

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS  
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

Marina Pozitano

**Conservação da viabilidade de sementes de *Senna macranthera* por  
meio de recobrimento**

Campinas

2011



Marina Pozitano

**Conservação da viabilidade de sementes de *Senna macranthera* por  
meio de recobrimento**

Tese de Doutorado apresentada à Faculdade de Engenharia Química da Universidade Estadual de Campinas, como requisito para a obtenção do título de Doutor em Engenharia Química.

Área de Concentração: Engenharia de Processos

Orientador: Dra Sandra Cristina dos Santos Rocha

Campinas

2011

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

P879c Pozitano, Marina  
Conservação da viabilidade de sementes de *Senna macranthera* por meio de recobrimento / Marina Pozitano. --Campinas, SP: [s.n.], 2011.

Orientador: Sandra Cristina dos Santos Rocha.  
Tese de Doutorado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química.

1. Processo de leito de jorro. 2. Sementes - Viabilidade. 3. Sementes - Armazenamento. I. Rocha, Sandra Cristina dos Santos. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Química. III. Título.

Título em Inglês: Conservation of viability of *Senna macranthera* seeds by coating  
Palavras-chave em Inglês: Spouted bed process, Seeds - Viability, Seeds - Storage

Área de concentração: Engenharia de Processos

Titulação: Doutor em Engenharia Química

Banca examinadora: Priscila Fratin Medina, João Domingos Biagi, Marcos Antonio de Souza Barrozo, Maria Paula Domene

Data da defesa: 10/10/2011

Programa de Pós Graduação: Engenharia Química

Tese de Doutorado defendida por **Marina Pozitano** e aprovada em 10 de Outubro de 2011 pela banca examinadora constituída pelos doutores:



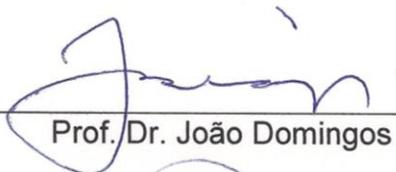
---

Profª. Drª. Sandra Cristina dos Santos Rocha



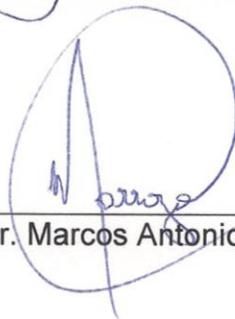
---

Drª. Priscila Fratin Medina



---

Prof. Dr. João Domingos Biagi



---

Prof. Dr. Marcos Antonio de Souza Barrozo



---

Drª. Maria Paula Domene



**ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL DA TESE/DISSERTAÇÃO  
DEFENDIDA PELA ALUNA MARINA POZITANO, E ORIENTADA PELA PROF. DRA.  
SANDRA CRISTINA DOS SANTOS ROCHA.**

  
\_\_\_\_\_  
Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Sandra Cristina dos Santos Rocha

**CAMPINAS, 31 DE OUTUBRO DE 2011.**

## RESUMO

No processo de recobrimento em leite de jorro, as características físicas das partículas a serem recobertas, a formulação da suspensão de recobrimento e as condições operacionais como vazão do ar, pressão de atomização, vazão da suspensão, temperatura do ar e massa de sólidos são parâmetros importantes que influenciam o desempenho do processo. Para o caso de sementes, o recobrimento pode ser utilizado para facilitar manuseio, transporte, semeadura, proteção contra ataques de insetos e na conservação de espécies para preservação do ambiente. Nesta pesquisa foi estudado o processo de recobrimento de sementes florestais da espécie *Senna macranthera* em leite de jorro e foram realizadas análises da qualidade fisiológica das sementes *in natura* e recobertas durante o armazenamento. As sementes desta espécie possuem dormência tegumentar, o que dificulta a germinação devido à impermeabilidade do tegumento. A quebra da dormência utilizada em sementes de espécies florestais tem por objetivo aumentar a porcentagem de germinação das sementes e uniformizar a emergência de plântulas, mas, sem a dormência, essas sementes podem não manter sua viabilidade por longos períodos e o armazenamento torna-se inviável. A primeira etapa deste trabalho envolveu a caracterização física das sementes, a definição das condições de operação do equipamento e o desenvolvimento da formulação da suspensão de recobrimento. Em seguida, as sementes passaram por quebra de dormência por imersão em ácido sulfúrico e foram recobertas com a suspensão polimérica desenvolvida. As sementes recobertas e a testemunha (sementes *in natura*) foram armazenadas em geladeira convencional, na temperatura de 5 °C, para início do período de 380 dias de armazenamento. Os resultados da caracterização física para as sementes *in natura* foram: diâmetro médio de Sauter (3,4 mm), esfericidade (0,52), ângulo de repouso dinâmico (10 °), porosidade (1,81 %), peso de mil sementes (41,05 g) e densidades real, aparente e volumétrica (1397,2; 1371,9; 884,4 kg/m<sup>3</sup>, respectivamente). Para as sementes recobertas foram obtidos os seguintes valores: diâmetro médio de Sauter (3,7 mm), esfericidade (0,69), ângulo de repouso dinâmico (35 °), porosidade (4,30 %), peso de mil sementes (50,52 g) e densidades real, aparente e volumétrica (1397,2; 1337,2; 795,1 kg/m<sup>3</sup>, respectivamente). Para operar o equipamento foram definidas uma vazão de suspensão de 2 ml/min, pressão de atomização de 2 psig, temperatura do ar de entrada de 70 °C e carga de sólidos de 450 g. A suspensão formulada foi composta por: Eudragit FS 30D<sup>®</sup> (30,6 g), trietil citrato (0,45 g), estearato de magnésio (2,25 g), dióxido de titânio (1,35 g), talco (4,6 g), pigmento rosa (0,15 g) e água (60,6 g). Após o recobrimento as sementes foram analisadas

visualmente através das imagens geradas por microscópio eletrônico de varredura. Isothermas de adsorção foram determinadas pelo equipamento *Dynamic Vapor Sorption* para as sementes *in natura* e recobertas. Os resultados foram ajustados por cinco modelos de isothermas de sorção: GAB, Caurie, Oswin, Peleg e Smith. Para as sementes *in natura*, o melhor ajuste foi obtido com o modelo de Peleg ( $R^2 = 0,998$ ), enquanto que, para as sementes recobertas o melhor ajuste foi com o modelo de Smith ( $R^2 = 0,981$ ). Durante o armazenamento três grupos de sementes foram analisados: o grupo das sementes recobertas; o grupo das sementes *in natura* (que foram semeadas com a dormência tegumentar) e, por último, o grupo das sementes escarificadas, que corresponde às sementes que foram armazenadas *in natura*, porém, antes da semeadura foi realizada a quebra da dormência. Durante os 380 dias de armazenagem foram realizados testes de germinação, envelhecimento acelerado e grau de umidade, com periodicidade de aproximadamente 40 dias. Para o período analisado, as sementes *in natura* apresentaram média de grau de umidade igual a 9,25 %, enquanto que, para as sementes recobertas a média foi de 7,12 %. No final do armazenamento a germinação das sementes escarificadas e das sementes recobertas não apresentaram diferença estatística entre si. Para o teste de envelhecimento acelerado, as sementes escarificadas foram mais vigorosas em relação às sementes recobertas. As porcentagens de germinação e o vigor das sementes semeadas *in natura* foram inferiores aos demais grupos, pois a dormência tegumentar impediu a absorção de água, componente essencial para que a semente germine.

Palavras-chave: recobrimento, leite de jorro, suspensão polimérica, sementes, armazenamento, viabilidade.

## ABSTRACT

For the process of coating in spouted bed, the physical characteristics of the particles to be coated, the formulation of coating suspension and the operating conditions such as the air flow, the pressure of atomization, the flow of suspension, the air temperature and the mass of solids are important parameters that influence the process performance. In the case of seeds, coating can be applied to facilitate handling, transporting and sowing, to protect the seeds against insects and for the conservation of species to environmental preservation. In this work the process of coating of forest seeds of *Senna macranthera* species in spouted bed was studied and analysis of the physiological quality of covered and *in nature* seeds during storage were performed. The seeds of this species have tegument dormancy, which hinders the germination due to impermeability of the tegument. The breaking of dormancy in seeds of forest species aims to increase the percentage of seed germination and to uniform the seedling emergence; however, these seeds cannot maintain their viability for long periods and the storage becomes unworkable without dormancy. The first stage of this work involved the physical characterization of the seeds, the definition of operating conditions for the coating process and the development of the formulation of the coating suspension. Then, the seeds underwent to tegument dormancy break by immersion in sulfuric acid before being coated with the polymer suspension developed. The coated seeds and the control (*in nature* seeds) were stored in conventional refrigerator at a temperature of 5 °C. The storage period was of 380 days. The results of physical characterization of the seeds *in nature* were: Sauter diameter of 3.4 mm, sphericity of 0.52, dynamic angle of repose of 10 °, porosity of 1.81 %, weight of thousand seeds of 41.05 g and real, apparent and volumetric densities equal to 1397.2, 1371.9 and 884.4 kg/m<sup>3</sup>, respectively. For the coated seeds the following values were obtained: Sauter diameter of 3.7 mm, sphericity of 0.69, dynamic angle of repose of 35 °, porosity of 4.30 %, weight of thousand seeds of 50.52 g and real, apparent and volumetric densities equal to 1397.2, 1337.2 and 795.1 kg/m<sup>3</sup>, respectively. Operating conditions were defined as: suspension flow of 2 ml/min, atomization pressure of 2 psig, inlet air temperature of 70 °C and load of seeds of 450 g. The formulated suspension was composed of: Eudragit FS 30D<sup>®</sup>, triethyl citrate, magnesium stearate, titanium dioxide, talc, pink pigment and water. Scanning electron microscope images of the seeds before and after coating were analyzed. Adsorption isotherms at 25 °C were determined for the coated and *in nature* seeds using the dynamic method. The results were adjusted using five models of sorption isotherms: GAB,

Caurie, Oswin, Peleg and Smith. For the seeds *in nature*, the best fit was obtained with the model of Peleg ( $R^2 = 0.998$ ), whereas for the coated seeds the best fit was obtained with the model of Smith ( $R^2 = 0.981$ ). During the storage, three groups of seeds were analyzed: the group of the coated seeds; the group of the seeds *in nature* (that were sown with the tegument dormancy) and, finally, the group of scarified seeds, which corresponds to the seeds that were stored *in nature*, but, dormancy was broken before sowing. During the 380 days of storage germination tests, accelerated aging and moisture content were performed at intervals of approximately 40 days. For the period analyzed, the fresh seeds had average moisture content equal to 9.25 %, while for the coated seeds, the average was 7.12 %. At the end of storage, the germination of scarified seeds and of coated seeds showed no statistical difference. For the accelerated aging test, the scarified seeds were more vigorous compared to the coated seeds. The percentages of germination and the vigor of the seeds sown *in nature* were lower than the other groups, because the tegument dormancy impeded the absorption of water, an essential component for the seed to germinate.

Key-words: coating, spouted bed, polymeric suspension, seeds, storage, viability.

## SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS .....	xiv
LISTA DE FIGURAS .....	xv
NOMENCLATURA.....	xviii
I – INTRODUÇÃO .....	1
II – OBJETIVO .....	3
2.1. Objetivo geral .....	3
2.1. Objetivos específicos .....	3
III – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	4
3.1. Sementes .....	4
3.1.1 Senna macranthera.....	4
3.1.2. Germinação e viabilidade das sementes .....	6
3.1.3. Armazenamento de sementes .....	8
3.2. Leito de jorro .....	10
3.2.1. Queda de pressão máxima .....	13
3.2.2. Queda de pressão em jorro estável .....	14
3.2.3. Velocidade de mínimo jorro .....	15
3.2.4. Classificação das partículas .....	16
3.3. Recobrimento.....	17
3.3.1. Recobrimento de sementes .....	17
3.3.2. Tipos de recobrimento e materiais utilizados no processo .....	19
3.3.3. Recobrimento em leito de jorro .....	25
3.4. Isotherma de sorção .....	26
IV – MATERIAIS E MÉTODOS .....	33
4.1. Caracterização física das sementes .....	33
4.2. Isotherma de adsorção .....	37
4.3. Equipamento .....	38
4.4. Formulação da suspensão de recobrimento .....	40
4.5. Caracterização da suspensão .....	41
4.6. Estudo da fluidodinâmica do processo .....	42

4.7. Procedimento experimental para o recobrimento .....	43
4.8. Parâmetros de desempenho .....	45
4.9. Análises durante o armazenamento .....	46
V – RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	50
5.1. Características físicas das sementes .....	50
5.2. Estudo fluidodinâmico.....	53
5.3. Análise do processo de recobrimento.....	58
5.4. Verificação das imagens capturadas pelo MEV .....	61
5.5. Isotermas de adsorção.....	66
5.6. Qualidade fisiológica das sementes durante o armazenamento.....	79
5.6.1. Grau de umidade e germinação .....	79
5.6.2. Vigor das sementes.....	84
5.6.3. Resultado do teste de tetrazólio .....	89
VI – CONCLUSÕES.....	91
6.1. Sugestões para trabalhos futuros .....	93
VII – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	94
VIII – ANEXOS .....	107

## LISTA DE TABELAS

Tabela 4. 1: Classificação da escoabilidade em relação ao ângulo de repouso.....	37
Tabela 5. 1: Características físicas das sementes <i>in natura</i> e recobertas. ....	50
Tabela 5. 2: Valores teóricos e experimentais para $\Delta P_m$ , $\Delta P_s$ e $U_{jm}$ .....	56
Tabela 5. 3: Caracterização física da suspensão C de recobrimento .....	59
Tabela 5. 4: Crescimentos experimental e teórico e eficiência do processo de recobrimento. ....	60
Tabela 5. 5: Valores dos parâmetros $R^2$ e $E(\%)$ para cada modelo de ajuste de isoterma de adsorção analisado.....	69
Tabela 5. 6: Análise estatística das porcentagens de germinação para as sementes <i>in natura</i> , escarificadas e recobertas. ....	80
Tabela 5. 7: Análise estatística entre as porcentagens de germinação das sementes escarificadas e recobertas para cada período do armazenamento. ....	83
Tabela 5. 8: Análise estatística das porcentagens de vigor para as sementes <i>in natura</i> , escarificadas e recobertas. ....	84
Tabela 5. 9: Análise estatística entre as porcentagens de vigor das sementes escarificadas e recobertas para cada período do armazenamento. ....	86
Tabela 5. 10: Efeito do envelhecimento acelerado em cada um dos grupos analisados. ....	87

## LISTA DE FIGURAS

Figura 3. 1: Árvore e sementes de <i>Senna macranthera</i> .....	4
Figura 3. 2: Movimentação das partículas sólidas em leito de jorro. ....	10
Figura 3. 3: Transição de fases em um sistema de leito de jorro.....	11
Figura 3. 4: Curvas típicas da queda de pressão pela velocidade do gás. ....	12
Figura 3. 5: Classificação das partículas segundo Geldart (1973). ....	17
Figura 3. 6: Crescimento de partículas por nucleação.....	21
Figura 3. 7: Crescimento de partículas por coalescência.....	21
Figura 3. 8: Mecanismo de aglomeração por crescimento. ....	22
Figura 3. 9: Crescimento por formação de camadas. ....	22
Figura 3. 10: Efeito histerese das isotermas de sorção. ....	28
Figura 3. 11: Classificação das curvas de sorção segundo Brunauer et al. (1940).....	29
Figura 4. 1: Exemplo da medição da esfericidade em uma subamostra de sementes <i>in natura</i> ....	34
Figura 4. 2: Esquema do tambor rotativo .....	36
Figura 4. 3: Sistema Experimental para o recobrimento de partículas em leito de jorro. ....	38
Figura 4. 4: Esquema da base cônica de inclinação 45 °. ....	40
Figura 4. 5: Taxa de dissolução do Eudragit FS 30D® (A) e diferenças de valores no peso dos filmes para pH's distintos (B). ....	41
Figura 4. 6: Diferentes alturas do bico atomizador durante o processo de recobrimento. ....	45
Figura 4. 7: Divisão do lote de sementes para o período de armazenamento.....	47
Figura 4. 8: Utilização de caixas gerbox para o teste de envelhecimento acelerado.....	48
Figura 4. 9: Preparação das sementes para o teste de tetrazólio.....	49
Figura 5. 1: Distribuição do diâmetro das sementes na análise granulométrica.....	51
Figura 5. 2: Classificação das sementes <i>in natura</i> segundo Geldart (1973).....	53
Figura 5. 3: Curva fluidodinâmica para carga de sementes de 450 gramas. ....	54
Figura 5. 4: Reprodutibilidade da curva fluidodinâmica. ....	55
Figura 5. 5: Sementes recobertas com a suspensão C. ....	59
Figura 5. 6: Imagens do MEV para sementes <i>in natura</i> .....	62

Figura 5. 7: Imagens do MEV para sementes escarificadas. ....	64
Figura 5. 8: Imagens do MEV para sementes recobertas. ....	65
Figura 5. 9: Curva de adsorção para as sementes <i>in natura</i> , T = 26 °C.....	66
Figura 5. 10: Curva de adsorção para as sementes recobertas, T = 25 °C.....	67
Figura 5. 11: Classificação das curvas de adsorção para as sementes <i>in natura</i> e recobertas. ....	68
Figura 5. 12: Distribuição dos resíduos para as sementes <i>in natura</i> . ....	70
Figura 5. 13: Distribuição dos resíduos para as sementes recobertas.....	70
Figura 5. 14: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Caurie (sementes <i>in natura</i> ), T = 26 °C. .....	72
Figura 5. 15: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Caurie (sementes recobertas), T = 25 °C. .....	72
Figura 5. 16: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de GAB (sementes <i>in natura</i> ), T = 26 °C.	73
Figura 5. 17: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de GAB (sementes recobertas), T = 25 °C. .....	73
Figura 5. 18: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Oswin (sementes <i>in natura</i> ), T = 26 °C. .....	74
Figura 5. 19: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Oswin (sementes recobertas), T = 25 °C. .....	74
Figura 5. 20: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Peleg (sementes <i>in natura</i> ), T = 26 °C.	75
Figura 5. 21: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Peleg (sementes recobertas), T = 25 °C. .....	75
Figura 5. 22: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Smith (sementes <i>in natura</i> ), T = 26 °C.	76
Figura 5. 23: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Smith (sementes recobertas), T = 25 °C. .....	76
Figura 5. 24: Grau de umidade das sementes <i>in natura</i> e recobertas ao longo do período de armazenamento.....	79
Figura 5. 25: Germinação das sementes <i>in natura</i> , escarificadas e recobertas ao longo do período de armazenamento. ....	82
Figura 5. 26: Vigor das sementes <i>in natura</i> , escarificadas e recobertas ao longo do período de armazenamento.....	85
Figura 5. 27: Contaminação por fungos durante o período de envelhecimento acelerado.....	88

Figura 5. 28: Teste de tetrazólio indicando a viabilidade das sementes *in natura*. ..... 90

## NOMENCLATURA

### Letras Latinas

$a_w$	Atividade de água	-
$CS$	Concentração de sólidos	(kg/kg)
$d_p$	Diâmetro de Sauter	(mm)
$D_n$	Diâmetro da peneira	(mm)
$D_c$	Diâmetro da coluna	(cm)
$D_i$	Diâmetro do orifício	(cm)
$E$	Desvio médio relativo	(%)
$g$	Força gravitacional	(m/s <sup>2</sup> )
$H_0$	Altura de leito fixo	(cm)
$H_c$	Altura da coluna	(cm)
$m_p$	Massa de partículas	(g)
$m_{rec}$	Massa de sementes recobertas	(g)
$m_{in}$	Massa inicial de sementes	(g)
$P_{1000}$	Peso de mil sementes	(n° sementes/g)
$P_w$	Pressão parcial da água no produto	-
$P_v$	Pressão vapor da água	-
$Q_{susp}$	Vazão volumétrica da suspensão	(ml/min)
$R^2$	Coefficiente de determinação	-
$t$	Tempo do processo	(min)
$UR$	Umidade relativa	(%)
$U_{super}$	Velocidade superficial	(m/s)
$U_{jm}$	Velocidade de mínimo jorro	(m/s)
$U_{jm\ exp}$	Velocidade de mínimo jorro experimental	(m/s)
$U_{mf}$	Velocidade de mínima fluidização	(m/s)
$V_{ob}$	Valores observados	-

$V_{pr}$	Valores preditos	-
$V_p$	Volume de partículas	(ml)
$V_{poros}$	Volume de poros	(ml)
$V_{recip}$	Volume do recipiente	(ml)
$X_{eq}$	Umidade de equilíbrio	(%)
$XM$	Teor de umidade da monocamada	(kg/kg)

#### Letras Gregas

$\alpha$	Ângulo de repouso dinâmico	(°)
$\varepsilon$	Porosidade da partícula	(%)
$\varepsilon_0$	Porosidade do leito fixo	-
$\phi$	Esfericidade (fator de forma)	-
$\sigma$	Tensão superficial	(mN/m)
$\eta$	Eficiência do processo	(%)
$\rho_{ap}$	Densidade aparente	(kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_{bulk}$	Densidade volumétrica	(kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_f$	Densidade do fluido	(kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_g$	Densidade do gás	(g/cm <sup>3</sup> )
$\rho_p$	Densidade da partícula	(kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_{real}$	Densidade real	(kg/m <sup>3</sup> )
$\rho_{susp}$	Densidade da suspensão	(kg/m <sup>3</sup> )
$\delta_{exp}$	Crescimento experimental	(%)
$\delta_{teórico}$	Crescimento teórico	(%)
$\Delta P_m$	Queda de pressão máxima	Pa
$\Delta P_{m\ exp}$	Queda de pressão máxima experimental	Pa
$\Delta P_s$	Queda de pressão estável	Pa

$\Delta P_{s \text{ exp}}$  Queda de pressão estável experimental

Pa

$\Delta x$  Variação da fração mássica

(g/g)

### Subscritos

ap	aparente
bulk	volumétrica
c	coluna
eq	equilíbrio
exp	experimental
f	fluido
g	gás
i	orifício
in	inicial
jm	jorro mínimo
jm exp	jorro mínimo experimental
m	máxima
m exp	máxima experimental
mf	mínima fluidização
n	número
0	leito fixo
ob	observados
p	partículas
pr	preditos
rec	recobertas
recip	recipiente
s	estável
s exp	estável experimental
super	superficial
susp	suspensão
v	vapor de água
w	água – water

## I – INTRODUÇÃO

As pesquisas envolvendo sementes florestais têm aumentado continuamente devido ao interesse na preservação das florestas naturais. As espécies nativas estão entrando em extinção devido, principalmente, ao desmatamento ilegal, queimadas e do próprio incremento populacional. Nas regiões neotropicais, o desmatamento indiscriminado tem provocado a extinção de diversas espécies vegetais, colocando em risco numerosas outras (OLIVEIRA, 2001).

Segundo Miranda et al. (2006), entre 2004 e 2005, o número de pontos de queimadas no Estado do Acre aumentou em 424 % seguido pelos Estados do Amazonas (168 %), Maranhão (36 %) e Rondônia (35 %). Dados do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais citado por Freitas (2010) indicaram, pelas imagens do satélite NOAA-15, que cerca de 1350 focos de queimadas ocorreram no Brasil durante o mês janeiro de 2010.

O aumento das queimadas pode ser vinculado às frentes de povoamento e colonização, à ampliação de pastagens e à atividade de exploração madeireira (MIRANDA et al., 2006). Em geral, os elementos-chave da dinâmica do desmatamento são as atividades produtivas (produção de grãos, madeira e pecuária), incêndios florestais e a criação de áreas protegidas e assentamentos rurais (GAZONI e MOTA, 2010).

Em consequência do valor econômico dessas grandes produções, muitas espécies florestais se encontram em vias de extinção sendo necessários estudos específicos sobre a preservação das espécies de matas nativas. A devastação florestal também provoca danos aos recursos hídricos e edáficos prejudicando a flora e a fauna (CAMPOS e LANDGRAF, 2001).

A análise de sementes fornece dados sobre a qualidade física e fisiológica para fins de semeadura e armazenamento. Tais análises estão estabelecidas para grandes culturas como soja e milho (RIO GRANDE DO SUL, 2000), porém, para as espécies florestais, existe uma lacuna para se formalizar as atividades de comercialização e controle de qualidade, devido à falta de metodologias de análises de sementes, que ainda não foram estabelecidas e normatizadas (WIELEWICKI et al., 2006).

Esta carência de informações a respeito das espécies florestais tropicais tem dificultado a adoção de práticas conservacionistas e de recuperação de áreas degradadas (SILVA et al., 2005). Muitas espécies florestais tropicais apresentam sementes com curta longevidade dificultando sua

utilização por períodos de tempo mais prolongados e, portanto, surge a necessidade de informações a respeito das metodologias de avaliação para essas espécies (CARPI et al., 1996).

Nativa na América do Sul, a *Senna macranthera* (Collad.) Irwin et Barn. está amplamente distribuída nas regiões Sul, Sudeste, Nordeste e Centro-Oeste do Brasil, ocorrendo principalmente em formações florestais ombrófilas e estacionais. É ainda muito comum em áreas degradadas, principalmente em florestas secundárias, capoeiras e pastagens (OBERLAENDER, 2006). Esta espécie também é alvo do inseto *Sennius bondari* (Pic) (Coleóptera, Chrysomelidae, Bruchinae) que deposita seus ovos na margem da semente (LINZMEIER et al., 2004).

O recobrimento de sementes é uma técnica empregada em espécies de difícil manuseio, seja devido ao tamanho ou ao formato desuniforme. Sementes muito pequenas, como a maioria das hortícolas, flores, gramíneas forrageiras e algumas espécies florestais, são os principais alvos deste processo de recobrimento (OLIVEIRA et al., 2003). O intuito em recobrir este tipo de partícula é facilitar a mão de obra e a utilização de implementos agrícolas, além disso, apresenta a vantagem de possibilitar a utilização conjunta de nutrientes, fungicidas, inseticidas, herbicidas e microrganismos benéficos (NASCIMENTO et al., 1993; SILVA e NAKAGAWA, 1998 e SANTOS et al., 2000).

A composição do material de recobrimento das sementes pode influenciar a germinação, inibir o ressecamento das raízes, controlar a infestação por pragas e auxiliar na fertilização do solo nas proximidades da semente (TANADA-PALMU et al., 2005). Por outro lado, se o material de recobrimento for mal formulado, ele pode atuar de forma negativa na germinação das sementes.

O recobrimento em leito de jorro tem sido utilizado em pesquisas com sementes de leguminosas e hortaliças e também de grandes culturas como a de soja e algodão, sendo assim, tal tecnologia se mostra como uma opção na tentativa de preservar a viabilidade das sementes da espécie *Senna macranthera* e protegê-las contra o ataque de insetos durante longos períodos de armazenagem. As análises sobre o comportamento dessas sementes durante o processo fluidodinâmico em leito de jorro é uma informação adicional para esta espécie florestal que até o momento é pouco estudada.

## II – OBJETIVO

### 2.1. Objetivo geral

Devido às divergências científicas quanto à viabilidade das sementes de *S. macranthera* durante o armazenamento, esta pesquisa analisou a conservação da viabilidade dessas sementes armazenadas com e sem recobrimento. Para tanto, foi realizada a análise do processo de recobrimento em leito de jorro e definida a formulação de uma suspensão polimérica adequada para o recobrimento das sementes, sendo que o filme formado deve proteger as sementes da adsorção de água quando expostas a ambientes úmidos, mas ao mesmo tempo, permitir a adsorção de água quando semeadas, para viabilizar a germinação.

### 2.1. Objetivos específicos

- Caracterizar fisicamente as sementes *in natura* e recobertas;
- Estudar a fluidodinâmica das sementes no leito de jorro;
- Obter uma formulação adequada dos componentes químicos e respectivas concentrações utilizadas no recobrimento;
- Estabelecer as condições de operação (vazão do ar, pressão de atomização, vazão da suspensão, temperatura do ar e carga de sementes) visando um bom rendimento do processo e homogeneidade do filme de recobrimento;
- Através de análises de germinação e testes de vigor, comparar a viabilidade entre as sementes recobertas e as sementes que foram semeadas após a superação da dormência tegumentar;
- Relacionar o poder germinativo e o vigor das sementes com o período de armazenamento das sementes com e sem o recobrimento;
- Em relação ao comportamento fisiológico, verificar se as sementes desta espécie são do tipo recalcitrante, ortodoxa ou intermediária;
- Determinar e analisar a isoterma de adsorção das sementes *in natura* e após o recobrimento;
- Verificar a eficiência do recobrimento na conservação da viabilidade das sementes.

### III – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1. Sementes

##### 3.1.1 *Senna macranthera*

*Senna macranthera* (Collad.) Irwin et Barn. é uma planta pioneira pertencente a família Fabaceae – Caesalpinioideae. Conhecida popularmente como manduirana, pau-fava, aleluia, mamangá e fedegoso, entre outros, sendo este último o mais comum, tem como características morfológicas: árvore com altura de 6 a 8 metros, tronco com 20 a 30 cm de diâmetro e sementes duras menores que 1 cm (FIGURA 3.1). Sua floração é exuberante e ocorre entre os meses de dezembro a abril com maturação dos frutos entre julho e agosto (LORENZI, 1998). O nome popular fedegoso se dá devido aos frutos que contém um líquido de odor desagradável. Os frutos e sementes são consumidos e possivelmente dispersos por vários animais, principalmente aves (OBERLAENDER, 2006).

Ocorre com frequência em formações secundárias de regiões de altitude, desde o Ceará até São Paulo e Minas Gerais; é uma espécie semidecídua ou decídua durante o inverno e indiferente às características físicas do solo (ESCHIAPATI-FERREIRA e PEREZ, 1997).

A madeira desta espécie é empregada na confecção de brinquedos, caixotaria e lenha. É uma árvore ornamental que pode ser utilizada em paisagismo e, devido ao pequeno porte, também pode ser empregada em arborização urbana. Por ser uma espécie pioneira e de rápido crescimento, torna-se ideal para plantios em áreas degradadas de preservação permanente (LORENZI, 1998).



Figura 3. 1: Árvore e sementes de *Senna macranthera*.

Em relação aos aspectos medicinais, Diaz et al. (2010) concluíram que os extratos das flores de *Senna macranthera*, dentre outras espécies, possuem potencial como agentes

antibacterianos no tratamento de mastite bovina e, para Silva e Lemos (2008), as folhas das árvores de fedegoso, quando aferventadas, podem ser utilizadas como chá para alívio dos sintomas da gripe.

Entre as sementes florestais incluindo o fedegoso, a dormência tegumentar é comum em grande número de espécies, dificultando a germinação (ESCHIAPATI-FERREIRA e PEREZ, 1997). Este tipo de dormência por impermeabilidade do tegumento ou testa dura, é muito comum em diversas famílias botânicas sendo freqüente nas Leguminosae (CARVALHO e NAKAGAWA, 1988). A dormência tegumentar impede a adsorção de água e/ou gases ao embrião (CARVALHO e NAKAGAWA, 2000), retardando o processo germinativo.

Em laboratório, a ruptura do tegumento se dá pelos métodos de escarificação química ou física. Dentre as metodologias analisadas, Eschiapati-Ferreira e Perez (1997) e Floriano (2004) obtiveram melhores resultados na germinação de sementes de fedegoso utilizando escarificação química em ácido sulfúrico concentrado por 50 minutos. Santarém e Aquila (1995) também tiveram bons resultados de germinação, mas utilizando tempo de imersão em ácido sulfúrico concentrado de apenas 15 minutos.

Ferreira et al. (2004) analisaram a superação da dormência das sementes de fedegoso através da imersão em água quente a 100 °C seguida de repouso até o esfriamento por 24 horas, mas, observaram que este tratamento não proporcionou resultados satisfatórios na superação da dormência.

Não há um consenso em relação à longevidade das sementes de *Senna macranthera* (Collad.) Irwin et Barn. no armazenamento. De acordo com Lorenzi (1998), essas sementes apresentam curto período de viabilidade, enquanto que Davide et al. (1995), verificaram que as sementes desta espécie permaneceram viáveis por um longo período. Além disso, não há na literatura informações específicas sobre o período de viabilidade dessas sementes.

Sementes de fedegoso também podem sofrer injúrias causadas por insetos no campo ou quando armazenadas. A espécie é atacada por larvas do inseto *Sennius bondari* que se desenvolvem alimentando-se do cotilédone e da face interna do tegumento (LINZMEIER et al., 2004) e desta maneira, as sementes se tornam inviáveis.

### 3.1.2. Germinação e viabilidade das sementes

A viabilidade é o período de vida da semente dentro de determinada condição ambiental (CARVALHO e NAKAGAWA, 1988); ela depende de um conjunto de características que determinam o potencial para emergência e para o desenvolvimento de plântulas normais, em condições ambientais adversas (MARCOS FILHO, 1999). Testes de viabilidade determinam se uma semente é ou não capaz de germinar.

Características genéticas do cultivar, vigor das plantas progenitoras, condições climáticas durante a maturação das sementes, grau de dano mecânico ocasionado durante a colheita ou armazenamento e as condições de armazenamento e embalagens são fatores que influenciam a viabilidade das sementes (CARVALHO e NAKAGAWA, 1988).

As sementes de algumas espécies deterioram-se rapidamente, enquanto outras mantêm sua viabilidade por longo período de tempo (CARNEIRO e AGUIAR, 1993). O período de tempo no qual as sementes se mantêm vivas quando armazenadas é chamado de longevidade e trata-se de uma característica determinada pelo genótipo e diretamente influenciada pelo ambiente (MARCOS FILHO, 2005).

Uma maneira de avaliar a qualidade fisiológica das sementes é pelo teste padrão de germinação que determina a proporção de sementes capazes de produzir plântulas normais sob condições favoráveis de temperatura, luz, umidade, aeração e substrato (BEWLEY e BLACK, 1994).

As análises de germinação podem ser realizadas com ou sem alternância de temperatura. Em condições naturais, as espécies florestais germinam com alternância, sendo que durante o dia as temperaturas são mais altas que as noturnas (MEDEIROS, 2001).

Para Copeland e McDonald (1995), a necessidade de alternância de temperatura pode estar associada à dormência das sementes florestais, embora a alternância também seja favorável para sementes sem dormência.

As condições favoráveis de germinação variam para cada espécie, e estão relacionadas às características do ambiente de origem (FERREIRA et al., 2007). Assim, é preciso determinar experimentalmente quais as condições ideais para que a eficiência máxima seja atingida.

No caso da espécie *S. macranthera*, a maioria dos estudos estão focados em determinar a melhor metodologia para a quebra de dormência, visando maiores porcentagens de germinação. Porém, além da quebra de dormência, ainda é preciso verificar experimentalmente a temperatura

de germinação recomendada para esta espécie, assim como o efeito da alternância de temperatura na germinação.

Santarém e Aquila (1995) testaram a germinação da *S. macranthera* a 10, 20 e 30 °C e o melhor resultado foi a 20 °C, na qual as sementes tiveram germinação inicial após 3 dias de plantio contra 7 dias a 10 °C. A 30 °C, o poder germinativo diminuiu apesar de o início da germinação também ocorrer em 3 dias. A contagem final realizada pelos autores foi após 17 dias de semeadura e, em relação à fotoblasticidade, concluíram que as sementes desta espécie são indiferentes. Cassaro-Silva (2001) estudou o efeito da temperatura na germinação das sementes de fedegoso. Este autor concluiu que as sementes germinaram numa faixa de temperatura entre 9 e 39 °C, porém, a maior porcentagem de germinação foi obtida a 21 °C.

Como complemento aos testes de germinação, os testes de vigor analisam o poder germinativo das sementes quando expostas a situações ambientais adversas. Em outras palavras, os testes de vigor determinam o potencial para emergência e desenvolvimento de plântulas normais sob as diversidades das condições ambientais.

Dentre os testes utilizados para análise de vigor, o teste de envelhecimento acelerado é um dos mais populares e também é conhecido como envelhecimento precoce, envelhecimento rápido ou envelhecimento artificial (VIEIRA e CARVALHO, 1994).

No teste de envelhecimento acelerado as sementes são expostas a uma situação de estresse por um período de tempo pré-determinado e, para simular o estresse, são utilizados ambientes com umidade relativa próxima a 100 % acompanhada de temperaturas que podem variar entre 40 e 45 °C (POPINIGIS, 1985). Passado o período do envelhecimento, as sementes são analisadas pelo teste de germinação. As sementes que apresentarem maiores porcentagens de vigor após o envelhecimento acelerado, são consideradas mais vigorosas, porém, devido à situação de estresse, a maioria apresenta redução de viabilidade.

Não há estudos sobre a influência do envelhecimento acelerado nas sementes dormentes de fedegoso, porém, algumas pesquisas com sementes dormentes de outras espécies mostraram que este teste foi eficaz na redução da dormência. Cavalcante Filho (2006), trabalhando com sementes dormentes de *Brachiaria brizantha* (Hochst. ex A. Rich.) Stapf, obteve que o período de 72 horas foi eficiente para a liberação da dormência nas análises de envelhecimento acelerado. Em relação à temperatura utilizada no envelhecimento, valores ao redor de 43 °C tiveram influência positiva na liberação de dormência em sementes de gramíneas forrageiras como *B.*

*brizantha* (MONTÓRIO et al., 1997; LAGO & MARTINS, 1998; VIEIRA et al., 1998), *B. decumbens* (USBERTI, 1990) e *Panicum maximum* (USBERTI, 1982).

Outro método utilizado para determinar a viabilidade de sementes, particularmente, daquelas que apresentam dormência, é o teste de tetrazólio. Este teste pode ser utilizado em amostras ou individualmente e também, é utilizado para determinar a viabilidade de sementes que passaram por tratamentos pré-germinativos, danos por secagem, por insetos e por umidade bem como, para detectar danos mecânicos de colheita e/ou beneficiamento (BRASIL, 2009).

O teste de tetrazólio é um teste bioquímico em que as sementes são embebidas em uma solução de 2, 3, 5 trifênil cloreto ou brometo de tetrazólio usado como indicador de células vivas. As células vivas em contato com o tetrazólio adquirem um aspecto avermelhado e, portanto, é possível distinguir o tecido vivo do tecido morto, pois este último não colore (BRASIL, 2009).

Considerando os tratamentos de quebra de dormência, as condições ideais de germinação e também do teste de envelhecimento acelerado, verifica-se a necessidade de se desenvolver metodologias que sejam adequadas às sementes da espécie de *S. macranthera*, pois estas informações são fundamentais para obtenção de bons resultados de germinação, assim como para a preservação da viabilidade dessas sementes quando armazenadas por longos períodos.

### **3.1.3. Armazenamento de sementes**

O armazenamento adequado permite manter a qualidade inicial das sementes que é essencial para a conservação dos recursos genéticos das espécies naturais, mas a preservação da viabilidade depende do conhecimento do comportamento das sementes em relação às condições de armazenamento a que são submetidas (CHAVES, 2001).

Para Desai et al. (1997), uma das principais causas da perda do poder germinativo durante o armazenamento é o alto grau de umidade das sementes, pois causa aumento da taxa respiratória e da ação dos microorganismos. Valores acima de 20 % de umidade aumentam a taxa respiratória das sementes e podem promover o aquecimento da massa a uma temperatura letal (HARRINGTON, 1972).

De acordo com Hong e Ellis (1996) sementes de espécies de zonas tropicais e temperadas seguem três padrões quanto ao comportamento fisiológico durante o armazenamento: ortodoxo, intermediário e recalcitrante.

As ortodoxas toleram dessecação e baixas temperaturas, podem ser conservadas a longo prazo com baixo grau de umidade e em temperatura subzero em banco de germoplasma (CHAVES, 2001). De acordo com Villiers (1978) o teor de água pode ser próximo a 5 %. Sementes ortodoxas podem ser armazenadas pela técnica da criopreservação. Esta técnica consiste em submeter as sementes, com teor de água reduzido, à temperaturas de -80 a -196°C em nitrogênio líquido (FAO, 1993).

As sementes recalcitrantes são sensíveis à desidratação e não sobrevivem ao dessecação. Devem ser armazenadas com teor de água relativamente alto para manter o poder germinativo e vigor. A viabilidade dessas sementes é muito curta, sendo capazes de sobreviver somente em condições especiais de armazenamento (PINTO et al., 2004). Para o mesmo autor, sementes ortodoxas são relativamente pequenas, com taxa metabólica e respiração baixas, enquanto que as recalcitrantes são frequentemente grandes, com taxa metabólica e respiração altas.

Sementes que não possuem comportamento de ortodoxa e nem recalcitrante, são classificadas como intermediárias. Essas sementes sofrem danos quando o grau de umidade atinge valores próximos a 10 % e injúrias quando a temperatura de armazenamento é muito baixa (FRANCISCO, 2006). Sementes desta categoria só podem ser conservadas durante prazos médios (ELLIS et al., 1990; 1991).

De modo geral, as sementes ortodoxas toleram teor de umidade entre 2 e 5 % e temperaturas de -20 °C; as intermediárias sofrem danos com a secagem a graus de umidade entre 10 a 12 %; por último, as recalcitrantes (comuns entre as espécies florestais da região tropical) que não toleram teor de umidade menores que 12 % e nem armazenamento a baixas temperaturas (ROBERTS, 1973; ELLIS et al., 1990; HONG et al., 1996; SACANDÉ et al., 2004).

As sementes de fedegoso ainda não foram classificadas segundo os comportamentos fisiológicos citados, mas, Ferreira et al. (2004) analisando o vigor e a viabilidade de sementes de *Senna multijuga* (Rich.) Irwin et Barn. e de *Senna macranthera* (Collad.) Irwin et Barn. observaram que estas espécies apresentaram comportamento semelhante às espécies ortodoxas, pois mesmo com baixo teor de água, tais espécies permaneceram viáveis após cinco meses de armazenamento.

### 3.2. Leito de jorro

O leito de jorro é um sistema de contato entre partículas sólidas e fluido. O leito convencional é um recipiente de formato tubular, cuja base é cônica e com um orifício localizado centralmente para a injeção do fluido. A quantidade de partículas colocadas no sistema depende de suas características como densidade, diâmetro, massa, porosidade e dimensões longitudinais e axiais, assim como da altura do leito e geometria do recipiente (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

Vazões suficientemente altas na entrada do fluido promovem a movimentação das partículas que são lançadas para cima formando uma fonte acima do leito de partículas e em seguida, essas partículas caem em direção à periferia do leito, na região anular, localizada entre a parede da coluna e o canal central (jorro). Essas partículas que caem da fonte são levadas para baixo até encontrar novamente com o fluxo de ar para serem jorradas novamente (FIGURA 3.2). O leito de jorro é um sistema hidrodinâmico único com movimentação contínua e cíclica; é um fenômeno que ocorre para uma determinada faixa de velocidade do gás (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

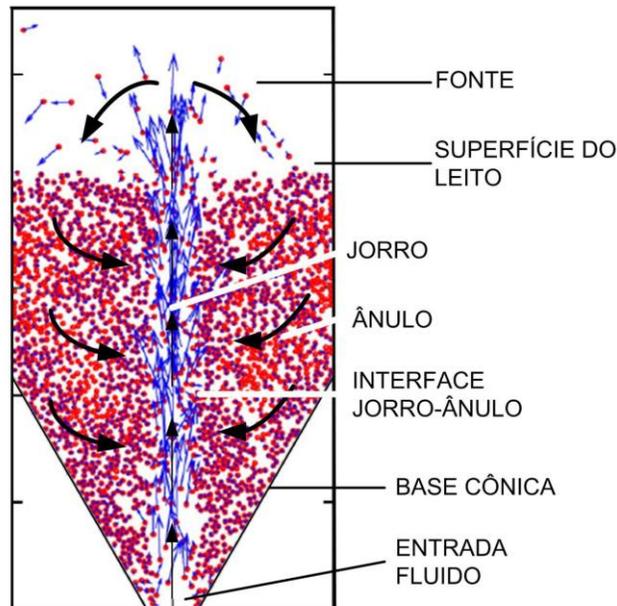


Figura 3. 2: Movimentação das partículas sólidas em leito de jorro.

Adaptado de Takeuchi et al. (2008) e de Mathur e Epstein (1974).

Na Figura 3.3 são observadas as transições dos regimes para o sistema de leito de jorro de acordo com o aumento do escoamento de gás.

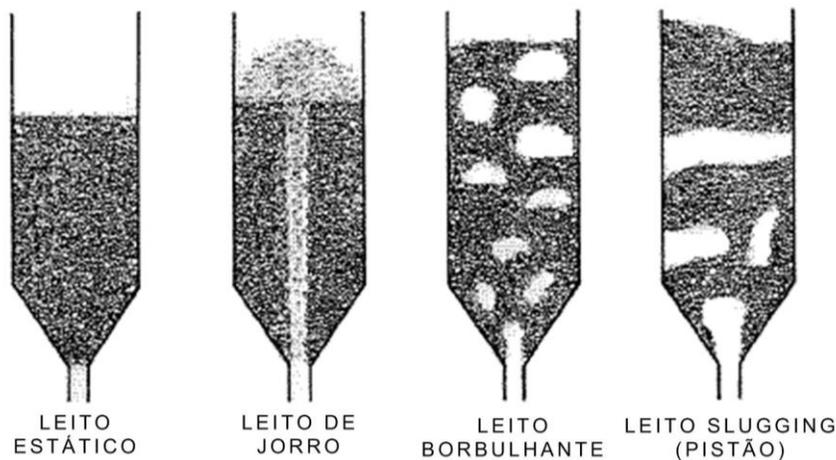


Figura 3. 3: Transição de fases em um sistema de leito de jorro.

Adaptado de Mathur e Epstein (1974).

Para o leito estático, tem-se um baixo fluxo de fluido que passa através do leito contendo as partículas e, portanto, ocorre apenas a percolação do fluido pelos espaços vazios do leito sem que ocorra a movimentação das partículas. Com o crescente aumento do fluxo até uma determinada vazão, o fluido atravessa centralmente o leito carregando consigo as partículas localizadas no canal central e ao atingir o topo do leito, as partículas são lançadas num movimento semelhante ao de uma fonte retornando em seguida para a região anular. Tal movimentação caracteriza o leito de jorro (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

A fase borbulhante é descrita pela desuniformidade na mistura de partículas; é um regime de baixa eficiência no qual surgem regiões de agregados sólidos, devido à formação de bolhas que aparecem com a instabilidade na movimentação dos sólidos. Para vazões de fluido maiores do que o regime borbulhante surge a transição para a fase de *slugging*. Assim como a fase borbulhante, o *slugging* é caracterizado por um regime desuniforme de baixa eficiência de contato. Aparecem duas fases separadas, fluido e sólido, o movimento dentro do recipiente se assemelha a de um pistão que empurra as partículas para cima e em certos momentos, o fluido pode preencher toda a seção do leito (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

O comportamento de transição de um leito fixo para um leito de jorro, também pode ser observado pelas de curvas típicas de queda de pressão em função da velocidade do fluido (FIGURA 3.4).

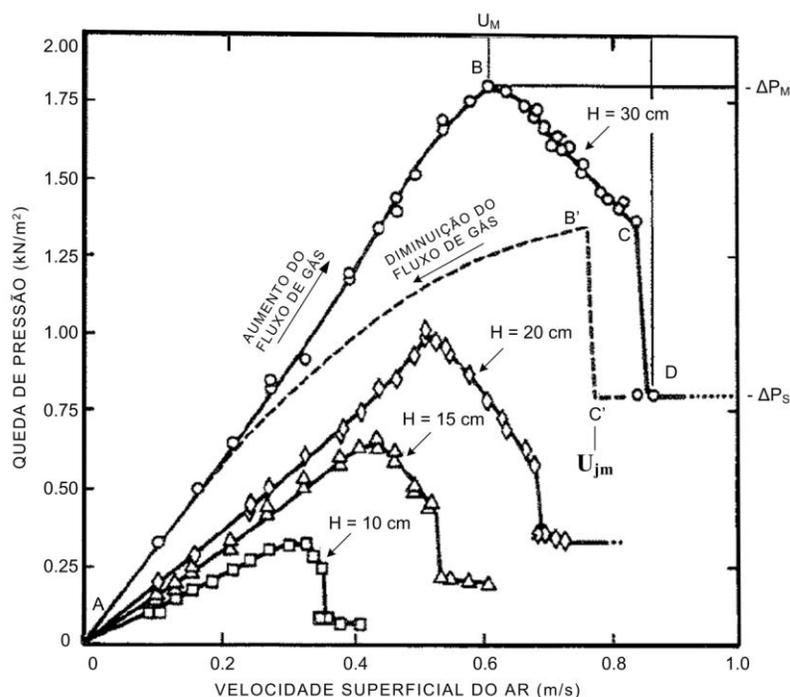


Figura 3. 4: Curvas típicas da queda de pressão pela velocidade do gás.  
 Grãos de trigo:  $d_p = 3.6$  mm;  $D_c = 15.2$  cm;  $D_i = 1.27$  cm;  $\alpha = 60^\circ$

Adaptado de Mathur e Epstein (1974).

A seqüência do processo para o aumento do fluxo de gás está representada pelos pontos A, B, C e D enquanto que o processo de volta, chamado de colapso do leito de jorro, está ilustrado pelos pontos D, C', B' e A, quando há decréscimo de velocidade do gás (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

O trajeto AB ocorre com baixa vazão com o gás passando entre as partículas, mas sem movimentá-las, referenciando o leito fixo. A queda de pressão aumenta proporcionalmente com a vazão do gás. No ponto B, a queda de pressão no leito é máxima,  $\Delta P_m$ , e a velocidade superficial correspondente é denominada  $U_{super}$ . Este ponto é atingido quando a velocidade do gás aumenta o suficiente para conseguir impulsionar as partículas que estão próximas à entrada do fluido. Estas partículas são comprimidas contra o material que está mais acima formando um arco compacto e com grande resistência ao escoamento de gás conforme o aumento da queda de pressão. Aumentando-se mais a vazão, a cavidade na entrada do leito prolonga-se formando um jorro interno e o arco de sólidos compactados eleva-se até atingir a queda de pressão máxima ( $\Delta P_m$ ). Para velocidades de escoamento acima do ponto B, ocorre um aumento na altura do jorro interno e uma diminuição da queda de pressão representada pela linha BC (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

Ao redor do ponto C ocorre expansão do leito devido ao movimento dos sólidos deslocados pela cavidade central. Nesta expansão, há uma alternância no movimento do jorro interno, que é expandido e contraído. Além do ponto C, o jorro interno na superfície do leito é rompido e há redução na queda de pressão até o ponto D, chamado de jorro incipiente ou jorro mínimo. Neste ponto inicia-se o movimento do leito e é possível observar o jorro estável. Aumentos na velocidade do fluido a partir do ponto D provocam passagem adicional de gás pela região do jorro e há uma elevação na altura da fonte, mas sem nenhum efeito significativo para a queda de pressão total, que permanece constante ( $\Delta P_s$ ) (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

A mínima condição de jorro é representada pelo ponto C'. Diminuindo-se vagarosamente a vazão do gás e mantendo o leito em condições de jorro, tem-se a velocidade de mínimo jorro ( $U_{jm}$ ). Se em C' ocorrer uma pequena redução na velocidade do gás, ocorre o colapso do jorro e conseqüentemente a queda de pressão aumenta rapidamente atingindo o ponto B'. A diminuição gradual no escoamento do gás promove redução de queda de pressão, tal efeito é observado na trajetória B'A (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

### 3.2.1. Queda de pressão máxima

Associada à entrada de fluxo de fluido em alta velocidade, o ponto de máxima queda de pressão no leito de jorro ( $\Delta P_m$ ) tem semelhança com a queda de pressão máxima em um sistema de fluidização em leito fluidizado cônico ou cônico cilindro (LEVA et al., 1951).

O ponto de máximo obtido na curva da queda de pressão está relacionado à energia necessária para que a vazão de escoamento de gás consiga romper a estrutura sólida formada pelas partículas contidas no leito, formando assim, o jorro interno na parte inferior do leito (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

O desenvolvimento do jorro interno até o ponto de jorro completo, não depende apenas da velocidade ou vazão do gás, mas também, de algumas condições críticas como tamanho de partículas, diâmetro da entrada do fluido e altura do leito, entre outras (ALMEIDA, 2002).

A determinação da  $\Delta P_m$  pode ser feita experimentalmente pelas medidas de vazão versus queda de pressão no leito ou através de equações empíricas encontradas na literatura, como por exemplo, a Equação 3.1 de Pallai e Nemeth (1969).

$$\Delta P_m = H_0(\rho_p - \rho_f)(1 - \varepsilon_0)g \quad (3.1)$$

As condições operacionais envolvidas nesta equação estão relacionadas ao diâmetro interno da coluna do leito ( $D_c$ ) que deve estar na faixa de 10 a 30 cm e, a razão entre a altura de leito fixo e o diâmetro da coluna, que deve ser maior que 1, ou seja,  $H_0/D_c > 1$ .

Outra equação empírica para a determinação da  $\Delta P_m$  é a desenvolvida por Yokagawa e Isaka (1971), Equação (3.2).

$$\frac{-\Delta P_m}{(1-\varepsilon_0)(\rho_p - \rho_f)gH_c} = \left(\frac{D_i}{D_c}\right)^{0,14(D_c - D_i)/H_c} \quad (3.2)$$

Para esta equação, os limites operacionais são:  $D_c$  entre 10 a 20 cm;  $d_p$  de 0,92 a 4,95 cm;  $D_i$  variando entre 0,5 a 3,0 cm e  $H_c$  de 20 a 50 cm.

### 3.2.2. Queda de pressão em jorro estável

A queda de pressão em jorro estável ( $\Delta P_s$ ) surge devido à resistência paralela do ânulo, caracterizado por um movimento descendente de partículas em posição contrária ao fluxo de gás e, devido à resistência paralela do próprio jorro, cujo transporte ocorre em fase diluída (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

Considerando um mesmo sólido, a queda de pressão total num jorro estável ( $\Delta P_s$ ), é sempre menor do que a queda de pressão para sistemas de leito fluidizado. Esta queda de pressão total é obtida através da integração do perfil longitudinal do gradiente de pressão para cada altura do leito. O movimento ascendente da entrada do gás na base inclinada do leito apresenta gradiente de pressão vertical partindo de zero e com valor máximo no topo do leito (ALMEIDA, 2002).

Segundo Pallai e Nemeth (1969), a Equação 3.3 pode ser utilizada para determinar o valor teórico de  $\Delta P_s$ , desde que  $D_c$  esteja na faixa entre 15,2 a 61,0 cm de diâmetro.

$$\frac{\Delta P_s}{\Delta P_m} = 0,8 - 0,01 \frac{D_c}{D_i} \quad (3.3)$$

### 3.2.3. Velocidade de mínimo jorro

Esta propriedade está relacionada com as características das partículas e do fluido, e com a geometria do leito. A velocidade de mínimo jorro ( $U_{jm}$ ) é a velocidade necessária para manter as partículas do leito em movimento de jorro. A  $U_{jm}$  aumenta com a profundidade do leito e com o decréscimo do diâmetro da coluna (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

Como a  $U_{jm}$  depende da escala dos parâmetros acima citados (profundidade do leito e diâmetro da coluna), há dificuldades em se desenvolver uma correlação geral para estimar seu valor. Os valores experimentais obtidos para a  $U_{jm}$  são inúmeros, cobrindo ampla variedade de materiais em colunas pequenas e cilíndricas e/ou cônicas (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

O valor teórico da  $U_{jm}$  pode ser estimado através da Equação 3.4, definida por Mathur e Gishler (1974).

$$U_{jm} = \left( \frac{d_p}{D_c} \right) \left( \frac{D_i}{D_c} \right)^{1/3} \left( \frac{2gH_0(\rho_p - \rho_f)}{\rho_f} \right)^{1/2} \quad (3.4)$$

Recomenda-se a utilização desta equação para as seguintes condições operacionais:  $\rho_p$  entre 1050 a 3950 kg/m<sup>3</sup>;  $H_0/D_c$  na faixa de 1,3 a 6,7 e  $D_c/D_i$  entre 3,3 a 24.

Brunello et al. (1974) também desenvolveram uma equação empírica para a determinação da  $U_{jm}$  cujos limites operacionais consideram um  $D_c$  igual a 30,5 cm,  $D_i$  de 5,08 cm, ângulo de base cônica igual a 35 °,  $d_p$  variando entre 3,61 a 6,27 mm,  $\rho_p$  entre 1190 a 1310 kg/m<sup>3</sup> e  $H_c$  na faixa de 50 a 70 cm (Equação 3.5).

$$U_{jm} = 0,0143 d_p^{0,741} H_c^{0,592} \left( \frac{2gH_0(\rho_p - \rho_f)}{\rho_f} \right)^{1/2} \quad (3.5)$$

A Equação 3.6 de Abdelrazek (1974) considera, na determinação de  $U_{jm}$ , um ângulo de base cônica igual a 60 °, esfericidade  $\phi$  igual a 1 (partículas esféricas),  $d_p$  entre 0,5 a 0,8 mm,  $\rho_p$  na faixa de 2460 a 7070 kg/m<sup>3</sup>,  $D_c$  entre 5 a 10 cm,  $D_c/D_i$  igual a 12 e por último  $H_0/D_c$  entre 1 a 3.

$$U_{jm} = \left\{ \frac{1}{1,74} \left\{ \left( \frac{d_p}{D_c} \right) \left( \frac{D_i}{D_c} \right)^{1/3} \left( \frac{2gH_0(\rho_p - \rho_f)}{\rho_f} \right)^{1/2} - 0,25 \right\} \right\} \quad (3.6)$$

Na literatura existem diversas correlações empíricas para a determinação dos valores teóricos de  $\Delta P_m$ ,  $\Delta P_s$  e  $U_{jm}$ . A escolha dessas equações deve se basear nas condições operacionais do equipamento, assim como nas características físicas do material que será processado no leito de jorro.

### 3.2.4. Classificação das partículas

Geldart (1973), baseado na análise do comportamento dos tipos de fluidização obtidos com ar ambiente e pressão atmosférica, classificou as partículas em quatro grupos (FIGURA 3.5):

- Grupo A: partículas muito finas, sensíveis a forças externas; quando fluidizadas por ar em condição ambiente, surge uma região de fluidização não-borbulhante que começa em  $U_{mf}$  (velocidade de mínima fluidização), seguida por fluidização borbulhante conforme aumenta a velocidade do fluido. Exemplo: partículas de FCC (cracking catalítico).
- Grupo B: partículas de tamanho intermediário, para as quais ocorre formação de bolhas à velocidade incipiente de fluidização e apresentam moderada mistura de partículas. Exemplo: areia de construção.
- Grupo C: partículas finas, coesivas e de baixa densidade, difíceis de fluidizar, formando canais preferenciais. Exemplo: pós-químicos, farinhas e amido.
- Grupo D: partículas jorráveis grandes e de alta densidade, que requerem maiores velocidades para fluidizar. Apresentam dificuldade em fluidizar em leitos profundos. Partículas deste grupo são mais indicadas para contato sólido-fluido do tipo jorro. Exemplo: cascalho, grãos de café.

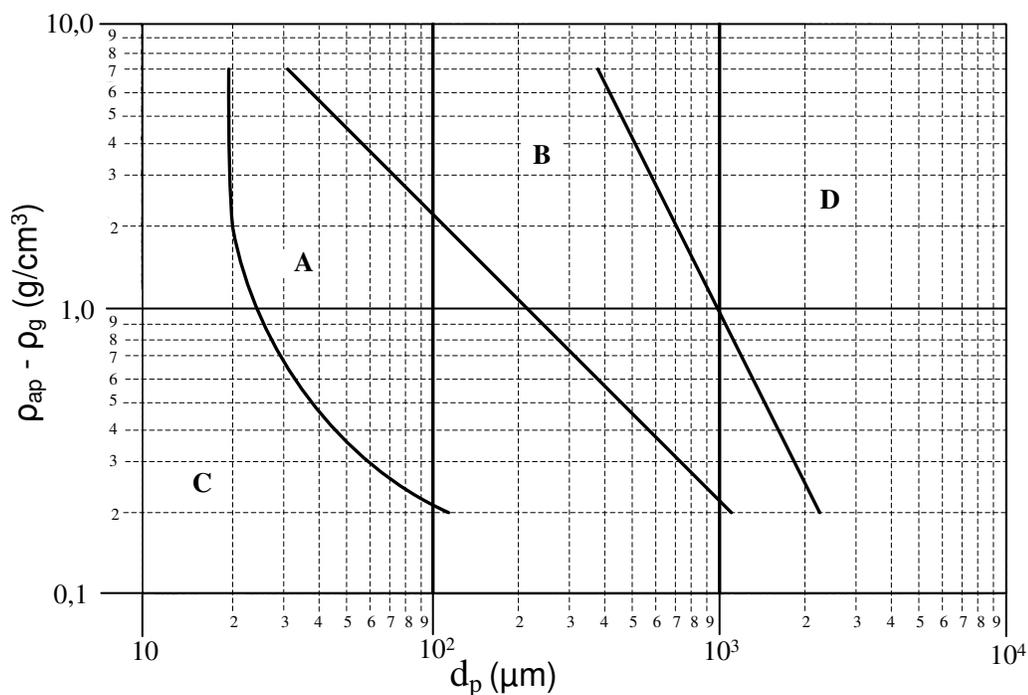


Figura 3. 5: Classificação das partículas segundo Geldart (1973).

Adaptado de Rhodes (1990).

### 3.3. Recobrimento

#### 3.3.1. Recobrimento de sementes

O recobrimento de sementes possui diversas finalidades. Ele agrega valor ao produto final, pois facilita a distribuição e manuseio das sementes principalmente durante a semeadura em campo, que muitas vezes é realizado por meio de máquinas agrícolas de alta precisão.

No caso de sementes pequenas, pilosas, rugosas ou deformadas, o recobrimento possibilita um formato mais arredondado, com maior massa e acabamento liso (SILVA et al., 2002); também possibilita semeadura mais precisa e economia na quantidade de sementes utilizadas no plantio (ROOS e MOORE, 1975).

Outra vantagem é a possibilidade de utilização de nutrientes, fitorreguladores de crescimento, inseticidas, fungicidas, entre outros elementos que são adicionados ao processo de recobrimento, facilitando o desenvolvimento e o estabelecimento das plântulas (FRANZI et al., 2004).

De acordo com Sampaio e Sampaio (1994) esta técnica também soluciona problemas fundamentais, como a proteção das sementes contra ataques de insetos e patógenos, fatores edafoclimáticos adversos e disponibilidade de oxigênio.

Por outro lado, sementes recobertas podem apresentar alguns problemas. O material ao redor das sementes pode afetar seu desempenho durante a germinação. Quando mal formulado, o recobrimento dificulta a germinação em campo provocando desuniformidade no desenvolvimento das plântulas. O motivo do atraso de germinação muitas vezes está relacionado com a permeabilidade da cobertura que pode dificultar trocas gasosas e o contato das sementes com a água quando semeadas em campo (FRANZIN et al., 2004; OLIVEIRA et al., 2003; SILVA e NAKAGAWA, 1998).

Silva et al. (2002) trabalhando com sementes peletizadas de alface, relataram que os materiais utilizados no recobrimento causaram redução na velocidade de germinação das sementes, entretanto, as plântulas das sementes peletizadas apresentaram crescimento normal quando comparadas com a testemunha.

Almeida e Rocha (2008), visando aprimorar a técnica do recobrimento, trabalharam com sementes de brócolos, utilizando o processo fluidodinâmico de leito de jorro. Concluíram que a eficiência do processo foi influenciada positivamente pela menor pressão de atomização e que maiores pressões de atomização provocaram diminuição do poder germinativo das sementes. Estudos com sementes de algodão mostraram que quando submetidas às condições de jorro estável, essas sementes não apresentaram danos fisiológicos (MARTINS et al., 2005).

Pesquisando o armazenamento de sementes de alface recobertas com diferentes componentes, Roos e Moore (1975) relataram uma redução significativa da germinação, mesmo com as sementes armazenadas em condições excelentes (temperatura = 5 °C e umidade relativa = 40 %). Os autores atribuem esses resultados ao alto teor de água presente no material de cobertura.

Para Silva e Nakagawa (1998) a demora na germinação e posterior atraso no desenvolvimento são superados após algum tempo, em que sementes de alface com e sem recobrimento apresentam igual velocidade de crescimento, com formação de mudas uniformes, tanto em condições de laboratório quanto em viveiro de mudas.

A técnica de recobrir sementes foi inicialmente empregada em olerícolas com o intuito de melhorar a forma e facilitar a semeadura das sementes, que são geralmente pequenas e de formato irregular (FUNGUETTO, 2006).

Para espécies florestais, pouco se sabe sobre o comportamento dessas sementes quando recobertas e armazenadas.

### **3.3.2. Tipos de recobrimento e materiais utilizados no processo**

Como mencionado, alguns recobrimentos têm por objetivo proteger as sementes contra patógenos, outros protegem as sementes contra impactos que prejudicam o poder germinativo durante o transporte; há ainda aqueles que protegem as sementes contra o alto grau de umidade do ambiente onde serão armazenadas, e também os que são feitos apenas para facilitar manuseio e semeadura, entre outros. Nota-se que existem diversos objetivos para a realização do recobrimento e é baseado nestes objetivos que se definem os materiais para o recobrimento, assim como a quantidade de cada componente que entrará na composição final. Os materiais utilizados no recobrimento das sementes podem causar efeitos fitotóxicos imediatos na germinação ou reduzir a qualidade fisiológica das sementes durante o armazenamento (PEREIRA et al., 2005).

O recobrimento em filme é constituído por polímeros, plastificantes, materiais inertes e solventes. Os principais polímeros utilizados são os derivados de celulose e os de acrílicos. Em sua maioria, os polímeros são dissolvidos em água ou em solventes de base orgânica e servem para facilitar a deposição dos materiais que formam a película. Para obter uma película satisfatória, é preciso uma boa interação entre o solvente e o polímero durante a secagem do processo (FREIRE e SILVEIRA, 2009). O recobrimento em filme é caracterizado pela utilização de solvente líquido, por pequenas variações de peso, tamanho e formato final, flexibilidade nas formulações e maior resistência da cobertura (MARQUES, 2007).

Os plastificantes como a glicerina, polietileno glicol, ésteres de citrato e ésteres de ftalato têm a finalidade de dar flexibilidade à película final, de forma a suportar esforços mecânicos. Os solventes mais utilizados em recobrimento por película pertencem às classes de alcoóis, cetonas, éteres, hidrocarbonetos clorados ou água (FREIRE e SILVEIRA, 2009). Quando não dissolvidos em água, como exemplo a metil-celulose e alguns acrílicos, eles são aplicados em dispersões aquosas (ALMEIDA, 2002).

Na formulação da suspensão de recobrimento também são utilizados tenso-ativos como o talco e o estearato de magnésio para diminuir a tensão superficial e melhorar o espalhamento da suspensão sobre a partícula e, para uma coloração uniforme, incorpora-se o componente dióxido de titânio para opacificar o recobrimento (FREIRE e SILVEIRA, 2009).

Para comprimidos, é utilizado também o recobrimento com suspensão aquosa à base de açúcar. Neste tipo de solução, aplica-se primeiramente cera sobre o comprimido para o selamento

do mesmo, em seguida ocorre um pré-recobrimento com xarope menos viscoso e por último, um polimento. Como o processo consta de várias etapas, o produto final tem tamanho bastante superior ao inicial, mas protege os comprimidos de forma eficiente contra as condições do meio (MARQUES, 2007).

Outro tipo de recobrimento é pela solidificação de materiais fundidos. O material do recobrimento, no estado fundido, é atomizado sobre as partículas; não se utiliza solventes e o resfriamento do leito solidifica o material de cobertura sobre as partículas. O mecanismo do processo é o mesmo do recobrimento tipo filme exceto a etapa de evaporação do solvente (FREIRE e SILVEIRA, 2009). Para fertilizantes muito solúveis esta técnica é a mais indicada, pois reduz a taxa de liberação de nutrientes (SHIRLEY e MELINE, 1975; WEISS e MEISEN, 1983; AYUB, 2001).

O recobrimento por aglomeração ou granulação corresponde à formação de grânulos através da atomização e posterior secagem de um líquido ligante sobre as partículas ou pó. Durante o processo, as pontes líquidas entre as partículas são formadas pela atomização do líquido ligante como exemplo o açúcar, amido, etc. Essas pontes são secas pelo ar quente resultando nos aglomerados. Partículas aglomeradas têm como característica baixa rigidez e densidade aparente, ampla distribuição de tamanhos de grânulos, estrutura porosa, boa dispersibilidade e excelente solubilidade (FREIRE e SILVEIRA, 2009).

Existem basicamente quatro tipos principais de crescimento de partículas: nucleação, coalescência, crescimento e formação de camadas.

O crescimento por nucleação é mais evidente em partículas de diâmetro até 1 mm. Neste processo, dois ou mais núcleos sólidos se formam e se mantêm unidos através de pontes líquidas em estado pendular. O tamanho das gotas formadas pelo bico aspersor influencia no tamanho do grânulo formado (CAPES, 1980). A representação do processo de nucleação está esquematizada na Figura 3.6.

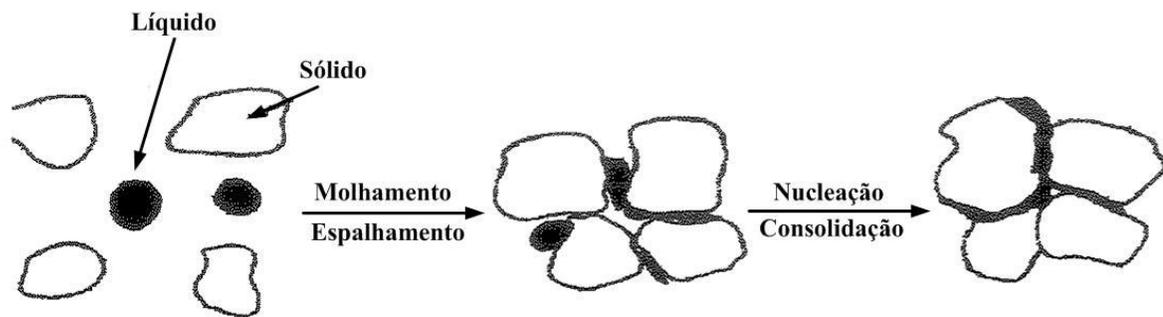


Figura 3. 6: Crescimento de partículas por nucleação.

Adaptado de Kadam (1991).

Na coalescência, Figura 3.7, a adesão se dá quando dois sólidos colidem entre si, ocorrendo aglutinação e ligação dessas partículas. O processo é contínuo e causa o aumento de tamanho até que o processo seja encerrado (CUNHA, 2009).

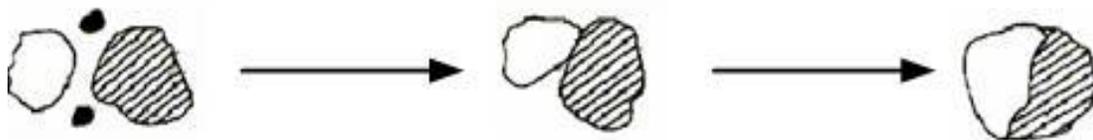


Figura 3. 7: Crescimento de partículas por coalescência.

Adaptado de Kadam (1991).

No processo de crescimento as partículas se aderem formando aglomerados, em seguida, outras partículas vão se juntando ao aglomerado já formado e assim sucessivamente. Neste crescimento é comum ocorrer atrito e/ou abrasão entre as partículas e os aglomerados ou entre os próprios aglomerados, ocasionando a produção de partículas menores (CUNHA, 2009). Na Figura 3.8 está esquematizado o processo de crescimento de aglomerados.

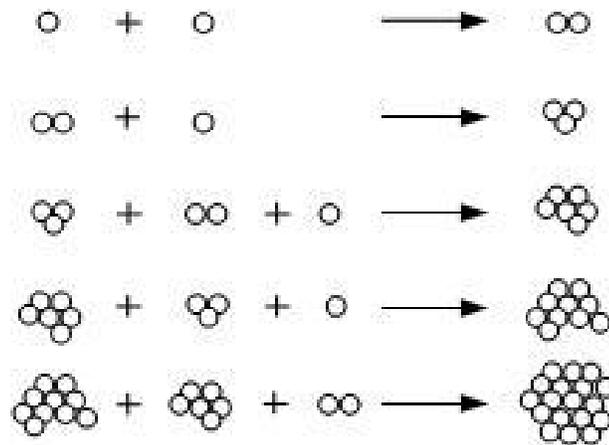


Figura 3. 8: Mecanismo de aglomeração por crescimento.

Adaptado de Kadam (1991).

Na formação de camadas o crescimento ocorre ao redor de um núcleo, ou seja, ao redor do material que se deseja recobrir. As partículas da suspensão de recobrimento colidem e aderem ao núcleo formando camadas concêntricas. Este tipo de crescimento ocorre com a formação de um filme ao redor do núcleo, caracterizando o processo de recobrimento (Figura 3.9).

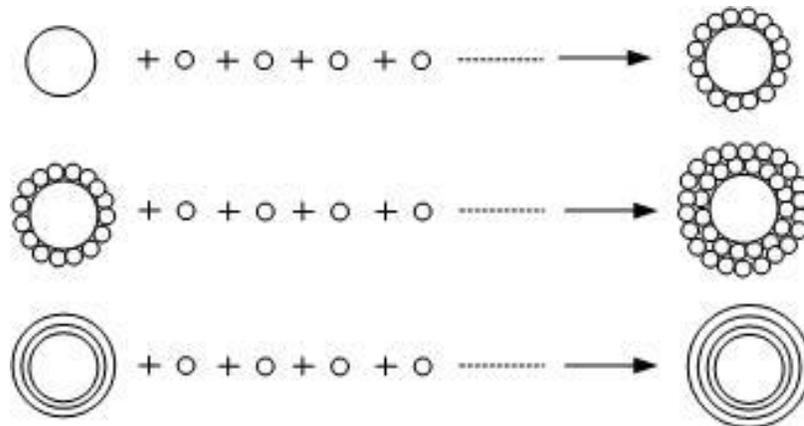


Figura 3. 9: Crescimento por formação de camadas.

Adaptado de Kadam (1991).

No caso de sementes, diversos estudos têm avaliado os efeitos que os materiais de recobrimento provocam. Medeiros et al. (2006) avaliaram a qualidade fisiológica de sementes de cenoura que foram recobertas com fungicida Thiram 600 g mais Carbendazin 200 g, com uma concentração de 0,25 % e aglomerante na proporção 3:1. Os resultados mostraram que esta combinação de materiais não afetou a germinação, pois não ocorreram diferenças significativas entre as sementes com e sem recobrimento.

Para avaliar a influencia de diferentes materiais de recobrimento sobre a qualidade fisiológica, sementes de pimentão foram recobertas com calcário e microcelulose e também areia com microcelulose, utilizando como adesivo cola Cascorex (PVA 20 %). A pesquisa mostrou que as sementes recobertas apresentaram germinação mais lenta do que as não recobertas e que as recobertas com areia e microcelulose apresentaram um melhor desempenho do que aquelas recobertas com calcário e microcelulose (PEREIRA et al., 2005). Comercializada para indústrias farmacêuticas com a função de compressão e agente de compactação, a microcelulose é um pó fino, branco, inodoro e cristalino, obtido por hidrólise ácida parcial, que resulta em depolimerização das cadeias de celulose. São partículas não fibrosas que podem ser comprimidas em tabletes que se ligam em si mesmas e se desintegram rapidamente em água (BLANVER COMPANY, 2008).

Oliveira et al. (2003) trabalhando com sementes de pimentão e com as mesmas composições de recobrimento citadas por Pereira et al. (2005) verificaram redução na velocidade de germinação e que as sementes recobertas deterioraram-se mais rapidamente quando armazenadas em embalagem permeável porém, os materiais deste recobrimento não tiveram influência na qualidade fisiológica das sementes de pimentão quando armazenadas em embalagem impermeável.

Dentro do contexto mundial sobre impacto ambiental, o desenvolvimento de filmes ou coberturas biodegradáveis é uma alternativa frente à degradação lenta de embalagens convencionais. Comparando o desempenho de sementes de brócolos e de salsa recobertas com materiais biodegradáveis, Tanada-Palmu et al. (2005) verificaram que as sementes recobertas apresentaram melhor germinação do que as sementes sem tratamento e que, portanto, o recobrimento de sementes com coberturas biodegradáveis, pode ser promissor frente à utilização de materiais que provocam maior impacto ambiental.

Visando diminuir a adsorção de vapor de água para sementes de brócolos expostas a condições desfavoráveis de umidade durante o armazenamento, Almeida (2002) desenvolveu um recobrimento polimérico em forma de película. Os melhores resultados foram para a seguinte composição (baseado em 100 gramas): hidroxietilcelulose (3,5 g); PEG 6000 (0,75 g); estearato de magnésio (1,0 g); dióxido de titânio (2,25 g); talco (3,5 g) e água (89 g). As sementes recobertas com esta suspensão apresentaram ganho de umidade inferior em relação às sementes

não recobertas, e, além disso, esta suspensão de recobrimento possibilitou um recobrimento uniforme durante a atomização.

Silva e Nakagawa (1998) avaliaram a resistência e o desempenho de sementes de alface peletizadas com areia fina, areia grossa, calcário fino e calcário grosso utilizando como cimentante bentonita diluída em água a 7,5 % ou cola à base de acetato de polivinila PVA (30 % v/v). As análises mostraram que os péletes confeccionados com calcário e cola a base de PVA apresentaram melhor resistência ao esmagamento e que os péletes confeccionados com areia fina ou com a mistura de areia e calcário proporcionaram os melhores resultados de germinação e velocidade de crescimento de plântulas, não diferindo dos resultados obtidos com as sementes sem peletização.

Almeida (2004) pesquisou a peletização de sementes de 12 espécies florestais, dentre elas, o fedegoso. De acordo com o autor, as sementes florestais possuem grande diversidade de tamanho e formato e, portanto, a uniformização dessas características por meio da peletização facilitaria a implementação de florestas através do plantio direto, pois sendo do mesmo tamanho e formato, várias espécies poderiam ser semeadas ao mesmo tempo através da mecanização agrícola ao invés do plantio de mudas. No caso do fedegoso, a peletização foi realizada apenas com areia devido à pouca disponibilidade de sementes. O processo de recobrimento foi desenvolvido em betoneira sendo o adesivo (cola Cascorez Extra, concentração de 20 %) inserido por meio de uma pistola. As sementes de *S. macranthera* peletizadas com areia tiveram redução de aproximadamente 37 % na emergência quando comparadas à testemunha. Em termos de aumento de tamanho, as sementes recobertas apresentaram em suas dimensões, comprimento, largura e espessura, um acréscimo de 27,26 %, 39,51 % e 151,14 %, respectivamente. Para as demais espécies, Almeida (2004), concluiu que a goma arábica não foi um adesivo eficiente na confecção dos péletes, pois os mesmos se desintegravam com muita facilidade e, dentre os materiais de enchimento que foram testados, a areia fina e a mistura composta de areia, microcelulose e explosol (4:2:1 v/v) foram os que apresentaram os melhores resultados.

O explosol (glicolato de amido sódico) é um sal de sódio de amido carboximetil, obtido por eterificação parcial do grupo hidroxil presente na molécula de amido. É um pó branco, insípido e inodoro que absorve água rapidamente resultando em expansão, o que causa a desintegração rápida de tabletes e grânulos (BLANVER COMPANY, 2008).

### 3.3.3. Recobrimento em leito de jorro

O leito de jorro surgiu de uma modificação do leito fluidizado para o tratamento de partículas maiores (1 a 5 mm). Originalmente, o leito de jorro foi desenvolvido para secagem de trigo, mas, verificou-se que esta técnica também era eficiente para outras operações, como o recobrimento de partículas. O leito de jorro se destaca pelas altas taxas de recirculação de sólidos e de transferência de massa e calor, e tem como característica especial a movimentação cíclica das partículas sólidas enquanto que no leito fluidizado, as partículas possuem movimento aleatório. (MATHUR e EPSTEIN, 1974; FREIRE e SILVEIRA, 2009).

Este processo de recobrimento se define pela aplicação de ar aquecido no leito e, após se estabelecer o movimento fluidodinâmico, inicia-se a atomização da suspensão ou solução de recobrimento sobre as partículas. As gotas formadas na atomização entram em contato com a superfície que será recoberta, o solvente do recobrimento é evaporado e o material seco se deposita sobre a partícula. Devido ao movimento fluidodinâmico, as partículas passam sucessivas vezes na zona de *spray* da suspensão e o recobrimento vai se formando (MARQUES, 2007; ALMEIDA, 2002).

A utilização do recobrimento em leito de jorro se justifica, pois apresenta vantagens como a não formação de aglomerados de sementes, cobertura uniforme, mecânica do equipamento simples e sem partes móveis, no qual as sementes são simultaneamente cobertas e secas (LIU e LITSTER, 1991). Para Martins e Oliveira (2003) o leito de jorro é de fácil operação e controle e, portanto, tem se mostrado promissor.

Para Marques (2007), no leito de jorro, a adesão de partículas úmidas é evitada pelo pequeno tempo de contato do material molhado com as paredes do leito, o movimento cíclico garante homogeneidade no sistema e altas taxas de transferência de calor e massa, o processo permite automação e reutilização do equipamento em outras aplicações como secagem, granulação e recobrimento de distintos produtos.

A vazão da solução da atomização durante o recobrimento não pode interferir na estabilidade do sistema e deve ser regulada de modo que a aderência excessiva entre as partículas e as paredes do leito seja evitada (DONIDA, 2000).

O recobrimento em leito de jorro também apresenta algumas desvantagens como possibilidade de elutriação e atrito entre as partículas. A solução para estes problemas é a

utilização de partículas que tenham propriedades químicas e físicas adequadas ao sistema (PAVARINI e COURRY, 1987; OLIVEIRA et al., 1997).

Na área de fármacos, o processo de recobrimento em leito de jorro também pode ser utilizado no recobrimento de cápsulas. Um dos objetivos em recobrir comprimidos é condicionar a velocidade e o local de liberação dos fármacos dentro do organismo (LOPES et al., 2005).

No estudo do recobrimento em leito de jorro de cápsulas gelatinosas, Martins e Oliveira (2003) utilizaram uma suspensão composta por 15 % de Eudragit L30 D55<sup>®</sup>, 3 % de trietil citrato (plastificante), 0,15 % de carboximetilcelulose, 4,85 % de talco farmacêutico e 77 % de água destilada (em peso). O equipamento de leito de jorro utilizado neste processo tinha um diâmetro de coluna de 15 cm, uma base cônica com ângulo incluso de 40 ° e diâmetro do orifício de entrada do gás de 3,3 cm. Para um diâmetro de partículas de 1,04 cm e massa inicial igual a 300 g, os autores obtiveram, durante a análise do processo, valores de vazão do ar de jorro mínimo, queda de pressão máxima no leito e queda de pressão de jorro estável iguais a 0,73 m<sup>3</sup>/min, 525 Pa e 210 Pa, respectivamente. Os altos valores de eficiência de adesão obtidos por Martins e Oliveira (2003) indicaram viabilidade do processo de recobrimento das cápsulas gelatinosas.

Almeida (2002) e Almeida e Rocha (2008) pesquisaram o recobrimento em leito de jorro de sementes de brócolos com diâmetro médio da partícula de 0,16 cm e suspensão de recobrimento composta por 3,5 % de hidroxietilcelulose, 0,75 % de PEG 6000, 1 % de estearato de magnésio, 2,25 % de dióxido de titânio, 3,5 % de talco e 89 % de água (em peso). Durante a análise do processo os autores obtiveram, para uma massa inicial de sementes de 500 g, um valor de queda de pressão máxima de 505,7 Pa, queda de pressão estável de 204 Pa e velocidade de jorro mínimo igual a 1,8 m/s. Com base nos resultados obtidos, Almeida (2002) e Almeida e Rocha (2008) obtiveram eficiência do processo na faixa entre 61,4 e 80,9 % concluindo, portanto, que recobrimento em leito de jorro foi adequado para recobrir as sementes de brócolos.

### **3.4. Isoterma de sorção**

As curvas de isotermas de sorção descrevem a relação de equilíbrio entre a quantidade de água sorvida por um material e a umidade relativa do ambiente (ou pressão de vapor), a uma temperatura constante.

A isoterma de adsorção é obtida quando um material seco é colocado em ambientes com diferentes umidades relativas e o ganho de umidade por parte do material é medido pelo ganho de

peso devido à absorção de água. Na isoterma de dessorção o processo é inverso: o material inicialmente úmido é colocado sob as mesmas condições ambientais da adsorção, mas mede-se a perda de peso do material devido à saída de água (SILVA, 2005).

Por ser um material higroscópico, as sementes podem ceder ou absorver água do ar ambiente que as envolvem. A semente absorve umidade quando sua pressão de vapor é menor do que a pressão de vapor do ar (adsorção), no caso inverso, a semente cede umidade para o ar caracterizando a dessorção (FANTINATTI, 2005). A umidade de equilíbrio ocorre quando a pressão de vapor de água da superfície da semente se iguala à pressão de vapor do ar ambiente (NELLIST e HUGUES, 1973).

A água que um material biológico pode absorver ou ceder para o ambiente é chamada de teor de água livre e pode ser expresso pela atividade de água ( $a_w$ , Equação 3.7) dada pela relação entre a pressão de vapor de água em equilíbrio sobre o material biológico, e a pressão de vapor de água pura, à mesma temperatura (MOHSENIN, 1986).

$$a_w = \frac{P_w}{P_v} = \frac{UR}{100} \quad (3.7)$$

Onde: UR é a umidade relativa (%),  $P_w$  é a pressão parcial da água no produto e  $P_v$  é a pressão de vapor de água na mesma temperatura.

Considerando condições idênticas na determinação das curvas de adsorção e dessorção de um mesmo produto, verifica-se que é comum ocorrer uma diferença no comportamento das curvas (COSTA, 2010). Este fenômeno é conhecido como histerese e pode ser visualizado na Figura 3.10.

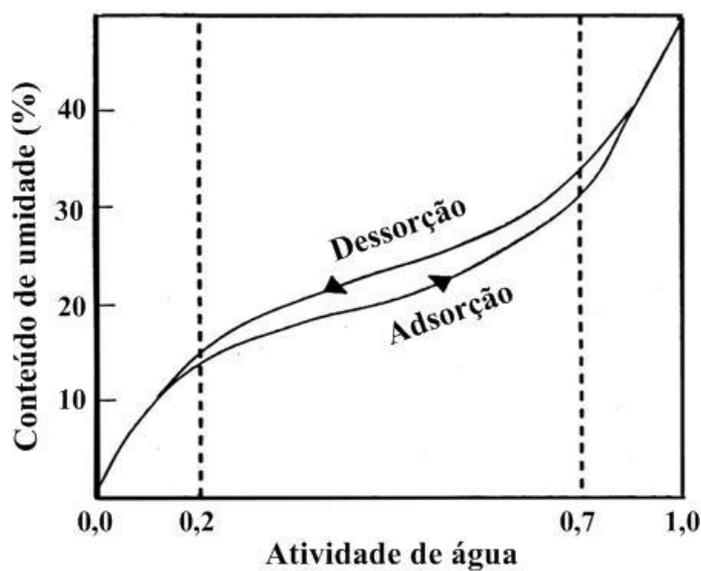


Figura 3. 10: Efeito histerese das isoterms de sorção.

Adaptado de Park e Nogueira (1992).

Para uma mesma condição ambiental, a semente pode apresentar grau de umidade de equilíbrio maior ou menor dependendo do teor de óleo presente em sua estrutura. Sementes ricas em óleos como as sementes de girassol e mamona, apresentam grau de umidade de equilíbrio mais baixo em relação às sementes amiláceas que são sementes ricas em amidos como, por exemplo, os cereais (BROOKER et al., 1992).

O mecanismo de sorção pode ser representado em três regiões distintas. A primeira delas está na região entre 0 a 35 % de atividade de água e representa a adsorção na primeira camada de água ligada à superfície do material biológico, na qual a energia de ligação depende da estrutura física da superfície do material e sua composição. A segunda região localiza-se entre 35 e 60 % de atividade de água, é uma região na qual outras moléculas de água já estão depositadas sobre a primeira camada e, portanto, representa a adsorção nas camadas adicionais. Na terceira região com valores de atividade de água acima de 60 %, ocorre a dissolução de materiais solúveis presentes onde está representada a água condensada nos capilares do material (LOMAURO et al., 1985).

De modo geral, o conhecimento das curvas de sorção é indispensável para a conservação e armazenamento de um material biológico, pois elas fornecem uma estimativa do teor de água final necessário para estabilizar o produto (PARK e NOGUEIRA, 1992; SILVA, 2005).

Nas isotermas a adsorção pode ocorrer entre um sólido e um líquido ou entre um sólido e um gás. O líquido ou o gás que está sendo adsorvido pelo sólido é chamado de adsorbato enquanto que o sólido é conhecido como adsorvente.

Quanto à sua forma, as isotermas podem ser classificadas segundo Brunauer et al. (1940), conforme Figura 3.11.

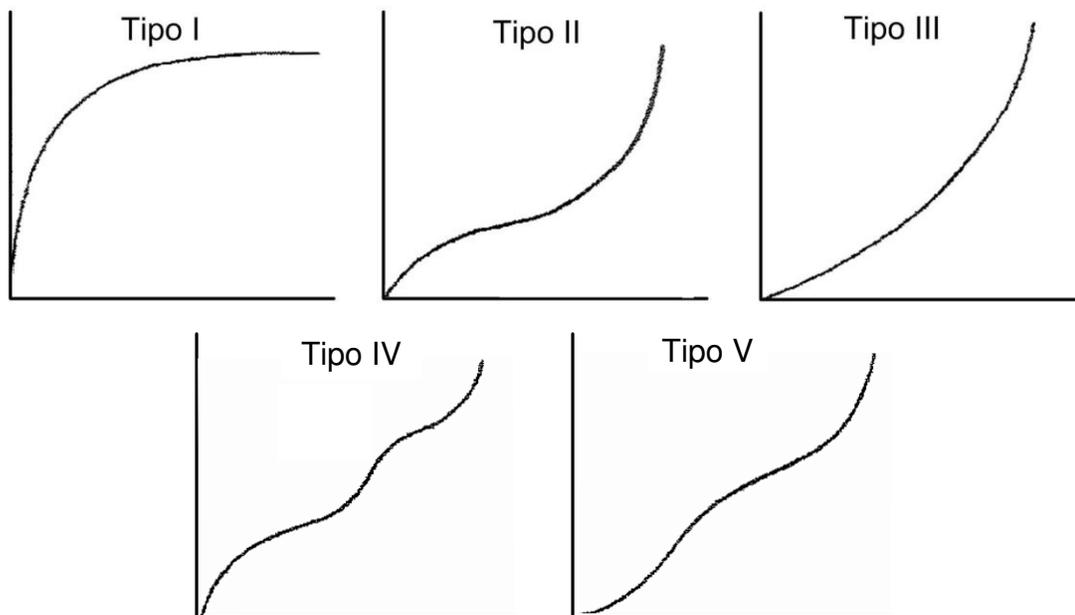


Figura 3. 11: Classificação das curvas de sorção segundo Brunauer et al. (1940).

Segundo Miranda (2002), as isotermas do tipo I caracterizam-se por se limitar à adsorção em monocamada, onde apenas uma camada está ligada à superfície. Quando todos os sítios superficiais estão ocupados, a adsorção é cessada. As isotermas do tipo I indicam que o sólido (ou adsorvente) apresenta microporos que ao estarem saturados por moléculas do adsorbato, não há mais área exposta para adsorção adicional.

As isotermas tipo II ocorrem em materiais não porosos ou em materiais com diâmetros de poros no intervalo de mesoporos ou macroporos (PORPINO, 2009).

Nas isotermas tipo III a adsorção é facilitada pelas interações do adsorbato a partir da segunda camada, pois as interações são maiores com as camadas já adsorvidas do que com a superfície adsorvente. Outra característica das isotermas tipo III é em relação ao calor de adsorção, que é menor do que o calor de liquefação do adsorbato (MIRANDA, 2002).

Similar às isothermas do tipo III, as do tipo V ocorrem para materiais com interação adsorvente-adsorbato fraca. As isothermas do tipo V também podem ser associadas às isothermas do tipo IV, pois possuem poros de mesma extensão: 15 - 1000 Å. (MIRANDA, 2002).

A principal aplicação das equações que modelam as isothermas de sorção está relacionada com a energia de ligação de água que é traduzida em energia de adsorção e na literatura existem diversos modelos de equações que correlacionam os valores experimentais das isothermas de sorção (SILVA, 2005).

Em geral, os modelos de ajustes de isothermas de sorção relacionam a umidade de equilíbrio  $X_{eq}$  ( $\text{kg}_{\text{água}}/\text{kg}_{\text{massa seca}}$ ) com a umidade relativa  $UR$  (em decimal) e com coeficientes que dependem do produto e das condições do ar.

No caso de sementes, diversos modelos de isothermas têm sido utilizados para o ajuste das curvas de sorção, porém, este tipo de produto possui características fisiológicas distintas e, portanto, não há modelos específicos para o ajuste das curvas de sorção de sementes.

O modelo de Caurie, representado pela Equação 3.8, é um modelo que envolve dois coeficientes que dependem do produto e das condições do ar ( $A$  e  $B$ ). Este modelo busca fornecer valores de umidade mais próximos às condições ótimas de estabilidade e também se aplica a produtos ricos em açúcares (SILVA, 1985).

$$X_{eq} = \exp(A + B \cdot UR) \quad (3.8)$$

A Equação 3.9 é um modelo tripamétrico desenvolvido por Guggenheim, Anderson e Bôer (GAB) que permite ajustar os dados de sorção até valores de atividade de água de 0,9 (SILVA et al., 2007).

$$X_{eq} = \frac{XM \cdot C \cdot K \cdot UR}{(1 - K \cdot UR) \cdot (1 - K \cdot UR + C \cdot K \cdot UR)} \quad (3.9)$$

Nesta equação,  $C$  e  $K$  são coeficientes de adsorção relacionados com interações energéticas entre as moléculas da monocamada e as subsequentes,  $XM$  representa o grau de

umidade na monocamada ( $\text{kg.kg}^{-1}$ ), ou seja, é o grau de umidade correspondente à saturação dos sítios primários por uma molécula de água.

Baseado na expansão matemática para curvas de formato sigmoidal, o modelo de Oswin, Equação 3.10, é um modelo empírico de fácil linearização, no qual  $A$  e  $B$  são coeficientes que dependem do produto e das condições do ar (SILVA et al., 2007).

$$X_{eq} = A \cdot \left( \frac{UR}{1-UR} \right)^B \quad (3.10)$$

Segundo Lomauro (1985), o modelo de Oswin se ajusta, em aproximadamente, 57 % das isotermas de alimentos e, de acordo com Bouquet (1978), este modelo é adequado para alimentos com alto teor de amido.

Em 1993 Peleg propôs um modelo de ajuste de isoterma com quatro parâmetros, Equação 3.11, onde  $A$ ,  $B$ ,  $n$  e  $m$  são coeficientes que dependem do produto e das condições do ar (LIMA, 2006; PELEG, 1993).

$$X_{eq} = A \cdot UR^n + B \cdot UR^m \quad (3.11)$$

Segundo Spiess e Wolf (1987) o modelo de Peleg pode ser aplicado para determinar dados de umidade de equilíbrio e atividade de água em sistemas de multicomponentes.

O modelo de Smith (Equação 3.12) é um modelo composto por dois parâmetros que tem se mostrado eficiente no ajuste de curvas de adsorção de alimentos (SMITH, 1947; LIMA, 2006).

$$X_{eq} = A - B \cdot \ln(1-UR) \quad (3.12)$$

Para o ajuste de isotermas de sorção de sementes, o modelo de GAB tem sido bastante utilizado, seguido pelos modelos de Oswin e Peleg, mas de modo geral, o melhor ajuste dependerá das características estruturais e químicas das sementes de cada espécie.

Considerando os modelos mencionados, Picelli et al. (2009) utilizaram os modelos de GAB e Peleg para o ajuste de isotermas de sementes florestais de embaúba; Almeida et al. (2003)

optaram pelos modelos de GAB, Smith e Oswin para ajustar curvas de sorção de sementes de algaroba e, Almeida et al. (1999) testaram os modelos de GAB e Oswin. Os três trabalhos concluíram que o modelo de GAB foi o que melhor se ajustou às curvas obtidas experimentalmente.

Francisco et al. (2007) realizaram o ajuste de isotermas para sementes de feijão e dentre os modelos analisados, os de Oswin e Peleg foram os que melhor se ajustaram às curvas de sorção.

Corrêa et al. (2005) não obtiveram diferença significativa no ajuste de isotermas de espigas de milho para os modelos Oswin, Henderson Modificado, Harkins, Smith, Copace e Halsey modificado.

Fantinatti et al. (2005) trabalharam com seis diferentes modelos de ajuste de isotermas e concluíram que para sementes de pinus taeda, um dos melhores ajustes obtidos foi através do modelo de Peleg.

O modelo de Caurie tem sido utilizado em ajustes de isotermas de quitina e de alimentos com alto teor de água, como o mamão papaia (VEGA-GÁLVEZ et al., 2008; MORAES et al., 2007).

O recobrimento polimérico de sementes é um tratamento pós-colheita que pode alterar as isotermas de sorção, pois os componentes utilizados na formulação da suspensão de recobrimentos podem ou não facilitar a adsorção de umidade do ambiente. Em outras palavras, o modelo adequado ao ajuste de uma isoterma de sementes sem nenhum tratamento, pode não ser o melhor modelo para sementes da mesma espécie que foram tratadas, pois o processo de recobrimento altera a permeabilidade das sementes.

## IV – MATERIAIS E MÉTODOS

Devido à escassez do produto e o fato de a espécie em estudo produzir sementes anualmente, o que poderia dificultar o seguimento do cronograma proposto na pesquisa, optou-se por trabalhar com dois lotes de sementes. O lote correspondente ao ano de 2008 foi utilizado nas análises de caracterização física e no estudo fluidodinâmico das sementes no leito de jorro, enquanto que as sementes do lote de 2009 foram utilizadas nos experimentos de recobrimento e nas análises efetuadas durante o período do armazenamento.

As sementes de 2008 foram adquiridas da empresa Suçuarana Florestal, Estado da Bahia, e da Universidade Federal de Lavras, UFLA, e as sementes do lote de 2009 foram adquiridas apenas da empresa Suçuarana Florestal.

As análises de fluidodinâmica, recobrimento e de caracterização física das sementes foram realizadas na Faculdade de Engenharia Química, enquanto a quebra da dormência e as análises de germinação e de vigor, conduzidas durante o período de armazenamento, foram feitas na Faculdade de Engenharia Agrícola, ambas localizadas na Universidade de Campinas, UNICAMP.

### 4.1. Caracterização física das sementes

Para caracterizar fisicamente as sementes *in natura* e recobertas de fedegoso, as seguintes propriedades físicas foram determinadas: diâmetro médio de Sauter, esfericidade, densidades real, aparente e *bulk*, ângulo de repouso dinâmico, porosidade da partícula e o peso de 1000 sementes.

A análise granulométrica para obtenção do diâmetro médio de Sauter foi realizada com 90 gramas de sementes com período de vibração de 30 minutos. Nesta análise foram utilizadas peneiras padronizadas da série Tyler, colocadas na máquina vibratória Produtest, modelo "T", Brasil. O diâmetro médio foi calculado com a definição de Sauter (EQUAÇÃO 4.1).

$$\overline{d}_p = \sum \frac{1}{\Delta x / D_n} \quad (4.1)$$

Devido ao tamanho das sementes, não foi possível determinar a esfericidade através das imagens obtidas diretamente no microscópio óptico marca Cole Parmer, modelo 49901-30, disponível no laboratório. A solução encontrada foi fotografar cinco amostras de sementes, sendo cada uma composta por cinco partículas selecionadas ao acaso (FIGURA 4.1), e analisar as imagens no *software Sigma Scan Pro 4.0*, versão 4.01.003. Tais imagens foram capturadas pela máquina fotográfica *Olympus Máster, Stylus 710*, versão 1.41 e 7.1 mega pixel. O programa faz o mapeamento da esfericidade, ou fator de forma, traçando linhas ao redor de toda a semente, que vão de uma extremidade a outra, e o valor do fator de forma é dado pelo *software* que utiliza nos cálculos a Equação 4.2.

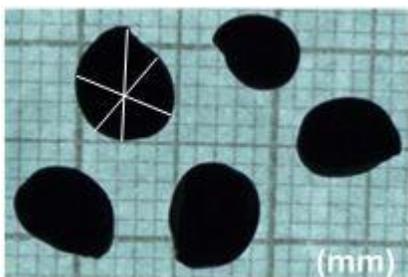


Figura 4. 1: Exemplo da medição da esfericidade em uma subamostra de sementes *in natura*.

$$Fator\ de\ forma = \frac{4\pi \cdot \text{Área}}{(\text{Perímetro})^2} \quad (4.2)$$

De acordo com a Equação 4.2, utilizada no *software Sigma Scan Pro* um círculo perfeito tem fator de forma igual a 1, enquanto uma linha tem fator igual a 0. Como referência, o fator de forma de um triângulo equilátero é cerca de 0,61; para um quadrado o valor é por volta de 0,79; e para um pentágono, cerca de 0,86.

O valor da esfericidade considerado foi a média aritmética de todas as sementes analisadas.

A densidade real, Equação 4.3, definida como a razão entre a massa da partícula e o volume ocupado pela estrutura do sólido, excluindo os poros, foi determinada por picnometria a gás Hélio, utilizando-se o equipamento Accupyc 1330, da marca Micromeritics, USA.

$$\rho_{real} = \frac{m_p}{V_p - V_{poros}} \quad (4.3)$$

A porosimetria de mercúrio realizada no equipamento Autopore II, marca Micromeritics, USA, forneceu a densidade aparente das partículas *in natura*, Equação 4.4, que é definida como a razão da massa de partículas e o volume total da partícula, incluindo o volume que os poros ocupam.

$$\rho_{ap} = \frac{m_p}{V_p} \quad (4.4)$$

Devido à posterior indisponibilidade do equipamento Autopore II, a densidade aparente para as sementes recobertas foi determinada por picnometria líquida utilizando glicerina. O resultado foi calculado como sendo a média entre cinco repetições.

A porosidade da partícula *in natura* foi determinada pela Equação 4.5 utilizando a densidade aparente obtida no porosímetro de mercúrio e a densidade real fornecida pelo picnômetro a gás hélio.

$$\varepsilon = \left( 1 - \frac{\rho_{ap}}{\rho_{real}} \right) \cdot 100 \quad (4.5)$$

Para as sementes recobertas, a mesma equação foi utilizada para determinação da porosidade, mas a densidade aparente utilizada foi a obtida através de um picnômetro de 25 ml preenchido com glicerina.

A densidade volumétrica das sementes, também conhecida como densidade *bulk* (EQUAÇÃO 4.6), é definida pela razão entre a massa de partículas e o volume do recipiente preenchido por essa massa. Sua determinação foi feita pesando-se a massa de partículas necessária para preencher um recipiente com volume de 250 ml. Para a determinação desta propriedade foram realizadas 10 repetições.

$$\rho_{bulk} = \frac{m_p}{V_{recip}} \quad (4.6)$$

A Figura 4.2 representa o método do tambor rotatório para a determinação do ângulo de repouso dinâmico. Esta análise foi realizada utilizando uma massa fixa de sementes necessária para preencher o tambor até a linha de referência indicada na Figura 4.2 (A). O ângulo de inclinação formado ao primeiro deslizamento da camada de partículas é o valor do ângulo de repouso dinâmico. Após cada medida, a massa de sementes era removida e colocada novamente no tambor para a próxima medição. O resultado considerado foi a média entre 10 repetições.

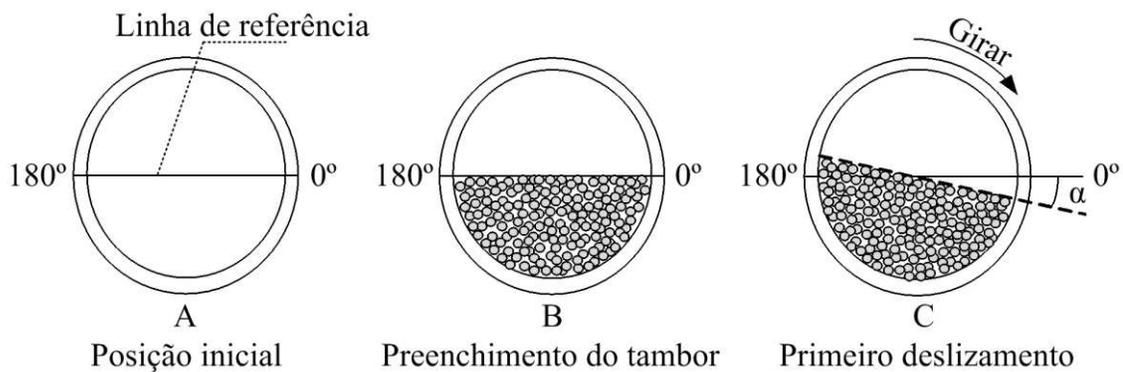


Figura 4. 2: Esquema do tambor rotativo

A medida deste ângulo é referente ao movimento superficial do produto como se estivesse em uma mesa inclinada ou tambor rotativo (JONG et al., 1999; WOUTERS e GELDART, 1996); seu valor é proporcional à esfericidade (MEDEIROS et al., 2001) e sua medida caracteriza a escoabilidade do material que apresenta um sistema de classificação, segundo a faixa de valores do ângulo de repouso com o tipo de escoamento do material (Tabela 4.1).

Tabela 4. 1: Classificação da escoabilidade em relação ao ângulo de repouso.

Escoabilidade	Ângulo de repouso*
Sem fluidez	> 60°
Coesivo	> 60°
Fluidez regular	45 a 60°
Boa fluidez ( <i>free-flowing</i> )	30 a 45°
Excelente fluidez	10 a 30°
Aerado	< 10°

\* baseado no ângulo de repouso estático.

Fonte: JONG et al., 1999.

Baseado nas Regras para Análise de Sementes (BRASIL, 2009), o peso de mil sementes foi obtido com oito subamostras de 100 sementes puras pesadas em balança analítica de precisão 0,0001 grama.

A verificação visual da espessura e homogeneidade do filme obtido no processo de recobrimento, foi realizada através das imagens capturadas pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV), marca *Leo Electron Microscopy*, modelo Leo 440i, Oxford, Inglaterra. A homogeneidade do filme foi visualizada pelas imagens superficiais das sementes recobertas enquanto que para a espessura, as sementes foram cortadas no sentido radial, expondo o perfil das partes internas. O mesmo foi realizado para as sementes *in natura*.

#### 4.2. Isoterma de adsorção

As isotermas de adsorção de vapor para as sementes *in natura* e para as recobertas foram obtidos através do equipamento *Dynamic Vapor Sorption* (DVS). O DVS possui uma balança ultra-sensível com precisão de 0,1 µg e seu sistema é capaz de controlar a umidade relativa do ar e a temperatura ao mesmo tempo (KILPATRICK-LIVERMAN e POLEFKA, 2006). No DVS a isoterma de adsorção é observada pela mudança da massa do material em função do tempo (HUNTER et al., 2010). A variação da massa é acompanhada pela balança de alta precisão, isolada num compartimento dentro do equipamento, onde a temperatura e umidade relativa são mantidas constantes. A massa da amostra é medida para cada estágio de umidade relativa ambiente sempre que a variação for inferior a 5 µg por um período de 10 minutos (TISSERAND, 2009), sendo a amostra então considerada em equilíbrio com o ambiente.

As curvas obtidas experimentalmente foram ajustadas pelos modelos de isotermas de sorção descritos no item 3.4 e os coeficientes das equações foram determinados através da técnica

de regressão não-linear, utilizando-se o aplicativo *Statistica* 8.0 (Tulsa, Oklahoma/Estados Unidos), através do método Quasi-Newton.

Três critérios foram utilizados na determinação dos melhores ajustes: o coeficiente de determinação  $R^2$  entre os valores observados e os preditos pelos modelos, o valor do desvio relativo médio  $E(\%)$ , cuja definição está representada na Equação 4.7 e a análise de resíduos.

$$E(\%) = \frac{100}{N} \sum_{i=1}^N \frac{|V_{pr} - V_{ob}|}{V_{ob}} \quad (4.7)$$

Na Equação 4.7,  $N$  é o número de pontos experimentais,  $V_{pr}$  são os valores preditos e  $V_{ob}$  são os valores observados experimentalmente.

### 4.3. Equipamento

O equipamento utilizado para o recobrimento das sementes está esquematizado na Figura 4.3 e encontra-se disponível no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem da Faculdade de Engenharia Química da UNICAMP.

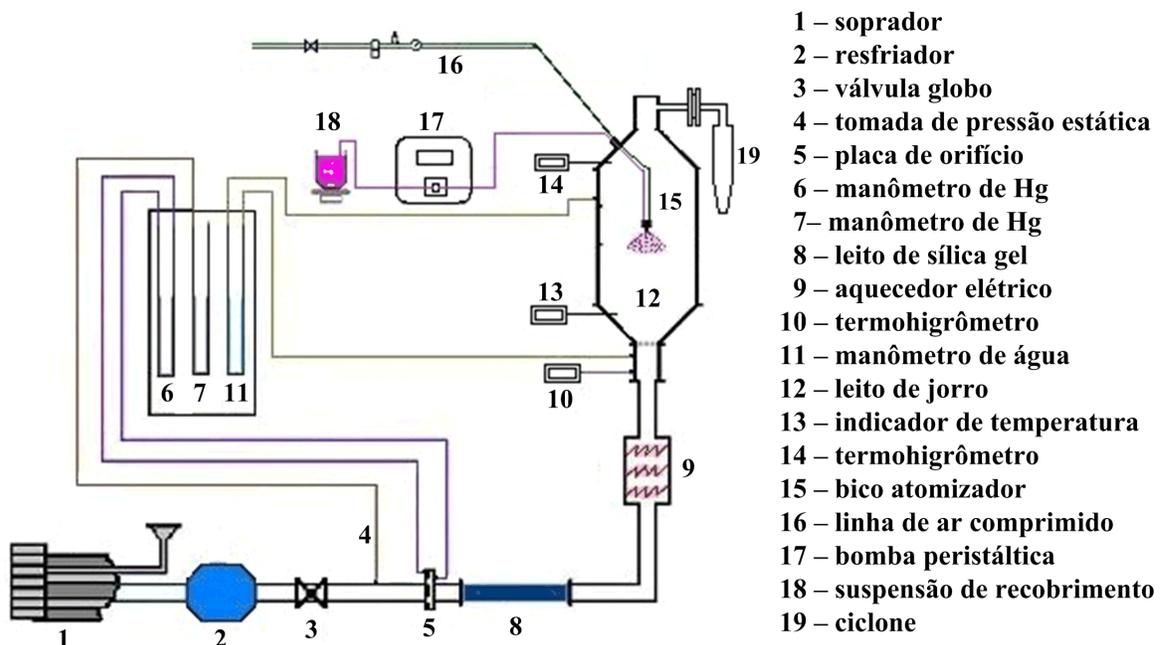


Figura 4. 3: Sistema Experimental para o recobrimento de partículas em leito de jorro.

Nesse sistema é possível ajustar e controlar as variáveis de operação: temperatura do ar de jorro, pressão de ar de atomização e vazão da suspensão de recobrimento. O soprador (1) alimenta o ar de entrada para o jorro. Este ar passa através do resfriador (2) que utiliza água como fluido refrigerante. A vazão de ar é regulada pela válvula globo (3) e sua medida é realizada pelo conjunto da pressão estática (4) e queda de pressão na placa de orifício (5) sendo os valores medidos nos manômetros de mercúrio (6) e (7), respectivamente. A queda de pressão no leito é acompanhada através da leitura do manômetro de água (11). Após a passagem pela placa de orifício, o ar atravessa o leito de sílica gel (8) para remoção de parte de sua umidade e em seguida, ele é aquecido por um conjunto de três resistências elétricas (9). Os termohigrômetros (10) e (14) monitoram a umidade de entrada e saída do ar, respectivamente, enquanto na posição (13) verifica-se a temperatura na região anular. A linha de ar comprimido (16) está conectada ao bico atomizador (15) que trabalha com duplo fluido e, a suspensão de recobrimento (18), é mantida sob constante agitação magnética e é levada até o bico atomizador através da bomba peristáltica (17). Em (19) está representado o ciclone no qual fica retido o material advindo da elutriação.

O leito de jorro é construído em acrílico, de geometria cone-cilíndrica. A base cônica do leito tem ângulo de inclinação da base cônica de  $45^\circ$ , altura interna 7 cm e diâmetro de orifício de entrada de 5 cm. A coluna cilíndrica tem 20 cm de diâmetro e altura de 50 cm.

O equipamento possibilita a utilização da base cônica com inclinação de  $60^\circ$  ou com inclinação de  $45^\circ$ . Ambas foram testadas e constatou-se que a base de  $45^\circ$  permitiu trabalhar com menores quantidades de sementes e obtenção de jorro estável. Devido à dificuldade em obter grande quantidade de sementes desta espécie, pois a produção é anual, optou-se por trabalhar com a base de  $45^\circ$ , visando garantir a massa necessária de sementes para os testes durante o armazenamento.

A carga de sementes utilizada no equipamento para a base cônica com inclinação de  $45^\circ$  foi fixada em 450 gramas, escolhida após os ensaios fluidodinâmicos e considerando a quantidade necessária para realização das análises durante o período de armazenamento; para esta massa a altura do leito fixo,  $H_0$ , foi igual a 4,5 cm (FIGURA 4.4).

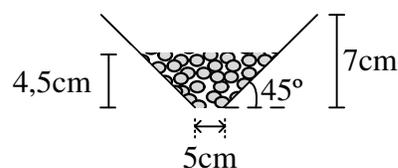


Figura 4. 4: Esquema da base cônica de inclinação 45 °.

#### 4.4. Formulação da suspensão de recobrimento

A formulação do recobrimento foi desenvolvida objetivando proteção à semente de uma rápida adsorção de vapor ambiente sem, entretanto, prejudicar a sua germinação, ou seja, não poderia ser totalmente impermeável à água. Devido aos objetivos deste trabalho serem semelhantes aos de Almeida (2002), testou-se inicialmente, uma formulação utilizada por aquele autor: hidroxietilcelulose – 3,5 g; PEG 6000 – 0,75 g; estearato de magnésio – 1,0 g; dióxido de titânio – 2,25 g; talco – 3,5 g e água – 89 g. Esta suspensão recebeu o nome de suspensão A.

Outra suspensão testada foi a suspensão B, cuja formulação é semelhante à da suspensão A, na qual foi acrescido o componente Tween 80<sup>®</sup>: hidroxietilcelulose – 3,5 g; PEG 6000 – 0,75 g; estearato de magnésio – 1,0 g; dióxido de titânio – 2,25 g; talco – 3,5 g; Tween 80<sup>®</sup> – 1 g e água – 88 g. A adição de Tween 80<sup>®</sup> teve a finalidade de diminuir a tensão superficial da suspensão e melhorar o espalhamento e adesão da gota sobre a partícula.

Em seguida, testou-se uma nova formulação, proposta neste trabalho, suspensão C: Eudragit FS 30D<sup>®</sup> – 30,6 g; talco – 4,6 g; Trietil citrato – 0,45 g; Pigmento rosa – 0,15 g; estearato de magnésio – 2,25 g; dióxido de titânio – 1,35 g e água – 60,60 g.

O componente Eudragit FS 30D<sup>®</sup> é um polímero comercialmente utilizado em recobrimento de comprimidos, formulações de matrizes e diversas formas farmacêuticas. Neste trabalho, optou-se por trabalhar com este componente, pois em pH neutro, pH em que as sementes foram semeadas no laboratório, o Eudragit FS 30D<sup>®</sup> possui boa taxa de dissolução e adsorção de água satisfatória para os objetivos da pesquisa, conforme se verifica nas Figuras 4.5 (A) e (B).

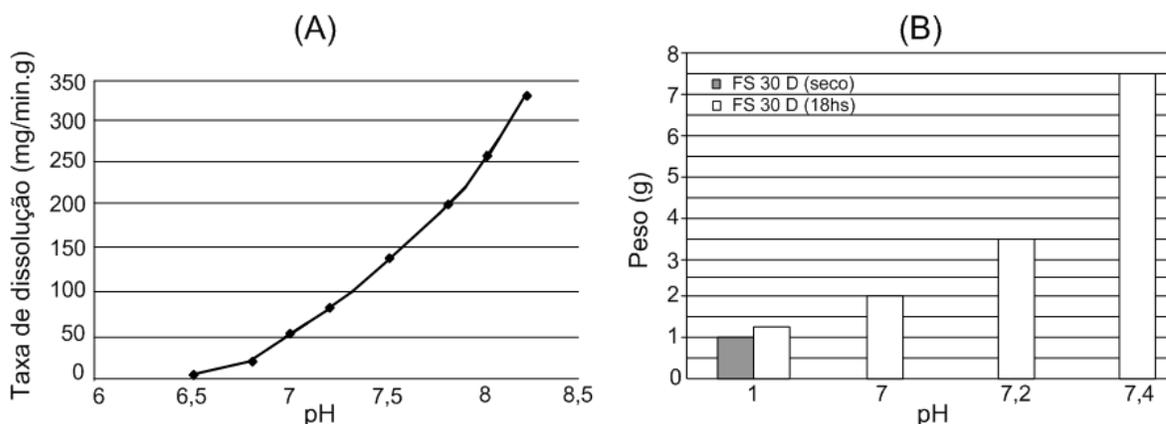


Figura 4. 5: Taxa de dissolução do Eudragit FS 30D<sup>®</sup> (A) e diferenças de valores no peso dos filmes para pH's distintos (B).

Fonte: EVONIK INDUSTRIES (2009).

O trietil citrato atua na suspensão como um plastificante solúvel em água com a finalidade de aumentar a flexibilidade da película do recobrimento, suportando possíveis esforços físicos como as injúrias mecânicas.

O estearato de magnésio e o talco foram inseridos na suspensão como agentes de separação e alisamento, pois reduzem a aglutinação das partículas ao secarem, produzindo uma película com superfície lisa.

Objetivando melhorar a estética do filme de recobrimento e facilitar a análise da superfície da partícula recoberta, foi incluído na formulação um pigmento rosa e dióxido de titânio, um opacificador que possibilita uma coloração uniforme do recobrimento.

#### 4.5. Caracterização da suspensão

Para caracterizar a suspensão de recobrimento, foram determinados: a densidade, a concentração de sólidos e a tensão superficial.

A densidade foi determinada em duplicata através de picnometria líquida em picnômetro de 25 ml, sendo a densidade definida como a razão entre a massa de suspensão necessária para preencher completamente o picnômetro e o volume do picnômetro.

A concentração de sólidos foi obtida, em triplicata, por secagem em estufa a  $105 \pm 3$  °C por período de 24 horas. As amostras foram recolhidas no término do processo de recobrimento.

A tensão superficial, força necessária para romper o filme líquido da suspensão, foi determinada pelo método da placa de Wilhelmy com tensiômetro automático em banho termostático (equipamento *Sigma 701* – marca KSV).

#### **4.6. Estudo da fluidodinâmica do processo**

A análise fluidodinâmica foi efetuada para a carga de sementes de 450 gramas, quantidade necessária para a realização dos testes de armazenamento. Esta carga dentro do leito de jorro indicou uma altura de leito fixo ( $H_0$ ) de 4,5 cm, conforme indicado na Figura 4.4.

Após alimentar os 450 g de sementes no leito de jorro, a coluna cilíndrica do leito era fixada na base cônica e o ciclone colocado na saída da coluna cilíndrica para captura do material advindo da elutrição. As juntas de fixação foram vedadas com fita veda-rosca para impedir a saída do ar de entrada.

Fechado o sistema, o soprador era ligado, em seguida aumentando-se gradativamente a vazão do ar de entrada através da válvula globo. No ponto em que as sementes começaram a elutriar, considerou-se como sendo a vazão máxima do sistema.

Para cada variação da vazão do ar de entrada foram determinados os valores de pressão estática através de um transdutor de pressão absoluta, os valores de queda de pressão na placa de orifício através de um transdutor de pressão diferencial e, a queda de pressão no leito, também determinada por um transdutor de pressão diferencial.

Após atingir o ponto de vazão máxima de entrada do ar, esta foi reduzida gradativamente até o fechamento total da válvula globo.

Durante o processo fluidodinâmico foram anotadas todas as mudanças observadas visualmente no comportamento do leito de jorro formado pelas partículas.

Todas as medidas de pressão estática, queda de pressão na placa de orifício e queda de pressão no leito foram realizadas por um sistema computacional de aquisição de dados. Neste sistema os sinais dos transdutores são enviados a uma placa de aquisição de dados e em seguida, ao computador.

Os transdutores de pressão diferencial trabalham com uma faixa de pressão de 0 a 6221 Pa com sinal de saída entre 4 a 20 mA e o transdutor de pressão absoluta opera na faixa de 0 a 210 Pa e sinal de saída de 1 a 5 V.

O software computacional utilizado foi o LabVIEW<sup>®</sup> 6.1. Estabeleceu-se coletar 8192 pontos, a uma taxa de amostragem de 400 Hz, com tempo de aproximadamente 20 s para obtenção de cada medida (FELIPE, 2004).

Através dos dados coletados foi construída a curva fluidodinâmica de queda de pressão *versus* velocidade de ar e, a partir da análise dessa curva determinou-se a vazão de ar utilizada nos ensaios de recobrimento, sendo que essa vazão de operação foi fixada em 20 % acima da vazão correspondente ao jorro mínimo. Tal acréscimo é necessário para suportar a carga extra que é adicionada ao leito durante o processo de recobrimento.

Os valores experimentais de  $\Delta P_m$ ,  $\Delta P_s$  e  $U_{jm}$  foram comparados com os valores obtidos das equações empíricas (Equações 3.1 e 3.2 para  $\Delta P_m$ ; Equação 3.3 para  $\Delta P_s$  e Equações 3.4, 3.5 e 3.6 para  $U_{jm}$ ). A determinação dos erros relativos foi realizada pela diferença entre o resultado experimental e teórico, dividido pelo experimental.

#### **4.7. Procedimento experimental para o recobrimento**

Inicialmente as sementes foram escarificadas quimicamente em ácido sulfúrico concentrado para a quebra da dormência, ou seja, remoção da camada de cera que impede a adsorção de água das sementes dificultando a germinação. Neste processo as sementes eram imersas em ácido por um período de 20 minutos e depois eram lavadas em água corrente até a eliminação total do ácido (cerca de uma hora). O período de 20 minutos de imersão foi definido através de análises preliminares aos quais as sementes foram imersas em ácido pelos períodos de 10, 20 e 50 minutos seguido do teste germinação. Nesta análise verificou-se que para o período de 20 minutos foi obtida uma maior porcentagem de germinação das sementes (80 %), quando comparado aos tempos de 10 e 50 minutos (10 % e 70 %, respectivamente). Também observou-se que durante o processo de escarificação química, cerca de 10 % da massa total inicial era perdida e, portanto, para o processo de recobrimento, foram escarificadas 500 gramas de sementes, visando atingir a massa de 450 gramas no final do processo (quantidade necessária para a realização das análises durante todo o período de armazenamento).

Diversos testes preliminares foram necessários para o estabelecimento das condições de operação para efetuar o recobrimento. Após esses testes foram estabelecidas as seguintes condições: pressão de atomização de 2 psig (ou 115 kPa), vazão da suspensão de 2 ml/min e

temperatura de entrada do ar de 70 °C. Para essas condições obteve-se um recobrimento uniforme e liso das sementes.

No começo do processo a válvula para entrada do ar era aberta e as resistências para o aquecimento do ar eram ligadas. Depois de estabilizada a temperatura do ar, as sementes escurificadas e lavadas eram inseridas no leito de jorro para realização da secagem.

No início da secagem, não havia movimentação das sementes dentro do leito, devido ao excesso de água na superfície, pois as mesmas estavam molhadas. À medida que a água superficial diminuía devido à evaporação, as sementes começavam a se movimentar. Considerou-se que as sementes estavam sem água de superfície quando se estabeleceu a movimentação cíclica, característica de um leito de jorro com estabilidade da fonte e, só então, iniciou-se a atomização da suspensão sobre as partículas. Para este ponto em que as sementes apresentaram o movimento cíclico e estável, foi determinado um valor de grau de umidade inicial igual a 10 %.

Durante o processo de recobrimento o valor da massa de sementes aumentava como consequência da formação do filme. Desta maneira, durante o processo foi preciso realizar ajustes aumentando a vazão de entrada do ar para manutenção do regime de jorro estável.

Após atingir a velocidade de transporte, não foi mais possível aumentar a vazão de entrada do ar, pois as sementes eram conduzidas para fora do leito de jorro ficando depositadas no ciclone. A partir de então, a fonte de jorro se apresentava diluída, com pouca movimentação, e as partículas se afastavam cada vez mais do bico de atomização. Assim, a suspensão de recobrimento começou a elutriar excessivamente, sendo necessário diminuir a altura do bico atomizador para que a suspensão voltasse a atingir as sementes.

Na Figura 4.6 (A) é mostrado o início do processo de recobrimento na qual se observa a fonte de jorro, a região anular e o bico atomizador com altura superior ao da Figura 4.6 (B). Para esta última, pôde-se notar pouca movimentação das partículas tanto na base cônica quanto no cilindro e a fonte bem diluída, característica de instabilidade do regime fluidodinâmico.

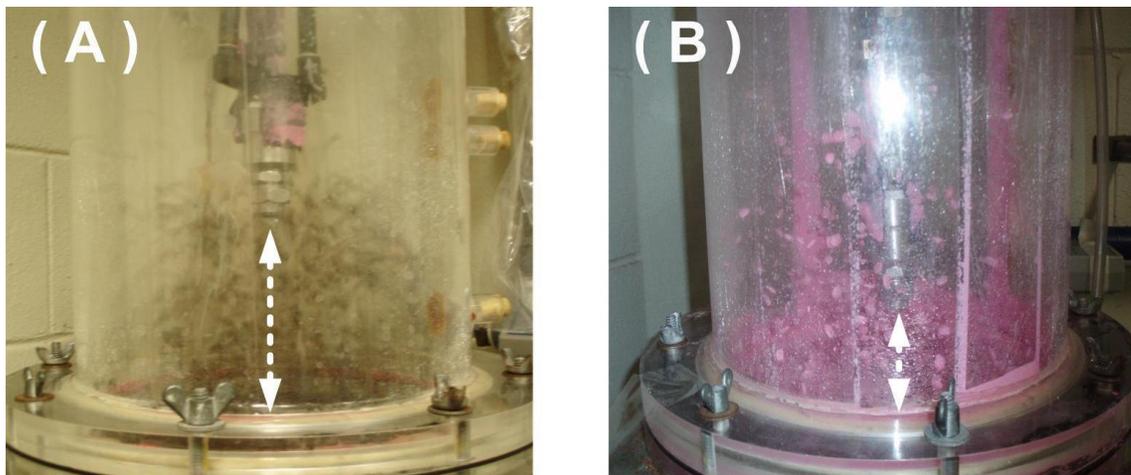


Figura 4. 6: Diferentes alturas do bico atomizador durante o processo de recobrimento.

A diminuição da altura do bico atomizador ocorreu gradualmente conforme a diminuição da fonte de jorro. Inicialmente a altura do bico atomizador era de 20 cm em relação à base cilíndrica (conforme indicado na FIGURA 4.6 (A)) e no final do processo a altura do bico era de 3 cm (FIGURA 4.6 (B)).

O recobrimento das partículas foi concluído após a observação de uma película espessa denotando o completo recobrimento das sementes, o que ocorreu para um tempo total de atomização de 382 minutos medido por um cronômetro digital. Durante este período foram realizadas intermitências na alimentação da suspensão, sempre que necessário, para evitar o colapso do leito. No final do processo de recobrimento foi determinado para as sementes recobertas um grau de umidade de 5,8 %.

#### 4.8. Parâmetros de desempenho

Como parâmetros de desempenho do processo, foram obtidos o crescimento relativo das partículas e a eficiência do recobrimento.

O crescimento experimental das partículas ( $\delta_{\text{exp}}$ ), Equação 4.8, foi determinado pela diferença entre a massa de sementes recobertas ( $m_{\text{rec}}$ ) e a massa inicial de sementes ( $m_{\text{in}}$ ), dividida pela massa inicial (DONIDA, 2004).

$$\delta_{\text{exp}} = \left( \frac{m_{\text{rec}} - m_{\text{in}}}{m_{\text{in}}} \right) \cdot 100\% \quad (4.8)$$

A determinação de  $m_{in}$  foi feita após as sementes serem escarificadas, lavadas e secas. Tal processo foi necessário, pois de acordo com as informações mencionadas anteriormente, durante as etapas de escarificação química e lavagem, perde-se cerca de 10 % da massa inicial de sementes. Assim, após a secagem, as sementes foram retiradas do leito de jorro para obtenção de  $m_{in}$  através da pesagem em balança com precisão de 0,1g para em seguida retornarem ao leito e iniciar o processo de recobrimento.

No crescimento teórico, máximo crescimento que pode ser obtido, considera-se que toda massa de sólidos atomizada fica aderida à partícula sem ocorrer perdas por elutriação e/ou nas paredes do leito, Equação 4.9 (FREIRE e SILVEIRA, 2009; DONIDA, 2004; DONIDA, 2000).

$$\delta_{teórico} = \left( \frac{Q_{susp} \cdot \rho_{susp} \cdot CS \cdot t}{m_{in}} \right) \cdot 100\% \quad (4.9)$$

A eficiência do processo de recobrimento é definida como a razão entre a massa de sólidos aderida às partículas e a massa de sólidos adicionada ao leito (FREIRE e SILVEIRA, 2009; DONIDA, 2004; DONIDA, 2000). A determinação da eficiência foi feita através da relação entre o crescimento experimental e o teórico (EQUAÇÃO 4.10).

$$\eta = \left( \frac{\delta_{exp}}{\delta_{teórico}} \right) \cdot 100\% \quad (4.10)$$

#### 4.9. Análises durante o armazenamento

Definida a formulação da suspensão e as condições de operação do equipamento, o lote de sementes adquiridos no ano de 2009 foi dividido em 3 grupos.

Um grupo passou primeiramente pelo tratamento de quebra de dormência através de imersão em ácido sulfúrico concentrado por 20 minutos (conforme processo descrito no item de 4.6 - Procedimento experimental para o recobrimento) e em seguida, as sementes deste grupo foram recobertas e armazenadas.

O segundo grupo foi armazenado *in natura*, mas, antes da semeadura, as sementes passaram por quebra de dormência conforme procedimento descrito anteriormente.

O último grupo, também foi armazenado *in natura*, porém, as sementes foram semeadas sem que sua dormência fosse quebrada, de modo a verificar a perda natural desta dormência ao longo do período de armazenamento. A representação da divisão do lote de sementes em três grupos pode ser visualizada na Figura 4.7.

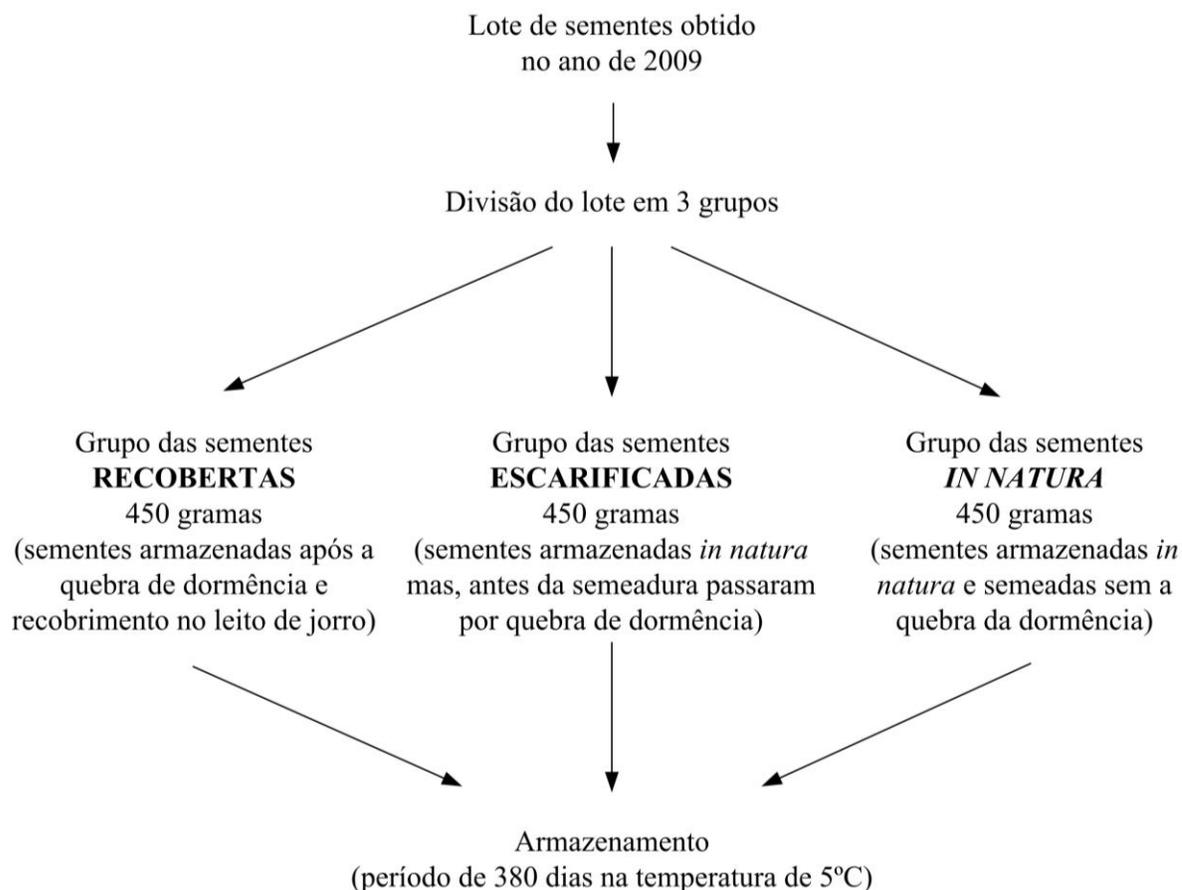


Figura 4. 7: Divisão do lote de sementes para o período de armazenamento.

Os três grupos de sementes foram armazenados na temperatura de 5 °C dentro de sacos plásticos com espessura de 0,006 cm e, periodicamente, foram realizados testes de germinação, vigor e grau de umidade totalizando um período de armazenamento de 380 dias.

O grau de umidade foi determinado com três repetições pelo método da estufa à  $105 \pm 3$  °C durante 24 horas. Devido à escassez do material, cada repetição era composta de apenas três gramas de sementes.

Os testes de germinação foram realizados com 4 subamostras de 50 sementes puras semeadas em rolo de papel umedecidos com 2,5 vezes em peso de quantidade de água destilada e

as contagens foram feitas no 3 °, 9 ° e 18 ° dias após a semeadura na temperatura constante de 20 °C e fotoperíodo de 8 horas. A porcentagem de germinação obtida corresponde ao número de sementes que produziram plântulas normais.

O vigor das sementes foi analisado pelo teste de envelhecimento acelerado por um período de 72 horas, a 43 °C e, aproximadamente, 100 % de umidade relativa. Em seguida, as sementes envelhecidas artificialmente foram submetidas ao teste de germinação (USBERTI, 1982). Para a realização desta análise, as sementes foram distribuídas, em camada única, sobre uma tela plástica posicionada dentro de uma caixa tipo gerbox (11 x 11 cm), que possui apoios nas quatro paredes laterais evitando que a tela fique em contato com o fundo da caixa, onde são colocados 40 ml de água. A caixa era então fechada para manutenção da umidade relativa e inserida em uma câmara a 43 °C (FIGURA 4.8).

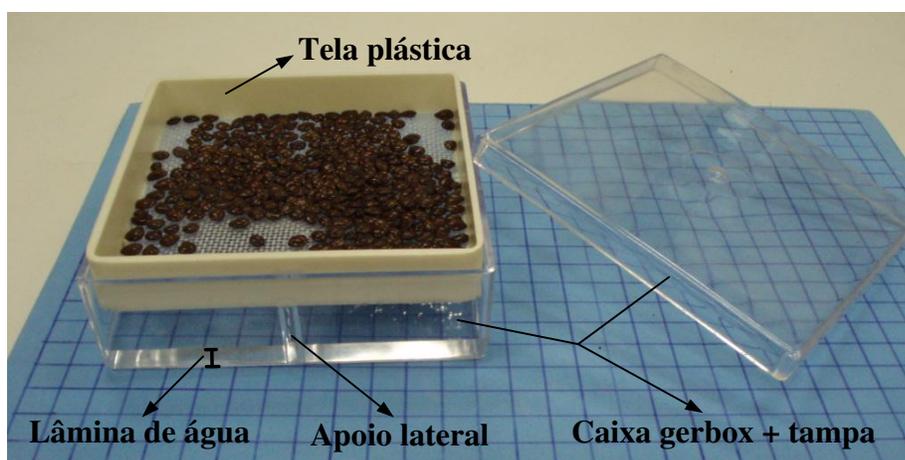


Figura 4. 8: Utilização de caixas gerbox para o teste de envelhecimento acelerado.

Para as sementes que não germinaram durante as análises de germinação e vigor, foi realizado o teste de tetrazólio para verificação da viabilidade das sementes que permaneceram dormentes. Como as sementes possuem tegumento duro e escorregadio, a primeira etapa do teste de tetrazólio foi eliminar com bisturi uma pequena camada do tegumento e colocar as sementes imersas em água, por um período de 12 horas, para absorção de água e intumescimento. O contato das sementes com a água tem a função de amolecer os tecidos para facilitar o corte e ativar o metabolismo das sementes, para que os tecidos vivos, ao entrarem em contato com o tetrazólio, fiquem com um aspecto avermelhado, diferenciando-se dos tecidos mortos que não colorem com a presença do tetrazólio. Assim, após o intumescimento, as sementes foram

cortadas transversalmente de modo a expor o embrião para que este pudesse reagir com o composto químico, adquirindo ou não a coloração avermelhada (FIGURA 4.9).

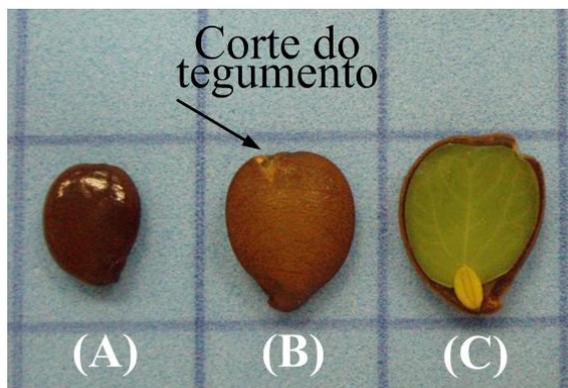


Figura 4. 9: Preparação das sementes para o teste de tetrazólio.  
(A - semente *in natura*; B - sementes intumescidas após o corte do tegumento; C - corte transversal expondo o embrião).

Na análise de sementes os resultados de germinação e vigor podem ser influenciados pelas condições de produção e pelas próprias características de cada espécie, entre outras. Portanto, é esperada certa variação nos dados obtidos mesmo que as análises de um lote tenham sido efetuadas no mesmo laboratório e pelo mesmo analista, porém, existe um limite de variação, ou tolerância, que devem ser respeitados durante a análise dos resultados. Desta maneira, os dados de germinação e vigor foram verificados pela tabela de tolerâncias de acordo com as Regras para Análise de Sementes (ANEXO I, BRASIL, 2009).

Nesta tabela, é possível considerar uma probabilidade de 2,5 ou 1 % mas, a recomendação para o caso de sementes florestais é utilizar a probabilidade de 1 %. Após a correção dos dados de acordo com a tabela de tolerância, foi realizada a análise estatística para verificação das diferenças significativas ocorridas ao longo dos 380 dias de armazenamento. As médias de germinação e vigor foram comparadas pelo teste de Tukey a 5 % de probabilidade e, para tanto, foi utilizado o programa computacional *Statgraphics Plus 4.1*, versão profissional.

## V – RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. Características físicas das sementes

As características físicas das sementes *in natura* e recobertas foram determinadas com o grau de umidade inicial das sementes de 8,7 e 5,8 %, respectivamente. Os valores encontrados estão na Tabela 5.1.

Tabela 5. 1: Características físicas das sementes *in natura* e recobertas.

		<i>In natura</i>	Recobertas	
<b>Diâmetro médio de Sauter</b>	$d_p$	3,4	3,7	(mm)
<b>Esfericidade</b>	$\phi$	0,52 ± 0,1	0,69 ± 0,1	-
<b>Densidade real</b>	$\rho_{real}$	1397,2 ± 0,7	1397,2 ± 0,7	(kg/m <sup>3</sup> )
<b>Densidade aparente</b>	$\rho_{ap}$	1371,9	1337,2 ± 26,3	(kg/m <sup>3</sup> )
<b>Densidade volumétrica</b>	$\rho_{bulk}$	884,4 ± 0,8	795,1 ± 1,0	(kg/m <sup>3</sup> )
<b>Ângulo de repouso dinâmico</b>	$\alpha$	10 ± 0,7	35 ± 0,8	(°)
<b>Porosidade</b>	$\varepsilon$	1,81 ± 0,1	4,30 ± 0,1	(%)
<b>Peso de mil sementes</b>	$P_{1000}$	41,05 ± 0,1	50,52 ± 0,1	(g)
<b>Grau de umidade</b>	-	8,7 ± 0,1	5,8 ± 0,2	(%)

O diâmetro médio de Sauter, obtido através da Equação 4.1, foi de 3,4 mm para as sementes *in natura* e de 3,7 mm para as sementes recobertas. Para o grupo das sementes *in natura* foi observada uma variação de diâmetro entre 2,2 mm e 4,4 mm, enquanto que para as recobertas, foram observados valores de diâmetros entre 2,6 e 4,8 mm (FIGURA 5.1).

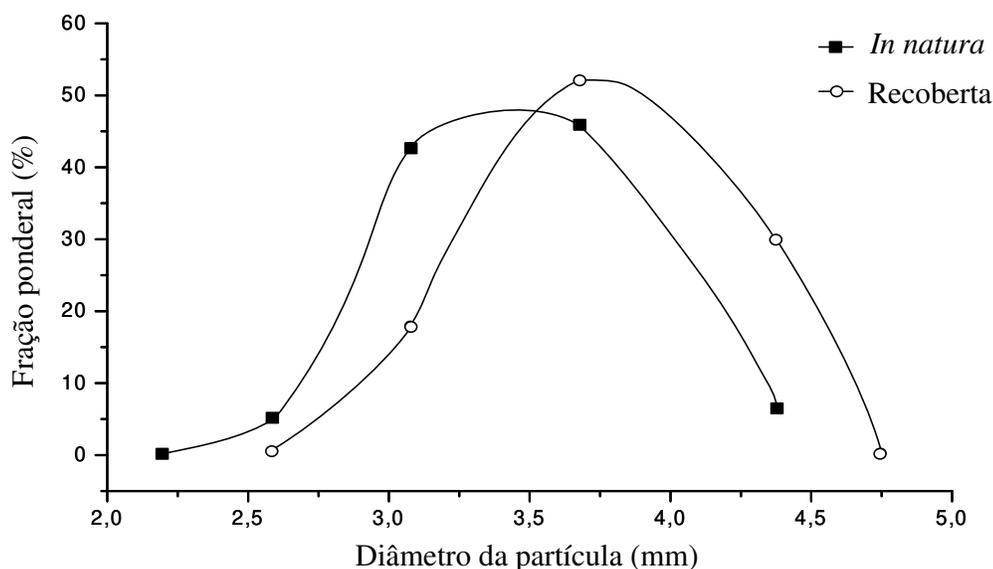


Figura 5. 1: Distribuição do diâmetro das sementes na análise granulométrica.

O fator de forma indicou que após o processo de recobrimento as sementes mostraram uma esfericidade superior em relação às sementes *in natura*, indicando maior circularidade após o processo de recobrimento.

Analisando os valores obtidos para a densidade aparente, verifica-se que para as sementes *in natura* o valor foi superior ao obtido para as sementes recobertas, influenciando o valor da porosidade calculado com a Equação 4.6. A porosidade das sementes *in natura* de 1,81 % indica pouca permeabilidade do tegumento e para as sementes recobertas, foi observado um aumento da porosidade para 4,30 %; ainda assim sendo uma partícula de baixa porosidade.

Quando comparado a outros valores de porosidades de produtos *in natura* obtidos na literatura, o valor de 1,81 % é bastante pequeno. Shafiee et al. (2010) estudando a influência da umidade nas propriedades físicas de sementes de erva doce, encontrou uma porosidade igual a 54 % para o grau de umidade de 7,57 %. Yalçın et al. (2007) determinaram para sementes de ervilha com grau de umidade de 10,06 % uma porosidade de 38,64 %.

Observa-se na Tabela 5.1 um desvio padrão de  $\pm 26,3 \text{ kg/m}^3$  para a densidade aparente das sementes recobertas, que foi determinado por picnometria através da média aritmética entre cinco repetições. Já para as sementes *in natura* a obtenção da densidade aparente foi realizada no equipamento Autopore II, com apenas uma determinação, não sendo, portanto, calculado o desvio padrão dessa medida (ver em Materiais e Métodos, página 21).

Para a densidade volumétrica ou *bulk*, a massa de sementes *in natura* necessária para preencher a proveta de 250 ml foi em média igual a 0,221 kg enquanto que para as sementes recobertas, foram necessários 0,199 kg. Desta maneira, foi utilizada uma maior massa de sementes *in natura* para preencher a proveta e, portanto, de acordo com a Equação 4.5, a densidade *bulk* para as sementes *in natura* foi superior à obtida para as sementes recobertas.

Com base na classificação de partículas segundo Jong et al. (1999) apresentada na Tabela 4.1, as sementes *in natura*, cujo ângulo de repouso dinâmico foi de 10 °, se classificam como um material de excelente fluidez, enquanto que as sementes recobertas foram classificadas como de boa fluidez, devido ao aumento no valor do ângulo de repouso obtido após o processo de recobrimento (35 °).

Foi observado que apesar de a esfericidade ter aumentado para as sementes recobertas, o que sugeriria uma melhor fluidez, as sementes *in natura* com menor esfericidade apresentaram-se com maior fluidez. Isto ocorreu porque a semente *in natura* possui em sua superfície uma camada de cera que a torna lisa e escorregadia e, portanto, favorecendo a fluidez.

O recobrimento das sementes também influenciou o valor obtido para o  $P_{1000}$ . Devido à adição de massa ao redor da superfície das sementes durante o recobrimento, o  $P_{1000}$  obtido para as sementes recobertas foi superior ao obtido para as sementes *in natura*. O  $P_{1000}$  também pode ser fornecido em sementes/g, desta maneira, foram determinados 24,357 sementes *in natura*/g e 19,795 sementes recobertas/g. Ferreira et al. (2004) determinaram o  $P_{1000}$  para sementes de fedegoso *in natura* com grau de umidade de 7,75 % e o resultado obtido foi de 21,595 sementes/g, ou seja, 2,763 sementes/g a menos do que o resultado obtido nesta pesquisa. Esta variação quanto às características físicas das sementes pode ter ocorrido devido ao ambiente em que estas se desenvolveram. A época de maturação, o período de colheita das sementes assim como o clima (temperatura e precipitações) são fatores que influenciam na formação e desenvolvimento das sementes.

Em relação à classificação das partículas de Geldart (1973) as sementes de fedegoso pertencem ao grupo D, partículas jorráveis, indicadas para contato sólido-fluido do tipo jorro. Na Figura 5.2 está representado no eixo x o valor do diâmetro médio de Sauter e no eixo y a diferença entre a densidade aparente da partícula *in natura* e a densidade do gás a 20 °C (0,0012 g/cm<sup>3</sup>).

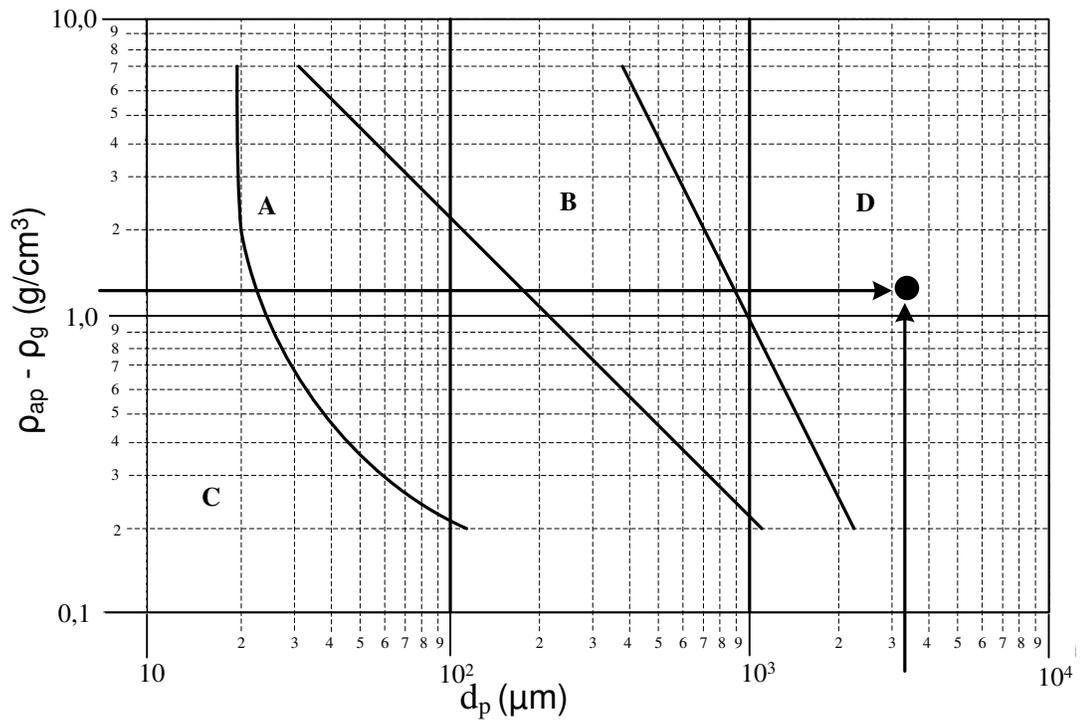


Figura 5. 2: Classificação das sementes *in natura* segundo Geldart (1973).

## 5.2. Estudo fluidodinâmico

A Figura 5.3 representa a curva fluidodinâmica para carga de 450 gramas, a partir da qual se obteve os resultados experimentais de  $\Delta P_m$ ,  $\Delta P_s$  e  $U_{jm}$ .

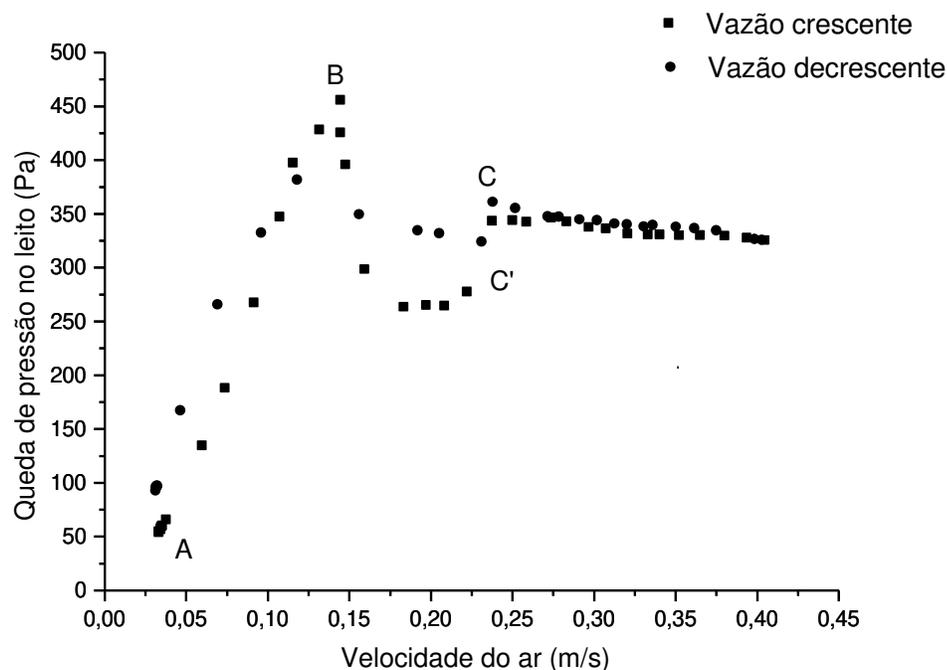


Figura 5. 3: Curva fluidodinâmica para carga de sementes de 450 gramas.

Na Figura 5.3, a partir do ponto C da curva de vazão crescente, foi verificada uma faixa de velocidades possíveis para se trabalhar em regime de jorro estável, demonstrando que a carga de 450 g é adequada para o tratamento das sementes em leito de jorro, sendo então adequada para o recobrimento das sementes.

Para o ponto de queda de pressão máxima experimental indicado pela letra B, localizada no ápice da curva de vazões crescentes ( $\Delta P_{m \text{ exp}} = 454,5 \text{ Pa}$ ), foi encontrado um valor correspondente de velocidade superficial,  $U_{\text{super}}$ , igual a 0,14 m/s. Essa velocidade corresponde ao ponto no qual a velocidade do gás é o suficiente para conseguir impulsionar as partículas que estão próximas à entrada do fluido.

O ponto C', da curva de vazões decrescentes, representa o ponto de jorro mínimo ( $U_{jm} = 0,23 \text{ m/s}$ ) onde ocorre o colapso do jorro. Para vazões menores, o regime não é mais estável e a tendência é que ocorra o colapso do leito de jorro. Desta maneira, o processo de recobrimento das sementes deve ser conduzido a uma velocidade acima da  $U_{jm}$ , garantindo que o regime de jorro permaneça estável.

A reprodutibilidade da curva fluidodinâmica foi verificada experimentalmente, e comparando as repetições (I) e (II), foi possível observar que os pontos A, B, C e C' das curvas

apresentam valores muito próximos. A Figura 5.4 mostra a reprodutibilidade das curvas fluidodinâmicas para as repetições (I) e (II) com vazões crescentes e decrescentes.

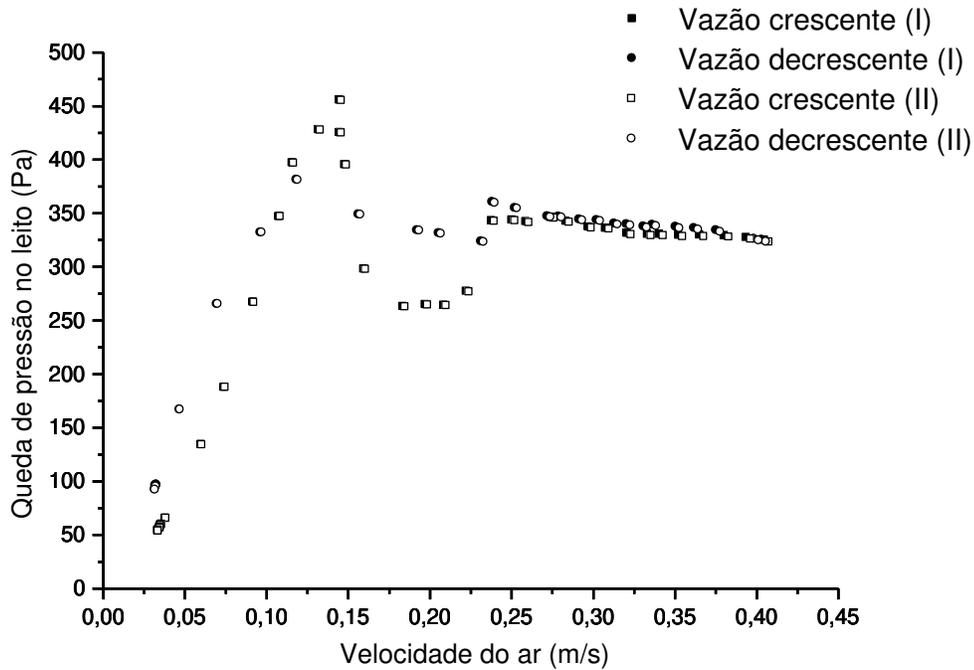


Figura 5. 4: Reprodutibilidade da curva fluidodinâmica.

As Figuras 5.3 e 5.4 também mostram que as curvas das vazões decrescentes tiveram valores de queda de pressão no leito acima das curvas das vazões crescentes, fato este que pode ter ocorrido devido à baixa esfericidade das sementes e formato achatado, o que pode dificultar a passagem do ar pelas sementes dependendo da acomodação das partículas dentro do leito de jorro.

Os valores experimentais de  $\Delta P_m$ ,  $\Delta P_s$  e  $U_{jm}$  foram comparados com os valores teóricos obtidos através das correlações da literatura citadas nos itens 3.2.1, 3.2.2 e 3.2.3. Em seguida, foram determinados os erros relativos pela diferença entre o resultado experimental e teórico, dividido pelo experimental (Tabela 5.2). Por serem análises empíricas, erros ao redor de 20 % foram considerados aceitáveis.

Tabela 5. 2: Valores teóricos e experimentais para  $\Delta P_m$ ,  $\Delta P_s$  e  $U_{jm}$ .

	<b>Carga mássica</b>	<b>450</b>	<b>(g)</b>
<b>Correlações</b>	<b><math>H_0</math></b>	<b>4,5</b>	<b>(cm)</b>
Brunello et al. (1974)	$U_{jm}$	0,24	(m/s)
	$U_{jm \text{ exp}}$	0,23	(m/s)
	<b>Erro relativo</b>	<b>1,9</b>	<b>(%)</b>
Abdelrazek (1974)	$U_{jm}$	0,15	(m/s)
	$U_{jm \text{ exp}}$	0,23	(m/s)
	<b>Erro relativo</b>	<b>34,0</b>	<b>(%)</b>
Mathur e Gishler (1974)	$U_{jm}$	0,34	(m/s)
	$U_{jm \text{ exp}}$	0,23	(m/s)
	<b>Erro relativo</b>	<b>47,8</b>	<b>(%)</b>
Pallai e Nemeth (1969)	$\Delta P_m$	538,1	(Pa)
	$\Delta P_m \text{ exp}$	454,5	(Pa)
	<b>Erro relativo</b>	<b>18,3</b>	<b>(%)</b>
Yokogawa e Isaka (1971)	$\Delta P_m$	281,5	(Pa)
	$\Delta P_m \text{ exp}$	454,5	(Pa)
	<b>Erro relativo</b>	<b>38,1</b>	<b>(%)</b>
Pallai e Nemeth (1969)	$\Delta P_s$	345,4	(Pa)
	$\Delta P_s \text{ exp}$	339,2	(Pa)
	<b>Erro relativo</b>	<b>1,8</b>	<b>(%)</b>

Para a equação de Brunello et al. (1974) o erro relativo para a  $U_{jm}$  foi aceitável, apresentado valor igual a 1,9 %. O baixo valor do erro relativo demonstra semelhança entre os valores teóricos da velocidade de jorro mínimo e os valores determinados experimentalmente. Em relação aos limites da correlação, os valores de  $d_p$ ,  $H_c$ ,  $D_i$  e a  $\rho_p$ , estão dentro dos limites estabelecidos, favorecendo a semelhança entre os resultados teóricos e experimentais. Para  $D_c$  o limite da correlação é de 30,5 cm e para o ângulo da base cônica o valor é de 35 °, mas o equipamento experimental utilizado possui  $D_c$  de 20 cm e ângulo de base cônica igual a 45 °; entretanto, mesmo esses dois limites diferindo, não houve influência no erro relativo.

Para Abdelrazek (1974) o erro ficou acima do satisfatório (34 %) e foi observado que os parâmetros de  $D_c$ ,  $d_p$ ,  $\rho_p$ ,  $\phi$ ,  $D_c/D_i$  e o ângulo da base cônica, estavam fora dos limites estabelecidos para esta correlação. Nesta correlação, os valores experimentais foram superiores aos valores obtidos pela correlação.

Na correlação de Mathur e Gishler (1965), o erro relativo da  $U_{jm}$  também foi insatisfatório, pois ficou acima de 20 %, sendo o valor experimental inferior ao valor calculado pela correlação. Para esta equação, apenas o parâmetro de  $H_0/D_c$ , não correspondeu ao limite da correlação, pois devido à massa de sementes utilizada ser pequena, de 450 gramas, o valor da altura do leito fixo  $H_0$  foi de apenas 4,5 cm e, portanto, a relação entre  $H_0/D_c$  (4,5 cm/20 cm) foi de 0,225, enquanto que, de acordo com a correlação, este valor deve ficar na faixa de 1,3 a 6,7 cm.

Para  $\Delta P_m$ , a equação de Pallai e Nemeth (1969) apresentou valores teóricos e experimentais com mesma ordem de grandeza e o erro relativo foi aceitável e igual 18,3 %. Nesta correlação o valor de  $D_c$  está dentro das condições operacionais estabelecidas, porém, a relação entre a altura de leito fixo e o diâmetro da coluna ( $H_0/D_c > 1$ ) não está, pelos motivos explicitados acima. Apesar disso, a correlação se mostrou satisfatória.

A equação de Yokogawa e Isaka (1971) apresentou erro relativo de 38,1 %, ou seja, acima do valor de 20 % considerado aceitável. Neste caso, o erro relativo pode ter sido alto pelo valor do diâmetro do orifício  $D_i$  igual a 5 cm, que está fora do limite da correlação onde  $D_i$  deve ser um valor entre 0,5 a 3,0 cm.

Para a  $\Delta P_s$  o erro relativo foi aceitável sendo igual a 1,8 %. Neste caso apenas um limite da correlação foi explicitado pelos autores:  $D_c$  deve ser um valor na faixa de 15,2 a 61 cm, que compreende a dimensão do equipamento utilizado, onde  $D_c$  é igual a 20 cm.

Como observado, os três parâmetros analisados ( $U_{jm}$ ,  $\Delta P_m$ , e  $\Delta P_s$ ) pelas correlações da literatura estão relacionados com a geometria do leito (dimensões do cilindro mais o ângulo de inclinação da base cônica) e com as características físicas das sementes (diâmetro, densidade e esfericidade). Desta maneira, os erros relativos foram influenciados pelas dimensões do equipamento utilizado no experimento, assim como pela ampla faixa de distribuição do diâmetro das sementes (2,2 mm a 4,8 mm), e pelo formato achatado e de pouca circularidade ( $\phi = 0,52$ ), favorecendo o aumento do erro relativo uma vez que as relações empíricas foram determinadas com partículas esféricas de baixa variação de tamanho.

Além das equações empíricas citadas, para a  $U_{jm}$  foram analisadas outras cinco equações (OGINO et al. (1993); PALLAI e NEMETH (1969); CHOI e MEISEN (1992); UEMAKI et al. (1983) e SAN JOSE et al. (1996)), porém, os valores dos erros relativos médios ficaram acima de 80 %. Para a  $\Delta P_m$  outras duas equações foram testadas (OGINO et al. (1993) e SAN JOSE et al.

(1996)) mas, os erros relativos foram maiores do que 50 %. Em relação à  $\Delta P_s$ , também foi analisada a equação de San Jose et al. (1996) que apresentou erro relativo superior de 100 %. Pelos altos erros obtidos utilizando essas correlações, os resultados não foram apresentados.

### 5.3. Análise do processo de recobrimento

Durante o processo de recobrimento com a suspensão A, observou-se pouca adesão do filme ao produto. Apesar de esta suspensão ter sido inviável para o recobrimento das sementes de fedegoso, Almeida (2002) obteve bons resultados no recobrimento de sementes de brócolos obtendo uniformidade no filme, constante circulação das partículas no leito durante a atomização e uma ótima solubilidade em água livre, o que é essencial no processo de germinação das sementes.

Em relação à concentração de sólidos (CS), foi determinada uma CS de  $0,1042 \pm 0,001$  kg/kg para a suspensão A, enquanto que, Almeida (2002) determinou para a mesma suspensão uma CS igual a  $0,1100$  kg/kg, valor próximo ao obtido neste trabalho.

Na formulação da suspensão B foi acrescentado o componente Tween 80<sup>®</sup>, com o intuito de diminuir a tensão superficial e facilitar o espalhamento da gota. Entretanto, verificou-se nos testes preliminares que, assim como a suspensão A, a suspensão B teve pouca aderência às partículas deixando falhas e, portanto, caracterizando um recobrimento insatisfatório. Para esta suspensão, a concentração de sólidos foi de  $0,1165 \pm 0,30$  kg/kg. O tempo de atomização foi cessado em 96 minutos, pois passado este tempo, as partículas ainda não tinham sido recobertas devido à falta de aderência, inviabilizando a finalização do experimento.

Para a suspensão C, as análises preliminares mostraram que os sólidos da suspensão aderiam mais facilmente às partículas, obtendo-se um filme uniforme e de maior espessura. Para esta formulação, as concentrações de sólidos de todos os testes preliminares foram superiores às concentrações das suspensões A e B. Deste modo, a suspensão C foi a escolhida para realização do recobrimento definitivo, já que as suspensões A e B não geraram resultados positivos. Os valores obtidos na caracterização física da suspensão C estão na Tabela 5.3 e a Figura 5.5 representa o produto final obtido.

Tabela 5. 3: Caracterização física da suspensão C de recobrimento

$CS$ (kg/kg)	$\rho_{susp}$ (kg/m <sup>3</sup> )	$\sigma$ (mN/m)
$0,2003 \pm 0,005$	$1032,800 \pm 0,003$	$71,6 \pm 2,4$



Figura 5. 5: Sementes recobertas com a suspensão C.

Conforme já citado, para a atomização, foram definidas uma vazão da suspensão de 2 ml/min e uma pressão de 2 psig e nestas condições, o processo de recobrimento teve duração total 382 minutos. Costa (2010) e Costa et al. (2010), analisando o recobrimento de sementes de jambu obtiveram bons resultados para uma vazão de suspensão de 6 ml/min com pressão de atomização de 5 psig, que são valores maiores porém, com a mesma ordem de grandeza dos utilizados nesta pesquisa.

Durante os experimentos, verificou-se que valores acima de 2 ml/min provocavam o empacotamento do leito com aglomeração das sementes, não sendo possível operar o leito com valores maiores do que o mencionado e para pressões de atomização acima de 2 psig, a fonte de jorro era prejudicada e o leito perdia a condição de estabilidade dinâmica.

Almeida e Rocha (2008) avaliaram o efeito das condições operacionais no processo de recobrimento de sementes de brócolos e constataram que valores menores de pressão de atomização influenciam positivamente na eficiência do processo.

Em relação à temperatura de entrada do ar, o valor especificado foi de 70 °C, entretanto, deve-se enfatizar que a temperatura dentro do leito de jorro onde as sementes estavam sendo recobertas, foi acompanhada durante o processo, resultando em média igual a 50 °C. Em Costa (2010) e Costa et al. (2010) a temperatura do ar de 45 °C foi aplicada para o recobrimento de sementes de jambu, enquanto que Almeida e Rocha (2008) obtiveram bons resultados para temperatura de entrada do ar de 70 °C.

A tensão superficial obtida para a suspensão C foi de  $71,6 \pm 2,4$  mN/m, valor superior, mas de mesma ordem de grandeza aos encontrados na literatura para outras suspensões de recobrimento, com outros polímeros. Durante o estudo da influência das características de cinco suspensões no processo de recobrimento de partículas em leito de jorro, Donida et al. (2005) obtiveram valores de tensão superficial de  $66,3 \pm 0,08$  mN/m e de  $64,3 \pm 0,63$  mN/m. Marques (2007) estudando a adesão partícula-suspensão obteve valores de tensão superficial iguais a  $67,5 \pm 0,65$  mN/m e  $60,1 \pm 1,2$  mN/m. Assim como na suspensão C, as formulações de Donida et al. (2005) e de Marques (2007), com outros polímeros, para os valores de tensão superficial citados, não incluíram em sua composição o surfactante Tween 80<sup>®</sup> para redução da tensão superficial.

Os crescimentos experimental e teórico e a eficiência do processo de recobrimento com a suspensão C foram obtidos conforme as Equações 4.8, 4.9 e 4.10, e os valores encontrados estão indicados na Tabela 5.4.

Tabela 5. 4: Crescimentos experimental e teórico e eficiência do processo de recobrimento.

$\delta_{\text{exp}}$ (%)	$\delta_{\text{teórico}}$ (%)	$\eta$ (%)
24,8	39,4	63

Baseado nos padrões dos processos farmacêuticos, em que rendimentos acima de 60 % são considerados satisfatórios (PORTER e HOGAN, 1984), o rendimento de 63 % obtido neste trabalho foi também considerado satisfatório, principalmente porque para as sementes em questão não há informações na literatura a respeito de processos de recobrimento em leito de jorro e, além disso, trata-se de uma partícula não circular, com formato achatado e com alta variabilidade de tamanho entre as partículas, o que dificulta o processo como um todo.

Donida et al. (2005), trabalhando com esferas de vidro com variação de diâmetro e tamanho insignificantes, obteve uma eficiência de 75 %, enquanto que Costa (2010) e Costa et al. (2010) conseguiram eficiência de aproximadamente 45 % estudando o recobrimento de partículas não uniformes.

O crescimento relativo de partículas recobertas em leito de jorro abrange uma grande faixa de valores, dependendo do produto e da finalidade do recobrimento.

No recobrimento de uréia para evitar a excessiva volatilização do nitrogênio, Rosa e Rocha (2010) obtiveram resultados de crescimento experimental na faixa de 1,6 a 2,6 %. Apesar de ser um crescimento bastante inferior aos obtidos neste trabalho, os autores conseguiram evitar em até 57 % as perdas de nitrogênio em relação à uréia não recoberta.

Rocha (2006) trabalhou com recobrimento de extratos fitoterápicos em leite de jorro, cujo crescimento ficou entre 7,3 e 15,9 %, enquanto Costa (2010) obteve crescimento de 25,6 % no recobrimento de sementes de jambu e Almeida (2002) obteve crescimento de 6,95 % no recobrimento de brócolos.

#### **5.4. Verificação das imagens capturadas pelo MEV**

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) permitiu a visualização da camada superficial e do perfil do corte radial das sementes *in natura*, escarificadas e recobertas.

A Figura 5.6 representa as imagens para as sementes *in natura*. Foi verificado que as sementes de *S. macranthera* possuem uma superfície composta por linhas de fraturas (imagens A e B) e que a camada de cera, ou cutícula presente na superfície, é do tipo ornamentação pontuada, bastante visível na imagem superficial (C) com aumento de 7000x.

A imagem (D) representa a visão geral do corte radial onde se distinguem a testa, o endosperma e o cotilédone. A imagem (E) mostrou que o endosperma é composto por uma parede espessa que também pode ser chamada de carboidrato de parede. Ainda nesta imagem, foi possível distinguir que a testa é composta por três camadas distintas: camada de cera, camada de células compactadas e camada de células empalhçadas com parede lignificada, sendo esta última mais evidente na imagem F com ampliação de 3000 vezes.

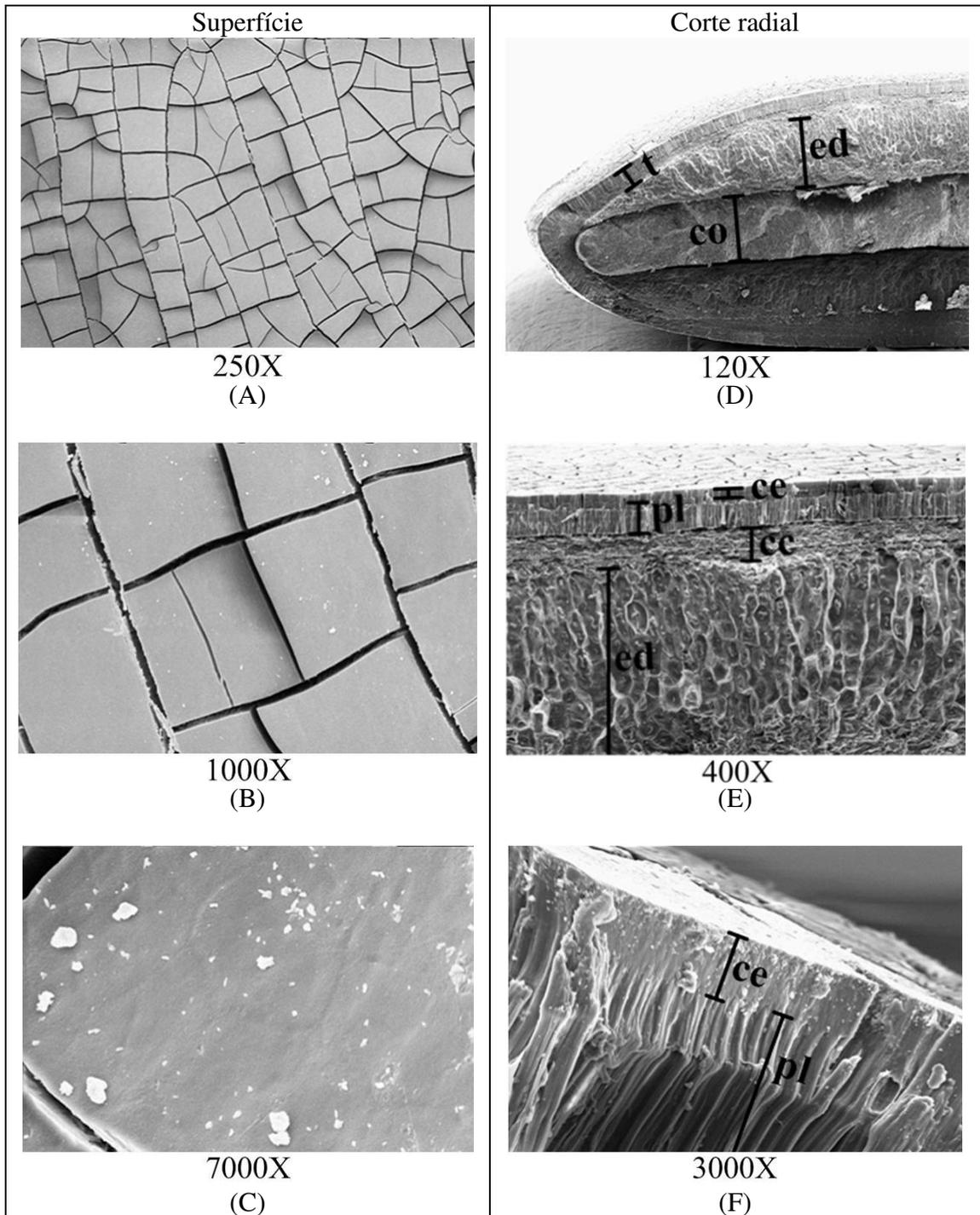


Figura 5. 6: Imagens do MEV para sementes *in natura*.

(t - testa; ed - endosperma; co - cotilédone; pl - parede lignificada; cc - células compactadas; ce - camada de cera)

Na Figura 5.7 estão as imagens das sementes escarificadas quimicamente em ácido sulfúrico por 20 minutos. Verificou-se que mesmo após a escarificação química, ainda é possível distinguir as linhas de fraturas, mas, o que se vê nas imagens G, H e I são as células de parede, pois a camada de cera que ficava acima da parede lignificada foi removida pelo ácido. Comparando as imagens (F) e (L), o efeito da remoção da camada de cera pelo ácido sulfúrico fica mais evidente; em (L), que representa a semente escarificada, não há mais a camada de cera. As demais partes da estrutura física das sementes permaneceram sem alterações, indicando que o tempo de escarificação química de 20 minutos foi eficiente na remoção da cera sem causar outros danos às sementes.

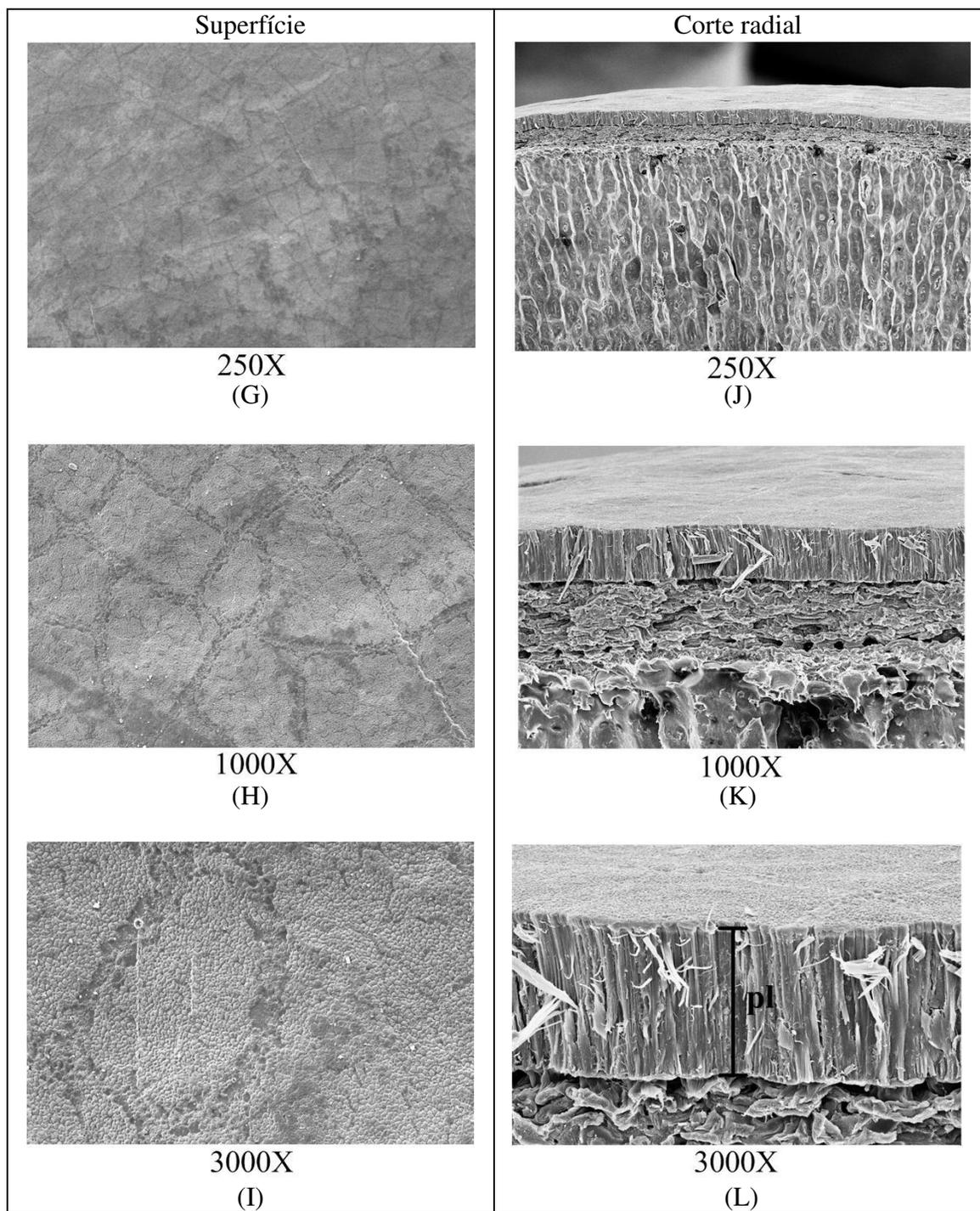


Figura 5. 7: Imagens do MEV para sementes escarificadas.  
(pl - parede lignificada)

A análise visual da espessura e da homogeneidade do filme obtido no processo de recobrimento foi realizada através das imagens da Figura 5.8.

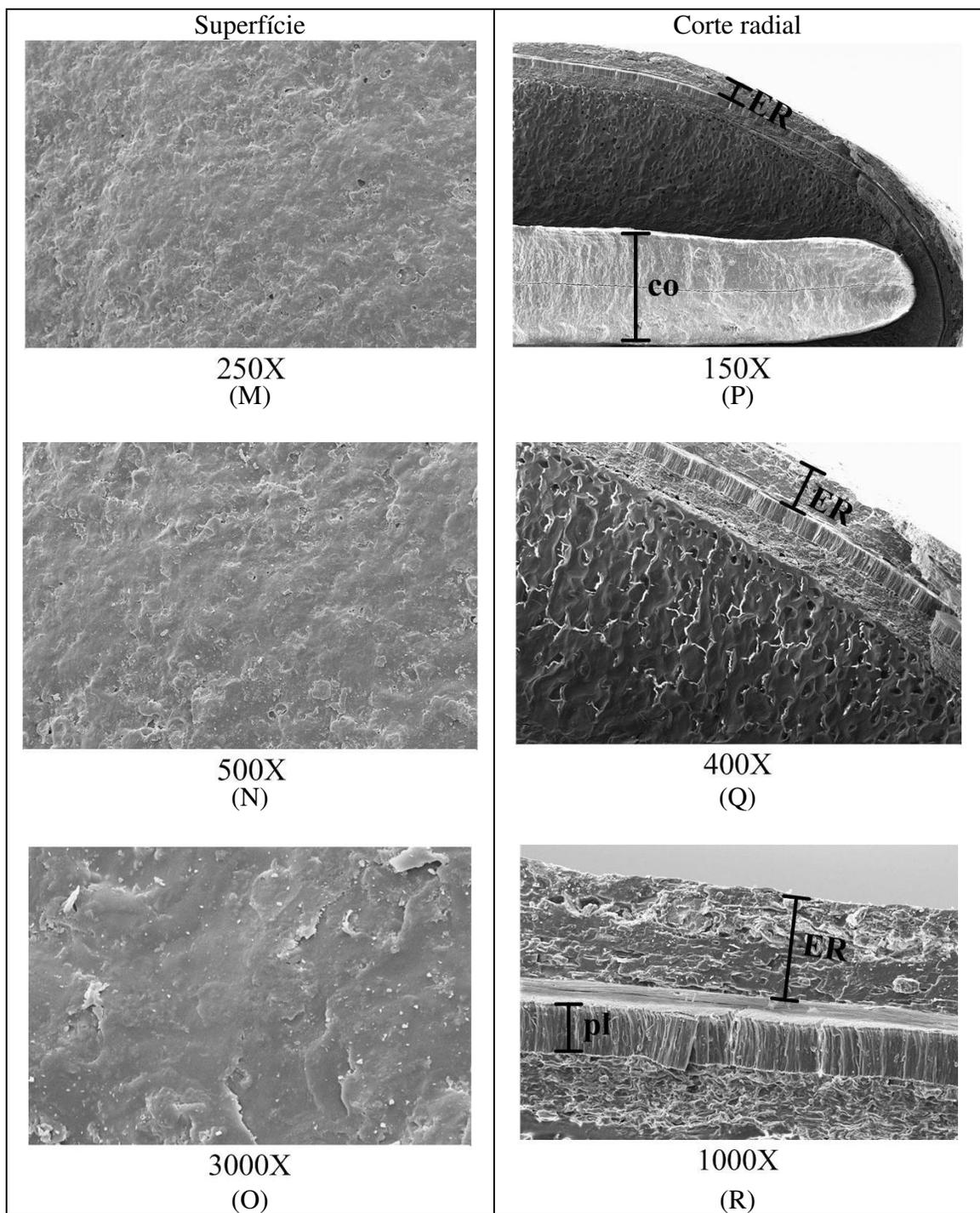


Figura 5. 8: Imagens do MEV para sementes recobertas.  
(ER - espessura do recobrimento; co - cotilédone; pl - parede lignificada)

As imagens superficiais M, N e O indicaram satisfatória uniformidade e homogeneidade do filme de recobrimento formado ao redor das sementes. No corte radial, as imagens P, Q e R deram destaque ao perfil da camada de recobrimento.

Comparando as imagens E e Q para as sementes *in natura* e recobertas respectivamente, foi observada a obtenção de uma camada de recobrimento mais espessa do que a camada de cera existente nas sementes *in natura*.

### 5.5. Isotermas de adsorção

As Figuras 5.9 e 5.10 representam as isotermas de adsorção obtidas pelo equipamento DVS (*Dynamic Vapor Sorption*) para as sementes *in natura* e recobertas, respectivamente. A faixa de umidades relativas utilizada na confecção das curvas foi de 30 a 95 %.

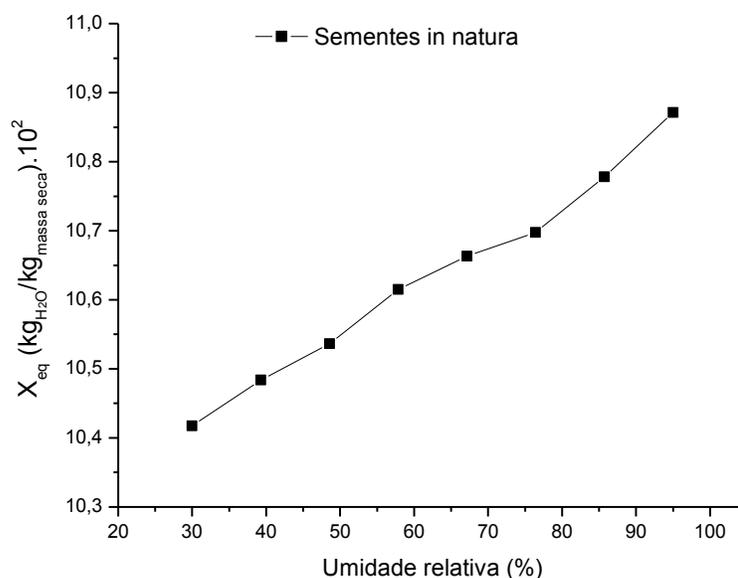


Figura 5. 9: Curva de adsorção para as sementes *in natura*, T = 26 °C.

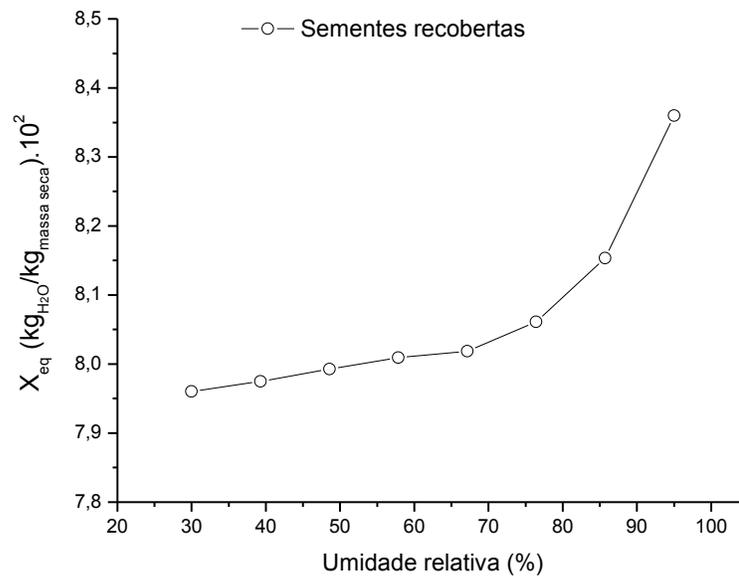


Figura 5. 10: Curva de adsorção para as sementes recobertas, T = 25 °C.

Na Figura 5.9 verificou-se que a umidade de equilíbrio das sementes para 30 % de umidade relativa do ar foi de 10,42 % e para 95 % de umidade o valor foi de 10,87 %, representando um acréscimo total de apenas 4,17 %. A Figura 5.10, mostra as sementes recobertas, o acréscimo foi de 4,78 %, pois a umidade de equilíbrio passou de 7,96 % para 8,36 %.

Considerando a ampla faixa de umidades utilizadas (30 a 95 %), a variação da umidade de equilíbrio foi pequena em ambos os casos, indicando baixa adsorção umidade.

A principal diferença entre as curvas de adsorção para as sementes *in natura* e recobertas está na trajetória. Enquanto as sementes *in natura* tiveram um comportamento próximo ao linear, as recobertas apresentaram uma curva tipo exponencial com maior adsorção apenas para valores de umidade relativa maiores que 76 %.

Classificando a trajetória das curvas obtidas segundo Brunauer et al. (1940), foi observado que a curva de adsorção das sementes *in natura* se assemelha à curva tipo V, enquanto a curva das sementes recobertas se assemelha ao tipo III (Figura 5.11).

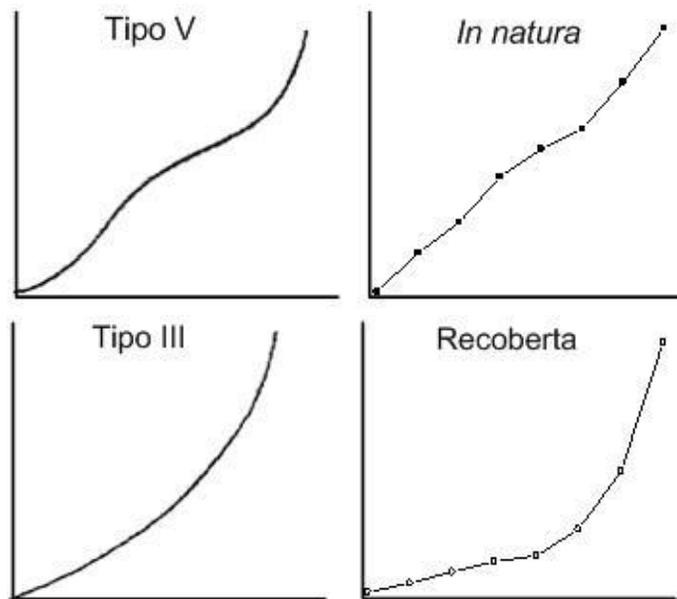


Figura 5. 11: Classificação das curvas de adsorção para as sementes *in natura* e recobertas.

De acordo com Miranda (2002), ambas isotermas ocorrem para materiais com interação adsorvente-adsorbato fraca, mas na isoterma tipo III, das sementes recobertas, as interações entre o adsorbato e o adsorvente são maiores com as camadas já adsorvidas do que com a superfície adsorvente e, portanto, a adsorção é facilitada pelas interações do adsorbato a partir da segunda camada.

As sementes *in natura* mostraram adsorção quase linear logo após os 30 % de umidade relativa, porém, esta adsorção está ligada à saturação da superfície das sementes, pois como mencionado anteriormente, essa espécie florestal possui dormência tegumentar devido à impermeabilidade à água e, portanto, o acréscimo da  $X_{eq}$  é referente à saturação superficial.

No caso das sementes recobertas, a curva da isoterma quase não apresentou adsorção até valores próximos a 70 % de umidade relativa. A partir deste ponto, foi observado um aumento mais acentuado da adsorção.

As isotermas de adsorção das sementes *in natura* e recobertas foram ajustadas pelos modelos de Caurie, GAB, Oswin, Peleg e Smith e os valores dos coeficientes  $A$ ,  $B$ ,  $C$ ,  $n$  e  $m$ , dos coeficientes de determinação,  $R^2$ , e dos desvios relativos médios,  $E(\%)$ , para cada uma das equações, estão descritos na Tabela 5.5.

Tabela 5. 5: Valores dos parâmetros  $R^2$  e  $E(\%)$  para cada modelo de ajuste de isoterma de adsorção analisado.

Modelos	Constantes, $R^2$ e Desvio relativo médio	<i>In natura</i>	Recoberta
Temperatura	(°C)	26	25
Caurie	A	2,325	2,048
	B	0,062	0,062
	$R^2$	0,995	0,857
	$E(\%)$	0,09	0,65
GAB	XM	10,231	7,760
	C	$16,528 \times 10^5$	$56,842 \times 10^5$
	K	0,060	0,060
	$R^2$	0,995	0,860
	$E(\%)$	0,09	0,65
Oswin	A	10,548	7,995
	B	0,011	0,012
	$R^2$	0,987	0,946
	$E(\%)$	0,19	0,44
Peleg	A	10,759	4,104
	n	0,027	0,032
	B	0,182	4,104
	m	7,024	0,032
	$R^2$	0,998	0,781
	$E(\%)$	0,07	0,76
Smith	A	10,430	8,237
	B	0,164	0,594
	$R^2$	0,954	0,981
	$E(\%)$	0,36	0,27

Baseado nos valores de  $R^2$  e  $E(\%)$  todos os modelos analisados mostraram bons ajustes para a curva de adsorção das sementes *in natura*, sendo que o modelo de Peleg foi o que apresentou menor desvio relativo médio seguido do maior valor para o coeficiente de determinação. Em contrapartida, o modelo de Smith foi o que indicou maior valor de  $E(\%)$  e um menor  $R^2$ .

Para as sementes recobertas, os ajustes não foram tão bons quanto aos obtidos para as sementes *in natura*. Dentre os modelos testados, o modelo de Smith foi o que indicou menor desvio relativo médio seguido de um maior valor de  $R^2$ , e o modelo que menos se ajustou à curva de adsorção das sementes recobertas foi o de Peleg.

A análise dos resíduos para os modelos que mais se ajustaram às curvas de adsorção está representada nos gráficos das Figuras 5.12 e 5.13.

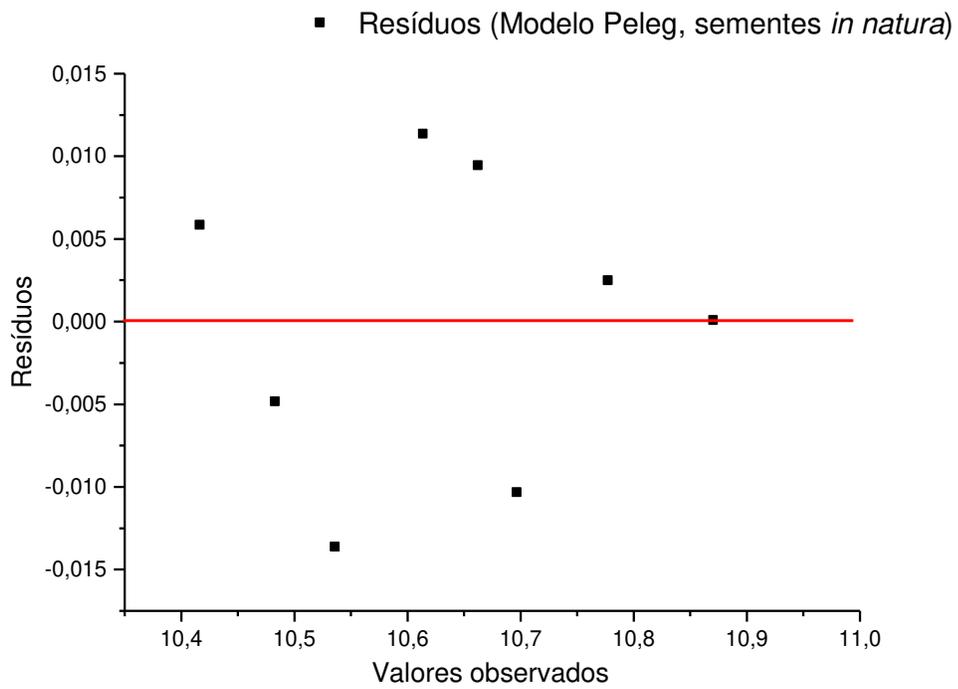


Figura 5. 12: Distribuição dos resíduos para as sementes *in natura*.

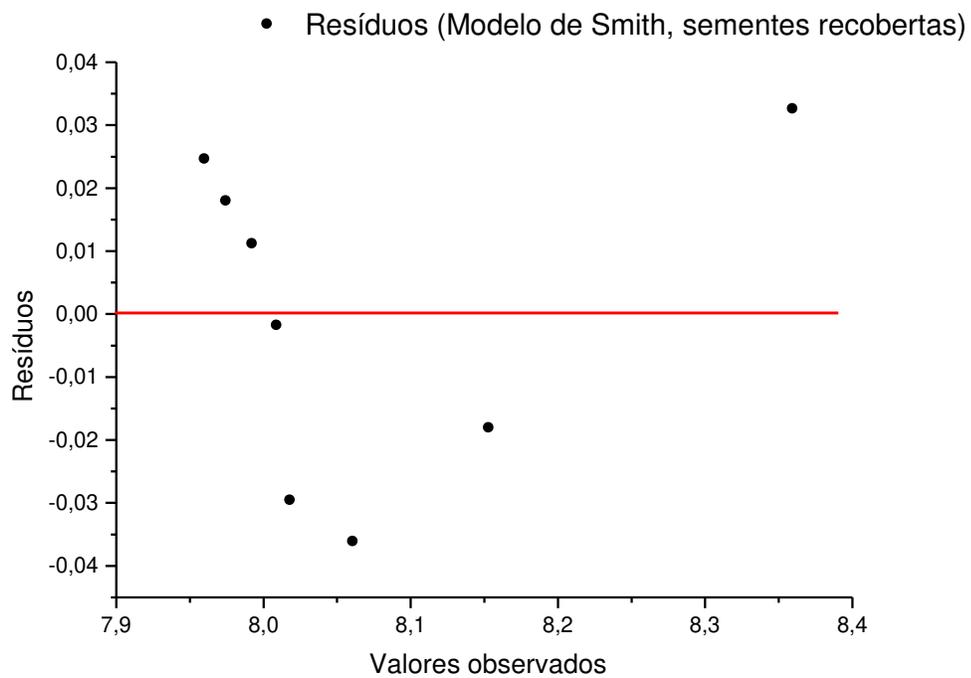


Figura 5. 13: Distribuição dos resíduos para as sementes recobertas.

Para as sementes *in natura*, cujo melhor ajuste de isoterma foi com o modelo de Peleg, verificou-se uma melhor distribuição dos resíduos em relação aos observados para as sementes recobertas (Figura 5.13), na qual o melhor modelo de ajuste foi o de Smith. Entretanto, os dois ajustes apresentaram distribuição dos resíduos aleatória e com valores positivos e negativos, satisfazendo também esse critério para o ajuste dos dados aos modelos testados.

As Figuras de 5.14 à 5.23 mostram as isotermas de adsorção e os respectivos ajustes dos cinco modelos matemáticos analisados.

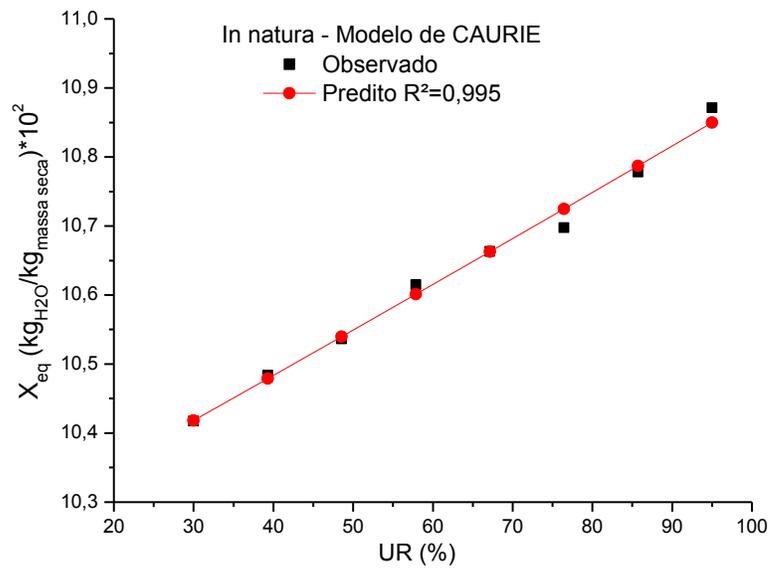


Figura 5. 14: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Caurie (sementes *in natura*), T = 26 °C.

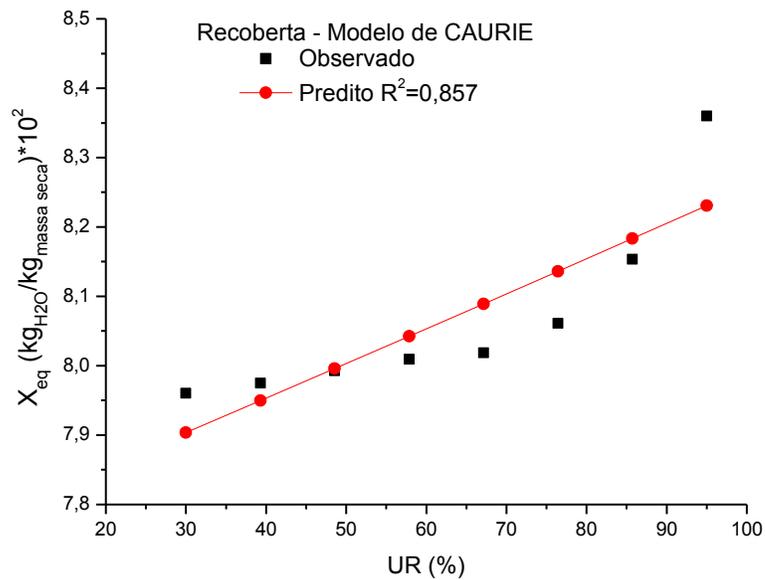


Figura 5. 15: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Caurie (sementes recobertas), T = 25 °C.

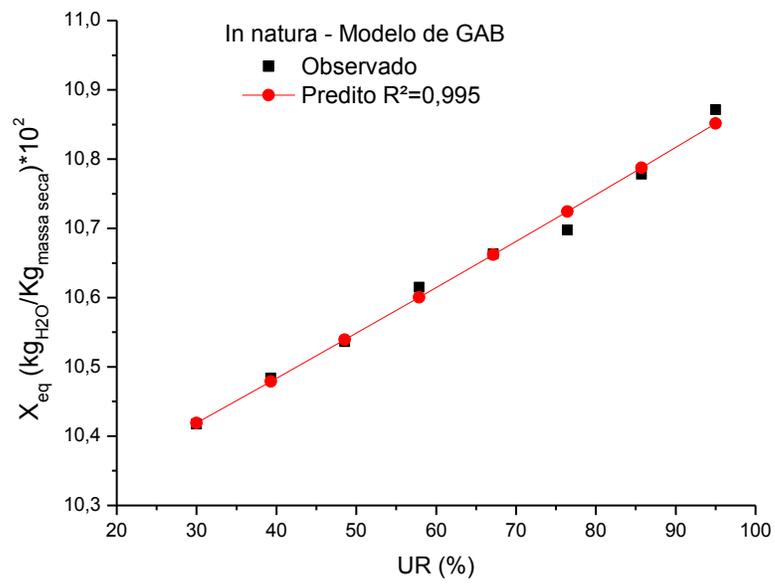


Figura 5. 16: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de GAB (sementes *in natura*), T = 26 °C.

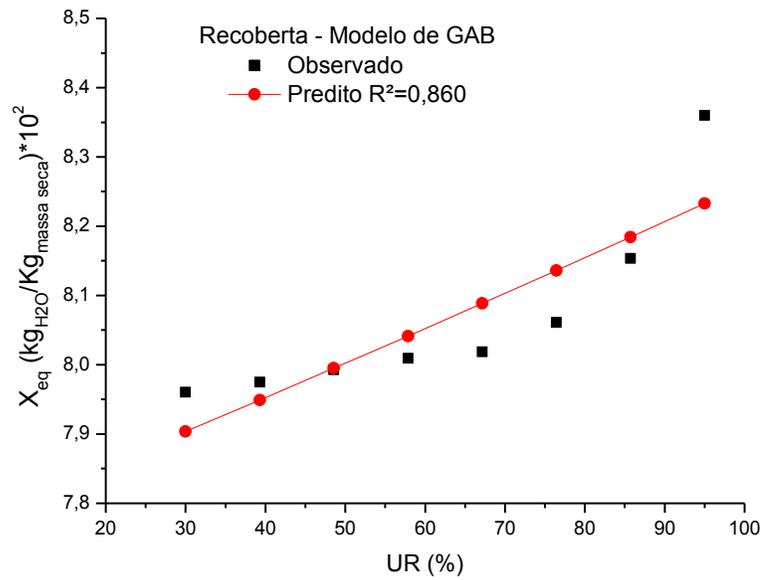


Figura 5. 17: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de GAB (sementes recobertas), T = 25 °C.

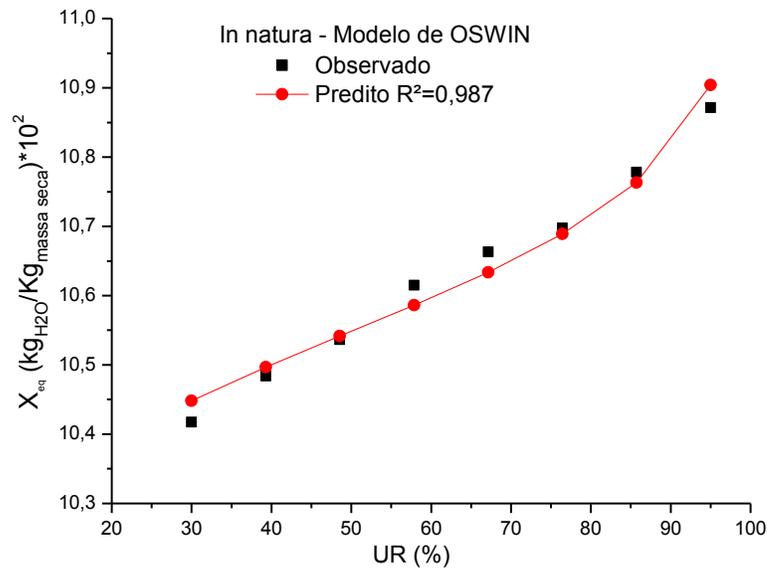


Figura 5. 18: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Oswin (sementes in natura), T = 26 °C.

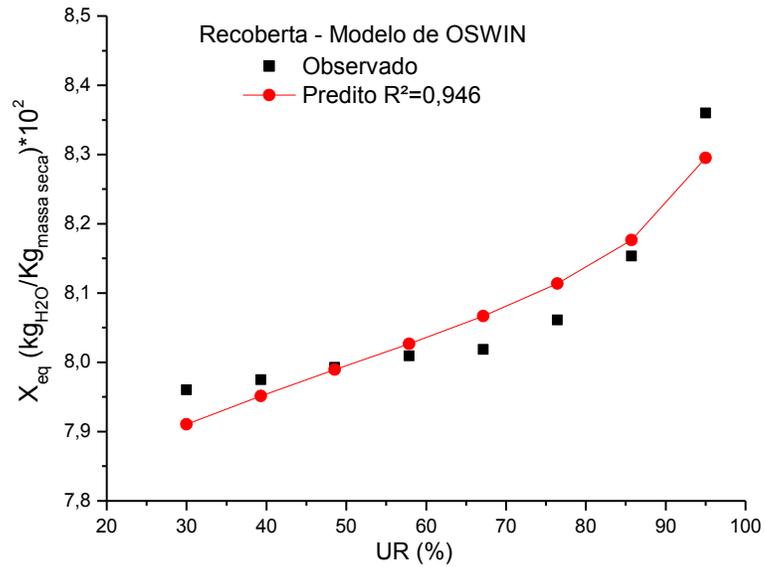


Figura 5. 19: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Oswin (sementes recobertas), T = 25 °C.

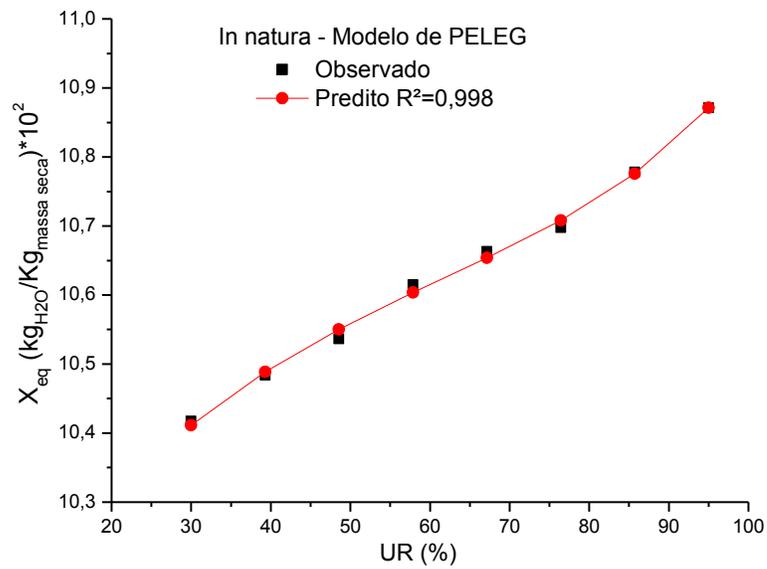


Figura 5. 20: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Peleg (sementes *in natura*), T = 26 °C.

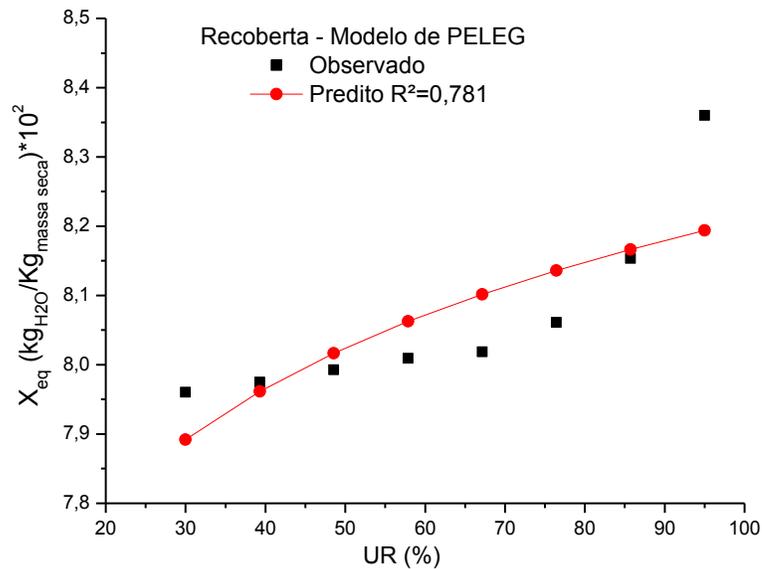


Figura 5. 21: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Peleg (sementes recobertas), T = 25 °C.

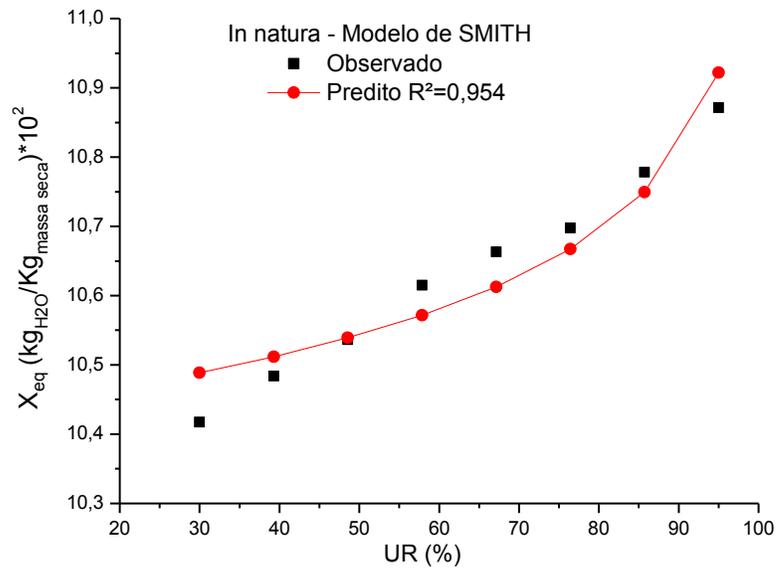


Figura 5. 22: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Smith (sementes *in natura*), T = 26 °C.

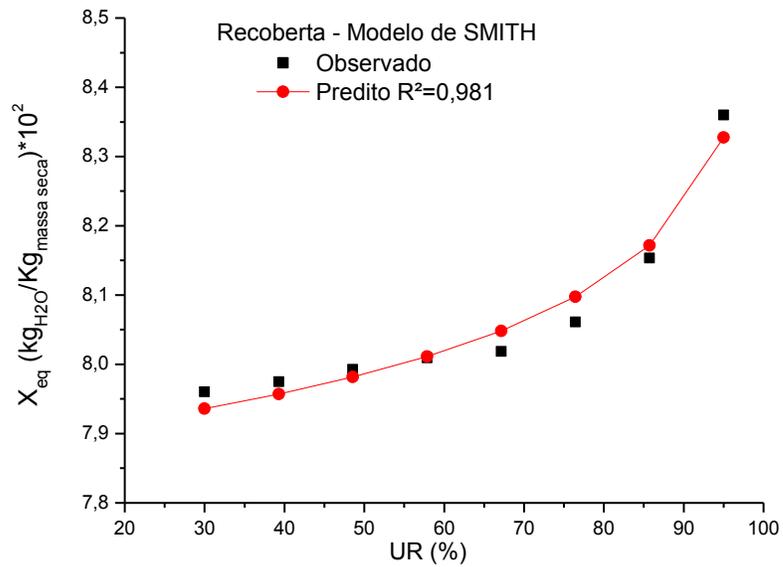


Figura 5. 23: Ajuste da isoterma de adsorção modelo de Smith (sementes recobertas), T = 25 °C.

Conforme os resultados descritos na Tabela 5.5, e mostrados nos gráficos das Figuras 5.14 a 5.23, verifica-se que para o grupo *in natura*, o melhor ajuste obtido foi com o modelo de Peleg e o pior ajuste foi com o modelo de Smith enquanto que, para as sementes recobertas, ocorreu o contrário: o modelo que mais se ajustou foi o de Smith e o modelo de Peleg mostrou o pior ajuste entre todas as equações analisadas.

Fantinatti et al. (2005) concluíram que para a isoterma de sorção de sementes de pinus taeda *in natura* a 25 °C, o melhor ajuste obtido foi com o modelo de Peleg com valor de  $R^2$  igual a 0,997 e Francisco et al. (2007) também obtiveram o melhor ajuste para a isoterma de sorção de sementes de feijoeiro, cultivar Tibatã, a 25 °C, através da equação de Peleg, com desvio relativo médio de 2,38 %.

Em relação ao modelo de Smith, melhor ajuste para as sementes recobertas, alguns resultados são encontrados na literatura para diversos produtos.

Alcântara et al. (2009) observaram que o mesmo modelo apresentou valores de  $E(\%)$  e de  $R^2$  insatisfatórios, com distribuição não aleatória dos pontos para isotermas de adsorção do pedúnculo seco do caju a 20, 30, 35 e 40 °C sendo, portanto, um ajuste não confiável estatisticamente para este tipo de produto. Já para grãos do urucuzeiro, Andrade et al. (2002) determinaram  $R^2$  igual a 0,836, valor ainda inferior ao obtido com as sementes de fedegoso recobertas ( $R^2 = 0,981$ ).

Comparando os modelos de Caurie e de GAB para cada um dos grupos (recobertas e *in natura*) foi verificado que não ocorreu diferença nos ajustes, pois os valores de  $E(\%)$  e  $R^2$  foram idênticos ou muito próximos uns dos outros.

Para o modelo de GAB a estimativa do valor do grau de umidade da monocamada,  $X_M$ , é importante, pois a deterioração de produtos alimentícios e/ou vegetais é muito pequena quando os mesmos são armazenados abaixo de  $X_M$ . Isso ocorre porque, abaixo do grau da monocamada, a água está fortemente ligada ao produto e não é envolvida em reações de deterioração, quer como solvente ou como um dos substratos (COSTA, 2010).

O ajuste do modelo de GAB indicou que as sementes de fedegoso *in natura* apresentaram grau de umidade da monocamada superior ao das sementes recobertas (10,231 e 7,760, respectivamente). Dados da literatura indicam diversos valores de  $X_M$  que podem variar com a

faixa de temperatura utilizada na determinação das curvas de adsorção e com a composição química e física de cada espécie.

Goneli (2008) utilizou na determinação da isoterma de adsorção uma faixa de temperatura entre 25 a 55 °C e obteve para sementes de mamona um XM médio igual a 4,39. Para sementes de quinoa, Tolaba et al. (2004) obtiveram XM de 7,29 para temperaturas entre 20 a 40 °C e Costa (2010) determinou para sementes de jambu XM de 3,59, também com temperaturas na faixa de 20 a 40 °C.

Silva (1985) concluiu que a equação de Caurie forneceu um ajuste confiável para as isotermas de sorção de cebola desidratada e obteve valores de  $R^2$  entre 0,955 a 0,998. Para as sementes de fedegoso, o modelo de Caurie mostrou ajuste satisfatório para o grupo *in natura*, cujo valor de  $R^2$  foi de 0,995, enquanto que para as sementes recobertas, o mesmo modelo gerou um valor de  $R^2$  igual a 0,857, denotando pouca confiabilidade no ajuste.

Nos trabalhos de Picelli et al. (2009), Alcântara et al. (2009), Moraes et al. (2007), Almeida et al. (2003), Gomes et al. (2002) e Almeida et al. (1999), o modelo de GAB foi o que melhor representou os ajustes das isotermas, indicando que este modelo abrange, com confiabilidade de ajuste, diversos tipos de produtos.

O modelo de Oswin ficou numa faixa mediana quando comparado aos demais modelos, pois os valores de  $E(\%)$  e de  $R^2$  foram intermediários em relação aos outros resultados obtidos. Pena e Mendonça (2009) avaliaram sete equações de ajuste de isotermas para fibra residual de maracujá e dentre os modelos utilizados com as sementes de *S. macranthera*, tais autores obtiveram que os modelos de GAB e Oswin podem ser utilizados com excelente precisão na predição da isoterma de sorção da fibra do maracujá.

Baseado nos resultados de ajuste das isotermas obtidos neste trabalho pode-se concluir que o processo de recobrimento influenciou o comportamento das curvas de adsorção, fato este comprovado pelos diferentes valores de  $R^2$  e de  $E(\%)$  determinados para cada um dos modelos analisados.

## 5.6. Qualidade fisiológica das sementes durante o armazenamento

### 5.6.1. Grau de umidade e germinação

Durante os 380 dias de armazenamento o grau de umidade médio foi de  $9,25\% \pm 0,30$  para o grupo de sementes *in natura* e  $7,12\% \pm 0,57$  para as sementes recobertas.

O grau de umidade das sementes recobertas apresentou um acréscimo superior ao das sementes *in natura*, porém, durante todo o período analisado, o grupo de sementes recobertas manteve grau de umidade inferior ao das sementes *in natura*. A variação do grau de umidade ao longo do período analisado pode ser visualizada na Figura 5.24.

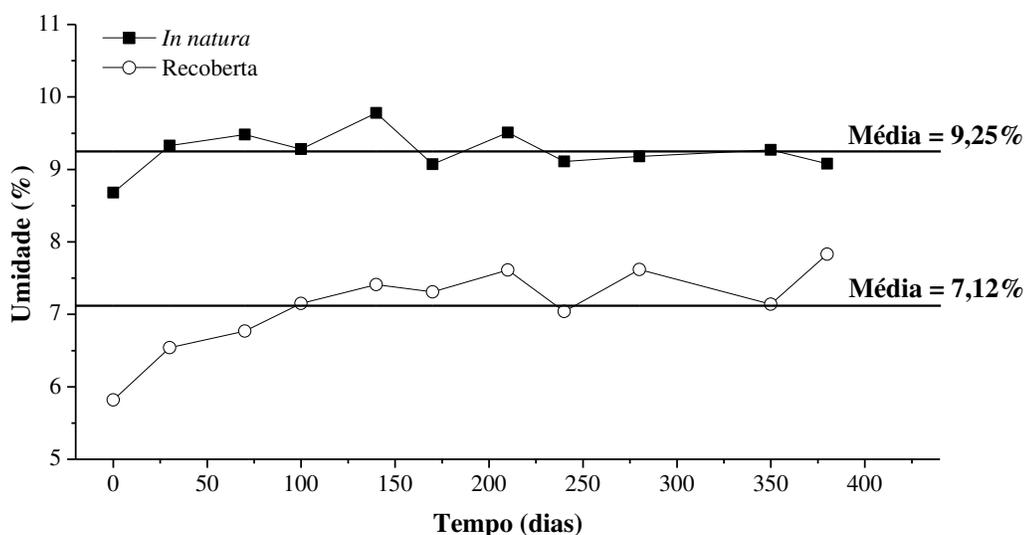


Figura 5. 24: Grau de umidade das sementes *in natura* e recobertas ao longo do período de armazenamento.

Inicialmente, as sementes recobertas apresentaram valores bem mais baixos de grau umidade, pois durante o processo de recobrimento elas perderam água para o ar de entrada do equipamento de leito de jorro, ajustado em  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Almeida (2002) não realizou armazenamento por longo período, mas verificou em seus estudos que, para todos os ensaios, as sementes de brócolos recobertas também apresentavam grau de umidade inferior em relação às sementes sem recobrimento.

Após os 210 dias de armazenamento foi observada menor variação do grau de umidade para as sementes *in natura* enquanto que para as recobertas, a partir deste período, foi verificada uma alternância tendendo ao acréscimo do grau de umidade.

Apesar de estarem armazenadas sob as mesmas condições de temperatura e umidade relativa, as sementes *in natura* apresentaram menor variação do grau de umidade devido à impermeabilidade do tegumento. Para as sementes recobertas, a variação do grau de umidade pode estar relacionada às aberturas periódicas das embalagens onde as sementes foram armazenadas. Para cada período do armazenamento, as embalagens eram abertas para realização das análises e, desta maneira, a umidade relativa do ar dentro da embalagem pode ter sido alterada.

De acordo com Toledo e Marcos Filho (1977) o grau de umidade para conservação de sementes em geral, durante 1 ano de armazenamento, pode variar entre 11 a 14 % e para períodos superiores a 1 ano, o grau de umidade deve ser inferior a 11 %. Em relação às sementes de *S. macranthera in natura* ou recobertas verificou-se que a média do grau de umidade foi inferior ao valor de 11 % em todo o período do armazenamento.

Na Tabela 5.6 estão os resultados da análise estatística para as porcentagens de germinação ao longo dos 380 dias. Para os três grupos de sementes foi observada diferença significativa entre as porcentagens de germinação nos diferentes períodos.

Tabela 5. 6: Análise estatística das porcentagens de germinação para as sementes *in natura*, escarificadas e recobertas.

<b>Período (dias)</b>	<b><i>In natura</i> (%)</b>	<b>Escarificadas (%)</b>	<b>Recobertas (%)</b>
0	8,5 abc	94,5 a	85,0 a
30	12,5 bcd	92,0 abc	78,0 abc
70	6,0 a	90,5 abcd	80,0 bc
100	11,5 bcd	89,5 abcd	80,0 abc
140	7,5 ab	88,5 bcde	79,0 abc
170	15,0 d	93,0 abc	74,0 c
210	8,0 ab	83,5 e	82,5 ab
240	12,0 bcd	94,0 ab	81,0 abc
280	15,0 d	87,5 cde	84,0 ab
350	13,5 cd	83,0 e	76,0 bc
380	17,0 d	86,5 de	79,5 abc
<b>Média</b>	<b>11,5</b>	<b>89,3</b>	<b>80,8</b>
<b>Desvio padrão</b>	<b>3,6</b>	<b>4,7</b>	<b>4,7</b>

Médias seguidas pela mesma letra na coluna, não diferem entre si pelo teste Tukey a 5 % de probabilidade.

Devido à dormência tegumentar presente na espécie em estudo, as sementes *in natura* tiveram valores de germinação bem menores do que as demais, apresentando um valor médio de 11,5 % ± 3,6. Lemos Filho et al. (1997) pesquisando diferentes tratamentos de quebra de

dormência, também obtiveram baixos valores de germinação ao utilizarem sementes *in natura* de *S. macranthera* como testemunha de suas análises.

Ao longo dos 380 dias as sementes escarificadas apresentaram maior variação nas porcentagens de germinação quando comparadas às sementes recobertas, porém, estas últimas apresentaram média de germinação inferior às escarificadas ( $80,8 \% \pm 4,7$  para sementes recobertas e  $89,3 \% \pm 4,7$  para as escarificadas). Almeida (2004) após peletizar sementes de fedegoso com areia e adesivo à base de cola Cascorez Extra, obteve redução significativa na porcentagem de germinação.

Os menores valores de germinação para as sementes recobertas podem estar relacionados ao grau de umidade inicial das sementes no início do processo de recobrimento (10 %), em conjunto com a temperatura do ar atingida dentro do leito de jorro. Foi verificado que no leito de jorro, onde as sementes estavam sendo recobertas, a temperatura do ar era ao redor de 50 °C. De acordo com Popinigis (1985) as sementes com grau de umidade de 10 % podem sofrer injúrias térmicas quando expostas a temperaturas superiores a 43 °C, desta maneira, este pode ter sido um dos fatores que influenciaram as porcentagens de germinação das sementes recobertas, porém, não foi possível reduzir a temperatura do ar de entrada do equipamento porque a suspensão de recobrimento não secava ao atingir as sementes, formando aglomerados e inviabilizando o processo.

A maior variação nos resultados de germinação das sementes escarificadas também foi comprovada pela análise de variância (ANEXO II - Tabela ANOVA). De acordo com este critério, ambos os grupos apresentaram valores de P menores do que 0,05, indicando a ocorrência de diferença estatística, porém, as escarificadas tiveram valor de P inferior ao das recobertas (0,0030 e 0,2102, respectivamente) e, portanto, para o grupo das sementes escarificadas, a diferença estatística foi maior. Além disso, também foi observado que para as sementes recobertas a porcentagem de germinação inicial e após os 380 dias não diferiu entre si, o que não ocorreu com as sementes escarificadas e *in natura*.

A maior homogeneidade nos resultados das porcentagens de germinação ocorrida para as sementes recobertas é um fator positivo em termos de produção, pois a maior homogeneidade facilita o manuseio e as atividades em campo.

O gráfico da Figura 5.25 representa o comportamento da germinação para os três grupos de sementes.

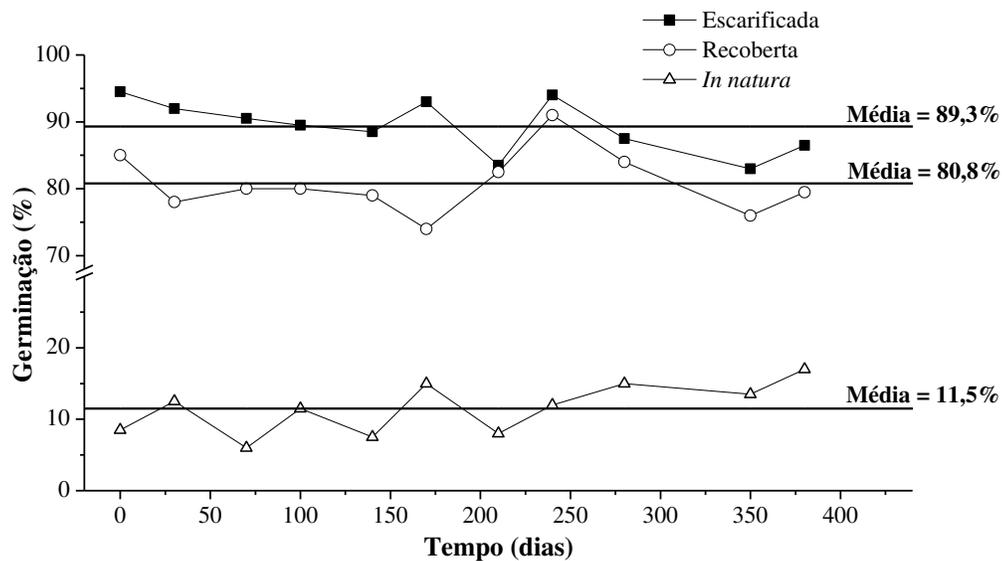


Figura 5. 25: Germinação das sementes *in natura*, escarificadas e recobertas ao longo do período de armazenamento.

As curvas referentes às sementes escarificadas e recobertas mostraram queda de germinação até o período de 140 dias. Após este período, ambos os grupos tiveram variações nas porcentagens de germinação.

Para as sementes *in natura*, o comportamento foi diferente. Até o período de 240 dias, este grupo manteve uma germinação alternada entre valores mais baixos e mais altos e, após os 240 dias, a germinação mostrou menor variação, tendendo a valores mais estáveis.

Santarém e Aquila (1995) armazenaram sementes *in natura* de *S. macranthera*, em embalagem de papel, por um período de 2 anos na temperatura de 20 °C, e obtiveram bons resultados de germinação quando associado ao tratamento de quebra de dormência por imersão em ácido sulfúrico antes da sementeira, mas em relação à sementeira das sementes sem a quebra de dormência, não há informações.

Durante 360 dias, Kano et al. (1978) armazenaram em embalagens plásticas, sementes florestais *in natura* de Ipê dourado, em câmara fria com temperatura entre 3 °C e 5 °C e concluíram que as sementes apresentaram queda de germinação para o período analisado.

O processo de recobrimento e a formulação da suspensão podem preservar o poder germinativo das sementes ao longo do armazenamento, mas as características químicas e físicas de cada espécie também influenciam na germinação. De modo geral, por serem organismos vivos, as sementes tendem a perder o poder germinativo ao longo do armazenamento.

A Tabela 5.7 mostra a análise estatística entre os valores de germinação das sementes escarificadas e das recobertas para cada período do armazenamento e no ANEXO III estão os resultados da tabela ANOVA.

Tabela 5. 7: Análise estatística entre as porcentagens de germinação das sementes escarificadas e recobertas para cada período do armazenamento.

<b>Período (dias)</b>	<b>Escarificadas (%)</b>	<b>Recobertas (%)</b>
0	94,5 A	85,0 B
30	92,0 A	78,0 B
70	90,5 A	80,0 B
100	89,5 A	80,0 B
140	88,5 A	79,0 A
170	93,0 A	74,0 B
210	83,5 A	82,5 A
240	94,0 A	91,0 B
280	87,5 A	84,0 A
350	83,0 A	76,0 A
380	86,5 A	79,5 A
<b>Média</b>	<b>89,3</b>	<b>80,8</b>
<b>Desvio padrão</b>	<b>4,7</b>	<b>4,7</b>

Médias seguidas pela mesma letra na linha, não diferem entre si pelo teste Tukey a 5 % de probabilidade.

Neste caso, foi observado que até os 100 dias de armazenamento ocorreram diferenças significativas entre a germinação das sementes escarificadas e recobertas, sendo sempre superior a germinação das sementes escarificadas. Entre os 140 e 240 dias, os valores de germinação começaram a mostrar semelhanças, mas ainda com algumas diferenças significativas. A partir dos 280 dias, não ocorreram mais diferenças entre os valores de germinação, portanto, concluiu-se que inicialmente as sementes escarificadas apresentaram melhores resultados, mas com o passar do período de armazenamento, seus valores de germinação foram se igualando ao das sementes recobertas.

Falk (2005) realizou recobrimento de sementes de *Pinus elliottii* com corantes e polímeros em tambor rotativo. As análises de germinação indicaram redução significativa do poder germinativo das sementes recobertas em relação à testemunha.

Assim como as sementes de fedegosos recobertas, Costa (2010) observou retardo na germinação das sementes de jambu recobertas em leite fluidizado, mas após a protusão da radícula, as plântulas se desenvolveram normalmente. Medeiros et al. (2006) também observaram que as sementes de cenoura recobertas no equipamento desenvolvido por Peres (2001), tiveram

atraso de dois a três dias na emergência de plântulas quando comparado às sementes sem tratamento.

Em relação às sementes de fedegoso recobertas com o componente Eudragit FS 30D<sup>®</sup>, não há estudos sobre a influência deste ou de outro polímero na germinação das sementes para comparação.

De modo geral, as sementes recobertas apresentaram germinação inferior à das sementes escarificadas durante quase todo o armazenamento, porém, as sementes escarificadas tiveram maior variação de germinação no período de 0 a 380 dias.

Em relação às porcentagens de plântulas anormais nas análises de germinação, tanto as sementes escarificadas quanto as recobertas não indicaram valores expressivos.

Baseado nos valores do grau de umidade ao longo do período de armazenamento (sempre abaixo de 10 %), na temperatura de armazenamento de 5 °C e nos satisfatórios resultados de germinação, verificou-se que as sementes de *Senna macranthera* apresentaram comportamento semelhante ao das espécies classificadas como ortodoxas, que são espécies que toleram dessecação e baixas temperaturas de armazenamento.

### 5.6.2. Vigor das sementes

Durante o armazenamento das sementes dos três grupos, foram observadas diferenças significativas dos resultados obtidos no teste de envelhecimento acelerado (Tabela 5.8).

Tabela 5. 8: Análise estatística das porcentagens de vigor para as sementes in natura, escarificadas e recobertas.

<b>Período (dias)</b>	<b><i>In natura</i> (%)</b>	<b>Escarificadas (%)</b>	<b>Recobertas (%)</b>
0	11,0 bc	68,5 a	76,5 a
30	6,5 ab	78,0 b	75,0 a
70	15,0 c	83,0 b	72,0 ab
100	11,0 bc	65,0 a	65,5 bc
140	6,0 ab	68,5 a	60,5 cd
170	10,0 bc	78,5 b	55,5 d
210	4,5 a	81,5 b	66,5 bc
240	9,5 ab	66,5 a	55,5 cd
280	7,0 ab	80,5 b	65,5 bc
350	9,5 ab	23,0 -	55,5 d
380	10,5 bc	69,0 a	60,5 cd
<b>Média</b>	<b>9,1</b>	<b>73,9</b>	<b>64,4</b>
<b>Desvio padrão</b>	<b>3,0</b>	<b>7,0</b>	<b>7,7</b>

Médias seguidas pela mesma letra na coluna, não diferem entre si pelo teste Tukey a 5 % de probabilidade.

Assim como no teste de germinação, as sementes *in natura* apresentaram valores mais baixos no teste de envelhecimento acelerado em relação aos demais grupos; porém, este resultado se refere à dormência tegumentar e não ao vigor das sementes.

Para as análises estatísticas das sementes escarificadas, o valor referente ao período de 350 dias foi desconsiderado, pois neste período a análise apresentou alta concentração de fungos, o que influenciou negativamente o resultado do teste de vigor.

Ao longo dos 380 dias do armazenamento, tanto as sementes escarificadas quimicamente quanto as recobertas tiveram variação nas porcentagens de germinação após o envelhecimento acelerado. A análise de variância (ANEXO IV - Tabela ANOVA) indicou valores de P muito baixos, comprovando a existência de diferenças significativas nos dois grupos.

Analisando a Tabela 5.8, verificou-se que as sementes escarificadas iniciaram e completaram o armazenamento com índices de vigor estatisticamente iguais (68,5 % e 69,0 %), enquanto que, para as sementes recobertas ocorreu queda de vigor entre o tempo 0 e 380 dias (76,5 % e 60,5 %, respectivamente).

O perfil do vigor das sementes ao longo do armazenamento está representado na Figura 5.26.

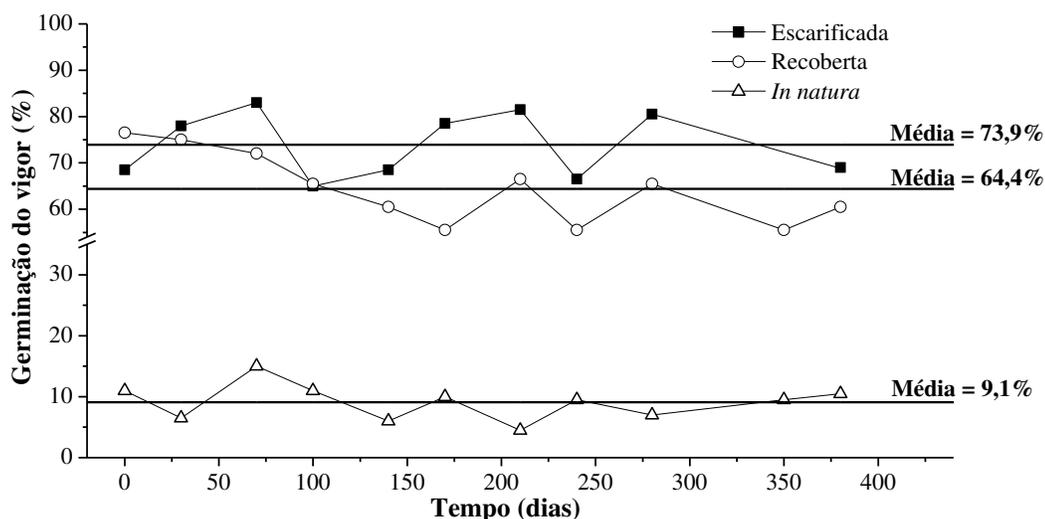


Figura 5. 26: Vigor das sementes *in natura*, escarificadas e recobertas ao longo do período de armazenamento.

Pela Figura 5.26 foi verificado que as sementes de fedegoso recobertas apresentaram queda de vigor até o período de 170 dias e, deste ponto em diante, ocorreu variação nos resultados.

As sementes *in natura* e escarificadas mostraram um comportamento alternado durante todo o período analisado não sendo possível identificar uma tendência de queda ou aumento nas porcentagens de vigor.

Comparando o vigor das sementes escarificadas com o das sementes recobertas em cada período do armazenamento (Tabela 5.9 e ANEXO V - Tabela ANOVA), foi observado que até o período de 140 dias não ocorreram diferenças significativas entre os resultados, mas entre 170 e 280 dias, as sementes recobertas sofreram maior influência do envelhecimento acelerado, apresentando valores de vigor mais baixos. No final do armazenamento, aos 380 dias, a análise estatística não mostrou diferenças significativas.

Tabela 5. 9: Análise estatística entre as porcentagens de vigor das sementes escarificadas e recobertas para cada período do armazenamento.

<b>Período (dias)</b>	<b>Escarificadas (%)</b>	<b>Recobertas (%)</b>
0	68,5 A	76,5 A
30	78,0 A	75,0 A
70	83,0 A	72,0 A
100	65,0 A	65,5 A
140	68,5 A	60,5 A
170	78,5 A	55,5 B
210	81,5 A	66,5 B
240	66,5 A	55,5 B
280	80,5 A	65,5 B
350	23,0 -	55,5 -
380	69,0 A	60,5 A
<b>Média</b>	<b>73,9</b>	<b>64,4</b>
<b>Desvio padrão</b>	<b>7,0</b>	<b>7,7</b>

Médias seguidas pela mesma letra na linha, não diferem entre si pelo teste Tukey a 5 % de probabilidade.

Considerando as médias de vigor durante o período avaliado, verificou-se que as sementes escarificadas mantiveram média de vigor superior ao das sementes recobertas (73,9 % e 64,4 %, respectivamente). Assim como nos testes de germinação, a queda de vigor das sementes recobertas pode estar relacionada à exposição das sementes a temperatura de 50 °C durante o processo de recobrimento no leito de jorro.

A Tabela 5.10 representa o efeito do envelhecimento acelerado em cada um dos grupos separadamente, ou seja, a análise estatística da Tabela 5.10 indica as diferenças significativas ocorridas entre as porcentagens de germinação antes e após o período de envelhecimento acelerado e, os ANEXOS VI, VII e VIII mostram as Tabelas ANOVA referentes a esses resultados para as sementes *in natura*, escarificadas e recobertas, respectivamente.

Tabela 5. 10: Efeito do envelhecimento acelerado em cada um dos grupos analisados.

Período (dias)	In natura		Escarificadas		Recobertas	
	Germinação (%)	Vigor	Germinação (%)	Vigor	Germinação (%)	Vigor
0	8,5 A	11,0 A	94,5 A	68,5 B	85,0 A	76,5 A
30	12,5 A	6,5 A	92,0 A	78,0 B	78,0 A	75,0 A
70	6,0 A	15,0 B	90,5 A	83,0 A	80,0 A	72,0 B
100	11,5 A	11,0 A	89,5 A	65,0 B	80,0 A	65,5 B
140	7,5 A	6,0 A	88,5 A	68,5 B	79,0 A	60,5 B
170	15,0 A	10,0 A	93,0 A	78,5 A	74,0 A	55,5 B
210	8,0 A	4,5 A	83,5 A	81,5 A	82,5 A	66,5 B
240	12,0 A	9,5 A	94,0 A	66,5 B	91,0 A	55,5 B
280	15,0 A	7,0 B	87,5 A	80,5 A	84,0 A	65,5 B
350	13,5 A	9,5 A	83,0 -	23,0 -	76,0 A	55,5 B
380	17,0 A	10,5 A	86,5 A	69,0 B	79,5 A	60,5 B
<b>Média</b>	<b>11,5</b>	<b>9,1</b>	<b>89,3</b>	<b>73,9</b>	<b>80,8</b>	<b>64,4</b>
<b>Desvio padrão</b>	<b>3,6</b>	<b>3,0</b>	<b>4,7</b>	<b>7,0</b>	<b>4,7</b>	<b>7,7</b>

Médias seguidas pela mesma letra na linha em cada grupo, não diferem entre si pelo teste Tukey a 5 % de probabilidade.

Baseando-se na análise estatística da Tabela 5.10 verificou-se que o grupo de sementes *in natura* apresentou diferença significativa apenas em 2 dos 11 períodos analisados: 70 e 280 dias. Entretanto, as porcentagens de germinação antes e após o envelhecimento acelerado foram baixas em todo o período avaliado devido à dormência tegumentar.

Comparando o resultado da germinação com o do teste de vigor, para as sementes escarificadas verificou-se diferença significativa em 6 períodos (0, 30, 100, 140, 240 e 380 dias), ou seja, três vezes a mais do que para as sementes *in natura* e, em relação às sementes recobertas, apenas nos primeiros 30 dias de armazenamento não foram detectadas diferenças significativas.

Assim como verificado na comparação do vigor entre as sementes escarificadas e as recobertas para cada período do armazenamento (mostrado na Tabela 5.9), os resultados da Tabela 5.10 também indicam que as sementes escarificadas mantiveram maior viabilidade após o período de envelhecimento.

Para os testes de vigor não foi observado presença significativa de plântulas anormais em nenhum dos grupos analisados, sendo que o mesmo ocorreu nas análises de germinação.

Ainda em relação ao teste de vigor, durante o período de envelhecimento acelerado, verificou-se o crescimento de fungos sobre as sementes escarificadas e *in natura* em todos os períodos analisados, mas como as sementes escarificadas apresentaram valores de germinação satisfatórios, concluiu-se que esta contaminação não teve influência nos resultados (FIGURA 5.27).



*In natura*



**Escarificadas**



**Recobertas**

Figura 5. 27: Contaminação por fungos durante o período de envelhecimento acelerado.

Para as sementes *in natura*, o foco de contaminação pode estar ligado ao processo de beneficiamento pós-colheita. As vagens de *S. macranthera* ficaram expostas ao sol, em terreno cimentado, para secagem seguida da remoção das sementes. Porém, após chegarem ao laboratório, o lote de sementes apresentava algumas pedras advindas do cimentado e materiais como terra, folhas e pedaços de vagens.

Em relação ao grupo de sementes escarificadas, a proliferação de fungos pode ter sido facilitada pelo alto grau de umidade, pois após a escarificação química as sementes foram lavadas em água corrente para só então serem submetidas ao envelhecimento acelerado. O alto grau de umidade (próximo a 100%) acompanhado da temperatura de 43 °C utilizada no teste de vigor facilitam a proliferação de fungos.

Ao contrário dos grupos *in natura* e escarificadas, durante os 380 dias de armazenamento, as sementes recobertas não apresentaram nenhuma contaminação no processo de envelhecimento acelerado.

Medeiros et al. (2006) observaram que o recobrimento de sementes de cenoura com fungicida favoreceu os resultados do teste de vigor, devido à possível proteção contra a incidência de fungos que o fungicida ofereceu às sementes.

Apesar de não ter sido utilizado nenhum tipo de fungicida na suspensão de recobrimento das sementes de fedegoso, pôde-se concluir que a formulação à base de Eudragit FS 30D® foi eficiente na proteção das sementes em relação à incidência de fungos durante todo o período analisado.

### **5.6.3. Resultado do teste de tetrazólio**

O teste de tetrazólio realizado nas sementes *in natura* que não germinaram após as análises de germinação e de vigor indicou que tais sementes estavam com boa viabilidade, pois após entrarem em contato com o tetrazólio, o embrião adquiriu coloração avermelhada demonstrando a vivacidade do tecido (FIGURA 5.28).

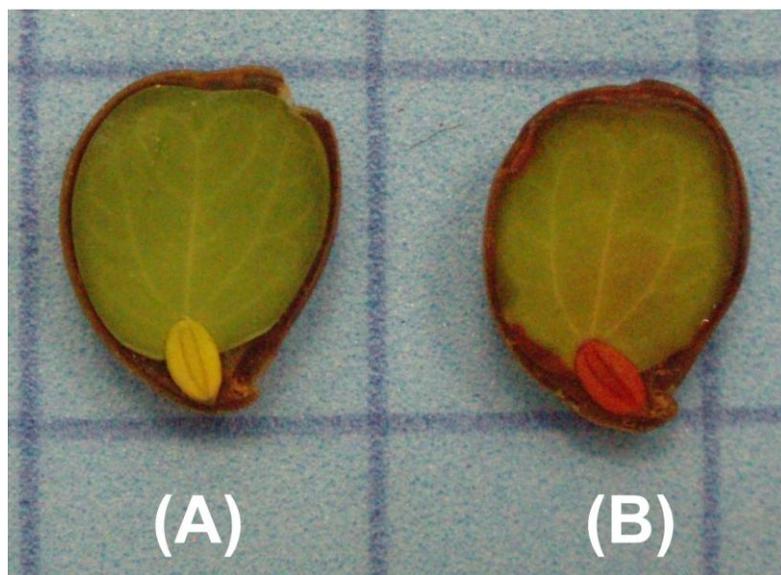


Figura 5. 28: Teste de tetrazólio indicando a viabilidade das sementes *in natura*.  
(A - antes da imersão em tetrazólio; B - após imersão em tetrazólio).

Nas análises de germinação, a média de sementes vivas *in natura* que não germinaram foi de  $77,3 \% \pm 1,3$  e para os testes de envelhecimento acelerado a porcentagem de sementes vivas não germinadas foi igual a  $77,4 \% \pm 1,8$ . Como os valores das porcentagens de sementes vivas que não germinaram foram praticamente idênticos tanto após as análises de germinação como após as análises de vigor, pode-se concluir que o período de envelhecimento acelerado não influenciou de modo significativo o comportamento das sementes *in natura*. Tal efeito pode estar relacionado à camada de cera existente nas sementes *in natura*, conferindo proteção às sementes quando expostas às condições adversas do teste de vigor.

Ferreira et al. (2004) utilizaram o teste de tetrazólio para verificar a viabilidade de sementes de *S. macranthera* e de *S. multijugada*. Os autores concluíram que o tetrazólio foi capaz de diferenciar as sementes viáveis das não viáveis com boa eficiência e que, portanto, tal análise pode ser utilizada em laboratório para avaliar o potencial de viabilidade destas espécies.

Em relação às sementes escarificadas e recobertas, não foi necessário realizar o teste de tetrazólio, pois para esses grupos foi observada apenas a presença de sementes germinadas e ou mortas. O fato de não haver sementes dormentes nesses dois grupos indica que o tempo de 20 minutos de imersão em ácido sulfúrico foi suficiente para romper o tegumento e quebrar a dormência das sementes de fedegoso.

## VI – CONCLUSÕES

A tese sobre a conservação da viabilidade de sementes de *Senna macranthera* por meio de recobrimento gerou as seguintes conclusões:

- As sementes de fedegoso são partículas jorráveis, de alta densidade e indicadas para contato sólido-fluido do tipo jorro;
- O recobrimento polimérico alterou o peso de 1000 sementes, o diâmetro médio de Sauter e a esfericidade das sementes recobertas em relação às *in natura*;
- As sementes *in natura* e as recobertas possuem pouca porosidade;
- A fluidez das sementes *in natura* foi superior ao das sementes recobertas;
- As sementes de fedegoso *in natura* apresentaram comportamento fisiológico característico das espécies ortodoxas;
- A curva fluidodinâmica para vazões crescentes mostrou a existência de uma faixa de velocidades possíveis para se trabalhar em regime de jorro estável;
- Para manutenção do regime de jorro estável, o processo de recobrimento das sementes de fedegoso deve ser conduzido com velocidades acima de 0,23 m/s;
- A variação de tamanho entre as sementes, o formato achatado, a pouca circularidade da partícula e a altura do leito fixo pequena, influenciaram os valores dos erros relativos;
- Em relação às condições de operação do equipamento, vazões de suspensão de recobrimento acima de 2 ml/min provocaram o empacotamento do leito; o leito de jorro perdeu estabilidade dinâmica para pressões de atomização superiores a 2 psig (ou 115 kPa); a temperatura do ar de entrada era de 70 °C, mas dentro do leito de jorro a temperatura era ao redor de 50 °C;
- O rendimento do processo de recobrimento de 63 % foi considerado satisfatório;
- Para as sementes recobertas e escarificadas quimicamente em ácido sulfúrico, as imagens do MEV e mais a inexistência de sementes duras ou dormentes, indicaram que 20 minutos de imersão em ácido sulfúrico concentrado foram suficientes na remoção da cera;
- As imagens do MEV também mostraram satisfatória uniformidade e homogeneidade do filme de recobrimento formado ao redor das sementes recobertas;

- A suspensão polimérica modificou a adsorção das sementes e, portanto, a isoterma de adsorção para as sementes *in natura* foi classificada como sendo do tipo V enquanto que a isoterma das sementes recobertas foi do tipo III;
- Devido à dormência tegumentar as sementes *in natura* de *S. macranthera* apresentaram baixas porcentagens de germinação e de vigor;
- A formulação da suspensão de recobrimento com o Eudragit FS 30D<sup>®</sup> impediu a proliferação de fungos no teste de envelhecimento acelerado.

Analisando os resultados obtidos neste trabalho sobre a qualidade das sementes recobertas e não recobertas durante o armazenamento, concluiu-se que para o período analisado, tais sementes podem ser armazenadas *in natura*, dentro de geladeira convencional, na temperatura de 5 °C, sem que o seu potencial de germinação seja comprometido.

As sementes recobertas apresentaram, em alguns períodos, valores inferiores de germinação, porém, nos últimos três períodos do armazenamento, a germinação das sementes escarificadas e recobertas foram estatisticamente iguais. Desta maneira, o recobrimento das sementes de *Senna macranthera* viabiliza a manutenção da qualidade e a mão de obra em campo, pois as sementes recobertas chegam ao agricultor prontas para o plantio, sem necessidade de realização de quebra de dormência antes da sementeira.

Em relação ao vigor, as sementes escarificadas foram mais vigorosas do que as sementes recobertas.

O filme polimérico desenvolvido à base do polímero Eudragit FS 30D<sup>®</sup> foi favorável à proteção das sementes em relação à disseminação de fungos. Esse resultado é consequência da proteção às sementes proporcionada pelo recobrimento com relação à adsorção de umidade, pois a isoterma de adsorção a 25 °C mostrou que as sementes recobertas apresentaram pouca adsorção de umidade até valores de umidade relativa do ambiente ao redor de 70 %.

### **6.1. Sugestões para trabalhos futuros**

Com base nos resultados obtidos sugere-se testar a suspensão de recobrimento desenvolvida nesta pesquisa no recobrimento de sementes cuja viabilidade de armazenamento seja curta, cerca de 3 a 6 meses.

Devido à verificação de que a composição da suspensão de recobrimento evitou a disseminação de fungos, esta suspensão pode ser utilizada em sementes do tipo recalcitrantes, pois essas sementes são sensíveis à desidratação e devem ser armazenadas com grau de umidade relativamente alto, o que pode facilitar a disseminação de fungos.

Para redução dos erros relativos verifica-se a necessidade em desenvolver equações de queda de pressão máxima no leito de jorro, queda de pressão em jorro estável e velocidade de mínimo jorro, para materiais que possuem variabilidade de tamanho e de formato físico, pois as equações empíricas utilizadas foram obtidas com partículas esféricas de baixa variação de tamanho.

No caso de sementes, é necessário otimizar o processo de operação e tentar trabalhar com temperaturas do ar de entrada mais baixas, evitando que este parâmetro reduza a viabilidade das sementes.

## VII – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDELRAZEK, I. D. **An analysis of thermo-chemical deposition in spouted beds**, 1969. Apud MATHUR, K. B. e EPSTEIN, N., *Spouted Beds*. Academic Press, New York, 1974.

ALCÂNTARA, S. R.; ALMEIDA, F. A. C.; SILVA, F. L. H.; GOMES, J. P. Isotermas de adsorção o pedúnculo seco do caju. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande/PB v. 13, n. 1, p. 81-87, 2009.

ALMEIDA, C.; ROCHA, S. C. S. Eficiência do processo de recobrimento de sementes de brócolos recobertas com polímero em leito de jorro. **Engenharia Agrícola**, Jaboticabal/SP, v. 28, n. 2, p. 305-314, 2008.

ALMEIDA, C. **Recobrimento de sementes de brócolos em leito de jorro e leito fluidizado**. 2002. 148 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2002.

ALMEIDA, F. A. C.; FONSECA, K. S.; GOUVEIA, J. P. G. Secagem natural de gergelim e determinação da umidade de equilíbrio. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande/PB v. 3, n. 3, p. 343-348, 1999.

ALMEIDA, F. A. C.; SILVA, J. E.; ARAÚJO, M. E. R.; GOUVEIA, J. P. G.; ALMEIDA, S. A. Componentes químicos e estudo da umidade de equilíbrio em vagens de algaroba. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande/PB, v. 5, n. 1, p. 43-50, 2003.

ALMEIDA, N. O. **Implantação de matas ciliares por plantio direto utilizando-se sementes peletizadas**. 2004. 269 f. Tese (Doutorado em Engenharia Florestal, Florestas de Produção) - Faculdade de Engenharia Florestal, Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2004.

ANDRADE, T. C. C. M.; AMARAL, M. C.; MANCINI, M. C.; VEGA, M. P. Discriminação de modelos de isotermas de equilíbrio de grãos de urucuzeiro (*Bixia orellana*, L.). **Revista Universidade Rural**, Série Ciências Exatas e da Terra, v. 21, n. 2, p. 83-87, 2002.

AYUB, G. E. S.; PERRUCCI, A. L. I.; ROCHA, S. C. S. Analysis of surface quality of sulphur-coated urea particles in a two-dimensional spouted bed. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 18, n. 1, p. 13-22, 2001.

BEWLEY, J. D.; BLACK, M. **Seeds: physiology of development and germination**, 2 ed. Plenum Press: New York, 1994. 455 p.

BLANVER COMPANY. Disponível em: <<http://www.blanver.com.br/products.htm>> Acesso em 06 de Março de 2008.

BOUQUET, R.; CHIRIFE, J.; IGLESIAS, H. A. Equationa for fitting water sorption isotherms os food: II. Evaluations of various two-parameter models. **Journal of Food Technology**, London, v. 13, n. 4, p. 319-327, 1978.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Regras para análise de sementes**. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Brasília, DF: Mapa/ACS, 2009. 395 p.

BROOKER, D. B., BAKKER-ARKEMA, F. W.; HALL, C. W. Grain equilibrium moisture content. In: BROOKER, D. B., BAKKERARKEMA, F. W.; HALL, C. W. **Drying and storage of grains and oilseeds**, New York: Van Nostrand Reinhold Company, p. 67-86, 1992.

BRUNAUER, S.; DEMING, W. E.; TELLER, E. Adsorption of gases in multimolecular layers. **Journal Am. Chem. Soc.**, v. 62, p. 1723-1732, 1940.

BRUNELLO, G.; NINA, G. D.; NUNES, F. C. S.; NASCIMENTO, C. A. O. Minimum air requirement for spouting mixed particles. Canadian Journal, **Chemical Engineering**, v. 52, p. 170-173, 1974.

CAMPOS, J. C.; LANDGRAF, P. R. C. Análise da regeneração natural de espécies florestais em matas ciliares de acordo com a distância da margem do lago. **Ciência Florestal**, v. 11, n. 2, p. 143-151, 2001.

CAPES, C. E. Particle size enlargement. In **Handbook of powder technology**, v. 1, Elsevier, Amsterdam, p. 28, 1980.

CARNEIRO, J. G. A; AGUIAR, I. B. Armazenamento de sementes. In: AGUIAR, I. B; PIÑARODRIGUES, F. C. M; FIGLIOLIA, M. B. **Sementes Florestais Tropicais**. Informativo ABRATES: Brasília/DF, 1993. 350 p.

CARPI, S. M. F.; BARBEDO, C. J.; MARCOS FILHO, J. Condicionamento osmótico de sementes de *Cedrela fissilis* Vell. **Revista Brasileira de Sementes**, Brasília/DF, v. 18, n. 2, p. 271-275, 1996.

CARVALHO, N. M; NAKAGAWA, J. **Sementes, ciência, tecnologia e produção**. Funep, 4ª Ed., Jaboticabal/SP, 2000, 588 p.

CARVALHO, N. M; NAKAGAWA, J. **Sementes, ciência, tecnologia e produção**. 3. Ed. Fundação Cargill: Campinas/SP, 1988. 424 p.

CASSARO-SILVA, M. Efeito da temperatura na germinação de sementes de manduirana (*Senna macranthera* (Collad.) Irwin et Barn. - CAESALPINIACEAE). **Revista Brasileira de Sementes**, v. 23, n. 1, p. 92-99, 2001.

CAVALCANTE FILHO, F. N. **Efeitos térmicos e de graus de umidade constantes na liberação da dormência de sementes de *Brachiaria brizantha* (Hochst. ex a. Rich.) Stapf**. 2006. 43 f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Pós-colheita) - Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006.

CHAVES, M. F. **Previsão da longevidade de sementes de *Dimorphandra mollis* Benth (Faveiro) e *Dalbergia nigra* (Vell. Fr. All. Ex Benth. Jacarandá da Bahia)**. 2001. 100 f. Tese (Doutorado em Concentração Tecnologia Pós-colheita) - Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas/SP, 2001.

CHOI, M.; MEISEN, A. Hydrodynamics of shallow, Conical Spouted Beds. **Can. J. Chem. Eng.**, v. 70, p. 916-924, 1992.

COPELAND, L. O.; MCDONALD, M. B. **Principles of Seed Science and Technology**. New York: Chapman & Hall, 1995. 409 p.

CORRÊA, P. C.; GONELI, A. L. D.; RESENDE, O.; MARTINAZZO, A. P.; BOTELHO, F. M. Comparação entre os métodos estático e dinâmico na determinação do equilíbrio higroscópico das espigas de milho. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande/PB, Especial, v. 7, n. 2, p. 141-149, 2005.

COSTA, C. M. L.; FARIA, L. J. G.; ROCHA, S. C. S. Recobrimento de sementes de jambu (*spilanthus oleracea*) em leito fluidizado. XVIII Congresso Brasileiro de Engenharia Química - **COBEQ 2010**. Trabalho completo disponível em CD ROM. Foz do Iguaçu, Paraná, Brasil. p. 8609-8618, 2010.

COSTA, C. M. L. **Caracterização e análise experimental do recobrimento de sementes de jambu (*spilanthus oleracea*) em leito fluidizado**. 2010. 203 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas/SP, 2010.

CUNHA, R. L. G. **Granulação de celulose microcristalina em leito fluidizado com tubo interno**. 2009. 154 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas/SP, 2009.

DAVIDE, A. C.; FARIA, J. M. R.; BOTELHO, S. A. **Propagação de espécies florestais**. Belo Horizonte: CEMIG; Lavras: UFLA, 1995. 41 p.

DESAI, B. B.; KOTTECHA, P. M.; SALUNKE, D. K. **Seed handbook: biology, production, processing and storage**. New York: Marcel Dekker, p. 627, 1997.

DIAZ, M. A. N.; ROSSI, C. C.; MENDONÇA, V. R.; SILVA, D. M.; RIBON, A. O. B.; AGUILAR, A. P.; MUÑOZ, G. D. Screening of medicinal plants for antibacterial activities on *Staphylococcus aureus* strains isolated from bovine mastitis. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, v. 20, n. 5, p. 724-728, 2010.

DONIDA, M. W.; ROCHA, S. C. S.; BARTHOLOMEU, F. Influence of polymeric suspension characteristics on the particle coating in a spouted bed. **Drying Technology**, v. 23, p. 1811-1823, 2005.

DONIDA, M. W. **Análise da influência das características do sólido e da suspensão no processo de recobrimento em leito de jorro.** 2004. 157 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas/SP, 2004.

DONIDA, M. W. **Recobrimento Polimérico da Uréia em leito de Jorro Bidimensional.** 2000. 102 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas/SP, 2000.

ELLIS, R. H.; HONG, T. D.; ROBERTS, E. H. An intermediate category of seed storage behavior. I Coffee. **Journal of Experimental Botany**, Oxford, v. 41, n. 230, p. 1167-1174, 1990.

ELLIS, R. H.; HONG, T. D.; ROBERTS, E. H. Effect of storage temperature and moisture on the germination of papaya seeds. **Seed Science Research**, Wallingford, v. 1, p. 69-72, 1991.

ESCHIAPATI-FERREIRA, M. S.; PEREZ, S. C. J. G. A. Tratamentos para superar a dormência de sementes de *Senna macranthera* (collad.) Irwin et barn. (FABACEAE-CAESALPINOIDEAE). **Revista Brasileira de Sementes**, v. 19, n. 2, p. 230-236, 1997.

EVONIK INDUSTRIES. Disponível em <<http://www.eudragit.de/pharmapolymers/en/downloads/>>. Acesso em 09 de Novembro de 2009.

FALK, G. L. **Recobrimento de sementes de *Pinus elliottii* Engelm como alternativa para semeadura direta em campo.** 2005. 69 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Sementes) - Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas/RS, 2005.

FANTINATTI, J. B.; USBERTI, R.; BROD, F. P. R. Isotermas de sorção de sementes de *Eucalyptus grandis* e *Pinus taeda*. **Revista Brasileira de Sementes**, v. 27, n. 2, p. 6-11, 2005.

FAO. **Ex situ storage of seeds, pollen and in vitro cultures of perennial woody plant species.** Rome: FAO, 83 p. (FAO Forestry Paper, n.113). 1993.

FERREIRA, R. A.; DAVIDE, A. C.; MOTTA, M. S. Vigor e viabilidade de sementes de *Senna multijuga* (Rich.) Irwin et Barn. e *Senna macranthera* (Collad.) Irwin et Barn., num banco de sementes em solo de viveiro. **Revista Brasileira de Sementes**, v.26, n.1, p.24-31, 2004.

FERREIRA, R. A.; OLIVEIRA, L. M.; TONETTI, O. A. O.; DAVIDE, A. C. Comparação da viabilidade de sementes de *Schizolobium parahyba* (vell.) blake – leguminosae caesalpinioideae, pelos testes de germinação e tetrazólio. **Revista Brasileira de Sementes**. Pelotas/RS, v. 29, n. 3, p. 83-89, 2007.

FLORIANO, E. P. Germinação e dormência de sementes florestais. **Série de Cadernos Didáticos n° 2**, 1ª ed., 19 p. il. ANORGS (Associação de Pesquisa, Educação e Proteção Ambiental do Noroeste do Estado do Rio Grande do Sul). Santa Rosa. 2004. Disponível em:

<<http://ambienteinteiro.org.br/apostilas/germinacaodormenciasemflorestais.pdf>>. Acesso em 23/10/2008.

FELIPE, C. A. S. **Identificação e monitoramento de regime fluidodinâmico em leitos fluidizados**. 2004. 171 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas/SP, 2004.

FRANCISCO, F. G. **Constantes de viabilidade para sementes de feijoeiro dos cultivares Tibatã e Una**. 2006. 51 f. Tese (Doutorado em Tecnologia Pós-colheita) - Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas/SP, 2006.

FRANCISCO, F. G.; USBERTI, R.; TONELI, J. T. C. L. Ajuste de isoterms de sorção de sementes de cultivares de feijoeiro. **Revista Brasileira de Sementes**, v. 29, n. 1, p. 35-39, 2007.

FRANZIN, S. M.; MENEZES, N. L.; GARCIA, D. C.; ROVERSI, T. Avaliação do vigor de sementes de alface nuas e peletizadas. **Revista Brasileira de Sementes**. Pelotas/RS, v. 26, n. 2, p. 114-118, 2004.

FREIRE, J. T.; SILVEIRA, A. M. **Fenômenos de transporte em sistemas particulados: fundamentos e aplicações**. São Carlos: Suprema, 2009, 424 p.

FREITAS, E. V. Queimadas no Brasil: estudo sobre uma causa real nas rodovias do estado da Bahia. **Revista Ciências do Ambiente**, v. 6, n. 1, p. 74-80, 2010.

FUNGUETTO, C. I. **Recobrimento de sementes de arroz irrigado com zinco**. 2006. 35 f. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Sementes) - Faculdade de Agronomia "Eliseu Maciel", Universidade Federal de Pelotas, Pelotas/RS, 2006.

GAZONI, J. L.; MOTA, J. A. Fatores político-econômicos do desmatamento na Amazônia oriental. Sustentabilidade em debate. **Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada**, p. 25-42, 2010.

GELDART, D. **Powder Technology**, v. 7, 1973, 285 p.

GOMES, P. M. A.; FIGUEIREDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Caracterização e isoterms de adsorção de umidade da polpa de acerola em pó. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campinas Grande/PB, v. 4, n. 2, p. 157-165, 2002.

GONELI, A. L. D. **Variação das propriedades físico-mecânicas e de qualidade da mamona (*Ricinus communis* L.) durante a secagem e o armazenamento**. 2008. 199 f. Tese de doutorado (Doutorado em Engenharia Agrícola) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa/MG, 2008.

HARRINGTON, J. F. Seed storage longevity. In: KOZLOWSKI, T.T. (Ed.). **Seed Biology**, Academic Press, New York/USA, v. 3, p. 145-245, 1972.

HONG, T. D.; ELLIS, R. H. **A protocol to determine seed storage behavior**. Rome: International Plant Genetic Resources Institute, 1996. 55 p. (IPGRI. Tech. Bulletin, 1).

HONG, T. D.; LININGTON, S.; ELLIS, R. H. **Seed storage behavior: a compendium**. Rome: International Plant Genetic Resources Institute (IPGRI), 1996. (IPGRI. Handbooks for Genebanks, 4).

HUNTER, N. E.; FRAMPTON, C. S.; CRAIG, D. Q. M.; BELTON, P. S. The use of dynamic vapour sorption methods for the characterisation of water uptake in amorphous trehalose. **Carbohydrate Research**, v. 345, Issue 13, p. 1938-1944, 2010.

JONG, J. A. H.; HOFFMANN, A. C.; FINKERS, H. J. Properly determine powder flowability to maximize plant output. **Chem. Eng. Progress**. Powder flowability, v. 95, n. 4, 1999.

KADAM, L. K. **Granulation technology for bioproducts**. CRC – Press, Boston, 1991, 336 p.

KANO, N. K.; MÁRQUEZ, F. C. M.; KAGEYAMA, P. Y. Armazenamento de sementes de Ipê dourado (Tabebuia SP). **IPEF - Instituto de Pesquisa e Estudos Florestais**, n. 17, p. 13-23, 1978.

KILPATRICK-LIVERMAN, L.; POLEFKA, T. G. Use of the dynamic vapor sorption meter to measure skin hydration properties, in vitro. **Skin Research and Technology**, v. 12, p. 36–42, 2006.

KUCHARSKI, J.; KMIÉC, A. The effect of process parameters on mass distributions and the efficiency of tablets coating in a spouted bed. Drying, **Annals of 6<sup>th</sup> IDS 88**, Versailles, France, v. II, p. 27-31, 1988.

KUROZAWA, L. E.; EL-AOUAR, A. A.; MURR, F. E. X. Obtenção de isoterma de dessorção de cogumelo *in natura* e desidratado osmoticamente. **Ciência e Tecnologia dos Alimentos**, Campinas/SP, v. 25, n. 4, p. 828-834, 2005.

LABOURIAU, L. G. **A germinação das sementes**. OEA. Washington. 1983. 174 p.

LAGO, A. A.; MARTINS, L. Qualidade fisiológica de sementes de *Brachiaria brizantha*. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 33, p. 299-304, 1998.

LEMO FILHO, P.; GUERRA, S. T. M.; LOVATO, M. B.; SCOTTI, M. R. M. M. L. Germinação de sementes de *Senna macranthera*, *Senna multijuga* e *Stryphnodendron polyphyllum*. **Revista PAB - Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 32, n. 4, 1997.

LEVA, M.; WEINTRAUB, M.; GRUMMER, M.; POLLCHIK, M.; STORCH, H. H. (1951). Citado em “**Fluidization engineering**” Kunii, D. e Levenspel, O. New York, 1991, p. 70.

- LIMA, E. E. **Produção e armazenamento da farinha de facheiro**. 2006. 149 f. Dissertação (Mestrado em armazenamento e processamento de produtos agrícolas). Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade federal de Campina Grande, Campina Grande/PB, 2006.
- LINZMEIER, A. M.; RIBEIRO-COSTA, C. S.; CARON, E. Comportamento e ciclo de vida de *Sennius bondari* (Pic) (Coleoptera, Chrysomelidae, Bruchinae) em *Senna macranthera* (Collad.) Irwin & Bam. (Caesalpinaceae). **Revista Brasileira de Zoologia**, v. 21, n. 2, p. 351-356, 2004.
- LIU, L. X.; LITSTER, J. D. The effect of particle shape on the spouting properties of non spherical particles. **Powder Technology**, v. 66, p. 59-67, 1991.
- LOMAURO, C. J.; BAKSHI, A. S.; LABUZA, T. P. Evaluation of food moisture sorption isotherm equations. Part I: Fruit, vegetable and meat products. *Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie*, v. 18, n. 2, p. 111-117, 1985.
- LOPES, C. M.; LOBO, J. M. S.; COSTA, P. Modified release of drug delivery systems: hydrophilic polymers. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 41, n. 2, 2005.
- LORENZI, H. **Árvores brasileiras**: manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas nativas do Brasil. Nova Odessa: Editora Plantarum, 2ª ed., v. 1, 1998. 352 p.
- MARCOS FILHO, J. Teste de envelhecimento acelerado. In: KRZYZANOWSKI, F. C; VIEIRA, R. D; FRANÇA NETO, J. B. **Vigor de sementes: conceitos e testes**. Londrina: ABRATES, 1999. Cap. 3, p. 1-24, 1999.
- MARCOS FILHO, J. **Fisiologia de sementes de plantas cultivadas**. Fundação de estudos agrários Luis de Queiroz – FEALQ. Piracicaba/SP. 2005. 495 p.
- MARQUES, A. M. M. **Influência da adesão partícula-suspensão durante o processo de recobrimento em leito de jorro com atomização na base**. 2007. 91 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas/SP, 2007.
- MARTINS, M. L.; FELIPE, C. A. S.; ALVES, G. C. S.; VANÇO, J. P.; MARÇAL, F. F.; REZENDE, F. L. Estudo fluidodinâmico e de qualidade de sementes de algodão em leito de jorro. **III Seminário de Iniciação Científica e I Jornada de Pesquisa e Pós-graduação**. Universidade Estadual de Goiás. Ciências Agrárias. 19 e 20 de Outubro, 2005.
- MARTINS, G. Z.; OLIVEIRA, W.P. Utilização do leito de jorro para a aplicação de revestimento entérico em cápsulas gelatinosas duras. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 39, n. 3, 2003.
- MATHUR, K. B.; GISHLER, P. E. A study of the application of the spouted bed technique to wheat drying. *Journal of Applied Chemistry*, v. 5, p. 624, 1955. Apud: MATHUR, K. B; EPSTEIN, N. **Spouted Beds**. New York: Academic Press, 1974. 304 p.

MEDEIROS, A. C. S. **Aspectos de dormência em sementes de espécies arbóreas**. EMBRAPA, 2001. 12 p. (Circular Técnica).

MEDEIROS, M. F. D.; ALSINA, O. L. S.; ROCHA, S. C. S.; JERÔNIMO, C. E. M.; MATA, A. L. M. L.; MEDEIROS, U. K. L.; FURTUNATO, A. A. Escoabilidade de leitos de partículas inertes com polpa de frutas tropicais. Efeitos na secagem em leito de jorro. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v.5, n.3, p.475-480, 2001. Campina Grande, PB, DEAg/UFPB.

MEDEIROS, E. M.; BAUDET, L.; PERES, W. B.; PESKE, F. B. Recobrimento de sementes de cenoura com aglomerante em diversas proporções e fungicida. **Revista Brasileira de Sementes**, v. 28, n. 3, p. 94-100, 2006.

MIRANDA, E. E.; MORAES, A. V. C.; OSHIRO, O. T. **Comunicado Técnico, 18 – Queimadas na Amazônia Brasileira em 2005**. Embrapa Monitoramento por Satélite, Campinas/SP, Abril de 2006.

MIRANDA, M. N. N. **Propriedades estruturais de misturas ternárias de sólidos**. 2002. 118 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas/SP, 2002.

MONTÓRIO, G. A.; BRACCINI, A. L.; SCAPIM, V. R. O.; BRACCINI, M. C. L. Avaliação de métodos para superação da dormência das sementes de capim braquiária (*Brachiaria brizantha* cv. Marandu). **Revista Unimar**, v. 19, p. 797-809, 1997.

MOHSENIN, N. N. **Physical properties of plants and animals materials**. 2ª Ed. Amsterdam: Gordon and Breach Publishers, 1986. 841 p.

MORAES, M. A.; ROSA, G. S.; PINTO, L. A. A. Isotermas de Equilíbrio para Quitina: Determinação do Calor de Dessorção. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas/SP, v. 10, n. 3, p. 212-219, 2007.

NASCIMENTO, W. M.; SILVA, J. B. C.; MARTON, L. Qualidade fisiológica de sementes peletizadas de tomate durante o armazenamento. **Informativo ABRATES**, v. 3, n. 3, p. 47, Jun 1993.

NELLIST, M. E.; HUGUES, M. Physical and biological processes in the drying of seed. **Seed Science and Technology**, Zürich, v. 1, n. 3 p. 613-643, 1973.

OBERLAENDER, E. R. **Fenologia de *Senna macranthera* (Collad.) Irwin & Barneby e *Senna multijuga* (Rich.) Irwin & Barneby no Parque Nacional da Serra dos Órgãos e na área urbana de Teresópolis – RJ**. 2006. 41 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Ambientais e Florestais) – Instituto de Florestas, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica/RJ, 2006.

OGINO, F. L.; ZHANG, L.; MAHASHI, Y. Minimum rate of spouting and peak pressure-drop in a spouted bed. **Chemical Engineer of Japan**, v. 33, p. 265-272, 1993.

OLIVEIRA, D. M. T. Morfologia comparada de plântulas e plantas jovens de leguminosas arbóreas nativas: espécies de Phaseoleae, Sophoreae, Swartzieae e Tephrosieae. **Revista Brasileira de Botânica**, São Paulo/SP, v. 24, n. 1, p. 85-97, Mar. 2001.

OLIVEIRA, J. A.; PEREIRA, C. E.; GUIMARAES, R. M.; VIEIRA, A. R.; SILVA, J. B. C. Desempenho de sementes de pimentão revestidas com diferentes materiais. **Revista Brasileira de sementes**, v. 25, n. 2, p. 36-47, Dec. 2003.

OLIVEIRA, W. P.; FREIRE, J. T.; COURY, J. R. Analysis of particle by spouted bed process. **International Journal of pharmaceutics**, v. 158, p. 1-9, 1997.

PALLAI, I.; NEMETH, J. Analysis of flow forms in a spouted bed apparatus by the so-called phase diagram. In **International Congress Chemical Engineer (CHISA)**, 3, 1969, Prague: Czechoslovak Society for Industrial Chemistry, 1969, v. 3, n. C.2.4.

PARK, K. J., NOGUEIRA, R. I. Modelos para ajuste de isotermas de sorção de alimentos. **Engenharia Rural**, v. 3, n. 1, p. 180-186, 1992.

PAVARINI, P. J.; COURY, J. R. Granulation of an insoluble powder in a spouted bed. **Powder Technology**, Holanda, v. 53, n. 3, p. 97-103. 1987.

PELEG, M. Assessment of a semi-empirical four parameter general model for sigmoid moisture sorption isotherms. **Journal of Food Processing Engineering**, Connecticut-USA, v. 16, n. 1, p. 21-37, 1993.

PENA, R. S.; MENDONÇA, N. B. Secagem em camada delgada da fibra residual do maracujá. **Boletim CEPPA** (Centro de Pesquisa e Processamento de Alimentos), Curitiba/PR, v. 27, n. 2, 2009.

PEREIRA, C. E.; OLIVEIRA, J. A.; GUIMARÃES, R. M.; VIEIRA, A. R.; SILVA, J. B. C. Condicionamento fisiológico e revestimento de sementes de pimentão. **Revista Ciência Agronômica**, v. 36, n. 1, p. 74-81. 2005.

PERES, W.B. **Desenvolvimento e avaliação de equipamento destinado ao recobrimento de sementes**. 2001. 86 f. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Sementes) – Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas/RS, 2001.

PICELLI, R. M.; ARRIECHE, L. S.; SARTORI, D. J. M. Umidade de equilíbrio de sementes pioneiras: isotermas de dessorção e adsorção para *Cecropia glaziovii* Sneath. **VIII Congresso Brasileiro de Engenharia Química em Iniciação Científica**, Uberlândia/MG, 2009.

PINTO, A. M.; INOUE, M. T.; NOGUEIRA, A. C. Conservação e vigor de sementes de pau-de-balsa (*Ochroma pyramidale*). **Acta Amazônica**, v. 34, n. 2, p. 233-236, 2004.

- POPINIGIS, F. **Fisiologia da semente**. Ministério da Agricultura, Brasília, 2ª Ed, 1985. 289 p.
- PORPINO, K. K. P. **Biossorção de desvio (II) por casca de caranguejo *Ucides cordatus***. 2009. 89 f. Dissertação (Mestrado em Química) - Centro de Ciências Exatas e da Natureza da Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa/PB, 2009.
- PORTER, S. C.; HOGAN, J. E. Tablet film-coating. **Pharmaceutic International**, v. 5, n. 5, p. 122-127, 1984.
- RHODES, M. J. **Principles of powder technology**. Edited by RHODES, M. J. Bradford, UK, 1990. 439 p.
- RIO GRANDE DO SUL. Secretaria da Agricultura e Abastecimento. Departamento de Produção Vegetal. **Normas e padrões de produção de sementes para o Estado do Rio Grande do Sul**. Comissão Estadual de Sementes e Mudas - CESM do Estado do Rio Grande do Sul. Porto Alegre. 4ª Ed., 2000. 160 p.
- ROBERTS, E. H. Predicting the storage life of seeds. **Seed Science and Technology**, Zurich, v. 1, p. 499-514, 1973.
- ROCHA, A. P. T. **Estudo do processo de recobrimento contínuo de extratos fitoterápicos secos em leito de jorro**. 2006. 149 f. Tese (Doutorado em Desenvolvimento de Processos) - Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, Campina Grande/PB, 2006.
- ROOS, E. E.; MOORE, F. D. Effect of seeds coating on performance of lettuce seeds in greenhouse soil tests. **Journal of the American Society for Horticultural Science**, Alexandria, v. 100, n. 5, p. 573-576, 1975.
- ROSA, G. S.; ROCHA, S. C. S. Estudo do recobrimento de uréia para minimizar as perdas de nitrogênio por volatilização. XVIII Congresso Brasileiro de Engenharia Química - **COBEQ 2010**. Trabalho completo disponível em CD ROM. Foz do Iguaçu, Paraná, Brasil. p. 2822-2831, 2010.
- SACANDÉ, M.; JØKER, D.; DULLOO, M. E.; THOMSEN, K.A. **Comparative storage biology of tropical tree seeds**. Rome: IPGRI, 2004. 363 p.
- SAMPAIO, G. T.; SAMPAIO, N. V. Recobrimento de sementes. **Informativo ABRATES**. Londrina, v. 4, n. 3, p. 20-52, 1994.
- SAN JOSE, M. J.; OLAZAR, M.; AGUADO, R. E.; BILBAO, J. Influence of the conical section geometry on the hydrodynamics of shallow spouted. **Chemical Engineer Journal**, v. 62, p. 113-120, 1996.
- SANTARÉM, E. R.; AQUILA, M. E. A. Influência de métodos de superação de dormência e do armazenamento na germinação de sementes de *Senna macranthera* (colladon) Irwin & barneby (leguminosae). **Revista Brasileira de Sementes**, v. 17, n. 2, p. 205-209, 1995.

SANTOS, P. E. C.; SILVA, J. B. C.; NASCIMENTO, W. M. Avaliação de materiais para peletização de sementes de alface. **Horticultura Brasileira**, v. 18, Suplemento Julho, p. 1036-1037, 2000.

SHAFIEE, S.; MODARES MOTLAGH, A.; MINAEI, S. Moisture dependent physical properties of fennel seeds. **African Journal of Agricultural Research**. v. 5(17), p. 2315-2320, 2010.

SHIRLEY, A. R.; MELINE, R. S. Sulfur-coated urea from a 1-ton-per-hour pilot plant. **Adv. Chem. Ser.** (New Uses Sulfur, Symp., 1974), v.140, p. 33-45, 1975.

SILVA, J. B. C.; NAKAGAWA, J. Confecção e avaliação de péletes de sementes de alface. **Horticultura Brasileira**. v. 16, n. 2, p. 151-158, nov. 1998.

SILVA, J. B. C.; SANTOS, P. E. C.; NASCIMENTO, W. M. Desempenho de sementes peletizadas de alface em função do material cimentante e da temperatura de secagem dos péletes. **Horticultura Brasileira**, Brasília/DF, v. 20, n. 1, p. 67-70, p. 335-341, 2002.

SILVA, F. **Avaliação do teor e da composição química do óleo essencial de plantas medicinais submetidas a processos de secagem e armazenamento**. 2005. 168 f. Tese (Doutorado em Tecnologia Pós-colheita) - Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas/SP, 2005.

SILVA, F.; PARK, K. J.; MAGALHÃES, P. M. Isotermas de dessorção de *Calendula officinalis* L.: determinação experimental e modelagem matemática. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, Botucatu, v. 9, n. 1, p. 21-28, 2007.

SILVA, L. M. M.; AGUIAR, I. B.; MORAIS, D. L.; VIÉGAS, R. A. Estresse hídrico e condicionamento osmótico na qualidade fisiológica de sementes de faveleira *Cnidocolus juercifolius*. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**. Campina Grande/PB, v. 9, n. 1, p. 66-72, Jan/Mar 2005.

SILVA, R. Z. M. **Avaliação de condições de armazenamento na deterioração da qualidade de fatias de cebolas desidratadas**. 1986. 129 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos). Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas/SP, 1985.

SILVA, S. M.; LEMOS, J. C. **Plantas medicinais de uso da população do assentamento de reforma agrária Ezequias dos reis**. Parte do Programa de Apoio Científico e Tecnológico aos Assentamentos da Reforma Agrária – PACTO – MG/Triângulo Mineiro. Disponível em: <<http://www.simposioreformaagraria.propp.ufu.br/trabalhos/grupo2/1.doc>>. Acesso em 17/10/2008.

SMITH, S. E. The sorption of water vapour by high polymers. **Journal of the American Chemical Society**, v. 69, n. 3, p. 646, 1947.

SPIESS, W. E. L.; WOLF, W. Critical evaluation of methods to determine moisture sorption isotherms. In.: ROCKLAND, L. B.; BEAUCHAT, L. R. **Water activity: theory and applications to food**. New York: Marcel Dekker, Inc., cap. 10, p. 215-233, 1987.

TANADA-PALMU, P. S.; PROENÇA, P. de S. P.; TRANI, P. E.; PASSOS, F. A.; GROSSO, C. R. F. Recobrimento de sementes de brócolos e salsa com coberturas e filmes biodegradáveis. **Bragantia**, Campinas/SP, v. 64, n. 2, p. 291-297, 2005.

TAKEUCHI, S.; WANG, S.; RHODES, M. Discrete element method simulation of three-dimensional conical-base spouted beds. **Powder Technology**, v. 184, Issue 2, p. 141-150, 16 May 2008.

TISSERAND, C.; CALVET, R.; PATRY, S.; GALET, L.; DODDS, J. A. Comparison of two techniques for the surface analysis of alumina ( $Al_2O_3$ ): Inverse Gas Chromatography at Finite Concentration (IGC-FC) and Dynamic Vapor Sorption (DVS). **Powder Technology**, v. 190, Issue 1-2, p. 53-58, 2009.

TOLABA, M. P.; PELTZER, M.; ENRIQUEZ, N.; POLLIO, M. L. Grain sorption equilibria of quinoa grains. **Journal of Food Engineering**, v. 61, p. 365-371, 2004.

UEMAKI, O. YAMADA, R. KUGO, M. Particle segregation in a spouted bed of binary mixture. **Can. J. Chem. Eng.**, v. 61, p. 303-307, 1993.

USBERTI, R. Determinação do potencial de armazenamento de lotes de sementes de *Brachiaria decumbens* através do teste de envelhecimento acelerado. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 25, p. 691-699, 1990.

USBERTI, R. Teste de envelhecimento acelerado em sementes de capim-colonião. **Revista Brasileira de Sementes**, v. 4, p. 23-30, 1982.

VEGA-GÁLVEZ, A.; PALACIOS, M.; LEMUS-MONDACA, R. Moisture sorption isotherms and isosteric heat determination in chilean papaya (*Vasconcellea pubescens*). **Química Nova**, Vol. 31, No. 6, 1417-1421, 2008.

VIEIRA, H. D.; SILVA, R. F.; BARROS, R. S. Efeito de diferentes temperaturas sobre a dormência fisiológica de sementes de braquiarião (*Brachiaria brizantha* (Hochst.ex R.Rich.) Stapf). **Revista Brasileira de Sementes**, v. 20, p. 322-326, 1998.

VIEIRA, R. D.; CARVALHO, N. M. **Testes de vigor em sementes**. FUNEP, Fundação de Estudos e Pesquisas em Agronomia, Medicina Veterinária e Zootecnia. Jaboticabal, 1994. 164 p.

VILLIERS, T. A. Seed moisture and storage. **Seed Science and Technology**, Zurich, v. 6, p. 993-996, 1978.

WEISS, P. J.; MEISEN, A. Laboratory Studies on Sulphur-Coating Urea by Spouted Bed Process. The Canadian **Journal of Chemical Engineering**, v. 61, p. 440-447, 1983.

WIELEWICKI, A. P.; LEONHARDT, C.; SCHLINDWEIN, G.; MEDEIROS, A.C.S. Proposta de padrões de germinação e teor de água para sementes de algumas espécies florestais presentes na região sul do Brasil. **Revista Brasileira de Sementes**, v. 28, n. 3, p. 191-197, 2006.

WOUTERS, I. M. F.; GELDART, D. Characterizing semi-cohesive powders using angle of repose. **Part. Part. Syst. Charact.**, 13, pp. 254-259, 1996.

YALÇIN, I.; ÖZARSLAN, C.; AKBAS, T. Physical properties of pea (*Pisum sativum*) seed. **Journal of Food Engineering**. v. 79, p. 731-735, 2007.

YOKOGAWA, A.; ISAKA, M. Pressure drop and distribution of static pressure in the spouted bed. **Hitachi Zosen Giho**, v. 32, p. 47-53, 1971.

## VIII – ANEXOS

### 8.1. ANEXO I - Tolerâncias máximas admitidas entre os resultados de um mesmo lote.

Média de Germinação (%)		4 x 100 (Sementes)		3 x 100 (Sementes)	
		Probabilidade (%)		Probabilidade (%)	
(51 - 99)	(menor que 51)	2,5	1	2,5	1
A	B	C	D	E	F
99	2	5	5	4	5
98	3	6	7	5	6
97	4	7	8	6	7
96	5	8	9	7	8
95	6	9	10	8	9
94	7	10	11	9	10
93	8	10	11	9	11
92	9	11	12	10	11
91	10	11	13	10	12
90	11	12	13	11	12
89	12	12	14	11	13
88	13	13	14	12	13
87	14	13	15	12	14
86	15	14	15	13	14
85	16	14	16	13	15
84	17	14	16	13	15
83	18	15	16	14	15
82	19	15	17	14	16
81	20	15	17	14	16
80	21	16	17	15	16
79	22	16	18	15	17
78	23	16	18	15	17
77	24	17	18	15	17
76	25	17	19	16	17
75	26	17	19	16	18
74	27	17	19	16	18
73	28	17	19	16	18
72	29	18	20	16	18
71	30	18	20	16	18
70	31	18	20	17	19
69	32	18	20	17	19
68	33	18	20	17	19
67	34	18	20	17	19
66	35	19	21	17	19
65	36	19	21	17	19
64	37	19	21	17	20
63	38	19	21	18	20
62	39	19	21	18	20
61	40	19	21	18	20
60	41	19	21	18	20
59	42	19	21	18	20
58	43	19	21	18	20
57	44	19	22	18	20
56	45	19	22	18	20
55	46	20	22	18	20
54	47	20	22	18	20
53	48	20	22	18	20
52	49	20	22	18	20
51	50	20	22	18	20

Fonte: Regras para Análise de Sementes, Cap. 18 - Tolerâncias, Tabela 18.9, pág. 383 (BRASIL, 2009)

## 8.2. ANEXO II - Tabelas ANOVA para a germinação das sementes *in natura*, recobertas e escarificadas

ANOVA - Germinação das sementes *in natura* no período de 380 dias

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	488,909	10	48,8909	3,35	0,0042
Dentro dos grupos	482,0	33	14,6061		
Total	970,909	43			

ANOVA - Germinação das sementes recobertas no período de 380 dias

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	463,636	10	46,3636	1,43	0,2102
Dentro dos grupos	1069,0	33	32,3939		
Total	1532,64	43			

ANOVA - Germinação das sementes escarificadas no período de 380 dias

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	612,545	10	61,2545	3,52	0,0030
Dentro dos grupos	574,0	33	17,3939		
Total	1186,55	43			

**8.3. ANEXO III - Tabelas ANOVA comparando a germinação das sementes recobertas e escarificadas em cada período do armazenamento**

**Tempo 0**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	180,5	1	180,5	10,51	0,0176
Dentro dos grupos	103,0	6	17,1667		
Total	283,5	7			

**Tempo 30 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	392,0	1	392,0	36,75	0,0009
Dentro dos grupos	64,0	6	10,6667		
Total	456,0	7			

**Tempo 70 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	220,5	1	220,5	9,00	0,0240
Dentro dos grupos	147,0	6	24,5		
Total	637,5	7			

**Tempo 100 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	180,5	1	180,5	8,80	0,0250
Dentro dos grupos	123,0	6	20,5		
Total	303,5	7			

**Tempo 140 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	180,5	1	180,5	5,67	0,0547
Dentro dos grupos	191,0	6	31,8333		
Total	371,5	7			

**Tempo 170 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	648,0	1	648,0	17,36	0,0059
Dentro dos grupos	224,0	6	37,3333		
Total	872,0	7			

**Tempo 210 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	2,0	1	2,0	0,10	0,7681
Dentro dos grupos	126,0	6	21,0		
Total	128,0	7			

**Tempo 240 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	338,0	1	338,0	13,70	0,0101
Dentro dos grupos	148,0	6	24,6667		
Total	486,0	7			

**Tempo 280 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	24,5	1	24,5	1,00	0,3559
Dentro dos grupos	147,0	6	24,5		
Total	171,5	7			

**Tempo 350 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	0,0	1	0,0	0,00	1,0000
Dentro dos grupos	232,0	6	38,6667		
Total	232,0	7			

**Tempo 380 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	84,5	1	84,5	2,60	0,1580
Dentro dos grupos	195,0	6	32,5		
Total	279,5	7			

#### 8.4. ANEXO IV - Tabelas ANOVA para o vigor das sementes *in natura*, recobertas e escarificadas

ANOVA - Vigor das sementes *in natura* no período de 380 dias

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	348,182	10	34,8182	2,72	0,0149
Dentro dos grupos	423,0	33	12,8182		
Total	771,182	43			

ANOVA - Vigor das sementes recobertas no período de 380 dias

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	2365,64	10	236,564	7,24	0,0000
Dentro dos grupos	1079,0	33	32,697		
Total	3444,64	43			

ANOVA - Vigor das sementes escarificadas no período de 380 dias

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	1794,0	9	199,333	5,39	0,0002
Dentro dos grupos	1110,0	30	37,0		
Total	2904,0	39			

**8.5. ANEXO V - Tabelas ANOVA comparando o vigor das sementes recobertas e escarificadas em cada período do armazenamento**

**Tempo 0**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	128,0	1	128,0	4,04	0,0911
Dentro dos grupos	190,0	6	31,6667		
Total	318,0	7			

**Tempo 30 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	18,0	1	18,0	0,69	0,4372
Dentro dos grupos	156,0	6	26,0		
Total	174,0	7			

**Tempo 70 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	60,5	1	60,5	0,70	0,4333
Dentro dos grupos	515,0	6	85,8333		
Total	575,5	7			

**Tempo 100 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	0,5	1	0,5	0,02	0,9001
Dentro dos grupos	175,0	6	29,1667		
Total	175,5	7			

**Tempo 140 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	128,0	1	128,0	2,84	0,1427
Dentro dos grupos	270,	6	45,0		
Total	398,0	7			

**Tempo 170 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	1152,0	1	1152,0	18,89	0,0048
Dentro dos grupos	366,0	6	61,0		
Total	1518,0	7			

**Tempo 210 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	450,0	1	450,0	9,44	0,0219
Dentro dos grupos	286,0	6	47,6667		
Total	736,0	7			

**Tempo 240 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	242,0	1	242,0	7,64	0,0327
Dentro dos grupos	190,0	6	31,6667		
Total	432,0	7			

**Tempo 280 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	450,0	1	450,0	17,09	0,0061
Dentro dos grupos	158,0	6	26,3333		
Total	608,0	7			

**Tempo 350 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	-	1	-	-	-
Dentro dos grupos	-	6	-		
Total	-	7			

**Tempo 380 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	144,5	1	144,5	3,40	0,1148
Dentro dos grupos	255,0	6	42,5		
Total	399,5	7			

**8.6. ANEXO VI - Tabelas ANOVA comparando a germinação e o vigor das sementes *in natura* em cada período do armazenamento**

**Tempo 0**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	12,5	1	12,5	1,36	0,2872
Dentro dos grupos	55,0	6	9,16667		
Total	67,5	7			

**Tempo 30 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	72,0	1	72,0	4,24	0,0853
Dentro dos grupos	102,0	6	17,0		
Total	174,0	7			

**Tempo 70 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	162,0	1	162,0	9,72	0,0206
Dentro dos grupos	100,0	6	16,6667		
Total	262,0	7			

**Tempo 100 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	0,5	1	0,5	0,20	0,6704
Dentro dos grupos	15,0	6	2,5		
Total	15,5	7			

**Tempo 140 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	4,5	1	4,5	0,63	0,4583
Dentro dos grupos	43,0	6	7,16667		
Total	47,5	7			

**Tempo 170 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	50,0	1	50,0	2,78	0,1466
Dentro dos grupos	108,0	6	18,0		
Total	158,0	7			

### Tempo 210 dias

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	24,5	1	24,5	1,62	0,2508
Dentro dos grupos	91,0	6	15,1667		
Total	115,5	7			

### Tempo 240 dias

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	12,5	1	12,5	0,90	0,3785
Dentro dos grupos	83,0	6	13,8333		
Total	95,5	7			

### Tempo 280 dias

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	128,0	1	128,0	8,73	0,0255
Dentro dos grupos	88,0	6	14,6667		
Total	216,0	7			

### Tempo 350 dias

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	32,0	1	32,0	3,10	0,1289
Dentro dos grupos	62,0	6	10,3333		
Total	94,0	7			

### Tempo 380 dias

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	72,0	1	72,0	2,73	0,1493
Dentro dos grupos	158,0	6	26,3333		
Total	230,0	7			

**8.7. ANEXO VII - Tabelas ANOVA comparando a germinação e o vigor das sementes escarificadas em cada período do armazenamento**

**Tempo 0**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	1352,0	1	1352,0	213,47	0,0000
Dentro dos grupos	38,0	6	6,33333		
Total	1390,0	7			

**Tempo 30 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	392,0	1	392,0	29,40	0,0016
Dentro dos grupos	80,0	6	13,3333		
Total	472,0	7			

**Tempo 70 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	112,5	1	112,5	5,00	0,0667
Dentro dos grupos	135,0	6	22,5		
Total	247,5	7			

**Tempo 100 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	1200,5	1	1200,5	75,82	0,0001
Dentro dos grupos	95,0	6	15,8333		
Total	1295,5	7			

**Tempo 140 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	800,0	1	800,0	33,80	0,0011
Dentro dos grupos	142,0	6	23,6667		
Total	942,0	7			

**Tempo 170 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	312,5	1	312,5	5,40	0,0591
Dentro dos grupos	347,0	6	57,8333		
Total	659,5	7			

**Tempo 210 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	8,0	1	8,0	0,32	0,5921
Dentro dos grupos	150,0	6	25,0		
Total	158,0	7			

**Tempo 240 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	1512,5	1	1512,5	55,67	0,0003
Dentro dos grupos	163,0	6	27,1667		
Total	1675,5	7			

**Tempo 280 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	98,0	1	98,0	2,24	0,1848
Dentro dos grupos	262,0	6	43,6667		
Total	360,0	7			

**Tempo 350 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	-	1	-	-	-
Dentro dos grupos	-	6	-		
Total	-	7			

**Tempo 380 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	578,0	1	578,0	14,69	0,0086
Dentro dos grupos	236,0	6	39,3333		
Total	814,0	7			

**8.8. ANEXO VIII - Tabelas ANOVA comparando a germinação e o vigor das sementes recobertas em cada período do armazenamento**

**Tempo 0**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	144,5	1	144,5	3,40	0,1148
Dentro dos grupos	255,0	6	42,5		
Total	399,5	7			

**Tempo 30 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	18,0	1	18,0	0,77	0,4136
Dentro dos grupos	140,0	6	23,3333		
Total	158,0	7			

**Tempo 70 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	128,0	1	128,0	6,40	0,0447
Dentro dos grupos	120,0	6	20,0		
Total	248,0	7			

**Tempo 100 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	420,5	1	420,5	12,43	0,0124
Dentro dos grupos	203,0	6	33,8333		
Total	623,5	7			

**Tempo 140 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	684,5	1	684,5	12,87	0,0115
Dentro dos grupos	319,0	6	53,1667		
Total	1003,5	7			

**Tempo 170 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	684,5	1	684,5	16,90	0,0063
Dentro dos grupos	243,0	6	40,5		
Total	927,5	7			

**Tempo 210 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	512,0	1	512,0	11,73	0,0141
Dentro dos grupos	262,0	6	43,6667		
Total	774,0	7			

**Tempo 240 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	1300,5	1	1300,5	44,59	0,00005
Dentro dos grupos	175,0	6	29,1667		
Total	1475,5	7			

**Tempo 280 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	684,5	1	684,5	95,51	0,0001
Dentro dos grupos	43,0	6	7,16667		
Total	727,5	7			

**Tempo 350 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	840,5	1	840,5	20,09	0,0042
Dentro dos grupos	251,0	6	41,8333		
Total	1091,5	7			

**Tempo 380 dias**

Varição	Soma dos quadrados	Grau de liberdade	Média dos quadrados	F observado	Valor de P
Entre os grupos	722,0	1	722,0	20,24	0,0041
Dentro dos grupos	214,0	6	35,6667		
Total	936,0	7			