

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS**

**FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA**

**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO**

**ENGENHARIA DE PROCESSOS**

**INFLUÊNCIA DA ADESÃO PARTÍCULA-SUSPENSÃO DURANTE O  
PROCESSO DE RECOBRIMENTO EM LEITO DE JORRO COM ATOMIZAÇÃO  
NA BASE**

Autora: Aline Maria Manrique Marques

Orientadora: Profa. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha

Co-Orientadora: Marta Wilk Donida

Dissertação de Mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Química como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Campinas - São Paulo  
Março de 2007

UNIDADE BC  
Nº CHAMADA:  
T/UNICAMP  
M348i  
V. \_\_\_\_\_ Ed. \_\_\_\_\_  
TOMBO BC/ 73163  
PROC. 16.145-07  
C  D   
PREÇO 11,00  
DATA 04/07/07  
BIB-ID 415391

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

M348i

Marques, Aline Maria Manrique

Influência da adesão partícula-suspensão durante o processo de recobrimento em leito de jorro com atomização na base / Aline Maria Manrique Marques.--Campinas, SP: [s.n.], 2007.

Orientadores: Sandra Cristina dos Santos Rocha, Marta Wilk Donida

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química.

1. Adesão – Química de superfície. 2. Revestimentos. 3. Processo de leito de jorro. 4. Suspensão (Química). 5. Polímeros solúveis em água. 6. Secagem. I. Rocha, Sandra Cristina dos Santos. II. Donida, Marta Wilk. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Química. IV. Título.

Título em Inglês: The influence of adhesion with the particle-suspension during the coating process in a spouted bed with bottom-spray

Palavras-chave em Inglês: Wettability, Surface energy, Contact angle, Surface tension, Adhesion, Coating, Drying

Área de concentração: Engenharia de Processos

Titulação: Mestre em Engenharia Química

Banca examinadora: Alexandre Pedro de Freitas e Carlos Alberto Severo Felipe

Data da defesa: 26/02/2007

Programa de Pós-Graduação: Engenharia Química

Dissertação de Mestrado defendida por Aline Maria Manrique Marques e aprovada em 26 de fevereiro de 2007 pela banca examinadora constituída pelos doutores:



\_\_\_\_\_  
Prof.ª. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha (FEQ/UNICAMP) - Orientadora



\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Luis Alexandre Pedro de Freitas (FCFRP/USP)



\_\_\_\_\_  
Prof. Dr. Carlos Alberto Severo Felipe (Faculdade de Ciências Agrárias/UEG).

2007 21646

Este exemplar corresponde a versão definitiva da dissertação de mestrado defendida por  
Aline Maria Manrique Marques em 26 de fevereiro de 2007.



---

Profª. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha

Dedico esta tese a meus pais,  
Edmilson e Vera, que sempre me deram  
apoio irrestrito, incentivando-me  
sempre a seguir em frente.

Dedico esta tese a meus pais,  
Edmilson e Vera, que sempre me deram  
apoio irrestrito, incentivando-me  
sempre a seguir em frente.

## AGRADECIMENTOS

Por guiar meus passos hoje e sempre, agradeço a Deus.

Professora Sandra Cristina dos Santos Rocha, minha orientadora no desenvolvimento deste trabalho, agradeço pela oportunidade que tanto contribuiu para o meu crescimento profissional.

Dr<sup>a</sup>. Marta Wilk Donida, minha co-orientadora, que esteve presente em todas as etapas deste estudo, agradeço por sua total dedicação, compreensão e amizade que sempre me ofereceu.

Sr. Levi e Sr. Alexandre, os técnicos, agradeço pela dedicação e profissionalismo que demonstraram no decorrer deste estudo.

Roberto, Dener, Bárbara, César, Melissa, Vicente e Flávio, companheiros de laboratório, agradeço pelo companheirismo e pela troca de experiências.

Marina, Sebastião e Manoel, estes amigos tão especiais, agradeço por me apoiarem na conquista deste marco.

Thiago e Ana, meu namorado e sua mãe, agradeço porque foram importantes parceiros neste aprendizado.

Márcia, minha madrinha, agradeço por ser um exemplo constante para mim.

Cibele e Aloísio, meus tios, agradeço por me acolherem e me ajudarem em todos os momentos de dificuldades.

Oswaldo e Lygia, meu avô e avó paternos, pela presença marcante na minha vida.

Bruno, meu irmão, que conviveu comigo durante esta fase, auxiliando-me para que não desanimasse diante das dificuldades.

Edmilson e Vera, meus pais, agradeço vocês pelo amor, carinho e educação que me deram e, principalmente, por terem investido na minha formação.

Todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a finalização desta tese.

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS</b> .....	vi
<b>LISTA DE TABELAS</b> .....	x
<b>NOMENCLATURA</b> .....	xi
<b>CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO</b> .....	1
<b>CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	4
2.1 – RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS .....	4
2.2 – TIPOS DE RECOBRIMENTO .....	4
2.2.1 – Recobrimento com Suspensões Aquosas à Base de Açúcar .....	5
2.2.2 – Recobrimento por Película .....	5
2.2.3 – Recobrimento à Base da Solidificação de Materiais Fundidos .....	6
2.3 – CLASSIFICAÇÃO DO RECOBRIMENTO .....	6
2.4 – LEITO DE JORRO .....	7
2.5 – RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS EM LEITO DE JORRO .....	9
2.5.1 – Posição do Atomizador em Relação ao Leito de Partículas .....	12
2.6 – MECANISMO DE ADESÃO E O PROCESSO DE RECOBRIMENTO ....	15
2.6.1 – Adesão e o Processo de Recobrimento .....	15
2.6.2 – Ângulo de Contato .....	16
2.6.3 – Energia de superfície do sólido .....	19
<b>CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	21
3.1 – PARTÍCULAS .....	21
3.1.2 – Caracterização das Partículas .....	21
3.1.2.1 – Diâmetro Médio .....	21
3.1.2.2 – Esfericidade .....	22
3.1.2.3 – Densidade Aparente das Partículas .....	22
3.1.2.4 – Densidade Real das Partículas .....	23
3.1.2.5 – Densidade <i>Bulk</i> .....	23
3.1.2.6 – Porosidade .....	23
3.1.2.7 – Ângulo de Repouso .....	24
3.1.2.8 – Escoabilidade .....	24
3.1.2.9 - Energia Superficial do Sólido .....	24
3.2 – SUSPENSÕES DE RECOBRIMENTO .....	24
3.2.1 – Caracterização das Suspensões .....	25
3.2.1.1 – Densidade .....	26
3.2.1.2 – Tensão Superficial .....	26
3.2.1.3 – Reologia .....	26
3.2.1.4 – Concentração dos Sólidos .....	28
3.2.1.5 – Ângulo de Contato .....	28
3.3 – SISTEMA EXPERIMENTAL .....	29
3.3.1 – Equipamentos Periféricos .....	30
3.3.2 – Vazão de Ar .....	31
3.4 – MÉTODOS EXPERIMENTAIS .....	31
3.4.1 – Estudo Fluidodinâmico a Seco das Partículas .....	31
3.4.2 – Ensaios de Recobrimento .....	32
3.4.3 – Velocidade de Circulação dos Sólidos .....	33
3.4.4 – Determinação do Crescimento das Partículas, da Eficiência e da Massa de Sólidos Coletados durante o Recobrimento .....	33

3.4.5 – Determinação da Retenção média de Sólidos na Partícula e da Eficiência de Coleta de Pó durante o Processo de Secagem da Suspensão .....	34
3.4.6 – Análise em Microscópio Óptico .....	35
<b>CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>36</b>
4.1 – CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS INERTES .....	36
4.2 – CARACTERIZAÇÃO DAS SUSPENSÕES .....	37
4.2.1 – Caracterização da Molhabilidade das Partículas pelas Suspensões.....	40
4.3 – ESTUDO FLUIDODINÂMICO A SECO .....	42
4.4 – ESTUDO FLUIDODINÂMICO DOS PROCESSOS DE RECOBRIMENTO E SECAGEM .....	55
4.4.1 – Análise da Fluidodinâmica dos Processos.....	56
4.4.1.1- Processo de Recobrimento .....	56
4.4.1.2 – Processo de Secagem .....	61
4.5 – CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS APÓS O PROCESSO .....	65
4.6 – AVALIAÇÃO DOS PROCESSOS .....	68
4.6.1 – Processo de Recobrimento .....	68
4.6.2 – Processo de Secagem .....	71
4.7 – CORRELAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DAS PARTICULAS E SUSPENSÕES COM O DESEMPENHO DO PROCESSO EM LEITO DE JORRO .....	72
4.8 – COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS DESTE TRABALHO COM OS DE DONIDA (2004) OBTIDOS COM ATOMIZAÇÃO NO TOPO DO LEITO.	75
4.9 – ANÁLISE MICROSCÓPICA DAS PARTÍCULAS .....	78
<b>CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES .....</b>	<b>83</b>
<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>86</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>87</b>

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Comportamento de liberação do principio ativo (KLEINBACH e RIEDE , 1995).....	7
Figura 2.2 – Esquema de um leito de jorro (MATHUR e EPSTEIN, 1974).....	8
Figura 2.3 – Mecanismo de crescimento das partículas por formação de camadas (KADAM, 1991) .....	16
Figura 2.4 – Ângulo de contato do sistema sólido-líquido-gás.....	16
Figura 2.5 - Gráfico gerado a partir da equação de Young que correlaciona a tensão superficial do líquido com o ângulo de contato para obtenção da energia superficial do sólido (NEUMANN E KWOK, 1999).....	20
Figura 3.1 – Esquema de reômetro capilar .....	27
Figura 3.2 – Esquema de um goniômetro (Cole Parmer Inc. USA) .....	29
Figura 3.3 – Esquema do sistema experimental .....	29
Figura 4.1 – Curva pseudoreológica da suspensão 1 .....	38
Figura 4.2 – Curva pseudoreológica da suspensão 2 .....	39
Figura 4.3 – Curva 3 pseudoreológica da suspensão (rosa).....	39
Figura 4.4 – Comparação do ângulo de contato dos materiais com as suspensões 1,2 e 3 .....	41
Figura 4.5 – Curva fluidodinâmica das partículas de vidro, com carga de 4,1 Kg.....	43
Figura 4.6 – Curva fluidodinâmica partículas de abs®, com carga de 1,7 Kg.....	44
Figura 4.7 – Curva fluidodinâmica partículas de pp, com carga de 1,4 Kg.....	44
Figura 4.8 – Curva fluidodinâmica partículas de ps, com carga de 1,7 Kg.....	44
Figura 4.9 – Curva de queda de pressão versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de vidro.....	45
Figura 4.10 – Curva de altura do ângulo versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de vidro.....	46
Figura 4.11 – Curva da altura da fonte versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de vidro .....	46
Figura 4.12 – Curva de altura do leito versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de vidro .....	47
Figura 4.13 – Curva de queda de pressão versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de ABS®.....	47
Figura 4.14 – Curva de altura do ângulo versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de ABS®.....	48

Figura 4.15 – Curva da altura da fonte versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de ABS®.....	48
Figura 4.16 – Curva de altura do leito versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de ABS®.....	49
Figura 4.17 – Curva de queda de pressão versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de PP.....	49
Figura 4.18 – Curva de altura do ângulo versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de PP.....	50
Figura 4.19 – Curva da altura da fonte versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de PP.....	50
Figura 4.20 – Curva de altura do leito versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de PP.....	51
Figura 4.21 – Curva de queda de pressão versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de PS.....	51
Figura 4.22 – Curva de altura do ângulo versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de PS.....	52
Figura 4.23 – Curva da altura da fonte versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de PS.....	52
Figura 4.24 – Curva de altura do leito versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de PS.....	53
Figura 4.25 – Vazão de ar de jorro durante o recobrimento do vidro com as suspensões 1,2 e 3 .....	57
Figura 4.26 – Vazão de ar de jorro durante o recobrimento do ABS® com as suspensões 1,2 e 3 .....	57
Figura 4.27 – Queda de pressão no leito durante o recobrimento do vidro com as suspensões 1, 2 e 3 .....	58
Figura 4.28 – Queda de pressão no leito durante o recobrimento do ABS® com as suspensões 1, 2 e 3 .....	58
Figura 4.29 – Velocidade de circulação das partículas durante o recobrimento do vidro com as suspensões 1,2 e 3.....	59
Figura 4.30 – Velocidade de circulação das partículas durante o recobrimento do ABS® com as suspensões 1,2 e 3.....	59
Figura 4.31 – Altura do leito durante o recobrimento do vidro com as suspensões 1,2 e 3 .....	60
Figura 4.32 – Altura do leito durante o recobrimento do ABS® com as suspensões 1,2 e 3 .....	60
Figura 4.33 – Vazão de ar de jorro durante a secagem das suspensões com partículas de PP .....	61

Figura 4.34 – Vazão de ar de jorro durante a secagem das suspensões com partículas de PS .....	62
Figura 4.35 – Queda de pressão no leito durante a secagem das suspensões com partículas de PP .....	62
Figura 4.36 – Queda de pressão no leito durante a secagem das suspensões com partículas de PS .....	62
Figura 4.37 – Velocidade de circulação das partículas durante a secagem das suspensões com partículas de PP .....	63
Figura 4.38 – Velocidade de circulação das partículas durante a secagem das suspensões com partículas de PS .....	63
Figura 4.39 – Altura do leito durante a secagem com partículas de PP.....	63
Figura 4.40 – Altura do leito durante a secagem com partículas de PS.....	64
Figura 4.41- Ângulo de repouso versus retenção de sólidos na partícula .....	66
Figura 4.42 – Comparação do índice de escoabilidade das partículas com cada uma das suspensões estudadas .....	68
Figura 4.43 – Relação entre os sólidos aderidos na partícula e o ângulo de contato .....	73
Figura 4.44 – Efeito da tensão superficial sobre a porcentagem de sólidos retidos na partícula .....	74
Figura 4.45 – Adesão versus energia superficial do sólido .....	75
Figura 4.46 – Partículas de vidro: (a) inerte; (b) recobertas com a suspensão 1; (c) recobertas com a suspensão 2; (d) recobertas com a suspensão 3 .....	79
Figura 4.47 – Partículas de ABS®: (a) inerte; (b) recobertas com a suspensão 1; (c) recobertas com a suspensão 2; (d) recobertas com a suspensão 3 .....	80
Figura 4.48 – Partículas de PP: (a) inerte; (b) recobertas com a suspensão 1 seca; (c) recobertas com a suspensão 2 seca; (d) recobertas com a suspensão 3 seca.....	81
Figura 4.49 – Partículas de PS: (a) inerte; (b) recobertas com a suspensão 1 seca; (c) recobertas com a suspensão 2 seca; (d) recobertas com a suspensão 3 seca.....	82

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 – Composição das suspensões poliméricas aquosas .....	25
Tabela 4.1 – Caracterização físicas das partículas .....	36
Tabela 4.2 – Características físico-químicas das suspensões .....	37
Tabela 4.3 – Ângulo de contato .....	40
Tabela 4.4 – Trabalho de adesão para as partículas e suspensões utilizadas .....	42
Tabela 4.5 – Carga de leito de partículas para $H_o = 15,5$ cm .....	43
Tabela 4.6 – Parâmetros fluidodinâmicos .....	54
Tabela 4.7 – Influência da pressão de atomização sobre a velocidade de jorro mínimo .....	54
Tabela 4.8 – Condições operacionais dos ensaios de recobrimento .....	55
Tabela 4.9 – Ângulo de repouso das partículas recobertas .....	65
Tabela 4.10 – Índice de escoabilidade das partículas .....	67
Tabela 4.11 – Crescimento das partículas .....	68
Tabela 4.12 – Performace do processo de recobrimento .....	70
Tabela 4.13 – Performace do processo de secagem .....	71
Tabela 4.14 – Comparação dos valores de velocidade de jorro mínimo obtidos neste trabalho e em DONIDA (2004) .....	76
Tabela 4.15 – Comparação do crescimento das partículas .....	77

## RESUMO

O objetivo de estudo deste trabalho consistiu na análise do recobrimento de partículas em leito de jorro com atomização na base do equipamento. Estudou-se o comportamento fluidodinâmico, as propriedades de adesão entre partícula-suspensão, o crescimento da partícula e a eficiência do processo.

Os ensaios foram realizados em equipamento de escala laboratorial e ângulo de base de 60°, sendo utilizados núcleos, como: vidro, ABS®, polipropileno (PP) e poliestireno (PS). Todos foram objeto de análise e classificação quanto à forma, tamanho, esfericidade, densidades absoluta e aparente, porosidade, ângulo de repouso e escoabilidade. Quanto às suspensões, foram utilizadas as poliméricas aquosas, tendo como polímero base o hidroxietilcelulose (HEC), caracterizadas pela densidade, tensão superficial, ângulo de contato e reologia.

Em termos de fluidodinâmica do processo, foram avaliados parâmetros como a queda de pressão no leito, a vazão do ar de entrada, a velocidade de circulação dos sólidos e a altura da fonte. Observou-se a ocorrência de dois processos distintos: o recobrimento das partículas e a secagem da suspensão, dependendo do par núcleo-suspensão utilizado.

No recobrimento das partículas, a velocidade de circulação e a queda de pressão no leito aumentam com o aumento da vazão de ar de jorro, já que se adotou como procedimento manter a altura do leito constante através do aumento da vazão de ar para que o regime de jorro permanecesse estável. Já na secagem, a velocidade de circulação das partículas diminui em função da retenção de sólidos no leito e a queda de pressão mantém-se praticamente constante com o aumento do ar de jorro.

A ocorrência do processo de recobrimento ou secagem é determinada pelas propriedades de adesão entre a partícula-suspensão. Ao atomizar-se as diferentes suspensões sobre os núcleos, visualizou-se que a energia superficial do sólido e a tensão superficial da suspensão influenciam a eficiência dos processos.

Partículas com alta energia superficial (vidro e ABS®) foram recobertas pela suspensão, enquanto que a secagem ocorreu quando foram utilizadas partículas com menores energias superficiais (PP e PS). Sendo importante ressaltar que a tensão

superficial da suspensão influencia diretamente a eficiência do recobrimento e, para a secagem, a quantidade de pó coletado no leito.

**Palavras-chave:** molhabilidade, energia superficial, ângulo de contato, tensão superficial, adesão, recobrimento, secagem.

## ABSTRACT

The aim of this work is to analyze the coating process in a spouted bed with bottom-spray, where parameters like fluid-dynamic behavior, properties of adhesion between the particles and the suspensions, the particles growth and the process efficiency were studied.

The experiments were realized in a conventional spouted bed of laboratory scale, with base angle of 60°. Inert particles, such as glass beads, ABS®, polypropylene (PP) and polystyrene (PS), were analyzed and classified by size, shape, sphericity, absolute and apparent densities, porosity, angle of repose and flow ability. The polymeric suspension was characterized by density, surface tension and rheology.

In terms of fluid-dynamic, values of bed pressure drop, spout air flow rate, solids circulation velocity and fountain height, were analyzed. The occurrence of two distinct process: the coating of the particles or the suspension drying, was observed depending on the particles-suspensions characteristics.

During the particles coating, the particles circulation velocity and the bed pressure drop increased with the spout air flow rate increase. For the drying process, the particles circulation velocity decreased with the solids retention in the bed and the bed pressure drop maintained practically constant increasing the spout air flow rate.

The occurrence of coating or drying process is influenced by the adhesion properties between the particle and the suspension. Atomizing the three suspensions on the four particles, it was observed that the solid surface energy and the surface tension cause some influence on the process efficiency. Particles with higher surface energy (glass beads and ABS®) were coated by the suspension, while the drying of the suspension occurred when the bed was filled with inert particles with lower surface energy (PP and PS). The suspension surface tension influences directly the coating efficiency and the quantity of powder collected in the cyclone.

**Keywords:** wettability, surface energy, contact angle, surface tension, adhesion, coating, drying.

## CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO

O recobrimento de partículas é uma operação unitária bastante utilizada em diversas indústrias, tais como: alimentícia, química, farmacêutica e agrícola. A aplicação do recobrimento sobre a superfície do produto tem diversas finalidades, que vão desde fatores estéticos até o controle da liberação de substâncias químicas.

O recobrimento de alimentos tem como finalidade principal aumentar o tempo de validade do produto, pois serve como proteção à exposição atmosférica. É empregado para a elaboração de confeitos, doces e balas, que melhoram sabor, cor e a estética.

Na indústria farmacêutica, o recobrimento é amplamente empregado para mascarar sabores e odores desagradáveis; promover a liberação controlada de princípios ativos e proteger contra umidade, luz e oxigênio.

Na indústria agrícola é utilizado na produção de fertilizantes, que controlam a perda de nutrientes e liberam controladamente componentes necessários ao solo.

O estudo do recobrimento iniciou-se no século XVII, por meio de pesquisadores franceses. Nesta época soluções açucaradas foram utilizadas para que mascarassem o sabor de pílulas.

Com o tempo os materiais recobertos ganharam popularidade e, com isso, surgiu a necessidade do estudo operacional do recobrimento, o que resultou na elaboração dos primeiros equipamentos industriais: as panelas rotatórias ou drageadeiras.

Atualmente existem diversos equipamentos para o recobrimento de partículas e podemos citar entre eles o leito fluidizado e o leito de jorro. A escolha adequada do equipamento depende das condições do processo e das propriedades das partículas (ROCHA,1992).

O processo de recobrimento em leito de jorro vem sendo estudado por vários pesquisadores (MEISEN e MATHUR, 1978; TARANTO et al, 1997; OLIVEIRA e PISSINATI, 2003; DONIDA et al, 2004). Sua aplicação é justificada por suas características fluidodinâmicas, como: o movimento cíclico dos sólidos, responsável por

garantir a homogeneidade do produto e o íntimo contato fluido-sólido, o que proporciona altas taxas de transferência de massa e de calor.

A tecnologia de recobrimento em leito de jorro tem sido estudada, em sua maior parte, com a finalidade de melhorar a eficiência e as condições operacionais do processo para produtos específicos.

A partir de 1992, no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem da UNICAMP, diversos trabalhos de recobrimento vem sendo realizados, entre os quais o de TARANTO et alli (1995) que analisou a fluidodinâmica e a transferência de calor durante o recobrimento de comprimidos em leito de jorro bidimensional; AYUB et alli (1997) que realizou o desenvolvimento do processo de recobrimento de uréia com enxofre utilizando leito de jorro bidimensional; QUEIROZ FILHO (1997) que estudou a influência da posição do bico atomizador na eficiência e qualidade de recobrimento polimérico de comprimidos em leito de jorro bidimensional e DONIDA et alli (2004) que estudou a influência das características do sólido e da suspensão no processo de recobrimento em leito de jorro convencional, efetuando a atomização na parte superior do leito.

Os resultados promissores sugerem a necessidade da ampliação desse estudo com a atomização na base do leito; pois essa estrutura operacional tem como vantagens a uniformidade do produto e a menor ocorrência da elutriação da suspensão de recobrimento. Além disso, possibilitam a análise do processo com base na adesão sem interferência de características da atomização, isto é, o ar de atomização e a suspensão atomizada atuam no mesmo sentido, o que minimiza influências no sistema operacional do recobrimento. Entretanto, não se deve deixar de citar determinadas desvantagens, como o encharcamento e a aglomeração das partículas, caso a vazão e a circulação de sólidos não sejam adequadas (QUEIROZ FILHO (1997)). Portanto, faz-se necessário ressaltar o principal objetivo deste trabalho, que é a análise do recobrimento, por meio da avaliação do crescimento, da eficiência do processo e a qualidade dos produtos recobertos em função das características de molhabilidade e adesão.

Diversos tipos de partículas foram analisados e classificados, quanto ao tamanho, forma, densidade, porosidade e ângulo de contato, bem como as suspensões aquosas também foram analisadas quanto à densidade, reologia, tensão superficial e molhabilidade.

O estudo foi realizado em leito de jorro cônico-cilindrico, em condições operacionais fixadas por meio do estudo fluidodinâmico a seco e testes preliminares, realizados com as diversas partículas de diferentes características físicas, como o vidro, o polipropileno, o poliestireno e o ABS®.

As principais etapas para a realização do projeto foram:

- Caracterização dos núcleos;
- Estudo fluidodinâmico a seco, com e sem ar de atomização;
- Caracterização das suspensões;
- Testes preliminares para determinação das condições operacionais;
- Ensaio de recobrimento com as suspensões;
- Caracterização das partículas recobertas e avaliação do processo;
- Correlação das propriedades físico-químicas das partículas e suspensões com o desempenho do processo em leito de jorro;
- Comparação com os resultados de Donida (2004) obtidos com atomização no topo do leito.

## CAPITULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1- RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS

O recobrimento consiste em uma técnica efetiva para modificação das propriedades de superfície das partículas. É uma operação unitária amplamente utilizada nas indústrias farmacêutica, alimentícia e agrícola para o processamento de comprimidos, cosméticos, doces e confeitos, enzimas, proteínas, vegetais, microencapsulamento de bactérias e ingredientes alimentícios; sementes e fertilizantes (ROCHA, 1992; DEWETTINCK et alli, 1998; TEUNOU e PONCELET, 2001; HEMATI et alli, 2003).

A finalidade deste processo é revestir totalmente a superfície, através da aspersão de uma solução sobre as partículas em movimento num leito, sendo geralmente uma suspensão polimérica o agente de recobrimento. (FREIRE e OLIVEIRA, 1992; DONIDA, 2000; TENOU e PONCELET, 2001).

A razão de aplicar o recobrimento está relacionada com as características pertinentes ao produto final, que são:

- Proteção: o recobrimento protege o produto de agentes ambientais, em particular, contra a umidade, luminosidade e calor excessivo;
- Manipulação: reduz a possibilidade de contaminação do produto e aumenta a sua resistência mecânica;
- Palatabilidade: mascara sabores e odores desagradáveis;
- Dissolução: reduz e/ou controla a taxa de dissolução de substâncias ativas.

### 2.2- TIPOS DE RECOBRIMENTO

Segundo Freire e Oliveira (1992), os principais tipos de recobrimento encontram-se em três grupos: recobrimento com suspensões à base de açúcar; recobrimento por película e recobrimento por solidificação de material fundido.

### 2.2.1- Recobrimento com suspensões aquosas à base de açúcar

A aplicação do recobrimento em comprimidos com soluções de açúcar realiza-se em várias etapas, que fazem com que o processo completo, em equipamento convencional, dure de horas a dias para cada carga de comprimidos. O processo comum, utilizando esse tipo de solução, ocorre da seguinte forma: aplicação de uma cera sobre o comprimido (etapa chamada selamento); um pré-recobrimento com um xarope menos viscoso; o recobrimento propriamente dito com a solução, e um polimento final. Devido a essas várias etapas, o produto final tem o tamanho bastante aumentado e o volume do comprimido chega a ser 50% superior ao original. Como consequência, o recobrimento protege eficientemente a droga das condições externas e mascara o sabor e/ou odor indesejável. É uma técnica também utilizada para o recobrimento de balas e confeitos (ROCHA,1992).

### 2.2.2- Recobrimento por película

Esta operação consiste na deposição de uma membrana fina e uniforme na superfície das partículas. Na operação de recobrimento por película, o agente de recobrimento geralmente é atomizado sobre um leito móvel do material.

Os componentes principais de uma composição para o recobrimento por película são um polímero base, um plastificante, pigmentos corantes e um solvente, sendo os principais polímeros utilizados os derivados de celulose e solúveis em água ou em solventes de base orgânica.

A incorporação de um plastificante na formulação tem a finalidade de dar flexibilidade à película final, de forma a suportar melhor os esforços. Já os solventes têm a função de facilitar a deposição dos materiais formadores de película à superfície do substrato. As principais vantagens desse processo são:

- pequena variação de peso, tamanho e forma do produto final;
- curto tempo de processamento;
- maior eficiência e rendimento do processo;
- flexibilidade das formulações;
- maior resistência da cobertura.

As principais desvantagens deste processo devem-se em particular, aos solventes orgânicos utilizados:

- perigo de combustão;
- perigo de intoxicação do operador;
- perigo de contaminação ambiental;
- custo, referente aos itens acima e ao próprio custo dos solventes (FREIRE e OLIVEIRA, 1992).

### 2.2.3- Recobrimento à base da solidificação de materiais fundidos

As principais diferenças referentes aos procedimentos utilizados neste tipo de recobrimento são: o material é atomizado sobre as partículas no estado fundido; geralmente não se utiliza solventes (FREIRE e OLIVEIRA, 1992). O recobrimento é obtido por resfriamento do leito, provocando a solidificação do material de cobertura sobre as partículas.

Um exemplo de aplicação desta técnica é o recobrimento de fertilizantes muito solúveis com enxofre para reduzir a taxa de liberação do nutriente (SHIRLEY e MELINE, 1975; WEISS e MEISEN, 1983; AYUB et alli, 2001).

## 2.3- CLASSIFICAÇÃO DO RECOBRIMENTO

De acordo com KLEINBACH e RIEDE (1995), cada produto recoberto possui diferentes requisitos de qualidade. Porém, muitas aplicações, como a coloração de alimentos e geração de produtos com efeito retardado, exigem um recobrimento uniforme e de mesma espessura em toda sua superfície. Sendo assim, pode-se classificar o processo de recobrimento nos seguintes tipos, conforme Figura 2.1.

TIPO A (recobrimento ideal): tipo de recobrimento que se apresenta intacto, tendo como principais características, espessura uniforme em toda a superfície e liberação da substância ativa de maneira gradual. A relação entre a liberação da substância ativa e o tempo apresenta-se como uma função linear.

TIPO B: apresenta recobrimento sempre intacto, podendo variar a espessura e o tamanho do núcleo da partícula, além da própria camada de recobrimento. Assim, a liberação do princípio ativo é uma função não linear, ou seja, as partículas com menor espessura de recobrimento liberam a substância ativa mais rapidamente enquanto que as partículas com maior espessura possuem liberação mais lenta.

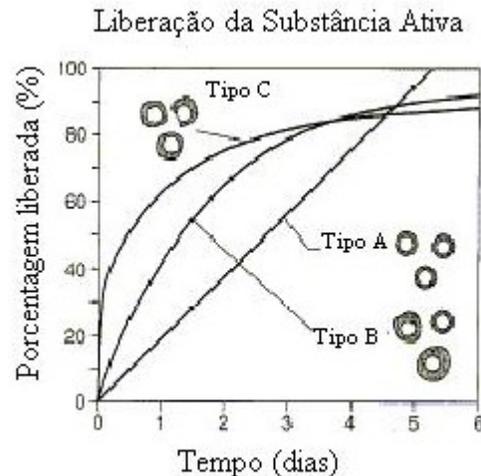


Figura 2.1: Comportamento de liberação do princípio ativo (KLEINBACH e RIEDE, 1995)

TIPO C: a diferença básica em relação ao tipo B encontra-se no fato das partículas apresentarem “buracos” em sua estrutura. Essas partículas perdem seus ingredientes ativos quase que imediatamente, resultando em uma curva descontínua, no princípio do processo. Após isso, a atividade da substância segue as características do Tipo B.

#### 2.4-LEITO DE JORRO

A técnica de leito de jorro foi estabelecida inicialmente por GISHLER e MATHUR, em 1955. O desenvolvimento desta técnica visava inicialmente à secagem de trigo, mas mostrou ser bastante eficiente na secagem de uma grande variedade de partículas sólidas. A partir de então, começaram a surgir várias unidades que foram empregadas em diversos processos, tais como: cristalização, mistura de sólidos, granulação e revestimento de partículas.

O regime do jorro é estabelecido em um leito de partículas através da injeção de um fluido por um orifício na sua parte inferior, cujo diâmetro é reduzido em relação ao diâmetro do leito, ocorrendo a formação de um canal preferencial.

Por isso, o leito de jorro é composto por três regiões distintas (Figura 2.2):

- região central, região de jorro ou canal preferencial: ocorre o transporte pneumático das partículas, devido à alta velocidade do fluido;
- região da fonte: região acima da superfície do leito, em que as partículas advindas da região central movimentam-se em regime desacelerado, como em uma fonte, caindo na região anular, e
- região anular, deslizante: nesta região as partículas caem da região da fonte e deslizam para baixo, operando como um leito deslizante.

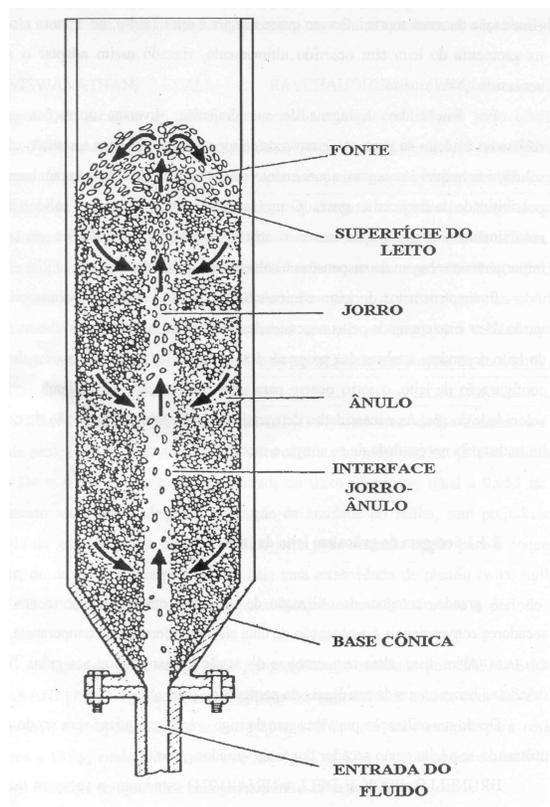


Figura 2.2: Esquema de um leito de jorro (MATHUR e EPSTEIN, 1974)

As principais características que o leito de jorro apresenta são:

- movimento cíclico do material, produzindo uma rápida mistura axial das partículas no leito;
- eficiente contato gás-partícula, que proporciona altas taxas de transferência de calor e massa;
- utilização de partículas com diâmetro superior a 1,0 mm, e
- baixo tempo de operação, quando comparado ao leito fluidizado.

## 2.5- RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS EM LEITO DE JORRO

A aplicação do recobrimento em partículas utilizando esta tecnologia é justificada por várias vantagens que o sistema oferece, tais como: a adesão de partículas úmidas é evitada pelo pequeno tempo de contato do material molhado com as paredes do leito; o movimento cíclico dos sólidos garante homogeneidade do produto, devido à intensa mistura no leito; o íntimo contato fluido-sólido proporciona altas taxas de transferência de massa e calor; possibilita a automação do processo e a reutilização do equipamento para outras aplicações como granulação, secagem e recobrimento de outros produtos. Porém, para que não ocorra o colapso do jorro, é necessário o controle das variáveis do processo, que são: a temperatura de entrada do ar, a vazão mássica da suspensão, a carga de partículas adicionada ao leito e a pressão do ar de atomização (OLIVEIRA et alli, 1997).

O recobrimento de partículas em leito de jorro consiste na injeção de ar aquecido no leito para estabelecer o sistema fluidodinâmico e atomização da solução de revestimento sobre as partículas do leito. A vazão da solução de recobrimento é regulada de tal forma que não interfira na estabilidade do sistema e não provoque aderência excessiva entre as partículas e as paredes do leito (DONIDA, 2000).

Como desvantagens, o processo de recobrimento, utilizando o leito de jorro, apresenta possibilidade de elutriação e atrito entre as partículas. Para evitar elutriação e atrito excessivo é necessária a utilização de materiais com propriedades físicas e químicas adequadas (PAVARINI e COURRY, 1987; OLIVEIRA et alli, 1997).

Vários estudos têm sido realizados sobre recobrimento em leito de jorro, em que são analisados aspectos como a fluidodinâmica do leito, efeitos das condições de operação sobre a qualidade dos produtos recobertos e a eficiência do processo, diferentes formulações de suspensões de recobrimento, entre outros.

AYUB (1997) desenvolveu o processo de recobrimento de uréia com enxofre fundido utilizando leito de jorro bidimensional. As partículas recobertas eram grânulos de uréia, com formato quase esférico. Os experimentos foram realizados com ângulo da base de 60° e condições de operação: temperatura de ar de jorro de 69 e 82,5°C, vazão de enxofre de 26,8 e 33,9 g/min e vazão de ar de atomização de 1,0 e 1,4 m<sup>3</sup>/h. A qualidade do produto foi analisada em termos de dissolução e através de microscopia eletrônica. Chegou-se então à conclusão de que a melhor qualidade do produto foi obtida nos níveis mais elevados de temperatura de ar de jorro, vazão de enxofre e de ar de atomização e também que os valores de eficiência do processo foram satisfatórios, na faixa de 80,34 – 88,93%. A microscopia revelou a presença de crateras nas partículas não recobertas, o que favoreceu a rápida difusão da uréia, pois esta aumentava à medida que transcorria o recobrimento.

OLIVEIRA (1997) analisou o recobrimento de partículas de alumina porosa em leito de jorro. As partículas de alumina porosa utilizadas possuíam diâmetro de 0,394 cm e esfericidade de 0,92 e a suspensão aplicada continha 39,8% de sacarose, 29,9% de talco e 30,3% de água destilada. O leito de jorro, cônico-cilíndrico, continha seção cilíndrica de 140 mm de diâmetro e 400 mm de altura; o ângulo da base era de 60° e o orifício de 39 mm. Baseado em estudos de KURCHARSKI e KMIÉC (1988), avaliou a influência da temperatura do ar de entrada (67-83°C), da razão da vazão mássica de suspensão pela vazão mássica total de ar ( $W_s/W_g$ ,  $2,65 \cdot 10^{-3}$  a  $4,71 \cdot 10^{-3}$ ) e da razão da vazão de ar de jorro pela vazão volumétrica na condição de jorro mínimo ( $Q/Q_{jm}$ , 1,5 – 1,7), na taxa de crescimento das partículas em massa e na eficiência do processo. Com estas condições de processo observou que a razão da vazão mássica de suspensão pela vazão mássica total influenciou positivamente na taxa de crescimento das partículas e eficiência; a razão da vazão do ar de jorro pela vazão volumétrica na condição do jorro mínimo influenciou negativamente e a temperatura não apresentou nenhuma influência no desempenho do processo.

QUEIROZ FILHO (1997) estudou o recobrimento de comprimidos com filme polimérico em leito de jorro bidimensional, utilizando três posições distintas de atomização de suspensão. Os resultados experimentais mostraram que para as três posições analisadas (topo, base e parede do leito) de atomização, não foi observada diferença significativa na qualidade do produto obtido.

OLIVEIRA (2003) estudou o comportamento e a viabilidade de aplicar revestimento gastro-resistente em cápsulas gelatinosas moles usando-se o processo de leito de jorro. As variáveis investigadas foram o ângulo da base cônica, a razão entre a vazão mássica da suspensão de revestimento pela vazão mássica de ar de jorro ( $W_s/W_g$ ), a razão entre vazão volumétrica do ar de jorro e vazão de jorro mínimo ( $Q/Q_{jm}$ ), a massa inicial de cápsulas no leito ( $M_o$ ) e o tamanho das cápsulas. Os experimentos foram realizados em leito de jorro com um diâmetro de coluna de 20 cm e ângulo da base cônica de 40°. A temperatura do ar de entrada foi mantida a 55°C e o tempo total da operação de revestimento foi mantido em 45 minutos, sendo retiradas amostras a cada 15 minutos. Os melhores resultados foram obtidos com uma carga de partículas de 300 g. A eficiência do processo melhorou com o aumento da relação  $W_s/W_g$  e o tamanho das cápsulas mostrou-se pouco influente na eficiência do processo. Concluiu-se que o revestimento de cápsulas gelatinosas moles pelo processo de leito de jorro é um processo rápido, eficiente e de fácil automação.

A tecnologia de recobrimento em leito de jorro tem sido estudada, em sua maior parte, com a finalidade de obter condições operacionais adequadas para geração de um determinado produto final de qualidade, porém, atualmente alguns trabalhos propuseram estudos de recobrimento em base mais fundamental, avaliando a influência das propriedades da partícula e da suspensão nas características do produto final e o mecanismo de adesão.

ADEODATO (2003) estudou a fluidodinâmica do processo de recobrimento em leito de jorro cônico-cilíndrico. Foram utilizadas diversas partículas e uma suspensão polimérica aquosa e constatou-se que as partículas com um elevado ângulo de contato com a suspensão não apresentaram recobrimento, ocorrendo a operação de secagem da suspensão. Para as partículas com ângulo de contato abaixo de 80° foram obtidos recobrimentos com eficiências de 40 a 90%. Observou-se também que a circulação das partículas no leito está relacionada com o grau de saturação do leito. Em leitos com elevado

grau de saturação, as partículas tornam-se mais pesadas e ocorre o decréscimo da velocidade das partículas no ânulo.

DONIDA (2004) analisou as influências das características do sólido (tamanho, forma, densidade, porosidade e ângulo de contato) e da suspensão (densidade, reologia, tensão superficial e molhabilidade) no processo de recobrimento em leito de jorro convencional com atomização no topo do leito, em condições operacionais fixadas. Foram utilizados diferentes tipos de partículas (esferas de vidro, placebo, poliestireno etc.) e diferentes formulações de suspensões poliméricas aquosas que ofereciam as variações das características do sólido e da suspensão. Para quantificar a influência das características do sólido e da suspensão no processo de recobrimento, avaliou-se a taxa de crescimento, a eficiência e a qualidade do recobrimento (superfície, distribuição do filme, porosidade). Identificou-se que o ângulo de contato entre a suspensão de recobrimento e a superfície das partículas é um indicativo da operação unitária que ocorrerá: secagem da suspensão ou recobrimento das partículas. A adesão da suspensão sobre a partícula não é dependente apenas do valor do trabalho de adesão, sendo função de um conjunto de variáveis (comportamento fluidodinâmico, atomização da suspensão, atrito inter-partículas e molhabilidade). A eficiência do processo foi influenciada pelas condições reológicas, operacionais e de atomização da suspensão, sendo que as partículas crescem mais quando a suspensão de recobrimento apresenta maior concentração de sólidos, densidade, viscosidade aparente e força de adesão com a superfície da partícula.

#### 2.5.1- Posição do Atomizador em Relação ao Leito de Partículas

De acordo com QUEIROZ FILHO (1997), nos processos de recobrimento em leito de jorro, a escolha da posição do atomizador em relação ao leito de sólidos assume um papel importante. As principais posições em que o bico atomizador pode ser instalado são: o topo, a base e a parede do leito.

Como características da atomização no topo do leito, pode-se citar:

- acesso fácil ao bico de atomização, o que facilita a manutenção após o processo de recobrimento;

- o fato de ser indicado para operar com grande carga de sólidos, e
- o ajuste da altura do atomizador em relação ao leito de partículas. Para evitar problemas de arraste das gotículas pulverizadas, aproxima-se o atomizador para perto das partículas. Porém, deve-se levar em conta os problemas operacionais que podem surgir ao aproximar-se demasiadamente o atomizador do leito de partículas, em que o contato excessivo das partículas com o atomizador pode provocar alterações na fluidodinâmica do jorro e o entupimento do bico.

As características da atomização na base do leito são:

- a faixa operacional de vazão de suspensão é menor que para a localização no topo do leito, aumentando tempo de processo para um mesmo crescimento;
- o jateamento que pode levar ao encharcamento e aglomeração das partículas, caso a vazão da solução ou movimento de jorro não sejam adequados;
- o fato de ser indicado para operar com cargas moderadas de partículas;
- a boa uniformidade do produto e excelente reprodutibilidade das características do filme;
- a montagem lenta e mais complicada que no topo;
- o difícil acesso ao bico atomizador, e
- a hidrodinâmica desfavorável para partículas pequenas.

Como características da atomização na parede do leito, tem-se:

- montagem simples;
- fácil acesso ao bico atomizador;
- excelente para recobrimento por película;
- recobrimento localizado em apenas uma região do equipamento;
- a baixa homogeneidade do produto final, e

- a submissão do produto a elevadas tensões mecânicas (QUEIROZ FILHO, 1997).

O produto obtido para as três posições de atomização é praticamente idêntico se houver boa eficiência na secagem, uniformidade na superfície inicial da partícula e boa circulação de sólidos (ROCHA, 1992).

ATAÍDE (1996), que estudou diversos posicionamentos do bico atomizador em relação ao leito de partículas com a atomização no topo, observou que a instalação do bico atomizador sobre o leito de partículas pode provocar alterações significativas na fluidodinâmica do leito. Outro importante parâmetro é a altura de instalação do atomizador em relação às partículas. Quando instalado muito próximo do material há a limitação da zona de recobrimento e quando muito distante, a suspensão é espalhada pela parede do leito.

Segundo QUEIROZ FILHO (1997), o bico atomizador localizado no fundo do leito de jorro bidimensional não alterou a fluidodinâmica, quando comparada ao processo com o bico atomizador no topo. As condições de processo analisadas foram: temperatura de entrada do gás 70°C, massa total de partículas no leito 1800g, ângulo da base 50°, vazão mássica da suspensão de recobrimento 10 e 15 Kg/min, pressão do ar de atomização 20 e 25 psi e vazão mássica de gás 1,77 e 1,91 kg/min. Para o bico localizado no início da parte angulada do leito, verificou-se influência na fluidodinâmica do processo durante o jateamento da suspensão de recobrimento. Observou-se também, que a vazão da suspensão de recobrimento foi a variável que mais influenciou o processo de recobrimento para as três posições de atomização.

OLIVEIRA et alli (1997), estudaram o processo de recobrimento de partículas de alumina porosa em leito de jorro com alimentação na base, seção cilíndrica de 140mm de diâmetro, 400mm de altura, ângulo da base de 60° e orifício de entrada de 39mm. Concluíram que a taxa de crescimento, em massa e frações sólidas, incorporadas às partículas varia significativamente com a vazão do gás de entrada e com a vazão mássica da suspensão de recobrimento. Destacaram que o controle das variáveis do processo deve ser bem monitorado, em faixa bem estreita, para que seja evitado o colapso do leito pela superalimentação e supersecagem do material recoberto.

SOUZA e OLIVEIRA (2004) analisaram o efeito da posição do bico atomizador em leito de jorro para a secagem de *Bauhinia Forficata*. O equipamento tinha uma seção cilíndrica de 150mm de diâmetro, 400mm de altura e ângulo da base cônica de 40° com um orifício de entrada de 33mm. Para atomização na base, os autores verificaram que, quando a suspensão é alimentada, as partículas inertes saem da zona de atomização totalmente ou parcialmente recobertas com uma camada de suspensão. Com movimentação cíclica das partículas ocorre a formação de novas camadas, aumentando-se, assim, a espessura do recobrimento em função do tempo. O aumento do teor de umidade na fonte pode reduzir a altura do ânulo e a taxa de recobrimento tende a diminuir com o aumento da temperatura do ar de entrada. Durante o processo pode ocorrer a colisão entre as partículas ou entre as partículas e a parede do leito, removendo a camada de recobrimento, sendo a suspensão removida seca e elutriada.

## 2.6- MECANISMO DE ADESÃO E O PROCESSO DE RECOBRIMENTO

### 2.6.1- Adesão e o Processo de Recobrimento

O desempenho do processo de recobrimento/secagem é dependente das características inerentes aos materiais de recobrimento e do sólido, conseqüentemente da fluidodinâmica e também da adesão recobrimento-partícula. Após o contato inicial entre a gota e a superfície da partícula, a interação entre ambas determina a captura ou não da gota. No processo de recobrimento, a gota é capturada pelo sólido e seca, formando o filme aderido, enquanto na secagem a gota é capturada pelo sólido, seca e desprende-se, pois não existe força suficiente para mantê-la aderida.

O mecanismo de crescimento das partículas em um leito é governado por dois mecanismos (HEMATI et alli, 2003):

- Aglomeração: resulta da aderência de pequenas partículas pela formação de pontes líquidas e sólidas entre elas. Este mecanismo promove a formação de partículas maiores com pelo menos duas vezes seu tamanho inicial, chamadas de aglomerados.
- Formação de camadas: corresponde à deposição de um ingrediente sobre toda a superfície da partícula.

No processo de recobrimento estuda-se o mecanismo de formação de camadas, em que as gotas da suspensão são aderidas ao sólido e forma um filme sobre a partícula, com a formação da camada inicial. Conseqüentemente, com a deposição de suspensão sobre a camada formada, tem-se a formação de diversas camadas recobertas, conforme Figura 2.3.

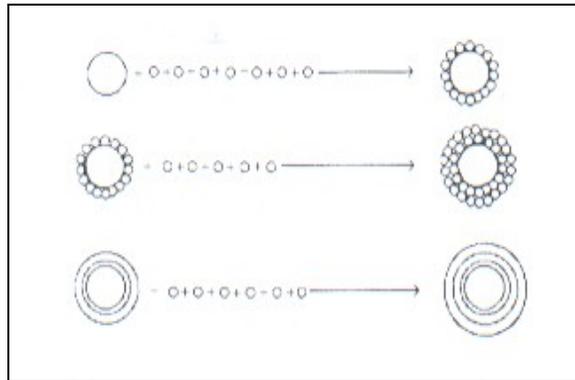


Figura 2.3: Mecanismo de crescimento das partículas por formação de camadas (KADAM, 1991).

A adesão das gotas do material de revestimento na partícula envolve a característica da molhabilidade e espalhamento sobre o sólido. A molhabilidade de um sólido por um líquido pode ser quantificada pelo ângulo de contato entre as três fases presentes: sólido-líquido-gás (SOBCZAK & ASTHANA, 2000).

### 2.6.2 – Ângulo de Contato

A medida do ângulo de contato de um líquido sobre um sólido caracteriza a molhabilidade do sólido pelo líquido.

O ângulo de contato é definido como o ângulo formado por um líquido nas extremidades de suas três fases em que o líquido, o gás e o sólido são interceptados (Camp-Plus Micro Manual e KSV Manual, 2001).

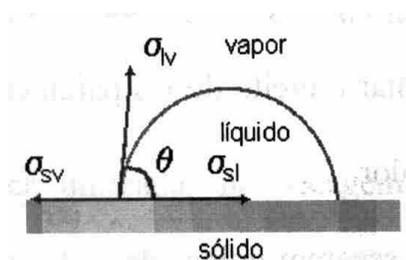


Figura 2.4: Ângulo de contato do sistema sólido-líquido-gás.

O ângulo de contato é relacionado a partir da interação sólido-líquido-gás por meio da equação de Young (ZHANG et alli, 2002):

$$\sigma_{SV} = \sigma_{SL} + \sigma_{LV} \cos\theta \quad (2.1)$$

Onde:  $\theta$  = ângulo de contato;

$\sigma_{SV}$  = tensão superficial do sólido;

$\sigma_{LV}$  = tensão superficial do líquido;

$\sigma_{SL}$  = tensão superficial sólido-líquido.

A condição de  $\theta < 90^\circ$  indica que o líquido espalha-se, ou molha bem o sólido; enquanto que valores de  $\theta > 90^\circ$  expressam a baixa molhabilidade. Os limites  $\theta = 0$  e  $\theta = 180^\circ$  definem a molhabilidade completa e a completa não-molhabilidade, respectivamente. (KSV Manual, 2001).

A gonometria analisa a forma como um líquido se deposita sobre a superfície de um sólido e a medida do ângulo de contato é obtida diretamente pela tangente formada entre o líquido e a superfície do sólido.

O objetivo principal do estudo do ângulo de contato é avaliar as características da interação sólido-líquido. O ângulo de contato é comumente utilizado como uma medida direta da molhabilidade. Outros parâmetros experimentais podem ser diretamente derivados do ângulo de contato e da tensão da superfície resultante.

O trabalho de adesão ( $W_{ad}$ ) correlaciona a tensão superficial do líquido e o ângulo de contato. Baixos valores de  $W_{ad}$  indicam baixo molhamento e, conseqüentemente, adesão fracas, enquanto altos valores indicam bom molhamento e adesão fortes para um conjunto sólido- líquido-gás (NEUMANN e GOOD, 1979; SOBCZAK & ASTHANA, 2000; IVESON et alli, 2001).

$$W_{ad} = \sigma_{lv} (1 + \cos\theta) \quad (2.2)$$

Quando  $\theta = 0^\circ$ , o trabalho de adesão entre o sólido e o líquido é igual ao trabalho de coesão do líquido  $W_{CL}$ .

Ao analisar-se as influências da interação líquido-sólido em processos de recobrimento, DONIDA (2004), observou que partículas com ângulo de contato superior a 80° (PS, PP e PEBD) não foram recobertas pela suspensão, cuja tensão superficial  $\sigma = 0,0066 \text{ N/m}$ , pois não ocorreu adesão suficiente do filme polimérico. O processo de recobrimento, em termos de trabalho de adesão, ocorreu para valores superiores a 63% do trabalho de adesão máximo da suspensão, e foi obtido para partículas de ABS®, esferas de vidro e placebos. A adesão da suspensão sobre a partícula foi responsável pela primeira camada de recobrimento, mas após esta primeira camada de revestimento, a interação ocorre entre a gota de suspensão e o filme já aderido à partícula, sendo importante também a verificação do trabalho de coesão suspensão-partícula recoberta para processos de recobrimento, com a finalidade de antever o desempenho do processo.

SALEH et alli (2003) estudaram as características das partículas durante o mecanismo de recobrimento e aglomeração em um leito fluidizado. Partículas de areia com diâmetros médios diferentes (90, 176, 267, 437 e 639  $\mu\text{m}$ ) foram recobertas com soluções de NaCl com concentração de 200  $\text{kg/m}^3$ . Os experimentos foram realizados a 50°C com vazão da solução de 0,41 l/h e vazão do ar de atomização 0,7  $\text{m}^3/\text{h}$ . Observaram que, quanto menor o diâmetro da partícula, maior foi a taxa de crescimento. Houve uma evolução linear da taxa de crescimento em função do tempo para os diferentes diâmetros de partículas analisadas. O crescimento em camadas foi observado nas partículas com diâmetro superior a 200  $\mu\text{m}$ ; partículas com diâmetros inferiores tiveram o crescimento gerado pela aglomeração de partículas finas e as melhores taxas de crescimento, de eficiência do processo e de quantidade de soluto aderido foram obtidas com partículas de menores diâmetros médios e maiores áreas superficiais.

HEMATI et alli (2003) investigaram os efeitos das propriedades físico-químicas na cinética de aglomeração de partículas sólidas em um leito fluidizado. Os experimentos foram realizados em um leito fluidizado com ar a 50°C contendo 2 kg de partículas sólidas. Utilizaram partículas de areia com diâmetro médio de 100  $\mu\text{m}$ , sendo que as soluções aquosas continham diferentes concentrações de CMC (1% a 3%). Foram investigados os efeitos da viscosidade da solução (16 e 185 cP) e observaram então que a viscosidade da solução não apresentou efeitos nos parâmetros interfaciais. A influência da tensão superficial foi investigada pela adição de um surfactante na solução de CMC, que provocou uma variação entre 0,072 e 0,033  $\text{N/m}$  nos valores de tensão superficial. A mudança da

tensão caracterizou o comportamento da molhabilidade do líquido sobre o sólido, sendo explicado pelo decréscimo do trabalho de adesão com o aumento da concentração de surfactante. O efeito do ângulo de contato, entre 38° e maior que 90°, foi analisado por meio da utilização de partículas parcialmente e totalmente hidrofóbicas observando-se que o crescimento dos aglomerados é favorecido quando se aumenta a adesão entre a solução e a superfície do sólido.

### 2.6.3- Energia de superfície do sólido

A energia de superfície do sólido é uma propriedade relacionada às forças intermoleculares do sólido. Quanto maior a força intermolecular, maior a energia de superfície do sólido e maior a receptividade do sólido pelo líquido.

Os componentes da energia de superfície de um sólido foram determinados pioneiramente por FOWKES (1964), que postulou que a energia superficial total pode ser expressa como a soma dos diferentes componentes da energia superficial, cada qual combinando tipos específicos de forças intermoleculares.

$$E = E^d + E^h + E^{di} + \dots \quad (2.3)$$

Onde: E = energia de superfície total;

$E^d$  = energia de superfície do componente dispersivo;

$E^h$  = energia de superfície dos componentes hidrogenados;

$E^{di}$  = energia de superfície dos componentes dipolar-dipolar.

Posteriormente, foi postulado que a energia de superfície total é dada somente pela soma dos componentes dispersivos e não-dispersivos do sólido (KWOK & NEUMANN, 1999).

ZHANG et alli (2002) estudaram a molhabilidade de pós-farmacêuticos: suas medidas e influência no processo de granulação, já que a determinação da molhabilidade e da energia de superfície de sólidos são importantes parâmetros para a formulação de pós farmacêuticos. Essas informações indicam as interações interfaciais e a compatibilidade entre os componentes da formulação. A molhabilidade dos pós-farmacêuticos foi

determinada pela medida do ângulo de contato, que se apresentou eficiente para a determinação da energia de superfície de pós-hidrofóbicos.

KWOK & NEUMANN (1999) estudaram a medida do ângulo de contato e sua interpretação e, a partir da combinação da lei modificada de Berthelot e da equação de Young obtiveram uma equação que correlaciona o ângulo de contato, a energia de superfície do sólido e a tensão superficial da suspensão. Os valores da energia de superfície do sólido foram obtidos a partir de curvas constantes de  $\sigma_{sv}$  versus  $\sigma_{lv}\cos\theta$  e, este procedimento foi automatizado por um programa de computador implementado em FORTRAN. Assim, a partir desse estudo foi gerado um gráfico onde se correlaciona a tensão superficial do líquido com o ângulo de contato para obtenção da energia superficial do sólido. Esse gráfico é apresentado na Figura 2.5.

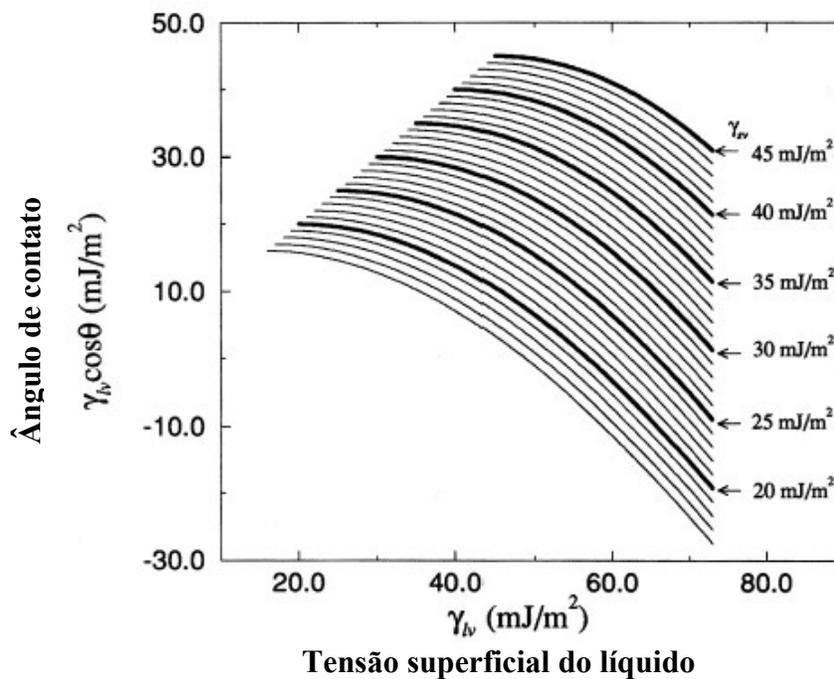


Figura 2.5 - Gráfico gerado a partir da equação de Young que correlaciona a tensão superficial do líquido com o ângulo de contato para obtenção da energia superficial do sólido (KWOK e NEUMANN, 1999).

## CAPÍTULO 3- MATERIAIS E MÉTODOS

Nesse capítulo estão descritos os materiais e os procedimentos experimentais adotados para o desenvolvimento deste trabalho, efetuado no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem (LFS) da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP).

### 3.1. PARTÍCULAS

As partículas utilizadas nos ensaios de recobrimento são: esferas de vidro, polipropileno (PP), poliestireno (PS) e ABS®. Estas partículas foram estudadas como meio inerte e apresentam diferentes características físicas, tais como: material (energia de superfície), diâmetro médio, forma e densidade.

#### 3.1.2. Caracterização das partículas

A caracterização das partículas foi efetuada para as partículas inertes e recobertas pelas seguintes propriedades: diâmetro médio, esfericidade, densidade aparente, densidade real, densidade *bulk*, porosidade, ângulo de repouso e escoabilidade.

##### 3.1.2.1. Diâmetro médio

A análise granulométrica das partículas foi determinada pelo peneiramento em peneiras padronizadas série Tyler. O diâmetro médio foi calculado a partir da definição

de Sauter.

$$d_p = \frac{1}{\sum \left( \frac{\Delta x}{D_n} \right)} \quad (3.1)$$

Onde:  $\Delta x$  = fração mássica retida na peneira;

$\overline{D_n}$  = média dos diâmetros das aberturas das peneiras superior e inferior (mm)

O diâmetro médio para as partículas de PS foi obtido por meio de três medidas de diâmetro com paquímetro em 120 amostras, pois não se dispõe de peneiras com abertura suficiente para fazer essa classificação ( $\overline{d_p} > 4 \text{ mm}$ ).

### 3.1.2.2. Esfericidade

A esfericidade da partícula foi obtida pelo método de PEÇANHA e MASSARANI (1986). Neste método a esfericidade é dada pela razão do maior diâmetro circunscritivo e o menor diâmetro circunscrito na área projetada da partícula num plano estável, conforme a Equação (3.2).

Para cada tipo de partícula foi feita uma amostragem de 20 partículas, garantindo uma média confiável dos dados.

Também foram realizadas análises de imagens das partículas em microscópio óptico, Microscópio Stereozoom da Cole Parmer® acoplado a um sistema de aquisição de imagem – ScanPro.

$$\phi = \frac{d_{ic}}{d_{cc}} \quad (3.2)$$

Onde:  $d_{ic}$  = diâmetro circunscritivo;

$d_{cc}$  = diâmetro circunscrito.

### 3.1.2.3. Densidade aparente das partículas.

A densidade aparente da partícula, definida como a razão da massa da partícula e do volume total da partícula, incluindo o volume que os poros ocupam, mas excluindo os espaços entre as partículas, foi determinada por porosimetria de mercúrio por meio da utilização do equipamento Autopore II, da marca Micromeritics®.

#### 3.1.2.4. Densidade real das partículas

A densidade real é definida como a razão entre a massa da partícula e o volume que a estrutura do sólido ocupa, excluindo os poros e os espaços entre as partículas.

A determinação da densidade real foi realizada por picnometria a gás Hélio, utilizando o equipamento Accupyc 1330 da marca Micromeritics®.

#### 3.1.2.5. Densidade *Bulk*

A densidade *bulk* dos sólidos, definida como a razão entre a massa de partículas e o volume que elas ocupam em um recipiente, quando em arranjo normal, foi obtida pelo preenchimento das partículas, em queda livre, em um recipiente de volume calibrado ( $v = 210,42 \text{ cm}^3$ ).

Para cada tipo de partícula foram realizadas cinco medidas e o valor médio obtido é o valor considerado para a densidade *bulk*. A realização das cinco medidas faz-se necessária pela irregularidade das partículas.

$$\rho_{bulk} = \frac{m_p}{V_{recp}} \quad (3.3)$$

Onde:  $m_p$  = massa das partículas que ocupam o recipiente (g);

$V_{recp}$  = volume do recipiente ( $\text{cm}^3$ ).

#### 3.1.2.6. Porosidade

A porosidade da partícula é a razão do volume de poros da partícula sobre o volume total da partícula.

A porosidade foi determinada por meio da relação entre as densidades aparente e real da partícula, conforme a Equação (3.4), válida para partículas secas.

$$\varepsilon = 1 - \frac{\rho_{ap}}{\rho_{real}} \quad (3.4)$$

### 3.1.2.7. Ângulo de repouso

O ângulo de repouso da partícula ( $\Phi$ ) é o ângulo de inclinação formado ao deslizamento da primeira camada de partículas (KEEY, 1992). É uma característica física do material que está relacionada com a escoabilidade.

O ângulo de repouso foi obtido pelo método do tambor rotatório. O equipamento utilizado foi o Solids Study Handling Bench, da Armfield®. Para cada partícula foram realizadas 15 medidas, visando-se obter um resultado confiável do ângulo de repouso.

### 3.1.2.8. Escoabilidade

A escoabilidade das partículas foi medida utilizando-se um equipamento específico, Powder Flowability Test Instrument - Flodex®.

A medida de escoabilidade é baseada na capacidade da partícula cair livremente através de um orifício em um plano, sendo assim, avaliada pelo índice de fluidez da partícula em mm, ou seja, definindo-se o menor diâmetro pelo qual ocorre escoamento total da amostra. Repetições em triplicata são indicadas neste teste.

### 3.1.2.9- Energia superficial do sólido

A energia superficial dos sólidos de ABS®, PS e PP foram determinadas utilizando a metodologia gráfica proposta por KWOK e NEUMANN (1999) descrita e apresentada no item 2.6.3 da Revisão Bibliográfica.

De posse dos valores de tensão superficial das suspensões e dos ângulos de contato obtidos utilizou-se a Figura 2.5 para a obtenção da energia superficial do sólido.

A energia superficial do vidro foi obtida na literatura (KWOK e NEUMANN 1999).

## 3.2. SUSPENSÕES DE RECOBRIMENTO

As suspensões de recobrimento utilizadas foram suspensões poliméricas aquosas, sendo que algumas formulações estão disponíveis na literatura e outras foram desenvolvidas no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem (LFS) por DONIDA

(2004). As diferentes formulações têm como objetivo a variação de propriedades como tensão superficial, reologia, concentração de sólidos e propriedades de adesão.

Na Tabela 3.1 tem-se a formulação das suspensões poliméricas aquosas utilizadas neste trabalho.

Tabela 3.1- Composição das suspensões poliméricas aquosas

Reagentes	Suspensões (% em massa)		
	1	2	3
Hidroxietilcelulose (HEC)	5,50	3,50	3,50
Polietileno Glicol (PEG)	0,75	0,75	0,75
Estearato de Magnésio	1,00	---	1,00
Dióxido de Titânio	1,25	1,25	1,25
Tween 80®	----	1,00	---
Corante	1,00	1,00	1,00
Talco Neutro	3,50	3,50	3,50
Água	87,00	89,00	89,00
Concentração de Sólidos	0,1300	0,1100	0,1100
Cor	roxa	laranja	rosa

Essas formulações foram escolhidas por DONIDA, ROCHA e BARTHOLOMEU (2004), com base na boa formação de um filme homogêneo e o bom desempenho no processo de recobrimento de esferas de vidro, em sistema experimental com atomização no topo do leito de jorro.

### 3.2.1- Caracterização das suspensões

As suspensões foram caracterizadas quanto: à densidade, à tensão superficial, ao ângulo de contato e ao comportamento reológico.

### 3.2.1.1- Densidade

A densidade da suspensão foi determinada por meio de picnometria líquida, utilizando-se um picnômetro de 25mL, calibrado com água para que o seu volume real fosse conhecido. A densidade da suspensão foi obtida pela relação entre a massa de suspensão e o volume do picnômetro.

A densidade foi determinada em duplicata para cada suspensão preparada durante o trabalho.

### 3.2.1.2- Tensão Superficial

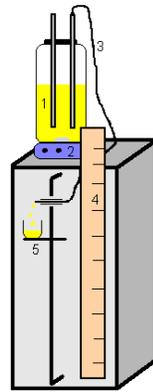
A tensão superficial das suspensões foi determinada pelo método de Du Noüy, método do anel, por meio de um tensiômetro automático Sigma 701, KSV Instruments®.

Neste método, a tensão superficial foi determinada a partir das medidas sucessivas de força necessária para romper o filme líquido da suspensão formado no anel.

As tensões superficiais foram obtidas em duplicata para cada suspensão e determinadas nas temperaturas em que a suspensão é adicionada ao leite, entre 25° e 30°C.

### 3.2.1.3- Reologia

O estudo reológico das suspensões foi realizado em um reômetro capilar (Figura 3.1). No reômetro capilar, o comportamento reológico das suspensões foi obtido pela curva pseudo-reológica, por meio da determinação da vazão mássica da suspensão em um capilar de comprimento conhecido, para diferentes valores de queda de pressão em escoamento permanente em regime laminar (BIRD et alli, 1960).



- 1- recipiente com a suspensão
- 2- agitador magnético
- 3- tubo capilar descartável
- 4- régua milimetrada
- 5- coletor de suspensão

Figura 3.1 – Esquema do reômetro capilar

A curva pseudo-reológica foi obtida por meio da tensão de cisalhamento versus pseudo-taxa de deformação, obtidas pelas Equações (3.5) e (3.6), respectivamente.

$$\tau = \frac{D\Delta P}{4L} \quad (3.5)$$

Sendo:  $\Delta P = \rho g\Delta h$  ;

$$\gamma = \frac{8v}{D} \quad (3.6)$$

A curva pseudo-reológica foi construída de acordo com a equação (3.7):

$$\ln(\tau) = \ln(\kappa) + n'\ln(\gamma) \quad (3.7)$$

Se o gráfico for uma reta e  $n'$  igual a 1, o comportamento é de fluido newtoniano. Se  $n'$  for diferente de 1, o fluido será *Power-Law* (definido pela Equação 3.8).

$$\tau = m\gamma^n \quad (3.8)$$

O fluido é classificado como pseudoplástico quando  $n < 1$  e dilatante quando  $n > 1$ .

Os índices de comportamento,  $n$ , e de consistência,  $m$ , foram obtidos com os coeficientes angular e linear da regressão por meio das Equações (3.9) e (3.10), conhecidas como as Equações de Rabinowischt (BIRD et alli, 1960).

$$n = n' \quad (3.9)$$

$$k = m \left( \frac{3n+1}{4n} \right)^n \quad (3.10)$$

A viscosidade aparente da suspensão foi calculada para uma taxa de deformação fixa.

#### 3.2.1.4- Concentração de sólidos

A concentração de sólidos das suspensões foi determinada, pois apesar dos valores definidos pela composição das mesmas (Tabela 3.1), as suspensões foram submetidas ao moinho coloidal, o que provocou pequenas perdas de sólidos.

A metodologia consistiu em promover a secagem da suspensão para que ocorresse retirada de água livre, em uma estufa a 105°C até massa constante. As amostras foram pesadas com precisão de 0,0001g antes e após a permanência em estufa. A concentração de sólidos foi dada pela relação entre a massa de sólidos pela massa total:

$$C_s = \frac{m_{sólidos}}{m_{total}} \quad (3.11)$$

Para cada suspensão utilizada em cada ensaio de recobrimento foram realizadas duas medidas antes e duas após o recobrimento, podendo-se assim verificar quaisquer problemas de agitação da suspensão. Para a caracterização da suspensão foram sempre utilizadas medidas de concentração de sólidos em triplicata.

#### 3.2.1.5- Ângulo de Contato

A determinação do ângulo de contato do sistema sólido-líquido-vapor foi realizada em goniômetro Tante Contact Angle Meter - USA (Figura 3.2). Uma gota da suspensão foi depositada sobre cada sólido, com superfície plana (filme polimérico e placa de vidro), cuja imagem foi projetada num anteparo graduado e realizada a medida do ângulo de contato. Foram realizadas 40 medidas de ângulo de contato para cada partícula com a suspensão de recobrimento.

Os filmes poliméricos das partículas de ABS®, PP e PS foram obtidos por fusão de 2 gramas de partículas, de cada material correspondente, em uma prensa térmica,

marca Carver AccumStamp – Modelo 3986 da marca Fred & Carver Inc. USA. Utilizou-se uma placa de Petri para medida do ângulo de contato com o vidro.



Figura 3.2 – Esquema de um goniômetro (Tantec USA).

### 3.3. SISTEMA EXPERIMENTAL

O equipamento utilizado para o recobrimento das partículas foi um leito de jorro construído em acrílico, de geometria cônica-cilíndrica. A base cônica do leito de jorro tem ângulo incluído de 60°, altura de 14 cm e diâmetro de entrada de 5 cm. A coluna cilíndrica tem 20 cm de diâmetro e altura de 58 cm.

O esquema do sistema experimental pode ser visualizado na Figura 3.3.

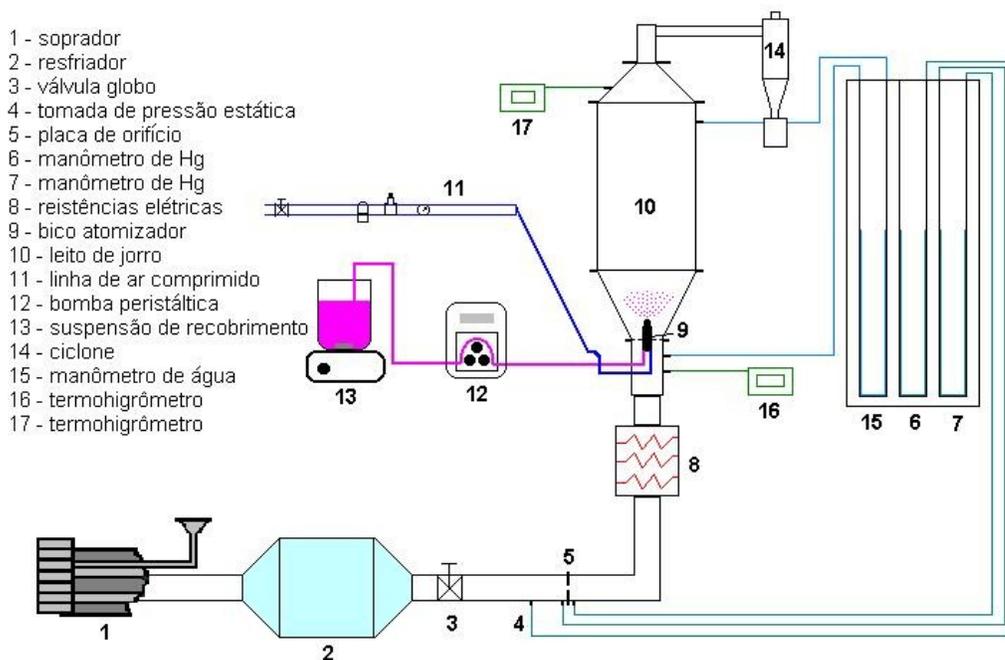


Figura 3.3: Esquema do Sistema Experimental

O ar de jorro foi alimentado por um soprador (1). A água foi o fluido refrigerante para o resfriador (2), sendo este utilizado para facilitar o controle da temperatura do ar à entrada do leito. Em (8) tem-se um aquecedor elétrico constituído de três resistências. A vazão de ar é controlada pela válvula globo (3) e medida pela placa de orifício (5), através da obtenção da pressão estática na linha (4) e da queda de pressão na placa de orifício (5), por manômetros de mercúrio (7) e (6), respectivamente. O ar chega à entrada do leito (10) aquecido, passando pela tela que suporta as partículas. A queda de pressão no leito é acompanhada pelo manômetro de água (15). O bico atomizador (9), de duplo fluido, localizado na base do leito, é alimentado com ar da linha de ar comprimido (11) e a suspensão de recobrimento (13) é mantida sob agitação magnética e bombeada para o bico atomizador através de uma bomba peristáltica (12). As temperaturas e umidades relativas do ar são medidas na entrada e na saída do leito com termohigrômetros (16) e (17). Um ciclone (14) acoplado ao leito de jorro é utilizado para coletar partículas e pó de suspensão elutriados durante o experimento.

### 3.3.1. Equipamentos periféricos

Especificações dos equipamentos periféricos utilizados no sistema experimental e nos métodos experimentais:

- Soprador marca IBRAM® modelo CR-10 com 7,5cv de potência;
- Conjuntos de três resistências elétricas, com potência total de 1200W;
- Manômetros diferenciais de vidro do tipo tubo em U com precisão de 0,5mm;
- Termohigrômetros da marca Cole Parmer®, com faixa de 0,5 a 100% para umidade relativa e 10 a 90°C de temperatura;
- Bomba peristáltica Masterflex®, modelo L/S 7523-20, capacidade de 2 a 130 ml/min;
- Balança analítica marca ADA®, precisão 0,0001 g;
- Balança técnica marca OHAUS®, precisão 0,1 g;
- Estufa de secagem e esterilização, marca FANEM®, modelo 315 SE;
- Termômetro de mercúrio INCOTERM®, faixa -10 a 100°C, desvio de 0,05°C;

- Estufa de secagem a vácuo, marca SQUAROID®.

### 3.3.2. Vazão de Ar

A vazão de ar de jorro foi determinada utilizando-se a equação de aferição de OWER e PANKHURST (1977) para as placas de orifício:

$$w_{ar} = K \xi \alpha \cdot a_2 \sqrt{\frac{1}{1 - m^2}} (\Delta P_1) \frac{b}{c + T} \quad (3.12)$$

$$\xi = 1 - \beta \frac{\Delta P_1}{P_{est,1}} \quad (3.13)$$

$$\beta = 0,3041 + 0,0876m - 0,1166m^2 + 0,4089m^3$$

$$\alpha = 0,5959 + 0,0312m^{1,05} - 0,184m^4$$

$P_{est,1}$  = pressão estática a montante da placa de orifício

Para o sistema internacional de unidades, tem-se as seguintes constantes:  $K=0,0573$  e  $C = 273,15$ . O diâmetro do orifício da placa é 18 mm e do tubo é 52,5mm. Para estes valores, obteve-se a seguinte Equação:

$$w_{ar} = 2,3424 \sqrt{\frac{\Delta h}{273,15 + T}} - \frac{0,7341}{P_1} \sqrt{\frac{(\Delta h)^3}{273,15 + T}} \quad (3.14)$$

## 3.4. MÉTODOS EXPERIMENTAIS

### 3.4.1. Estudo fluidodinâmico a seco das partículas

O estudo fluidodinâmico das partículas a seco no leito de jorro foi realizado conforme o seguinte procedimento: adicionou-se uma determinada carga de partículas no leito e mediu-se a altura do leito fixo com uma régua milimetrada. Aumentou-se gradativamente a vazão de ar na entrada do leito até a máxima capacidade do soprador.

Para cada variação da vazão de ar mediu-se os valores de pressão estática, queda de pressão da placa de orifício e do leito, por meio dos manômetros acoplados ao equipamento. À medida que o processo foi realizado, as mudanças no comportamento do leito de jorro foram anotadas. Em seguida, foi reduzida gradativamente a vazão de ar até zero, sendo adotadas as mesmas medidas e observações.

A influência do ar de atomização na fluidodinâmica das partículas foi verificada para diferentes pressões, seguindo o mesmo procedimento descrito acima, com ar de atomização sobre o leito a uma pressão fixa durante todo o ensaio fluidodinâmico.

#### 3.4.2. Ensaio de recobrimento

O procedimento descrito a seguir foi executado nos ensaios de recobrimento realizados no sistema experimental descrito no item 3.3, em condições operacionais fixas.

O leito foi abastecido com uma carga, pré-fixada em testes preliminares, de uma determinada partícula, sendo a vazão e a temperatura do ar de jorro ajustadas. Aguardou-se o sistema entrar em regime e foram realizadas as medidas de: temperatura do ar de entrada e de saída do leito, umidade do ar de entrada e saída, queda de pressão na placa de orifício e do leito, pressão estática da linha, alturas do leito e do ânulo e velocidade de circulação da partícula no ânulo. Ligou-se a alimentação da suspensão e ajustou-se a pressão do ar de atomização, iniciando-se a contagem de tempo do processo. Imediatamente foram lidas as quedas de pressão na placa de orifício e do leito de partículas, bem como as temperaturas e umidades de entrada e saída do ar e as alturas do ânulo e do leito.

Durante o ensaio, as medidas dos parâmetros acima descritos foram realizadas em intervalos de tempo determinados. Após atingir-se o tempo de recobrimento de 30min, desligou-se a alimentação de suspensão e, em seguida, o sistema de aquecimento do ar de entrada. As partículas jorraram por mais alguns minutos, sendo então removidas do leito.

Para a manutenção de regime estável do leito durante o recobrimento adotou-se como procedimento manter-se a altura do leito (ânulo + fonte) constante, através do aumento da vazão de ar.

Após o término de cada ensaio foram verificadas a temperatura, densidade e vazão da suspensão, sendo também coletadas duas amostras para a determinação de concentração de sólidos. Amostras das partículas recobertas foram separadas para a determinação do crescimento e eficiência do processo ao término de cada experimento. Essas amostras foram pesadas e submetidas à secagem em estufa a vácuo de 20 inHg por 24 horas à 70°C para eliminar água absorvida pelas partículas durante o recobrimento.

#### 3.4.3. Velocidade de circulação dos sólidos

A velocidade de circulação das partículas no ânulo foi quantificada por meio de medidas do tempo gasto por uma partícula para percorrer a distância fixada de 3,5cm na parede da base cônica do leito (VIEIRA et alli.,2004). Cada valor da velocidade de circulação foi obtido pela média de oito medidas de tempo. As medidas foram realizadas nas condições operacionais dos experimentos antes de iniciar o recobrimento e também durante o processo.

3.4.4. Determinação do crescimento das partículas, da eficiência e da massa de sólidos coletados durante o recobrimento.

O crescimento das partículas ( $\delta$ ), definido como a razão entre a massa do filme formado durante o recobrimento e a massa original das partículas, Equação 3.15, foi determinado pela remoção por dissolução do filme de revestimento das partículas, determinando-se dessa forma a massa de recobrimento,  $M_{rec}$ .

$$\delta_{exp} = \frac{M_{rec} - M_o}{M_o} \quad (3.15)$$

A eficiência do processo ( $\eta$ ) de recobrimento é definida como a razão entre a massa de sólidos aderida às partículas e a massa de sólidos na suspensão adicionada ao leito (KUCHARSKI e KMIÉC, 1989; ROCHA, 1992; TARANTO et alli, 1997 e DONIDA, 2004). Para avaliar a eficiência do recobrimento ( $\eta$ ) a partir do crescimento experimental foi adotada a razão entre o crescimento obtido experimentalmente e o crescimento teórico (Equação 3.16), ou seja, o máximo crescimento obtido,

considerando-se que toda a massa de sólido atomizada fosse aderida à da partícula, não havendo perdas por elutriação e também nas paredes do leito.

$$\delta_{teorico} = \frac{Q_{susp} \cdot \rho_{susp} \cdot t \cdot C_s}{M_o} \quad (3.16)$$

$$\eta = \frac{\delta_{exp}}{\delta_{teorico}} \quad (3.17)$$

A perda de sólidos por elutriação ( $L$ ), definida como a razão entre a massa de sólidos coletados no ciclone e a massa total de sólidos adicionada ao leito, é dada pela Equação 3.17.

$$L = \frac{M_{coletados}}{Q_{susp} C_{sol} t} 100 \quad (3.18)$$

3.4.5 Determinação da retenção média de sólidos na partícula e da eficiência de coleta de pó durante o processo de secagem da suspensão.

A retenção média de sólidos na partícula ( $R$ ), é definida pela razão entre a massa de sólidos retida na partícula e a massa total de sólidos adicionada ao leito.

$$R = \frac{M_f - M_o}{Q_{susp} C_{sol} t} \quad (3.19)$$

A eficiência da coleta de pó ( $\beta$ ), é definida como a razão entre a massa de sólidos secos coletados pela massa total de sólidos adicionada ao leito.

$$\beta = \frac{M_{pó}}{Q_{susp} C_{sol} t} \quad (3.20)$$

#### 3.4.6. Análise em microscópio óptico

As partículas inertes e recobertas foram analisadas quanto à uniformidade e rugosidade em microscópio óptico, Microscópio Stereozoom da Cole Parmer®, ampliação de até 10x.

## CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para a realização do estudo da influência da adesão partícula-suspensão durante o processo de recobrimento foram utilizadas partículas de diferentes tamanhos, formas, densidades e escoabilidades. As suspensões analisadas também apresentaram diferentes características: concentração de sólidos, massa específica, reologia e tensão superficial. Essas caracterizações foram realizadas de acordo com a metodologia apresentada no Capítulo 3 – Materiais e Métodos.

### 4.1 – CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS INERTES

A Tabela 4.1 apresenta os dados obtidos para a caracterização física de cada tipo de partícula.

Tabela 4.1: Caracterização física das partículas

Material	Vidro	ABS®	PP	PS
Forma	arredondada	arredondada	irregular	lenticular
$d_p$ (mm)	2,13	2,90	2,91	4,58
$\phi$	$0,81 \pm 0,05$	$0,77 \pm 0,06$	$0,74 \pm 0,06$	$0,90 \pm 0,07$
$\Phi$ (°)	$31,03 \pm 1,15$	$40,27 \pm 2,22$	$37,67 \pm 2,12$	$36,67 \pm 1,22$
$\rho_{\text{bulk}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	$1594,2 \pm 24,7$	$661,2 \pm 6,3$	$610,8 \pm 6,6$	$664,2 \pm 13,4$
$\rho_{\text{real}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	$2491,5 \pm 0,4$	$1022,1 \pm 0,8$	$905,3 \pm 0,6$	$1060 \pm 0,6$
$\rho_{\text{ap}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	2491,7	1013,6	905,3	1049,1
$\epsilon_p$ (%)	0	0,83	0	1,03
IE (mm)	18	14	18	10
$E_{\text{sup.}} \cdot 10^3$ (N/m)	85	34	30	32

Os núcleos utilizados foram: vidro, ABS®, polipropileno (PP) e poliestireno (PS), que foram caracterizadas segundo: a forma, o diâmetro médio, a esfericidade, o ângulo de repouso, as densidades *bulk*, real e aparente, a porosidade e a escoabilidade.

## 4.2 – CARACTERIZAÇÃO DAS SUSPENSÕES

Foram utilizadas três suspensões poliméricas aquosas que, pelas diferenças na formulação, modificaram suas propriedades de tensão superficial, concentração de sólidos, densidade, reologia e viscosidade aparente.

Na Tabela 4.2 encontram-se as características físico-químicas das suspensões utilizadas durante o estudo do processo de recobrimento.

Tabela 4.2: Características físico-químicas das suspensões

Características	Suspensão		
	1	2	3
$C_s$ (kg/kg)	0,1270 ± 0,006	0,1050 ± 0,001	0,1024 ± 0,003
$\rho_{\text{susp}}$ (kg/m <sup>3</sup> )	1042,8 ± 5,70	1054,5 ± 5,8	1015,1 ± 3,0
$\sigma \times 10^3$ (N/m)	60,09 ± 1,20	46,27 ± 0,61	67,50 ± 0,65
n (---)	0,8754 ± 0,021	0,8226 ± 0,024	0,8330 ± 0,059
m (Ns <sup>n</sup> /m <sup>2</sup> )	0,3235 ± 0,004	0,1220 ± 0,010	0,1109 ± 0,035
$\mu_{\text{ap}}$ (Ns/m <sup>2</sup> )	0,1368	0,0358	0,0349
Cor	Roxa	Laranja	Rosa

A viscosidade aparente foi calculada para uma taxa de deformação de 1000s<sup>-1</sup>.

As suspensões 1 e 3 apresentam como diferença básica a concentração de polímero utilizada em sua formulação, o que provocou diferença nos valores de concentração de sólidos e, principalmente, reologia. A suspensão 1 apresenta maior concentração de hidroxietilcelulose do que a suspensão 3, o que originou valores maiores de concentração de sólidos e viscosidade aparente.

A suspensão 2 apresenta-se distinta das suspensões 1 e 3 em função do diferente surfactante utilizado em sua formulação (Tween 80®), que promove uma menor tensão superficial. Sua reologia e, conseqüentemente, a viscosidade aparente é semelhante à da suspensão 3.

Por meio das curvas pseudoreológicas de cada suspensão analisada, foram obtidos parâmetros reológicos, índice de comportamento,  $n$  e índice de consistência,  $m$ . As Figuras 4.1, 4.2 e 4.3 apresentam os resultados do comportamento obtido para cada suspensão.

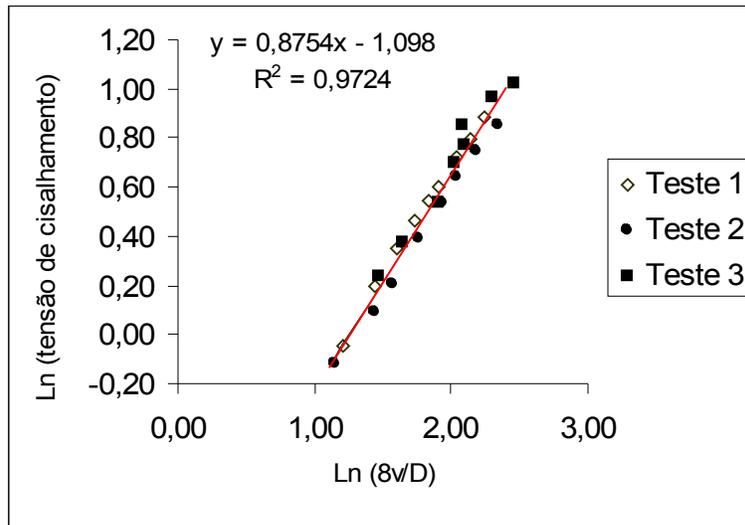


Figura 4.1- Curva pseudoreológica da suspensão 1 (roxa)

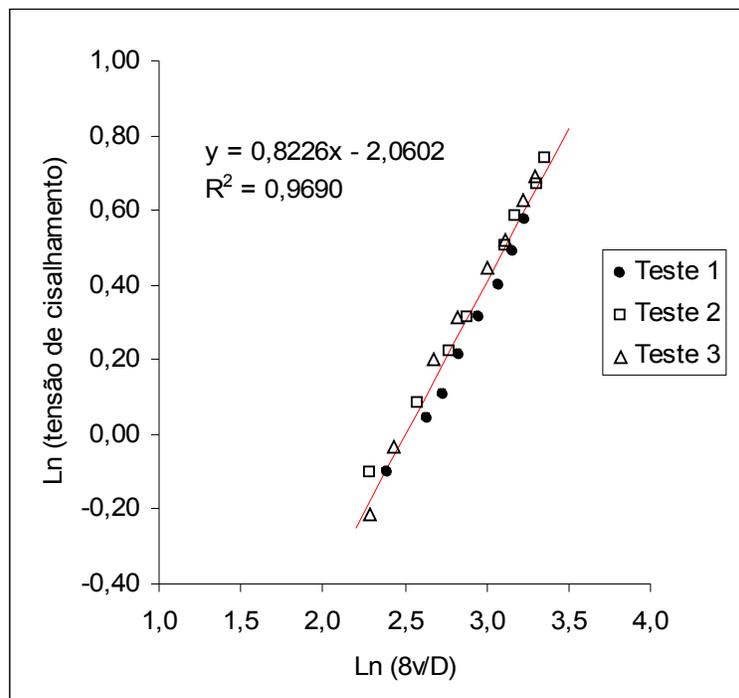


Figura 4.2- Curva pseudoreológica da suspensão 2 (laranja)

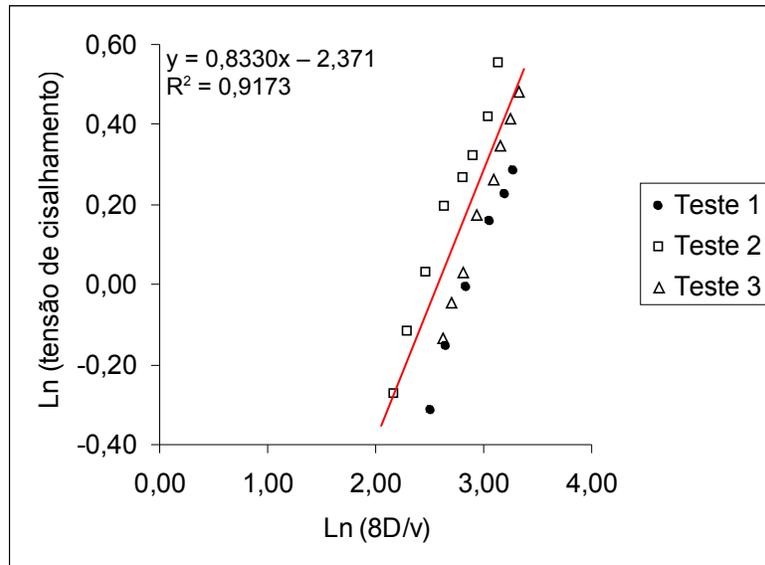


Figura 4.3- Curva pseudoreológica da suspensão 3 (rosa)

Para a obtenção das figuras 4.1, 4.2 e 4.3 foi realizada a reologia em triplicata e o resultado do comportamento da suspensão foi obtido por meio de regressão linear.

Ao analisar as figuras 4.1, 4.2 e 4.3 pode-se afirmar que o comportamento das suspensões 1, 2 e 3 é de um fluido não newtoniano com perfil *Power Law* do tipo pseudo-plástico ( $n < 1$ ), já que os dados se ajustaram bem a uma reta e valores do índice de comportamento  $n$  encontram-se entre 0,8226 e 0,8754.

#### 4.2.1 – Caracterização da molhabilidade das partículas pelas suspensões

A molhabilidade de uma partícula por um líquido é dependente dos valores de ângulo de contato, tensão superficial e energia superficial do sólido.

O ângulo de contato é uma medida quantitativa da molhabilidade de um sólido por um líquido, isto é, a interação existente entre o líquido e a superfície do sólido. O recobrimento de partículas ocorre quando há boa molhabilidade das partículas com a

suspensão, que está relacionada com baixos valores de ângulo de contato. Daí, a importância da obtenção dessa propriedade.

A Tabela 4.3 apresenta os valores de ângulo de contato das partículas de vidro, ABS®, PS e PP com as três suspensões estudadas.

Tabela 4.3: Ângulo de Contato

Material	Ângulo de Contato		
	Suspensão 1	Suspensão 2	Suspensão 3
Vidro	37,82 ± 1,42	34,94 ± 2,44	37,86 ± 2,34
ABS®	70,35 ± 1,35	54,29 ± 3,48	70,0 ± 1,45
PS	76,68 ± 2,38	57,50 ± 3,31	79,5 ± 1,57
PP	78,98 ± 2,33	70,98 ± 2,41	80,9 ± 1,21

As suspensões 1 e 3 apresentam valores próximos de ângulo de contato, conforme mostra a Figura 4.4. Já a suspensão 2, apresenta valores de ângulo de contato bem distintos das demais suspensões, devido ao diferente surfactante utilizado em sua composição, que diminui sua tensão superficial.

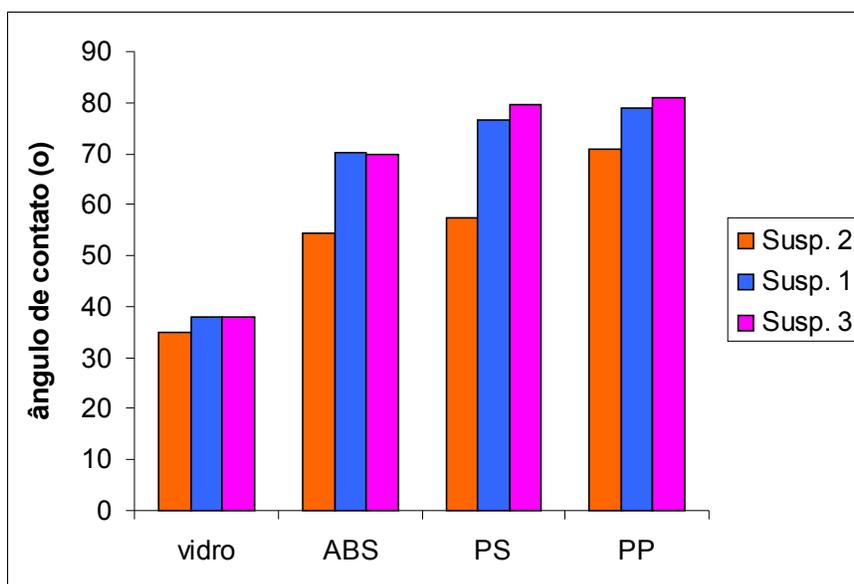


Figura 4.4 –

Comparação do ângulo de contato dos materiais com a suspensões 1, 2 e 3.

Neumann (1999) estudou a medida do ângulo de contato e sua interpretação e observou que, os valores de ângulo de contato e as forças de interação molecular do sólido com o líquido, são importantes parâmetros que definem as interações na superfície do sólido.

O ângulo de contato é uma consequência da interação da superfície do sólido com a suspensão. Materiais com maior energia de superfície apresentam maior interatividade entre o líquido e o sólido, isto é, o ângulo de contato é inversamente proporcional à energia superficial do sólido.

A energia superficial do sólido é uma propriedade relacionada às forças intermoleculares do sólido. Quanto maior a força intermoléculas, maior a energia de superfície do sólido e maior a receptividade do sólido pelo líquido (boa molhabilidade).

A força de adesão da suspensão sobre as partículas é quantificada pelo trabalho de adesão, que correlaciona a tensão superficial do líquido e o ângulo de contato, de acordo com a Equação (2.2).

A Tabela 4.4 apresenta os valores do trabalho de adesão obtidos para cada conjunto partícula-suspensão.

Tabela 4.4: Trabalho de Adesão para as partículas e suspensões utilizadas

Material	Trabalho de adesão (N/m).10 <sup>3</sup>		
	Suspensão 1	Suspensão 2	Suspensão 3
Vidro	107,6	84,2	120,79
ABS®	80,3	73,3	90,59
PS	73,9	71,1	79,80
PP	71,6	61,3	78,18

Para que ocorra o processo de recobrimento é importante que exista uma boa adesão da partícula-suspensão, isto quer dizer que o trabalho de adesão juntamente com as características do sólido e do substrato são fatores determinantes no processo de recobrimento (DONIDA, 2004).

### 4.3 – ESTUDO FLUIDODINÂMICO A SECO

O estudo fluidodinâmico das partículas foi realizado para a determinação das condições operacionais do processo, para operação em jorro estável. Para a determinação da carga de partículas, determinou-se uma altura de leito fixo, cujo regime de jorro apresentou-se estável para todas as partículas no leito com geometria cônico-cilíndrica. Após ensaios fluidodinâmicos com diversas cargas, determinou-se a altura de leito fixo de  $H_0 = 15,5$  cm como satisfatória para todas as partículas.

A Tabela 4.5 apresenta as cargas do leito das partículas analisadas para essa altura de leito fixo.

Tabela 4.5: Carga do leito de partículas para  $H_0 = 15,5$  cm.

Partículas	Vidro	ABS®	PP	PS
Mo (kg)	4,1	1,7	1,4	1,7

Definidas as cargas das partículas, foi realizado primeiramente, o estudo fluidodinâmico para todas as partículas sem a presença do ar de atomização. As figuras 4.5 a 4.8 apresentam as curvas de queda de pressão versus a vazão de entrada do ar para cada uma das partículas utilizadas.

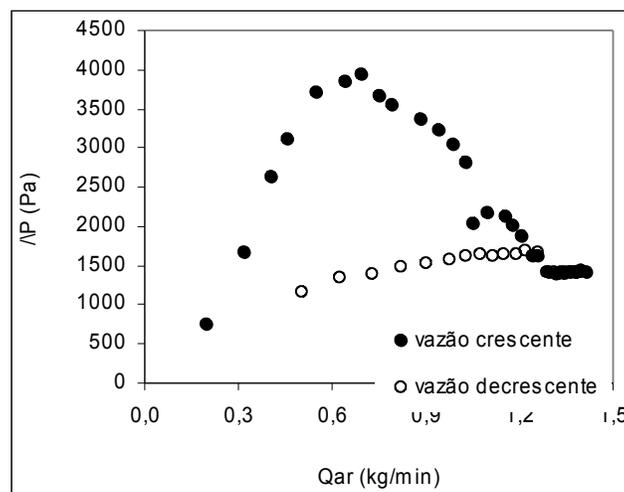


Figura 4.5: Curva fluidodinâmica das partículas de vidro, com carga de 4,1 kg.

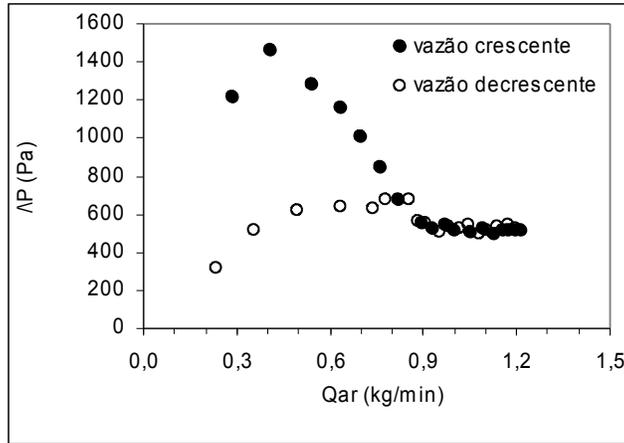


Figura 4.6: Curva fluidodinâmica das partículas de ABS®, com carga de 1,7 kg.

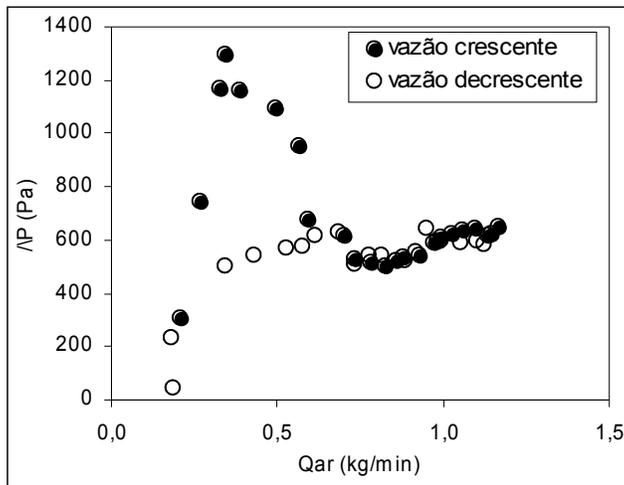


Figura 4.7: Curva Fluidodinâmica das partículas de PP, com carga de 1,4 kg.

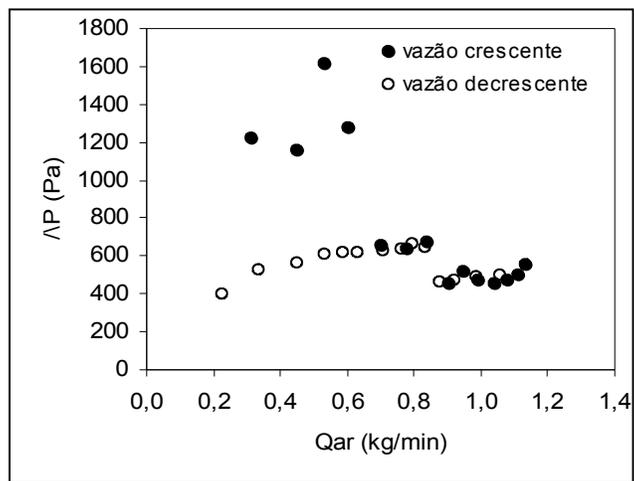


Figura 4.8: Curva fluidodinâmica das partículas de PS, com carga de 1,7 kg.

Na análise das Figuras 4.5 a 4.8 observou-se que todas apresentaram curvas com comportamento fluidodinâmico típico de leito de jorro, à exceção do PS para vazões crescentes. O formato lenticular e o alto diâmetro médio tornam difícil o início do jorro. Entretanto, o comportamento após estabelecido o regime e para vazões decrescentes foi satisfatório.

A velocidade de jorro mínimo foi obtida pelo acompanhamento da altura do ânulo (Tabela 4.6), metodologia desenvolvida por ADEODATO (2003).

Para se determinar a influência da pressão do ar de atomização na fluidodinâmica das partículas foram realizados experimentos para a obtenção de curvas de vazão decrescente com pressões de ar de atomização de 10, 20 e 25 psig.

As Figuras 4.9 a 4.24 apresentam as curvas de variação de queda de pressão do leito, alturas do ânulo, fonte e leito versus a vazão do ar de jorro para os materiais: vidro, ABS®, PP e PS.

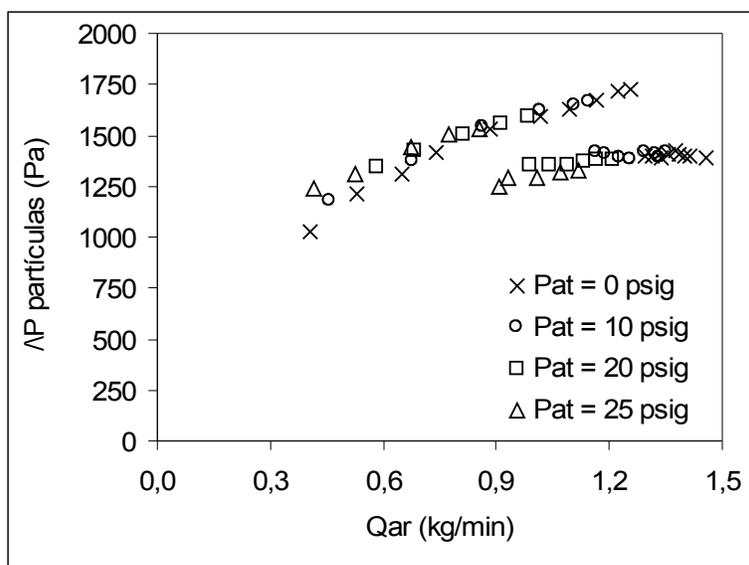


Figura 4.9 – Curvas de queda de pressão versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de vidro.

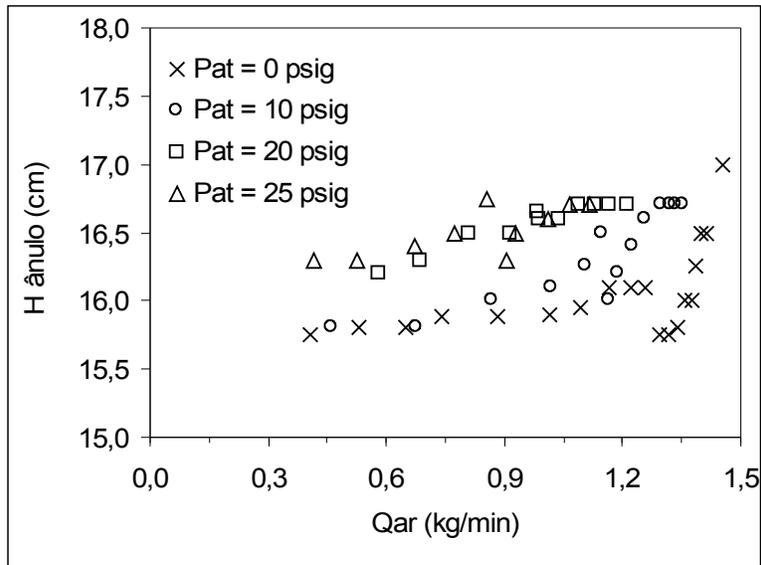


Figura 4.10 – Curvas de altura do ânulo versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de vidro.

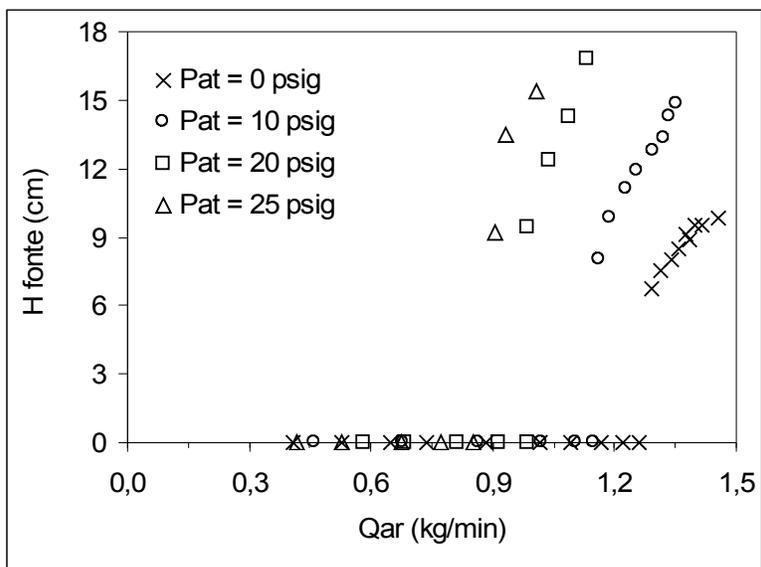


Figura 4.11 – Curvas de altura da fonte versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de vidro.

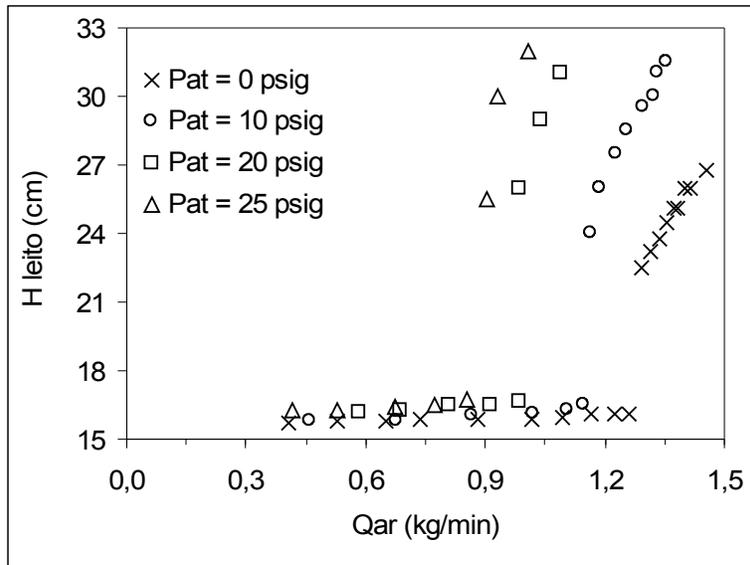


Figura 4.12 - Curva altura do leito versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para partículas de vidro.

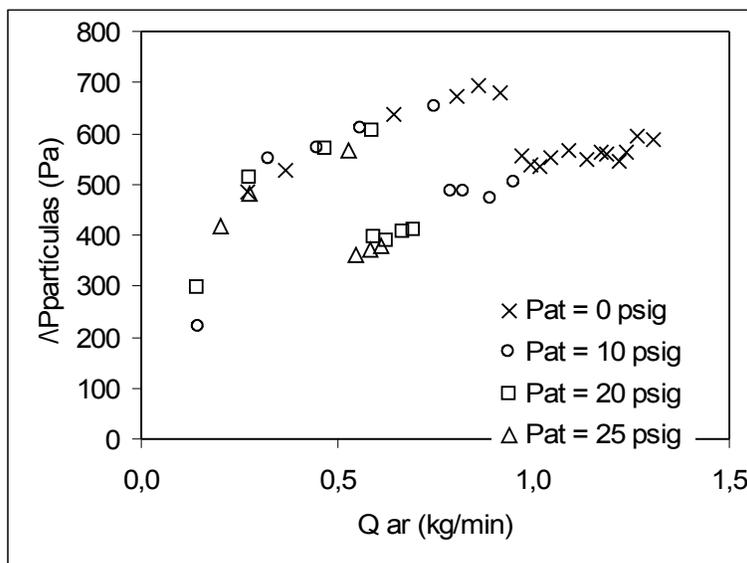


Figura 4.13 - Curvas de queda de pressão versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para ABS®.

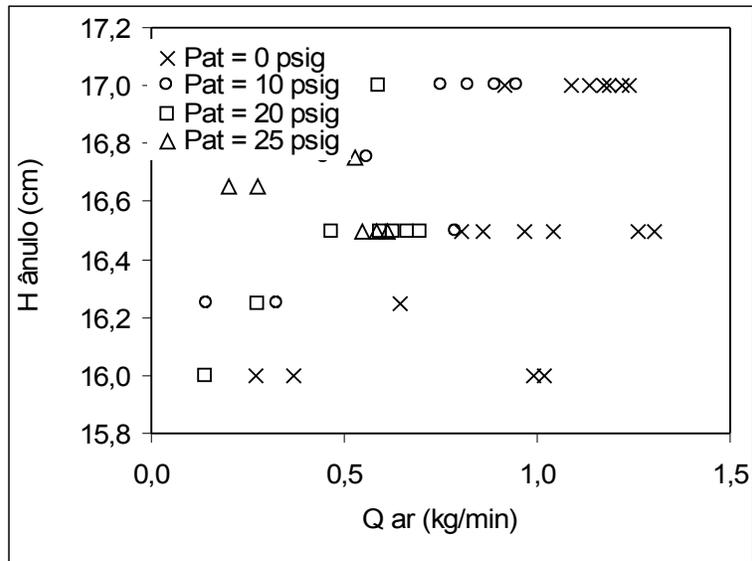


Figura 4.14 – Curvas de altura do ânulo versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para ABS®.

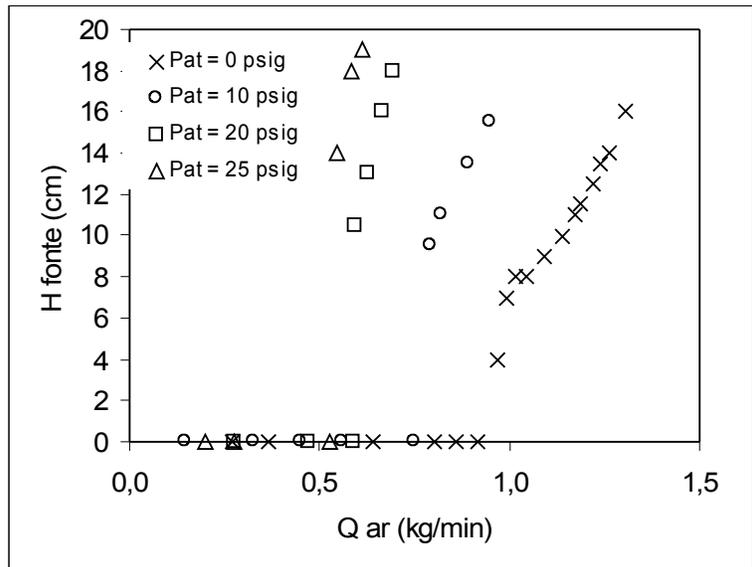


Figura 4.15 – Curvas de altura da fonte versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para ABS®.

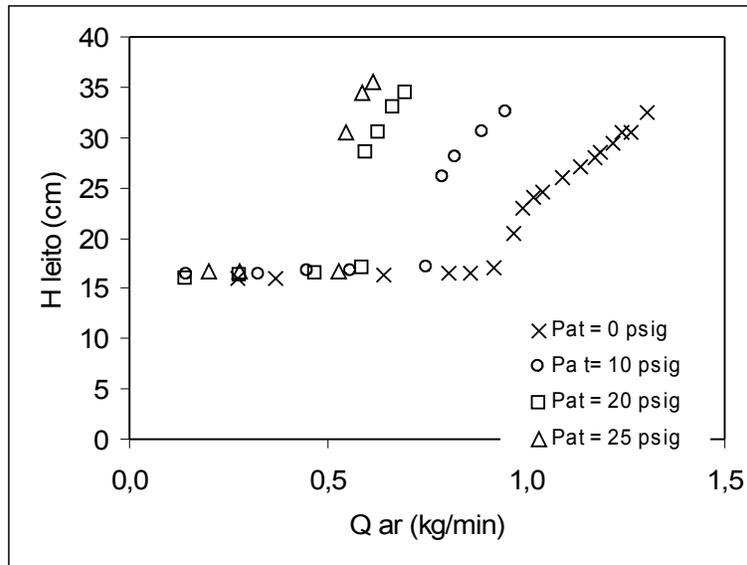


Figura 4.16 – Curvas de altura do leito versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para ABS®.

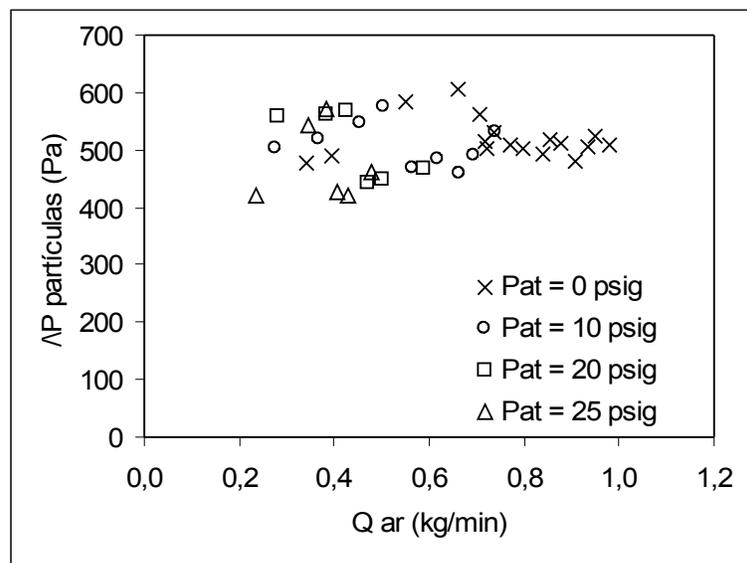


Figura 4.17 - Curvas de queda de pressão das partículas versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para PP.

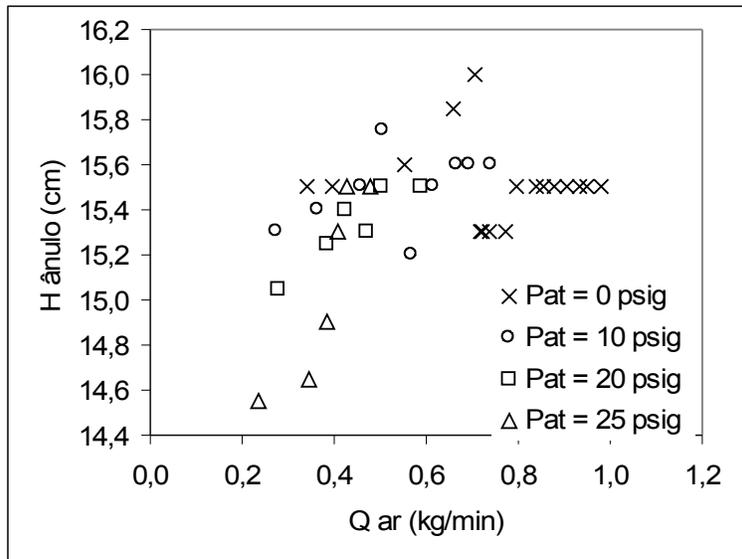


Figura 4.18 – Curvas de altura do ânulo versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para PP.

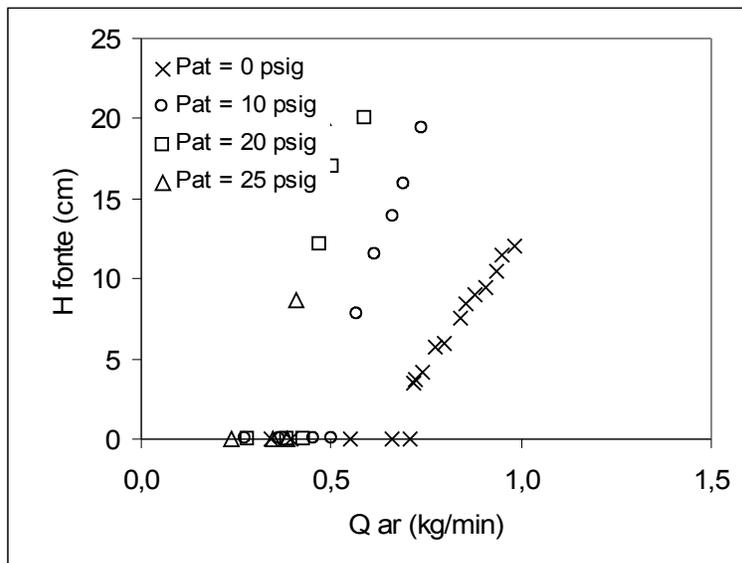


Figura 4.19 - Curvas altura da fonte versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para PP.

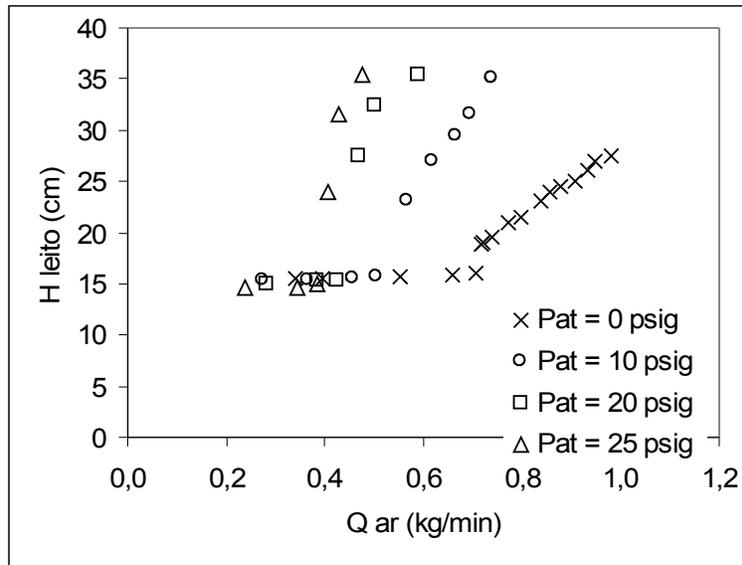


Figura 4.20 – Curvas de altura do leito versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para PP.

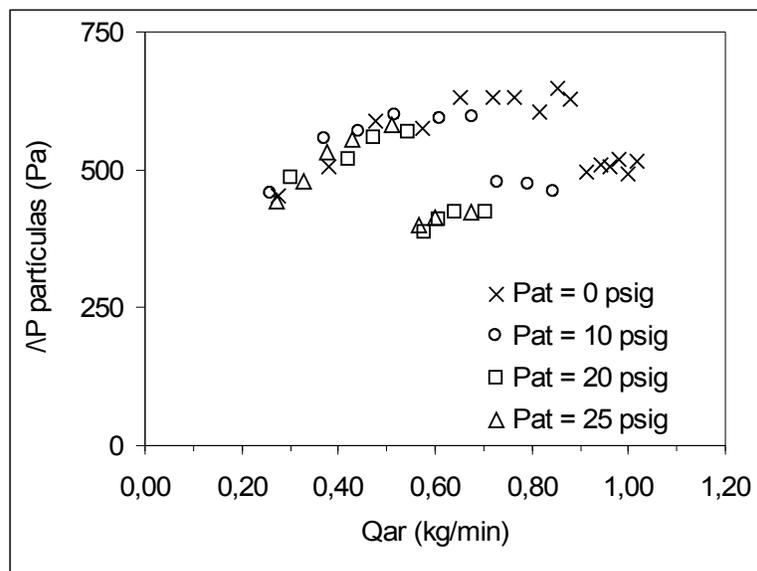


Figura 4.21 - Curvas de queda de pressão versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para PS.

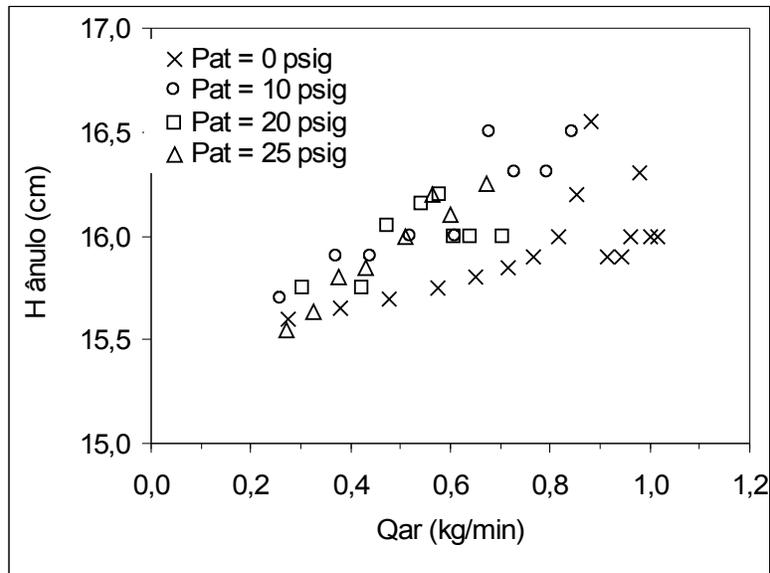


Figura 4.22 – Curvas de altura do ânulo versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para PS.

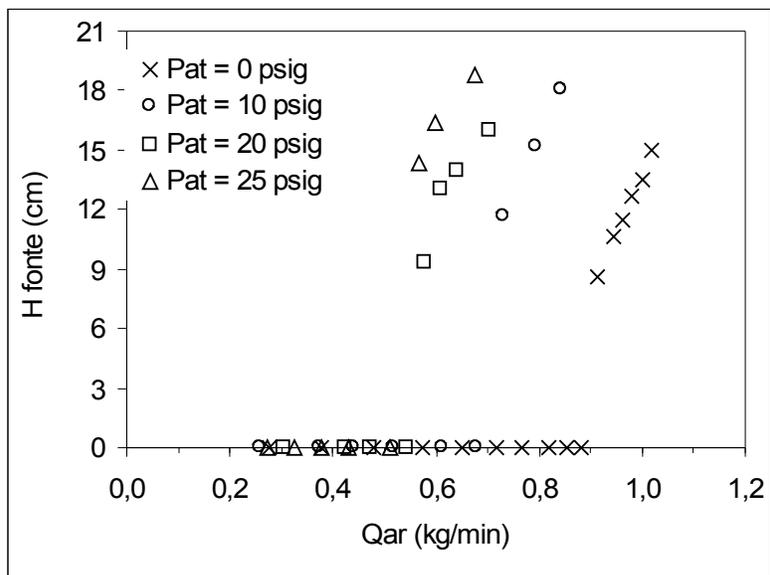


Figura 4.23 – Curvas de altura da fonte versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para PS.

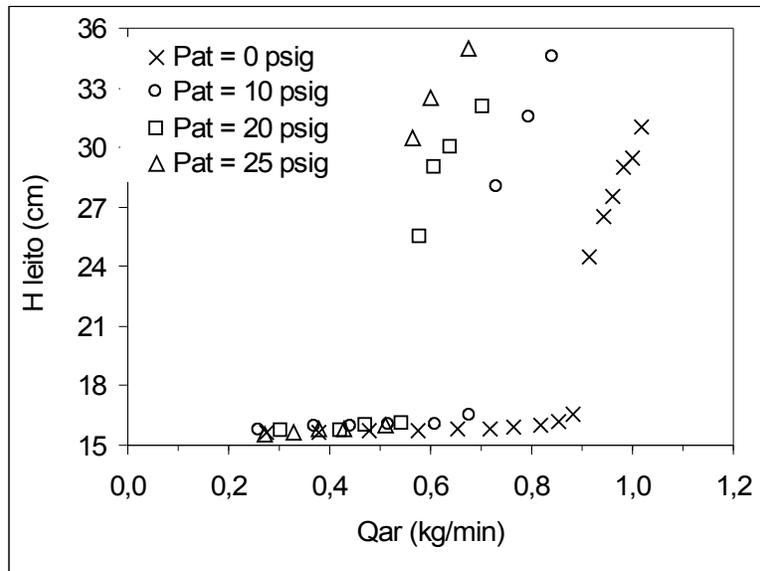


Figura 4.24 – Curvas de altura do leito versus vazão de ar de jorro, para vazão decrescente, com e sem ar de atomização para PS.

Analisando-se as Figuras 4.9 a 4.24 foi possível observar que a presença de ar de atomização provocou instabilidade no leito. Durante os experimentos ocorreu turbulência na fonte e na superfície do leito, o que facilitou o arraste de partículas para vazões que, na ausência do ar de atomização, fornece um comportamento de jorro estável.

Observa-se também, que as alturas do ânulo, da fonte e do leito são maiores para maiores pressões de ar de atomização. As faixas de vazão de operação em jorro estável no sistema experimental foram modificadas pela presença do ar de atomização, sendo que a vazão máxima de ar de jorro estável foi limitada pela altura máxima do leito estável, sem o arraste de partículas.

Na Tabela 4.6 estão listados os parâmetros obtidos durante os ensaios fluidodinâmicos realizados para cada uma das partículas analisadas, sem presença de ar de atomização.

Tabela 4.6: Parâmetros Fluidodinâmicos

Partículas	$\Delta P_{\text{máx}}$ (Pa)	$Q_{\text{jm}}$ (kg/min)	$U_{\text{jm}}$ (m/s)
Vidro	3934	1,27	0,571
ABS®	1458	0,937	0,421
PP	1291	0,697	0,312
PS	1605	0,878	0,392

A Tabela 4.7 mostra os valores da velocidade de jorro mínimo obtidos com a presença do ar de atomização.

Tabela 4.7: Influência da pressão de atomização sobre a velocidade de jorro mínimo

Partícula	$U_{\text{jm}}$ (m/s)			
	0 psig	10 psig	20 psig	25 psig
Vidro	0,571	0,349	0,292	0,288
ABS®	0,421	0,339	0,262	0,233
PP	0,312	0,231	0,125	0,110
PS	0,392	0,309	0,162	0,147

Por meio da observação da Tabela 4.7 e das Figuras 4.9 a 4.24 foi possível observar que para os quatro materiais utilizados, a velocidade de jorro mínimo diminuiu com o aumento da pressão do ar atomização.

Esta influência do ar de atomização no comportamento fluidodinâmico das partículas é proveniente da localização do bico atomizador na base do leito, em que o ar de atomização funciona como auxiliar para o início da movimentação das partículas no leito.

DONIDA (2004) ao estudar o comportamento fluidodinâmico das partículas de vidro, ABS®, PP, PS, PEBD e placebo com o bico atomizador no topo do leito não observou influência significativa do ar de atomização nos valores de queda de pressão de jorro estável e velocidade de jorro mínimo, para a mesma faixa de condições experimentais deste trabalho.

Na análise da queda de pressão estável observou-se que o aumento da pressão do ar de atomização foi o responsável pela diminuição da queda de pressão do leito.

Assim, pode-se observar a diferença do comportamento fluidodinâmico ocorrida com a alteração da posição do bico atomizador. Os valores menores obtidos para  $U_{jm}$  e  $\Delta P$  podem ser vistos como uma vantagem da atomização na base do leito. Entretanto, a instabilidade provocada no regime fluidodinâmico desfavorece esse posicionamento do bico atomizador.

#### 4.4 -ESTUDO FLUIDODINÂMICO DOS PROCESSOS DE RECOBRIMENTO E SECAGEM

Para a realização dos experimentos foi utilizada a metodologia descrita no item 3.4.2 do Capítulo 3. As condições operacionais de carga, vazão de ar, pressão de atomização foram fixadas a partir dos parâmetros fluidodinâmicos e são apresentadas na Tabela 4.8. Os experimentos foram realizados em duplicata para validação dos dados experimentais.

Tabela 4.8: Condições operacionais dos ensaios de recobrimento

Altura do leito (cm)	15,5
Velocidade do ar de jorro (m/s)	1,15 x $U_{jm}$
Temperatura do ar de jorro (°C)	60
Vazão volumétrica da suspensão (mL/min)	6,0
Pressão de Atomização (psig)	20
Tempo de processo (min)	30

A velocidade do ar de jorro de 1,15 vezes o jorro mínimo para os ensaios de recobrimento; no que se refere ao valor da pressão de ar de atomização, foi adotada devido à boa circulação de sólidos e a presença de um regime estável para todas as partículas.

A vazão da suspensão foi escolhida com base em testes preliminares e em trabalho de recobrimento em leito de jorro, que utilizavam o sistema atomizador na base do leito (OLIVEIRA, 2002).

As condições estacionárias de transferência de calor e massa foram estabelecidas após 5 minutos da adição da suspensão no sistema experimental, quando as medidas dos valores da temperatura do ar no ânulo e da umidade do ar de saída tornam-se praticamente constantes.

Durante a realização dos ensaios experimentais constatou-se que a altura do leito deveria ser mantida constante, por meio do aumento da vazão de ar, já que a atomização da suspensão provoca o aumento de massa do leito e, com isso, ocorreu em alguns casos variação na estabilidade do leito.

A partir da análise do comportamento do processo foi possível a divisão das partículas em dois grupos: partículas que são recobertas pela suspensão polimérica aquosa (vidro e ABS®) e partículas que provocam o processo de secagem da suspensão em questão (PP e PS).

#### 4.4.1- Análise da Fluidodinâmica dos Processos

##### 4.4.1.1- Processo de Recobrimento

As partículas de vidro e ABS®, devido as suas características de molhabilidade (ângulo de contato, tensão superficial e trabalho de adesão), sofreram o processo de recobrimento, enquanto as partículas de PS e PP, também pelas suas características superficiais, provocaram a secagem da suspensão.

As Figuras 4.25 a 4.32 apresentam o comportamento das partículas de vidro e ABS em termos de vazão de ar de jorro, queda de pressão no leito, velocidade de circulação e altura do leito, durante o recobrimento, com as três suspensões utilizadas durante a realização deste estudo.

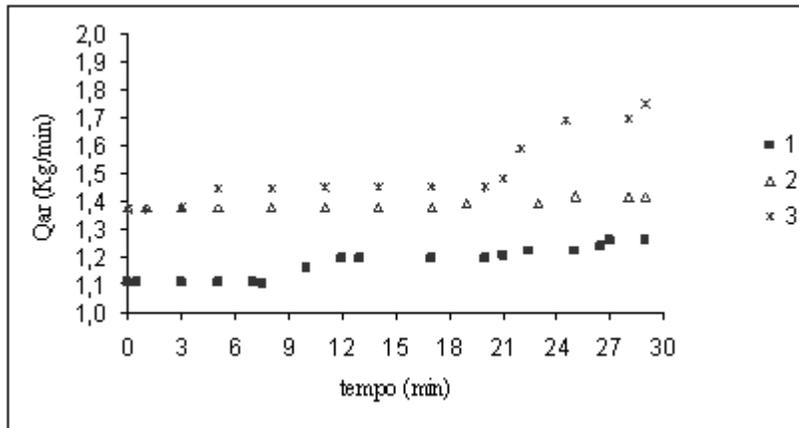


Figura 4.25 – Vazão de ar de jorro durante o recobrimento do vidro com as suspensões 1, 2 e 3.

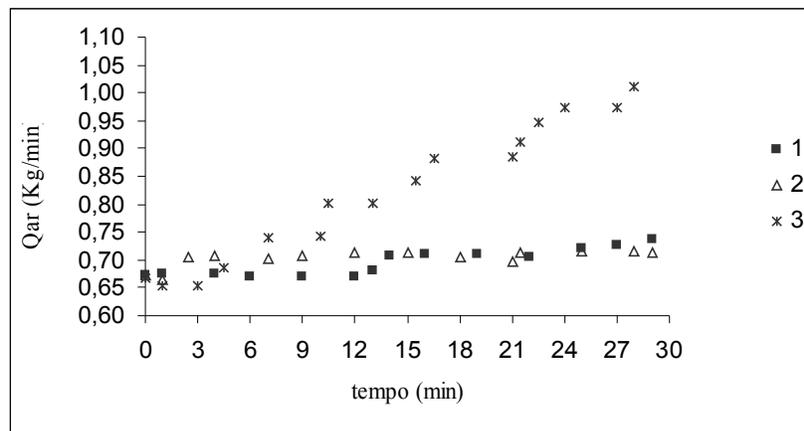


Figura 4.26 – Vazão de ar de jorro durante o recobrimento do ABS® com as suspensões 1, 2 e 3.

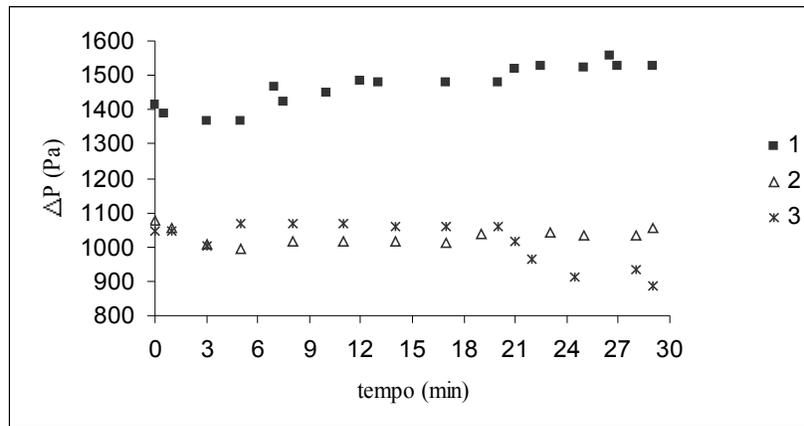


Figura 4.27 – Queda de pressão no leito durante o recobrimento do vidro com as suspensões 1, 2 e 3.

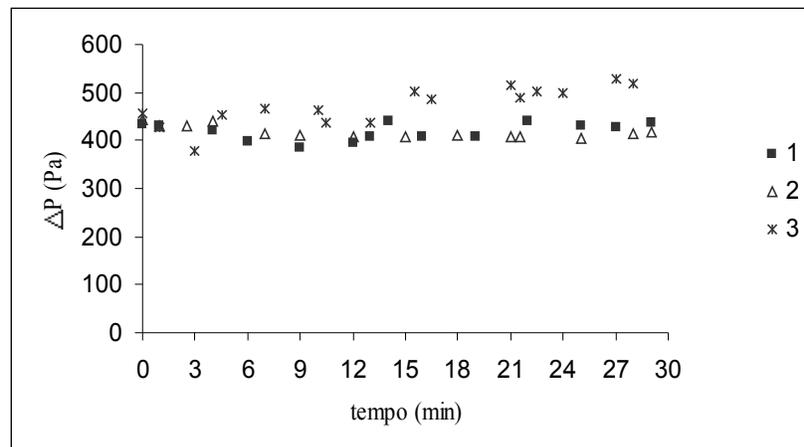


Figura 4.28 – Queda de pressão no leito durante o recobrimento do ABS® com as suspensões 1, 2 e 3.

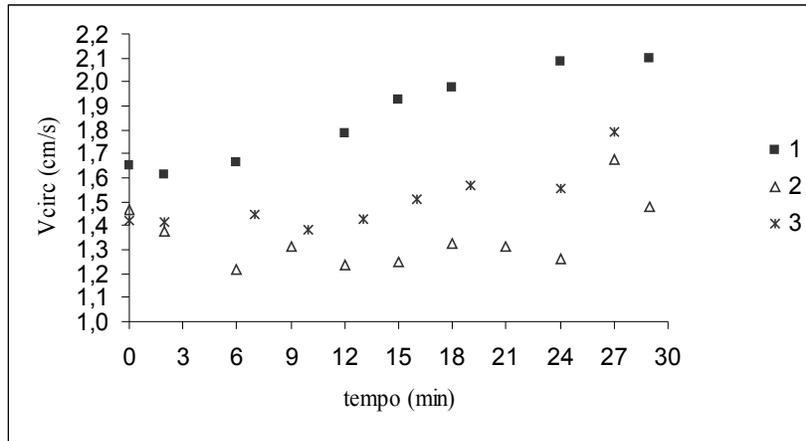


Figura 4.29 – Velocidade de circulação das partículas durante o recobrimento do vidro com as suspensões 1, 2 e 3.

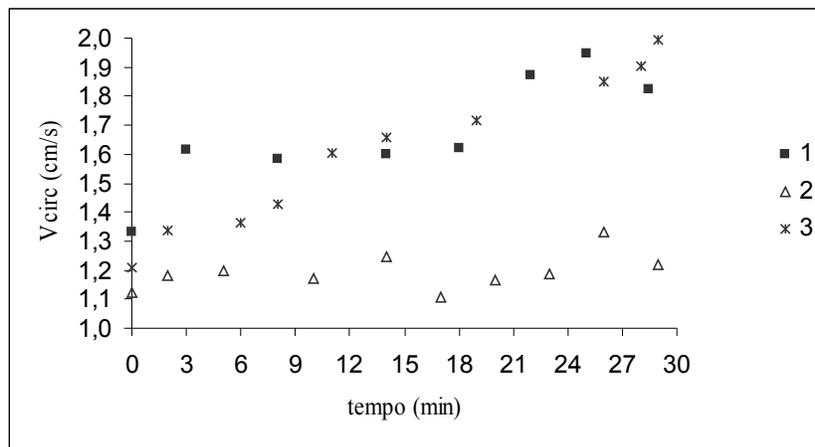


Figura 4.30 – Velocidade de circulação das partículas durante o recobrimento do ABS® com as suspensões 1, 2 e 3.

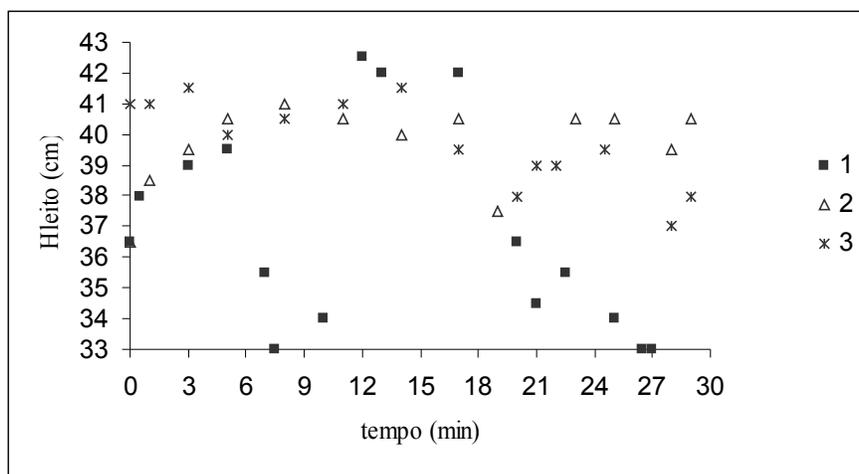


Figura 4.31 – Altura do leito durante o recobrimento do vidro com as suspensões 1,2 e 3.

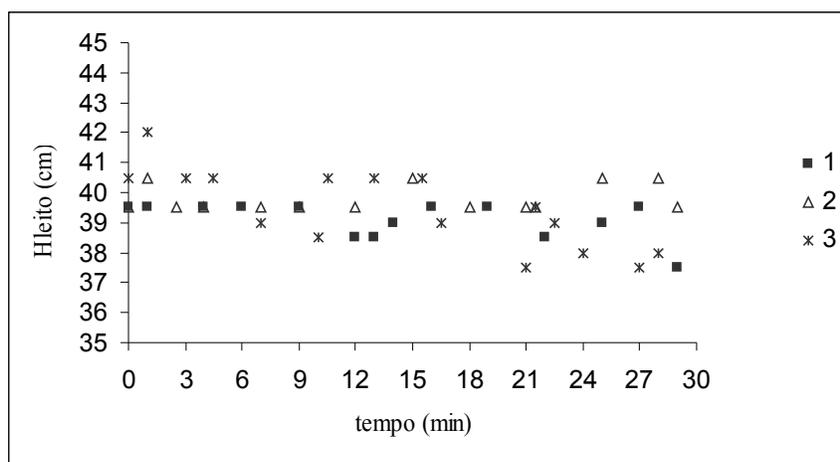


Figura 4.32– Altura do leito durante o recobrimento do ABS® com as suspensões 1,2 e 3.

As Figuras 4.25 a 4.32 demonstram a evolução dos parâmetros fluidodinâmicos para as partículas de vidro e ABS®, que apresentam comportamentos similares durante o recobrimento.

Para as suspensões 1 e 3, a velocidade de circulação das partículas aumenta com o tempo de processo, influenciada pelos aumentos da vazão de ar necessários para manter a condição fluidodinâmica durante o recobrimento. Já para a suspensão 2, a velocidade de circulação permaneceu praticamente constante, já que não foram necessários aumentos significativos da vazão do ar durante o recobrimento.

A queda de pressão no leito manteve-se praticamente constante para as suspensões estudadas, apesar de pequenas flutuações durante o processo, influenciadas pelo aumento da vazão.

As Figuras 4.31 e 4.32 demonstraram que, com a suspensão 1, o vidro e ABS® apresentaram variação na altura do leito, com o aumento da vazão de ar de jorro, ocasionado pela diferente interação na superfície do sólido.

Para as partículas de vidro, a altura do leito tende a aumentar durante o processo, conseqüência do aumento de massa e queda da porosidade do leito. Já para o ABS®, a altura do leito permaneceu praticamente constante.

#### 4.4.1.2 – Processo de Secagem

Processo de secagem das suspensões ocorreu com as partículas de PP e PS. As condições estacionárias do processo foram verificadas após 5 minutos da adição da suspensão no sistema experimental.

O mesmo procedimento de aumento da vazão de ar foi adotado para se manter o regime estável e a altura do leito constante. As Figuras 4.33 a 4.40 apresentam respectivamente, os resultados da vazão do ar de jorro, da queda de pressão no leito, da velocidade de circulação das partículas e da altura do leito durante o processo de secagem das suspensões com as partículas de PP e PS.

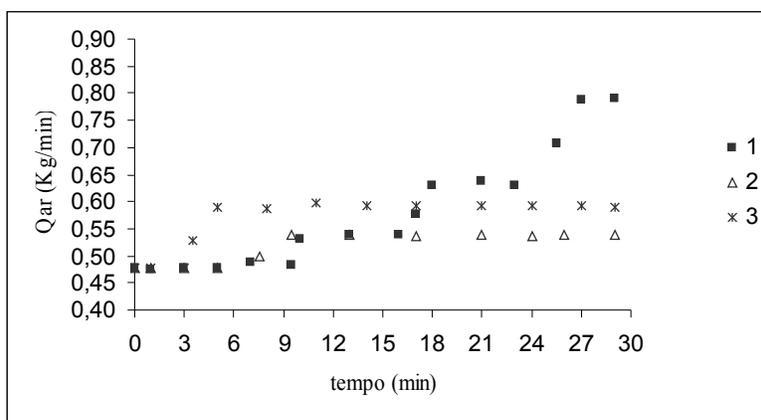


Figura 4.33– Vazão de ar de jorro durante a secagem das suspensões com partículas de PP.

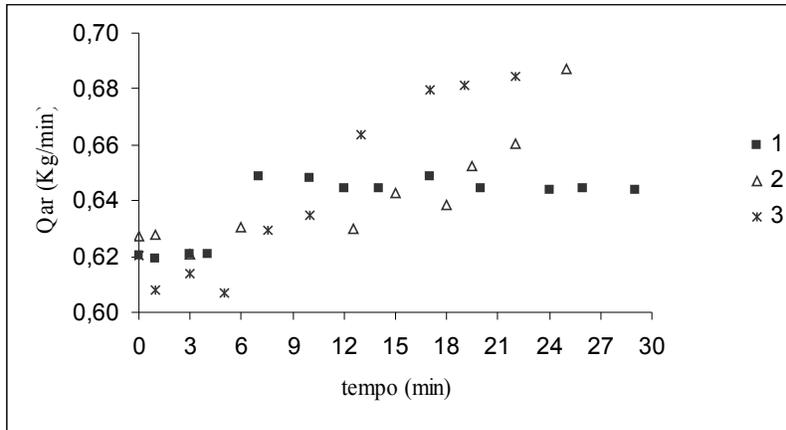


Figura 4.34 – Vazão de ar de jorro durante a secagem das suspensões com partículas de PS.

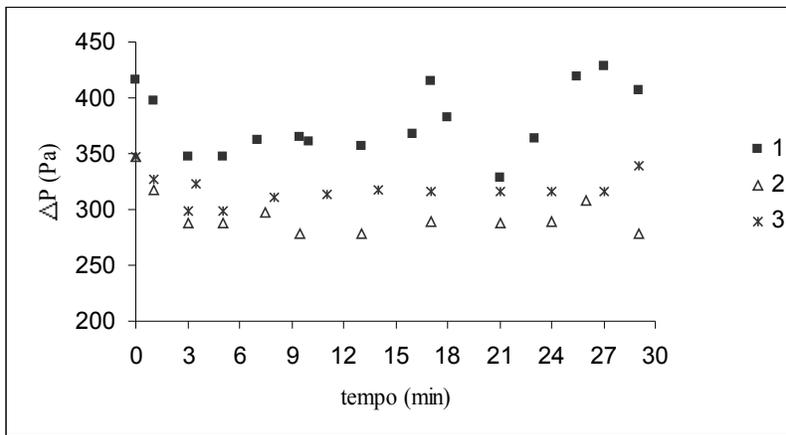


Figura 4.35 – Queda de pressão no leito durante a secagem das suspensões com partículas de PP.

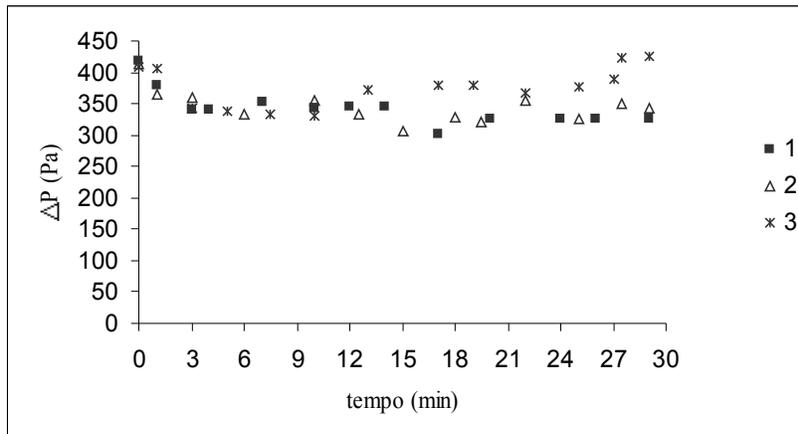


Figura 4.36– Queda de pressão no leito durante a secagem das suspensões com partículas de PS.

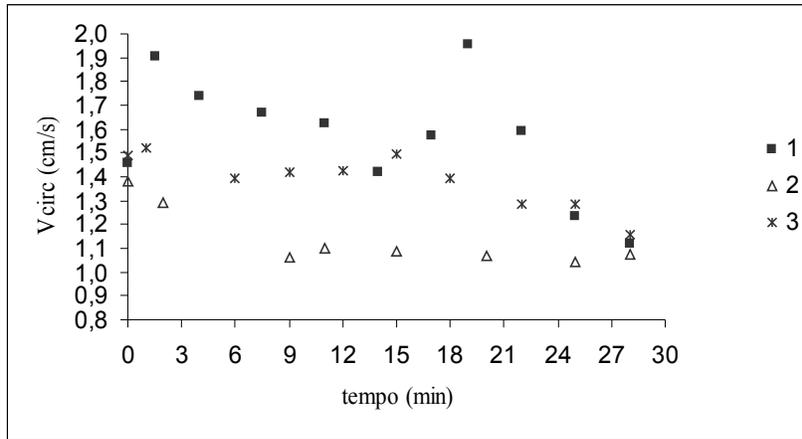


Figura 4.37 – Velocidade de circulação das partículas durante a secagem das suspensões com partículas de PP.

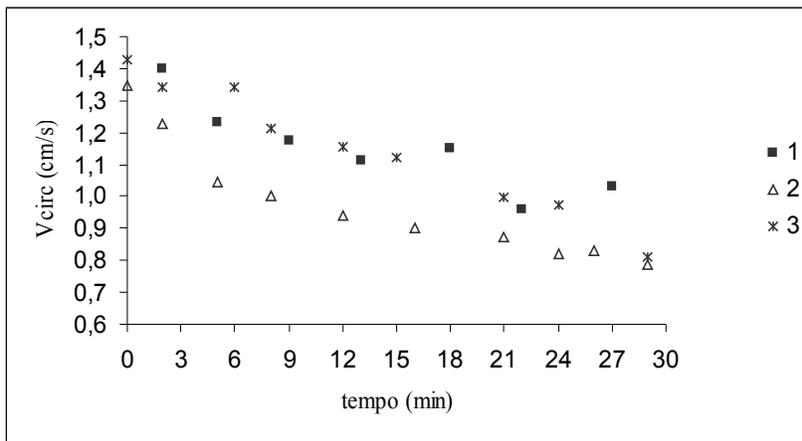


Figura 4.38 – Velocidade de circulação das partículas durante a secagem das suspensões com partículas de PS.

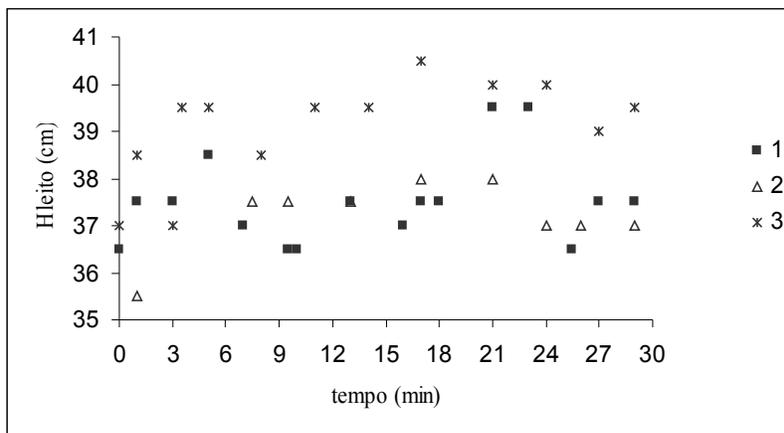


Figura 4.39 – Altura do leito durante a secagem das suspensões com partículas de PP.

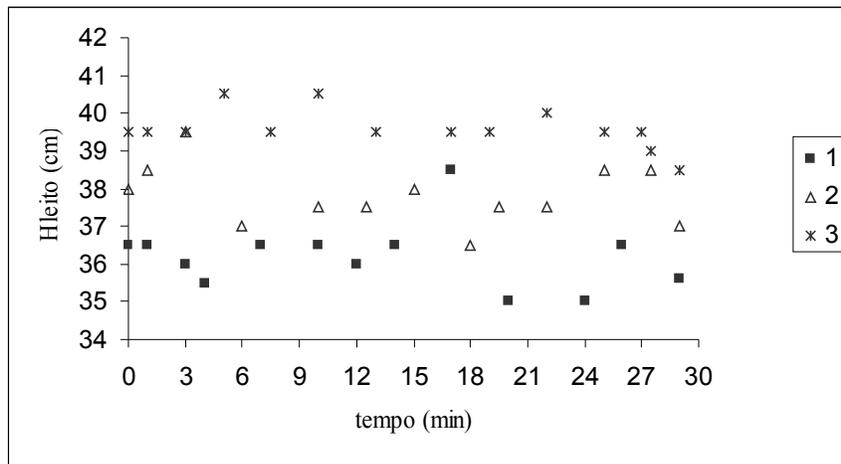


Figura 4.40 – Altura do leito durante a secagem das suspensões com partículas de PS.

O leito com partículas de PP e PS apresentaram comportamento fluidodinâmico semelhante durante a secagem da suspensão.

Observando-se as figuras, verifica-se que um maior aumento da vazão de ar foi necessário para manter o regime do jorro estável com as partículas de PP. Durante os experimentos observaram-se perturbações e deslocamentos laterais da fonte. Com a suspensão 1 verificou-se que após 18 minutos, houve maior perturbação e deslocamento lateral da fonte, ocasionado pelo aumento da vazão de ar do jorro e pela variação da porosidade do leito.

Diferentemente do processo de recobrimento, a velocidade de circulação (Figuras 4.38 e 4.39) tende a diminuir com o aumento do tempo. Durante a secagem das suspensões ocorre retenção de sólidos no leito, causando diminuição da porosidade do ânulo com conseqüente redução na circulação de partículas. Esse mesmo comportamento é geralmente identificado na literatura (MUJUMDAR, 1989; SCHNEIDER e BRIDGWATER, 1993).

Em termos de variação da altura do leito (Figuras 4.39 e 4.40) pode-se observar variação considerável, provocada pelo aumento da vazão durante o processo, que foi necessário devido à instabilidade do leito. Com a secagem da suspensão, tem-se pó no leito, o que promove a diminuição da porosidade do ânulo, conforme já explicitado acima. Com isso, maior quantidade de ar atravessa a região de jorro e a fonte, causando aumento na altura do leito.

#### 4.5 – CARACTERIZAÇÃO DAS PARTÍCULAS APÓS O PROCESSO

Como a camada formada pelo recobrimento durante o tempo de processo de 30 minutos só promoveu a formação de uma película fina, não houve alteração das características de forma do material, diâmetro médio, esfericidade, densidade bulk, densidade aparente e densidade real. A porosidade das partículas também não sofreu alteração após o recobrimento.

A Tabela 4.9 apresenta os valores de ângulo de repouso, também para as partículas recobertas.

Tabela 4.9: Ângulo de repouso das partículas

Material	Ângulo de repouso (°)			
	Não-recobertas	Suspensão 1	Suspensão 2	Suspensão 3
Vidro	31,03 ± 1,15	32,33 ± 1,45	34,40 ± 1,24	34,73 ± 1,53
ABS®	40,27 ± 2,22	43,05 ± 1,76	42,77 ± 1,57	42,95 ± 1,64
PP	37,67 ± 2,12	42,15 ± 1,79	45,68 ± 1,91	44,00 ± 1,90
PS	36,67 ± 1,22	42,80 ± 1,80	44,50 ± 1,91	44,10 ± 1,92

Observa-se que as partículas que sofreram o processo de recobrimento (vidro e ABS®) não apresentaram alterações significativas do ângulo de repouso.

No entanto, as partículas de PP e PS, que promoveram a secagem da suspensão apresentaram um aumento do ângulo de repouso, provavelmente ocasionado pelo sólido seco presente na amostra. O comportamento obtido em função da retenção de sólidos é apresentado na Figura 4.41.

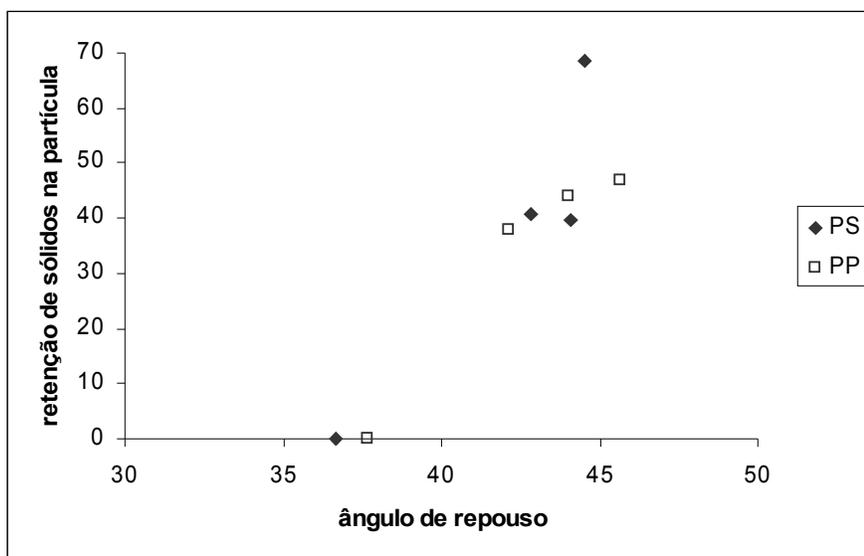


Figura 4.41 – Ângulo de repouso versus retenção de sólidos na partícula

No caso do PP verifica-se um crescimento assintótico do ângulo de repouso com a retenção de sólidos. Já para o PS, ocorre um crescimento seguindo o mesmo comportamento do PP, com exceção do último ponto, para o qual a retenção ficou bem acima da esperada. Verificou-se experimentalmente neste caso, que a retenção na partícula se dá na forma de um filme polimérico e não de pó, o que pode ter ocasionado essa diferença de comportamento. Entretanto, sugere-se que essa análise seja aprofundada e referendada em trabalhos futuros. De forma geral, pode-se concluir que o ângulo de repouso aumenta com o aumento da retenção de sólidos na partícula.

A Tabela 4.10 apresenta os valores do índice de escoabilidade das partículas com cada suspensão estudada.

O índice de escoabilidade, o qual mede a capacidade das partículas caírem livremente através de um orifício, aumentou para as partículas de vidro, PP e PS quando fazemos a comparação entre as partículas inertes e as partículas recobertas. Já o ABS®, manteve seu índice de fluidez constante.

Tabela 4.10: Índice de Escoabilidade das Partículas

Material	Índice de Escoabilidade (mm)			
	Inerte	Suspensão 1	Suspensão 2	Suspensão 3
Vidro	10	12	12	10
ABS®	18	18	18	18
PP	14	18	18	16
PS	18	20	20	20

Na Figura 4.42 o que se observa é uma comparação do índice de escoabilidade das partículas com cada uma das suspensões, sendo que as partículas tratadas com as suspensões 1 e 2 apresentaram valores idênticos no índice de fluidez, se analisadas separadamente. Quanto à suspensão 3 (rosa), apresentou alterações somente nas partículas de PP e PS, fator que pode estar relacionado à presença de pó na amostra (processo de secagem). As maiores variações foram obtidas para as partículas de PP, talvez pelo seu formato irregular e menor esfericidade, tendo como consequência menor escoabilidade na presença do sólido retido. Observa-se também, de maneira geral, as variações na escoabilidade foram no sentido de aumentar o índice, portanto, diminuir ou no máximo manter a escoabilidade do material.

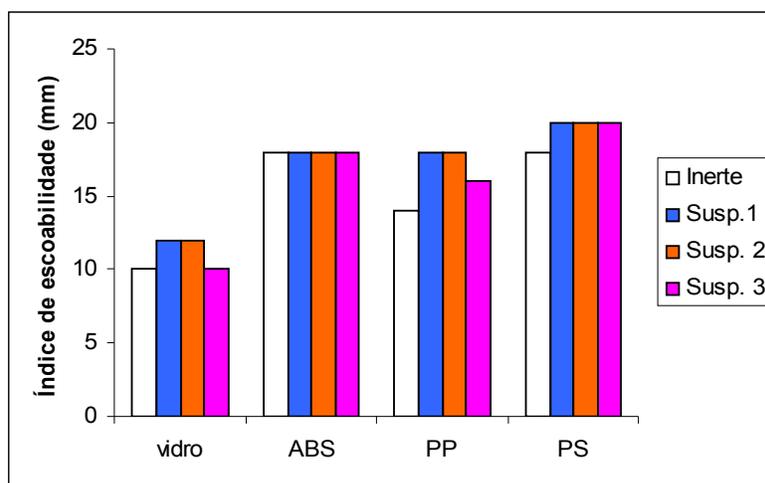


Figura 4.42 – Comparação do índice de escoabilidade das partículas com cada uma das suspensões estudadas.

#### 4.6- AVALIAÇÃO DOS PROCESSOS: RECOBRIMENTO E SECAGEM

##### 4.6.1- Processo de Recobrimento

A avaliação do processo de recobrimento foi feita por meio do crescimento da partícula e da eficiência do processo, definidos no item 3.4.4 pelas Equações 3.15 e 3.16.

O recobrimento das partículas pela suspensão polimérica atomizada, realizado com partículas de vidro e ABS®, ocorreu, pois essas partículas apresentaram ângulos de contato apresentou valores menores que 70°, com valores de trabalho de adesão elevados. Já, a secagem da suspensão ocorreu quando a ângulo de contato foi superior a 76° com baixos valores de trabalho de adesão.

A Tabela 4.11 apresenta os valores de crescimento das partículas de vidro e ABS® com as três suspensões, para 30 min de processo.

Tabela 4.11: Crescimento das partículas

Suspensão	Crescimento (%)	
	Vidro	ABS
1	0,422 ± 0,01	0,976 ± 0,07
2	0,380 ± 0,01	0,963 ± 0,03
3	0,373 ± 0,03	0,790 ± 0,02

Analisando-se a Tabela 4.11, observa-se que a suspensão 3 foi a que apresentou menores valores de crescimento para as partículas de vidro e ABS®. Essa variação nos valores de crescimento está relacionada com as diferentes características das suspensões em termos de tensão superficial, viscosidade, concentração de sólidos e com as interações sólido-líquido (ângulo de contato, trabalho de adesão, energia superficial do sólido).

VIEIRA e DONIDA (2004) investigaram a adesão de uma suspensão polimérica aquosa com diversas partículas inertes (vidro, ABS®, placebo, PP, PS e PEBD) e observaram que partículas que possuíam alto valor de ângulo de contato com a suspensão ( $\geq 80^\circ$ ) como o PS, PP e PEBD não apresentaram adesão da suspensão sobre a superfície da partícula, ocorrendo a secagem da suspensão que foi totalmente elutriada. As partículas que foram recobertas pela suspensão (vidro, ABS® e placebo) possuíam ângulo de contato inferior a  $80^\circ$ , portanto concordando com os resultados deste trabalho.

PONT *et alli* (2003) observaram o mesmo comportamento durante o recobrimento de grânulos em leito de jorro, quando investigaram o efeito da tensão superficial a partir da adição de um surfactante à solução de CMC 1% w/w. A adição do surfactante promoveu a diminuição da tensão superficial de 0,072 para 0,033 N/m, com valores de viscosidade próximos. Quanto mais surfactante foi adicionado, menor foi a tensão superficial, que exerceu influência diminuindo o tamanho dos grânulos formados.

A eficiência do recobrimento ( $\eta$ ) foi avaliada a partir da razão entre o crescimento obtido experimentalmente e o crescimento teórico. Durante esse processo foi também obtida a % de coleta de pó ( $L$ ) como a razão entre a quantidade de massa de sólidos coletada no ciclone pela quantidade de massa total alimentada no leito.

Na Tabela 4.12 estão demonstrados os valores de eficiência do processo, de coleta de pó no ciclone e do trabalho de adesão.

Tabela 4.12: Performance do Processo de Recobrimento

Partículas	Suspensão	$\eta$ (%)	$L$ (%)	Wad.10 <sup>3</sup> (N/m)
Vidro	1	82,10	9,15	107,6
	2	79,71	19,49	84,2
	3	82,78	9,96	120,9
ABS®	1	69,38	9,96	80,3
	2	81,87	17,85	73,3
	3	74,41	14,21	90,59

Analisando-se os dados da Tabela 4.12, pode-se observar que os valores de eficiência são próximos para as suspensões 1 e 3, tanto para o vidro quanto para o ABS®. A suspensão 2 apresenta uma eficiência maior para as partículas de ABS® e valores próximos aos obtidos pelas suspensões 1 e 2 no caso do vidro. Não é possível correlacionar a eficiência do processo com as características físicas e de adesão, já que nenhuma tendência foi identificada. Para o vidro, os valores podem ser considerados praticamente constantes pela dificuldade envolvida no processo e nas medidas. Todos os valores estão dentro da faixa considerada satisfatória na área industrial,  $\eta > 65\%$ .

Em termos de porcentagem de pó coletado, observa-se que a suspensão 2 apresentou elevada quantidade de pó coletado quando comparada com as suspensões 1 e 3. A maior presença de pó, provavelmente está relacionada às diferenças das propriedades físico-químicas da suspensão (tensão superficial, e viscosidade aparente).

Importante ressaltar que, características como a viscosidade da suspensão e a energia superficial do sólido são fatores que podem influenciar de maneira determinante o processo de recobrimento da partícula ou secagem da suspensão, conforme será verificado mais adiante.

#### 4.6.2– Processo de Secagem

Para a análise do processo de secagem foram analisadas a retenção de sólidos na partícula ( $R$ ) e a eficiência da coleta de pó ( $\beta$ ) elutriado durante o experimento, Equações 3.19 e 3.20. A Tabela 4.13 apresenta os resultados experimentais obtidos de retenção de sólidos na partícula e a porcentagem de pó coletado.

Tabela 4.13: Performance do Processo de Secagem

Partículas	Suspensões	R (%)	$\beta$ (%)	Wad .10 <sup>3</sup> (N/m)
PS	1	40,66	34,03	73,9
	2	68,44	24,67	71,1
	3	39,79	38,93	79,8
PP	1	37,83	37,05	71,6
	2	47,07	38,00	61,3
	3	44,08	42,14	78,2

Na Tabela 4.13 pode-se observar que a secagem da suspensão ocorreu com partículas que apresentaram baixa molhabilidade (PP e PS).

As suspensões 1 e 3 apresentaram valores de retenção próximos, devido as suas proximidades em termos de tensão superficial. Já a suspensão 2 que apresenta valor de tensão superficial menor que as suspensões 1 e 3, teve menor retenção de sólidos na partícula, efeito este pronunciado pelo valor do ângulo de contato e, conseqüentemente, trabalho de adesão.

A eficiência de coleta de pó ( $\beta$ ) foi menor para a suspensão 2 que, devido a sua tensão superficial menor, proporciona a maior adesão da suspensão sobre a partícula. Para as suspensões 1 e 3, os valores de  $\beta$  apresentam-se próximos.

#### 4.7- CORRELAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DAS PARTÍCULAS E SUSPENSÕES COM O DESEMPENHO DO PROCESSO EM LEITO DE JORRO

Conforme já explicitado nos itens anteriores, durante a atomização de suspensões poliméricas em leito de jorro com partículas inertes, nas condições experimentais utilizadas neste trabalho e atomização na base do leito, verificou-se a obtenção de dois processos distintos: o recobrimento da partícula e a secagem da suspensão. A ocorrência de uma ou outra operação dependem das propriedades de molhabilidade do sólido.

As características de molhabilidade do sólido estão relacionadas com a energia superficial do sólido, o ângulo de contato sólido-suspensão, a tensão superficial e a viscosidade da suspensão.

Analisando os resultados obtidos em todos os experimentos (recobrimento e secagem), dos sólidos aderidos na partícula com o ângulo de contato suspensão-partícula, pode-se verificar que a diminuição dos valores de ângulo de contato promove o aumento dos sólidos aderidos à partícula, conforme mostra a Figura 4.43.

A região destacada da figura se refere às partículas de ABS®, com valores de retenção de sólidos na partícula de 74, 41 e 69,38%; e PP, com retenção de sólidos na partícula da ordem de 47,07%. Ou seja, para valores praticamente iguais do ângulo de contato, houve grande variação dos sólidos aderidos à partícula. A região destacada evidencia um limite para a ocorrência de adesão em função do ângulo de contato.

O ângulo de contato da interface PP – suspensão 2 é próximo aos obtidos pela partícula de ABS® com as suspensões 1 e 3. Isto é proveniente da diferença existente entre as tensões superficiais das suspensões. A suspensão 2 apresenta menor tensão superficial, promovendo o abaixamento do ângulo de contato dos pares (partículas – suspensão 2). Portanto, quando a tensão superficial da suspensão é menor, menor será o valor do ângulo de contato.

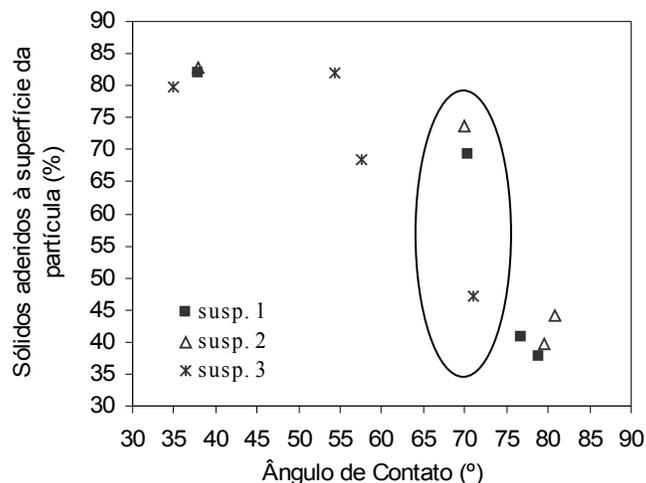


Figura 4.43 – Relação entre os sólidos aderidos na partícula e o ângulo de contato.

A Figura 4.44 apresenta a influência da tensão superficial sobre a eficiência dos processos de recobrimento/ secagem. Quando a tensão superficial é menor, a adesão da suspensão na superfície da partícula é maior, assim, pode-se dizer que a eficiência do recobrimento e de pó coletado aumenta com a diminuição da tensão superficial da suspensão.

Analisando-se os valores de eficiência de recobrimento das esferas de vidro com as suspensões 1, 2 e 3, pode-se afirmar a tensão superficial não apresentou grande influência sobre a quantidade de suspensão aderida à superfície da partícula.

Para o processo de secagem com as suspensões 1 e 3, que possuem valores próximos de tensão superficial, a porcentagem de sólidos aderidos às partículas de PP e PS foram similares (Figura 4.44)

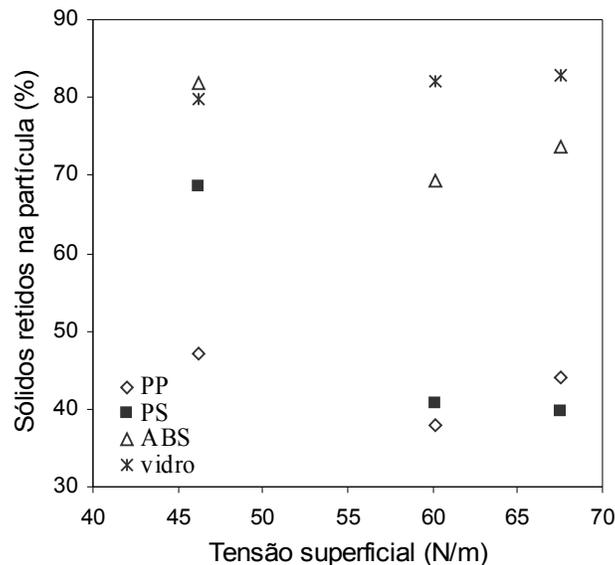


Figura 4.44- Efeito da tensão superficial sobre a porcentagem de sólidos retidos na partícula.

Já com a suspensão 2, que apresenta um valor de tensão superficial menor, observou-se uma variação da adesão de sólidos sobre a superfície da partícula, sendo o PS a partícula que apresentou maior retenção de sólidos provenientes da suspensão.

Esta variação na retenção de sólidos sobre a superfície da partícula para o processo de secagem está relacionada à energia superficial do sólido, que se constitui como fator relevante sobre os valores de ângulo de contato, pois as partículas de PS ( $E_{\text{sup}} = 32.10^{-3}$

N/m) possuem energia superficial do sólido maior do que as partículas de PP e, conseqüentemente, aumentam a retenção de sólidos sobre a partícula.

A Figura 4.45 apresenta a porcentagem de massa aderida à superfície da partícula em função da energia superficial do sólido. Nesta figura, é possível observar que materiais que apresentam maior energia de superfície, possuem melhor receptividade da suspensão e conseqüentemente, maior capacidade de formação de camada em sua superfície.

O ponto destacado na figura, apresenta as partículas de PS atomizadas com a suspensão 2. Foram obtidos valores de eficiência da ordem de grandeza de processos de recobrimento (68,44% >60%), o que poderia então, ser caracterizado como um processo de recobrimento. Porém, observou-se que a camada formada apresentou fraca aderência sobre a superfície da partícula, podendo ser facilmente retirada com o manuseio.

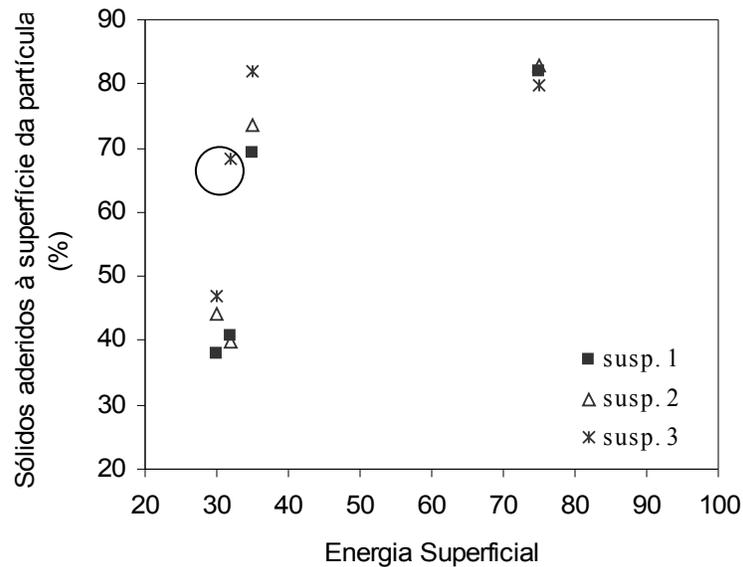


Figura 4.45- Adesão versus energia superficial do sólido

Verifica-se também nesta Figura, um limite para a energia superficial do sólido a partir do qual o processo de recobrimento é consolidado.

#### 4.8- COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS DESTE TRABALHO COM OS DE DONIDA (2004) OBTIDOS COM ATOMIZAÇÃO NO TOPO DO LEITO.

DONIDA (2004) estudou a influência das características do sólido e da suspensão no processo de recobrimento em leito de jorro com atomização no topo do leito, e verificou que as partículas analisadas (as mesmas deste trabalho: vidro, ABS®, PP e PS) apresentaram comportamento fluidodinâmico estável, onde os valores de queda de pressão estável e velocidade de jorro mínimo não foram influenciados pela pressão do ar de atomização de 10, 20 e 30 psig, já que os valores e velocidade encontram-se em torno de uma média em relação à velocidade de jorro mínimo sem ar de atomização.

Tabela 4.14 apresenta os dados comparativos da velocidade de jorro mínimo com presença do ar de atomização.

Tabela 4.14: Comparação dos valores de velocidade de jorro mínimo obtidos neste trabalho e em DONIDA (2004)

Material	U <sub>jm</sub> (m/s)				U <sub>jm</sub> (m/s) - DONIDA (2004)			
	0 psig	10 psig	20 psig	25 psig	0 psig	10 psig	20 psig	30 psig
Vidro	0,571	0,349	0,292	0,288	0,572	0,664	0,559	0,645
ABS®	0,421	0,339	0,262	0,233	0,485	0,567	0,509	0,410
PP	0,312	0,231	0,125	0,110	0,344	0,408	0,315	0,322
PS	0,392	0,309	0,162	0,147	0,418	0,466	0,351	0,400

No caso do bico atomizador localizado na base do leito, ocorreu significativa influência do ar de atomização para pressões de 10, 20 e 25 psig no comportamento fluidodinâmico, já que o ar de atomização funciona com uma força auxiliar para o início da movimentação das partículas, estabelecendo o jorro em vazões menores de ar de jorro.

Durante os experimentos de recobrimento com bico de atomização no topo do leito, a estabilidade fluidodinâmica foi mantida para 30 minutos de processo e as condições estacionárias de calor e massa, estabeleceram-se após 8 minutos de processo. No caso atomização na base, os experimentos de recobrimento tiveram suas condições estacionárias estabilizadas após 5 minutos de processo, porém, fizeram-se necessários aumentos da vazão do ar de jorro para manter a dinâmica do leito, durante os 30 minutos de processo.

Porém, apesar do ar de atomização funcionar como uma força auxiliar para a movimentação das partículas no leito com atomização na base, ocorre instabilidade no leito quando a suspensão é atomizada, devido a alterações na porosidade do leito, fazendo-se assim, necessária a alteração da vazão do ar de atomização durante a realização dos experimentos para que não ocorresse o colapso do leito de partículas.

DONIDA (2004) observou o comportamento distinto durante a secagem das suspensões com as partículas de PP e PS. O filme formado nas partículas de PP não é uniforme e pode ser retirado mais facilmente através do atrito interpartículas, enquanto que o filme formado na superfície do PS é mais homogêneo, fato este influenciado pela forte influência da energia superficial do sólido. As partículas de PS possuem energia superficial do sólido maior, o que promove uma maior receptividade do sólido pelo líquido, favorecendo o comportamento observado. Neste trabalho, o mesmo comportamento foi observado.

PONT et alli (2001) observaram o mesmo comportamento durante o recobrimento do vidro (500  $\mu\text{m}$ ) com soluções de 20% (em massa) de NaCl e de 3% (em massa) de CMC em leito fluidizado. As partículas de vidro não foram recobertas devido ao atrito das partículas no leito que removeu o filme formado e promoveu a elutriação da massa seca. A eficiência de coleta de pó no ciclone foi de 85%.

Durante a análise do crescimento de partículas, DONIDA (2004) realizou o acompanhamento do processo em intervalos de 10 min, onde pôde observar a quantidade de massa aderida à superfície da partícula durante o processo de recobrimento. Foram utilizadas vazões volumétricas de alimentação da suspensão de até 12,0 mL/min, enquanto que neste estudo a maior vazão de alimentação da suspensão foi de 6,0 mL/min. Essa variação ocorreu devido à influência da instalação do bico atomizador na base do leito. Durante os testes preliminares foram utilizadas vazões maiores, sendo observado o encharcamento do leito, com conseqüente colapso do jorro após poucos minutos. Esse resultado está de acordo com observações da literatura sobre uma menor faixa possível de vazão de líquido para atomização na base.

Na Tabela 4.15 estão listados os valores do crescimento de partículas em função do tempo de recobrimento para a suspensão 3 com as partículas de vidro e ABS®.

Tabela 4.15: Comparação do crescimento das partículas

Tempo de Processo (min)	Crescimento (%)		Crescimento (%) Donida (2004)	
	Vidro	ABS	Vidro	ABS
10	---	---	0,355	0,858
20	---	---	0,704	1,826
30	0,373	0,790	0,983	2,79

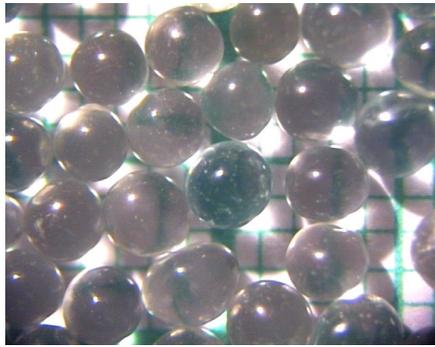
Através dos valores apresentados acima, pode-se afirmar que nas condições operacionais do processo estudado, a massa de suspensão aderida à superfície das partículas após 30 minutos de processo com a atomização da suspensão na base é equivalente à quantidade de suspensão aderida à partícula durante 10 minutos de processo com o bico atomizador posicionado no topo do leito. Salientando que essa diferença é devido a valores distintos utilizados para a vazão da suspensão, além da diferença observada para a eficiência do processo.

#### 4.8 – ANÁLISE MICROSCÓPICA DAS PARTÍCULAS

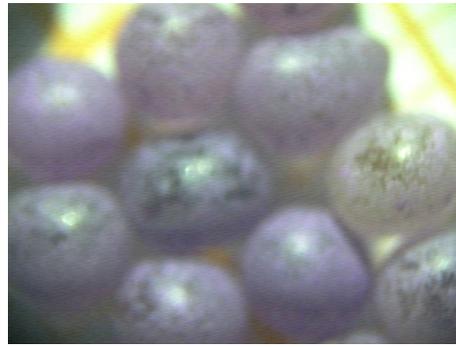
A análise microscópica das partículas foi realizada para observação da uniformidade e da qualidade da camada formada sobre a superfície da partícula após o processo de recobrimento.

As Figuras 4.46 e 4.47 apresentam as imagens das partículas de vidro e ABS® que foram recobertas com as suspensões poliméricas aquosas formando uma fina camada sobre a superfície do sólido.

As partículas foram observadas em microscópio óptico com ampliação de 10X, após 30 minutos de processo. A baixa vazão de operação não favoreceu a formação de diversas camadas de recobrimento na superfície da partícula. As falhas que podem ser observadas no recobrimento do vidro e ABS® provavelmente foram ocasionadas pelo atrito interpartícula.



(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.46 – Partículas de vidro: (a) inerte; (b) recobertas com a suspensão 1; (c) recobertas com a suspensão 2; (d) recobertas com a suspensão 3.

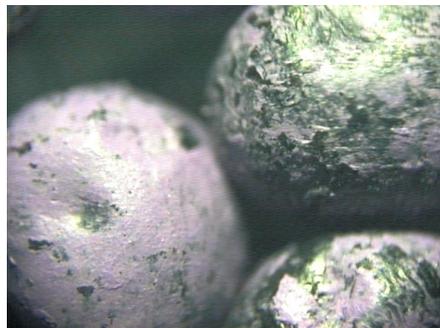
A Figura 4.48 apresenta o vidro recoberto com as três suspensões analisadas. Visualmente, o vidro recoberto com a suspensão 3 apresentou maior uniformidade da camada de recobrimento, estando de acordo com os dados de eficiência do processo observados na Tabela 4.12.

A Figura 4.47 apresenta as partículas de ABS® recobertas com as suspensões atomizadas durante a realização deste estudo. Para o ABS®, visualmente não há diferenças nas camadas formadas pelas suspensões. Todas as partículas apresentaram a formação de uma fina película com diversas falhas na superfície do sólido, fato que pode estar relacionado à baixa vazão de alimentação da suspensão e ao atrito interpartícula.

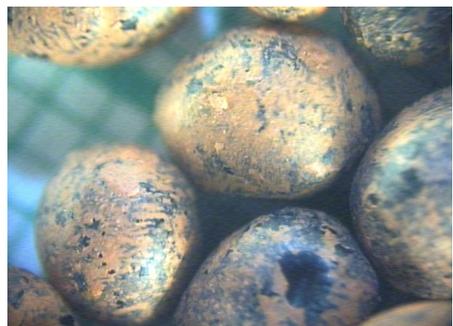




(a)



(b)



(c)



(d)

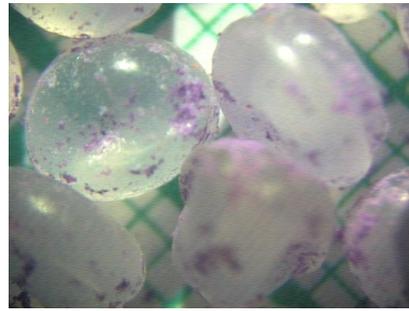
Figura 4.47 – Partículas de ABS®: (a) inerte; (b) recobertas com a suspensão 1; (c) recobertas com a suspensão 2; (d) recobertas com a suspensão 3.

Comparando as partículas de vidro e ABS®, observa-se que o vidro apresenta maior uniformidade da camada de recobrimento, fato relacionado às propriedades de molhabilidade do sólido pelo líquido (ângulo de contato e energia superficial do sólido).

As Figuras 4.48 e 4.49 apresentam as partículas de PP e PS, que quando utilizadas como material inerte, favorecem a secagem da suspensão.



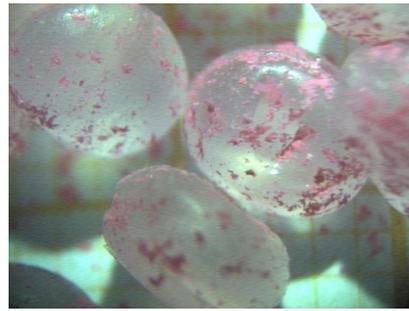
(a)



(b)



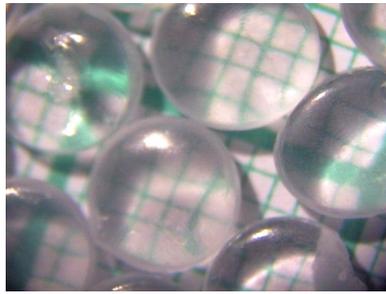
(c)



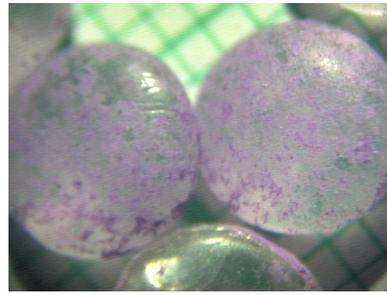
(d)

Figura 4.48 – Partículas de PP: (a) inerte; (b) que tiveram a suspensão 1 seca; (c) que tiveram a suspensão 2 seca; (d) que tiveram a suspensão 3 seca.

Observando-se o PP e o PS, verifica-se que não houve a formação de uma camada de recobrimento devido à fraca adesão entre os pares partícula-suspensão. A pequena quantidade de suspensão que há nas superfícies das partículas é, facilmente removida através de seu manuseio.



(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 4.49 – Partículas de PS: (a) inerte; (b) que tiveram a suspensão 1 seca; (c) que tiveram a suspensão 2 seca; (d) que tiveram a suspensão 3 seca.

A suspensão 2 apresentou maior retenção de sólidos na partícula, tanto para o PP quanto para o PS, fato relacionado à menor tensão superficial da suspensão, que promove uma melhor molhabilidade do sólido.

## CAPÍTULO 5 – CONCLUSÕES

Durante a investigação da influência da adesão partícula-suspensão durante o processo de recobrimento em leito de jorro com atomização na base foram obtidas as seguintes conclusões:

- As três suspensões poliméricas aquosas, a base de hidróxi-etil-celulose, utilizadas apresentaram comportamento reológico do tipo pseudoplástico. Suas diferenças são provenientes da diferente concentração de polímero e o do tipo surfactante utilizado no preparo de cada formulação. As diferenças se apresentaram nos diferentes valores obtidos para os parâmetros reológicos;
- As partículas selecionadas: vidro, ABS®, polipropileno e poliestireno, apresentaram comportamento fluidodinâmico a seco, característico do leito de jorro;
- A pressão do ar de atomização para pressões de 10, 20 e 25 psig influenciou no comportamento fluidodinâmico das partículas, provocando instabilidade no leito e promovendo turbulência na fonte do jorro de partículas;
- A altura do ânulo e da fonte do jorro aumentam para maiores pressões de ar de atomização;
- A velocidade de jorro mínimo, para as partículas de vidro, ABS® PP e PS, diminuiu com o aumento da pressão do ar de atomização;
- A força de adesão entre a suspensão polimérica e as partículas determinou o recobrimento de partículas ou secagem da suspensão;
- Partículas de vidro e ABS® que apresentam menores valores de ângulo de contato (abaixo de 70°) e maiores valores de trabalho de adesão foram recobertas com as suspensões poliméricas utilizadas, enquanto que a secagem da suspensão ocorreu quando o leito estava carregado com partículas de PP e PS como material inerte (ângulos de contato maiores que 70°);

- Distintos comportamentos fluidodinâmicos foram observados para os processos de recobrimento e secagem. Durante o recobrimento de partículas, a velocidade de circulação aumenta com o aumento da vazão do ar de jorro. Já a queda de pressão do leito é praticamente constante, apesar de pequenas flutuações ocasionadas pelo aumento da vazão do ar de jorro.
- Para o processo de secagem, a velocidade de circulação das partículas diminui com a retenção de sólidos no leito, que causa a diminuição da porosidade do ânulo.
- O crescimento das partículas de vidro e ABS®, que foram recobertas, foi típico de crescimento em filme, com a formação de uma fina película de recobrimento;
- A camada formada pelo recobrimento nas partículas de vidro e ABS® não promoveu alteração das características: forma do material, diâmetro médio, esfericidade, densidade *bulk*, densidade aparente e densidade real. A porosidade da partícula também não sofreu alteração após o recobrimento, devido à baixa vazão de suspensão aplicada e baixo tempo de processo, com conseqüente baixo crescimento da partícula;
- As partículas de PP e PS, que promoveram a secagem da suspensão apresentaram um aumento do ângulo de repouso, provavelmente ocasionado pelo pó seco presente na amostra;
- A forma da partícula influenciou na característica de pó seco obtido no processo de secagem da suspensão. As partículas irregulares, com maior atrito interpartícula, facilitam a quebra do filme sobre a partícula produzindo um pó fino;
- A eficiência do recobrimento e de pó coletado é maior quando a suspensão polimérica aquosa utilizada apresenta baixo valor de tensão superficial, o que aumenta a adesão da suspensão na partícula;
- Materiais que apresentam maior energia de superfície, possuem maior receptividade da suspensão e maior capacidade de formação de camada sobre sua superfície;

- O crescimento da partícula com atomização na base do leito durante 30 minutos de processo apresentou valores da mesma ordem dos obtido por DONIDA (2004) durante 10 minutos de processo, sendo essa diferença ocasionada por valores distintos utilizados para a vazão da suspensão, além da diferença observada para a eficiência do processo e no comportamento fluidodinâmico.

Os resultados da análise deste trabalho indicam que a atomização da suspensão na base do leito influenciou a fluidodinâmica do processo. As características de molhabilidade da partícula-suspensão determinaram o tipo de processo. Partículas que apresentam menor ângulo de contato possuem melhor adesão da suspensão. A tensão superficial da suspensão influencia diretamente no valor de ângulo de contato e a energia superficial do sólido tem forte influência na habilidade de adesão do sólido pela suspensão. Assim, as características de molhabilidade influenciaram a eficiência do processo de recobrimento e/ou secagem da suspensão.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADEODATO, M. G.: *Análise da Fluidodinâmica de Leito de Jorro durante o Recobrimento de Partículas*. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 2003. Tese de Mestrado.

ATAÍDE, C. H. *Estudo do Recobrimento de Comprimidos em Leitos de Jorro e Jorro Fluidizado*. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1996. 188p. Tese (Doutorado).

AYUB, G. E. S.: *Desenvolvimento de Processo de Recobrimento de Uréia com Enxofre utilizando leito de Jorro Bidimensional*. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1997. Tese de Doutorado.

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.01, p. 13-22, 2001.

BIRD, R. B., STEWART, N. E., LIGHTFOOT, E. N., *Transport Phenomena*, Wiley, 1960.

CAMP-PLUS MICRO, *Operating Manual for Contact Angle Meter*, Schaumburg, 2001.

DEWETTINCK, K., DEROO, L., MESSENS, W., HUYGHEBAERT, A. Agglomeration tendency during top-spray fluidized bed coating with gums. *Lebensmittel Wissenschaft und Technologie*, v. 31, n.6, p. 576-584, 1998.

DONIDA, M. W.: *Recobrimento Polimérico da Uréia em leito de Jorro Bidimensional*. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 2000. Tese de Mestrado.

DONIDA, M. W.: *Análise das Características do Sólido e da Suspensão no Processo de Recobrimento em Leito de Jorro*. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 2004. Tese (Doutorado).

DONIDA, M. W., ROCHA, S. C. S., BARTHOLOMEU, F. Influence of aqueous polymeric coating suspension characteristics on the particle coating in a spouted bed. In: *14<sup>th</sup> International drying Symposium – IDS 2004, 2004, São Paulo – SP / Brazil*. Drying 2004, v. A, 217-224.

FREIRE, J. T.; OLIVEIRA, W. P. *Tópicos Especiais em Secagem*. São Carlos: UFSCAR, 1992. Cap. VII: Aspectos Tecnológicos de Processos de Recobrimento de Partículas, v.1, p. 255-293.

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

KEEY, R. B. *Drying of loose and particulate materials*. New York Hemisphere, 1992.

KLEINBACH, E., RIEDE, Th.: Coating of solids. *Chemical engineering and Processing*, v.34, p. 329-337, 1995.

KWOK, D. Y., NEUMANN, A. W. Contact angle measurement and contact angle interpretation. *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 81, p. 167-249, 1999.

KSV Instruments Ltd, *Sigma 701 Instruction Manual*, Finland, 2001.

KUCHARSKI, J., KMIÉC, A. The effect of Process parameters on Mass Distributions and the Efficiency of Tablets Coating in a Spouted Bed. *Drying`88*, v. II, p. 27-31, 1988.

HEMATI, M., CHERIF, R., SALEH, K., PONT, V.: Fluidized bed coating and granulation: influence of process-related variables and physicochemical properties on the growth kinetics. *Powder Technology*, v. 130, p. 18-34, 2003.

IVESON, S. M., LITSTER, J. D., HAPGOOD, K., ENNIS, B. J. Nucleation, growth and breakage phenomena in agitated wet granulation process: a review. *Powder Technology*, v.117, p. 3-39, 2001.

MATHUR, K. B., EPSTEIN, N.: *Spouted Beds*. Academic Press, 1974, 304 p.

MEISEN, A., MATHUR, K. B. Production of Sulphur Coated Urea by The Spouted Bed Process. *2<sup>nd</sup> Int. Conf. on Fertilizers, Proc. of the Brit. Sulphur. Corp.*, v. I, Paper XIV, p. 2-18, 1978.

MUJUMDAR, A. S. Spouted beds: principles and recent developments. *Anais do XVII Encontro sobre Escoamento em Meios Porosos*. São Carlos, v.1, p.03-13, 1989.

NEUMANN, A. W., GOOD, R. J. *Surface and Colloid Science*, v. II, 1979.

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

OLIVEIRA, W. P; PISSINATI, R.: Enteric coating of soft gelatin capsules by spouted bed: effect of operating conditions on coating efficiency and on product quality. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, v. 55, p. 313-321, 2003.

OLIVEIRA, W. P.: *Contribuição ao estudo do processo de revestimento de partículas em leito de jorro*. Ribeirão Preto: Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, 2002. Título de Livre Docência.

OWER, E., PANKHURST, R. C. *The Measurement of Air*. Pergamon Presse, 5 ed. 1977, p.362.

PEÇANHA, R. P., MASSARANI, G. Dimensão Característica e Forma de Partículas. *Anais do XIV Encontro sobre Escoamento em Meios Porosos*, Campinas, p. 302-312, 1986.

PONT, V., SALEH, K., STEINMETZ, D., HEMATI, M. Influence of the physicochemical properties on the growth of solids particles by granulation in fluidized bed. *Powder Technology*, v. 120, p. 97-104, 2001.

QUEIROZ FILHO, A. V.: *Análise do Recobrimento de Comprimidos em Leito de Jorro Bidimensional para Três Posições de Atomização da Suspensão*. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1997. Tese de Mestrado.

ROCHA, S. C. S. Recobrimento de comprimidos. In: *Tópicos Especiais de Secagem*. São Carlos: UFSCAR, 1992. Cap. VIII, v. 1, p. 297-330.

SALEH, K., STEINMETZ, D., HEMATI, M. Experimental study and modeling of fluidized bed coating and agglomeration. *Powder Technology*, v. 130, p. 116-123, 2003.

SCHNEIDER, T., BRIDWATER, I. The stability of wet spouted beds. *Drying Technology*, v.11, no.2, p. 277-301, 1993.

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.

SOBCZAK, N., ASTHANA, R. Wettability, Spreading, and Interfacial Phenomena in High-Temperature Coatings. In: *JOM-e, publication of The Minerals, Metals & Materials Society*. 2000.

SOUZA, C. R. F., OLIVEIRA, W. P. Spouted bed drying of bauhinia forficata link extract: effect of the position of the feed atomizer and operating conditions on equipment performance and on product properties. *Proceedings of the 14<sup>th</sup> International Drying Symposium (IDS 2004)*. São Paulo, 2004, vol. B, p. 1150-1157.

TARANTO, O. P., AYUB, G. E., ROCHA, S. C. S. Aerodynamics and heat transfer during coating of tablets in two-dimensional spouted bed. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, v. 73, p. 308-312, 1995.

TARANTO, O. P., ROCHA, S. C. S., RAGHAVAN, G. S., AYUB, G.E. Coating of tablets with polymeric suspension in Two-dimensional Spouted Beds with and Without Draft Plates. *Proceedings of Inter-American Drying Conference (IADC)*, Brasil, p. 272-279, 1997.

TENOUE, E., PONCELET, D. Batch and continuous fluid bed coating – review state of the art. *Journal of Food Engineering*, v.53, p. 325-340, 2002.

VIEIRA, M. G. A., DONIDA, M. W., ROCHA, S. C. S. Adhesion of an Aqueous Polymeric Suspension to Inert Particles in a Spouted Bed. *Drying Technology*, no.5, p. 1069-1085, 2004.

ZHANG, D., FLORY, J. H., PANMAI, S., KAUFMAN, M. J. Wettability of pharmaceutical solids: its measurement and influence on wet granulation. *Colloids and Surfaces*, v. A, p. 547-554, 2002.

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.