Polimento - Esta etapa tem como objetivo dar brilho ao comprimido recoberto, e para isso são aplicadas misturas de cera, na forma de suspensões, soluções ou como misturas pulverizadas.

Devido a essas várias etapas, o volume final do comprimido recoberto chega a ser 50% maior que o inicial e o processo completo de recobrimento chega a durar de horas a dias em equipamento convencional para cada carga de comprimidos.

A utilização dos polímeros em soluções de recobrimento soluciona os problemas inerentes ao revestimento com suspensões aquosas à base de açúcar. O processo que consiste na deposição de uma fina e uniforme película na superfície do comprimido necessita de apenas uma ou duas etapas no processo, que envolve o selamento e/ou o recobrimento com soluções poliméricas. O tempo de processamento é mais rápido e independente do tipo de equipamento utilizado.

Os tipos de polímeros utilizados nas soluções de recobrimento dividem-se de acordo com a sua funcionalidade. Porter [16] define funcionalidade como a capacidade que a solução tem de modificar características de liberação da droga. Assim eles se dividem em recobrimento por película não-funcional e funcional.

O recobrimento por película não-funcional é desejável desde que esta película não retarde a liberação da droga, sendo utilizado para melhorar a estética da droga, mascarar o sabor e dar estabilidade à mesma. Usualmente são aplicados como soluções aquosas de polímeros, tais como: hidroxipropil celulose, metil celulose e hidroxipropil metilcelulose.

O recobrimento por película funcional é utilizado quando a característica de liberação da droga necessita ser modificada e geralmente é representada por recobrimentos entéricos. O recobrimento entérico é aquele que permanece intacto no estômago, pois exibe baixa permeabilidade ao fluido gástrico, dissolvendo-se no intestino. Alguns dos principais motivos para o uso deste tipo de recobrimento são:

- Manter a atividade de drogas que são instáveis quando expostas ao meio gástrico, como enzimas e certos antibióticos que se degradam no meio ácido;

- Minimizar náuseas ou hemorragias devido à irritação da mucosa gástrica provocada pela droga, e

- Proporcionar uma liberação lenta da droga.

Exemplos de polímeros de recobrimento entérico são: acetoftalato de celulose, hidroxipropil metilcelulose fitalato, acetato de polivinil fitalato e polímeros acrilatos. Devido ao fato desses polímeros serem insolúveis em água, eles são aplicados na forma de dispersões aquosas.

Além do polímero, a solução polimérica de recobrimento é composta de um solvente , um plastificante , um corante e um opacificante.

O solvente tem como função conduzir e depositar os materiais formadores de películas à superfície do comprimido. Usualmente são produtos orgânicos ou água.

Os solventes orgânicos possuem baixo ponto de ebulição, consequentemente maior volatilidade, facilitando a secagem durante o recobrimento; porém pelo fato de geralmente serem inflamáveis, tóxicos e poluirem o meio ambiente seu uso é limitado fazendo com que a preferência hoje seja voltada ao uso de soluções aquosas. Os solventes orgânicos comumente utilizados nas soluções poliméricas são: cloreto de metileno, acetona, metanol, etanol, isopropanol, metil-etil-acetona e clorofórmio.

Os plastificantes quando incorporados à solução de recobrimento muda flexibilidade, força de tensão а а ou propriedades de adesão do filme resultante. O plastificante deve ser compatível com o polímero utilizado, para que as propriedades da película se mantenham estáveis durante o armazenamento. Alguns dos plastificantes mais usados são: glicerina, polietileno, citrato de dietila, propileno glicol, ésteres de ácidos orgânicos e polisorbatos (tweens).

Os corantes proporcionam elegância e cores distintas ao comprimido. Eles devem ser solúveis no solvente ou suspensos como talcos insolúveis. A tonalidade muda em função da concentração do mesmo e a concentração em peso na solução pode variar de 0,01% até 2%. Os corantes podem ser inorgânicos, como o óxido de ferro, ou naturais como ácido cármico, clorofila, caramelo, etc.

Os opacificantes são pós inorgânicos, que quando adicionados à solução de recobrimento aumentam a opacidade do comprimido. Isso faz com que a camada que está abaixo da camada colorida reflita mais a luz, obtendo-se assim um colorido mais vivo e límpido. O dióxido de titânio é o material mais utilizado como opacificante, porém os silicatos, carbonato e hidróxidos de alumínio também são usados.

2.6.3 - Equipamentos Para Recobrimento de Comprimidos.

Diversos equipamentos já foram desenvolvidos para aplicação de recobrimento em comprimidos. Os primeiros equipamentos a surgir, ditos equipamentos convencionais, são denominados drageadeiras. As drageadeiras mais comuns são as ditas padrão e as perfuradas. Em seguida surgiram os leitos móveis, que são também chamados de leitos fluidos. Diversas configurações foram propostas nesses equipamentos com o intuito de se obter sistemas automatizados, com maior eficiência em energia, e otimizar os processos de secagem no interior do leito e reduzir o tempo total de recobrimento [17].

2.6.3.1 - Recobrimento de Comprimidos em Drageadeiras

A drageadeira consiste de um recipiente circular de metal provido de um motor, o qual fornece um movimento de rotação ao recipiente, sobre seu eixo levemente inclinado. A adição de comprimidos e da solução ou suspensão de recobrimento é feita por uma abertura existente na face da panela. O agente de recobrimento pode ser aplicado manualmente ou através de jateamento, pelo uso de atomizadores, através dos quais se obtém um recobrimento uniforme evitando-se encharcamento e aglomeração dos comprimidos. A secagem é realizada pela passagem de ar aquecido sobre a superfície dos comprimidos e a exaustão é feita por meio de dutos posicionados na parte frontal da drageadeira, como mostra a Figura 2.10.

Diversas modificações foram propostas em relação ao modelo inicial visando aumentar a eficiência do processo, como por exemplo a Drageadeira Pellegrini, que possui um formato angular girando em torno de um eixo horizontal e tem um sistema de chicanas que garante uma mistura mais uniforme. Uma outra modificação já realizada com o objetivo de otimizar o processo de secagem, foi a extensão do tubo de alimentação do ar de secagem, que fica imerso no leito distribuíndo de maneira mais uniforme o ar sobre os comprimidos. Nesse caso, o atomizador é instalado na abertura inferior do tubo imerso. Um outro procedimento adaptado às drageadeiras é o sistema de espada de imersão que consiste de um conduto de metal coaxial, de base perfurada imersa no leito de comprimidos. As Figuras 2.11 a,b e c ilustram, respectivamente, as modificações mencionadas acima.



Figura 2.10 - Diagrama de uma Drageadeira Padrão.



Figura 2.11.a - Diagrama da Drageadeira de Pellegrini.



Figura 2.11.b - Diagrama de uma Drageadeira Padrão com Tubo de Imersão.



Figura 2.11.c - Diagrama de uma Drageadeira Padrão com Espada de Imersão.

A Drageadeira Perfurada consiste de uma panela parcialmente perfurada que gira sobre um eixo horizontal ou levemente inclinado dentro de um sistema fechado. O ar de secagem é introduzido diretamente na drageadeira, passa através dos comprimidos e sai pelas perfurações da mesma como mostra a Figura 2.12. Este equipamento possui uma melhor eficiência de secagem quando comparado com a Drageadeira Padrão.



Figura 2.12 - Diagrama de uma Drageadeira Perfurada.

2.6.3.2 - Recobrimento de Comprimidos em Leitos Móveis

O processo Wurster [18], também conhecido como processo de suspensão em ar, foi desenvolvido no início dos anos 50 pelo Dr. Wurster. Neste processo os comprimidos são carregados pelo ar da base do equipamento até o topo, através da coluna central, onde devido à câmara de expansão, a velocidade dos comprimidos decresce a zero e estes caem em uma fase densa anular de sólidos que ciclicamente se movem em direção à base do leito. A solução ou suspensão de recobrimento é jateada por um atomizador instalado no fundo do equipamento, o qual recobre as partículas em circulação a cada passagem pela região central do equipamento. A circulação provocada pelo ar, produz uma homogeneização e secagem do agente recobridor sobre os comprimidos. A Figura 2.13 ilustra a câmara de Wurster.

Singiser, Heiser e Prillig [19] propuseram uma modificação à câmara de Wurster através da adaptação de uma base cônica à seção inferior do equipamento, com fundo perfurado para a admissão do ar e sustentação das partículas, assemelhando-se a um leito de jorro. Após experimentos realizados os autores concluiram que é viável o uso desse equipamento pois o tempo requerido para cada batelada é muito menor em relação às drageadeiras. Concluiram que este processo pode substituir 10 a 12 drageadeiras padrão. No entanto, a otimização do processo depende de um projeto adequado do atomizador de tal forma que evite entupimento e/ou aglomeração dos comprimidos, como também do ângulo da base cônica de modo a se obter uma boa circulação dos sólidos com consequente uniformidade do produto. Os parâmetros do processo como vazão de ar e de solução, temperatura do ar, tamanho e forma dos comprimidos também influenciam no tempo da batelada e na qualidade, uniformidade, adesão e quebra do produto. A Figura 2.14 apresenta o equipamento acima mencionado.



Figura 2.13 - Equipamento de Wurster.



Figura 2.14 - Diagrama de um Equipamento para Recobrimento em Leito Fluido.

2.6.3.3 - Recobrimento de Comprimidos em Leito de Jorro

A aplicação do leito de jorro no recobrimento de comprimidos é justificada por possuir certas vantagens tais como: pequeno tempo de contato do material úmido com a placa distribuidora ou suporte do leito: a adesão das partículas úmidas com a parede é evitado; o movimento cíclico das partículas produz uma rápida mistura axial dos sólidos no leito; o eficiente contato fluido-partícula proporciona elevadas taxas de transferência de calor e massa; produto final homogêneo; possibilidade de automação do processo e utilização do mesmo equipamento para granulação, secagem e recobrimento de produtos farmacêuticos.

Basicamente o recobrimento de comprimidos no leito de jorro consiste na injeção de ar aquecido no leito para que ocorra o jorro e atomização da solução de recobrimento, que pode estar localizada na base ou topo do leito. A vazão da solução é regulada de modo que o jorro não seja prejudicado pela aderência provocada por excessiva umidade superficial nos sólidos. Após a alimentação desejada de solução de recobrimento, ocorre um período de secagem para remoção de solvente residual. Maiores informações referentes ao leito de jorro foram apresentadas nos ítens 2.1 e 2.2.

Alguns estudos referentes ao recobrimento em leito de jorro foram realizados, como por exemplo : recobrimento de uréia por enxofre verificada por Weiss e Meissen [20]; partículas de alumina recobertas por solução de sacarose em leito de jorro conecilíndrico efetuada por Oliveira [21]. No entanto, investigações básicas sobre recobrimento de comprimidos em leito de jorro foram apresentadas por Kmiéc e Kurcharski [22-26]. Taranto [15] verificou a dinâmica em um leito de jorro bi-dimensional aplicado ao recobrimento de comprimidos e Santana et. al. [27] estudou o recobrimento de comprimidos em leito de jorro cone-cilíndrico.

O estudo básico referente ao recobrimento de comprimidos foi apresentado em 1983 por Kmiéc e Kurcharski [22], onde verificaram fluidodinâmica e transferência de calor e massa durante o recobrimento de comprimidos em leito de jorro. O leito de jorro consistia numa parte cilíndrica de 30 cm de diâmetro e uma base cônica, com diâmetro de orifício de entrada de 8,2 cm. A solução de recobrimento utilizada foi a solução de açúcar (43,5%) em água que era jateada por um atomizador localizado na base do leito. Os experimentos foram efetuados na parte cônica do leito e foram utilizados placebos com duas dimensões: 4,0 x 7,0 mm. e 4,3 x 9,0 mm. com esferidades 0,978 e 0,866, respectivamente. Os ensaios fluidodinâmicos foram realizados com е sem a presença do atomizador, já os ensaios relativos aos fenômenos de transferência de calor e massa foram realizados na condição de atomização contínua da solução de recobrimento. As principais conclusões obtidas foram: а queda de pressão máxima determinada experimentalmente apresentou boa concordância com as correlações da literatura; os coeficientes médios de transferência de calor e massa experimentais foram comparados com os valores estimados pelas

equações de Kimiéc [10] apresentando uma boa concordância, como mostra a Figura 2.15; as correlações desenvolvidas para o processamento de partículas em leito de jorro cônico sem recobrimento podem ser usadas para estimar a ordem de grandeza para a queda de pressão máxima e números de Nusselt e Sherwood quando ocorre o recobrimento sobre as partículas. As correlações indicadas são mostradas na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Correlações indicadas por Kmiéc e Kurcharski [22] para Recobrimento de Comprimidos em Leito de Jorro Cônico.

Correlações	Autor
$\frac{\Delta p_{max.}}{\Delta p_{forro}} = 1+6.65 \left[\frac{H_o}{D_o}\right]^{1/2} [tg(\gamma/2)]^{0.5} \text{Ar}^{-0.2} \qquad (2.11)$	Muklenov e Gorshtein [28]
$\frac{\Delta p_{mdx.}}{H_o \rho_b g} = 1 + 0,206 \exp\left[0,62\left(\frac{H_o}{r_o}\right)\right] \qquad (2.12)$	Kmiéc [10]
$\frac{\Delta p_{max.}}{H_o \rho_b g} = 1 + 0, 062 \left(\frac{D_c}{D_o}\right)^{2,54} $ $\left(\frac{D_c}{D_o} - 1\right) [tg(\gamma/2)]^{-0,16} $ (2.13)	Gelperin et al [29]
$Nu = 0,0451 R \theta_p^{0.644} pr^{0.333} Ar^{0.226} [tg(\gamma/20)]^{-0.852} \left(\frac{H_o}{dp}\right)^{1.47} \left(\frac{D_o}{dp}\right)^{0.947} \Phi^{-1.922} \qquad (2.14)$	Kmiéc e Kur- charski [10]
$Sh = 0,01173 R g_{p}^{0,800} P r^{0,333} A r^{0,229} \\ [tg(\gamma/20)]^{-0,953} \left(\frac{H_{o}}{dp}\right)^{1,446} \left(\frac{D_{o}}{dp}\right)^{1,036} \Phi^{-1,922} \qquad (2.15)$	Kmiéc e Kur- charski [10]



(a) - Calor

(b) - Massa

Figura 2.15 - Coeficientes de Transferência de Calor e Massa Fluido-Partícula em função da Velocidade Superficial do Gás. A linha contínua representa a equação de Kmiéc [10].

Dando continuidade em sua pesquisa, Kmiéc e Kurcharski [23], modelo matemático que descreve apresentaram um ο processo simultâneo de recobrimento e secagem em leito de jorro. O modelo baseou-se na existência de duas regiões distintas do leito, a zona central e anular. Na região central, onde ocorre o recobrimento e secagem das partículas, considerou-se a existência da fase gasosa e de três fases sólidas: a fase inerte, a camada de recobrimento e a fase spray. Nessa região ocorre a interação entre a fase inerte e a fase spray. Na região anular, onde ocorre a secagem da umidade residual e o transporte dos sólidos para a região de recobrimento na parte inferior do centro do leito, considerou-se a fase gasosa e duas fases sólidas: a fase inerte e a camada de recobrimento. A Figura 2.16 ilustra essa divisão.

O número de fenômenos que acompanham este processo e, em particular a mudança contínua da superfície de transferência de calor e massa, mudanças nas propriedades da partícula tais como: diâmetro, densidade, umidade, temperatura da superfície, bem como a estrutura heterogênea do leito causam dificuldades na descrição das taxas de transferência de calor e massa [23]. A modelagem matemática proposta baseou-se nas seguintes descrições:

- fluidodinâmica do escoamento, incluindo a expansão do
 - leito, o escoamento do gás no leito expandido, a
 - movimentação das partículas das fases inerte e dispersa e o tempo de residência da fase inerte;
- transferência de calor e massa entre o gás e as respectivas fases sólidas relacionadas às várias zonas do leito;
- distribuição de temperatura e umidade do ar, umidade do sólido e cinética do recobrimento, e
- crescimento da partícula e o efeito desse crescimento nos cálculos anteriores.

Com essas descrições, e aplicando-se balanços de quantidade de movimento, energia, massa e utilizando correlações empíricas, os autores obtiveram um conjunto de equações diferenciais para cada fase e região do leito, que resolvidas numéricamente forneceram perfis para temperatura, conteúdo de umidade e velocidades. Os valores obtidos atráves da modelagem foram comparados com os resultados experimentais e mostraram boas possibilidades do modelo em predizer a fluidodinâmica, assim como as distribuições de temperatura e umidade no equipamento. O modelo ainda possibilita mostrar os efeitos das condições iniciais tais como: geometria do leito, altura do leito estático, diâmetro da partícula inerte e vazão de ar das respectivas fases no proceso de recobrimento. No entanto,as correlações utilizadas limitam-se às condicões experimentais.



Figura 2.16 - Estrutura do Leito de jorro - Zonas Anular e Central e Fases Consideradas no Recobrimento [Kmiéc e Kurcharski (23)].

As investigações sobre o recobrimento de comprimidos em leito de jorro cônico continuaram, e em 1988 Kmiéc e Kurcharski [24] enfocaram o efeito dos parâmetros do processo na distribuição de massa e eficiência do recobrimento. Definiram a eficiência de recobrimento, também denominada coeficiente de granulação, η , como a razão entre a massa de sólidos aderida às partículas e a massa total de sólidos adicionada ao leito. Os autores concluíram que com aumento da vazão da solução de recobrimento, ou com o aumento da massa total do leito, obtem-se um produto recoberto bem mais uniforme. No entanto, com o aumento da velocidade superficial do ar uma menor uniformidade foi obtida, implicando na diminuição do coeficiente de granulação. Com o estudo dos dados experimentais por meio de uma análise dimensional e tratamento estatístico, os autores propuseram uma correlação empírica descrevendo o efeito de parâmetros do processo sobre o coeficiente de granulação, descrito a seguir.

$$\frac{\eta}{\eta_{in}} = 0,3253 Re_p^{1,0887} \left(\frac{H_0}{\overline{d}_{ps}}\right)^{-0,0646} \left(\frac{W_s}{W_g}\right)^{0,0393} (1-C_s)^{1,0074} \Phi^{-5,5280} \quad (2.16)$$

onde η_{in} é definido como eficiência de fixação das gotas de solução atomizada, sendo também determinado empiricamente e \overline{d}_{ps}^{s} é o diâmetro médio de Sauter das gotas atomizadas e foi estimado pela correlação de Nukiyama e Tanasawa [30].

Kmiéc e Kurcharski [25], em 1989, apresentaram estudos referentes à cinética de crescimento no processo de recobrimento de comprimidos. Os autores analisaram o efeito da altura estática do leito, H_0 , velocidade média do gás, U_g , e o diâmetro médio de Sauter das partículas inertes, $\vec{d}^t{}_{ps}$, no aumento ou diminuição dos parâmetros estáticos e dinâmicos do leito de jorro via solução numérica do modelo matemático proposto anteriormente (Kmiéc e Kurcharski [23]). Verificaram que o aumento em qualquer desses parâmetros (H_0 , U_g , $\vec{d}^t{}_{ps}$) provoca um aumento no diâmetro da zona central, o que implica, segundo esses pesquisadores, na diminuição do número de partículas que entrarão em contato com as gotas da solução de recobrimento atomizadas.

Verificaram que como resultado do tempo de processo no recobrimento e naturalmente do aumento de massa no leito, para uma vazão de ar constante, ocorre uma variação nos parâmetros externos do leito, tais como: altura estática do leito, diâmetro e densidade da partícula e expansão do leito que causam uma mudança desfavorável no tempo médio de residência da partícula na região de atomização, implicando num recobrimento irregular da partícula. Além disso, verificaram que um longo tempo de processo reduz a uniformidade do produto.

Em 1991, Kmiéc e Kurcharski [26] utilizaram os dados experimentais de estudos anteriores [22-23] e fizeram um ajuste

para o número de Nusselt visando melhorar os resultados obtidos anteriormente [23]. A nova correlação mostrou um desvio médio absoluto de 18,7% e máximo 30% e tem a seguinte forma:

$$Nu=9,472Re_{p}^{0.613}Pr^{1/3}Ar^{0.23}\left[\frac{H_{0}}{\overline{d}_{p}}\right]^{-1.031}\left[\frac{W_{s}}{W_{g}}\right]^{0.814}(1-C_{s})^{0.795}\Phi^{0.833} \quad (2.17)$$

Deve-se lembrar que todos os trabalhos feitos por Kmiéc e Kurcharski [22-26] foram efetuados em leito de jorro conecilíndrico, porém os experimentos foram realizados apenas na região cônica do leito.

Oliveira [21] estudou o recobrimento de partículas de alumina porosa quase esféricas, \bar{d}_p = 3,9 mm. e ϕ = 0,92, com suspensão de sacarose (39,8%), talco (29,9%) e água destilada (30,3%), com densidade igual a 1,43 g/cm³ em um leito de jorro cone-cilíndrico. O leito construído consistiu de uma base cônica de inox, com ângulo interno de 60° acoplado a uma coluna cilíndrica de 140 mm. de diâmetro. O diâmetro do orifício de ar de entrada é de 39 mm. e o atomizador foi instalado na base do leito. O autor, baseado em estudos anteriores [25], avaliou a influência da temperatura do ar de entrada, T_{al}, a razão da vazão mássica de suspensão pela vazão mássica total de ar, W_g/W_g, e a razão da vazão volumétrica de ar pela vazão volumétrica de ar na condição de jorro mínimo, Q/Q_{im}, na taxa de aumento de massa das partículas, K1, e na fração mássica de incorporadas pelas partículas, n. Foi realizado um sólidos planejamento fatorial completo e utilizado para ο estudo paramétrico. A temperatura do ar variou de 67 a 83 °C, W_s/W_g de 2,65 x 10^{-3} a 4,71 x 10^{-3} e Q/Q_{im} de 1,5 a 1,7. O autor concluiu que para as condições estudadas, a temperatura não apresentou influência em $K_1 \in \eta \in que K_1 \in \eta$ aumentam com W_g/W_q . Entretanto, k_1 aumenta com Q/Q_{im} e η diminue com o mesmo. As seguintes correlações foram propostas para $K_1 \in \eta$:

$$K_1 = (-4, 18 + 1, 66 \frac{W_g^*}{W_g} + 2, 17 x \frac{Q}{Q_{Jm}}) / 1000$$
 (2.18)

$$\eta = -334 + 9, 4 \frac{W_s^*}{W_g} + 515, 4 \frac{Q}{Q_{jm}} - 1, 58 \left(\frac{W_s^*}{W_g}\right)^2 - 1, 71, 3 \frac{Q}{Q_{jm}} + 4, 1 \frac{W_s^*}{W_g} \frac{Q}{Q_{jm}} (2.19)$$

onde:

$$\frac{W_s^*}{W_g} = \left(\frac{W_s}{W_g}\right) 10^{-3}$$

Levando-se em conta os problemas de ampliação de escala nos projetos de secadores leito de jorro cônicos e cone-cilíndricos e a proposta de geometria retangular com base inclinada, como discutido no ítem 2.5, Taranto [15] efetuou o estudo da fluidodinâmica de um leito de jorro bi-dimensional aplicado ao recobrimento de comprimidos. Foi efetuado o projeto e a montagem experimental do leito em acrílico e com a possibilidade de variação do ângulo da base inclinada de 30, 45 e 60°, com os guais efetuou seus experimentos. As partículas utilizadas foram núcleos inertes com formato de comprimidos reais, lenticular, com diâmetros de 0,747 cm. com esfericidades de 0,8567 0,649 e е e 0,77 respectivamente. A solução de recobrimento utilizada foi uma solução polimérica tendo como polímero base o Cellocize QP 300H e como solvente uma mistura de água, etanol e acetona.

O autor analisou a fluidodinâmica sem e com o recobrimento das partículas, estudando a queda de pressão máxima no leito,a vazão de jorro mínimo e a altura máxima de jorro estável. Verificou-se que há uma carga máxima de comprimidos que leva a um movimento de jorro estável, sem formação de canais ou bolhas de gás. Essa altura varia com o ângulo da base do leito e com o tamanho da partícula. Para cargas menores que a carga máxima, o movimento obtido foi característico de um leito de jorro, o que pôde ser visualizado e obtido pelos gráficos da queda de pressão em função da vazão do ar. Através dos dados experimentais e do ajuste dos mesmos pelo método dos mínimos quadrados foram propostas as seguintes correlações empíricas:

$$\frac{\Delta p_{máx}}{H_o \rho_b g} = 1 + 0,0006 \left[\frac{(D_c)_{eq}}{(D_o)_{eq}} \right]^{5,04} \left[\frac{\overline{dp}}{\Phi(D_c)_{eq}} - 1 \right]^{-1,92} \left[tg \left(\frac{\gamma}{2} \right) \right]^{0,70}$$
(2.20)

$$W_{jm} = 5,92.10^{-5} \left[\frac{\overline{dp}}{\Phi(D_c)_{eq}} \right]^{0,05} \left[\frac{(D_o)_{eq}}{(D_c)_{eq}} \right]^{-2,6} \left[tg\left(\frac{\gamma}{2}\right) \right]^{0,06} \left[\frac{2gH_o(\rho_s - \rho_g)}{\rho_g} \right]^{1/2} (2.21)$$

A equação 2.21 não é adimensional e, para valores das variáveis envolvidas no sistema CGS de unidades, o ajuste leva ao valor de W_{jm} em Kg/min. As correlações são válidas para o leito bidimensional dentro das seguintes faixas: 250 < M_o < 2650 g e 30° < γ < 60°.

Para verificar se o recobrimento com a atomização superior da solução altera a fluidodinâmica do processo, o autor efetuou medidas de queda de pressão e vazão de ar, para as mesmas cargas dos experimentos sem recobrimento. A conclusão obtida foi a de que a baixas vazões de ar de jorro, o recobrimento não altera o jorro estável e que a queda de pressão de jorro é a mesma com e sem recobrimento, como ilustram as Figuras (2.17) e (2.18).



Figura 2.17 - Queda de Pressão no Leito versus a Vazão de Ar durante o Recobrimento de Comprimidos para uma Carga



Figura 2.18 - Queda de Pressão no Leito versus a Vazão de Ar durante o Recobrimento de Comprimidos para uma Carga de 1200g e Inclinação da Base Cônica de 30°.

2.6.3.4 - Atomizador

Para a obtenção de um bom recobrimento, além da formulação da solução de recobrimento e da superfície e composição do comprimido, o atomizador deve ser bem projetado de tal forma a se obter uma boa dispersão sobre a superfície da droga e se ter uma distribuição do tamanho das gotas de maneira uniforme e homogênea.

Existe alguma controvérsia na literatura quanto ao posicionamento do atomizador no leito.

Há três maneiras de se acoplar um atomizador ao leito: no topo do leito, que é geralmente usado em recobridores convencionais; na base do leito, que é utilizado no processo de suspensão em ar ou processo Wurster; o acoplamento tangencial do atomizador ao leito aplicado em recobridores rotativos. As Figuras 2.19 a,b e c ilustram as diversas posições do atomizador descritas acima.



Figura 2.19.a - Atomização da Solução no Topo do Leito usada em Recobridores Convencionais.



Figura 2.19.b - Atomização da Solução na Base do Leito usada no Processo Wurster.



Figura 2.19.c - Atomização Tangencial da Solução usada no Leito Rotativo.

Os diversos tipos de acoplamento do atomizador trazem vantagens e desvantagens, como mostra a Tabela 2.2, e devem ser avaliadas durante o projeto.

Tabela 2.2 - Características dos Três Métodos de Atomização em Leito Fluido.

Método de Processamento	Vantagens	Desvantagem	
Atomização de topo	 acomoda uma grande quantidade de par- tículas; simples de ajustar; fácil acesso ao bocal, e não interfere no movimento dos comprimidos. 	- perda da solução por elutriação com o fluido em contra- corrente.	
Atomização de base	 acomoda uma quanti- dade moderada de comprimidos, e produz caracterís- tica de película uniforme. 	 pode interferir na movimentação das par- tículas por ser aco- plada junto à placa distribuidora; pode ocorrer enchar- camento e aglomera- ção das partículas caso a vazão de solu- ção ou o movimento das partículas não sejam adequadas, e não permite o acesso aos bocais durante o processo. 	
Atomização Tangencial	 simples ajuste; fácil acesso ao bocal, e pode-se trabalhar com altas vazões de solução de recobrimento. 	- coloca a tensão mecânica no pro- duto.	

Independente da localização do atomizador, Porter [31] ilustra na Figura 2.20 que se houver uma boa eficiência na secagem, uniformidade da superfície do comprimido e boa movimentação dos sólidos, o resultado final obtido é praticamente o mesmo. Uma discussão mais detalhada quanto ao método de atomização é apresentada por Jones [32] e por Mehta [33].



Figura 2.20 - Dissolução de Maleato de Cloro-Fenil-Amina em função do Tempo para Diferentes Posições da Atomização no Recobrimento de Comprimidos.

CAPÍTULO 3

Materiais, Equipamentos e Métodos Experimentais

3.1 - Materiais

Como solução de recobrimento foi utilizada uma solução aquosa polimérica que foi desenvolvida no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem da Unicamp, juntamente com a Profar./ Laboratório de Inovação Farmacêutica do Departamento de Farmácia da Faculdade de Ciências Farmacêuticas da USP. A formulação desenvolvida da solução de recobrimento é a seguinte:

Reagente	% em peso
talco neutro	3,50
estearato de magnésio	1,00
dióxido de titânio	1,25
polietileno glicol 6000	0,75
hidroxietil celulose (cellosize QP 09H ^R)	3,50
corante	0,50
água	89,50

A preparação da solução é dividida em duas etapas. A primeira é a preparação da suspensão de pigmento e a segunda é a preparação da solução polimérica, e por fim a mistura de ambas. A suspensão de pigmento é constituída dos seguintes componentes: talco neutro, estereato de magnésio, dióxido de titânio, polietileno glicol 6000, corante e 50% em peso de água. Estes elementos são misturados sob agitação contínua por um tempo de aproximadamente 4 horas. A solução polimérica é formada pela dissolução do hidroxietil celulose em 50% em peso de água sob agitação contínua de 4 horas. A dissolução desse tipo de polímero é mais fácil e rápida num meio básico, portanto foram utilizadas algumas gotas de NH_4 OH para esse fim. Em seguida foi feita a mistura de ambas as soluções sob agitação contínua de 4 horas, obtendo-se assim a solução de recobrimento.

Como partículas a serem recobertas foram utilizados dois tipos de núcleos inertes de comprimidos, placebos, porém com o mesmo formato lenticular e foram produzidos pela Profar / Laboratório de Inovação Farmacêutica da USP. A forma geométrica dos comprimidos utilizados é ilustrada na Figura 3.1, os quais possuem a seguinte composição: 92% de lactose, 6 - 7 % de amido de milho e 1 - 2 % de estearato de magnésio.



Figura 3.1 - Formato da Partícula.

As propriedades relevantes destes materiais foram determinadas pelos seguintes procedimentos: i.) Massa Específica.

i.1) A massa específica da solução polimérica de recobrimento foi determinada por picnometria a 50°C, obtendo-se o valor de 1.006,0 Kg/m^3 .

i.2) Massa Específica do núcleo inerte.

Para estimar a densidade do núcleo inerte foi utilizado o procedimento a seguir:

- inicialmente determinou-se a massa média, $m_{p,o}$, de uma amostra de 200 comprimidos não recobertos;

- a seguir obteve-se as medidas de h_{ci} , h_{ca} e d_{ci} , com a utilização de um paquímetro, das 200 partícula inertes;

- com esses valores pôde-se calcular o volume médio dos núcleos inertes, que foi considerado como o volume de um cilindro mais o volume de uma calota, através da seguinte equação:

$$V_{p} = V_{ci} + 2V_{ca} \tag{3.1}$$

onde:

$$V_{ci} = \frac{\pi \cdot d_{ci}^2 \cdot h_{ci}}{4}$$
 (3.2)

$$V_{ca} = \frac{\pi \cdot h_{ca}}{6} \left(\frac{3}{4} d_{ci}^2 + h_{ca}^2 \right)$$
(3.3)

portanto,

$$V_p = \frac{\pi d_{ci}^2}{4} (h_{ca} + h_{ci}) + \frac{\pi h_{ca}^3}{3}$$
(3.4)

$$\overline{V_p} = \frac{1}{200} \sum_{i=1}^{200} V_p \tag{3.5}$$

Assim, a massa específica média dos núcleos inertes pode ser determinada da seguinte forma:

$$\rho_p = \frac{\overline{m}_{p,o}}{\overline{V}_p} \tag{3.6}$$

 A Tabela 3.1 ilustra os valores das dimensões, massa e massa específica dos núcleos inertes determinados experimentalmente.

Tabela 3.1 - Características das Partículas Utilizadas.

Parti- cula	h _{ci} (m)	h _{ca} (m)	d _{ci} (m)	m _{p,o} (g)	ρ _p (Kg/m ³)
1	1,9526.10 ⁻³	1,7593.10 ⁻³	8,0875.10 ⁻³	0,2007	1022
2	3,0306.10 ⁻³	1,7375.10 ⁻³	8,0613.10 ⁻³	0,2759	1108

ii.) Diâmetro das Partículas

Estimou-se o diâmetro médio unitário das partículas utilizando-se a equação (3.5) desenvolvida no item i.2. Considerando-se o volume médio unitário da partícula como sendo igual ao volume de uma esfera, temos:

$$\overline{V}_p = V_{esfera} = \frac{\pi \ \overline{d}_p^3}{6}$$
(3.7)

Desse modo pode-se estimar o diâmetro médio da partícula, d_p , pela seguinte relação:

$$\overline{d}_{p} = \left(\frac{6 \overline{V}_{p}}{\pi}\right)^{1/3}$$
(3.8)

iii.) Esfericidade das Partículas

A esfericidade foi calculada segundo a seguinte definição:

$$\Phi = \left[\frac{\text{área superficial da esfera}}{\text{área superficial da particula}}\right]_{\text{de mesmo volume}}$$
(3.9)

A área superficial da partícula foi determinada somando-se a área da calota mais a área do cilindro conforme a equação abaixo:

$$A_{p} = 2 A_{ca} + A_{ci}$$
 (3.10)

onde:

.

$$A_{ca} = 2\pi h_{ca} \left[\frac{(d_{ci}/2)^2 + h_{ca}^2}{2h_{ca}} \right]$$
(3.11)

$$A_{ci} = \pi \ d_{ci} \ h_{ci}$$
 (3.12)

portanto;

$$A_{p} = \pi \left(\frac{d_{ci}^{2}}{2} + 2h_{ca}^{2} + d_{ci}h_{ci} \right)$$
(3.13)

e a área da esfera de mesmo volume que a partícula foi calculada da seguinte forma:

$$A_{esfera} = \pi \ \overline{d}_p^2 \tag{3.14}$$

onde d_p é obtido a partir da equação (3.8). Os valores de d_p e Φ obtidos são mostrados na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 - Massas Específicas e Dimensões das Partículas Utilizadas.

Partícula	m _m (g)	$\rho_{\rm p}$ (Kg/m ³⁾	\overline{d}_{p} (m)	φ
1	0,2007	1022	7,2117.10 ⁻³	0,9510
2	0,2759	1108	7,8039.10 ⁻³	0,9673

3.2 - Equipamentos

3.2.1 - Leito de Jorro.

O equipamento utilizado neste trabalho consistiu do sistema experimental básico construído por Taranto [15] acrescido de um sistema de amostragem de partículas e de termopares que fornecem as medidas das temperaturas de bulbo úmido e seco da entrada e saída do ar, como mostra a Figura 3.2. O leito de jorro utilizado é bi-dimensional como ilustra a Figura 3.3, construído em acrílico, para se poder visualizar o fenômeno , possuindo as seguintes dimensões: a=5,0 cm; b=5,0 cm; c=30,0 cm; d=5,0 cm e γ =30, 45 ou 60°. A Figura 3.4 apresenta as partes inclinadas e a retangular do leito bi-dimensional utilizado. As diferentes inclinações do leito possibilita estudar a sua influência no movimento e recobrimento das partículas.



Figura 3.2 - Aspecto geral do Equipamento Experimental Utilizado.



Figura 3.3 - Esquema do Leito Bi-Dimensional



Figura 3.4 - Parte Inclinada de 30, 45 e 60°, respectivamente, do Leito Bi-Dimensional.

3.2.2 - Sistemas de Alimentação e Controle da Vazão de Ar.

A alimentação do ar de jorro, gerado por um compressor de 7,5 cv com deslocamento de 8 m³/min e pressão máxima de 3.700 mmca, é aquecida por um sistema de resistências elétricas e filtrada por um filtro de ar. A regulagem da potência do aquecedor é feita por um variador de voltagem, marca Variac, que fornece uma tensão de saída de 0 até 240 volts e potência máxima de 1,5 Kw.

O controle da vazão de ar é obtido através de uma válvula globo instalada próxima à descarga do compressor. A medida da vazão é feita através de um medidor de placa de orifício concêntrico com arestas quadradas e diâmetro igual a 39 mm., localizado à saída do compressor. A vazão de ar é determinada a partir da leitura de transdutores de pressão, que fornecem a queda de pressão na placa de orifício e o valor da pressão estática na linha.

A seguinte equação , obtida por Taranto [15], representa a calibração da placa de orifício:

$$Wg\left(\frac{Kg}{\min}\right) = 13,3887\left[\frac{\Delta h}{T(k)}\right]^{1/2} - 5,1548\frac{\Delta h^{3/2}}{(h_1 + 1000) T(k)^{1/2}}$$
(3.15)

onde Δh é a variação manométrica em cm de coluna de água; T é a temperatura do ar em Kelvin e h_1 é a variação da pressão estática em cm de coluna de água. As medidas de Δh e h_1 foram feitas utilizando-se transdutores de pressão previamente calibrados.

A calibração dos transdutores de pressão utilizados, fabricados pela Cole-Parmer Instrument Company, com limite máximo de pressão de 15 psi, foi obtida ligando-os em série com um manômetro de tubo em U e contruindo uma curva Δh em função da leitura do transdutor em mV. Assim, variou-se a vazão de ar através da válvula globo em 25 pontos dentro da faixa de utilização do equipamento, lendo-se a queda de pressão no manômetro em U e o valor correspondente em milivolts no registrador digital do transdutor. A partir desses dados foi ajustada uma curva para cada transdutor sendo:

- Curva para o transdutor de leitura da queda de pressão na placa de orifício da linha de circulação de ar,

$$\Delta h(cm.H_2 o) = -0,7147 + 1,1681 V(mv)$$
(3.16)

- Curva para o transdutor de leitura de pressão estática na linha de circulação de ar;

$$h(Cm.H_2O) = -898,0278 + 16,6881 V(mv)$$
 (3.17)

3.2.3 - Sistemas de Alimentação da Solução de Recobrimento.

A solução de recobrimento, previamente preparada, é mantida num reservatório com capacidade de 3 litros, sendo aquecida por uma manta térmica, mantida a 50 °C, e submetida à agitação contínua por meio de uma agitador mecânico. O transporte, do reservatório até o atomizador, localizado no topo do leito, é feito através de uma bomba peristáltica Masterflex de 1/10 hp. e vazão de até 99,999 ml/min, que também fornece o volume acumulado utilizado em cada experimento.

O atomizador utilizado é do tipo duplo fluido, uma linha para o ar comprimido e outra para o transporte da solução de recobrimento, com mistura externa, sendo disponível comercialmente.O ar comprimido é fornecido por um compressor de 10 cv., deslocamento de 1,1 m³/min e pressão máxima de 12,3 Kg/cm². A vazão é controlada por uma válvula tipo fenda e medida por uma placa de orifício instalada à saída do compressor. A equação que representa a placa de orifício da linha de ar comprimido, determinada por Taranto [15], é a seguinte:

$$W_{ac}(Kg/\min) = (1,5419) \cdot 10^{-2} (h_1 - h_2)^{1/2}$$
 (3.18)

onde h_1 e h_2 são dados em cm. de coluna de água e são lidos diretamente no manômetro em U à cada experimento. A vazão de ar comprimido e a pressão do ar de atomização foram mantidos em torno de 0,02 Kg/min e 18 psi, respectivamente.

Para se evitar a perda de solução por elutriação, uma vez que o atomizador se localiza no topo do leito, trabalhou-se a baixas vazões de solução de recobrimento, na faixa de 7 a 13 ml/min e também com vazões de ar de jorro próximas ao jorro mínimo. As Figuras 3.5 e 3.6 ilustram a bomba peristáltica e o atomizador respectivamente.



Figura 3.5 - Bomba Peristáltica


Figura 3.6 - Bico Atomizador

3.2.4 - Sistema de Retirada de Amostras e Medidas de Temperatura e Umidade

As amostras foram retiradas por meio de um amostrador localizado na base cônica do leito, como mostra a Figura 3.7, em tempos pré-estabelecidos.

As medidas das temperaturas do ar de entrada e saída foram efetuadas através de termopares do tipo Cobre-Constantan, localizados imediatamente abaixo do bocal de entrada do ar de jorro e pouco acima da região anular; e estes foram conectados a um milivoltímetro digital através de uma chave seletora.

Para a determinação da umidade de saída do ar foram instalados dois termômetros de mercúrio, um de bulbo seco e outro

de bulbo úmido, logo acima do leito de jorro como ilustra a Figura 3.7. A umidade de entrada do ar foi obtida à temperatura ambiente da leitura do bulbo úmido e seco. Com esses valores de temperatura, obtiveram-se os valores correspondentes de umidade através das seguintes equações [34]:

$$Y = \frac{\left[(2501 - (2,411) T_{bu}) Yu - 1,006 (T_{bs} - T_{bu}) \right]}{2501 + (1,775) T_{bs}^{-} (4,186) T_{bu}}$$
(3.19)

$$Y_{u} = 0,62198 \left(\frac{P_{vu}}{1,013 \cdot 10^{2} - P_{vu}} \right)$$
(3.20)

$$P_{vu} = Exp (A+B+C)$$
(3.21)

$$A = 89,63121+0,023998970(T_{bu}+273) - (1,165455.10^{-5})(T_{bu}+273)^2$$
 (3.22)

$$B = - (1,2810336.10^{-8}) (T_{bu}+273)^{3} + (2,0998405.10^{-11}) (T_{bu}+273)^{4}$$
(3.23)

$$C = -\frac{7511,52}{(T_{bu}+273)} -12,150799 \ln (T_{bu}+273)$$
(3.24)

onde T_{bs} é a temperatura de bulbo seco em °C; T_{bu} é a temperatura de bulbo úmido em °C e Y é a umidade absoluta em Kg de vapor /Kg de ar seco. Essas equações são válidas para a faixa de 0 a 100°C.

3.2.5 - Descrição do Sistema Experimental

A Figura 3.7 mostra o sistema experimental utilizado, com a seguinte sequência de medidas: o ar insuflado pelo compressor (1) é aquecido pelas resistências (2); a vazão de gás é controlada por uma válvula globo (3) e medida no transdutor de pressão (8) que fornece a variação de pressão na placa de orifício (4) e na mesma linha de ar é medida a pressão estática pelo transdutor de pressão (7); o ar chega então ao leito (5) onde o transdutor de pressão (9) determina a queda de pressão no leito devido a carga de comprimidos; a temperatura do ar de entrada e saída do leito são medidas através dos termopares (16) e (17) respectivamente; as temperaturas de bulbo seco e úmido do ar de saída são obtidas através dos termômetros de mercúrio (18) e (19); a solução de recobrimento, que é aquecida a 50°C por uma manta térmica (21), é transportada do reservatório (10) até o bico atomizador (12) por uma bomba peristáltica (11) que permite medidas de vazão e volume acumulado; o ar sob pressão que alimenta o bico atomizador é comprimido pelo compressor (13) cuja vazão é determinada pela placa de orifício (15), sua variação manométrica ($h_1 e h_2$) é lida no manômetro (23) e a pressão estática pelo manômetro (14); o material não aderido é descarregado na atmosfera através de uma mangueira de 2" de diâmetro (20); os comprimidos recobertos são recolhidos para análise por um coletor de amostras (23) e no final de cada experimento os núcleos inertes recobertos são descarregados (24) para determinação da temperatura da partícula em uma garrafa térmica. Os valores registrados pelos transdutores e termopares são lidos no painel (6).



Figura 3.7 - Esquema do Sistema Experimental Utilizado

3.3 - Métodos Experimentais.

3.3.1 - Operação do Leito e Condições de Processo

A operação se inicia com o aquecimento do ar de entrada e do equipamento por aproximadamente 20 minutos até que entre em equilíbrio térmico.

Após esse tempo, adiciona-se uma carga de partículas préviamente pesadas e estabelece-se o jorro estável pouco acima do jorro mínimo; deixa-se transcorrer cerca de 10 minutos para o aquecimento dos comprimidos introduzidos e só então se inicia o jateamento da solução de recobrimento, a 50°C, com vazões de solução de recobrimento e de ar comprimido constantes, por aproximadamente 50 minutos.

As amostras de comprimidos, aproximadamente 40, são retiradas do leito em intervalos de tempos regulares, através do amostrador (24) localizado na base cônica do leito como mostra a Figura 3.7. As amostras foram coletadas e retiradas a cada 7 minutos para pequenas cargas e 10 minutos para cargas maiores de partículas. A seguir as amostras eram pesadas, uma vez que a secagem da solução polimérica era quase instantânea, para se obter o valor da massa média para cada tempo de coleta. O mesmo procedimento de pesagem foi efetuado para se obter o valor da massa média inicial sem recobrimento.

As condições de processo para obtenção de um recobrimento adequado, assim como o tempo de cada batelada foram obtidos experimentalmente, ficando estabelecidas as seguintes faixas de operação: $70^{\circ}C \leq T_g \leq 85^{\circ}C$, $7,0 \text{ ml/min} \leq W_g \leq 13.0 \text{ ml/min}$, $40 \text{ min} \leq \theta \leq 60 \text{ min}$, $1.000g \leq M_0 \leq 2.000g$ e $30^{\circ} \leq \gamma \leq 60^{\circ}$. Todos os experimentos, independente do ângulo da base cônica, foram realizados acima da região cônica, isto é, apenas variou-se a altura estática do leito na região retangular.

3.3.2 - Determinação do Coeficiente Médio de Transferência de Calor Fluido-Partícula

Baseado nos estudos realizados por Kmiéc e Kurcharski [22-23], a determinação do coeficiente médio de transferência de calor, h_c, foi feita através do método da taxa de secagem constante. Como a atomização é contínua durante o recobrimento e a umidade de saída do ar permanece constante, então considerou-se que o recobrimento ocorre no período de taxa de secagem constante. Assim, o calor fornecido, via convecção pelo ar é utilizado para vaporização do solvente, água, da solução de recobrimento.

Kmiéc e Kurcharski [23] observaram através de modelagem matemática que a temperatura do comprimido recoberto alcança, após um rápido aumento inicial, um valor quase constante, igual à temperatura de bulbo úmido nas condições existentes na zona central do leito de jorro. Assim, o coeficiente médio de transferência de calor fluido-partícula pode ser calculado como definido para o período de secagem à taxa constante.

O coeficiente médio de transferência de calor, baseado na área superficial total das partículas e na temperatura efetiva global, é dado por:

$$q_r = \overline{h}_c \ A \ \Delta T_m \tag{3.25}$$

onde: $A = a V_s$, e

$$a V_s = \frac{6(1-\epsilon)\Phi}{\overline{d}_p}$$
(3.26)

$$\Delta T_m = \frac{T_{g1} - T_{g2}}{\ln \frac{T_{g1} - T_p}{T_{g2} - T_p}}$$
(3.27)

O fluxo de calor, q_r , foi calculado a partir do fluxo mássico de vapor, que é dado por:

$$q_r = w_g(Y_2 - Y_1) \lambda$$
 (3.28)

Igualando as equações (3.25) e (3.28) e substituindo as equações (3.26) e (3.27), temos:

$$\overline{h}_{c} = \frac{W_{g}(Y_{2}-Y_{1})\lambda}{\frac{6(1-\epsilon)\Phi}{\overline{d}_{p}}V_{s}\frac{T_{g1}-T_{g2}}{\ln\frac{T_{g1}-T_{p}}{T_{g2}-T_{p}}}}$$
(3.29)

que é a equação utilizada para obtenção dos valores experimentais do coeficiente médio de transferência de calor.

As umidades de entrada e saída do ar foram obtidas através das equações (3.19) e (3.24) por meio das medidas de temperatura de bulbo seco e úmido de entrada e saída. A temperatura da partícula foi determinada por calorimetría, isto é, uma quantidade significativa de aproximadamente 400 g era coletada no final de cada experimento, ainda com atomização de solução, numa garrafa térmica. A coleta foi feita através de uma pequena abertura (24) localizada na base cônica do leito como mostra a Figura 3.7. A porosidade do leito, ϵ , foi determinada a partir do repouso das partículas após uma movimentação inicial.

A Tabela 3.3 mostra as correlações utilizadas para a determinação das propriedades físicas do ar e da água.

Subs- tância	Propriedade (unidades)	Kquação	Faixa de Aplicação	Refe- rên- cia
ar	Viscosidade (Eg/n.s)	μ=3,9895.10 ⁻⁸ +T _g (*K)+0,6644.10 ⁻⁵	0≤T#≤360°C	36
	Hassa espe- cífica (Kg/m ³)	ρ = 1,2043 - 0,002915 T _g (*C)	50≤T _# ≤90°C	35
	Calor Espe- cífico (J/Eg.E)	$C_{pg} = 1000 [0, 97742 + (0, 112454.10^{-3})]$ $T_{g}(K) + (0, 190346.10^{-7} T_{g}^{2}(K))$	0≤T _B ≤330°C	37
	Condutivida- de Térmica (W/m.K)	$K_g = 0,38793.10^{-3} + (0,95425.10^{-4})$ $T_g(K) - (0,30699.10^{-7}T_g^2(K))$	27≤T ₈ ≤330°C	38
água	Calor laten- te de Vapo- rização (J/Kg)	$\lambda = 2,2567.10^6 \left[\frac{1 - T_g(K) / 647,3}{0,42853} \right]^{0,38}$	_	39

Tabela 3.3 - Correlações para as Propriedades Físicas Variando com a Temperatura.

3.3.3 - Determinação da Perda de Calor

O leito de jorro bi-dimendional foi construído em acrílico e com o objetivo de se visualizar o comportamento do jorro e o recobrimento dos comprimidos, o leito não foi isolado. Como consequência houve perda de calor por convecção livre da parede do leito para o meio ambiente. A perda de calor por convecção livre ou natural é dada por:

$$q_c = \overline{h}_{c,L} A (T_s - T_{\infty})$$
(3.30)

onde A é a área de troca térmica; T_g é a temperatura da parede do leito em Kelvin; T_{∞} é a temperatura ambiente em Kelvin e $h_{c,L}$ é o coeficiente médio de transferência de calor parede-ambiente e que foi determinado utilizando-se a seguinte equação [35] para uma placa plana vertical onde ocorre convecção natural laminar.

$$\overline{h}_{c,L} = \frac{Kg}{Z} \cdot 0,555 (GrPr)^{1/4}$$
(3.31)

A equação (3.31) é válida para $10^4 < GrPr < 10^9$ e onde K_g é a condutibilidade térmica do gás e Z é o comprimento da placa. Para a equação (3.31), todas as propriedades físicas do ar devem ser avaliadas à média aritmética entre a temperatura da parede do leito e a temperatura do meio ambiente.

A parede do leito foi dividida em pequenas áreas retangulares, e para cada área foi medido um conjunto de temperaturas da superfície utilizadas para o cálculo da média aritmética citada acima. Assim, para cada área obteve-se um valor para perda de calor, sendo que a perda de calor total por convecção natural foi a somatória das perdas de calor de todas as áreas.

3.3.4 - Determinação do Crescimento da Partícula e Eficiência do Recobrimento.

Baseado nos estudos de Kmiéc e Kurcharski [23-25], Taranto [15], Oliveira [21] e em alguns ensaios preliminares desenvolveu-se uma metodologia a ser utilizada para a análise do recobrimento.

Os experimentos realizados nessa etapa tiveram como objetivo

principal iniciar o estudo do crescimento do comprimido e da eficiência do processo, verificando-se também a influência da temperatura do ar de entrada de jorro, T_{g1} ; da razão entre a vazão de ar de jorro e a vazão de ar na condição de jorro mínimo, W_g/Q_{jm} ; e da razão entre a vazão mássica de suspensão fornecida ao leito e a vazão mássica total de ar, W_g/W_q , no processo de recobrimento.

A sistemática utilizada consistiu primeiramente em colocar uma carga, M_o , de comprimidos a serem recobertos no leito. Conhecendo-se a massa média unitária de cada comprimido, $m_{p,o}$, calculou-se o número de comprimidos existentes no leito, n_b , pela seguinte equação:

$$n_{b} = \frac{M_{o}}{\overline{m}_{p,o}}$$
(3.32)

Uma vez iniciado o processo de recobrimento, as amostras foram retiradas em tempos pré-determinados, sendo a primeira no ínicio do processo. Após retiradas, as amostras são pesadas e determina-se então a massa média do comprimido, $m_{p,i}$, para o tempo Θ_i correspondente.

$$\overline{m}_{p,i} = \frac{m_{p,i}}{n_{p,i}}$$
(3.33)

Com o objetivo de se avaliar a cinética de crescimento, foi efetuado um tratamento similar ao apresentado por Kurcharski e Kmiéc [25]. Assim desenvolveu-se um modelo para o crescimento dos comprimidos em função do tempo de processo a partir do balanço de massa de sólidos no leito, como ilustra a Figura 3.8.

$$M_f = M_o + W_s C_s \theta_p - P \theta_p \tag{3.34}$$

onde:

 M_f = Massa final do leito M_o = Massa inicial do leito W_s = Vazão mássica de solução de recobrimento C_s = Concentração em peso de sólidos na solução Θ_p = Tempo de processo P = Perdas

Rearranjando a equação (3.34), temos:

$$M_{f} - M_{0} = (W_{s}C_{s} - p)\theta_{p}$$
(3.35)



Figura 3.8 - Balanço de Massa de Sólidos no Leito.

Utilizando a definição de Kmiéc e Kurcharski [24] para o coeficiente de granulação, o qual denominaremos eficiência do processo, η , temos:

.

$$\eta = \frac{Massa \ de \ solidos \ aderida \ as \ partículas}{Massa \ total \ de \ solidos \ adicionada \ ao \ leito}$$

portanto,

$$\eta = \frac{(M_f - M_o)}{W_s C_s \theta_p} = \frac{W_s C_s - P}{W_s C_s}$$
(3.36)

Substituindo a equação (3.36) na equação (3.34), tem-se:

$$M_f = M_o + \eta \ W_s \ C_s \ \theta_p \tag{3.37}$$

Dividindo pelo número de comprimidos no leito e pela massa média inicial de cada comprimido; e sabendo-se que $M_i = n_b \cdot m_{p,i}$, chega-se a:

$$\frac{\overline{m}_{p,f}}{\overline{m}_{p,o}} = 1 + \frac{\eta W_s C_s}{n_b \overline{m}_{p,o}} \theta_p$$
(3.38)

Considerando as hipóteses do modelo proposto por Oliveira [21], quais sejam:

- a eficiência do processo, η, permanece constante durante o processo;
- não ocorre quebra dos comprimidos, e
- o número de comprimidos no leito permanece constante, para cada batelada.

Pode-se escrever a equação (3.38) como:

$$\frac{\overline{m}_{p,f}}{\overline{m}_{p,o}} = 1 + k_1 \theta_p \tag{3.39}$$

que de uma forma generalizada, para cada tempo de coleta $\theta_{p,i}$, pode ser escrita da seguinte forma:

$$\frac{\overline{m}_{p,i}}{\overline{m}_{p,0}} = 1 + K_1 \,\theta_{p,i}$$
(3.40)

A equação (3.40) representa o modelo para a taxa de crescimento dos comprimidos, onde $m_{p,i}$ é determinado pela equação (3.33).

Dessa maneira podemos utilizar a equação (3.40) para verificarmos a linearidade do crescimento dos comprimidos e a eficiência do recobrimento através de K₁ que é o coeficiente angular do crescimento linear, pois:

$$K_1 = \frac{\eta W_s C_s}{n_b \overline{m}_{p,o}}$$
(3.41)

ou

$$\eta = \frac{K_1 \ n_b \ \overline{m}_{p,o}}{W_s \ C_s}$$
(3.42)

A Tabela 3.4 ilustra as condições experimentais realizadas neste trabalho.

Y	Corrida	Partícula	Massa	Tg,	Ws
	(N♀)	(Nº)	(g)	(°C)	(ml/min)
30°	01 (*) 02 (*) 03 (*) 04 (*)	1	1000,0	71,0±0,5 71,0 85,0 85,0	7,0±0,5 13,0 7,0 13,0
	05 06	1	1500,0	85,0 85,0	7,0 13,0
	07 (*) 08	2	1000,0	77,0 77,0	7,0 13,0
	09 10	2	1500,0	85,0 85,0	7,0 13,0
45°	01' (*) 02' (*) 03' (*) 04' 05' 06'	1	1200,0	71,0 71,0 77,0 77,0 85,0 85,0	7,0 13,0 7,0 13,0 7,0 13,0 13,0
	07` 08`(*) 09`(*) 10` 11`(*) 12`(*)	1	1500,0	71,0 71,0 77,0 77,0 85,0 85,0	7,0 13,0 7,0 13,0 7,0 13,0 7,0 13,0
	13' (*) 14' (*) 15' 16' (*) 17' 18'	1	1800,0	70,0 70,0 77,0 77,0 85,0 85,0	7,0 13,0 7,0 13,0 7,0 13,0 13,0
60°	01" (*) 02" (*) 03" (*) 04" (*)	1	2000,0	77,0 77,0 85,0 85,0	7,0 13,0 7,0 13,0
	05" (*) 06" (*) 07" (*) 08" (*)	2	2000,0	77,0 77,0 85,0 85,0	7,0 13,0 7,0 13,0

Tabela 3.4 - Condições Experimentais Realizadas

(*) - Experimentos utilizados para análise da taxa de crescimento, K_1 , e eficiência do recobrimento, η .

Resultados Obtidos e Discussão

4.1 - Determinação do Coeficiente Médio de Transferência de Calor Fluido-Partícula .

Com o equipamento e a metodologia descritos no Capítulo anterior, foram obtidos para as condições operacionais préestabelecidas, valores de porosidade, área de troca térmica e altura estática do leito para diversas massas de comprimido, M_{o} ; ângulo da base cônica, γ ; e tipo de partícula, p_i como ilustra a Tabela 4.1.

Tabela	4.1	-	Valores	E	xbe	ri	mentais	de	Poros	aida	ıde,	ε,	Area	de	Tr	oca
			Térmica	,	A,	е	Altura	Está	itica	đo	Lei	to,	Ho,	par	a	as
			Condiçõ	es	8 O]	peı	acionai	ls Es	studad	ias.						

Ångulo da Base Cônica	Tipo de Partí- cula	Ho (Kg)	1,0	1,2	1,5	1,8	2,0
30'	P1	e	0,1464		0,1396		
	6 0 1 - -	<u>A (m²)</u>	0,6608		0.9992		
		Ho (n)	0,1055		0.1438		
	P2	£	0,2307		0.2180		
		A (n ²)	0,5164		0.7873		
		Ho (m)	0,1083		0.1455		
45*	P1	£		0.1864	0,1874	0.1830	
		A (m ²)		0,7559	0.9437	1,1385	
		Ho (m)		0.1483	0.1725	0,1958	

Ângulo da base Cônica	Tipo de Partí- cula	Ko (Kg)	1,0	1,2	1,5	1,8	2,0
60*	P 1	£				:	0,1511
		A (m ²)					1,3144
		Ho (m.)					0,2439
	P2	£					0,2256
		<u>A</u> (11 ²)					1,0396
		Ho (n)					0,2456

Tabela	4.1	- Cor	ntinua	ção
--------	-----	-------	--------	-----

Para essas condições experimentais, foram coletados dados de umidade do ar de entrada e saída, vazão do ar de entrada e temperatura da partícula; e, através da equação (3.29) foram obtidos os valores experimentais para o coeficiente médio de troca térmica, hc. A Tabela 4.2 mostra os valores obtidos, como também o valor do número de Nusselt, Nu, definido por:

$$Nu = \frac{\overline{h}_c \, \overline{dp}}{k_q} \tag{4.1}$$

A Tabela 4.3 ilustra os valores experimentais e os valores do número de Nusselt estimados por Kmiéc e Kurcharski [26] através da equação (2.17), e também os erros relativos entre os valores estimados e experimentais.

1	C	Ns (Kg/nin)	He (nl/min)	T#1 (°C)	Tg2 (*C)	T₽ (*C)	Y1	¥2	hcarp (W/m ² I)	füerp	9 (¥)
30'	1	1,5161	7.0±0.5	71.0±0,5	58,0±0,5	54.0±0.5	125x10-4	169x10-4	44,0753	10,7471	259,5
	2	1,5161	13,0	71,0	50,0	48,0	137	209	65,6131	18,2696	424,6
	3	1,5051	7,0	85,0	69,5	65,5	130	171	36,4558	8,5841	235,7
	4	1,5243	13,0	85,0	61,0	57,5	130	198	51,4673	12,1188	396,0
	5	1.7039	7.0	85,0	73,5	69,0	133	165	22,9903	5,4134	208,3
	6	1.7039	13.0	85.0	66,5	64.0	133	197	47,9570	11,2923	416,6
	7	1.5797	7.0	77.0	66.5	60.5	134	169	42,9317	10,3509	213,
	8	1.5979	13.0	77.0	59.5	56.0	134	188	65.6333	17.0437	333,0
	9	1.7376	7.0	85.0	75.5	69.5	122	166	37.0553	9,4418	292,1
	10	1,7376	13,0	85,0	68,0	64,0	122	181	49,9173	12,7190	391,1
45°	1-	1,5553	7,0	70,5	60,0	57,0	133	164	34,9736	8,5261	187,6
	2	1,5561	13.0	70.5	52,5	49,0	130	197	54,1131	13,2033	405,1
	3	1,5414	7,0	77,0	67,5	61,0	134	178	32,7487	7,8612	261,
	5	1,5409	13,0	77.0	60,5	57,0	134	199	53,4896	12,8327	386,
	51	1,5237	7,0	85,0	75,0	67,5	130	180	32,3024	7,6008	290,9
	6	1,5241	13,0	85,0	68,5	62,5	134	219	52, 3396	12, 3221	494,
	T	1,6230	7,0	71,5	59,8	58,0	92	120	32,2256	7,8434	176,6
	8-	1,6296	13,0	71,5	55,5	52,5	92	153	49,0050	11,9273	386,4
	9.	1,6166	7,0	77,0	66,5	64,0	96	124	30,3385	7,2826	174,
1	10	1,6166	13,0	77,0	60,0	57,5	98	150	41,4392	9,9473	324,
	11	1,5968	7,0	85,5	71,5	68,5	92	126	26,8949	6,5336	207,
	12	1,5981	13,0	85,5	67,0	65,0	107	154	38,5916	9,0822	286,
	13	1,8750	7,0	70,0	60,5	57,0	92	122	26,7873	6,5472	219,
	14	1,8746	13,0	70,0	56,0	52,0	94	148	37,2078	9,0904	394,
	15	1,8554	7,0	177,0	65,5	61,5	102	129	19,9049	4,7775	193,
	16	1,8556	13,0	77,0	61,5	58,0	102	153	34,9289	8,3845	365,
	17	1,8346	7,0	85,0	74,5	67,5	111	143	17,3351	4,0808	224,
	18	1,8347	13,0	85,0	68,5	66,5	121	168	33,0959	7,7915	280,
60*	1"	1,9030	7,0	77,0	68,0	63,0	148	174	16,6335	3,9937	191,
	2"	1,9030	13,0	17,0	61,5	59,0	148	190	29,5675	7,0847	308,
	3"	1,8506	7,0	85,0	75,0	69,0	136	163	14,2415	3, 3534	190,9
1	(*	1,8506	13,0	85,0	71,5	67,0	118	170	28,0449	6,6036	367,1
	5"	2,0088	7,0	77,0	67,5	64,0	135	157	23,2091	6,0301	170,
	6"	2,0088	13,0	77,0	63,5	61,0	131	164	33,8657	8, 7988	255,
	7"	2,0007	7,0	85,0	76,0	70,0	132	155	17,2123	4,3857	175,
	8"	2,0007	13,0	85,0	1 70,5	68,0	132	166	31,9150	8,1320	259,

Tabela 4.2 - Resultados Experimentais do Coeficiente Médio de Transferência de Calor Fluido-Partícula, hc.

Ŷ	С	Nu exp	Nu est eg (2.17)	Desvio Relativo(%)
30*	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10	10,7471 18,2696 8,5841 12,1188 5,4134 11,2923 10,3509 17,0437 9,4418 12,7190	11,6700 19,3032 11,2158 18,5110 8,0272 13,2822 13,8798 22,8996 9,8137 16,2382	8,59 5,66 30,66 52,75 48,28 17,62 34,09 34,36 3,94 27,67
45°	1 ⁻ 2 ⁻ 3 ⁻ 4 ⁻ 5 ⁻ 6 ⁻ 7 ⁻ 8 ⁻ 9 ⁻ 10 ⁻ 11 ⁻ 12 ⁻ 13 ⁻ 14 ⁻ 15 ⁻ 16 ⁻ 17 ⁻ 18 ⁻	8,5261 13,2033 7,8612 12,8327 7,6008 12,3221 7,8434 11,9273 7,2826 9,9473 6,5336 9,0822 6,5472 9,0904 4,7775 8,3845 4,0808 7,7915	8,2528 13,6643 8,1176 13,4237 7,9460 13,1554 6,9867 11,5512 6,8800 11,3841 6,7258 11,1456 5,9852 9,8993 5,8721 9,7174 5,7514 9,5173	$\begin{array}{r} - 3,23 \\ 3,50 \\ 3,26 \\ 4,61 \\ 4,54 \\ 6,76 \\ -10,92 \\ - 3,15 \\ - 5,53 \\ 14,44 \\ 2,94 \\ 22,72 \\ - 8,58 \\ 8,90 \\ 22,91 \\ 15,90 \\ 40,94 \\ 22,15 \end{array}$
60*	1" 2" 3" 4" 5" 6" 7" 8"	3,9937 7,0847 3,3534 6,6036 6,0301 8,7988 4,3857 8,1320	4,6602 7,7110 4,5793 7,5771 5,6861 9,4085 5,5607 9,2010	$16,69 \\ 8,84 \\ 36,56 \\ 14,74 \\ -5,70 \\ 6,93 \\ 26,79 \\ 13,15$

Tabela 4.3 - Valores do Número de Nusselt Experimental e o Estimado pela Equação (2.17) de Kmiéc e Kucharski [26].

A equação empírica (2.17), proposta por Kmiéc e Kurcharski [26], citada no ítem 2.6.3.3, desenvolvida para recobrimento à base de açucar em leito de jorro cone-cilíndrico com inclinação de 60° da base cônica, foi utilizada para estimar os valores do número de Nusselt para o leito bi-dimensional.

Os valores estimados e os experimentais, que são apresentados na Tabela 4.3, seguem o mesmo comportamento qualitativo e apresentam desvios satisfatórios se considerarmos as condições de operação, o tipo de solução de recobrimento, a forma geométrica do leito e as partículas para os quais Kmiéc e Kucharski propuseram essa equação empírica, e que são muito distintos dos aqui estudados. Assim, essa equação estima razoavelmente a ordem de grandeza dos números de Nusselt para o recobrimento à base solução polimérica em leito de jorro bi-dimensional, na faixa de operação deste trabalho.

4.2 - Variação do Coeficiente de Transferência de Calor Fluido Partícula com as Variáveis de Processo.

Como no caso do leito de jorro convencional, o número de Nusselt no leito de jorro bi-dimensional aumenta com o aumento da velocidade do gás, isto é, com o aumento do número de Reynolds. Esse comportamento, como visto na Tabela 4.3 e na Figura 4.1, já era esperado, pois o aumento da velocidade do gás implica num maior nível de turbulência da corrente gasosa e maior velocidade relativa gás-partícula, diminuindo a camâda limite e consequentemente elevando o número de Nusselt.

O comportamento do coeficiente de transferência de calor foi verificado em função dos diferentes parâmetros: partícula, altura estática do leito, ângulo da base cônica e vazão de solução de recobrimento.



Figura 4.1 - Dependência do Número de Nusselt com o Número de Reynolds.

A Figura 4.2 apresenta a variação do número de Nusselt com o grupo Ho/ ϕ dp. Verificou-se uma diminuição de Nu à medida que Ho/ ϕ dp aumenta. Isso pode ser atribuído, principalmente, pelo aumento da área de troca térmica, isto é, com a vazão de ar constante e assim aumentando-se a altura estática do leito, aumenta-se a área de troca térmica, a qual é inversamente proporcional ao coeficiente médio de transferência de calor que vem então a diminuir.



Figura 4.2 - Dependência do Número de Nusselt com Ho/ ϕ dp.

O mesmo comportamento é verificado na Figura 4.3, que mostra o Nu x tg($\gamma/2$) o qual já era previsto. O grupo tg($\gamma/2$) e Ho/ ϕ dp estão intimamente ligados. Para uma mesma massa de comprimidos e velocidade de ar constante, aumentando-se a inclinação (γ) da base cônica, aumenta-se a altura estática do leito, o que vem a elevar a área de troca térmica e consequentemente ocorre uma diminuição no número de Nusselt.



Figura 4.3 - Dependência do Número de Nusselt com tg($\gamma/2$).

A Figura 4.4 ilustra a variação do número de Nusselt com a razão entre a vazão de solução de recobrimento e a vazão do ar de entrada, W_g/W_g . Tal comportamento pode ser explicado da seguinte maneira: para uma mesma vazão de ar, W_g , elevando-se a vazão de solução, W_g , o fluxo mássico de vapor aumenta, o que implica num maior gradiente de umidade no ar e um maior consumo de calor. Esse comportamento pode ser analisado através das equações (3.25), (3.28) e (3.29).



Figura 4.4 - Dependência do Número de Nusselt com W_g/W_q .

Através da análise das variáveis, no mecanismo de transferência de calor fluido-partícula, apresentadas nas Figuras 4.1, 2, 3 e 4, os dados experimentais foram correlacionados em função dos seguintes grupos adimensionais:

Re,
$$\frac{W_s}{W_g}$$
, $\frac{H_o}{\phi dp}$ e tg $\left(\frac{\gamma}{2}\right)$

Dessa maneira, aplicada a análise dimensional, uma equação para Nu foi proposta na seguinte forma:

$$Nu = A Re_{p}^{B} \left(\frac{W_{s}}{W_{g}}\right)^{C} \left(\frac{H_{o}}{\phi dp}\right)^{D} \left(tg\left(\frac{\gamma}{2}\right)\right)^{E}$$

$$(4.2)$$

A correlação (4.2) foi ajustada através do método dos mínimos quadrados e os valores experimentais. O sistema de equações obtido foi resolvido pelo método de eliminação de Gauss. A seguinte equação foi obtida:

$$Nu = 0,9892 Pr^{1/3}Re_p^{1,6421} \left(\frac{W_s}{W_g}\right)^{0,7808} \left(tg\left(\frac{\gamma}{2}\right)\right)^{0,1806} \left(\frac{HO}{\Phi dp}\right)^{-1,3363}$$
(4.3)

A Tabela 4.4 fornece os valores dos grupos adimensionais, dos números de Nusselt experimentais e calculados pela correlação (4.3). Os desvios médio absoluto, relativo, padrão e o coeficiente de correlação também são fornecidos. A Figura 4.5 ilustra os resultados experimentais e calculados, mostrando desvios moderados, o que indica um acordo razoável dos dados com o ajuste. O desvio máximo relativo ficou em torno de 29% e o desvio médio absoluto em torno de 13%. A correlação (4.3) é válida para a seguinte faixa de valores:

$$\begin{array}{rl} 70,0\,^{\circ}\mathrm{C} &\leq \mathrm{Tg}_{1} &\leq 85,0\,^{\circ}\mathrm{C} \\ & 575 &\leq \mathrm{Re} &\leq 844 \\ 7,0 \,\,\mathrm{ml/min} &\leq \mathrm{W_{g}} &\leq 13,0 \,\,\mathrm{ml/min} \\ 0.1065 \,\,\mathrm{m} &\leq \mathrm{H_{o}} &\leq 0,2456 \,\,\mathrm{m} \\ 7,2117.10^{-3} \,\,\mathrm{m} &\leq \mathrm{dp} &\leq 7,8039.10^{-3} \,\,\mathrm{m} \\ & 30^{\circ} &\leq \gamma &\leq 60^{\circ} \end{array}$$

1	C	Re	Pr	(W_a/W_a)x 10 ³	(Ho/Hdp)	tg(y/2)	Kiazy	liucalc. eq.(4.5)	Desvio relativo (%)
30*	1	595.94	0.7012	4.6448	15.5286	0.2679	10.7471	9.5867	10.80
	2	595.79	0.7012	8,6261	15.5288	0,2679	18,2696	15,5387	14,95
	3	575,57	0,6972	4,6788	15,5286	0,2679	8,5841	9,0888	- 5,88
	4	582,91	0,6972	8,5797	15,5286	0,2679	12,1188	14,8995	-22,95
	5	651,59	0,6972	4,1329	20,9672	0,2679	5,4134	6,7710	-25,08
	6	651,59	0,6972	7,6753	20,9672	0,2679	11,2923	10,9793	2,77
[7	663,85	0,6994	4,4578	14,3468	0,2679	10,3509	12,3100	-18,93
	A	671 73	A 6993	R 1845	14 3468	0.2679	17.0437	20,1449	-18.20
	0	710 15	0 6979	A 0597	10 9748	A 9670	G AATR	R 7791	7 09
	10	710.05	A 6977	7 5965	10 774R	0,2679	12 7100	14 9744	-11 84
	10	114,00	0,0214	******	1.494170	4,4010	14,1199	11,6611	11,01
45'	1*	611.25	0.7012	4,5277	21,6234	0,4142	8,5261	6,8099	20,13
	2	611.97	0.7013	8.4043	21.6234	0.4142	13,2033	11,0599	16,23
	3	598.50	0.6994	4.5686	21.6234	0,4142	7,8512	6,6189	15,80
	ľ	598,04	0,6993	8,4872	21,6234	0,4142	12,8327	10,7213	16,45
	51	598,36	0,6972	4,6216	21,6234	0,4142	7,6008	6,3789	16,08
	6	582,76	0,6972	8,5808	21,6234	0,4142	12,3221	10,3531	15,98
	7	637,05	0,7010	4,3389	25,1519	0,4142	7,8434	5,7599	26,56
	81	639,64	0,7010	8,0253	25,1519	0,4142	11,9273	9,3726	21,42
	9″	627,70	0,6994	4,3561	25,1519	0,4142	7,2826	5,6349	22,63
	10'	627,70	0,6994	8,0898	25,1519	0,4142	9,9473	9,1370	8,15
	11″	610,64	0,6972	4,4101	25,1519	0,4142	6,5336	5,4319	16,86
	12"	610,88	0,6972	8,1835	25,1519	0,4142	9,0822	8,8081	3,02
	13	738,37	0,7015	3,7557	28,5492	0,4142	6,5472	5,5374	15,42
	14	737,98	0,7014	6,9764	28,5492	0,4142	9,0904	8,9724	1,30
	15'	720,35	0,6993	3,7954	28,5492	0,4142	4, 1115	5,3555	-12,10
	16*	720,50	0,6994	7,0479	28,5492	0,4142	8,3845	8,6868	- 3,61
	17"	701,43	0,6972	3,8384	28,5492	0,4142	4,0808	5,1666	-26,61
	18*	701,51	0,6972	7,1281	28,5492	0,4142	7,7915	8,3790	- 7,54
en.	f *	790 49	A 6004	2 7465	95 5600	A 5774	2 0027	1 9350	9.57
00"	1	103,00	N 6004	0,1003 6 0799	33,3020	V,3814 A 5774	9,3391 7 0017	4,0000 7 A7AC	- 0,31 0.70
	4	103,00	0,0334	9 0120 9 0759	03,0040	1 V,JIIL 1 A 5794	1,4041	1,997	99 0 <i>1</i>
	3	141,03 707 40	1 V,0314	0,0000 7 Acco	02,0020 95 5696	N,0115 A 5791	0,0009 6 6826	1,1461 6 6861	- 1 99
	1 K*	IVI,03	0,0312	1,0003	10,0040	V,0115 A 6774	0,0000 6 A3A1	0,0031 6 8940	7 49
	0 6*	011,10	0,0334	3,3030 6 KIAA	01,0000	N,0114	0,0001 0 7000	0,0140	3,74 7 99
	0 4*	011,10	0,0334	0,3104	32,3333	U,3114 A 6794	0,1300	3,1133 6 6690	1,00 -98.80
	1 8*	877 65	A 6077	0,0100 6 5367	47 5353	N,0112 A 5771	R 1390	0 1669	-19 7?
	U	841,36	V _S UJIA	10001	06,0000	¥9471%	U _y LUGV	321097	- 26) * 6

Tabela 4.4 - Resultados dos Números de Nusselt Experimentais e Calculados pela Correlação (4.5)

Tabela 4.4 - Continuação

Desvio Nédio Absoluto (X)	13,62
Desvio Padrão (X)	0,1623
Coeficiente de Correlação	0,9106



Figura 4.5 - Comparação dos Dados Experimentais com os Calculados pela Equação (4.5).

4.3 - Determinação da Perda de Calor para o Ambiente

Com o objetivo de se observar o comportamento do jorro e o recobrimento dos comprimidos, o leito bi-dimensional não foi isolado fazendo com que ocorresse perda de calor por convecção natural. A Tabela 4.5 ilustra os valores da perda de calor para todos os experimentos realizados. Esses valores foram calculados através da equação (3.30).

Verifica-se na Tabela 4.5 que a perda de calor por convecção natural não chega a ser significativa perante o calor consumido no recobrimento; os valores ficam em torno de 1,7 a 7% do calor de vaporização. A análise desses valores mostra um resultado coerente, pois à medida que a área de troca térmica e o gradiente de temperatura entre a parede do leito e o meio ambiente aumentam, a perda de calor por convecção natural também aumenta.

Tabela	4.5		Valores	đa	perda	đe	calor	por	convecção	natural	
--------	-----	--	---------	----	-------	----	-------	-----	-----------	---------	--

Ţ	Cor- rida	K. (Lg)	Parti cula (KQ)	T _{e1} (*C)	K. ul/uin	A(m ²) x 10 ³	T _P (*C)	Ϊ (°C)	GrPr x10-6	liu eq. (3.31)	g (W) eg.3.30	g _r (N) eq. 3.28
30*	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10	1,0 1,5 1,0 1,5	1 2	71,010,05 71,0 85,0 85,0 85,0 85,0 77,0 77,0 85,0 85,0 85,0	7,0±0,5 13,0 7,0 13,0 7,0 13,0 7,0 13,0 7,0 13,0	79,12 79,12 79,12 107,12 107,12 107,12 79,12 79,12 107,12 107,12	38,8 36,89 43,10 42,06 43,10 42,06 41,25 39,29 43,10 42,06	23,0 23,0 23,5 25,0 25,0 25,0 25,0 26,0 26,0	5,2274 4,6401 6,5068 6,0146 12,9903 12,3085 5,2212 4,6373 12,1699 11,4900	14,9233 14,4852 15,7629 15,4559 18,4561 14,9189 14,4830 18,4338 18,1708	6,7489 5,7430 9,1249 8,2553 10,1136 9,3909 6,9836 5,9451 9,4137 8,7021	259,59 424,62 235,79 396,05 208,34 416,67 213,47 333,05 292,13 391,72

1	Cor- rida	K. (Kg)	Parti cula (I⁰)	Tgi (*C)	ŭa (nl/nin)	A(m ²) x 10 ³	T _P (*C)	1- (°C)	GrPr x10-5	liu eg. (3.31)	q (H) eg:(3.30)	9r (N) eq. (3.28)
45*	ľ	1,2	1	71,0	7,0	90,34	39,63	25,0	9,2557	17,2145	6,6118	187,60
	2-	·		71,0	13,0	-	38,94	23,0	10,2918	17,6773	7,3689	405,84
	3-			77,0	7,0		42,45	23,0	12,3369	18,4967	9,4560	261,82
	5			77,0	13,0		41,70	23,0	11,9063	18,3331	9,0013	386,54
	51			85,0	7,0		43,65	23,5	12,6500	18,6130	9,8819	290,99
	6			85,0	13,0		42,28	23,5	11,8720	18,3199	9,0473	494,95
	7	1,5	1	71,0	7,0	104,34	39,63	24,0	13,5994	18,9528	8,0881	176,68
	8			71,0	13,0		38,94	24,0	13,0445	18,7564	7,6433	386,47
	°.			17,0	7,0		42,45	24,5	15,3320	19,5296	9,6170	174,74
	10″			77,0	13,0		41,70	25,0	14,2584	19,1783	8,7832	324,52
	11'			85,0	7,0		43,65	25,0	15,7670	19,6666	10,0867	207,23
	12			85,0	13,0		42,28	25,0	14,7104	19,3285	9,1671	286,91
	13-	1,8	1	70,0	7,0	118,34	39,63	22,5	19,9947	20,8700	10,0585	219,15
	14"			70,0	13,0		36,94	23,0	18,5922	20,4939	9,1886	394,30
	151			77,0	7,0		42,45	23,0	22,2867	21,4439	11,7911	193,38
	16			17,0	13,0		41,70	24,0	20,1877	20,9201	10,4719	365,33
	17			85,0	7,0		43,65	24,5	21,5361	21,2611	11,5548	224,28
	18'			85,0	13,0		42,28	25,0	19,4861	20,7360	10,1563	280,38
											·	
60*	1"	2,0	1	17,0	7,0	150,69	42,30	26,0	43,5834	25,3565	11,1725	191,03
	2"			11,0	13,0		40,19	Z1,0	35,3483	24,0650	8,5560	308,54
	3			85,0	7,0		44,59	25,0	49,1338	26,1299	13,1726	190,92
	4			85,0	13,0		43,11	26,5	44,0453	25,4254	11,4363	367,69
	5	2,0	2	77,0	7,0	120,69	42,30	Z6,0	43,0834	20,3000	11,1725	170,63
	6-			77,0	13,0		40,19	Z5,0	38,3489	24,3602	9,3916	233,94
				85,0	7,0		44,53	Z1,0	46,1VZI	23,1112	12,2046	1/3,02
	8-			65,0	13,0		43,11	30,0	33,7597	ZJ, 7899	6,4050	209,92

Tabela 4.5 - Continuação

4.4 - Análise do Processo de Recobrimento

4.4.1 - Taxa de Crescimento do Comprimido, K₁.

Através dos dados experimentais obtidos de massa média de uma partícula, $\overline{m}_{p,i}$, no tempo correspondente, $t_{p,i}$, foram construídos gráficos como os das Figuras 4.6 a 4.17 para todos os experimentos.

Observa-se pelos gráficos obtidos e pelo ajuste efetuado pelo método dos mínimos quadrados que a equação de uma reta concorda com os dados experimentais graficados e que a equação (3.40) é satisfeita.

Dessa forma, foram obtidos os valores da constante K_1 , taxa de crescimento, para cada corrida experimental e esses valores estão colocados na Tabela 4.6. Nesta Tabela e nas Figuras 4.6, 7, 8, 10, 12, 15 fica evidenciado o comportamento de K_1 com a vazão de solução. Com o aumento da vazão de solução há uma elevação da taxa de crescimento, K_1 , do comprimido. Também, pode ser verificada a influência de W_g/W_{im} .

A dependência de $K_1 \operatorname{com} W_g/W_g$ é um tanto intuitiva, pois quanto maior a razão W_g/W_g mais massa está sendo adicionada ao leito. Entretanto, isso ocorre até um valor máximo, pois além desse limite pode haver uma obstrução do leito devido à aderência provocada por excessiva umidade superficial nos comprimidos. Assim, eles podem aglomerar-se, vindo a bloquear o leito. Quanto à relação W_g/W_{jm} , há também um valor máximo de operação, acima do qual os mecanismos de atrito predominarão, o que implica no desgaste e até mesmo na quebra dos comprimidos. Além disso, uma vazão de ar muito grande provoca perda de solução por elutriação, diminuindo a eficiência do processo.

Nas Figuras 4.7 a 4.17, verifica-se que a taxa de crescimento é linear até cerca de 20 minutos para o ângulo de 30°, 30 minutos para 45° e 25 minutos para 60°. Esse fato é explicado pela diminuição de eficiência do atomizador durante o recobrimento.

De acordo com as conclusões obtidas por Oliveira [21], e discutidas anteriormente, verificou-se as influências de W_g/W_g e W_g/W_{jm} nos valores de K_1 , como se observa na equação (2.18). Foram calculados alguns valores de K_1 , segundo essa equação, os quais ficaram bastante afastados dos experimentais. Esses resultados, alguns ilustrados na Tabela 4.6, já eram esperados pois a equação (2.18) foi desenvolvida para partículas de alumina porosa quase

esférica e utilizando solução de sacarose no recobrimento, parâmetros que influenciam fortemente K_1 .

Uma relação entre K_1 e a temperatura de gás de entrada, T_{g1} , não foi verificada, na faixa de valores estudada, o que está também de acordo com uma das conclusões obtidas por Oliveira [21]. As Figuras 4.9, 11, 13, 14, 16 e 17 ilustram essa observação.

Tabela	4.6	 Valores	đa	Таха	de	Crescime	ento	K ₁	(\min^{-1})	eΕ	ficiência
		do Proc	ess	οη	Expe	erimentai	s e	Es	timados	por	Oliveira
		[21].									

Y	Cor- rida	T ₆ 1 (°C)	Kex10 ³ (Kg/nin)	Ks (Kg/nin)	Nim (Kg/nin) eq.(2.21)	(¥ø/¥s)*	(Hg/Kjm)	K1 exp x 10 ³ (min1)	факр (Х)	K1 x 10 ³ (min ⁻¹) eq.(2.18)	n(%) eq. (2.19)
30*	1	71,0	7,042	1,52	0,9101	4,6329	1,6702	0,1914	26,05	7,1349	90,33
	2	71,0	13,078	1,52	0,9101	8,6039	1,6702	0,3929	28,78	13,7269	71,80
	3	85,0	7,042	1,51	0,9293	4,6636	1,6249	0,3071	41,79	7,0875	91,73
	4	85,0	13,078	1,51	0,9293	8,6897	1,6195	0,8486	62,17	13,7592	71,48
	7	77,0	7,042	1,58	0,9671	4,4570	1,6338	0,4143	56,37	6,7638	91,17
45*	1	70,5	7,042	1,56	1,1024	4,5141	1,4152	0,4971	81,16	6,3843	88,74
	2	70,5	13,078	1,56	1,1024	8,3833	1,4152	0,6429	56,51	12,8072	68,72
	3	71,0	7,042	1,54	1,1122	4,5727	1,3847	0,4457	72,77	6,4145	87,13
	3	71,5	13,078	1,63	1,1889	8,0233	1,3710	0,6470	71,10	12,1138	69,44
	9	77,0	7,042	1,62	1,1995	4,3469	1,3506	0,3470	70,82	5,9667	84,70
	11	85,5	7,042	1,60	1,2140	4,4013	1,3179	0,2970	60,61	5,9860	82,27
	12	85,5	13,078	1,60	1,2140	8,1738	1,3179	0,5820	64,18	12,2483	63,16
	13	70,0	7,042	1,88	1,2648	3,7457	1,4864	0,2357	57,73	5,2634	89,49
	14	70,0	13,078	1,87	1,2648	6,9936	1,4785	0,5686	74,98	10,6377	84,42
	16	77,0	13,078	1,86	1,2779	7,0312	1,4555	0,5900	77,81	10,6502	83,20
60*	1* 2* 3* 4* 5* 6* 7* 8*	77,0 77,0 85,0 85,0 77,0 77,0 85,0 85,0	7,042 13,078 7,042 13,078 7,042 13,078 7,042 13,078	1,90 1,90 1,85 1,85 2,01 2,01 2,00 2,00	1,4550 1,4550 1,4726 1,4726 1,5250 1,5250 1,5250 1,5435 1,5435	3,7063 6,8832 3,8065 7,0692 3,5035 6,5065 3,5210 6,5390	1,3059 1,3059 1,2563 1,2563 1,3180 1,3180 1,2958 1,2958	0,2700 0,2750 0,2500 0,5750 0,3100 0,3800 0,2550 0,4000	73,47 40,29 68,03 84,25 84,35 55,68 69,39 58,61	4,6062 10,0798 4,8649 10,2810 4,4959 9,4809 4,4767 9,4866	79,91 73,63 75,63 67,04 80,20 77,16 78,44 74,87



Figura 4.6 - Crescimento das Partículas em função do Tempo de Processamento - Corridas 1 e 2.



Figura 4.7 - Crescimento das Partículas em função do Tempo de Processamento - Corridas 3 e 4.









Figura 4.10 - Crescimento das Partículas em função do Tempo de Processamento - Corridas 11' e 12'.



Figura 4.11 - Crescimento das Partículas em função do Tempo de Processamento - Corridas 8' e 12'.



Figura 4.12 - Crescimento das Partículas em função do Tempo de Processamento - Corridas 13' e 14'.



Figura 4.13 - Crescimento das Partículas em função do Tempo de Processamento - Corridas 14' e 16'.



Figura 4.14 - Crescimento das Partículas em função do Tempo de Processamento - Corridas 2', 8' e 14'.



Figura 4.15 - Crescimento das Partículas em função do Tempo de Processamento - Corridas 1" e 2".



Figura 4.16 - Crescimento das Partículas em função do Tempo de Processamento - Corridas 2" e 4".



Figura 4.17 - Crescimento das Partículas em função do Tempo de Processamento - Corridas 3", 7", 1" e 5".
4.4.2 - Eficiência do Recobrimento, η.

A Tabela 4.6 apresenta os valores experimentais para a eficiência do processo, ou eficiência do recobrimento, η . Os valores foram obtidos pela equação (3.42), e também foram estimados todos os valores para η através da equação (2.19).

Observando-se a Tabela 4.6, pode-se verificar a influência de W_g/W_g e W_g/W_{jm} no valor de η . A solução de recobrimento quando atomizada, atinge a superfície dos comprimidos na forma de pequenas gotas, as quais ligam-se mais efetivamente à superfície durante a secagem, formando então a película de recobrimento. Com uma maior relação W_g/W_g , uma maior quantidade de gotas atomizadas envolverão a superfície do comprimido, obtendo-se aumento em K_1 , e portanto em η . Isso ocorre até um valor máximo de W_g/W_g , pois, há uma faixa restrita de operação para W_g em que o leito opera sem encharcamento e aglomeração. A dependência de η com W_g/W_{jm} , também é explicada, pois o aumento dessa relação pode elevar a perda da solução por elutriação e aumentar o atrito entre as partículas o que provoca um maior desgaste na película de recobrimento.

Os valores de η apresentados na Tabela 4.6 foram considerados satisfatórios devido à complexidade do processo. Além das possíveis razões discutidas no parágrafo anterior para diminuição da eficiência, pode ter ocorrido perda de solução de recobrimento por elutriação, principalmente para o ângulo de 30°, para o qual se utilizou uma vazão do ar 60% acima da vazão de jorro mínimo. Um outro fator importante é a perda de solução aderida às paredes do leito, pois a amplitude da solução atomizada logo abaixo do bico jateador atinge as paredes do leito bi-dimensional antes de atingir as partículas. Esse último fator, que contribui para a diminuição da eficiência pode ser evitado com uma otimização da amplitude jateada e melhor controle do bico atomizador. Os valores de η estimados pela correlação (2.18), desviam-se significativamente dos valores experimentais, como esperado e discutido anteriormente pelas mesmas razões dos desvios obtidos para K₁.

4.5 - Algumas Observações Experimentais Relevantes.

Observou-se nos experimentos que para a faixa de temperatura utilizada, a secagem é praticamente instantânea. Esse fato foi verificado colhendo-se amostras de partículas durante o processo e medindo-se a umidade das mesmas através da permanência em estufa até peso contante. A solução de recobrimento pré aquecida facilitou a secagem sobre o núcleo inerte, o que vem a auxiliar a manutenção do jorro estável evitando encharcamento e aglomeração de partículas e auxiliando numa melhor troca térmica.

Deve-se salientar que a hipótese admitida de operação no período de taxa de secagem constante, é satisfatório, já que foi experimentalmente observado que a umidade de saída do ar e a temperatura das partículas permaneceram constantes durante o processo. No entanto, devido às diferenças nas dinâmicas das regiões anular e de jorro, a troca térmica se dá com maior intensidade na região de jorro. Assim, uma análise mais rigorosa seria a obtenção do número de Nusselt separadamente, nas regiões de jorro e anular. Porém, a nível de projeto o coeficiente médio de troca térmica, como calculado, fornece uma maneira de estimar o necessário para o recobrimento de comprimidos, calor e de determinar as temperaturas finais para o ar e as partículas. A temperatura final da partícula é um parâmetro de importância fundamental, já que os produtos farmacêuticos são termo-sensíveis.

Na Tabela 4.6 observa-se que, para ângulo de base de 30° o leito operou na faixa de 60% acima da vazão de jorro mínimo, W_{jm} . Esse ângulo é caracterizado por uma leve inclinação da base do leito, pois é medido externamente à base cônica. Essa geometria do leito e o formato dos comprimidos fizeram com que os mesmos não recirculassem livremente. Assim, foi necessário aumentar a vazão de ar para que as partículas recirculassem satisfatóriamente. Mesmo assim, os comprimidos próximos à base do leito movimentavam-se mais lentamente, fazendo com que o tempo de residência para essas partículas fosse bem maior, comparado com as partículas da região anular próximas ao jorro. Em resumo, o ângulo de 30°, apresentou uma heterogeneidade de camadas de comprimidos com tempos de residência distintos, implicando num recobrimento heterogêneo.

Nos ângulos de 45° e 60° essa circulação inadequada não foi verificada. A inclinação de 45° apresentou a melhor recirculação entre os ângulos testados, e poderia ser ainda melhorada aumentando-se um pouco a inclinação da base cônica.

Outro efeito que pôde ser verificado é que quanto menor a esfericidade da partícula maior deve ser a inclinação da base do leito. O ângulo de 60° apresentou uma boa inclinação para a movimentação e circulação dos comprimidos, principalmente os mais achatados. Porém, observou-se que essa movimentação era um tanto brusca, fazendo com que o atrito entre as partículas e a parede do leito aumentasse de tal forma que o produto final apresentou desgaste e pontos de quebra nas suas arestas. A vazão do ar de processo, para essa inclinação, foi em média de 30% acima da vazão de jorro mínimo.

A Figura 4.18 ilutra o crescimento do comprimido para intervalos de 7 minutos realizados no ângulo de 45°.

As Figuras 4.19 e 20 ilustram a uniformidade do recobrimento obtido e a forma dos comprimidos utilizados, respectivamente, nos experimentos.

A Figura 4.21 mostra que não houve absorção da solução de recobrimento no comprimido e a formação da película de recobrimento.



Figura 4.18 - Etapas de Recobrimento em Intervalos de 7 minutos para $\gamma = 45^\circ$ e $W_s = 7$ ml/min.



Figura 4.19 - Uniformidade Visual no Recobrimento do Comprimido. Experimento realizado em $\gamma = 45^{\circ}$



Figura 4.20 - Forma e Tamanho dos Comprimidos Utilizados nos Experimentos.



Figura 4.21 - Observação Visual da não Absorção da Solução de Recobrimento e da Formação da Película de Recobrimento.

, 1

Capítulo 5

Conclusões

Do exposto, pode-se obter as seguintes conclusões:

- 1 Como no caso de secagem em um leito de jorro convencional, o número de Nusselt, para recobrimento em leito de jorro bidimensional, segue o mesmo comportamento, isto é, Nusselt aumenta com o aumento de Re e W_g/W_g , e com a diminuição de H_o/ϕ dp e tg ($\gamma/2$).
- 2 A equação empírica (2.17) proposta por Kmiéc e Kucharski
 [26], apresentou desvios aceitáveis, quando comparado com os valores experimentais, como mostra a Tabela 4.3, podendo ser utilizada para estimar a ordem de grandeza do número de Nusselt no recobrimento de comprimidos à base de solução polimérica num leito de jorro bi-dimensional, para as faixas de condições operacionais deste trabalho.
- 3 Verificou-se que para a faixa de temperatura estudada, a secagem é quase instantânea, o que vem a auxiliar na manutenção da estabilidade do jorro evitando encharcamento e aglomeração de partículas e auxiliando numa melhor troca térmica.
- 4 Aplicando uma análise dimensional, os dados experimentais foram ajustados, através do método dos mínimos quadrados, obtendo-se a seguinte equação:

 $Nu = 0,9892 Pr^{1/3} Re^{1.6421} \left(\frac{W_s}{W_g}\right)^{0.7808} \left(\frac{H_o}{\Phi dp}\right)^{-1.3363} \left(tg\!\left(\frac{\gamma}{2}\right)\right)^{0.1806}$

A equação é válida para seguinte faixa de valores:

- 70°C \leq T_{a1} \leq 85°C
- 575 \leq Re \leq 844
- 7 ml/min $\leq W_g \leq 13$ ml/min
- 0,1065 m \leq H_o \leq 0.2456 m
- 7,2117.10⁻³ m \leq dp \leq 7.8039x10⁻³ m
- $30^\circ \le \gamma \le 60^\circ$
- 5 A correlação apresentou um ajuste adequado dos dados experimentais e os seguintes desvios foram obtidos: Desvio Padrão (%) = 0,1623 Desvio Médio Absoluto (%) = 13,62 Coeficiente de Correlação = 0,9106
- 6 A perda de calor por convecção natural, não chegou a ser significativa, para nossos estudos laboratoriais. Seus valores atingiram a faixa de 1,7 a 7% do calor consumido durante o recobrimento.
- 7 O sistema experimental se mostrou adequado à determinação do coeficiente médio de transferência de calor gás-partícula e à verificação da variação da massa dos comprimidos com o tempo do processo de recobrimento.
- 8 Verificou-se uma relação linear de crescimento da partícula com o tempo e que o coeficiente angular, K_1 , é função de W_g/W_q .
- 9 Nas condições estudadas, a temperatura não apresentou influencia significativa na taxa de crescimento, K₁, e nem na eficiência do processo, η.

- 10 Verificou-se a dependência da eficiência do processo, η , com os grupos $W_g/W_g \in W_g/W_{jm}$, cujo valor aumenta com o auumento de W_g/W_g e diminue com o aumento de W_g/W_{jm} .
- 11 O ângulo de 30° não apresentou boa circulação dos comprimidos, levando à utilização de altas vazões, o que implicou numa maior perda da solução de recobrimento por elutriação vindo a diminuir a taxa de crescimento e eficiência do processo. Também, observou-se uma não uniformidade nas partículas recobertas.
- 12 O ângulo de 45° apresentou boa circulação dos comprimidos, levando a um recobrimento mais uniforme, e a altas taxas de crescimento e eficiência do recobrimento. O recobrimento foi considerado satisfatório por observação visual, com boa adesão e não ocorrendo o fenômeno de "peeling".
- 13 O ângulo de 60° apresentou um bom movimento das partículas, porém, a circulação mostrou ser um tanto brusca e o atrito entre os sólidos e a parede do leito intenso. Isso ocasionou pequeno desgaste e pontos de quebra nas arestas dos comprimidos. Entretanto, essa inclinação apresentou razoáveis taxas de crescimento e eficiência no recobrimento.
- 14 A formulação da solução e as temperaturas utilizadas no processo foram consideradas adequadas.
- 15 As baixas eficiências observadas em alguns experimentos, além da perda por elutriação, foram devidas à aderência de solução nas paredes do leito, o que sugere uma otimização do bico atomizador.

 16 - Concluiu-se ainda, através deste estudo experimental a viabilidade da utilização do leito de jorro bi-dimensional para o recobrimento de comprimidos.

Capítulo 6

Sugestões Para Futuros Trabalhos

Em função da literatura carecer de estudos referentes ao recobrimento de comprimidos em leito de jorro tanto convencional quanto o bi-dimensional, o estudo desenvolvido restringiu-se aos estudos preliminares de transferência de calor, taxa de crescimento e eficiência do recobrimento. Assim, sugere-se que estes aspectos recebam um estudo mais detalhado, tais como:

- 1 Aprofundar os estudos fundamentais visando maior conhecimento do fenômeno e da técnica aplicada.
- 2 Realizar estudos com diferentes parâmetros, tais como: diâmetro e esfericidade de comprimidos; concentração da solução polimérica de recobrimento; tipo de solução de recobrimento, entre outros.
- 3 A utilização de uma nova inclinação da base cônica do leito, como por exemplo 50°, o que favorece uma maior melhor circulação do que o ângulo de 45°, com um movimento ainda suave dos comprimidos.
- 4 Uma otimização da amplitude de jateamento da solução, de tal forma que não atinja as paredes do leito. Isso pode ser feito com a utilização de um tipo de atomizador apropriado para a geometria do leito.

- 5 Aplicar a técnica de recobrimento no leito de jorro bidimensional em certos ramos industriais, tais como:
 - Indústria alimentícia: no recobrimento de balas e confeitos em geral.
 - Indústria de fertilizantes: no recobrimento de uréia por enxofre, entre outros.

Referências Bibliográficas

- [1] Gishler, P.E. e Mathur, K.B. METHOD OF CONTACTING SOLID PARTICLES WITH FLUIDS, U.S. Patent, Nº 2, 786,280 to National Research Conncil of Canada, (1953).
- [2] Passos, M.L.A. FLOW CHARACTERISTICS OF TWO-DIMENSIONAL SPOUTED AND SPOUT-FLUIDIZED BEDS OF PARTICLES, Ph.D. Thesis, McGill University, Montreal, Canada (1991).
- [3] Madonna, L.A.; Lama, R.F. e Brisson, W.L. SOLIDS-AIR JETS, Brit. Chem. Eng. 6, 524 (1961).
- [4] Epstein, N. e Mathur, K.B.- SPOUTED BEDS, New York Academic Press (1974).
- [5] Rowe, P.N. e Claxton, K.T. HEAT AND MASS TRANSFER FROM A SINGLE SPHERE TO FLUID FLOWING THROUGH AN ARRAY, Trans. Int. Chem. Eng. 43, T 321 (1965).
- [6] Littman, H. e Silva, D.E. GAS-PARTICLE HEAT TRANSFER COEFICIENTS IN PACKED BEDS AT LOW REYNOLD NUMBER, Heat transfer (1970), Paris-Versailles, Elsevies, Amsterdam 7, CT 14 (1971).
- [7] Uemaki, O. e Kugo, M. HEAT TRANSFER IN SPOUTED BEDS, Kagaku Kogaku 31, Nº4, pp. 348-453 (1967).
- [8] Kmiéc, A. SIMULTANEOUS HEAT AND MASS TRANSFER IN SPOUTED BEDS, Can. J. Chem. Eng., 53, pp. 18-24 (1975).
- [9] Leva, M. FLUID FLOW THROUGH PACKED AND FLUIDIZED SYSTEMS, Chem. Eng. Prog., 44, pp. 511-521 (1948).
- [10] Kmiéc, A. HIDRODYNAMICS OF FLOWS AND HEAT TRANSFER IN SPOUTED BEDS., Chem. Eng. J., 19, pp. 189-200 (1980).
- [11] Mujumdar, A.S. DRYING '84, Ed. A.S. Mujumdar, 151 (1984).
- [12] Kalwar, M.I.; Raghavan, G.S.V.; Mujundar, A.S. e Fanous, M.A. - AERODINAMICS OF GRAINS IN A LARGE SCALE TWO-DIMEN-SIONAL SPOUTED BEDS WITH DRAFT TUBE; International Drying Symposium, Versailles, France, 69 (1988).

- [13] Kudra, T.; Mujundar, A.S. e Raghavan, G.S.V. GAS-TO-PAR-TICLE HEAT TRANSFER IN TWO-DIMENSIONAL SPOUT BEDS, Can. J. Chem. Heat and Mass Transfer vol. 16, pp. 730-741 (1989).
- [14] Passos, T.L.A. FLOW CHARACTERISTICS OF TWO-DIMENSIONAL SPOUTED AND SPOUTED-FLUIDIZED BEDS OF PARTICLES, Ph. D. Thesis; McGILL. University, Montreal, Canadá (1991).
- [15] Taranto, Q.P. ESTUDO EXPERIMENTAL DA DINÂMICA EM UM LEITO DE JORRO BI-DIMENSIONAL: APLICAÇÕES EM RECOBRIMENTO DE COMPRIMIDOS, Tese de Mestrado, Universidade Estadual de Campinas (1992).
- [16] Porter, S.C. AQUEOUS POLYMERIC DISPERSIONS FOR FILM COA-TING OF PHARMACEUTICAL SOLID-DOSAGE FORMS, Notas Particulares, (1990).
- [17] Porter, S.C. COBERTURA DE FORMAS POSOLÓGICAS FARMACEUTI-CAS, Notas Particulares, (1987).
- [18] Wurster, D.E., u.s. Patent, 2, 648, 609 (1963).
- [19] Singiser, R.E.; Heisen, A.L. e Prillig, E.B. AIR-SUSPEN-SION TABLET COATING, Chem. Eng. Progress, 62, 4, pp:107-111 (1966).
- [20] Weiss, J.; Meisen, A. LABORATORY STUDIES ON SULPHUR-COA-TING UREA BY THE SPOUTED BED PROCESS, Can. J. of Chem. Eng., V.61, pp. 440-447 (1983).
- [21] Oliveira, W.P. RECOBRIMETO DE PARTÍCULAS EM LEITO DE JOR-RO, Tese de Mestrado, Universidade Estadual de São Carlos (1992).
- [22] Kurcharski, J. e Kmiéc, A. HIDRODINAMICS HEAT AND MASS TRANSFER DURING COATING TABLETS IN A SPOUTED BED, Can. J. Chem. Eng., 61, pp. 435-439 (1983).
- [23] Kurcharski, J. e Kmiéc, A. ANALYSIS OF SIMULTANEOUS DRYING AND COATING OF TABLETS IN A SPOUTED BED, Notas Particulares (1986).

- [24] Kurcharski, J. e Kmiéc, A. THE EFFECT OF PROCESS PARAME-TERS ON MASS DISTRIBUTIONS AND THE EFFICIENCY OF TABLET COATING IN A SPOUTED BED, Anais do 6th IDS'88, Versailles, France, pp. PA27-31 (1988).
- [25] Kurcharski, J. e Kmiéc, A. KINETICS OF GRANULATION PRO-CESS DURING COATING OF TABLETS IN A SPOUTED BED, Chem. Eng. Science, 44,8 pp. 1627-1636 (1989).
- [26] Kurcharski, J. e Kmiéc, A. HEAT AND MASS TRANSFER DURING COATING OF TABLETS IN SPOUTED BED, Apresentado no 3rd International Symposium in Spouted Beds, Vancouver, Canadá (1991).
- [27] Santana, C.C.; Rocha, S.C.S.; Cremasco M.A. e Ataíde, C.H. RECOBRIMENTO DE COMPRIMIDOS EM LEITO DE JORRO: ESTUDOS PRELIMINARES, Apresentado no XIX Encontro sobre Escoamento em Meios Porosos, Campinas, Outubro (1991).
- [28] Muklenov, J.P. e Gorshtein, A.G. INVESTINGATION OF SPOU-TED BED, Khim. Prom. (Moscou), 41, pp. 443 (1965).
- [29] Gelperin, N.J.; Ainstein, V.J. e Timokhoja, L.P. HIDRODI-NAMIC PROPERTIES OF FLUIDIZED GRANULAR MATERIALS IN CONI-CAL AND CONICAL - CYLINDRICAL SETS, Khim. Mashinosti. (Moscou), Nº 4, 12 (1961).
- [30] Nukiyama, S. e Tanasawa, Y., Trans. Soc. Merch. Eng., Japan, 5, 63, 1939. in: Perry e Green; Chem. Eng. Handbook. 6th Ed. International Edition. Mac Graw Hill Book Co. Singapore, 1988. Seção 20. 90.
- [31] Porter, S.C. APPLICATIONS IN FILM COATING TECHNOLOGY, Apresentado no Controlled Release Symposium, Philadelphia, U.S.A (1989).
- [32] Jones, D.M. FACTORS TO CONSIDER IN FLUID BED PROCESSING FOR CONTROLLED - RELEASE PRODUCTIONS, Pharm.Technol., 3, pp. 46-52 (1988).

- [33] Mehta, A.M. SCALE-UP CONSIDERATIONS IN THE FLUID-BED PROCESS FOR CONTROLLED - RELEASE PRODUCTIONS, Pharm. Thechnol., 3, pp. 46-52 (1988).
- [34] ASHRAE HANDBOOK OF FUNDAMENTALS, NEW YORK, ASHRAE INC. (1972).
- [35] Kreith, F. PRINCÍPIOS DA TRANSMISSÃO DE CALOR, Ed. Edgard Blucher LTDA (1985).
- [36] Strumillo, C. PODSTAWY TEORII E TECHNIKI SUSZENIA, WNT, Warszawa (1975).
- [37] Luikov, A.V. HEAT AND MASS TRANSFER IN CAPILLARY POROUS BODIES, Pergamon Press (1966).
- [38] Planovskij, A.N.; Murshtagev, V.I. e Ulganov V.N. SUSHKA DISPERSNYKH MATERIALOV KHIMICHESKOI PROMYSHENNOSTI, Khimia, Moscou (1979).
- [39] Watson, K.M. Ind. Eng. chem., 35, pp. 398 (1943).

ABSTRACT

The study of fluid-particle heat transfer, particle growth rate, k_1 , and process efficiency, η , applied to the coating of tablets on a two-dimensional spouted bed, was the objectives of this work.

The used particles were placebos in lenticular shapes of real tablets, with $d_p = 7,2117 \times 10^{-3}$ m and $d_p = 7,8039 \times 10^{-3}$ m and sphericity equal to 0,9510 and 0,9673 respectively. As for the coating solution, it was used an aqueous polimeric solution at about 50°C. The spouted bed used was built in plexiglass with the likeliness of slant angle variation. The experiments were carried out with three different slant angles; 30°, 45°, 60°, in a temperature range of 70°C - 85°C and solution flow rate in the range of 7,0 - 13,0 ml/min. A spraying nozzle of double fluid with external mixture was installed on the bed top, and the coating solution was fed counter-current to the spout flow.

The medium head transfer coeficient was determined, and it was expressed by the non-dimensional Nusselt number, Nu, verifying that Nu increases when Re and W_g/W_g increase and when $Ho/\phi d_p$ and $tg(\gamma/2)$ decrease. It was carried out a dimensional analysis of the process and the experimental data were fit through a least square method, obtaining the following relation:

$$Nu = 0,9892 Pr^{1/3} Re^{1,6421} \left(\frac{W_s}{W_g}\right)^{0,7808} \left(\frac{Ho}{\Phi dp}\right)^{-1,3363} \left(tg\frac{\gamma}{2}\right)^{0,1806}$$

The experimental system, the coating solution formulation and the temperature used in the process showed up to be adequate to the verification of tablets mass variation concerning the time of coating. A linear relationship between the particle growth and time was verified, and this growth being function of W_g/W_{q} .

As for the temperature, it didn't present any significant influence either upon the growth rate, K_1 , or on the process efficiency, η , in the studied conditions. The obtained values for efficiency were considered satisfactory, bearing a variation between 57% and 81% for 45° of slanted angle.

The best work angle was 45°, showing high growth rates and coating efficiency. The coating was considered satisfactory on eye observation, with good adhesion with no peeling and no solution penetration either.