

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO
ENGENHARIA DE PROCESSOS

RECOBRIMENTO DE SEMENTES DE BRÓCOLOS EM LEITO DE
JORRO E LEITO FLUIDIZADO

Tese de Doutorado apresentada à Faculdade
de Engenharia Química para obtenção do
título de Doutor em Engenharia Química.

Autora: Celina de Almeida

Orientadora: Prof^a D^{ra} Sandra Cristina dos Santos Rocha

Co-orientador: Prof. D^r Luiz Fernandes Razera

Campinas – São Paulo

2002

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

UNIDADE 30
Nº CHAMADA 17174110
AL 64r
V EX
TOMBO BCJ 5151a
PROC 16.837/02
C EX
PREÇO R\$ 11,00
DATA 13/11/02
Nº CPD _____

CM00176582-3

13 12 2002

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

AL64r Almeida, Celina de
Recobrimento de sementes de brócolos em leite de
jorro e leite fluidizado / Celina de Almeida. --Campinas,
SP: [s.n.], 2002.

Orientadores: Sandra Cristina dos Santos Rocha e Luiz
Fernandes Razera.

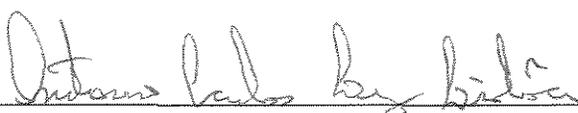
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Química.

1. Processo de leite de jorro. 2. Fluidização. 3.
Brócolo – Sementes. 4. Atomização. 5. Polímeros
solúveis em água. I. Rocha, Sandra Cristina dos Santos.
II. Razera, Luiz Fernandes. III. Universidade Estadual de
Campinas. Faculdade de Engenharia Química. III. Título.

Tese de Doutorado defendida por Celina de Almeida e aprovada em 8 de agosto de 2002 pela banca examinadora constituída pelos doutores:



Profa. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha
DTF/FEQ – UNICAMP (Orientadora)



Prof. Dr. Antonio Carlos Luz Lisboa
DTF/FEQ – UNICAMP (titular)



Profa. Dra. Kátia Tannous
DTF/FEQ – UNICAMP (titular)



Prof. Dr. Paulo Espíndola Trani
Centro de Hortaliças-IAC (titular)



Prof. Dr. Wanderley Pereira de Oliveira
DCF/ FCFRP – USP (titular)

200254595

Este exemplar corresponde à versão final da Tese de Doutorado em Engenharia Química, defendida pela Ms. Eng. Celina de Almeida e aprovada pela banca examinadora em 8 de agosto de 2002.



Profa. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha
Orientadora

Aos meus avós, paternos e maternos (in memoriam),
ao meu pai Antonio e a minha mãe Teresa,
a minha filha Carolinee,
ao meu irmão Ailton,
e ao meu irmão Alexandre (in memoriam)

O senhor é meu pastor.

Nada me falta.

Em verdes pastagens me faz repousar;

para fontes tranqüilas me conduz, e restaura minhas forças.

Ele me guia por bons caminhos, por causa do seu nome.

Embora eu caminhe por um vale tenebroso,

nenhum mal temerei, pois junto a mim estás;

teu bastão e teu cajado me deixam tranqüilo.

Diante de mim preparas a mesa, à frente dos meus opressores;

unges minha cabeça com óleo, e minha taça transborda.

Sim, felicidade e amor me acompanham todos os dias da minha vida.

Minha morada é a casa de Deus,

por dias sem fim.

Salmo 23(22)

AGRADECIMENTOS

A minha família, na qual em todos os momentos encontrei a compreensão, o apoio e principalmente a motivação para superar todas as dificuldades.

A Profa. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha pela valiosa orientação, pelos conhecimentos transmitidos, que agora fazem parte da minha formação como pesquisadora, pela compreensão, confiança e entusiasmo com que orientou a tese e pela amizade durante todos estes anos.

Ao Prof. Dr. Luiz Fernandes Razera pelos conhecimentos transmitidos, pelo estímulo e confiança, pela disposição durante o andamento da pesquisa e pela amizade durante todos estes anos.

Aos Senhores membros da banca examinadora, pelo aceite e indispensável contribuição a este trabalho

Ao meu irmão Ailton pela contribuição de seus conhecimentos

Ao técnico do DTF, senhor Levi Esmael Madeira, pelo auxílio no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem - FEQ, UNICAMP.

Ao técnico do LFS / DTF, Michael Luzio, pelo auxílio na realização dos experimentos.

A técnica do Laboratório de Sementes - IAC, Ivonete Alves dos Santos, pelo auxílio e atenção na realização dos experimentos

A Faculdade de Engenharia Química / UNICAMP pelo curso de doutorado

Ao Instituto Agronômico de Campinas por permitir e contribuir na realização de experimentos referentes à área agrícola.

A CAPES e ao FAEP pela ajuda financeira dispensada durante minha pesquisa de doutorado.

A Sementes Agroflora pela doação das sementes de brócolos e quiabo.

A EMBRAPA / Cnph pelo fornecimento das sementes de brócolos.

Ao Instituto de Química pelo empréstimo do Moinho Coloidal.

Aos amigos verdadeiros pelo carinho e atenção.

A Deus sempre presente em meu caminho.

Muitíssimo Obrigada

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 – INTRODUÇÃO	1
OBJETIVOS	3
CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1 Brócolos	4
2.2 Leito de Jorro	9
2.2.1 <i>Queda de Pressão Máxima no Leito de Jorro</i>	14
2.2.2 <i>Queda de Pressão no Leito de Jorro Estável</i>	14
2.2.3 <i>Velocidade de Mínimo Jorro</i>	15
2.3 Leito Fluidizado	16
2.3.1 <i>Velocidade de Mínima Fluidização</i>	18
2.4 Recobrimento de Partículas	24
2.4.1 <i>Equipamentos para Recobrimento de Partículas</i>	26
2.4.2 <i>Materiais para o Recobrimento de Semente</i>	27
2.4.2 <i>Recobrimento de Sementes em Leito de Jorro e Leito Fluidizado</i>	31
2.4.3 <i>Fatores que Afetam o Processo de Recobrimento em Leito de Jorro e Leito Fluidizado</i>	32
CAPÍTULO 3 – MATERIAIS E MÉTODOS	36
3.1 Materiais	36
3.1.1 <i>Semente de Brócolos</i>	36
3.1.2 <i>Suspensão de Recobrimento</i>	38
3.2 Equipamento Operacional	40
3.2.1 <i>Leito</i>	41
3.2.2 <i>Bico Atomizador</i>	42

3.2.3 Sistema de Alimentação.....	42
3.2.3.1 Sistema de Alimentação do Ar de Atomização e da Suspensão de Recobrimento.....	43
3.3 Sistema Experimental.....	44
3.3.1 Procedimento Experimental.....	46
3.4 Planejamento Experimental.....	48
3.4.1 Planejamento Fatorial.....	48
3.4.2 Delineamento Inteiramente Casualizado.....	49
3.5 Determinação dos Parâmetros Fluidodinâmico.....	50
3.5.1 Parâmetros Fluidodinâmicos no Processo de Fluidização.....	50
3.5.2 Parâmetros Fluidodinâmicos no Processo de Jorro.....	51
3.5.3. Avaliação do Poder Germinativo da Semente no Processo de Jorro e Fluidização	55
3.6 Determinação das Variáveis de Processo e Qualidade da Semente	55
3.6.1 Determinação da Eficiência do Processo e Crescimento da Semente.....	55
3.6.2 Avaliação da Qualidade da Semente.....	56
3.6.2.1 Avaliação do Poder Germinativo da Semente de Brócolos.....	56
3.6.2.2. Avaliação pelo Teste de Envelhecimento Acelerado.....	57
3.6.2.3 Avaliação pela Velocidade de Emergência em Solo.....	58
3.6.2.4 Teste de Reabsorção de Vapor de Água.....	59
3.6.3 Qualidade do Recobrimento.....	60
3.6.3.1 Determinação da Esfericidade da Semente.....	60
3.6.3.2 Determinação do Diâmetro da Semente.....	60
3.6.3.3 Determinação de Aglomerados.....	60
3.6.3.3 Análise por Microscópico.....	61
CAPÍTULO.4 - RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	62
4.1 Fluidodinâmica para Leito de Jorro e Fluidizado.....	62
4.1.1 Fluidodinâmica para Leito de Jorro e Estimativa dos Parâmetros pelas Correlações.....	62

4.1.2 <i>Fluidodinâmica para o Leito Fluidizado e Estimativa dos Parâmetros pelas Correlações</i>	62
4.1.3 <i>Poder de Germinação da Semente de Brócolos após o Processo de Jorro e Fluidização</i>	70
4.2 Recobrimento em Leito de Jorro	72
4.2.1 <i>Análise Física dos Ensaios em Leito de Jorro</i>	72
4.2.2 <i>Eficiência e Crescimento para Leito de Jorro</i>	74
4.2.2.1 <i>Planejamento Fatorial do Processo de Recobrimento da Semente de Brócolos, para o Leito de Jorro</i>	74
4.2.2.2 <i>Análise Estatística da Eficiência do Processo de Recobrimento, em Leito de Jorro</i>	77
4.2.2.3 <i>Análise Estatística do Crescimento da Semente no Final do Processo de Recobrimento, em Leito de Jorro</i>	83
4.2.3 <i>Germinação, Envelhecimento Acelerado e Velocidade de Germinação em Solo para Semente Recoberta em Leito de Jorro</i>	85
4.2.3.1 <i>Planejamento Fatorial para Análise Estatística da Germinação, Envelhecimento Acelerado e Velocidade de Emergência em Solo, da Semente Recoberta em Leito de Jorro</i>	85
4.2.3.2 <i>Análise Estatística da Germinação da Semente Recobertas, em Leito de Jorro, através do Planejamento Fatorial</i>	87
4.2.3.3 <i>Análise da Germinação da Semente Recoberta em Leito de Jorro e Semente não Recoberta, por um Delineamento Inteiramente Casualizado</i>	91
4.2.3.4 <i>Análise Estatística do Envelhecimento Acelerado da Semente Recoberta, em Leito de Jorro, através do Planejamento Fatorial</i>	93
4.2.3.5 <i>Análise do Envelhecimento Acelerado da Semente Recoberta em Leito de Jorro e Semente não Recoberta, por um Delineamento Inteiramente Casualizado</i>	96

4.2.3.6	Análise Estatística da Velocidade de Emergência em Solo da Semente Recoberta em Leito de Jorro, através do Planejamento Fatorial.....	98
4.2.3.7	Análise da Velocidade de Emergência em Solo da Semente Recoberta em Leito de Jorro e Semente não Recoberta, por um Delineamento Inteiramente Casualizado	99
4.2.4	<i>Quantidade de Aglomerados para o Leito de Jorro</i>	101
4.2.5	<i>Diâmetro de Sauter e Esfericidade da Semente Recoberta em Leito de Jorro</i>	102
4.2.6	<i>Teste de Reabsorção de Umidade da Semente Recoberta em Leito de Jorro</i>	105
4.2.7	<i>Umidade da Semente Durante o Processo em Leito de Jorro</i>	107
4.2.8	<i>Qualidade da Superfície da Semente Recoberta em Leito de Jorro</i>	110
4.3	Recobrimento em Leito Fluidizado	112
4.3.1	<i>Análise Experimental dos Ensaios em Leito Fluidizado</i>	112
4.3.2	<i>Eficiência e Crescimento para Leito Fluidizado</i>	114
4.3.2.1	Planejamento Fatorial do Processo de Recobrimento de Semente de Brócolos, para o Leito Fluidizado.....	114
4.3.2.2	Análise Estatística da Eficiência do Processo de Recobrimento em Leito Fluidizado.....	115
4.3.2.3	Análise Estatística do Crescimento da Semente no Final do Processo de Recobrimento em Leito Fluidizado, através do Planejamento Fatorial.....	117
4.3.3	<i>Germinação, Envelhecimento Acelerado e Velocidade de Emergência em Solo para a Semente Recoberta em Leito Fluidizado</i>	117
4.3.3.1	Planejamento Fatorial da Germinação, Envelhecimento Acelerado e Velocidade de Emergência em Solo da Semente Recoberta em Leito Fluidizado	117
4.3.3.2	Análise da Germinação da Semente Recoberta em Leito Fluidizado e Semente não Recoberta, por um Delineamento Inteiramente Casualizado ..	118

4.3.3.3	Análise do Envelhecimento Acelerado da Semente Recoberta em Leito Fluidizado e Semente não Recoberta, por um Delineamento Inteiramente Casualizado	120
4.3.3.4.	Análise da Velocidade de Emergência da Semente Recoberta em Leito Fluidizado e Semente não Recoberta, por um Delineamento Inteiramente Casualizado	121
4.3.4	<i>Quantidade de Aglomerados para Leito Fluidizado</i>	121
4.3.5	<i>Diâmetro de Sauter e Esfericidade da Semente Recoberta em Leito Fluidizado</i>	122
4.3.6	<i>Teste de Reabsorção de Umidade da Semente Recoberta em Leito Fluidizado</i>	125
4.3.7	<i>Umidade da Semente Durante o Processo em Leito Fluidizado</i>	126
4.3.8	<i>Qualidade da Superfície da Semente Recoberta em Leito Fluidizado</i>	128
4.4	Comparação entre os Resultados de Recobrimento em Leito de Jorro e Fluidizado	129
CAPÍTULO 5	– CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA POSTERIORES TRABALHOS	130
5.1	– Conclusões	130
5.2	– Sugestões e Recomendações para Trabalhos Futuros	134
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	135
APÊNDICE	142

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1	- Caracterização das sementes de brócolos.....	36
Tabela 3.2	- Metodologia de determinação para densidade real, densidade aparente e porosidade das sementes.....	37
Tabela 3.3	- Propriedades físicas das sementes de brócolos.....	37
Tabela 3.4	- Composições de algumas suspensões utilizadas nos testes preliminares.....	38
Tabela 3.5	- Variáveis independentes para processo de recobrimento em jorro.....	48
Tabela 3.6	- Variáveis independentes para processo de recobrimento em fluidização.....	49
Tabela 3.7	- Equações para queda de pressão máxima no leito de jorro (ΔP_m).....	52
Tabela 3.8	- Equação para velocidade de mínimo jorro (U_{ms}).....	52
Tabela 3.9	- Equações para queda de pressão no jorro estável (ΔP_s).....	53
Tabela 3.10	- Equações para queda de pressão no mínimo jorro (ΔP_{ms}).....	53
Tabela 3.11	- Alturas das cinco cargas de sementes no leito fluidizado.....	54
Tabela 3.12	- Alturas das cinco cargas de sementes no leito de jorro.....	54
Tabela 4.1	- Resultados para velocidade de jorro mínimo, U_{ms}	64
Tabela 4.2	- Resultados para queda de pressão máxima, ΔP_m	65
Tabela 4.3	- Resultados para queda de pressão estável, ΔP_s	66
Tabela 4.4	- Resultados para queda de pressão no jorro mínimo, ΔP_{ms}	66
Tabela 4.5	- Resultados dos parâmetros para leito de jorro.....	67
Tabela 4.6	- Resultados de velocidade de mínima fluidização e queda de pressão em mínima fluidização.....	69
Tabela 4.7	- Resultados do teste de germinação.....	71

Tabela 4.8	- Observações realizadas durante o processo de recobrimento em leito de jorro.....	72
Tabela 4.9	- Condições de operação codificadas utilizadas no planejamento estatístico e respostas obtidas para leito de jorro.....	75
Tabela 4.10	- Coeficientes de contraste para um fatorial 2^3 , para leito de jorro.....	76
Tabela 4.11	- Efeitos das variáveis independentes na eficiência do processo de recobrimento em leito de jorro.....	78
Tabela 4.12	- Coeficiente de regressão para estimativa do modelo estatístico da eficiência do processo de recobrimento em leito de jorro.....	80
Tabela 4.13	- Análise de variância dos valores de eficiência do processo em leito de jorro.	82
Tabela 4.14	- Efeito das variáveis independentes para o crescimento	84
Tabela 4.15	- Condições operacionais utilizadas no planejamento e resultados de germinação, envelhecimento acelerado e velocidade de emergência em solo, para sementes recobertas em leito de jorro.....	86
Tabela 4.16	- Matriz codificada com os coeficientes de contrastes para germinação, envelhecimento acelerado e velocidade de emergência em solo das sementes, após processo de recobrimento em leito de jorro.....	87
Tabela 4.17	- Efeitos das variáveis independentes na germinação das sementes, após processo de recobrimento em leito de jorro.....	88
Tabela 4.18	- Resultados de germinação para cada tratamento, referentes ao leito de jorro.	92
Tabela 4.19	- Efeitos das variáveis independentes no envelhecimento acelerado (V_{24}), após processo de recobrimento em leito de jorro.....	94
Tabela 4.20	- Resultados do envelhecimento acelerado (V_{24}) para cada tratamento, referentes ao leito de jorro.....	87
Tabela 4.21	- Resultados da velocidade de emergência (V_{IVE}) para cada tratamento em leito de jorro.....	99

Tabela 4.22	- Diâmetro médio (d_i) e esfericidade (ϕ), após recobrimento em leito de jorro.	102
Tabela 4.23	- Observações realizadas durante o processo de recobrimento em leito fluidizado.....	112
Tabela 4.24	- Condições de operação codificadas utilizadas no planejamento estatístico e respostas de eficiência e crescimento das sementes para leito fluidizado.....	114
Tabela 4.25	- Coeficientes de contraste para um fatorial 2^2 , para leito fluidizado.....	115
Tabela 4.26	- Condições operacionais utilizadas no planejamento e resultados de germinação, envelhecimento acelerado e velocidade de emergência em solo, para sementes recobertas em leito Fluidizado.....	118
Tabela 4.27	- Resultados de germinação para cada tratamento, referentes ao leito Fluidizado.....	119
Tabela 4.28	- Resultados do envelhecimento acelerado (V_{24}) para cada tratamento, referentes ao leito fluidização.....	120
Tabela 4.29	- Resultados da velocidade de emergência (V_{IVE}) para cada tratamento em leito fluidizado.....	121
Tabela 4.30	- Diâmetro médio (d_i) e esfericidade (ϕ), após recobrimento em leito fluidizado.....	122
Tabela 1.A	- Efeito das variáveis independentes na eficiência do processo de recobrimento em leito de jorro.....	143
Tabela 2.A	- Efeito das variáveis independentes para o crescimento de sementes em leito de jorro.....	144
Tabela 3.A	- Análise de variância dos valores de germinação das sementes, após processo de recobrimento em leito de jorro.....	145
Tabela 4.A	- Análise de variância (DIC) para os valores de germinação das sementes recobertas em leito de jorro.....	145
Tabela 5.A	- Efeitos das variáveis independentes no vigor (V_{24}) das sementes recobertas em leito de jorro.....	145

Tabela 6.A	- Análise de variância para os valores do envelhecimento acelerado (V_{24}), após processo de recobrimento em leito de jorro.....	146
Tabela 7.A	- Efeito das variáveis independentes na velocidade de emergência (V_{IVE}) das sementes recobertas em leito de jorro.....	147
Tabela 8.A	- Análise de variância para os valores de envelhecimento acelerado (V_{24}) das sementes recobertas em leito de jorro.....	147
Tabela 9.A	- Análise de variância dos valores de índice de velocidade de emergência em solo (V_{IVE}) das sementes recobertas em leito de jorro.....	147
Tabela 10.A	- Efeitos das variáveis independentes na eficiência do processo de recobrimento em leito fluidizado.....	148
Tabela 11.A	- Análise de variância dos valores de germinação das sementes recobertas em leito fluidizado	148
Tabela 12.A	Análise de variância dos valores de envelhecimento acelerado (V_{24}), para as sementes recobertas em leito fluidizado	148
Tabela 13.A	Análise de variância dos valores do índice de velocidade de emergência (V_{IVE}), para as sementes recobertas em leito fluidizado.....	148

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1	- Diagrama esquemático de um leito em jorro; as setas indicam a direção do movimento dos sólidos (MATHUR & EPSTEIN, 1974).....	9
Figura 2.2	- Transição de fases com o aumento do escoamento de gás (MATHUR & EPSTEIN, 1974).....	10
Figura 2.3	- Curvas típicas de queda de pressão em função da velocidade do gás, para grãos de trigo (MATHUR & EPSTEIN, 1974).....	11
Figura 2.4	- Formas de contato gás-sólido para leito fluidizado (KUNII & LEVENSPIEL, 1991).....	17
Figura 2.5	- Classificação das partículas de Geldart (KUNII & LEVENSPIEL, 1991)	21
Figura 2.6	- Diagrama de queda de pressão versus velocidade para a fluidização (KUNII & LEVENSPIEL, 1991).....	21
Figura 3.1	- Umidade em base úmida (U_{bu}) por tempo (h), para sementes de brócolos recobertas com as suspensões (3), (4) e sementes sem recobrimento.....	39
Figura 3.2	- Ganho de umidade não acumulada (%) por tempo (h), para sementes de brócolos recobertas com as suspensões (3), (4) e sementes sem recobrimento.....	40
Figura 3.3	- Leito cone cilíndrico.....	41
Figura 3.4	- Bico aomizador de duplo fluido.....	42
Figura 3.5	- Esquema do sistema experimental.....	45
Figura 3.6	- Foto do Sistema operacional em processo de recobrimento em leito fluidizado.....	46
Figura 4.1	Queda de pressão versus vazão no leito de jorro, para carga de 0,9 kg sem atomização.....	63
Figura 4.2	Queda de pressão versus vazão no leito de jorro, para carga de 900g com atomização de 20 psi.....	63

Figura 4.3	Queda de pressão versus vazão, para leite fluidizado com carga de 1,4kg, sem atomização.....	68
Figura 4.4	- Queda de pressão versus vazão, para leite Fluidizado com carga de 1400g, e atomização de 20 psi.....	69
Figura 4.5	- Diagrama de Pareto para a eficiência do processo de recobrimento em leite de jorro.....	79
Figura 4.6	- Valores preditos relacionados com valores observados para a eficiência do processo em leite de jorro.....	81
Figura 4.7	- Gráfico dos resíduos para a eficiência do processo em leite de jorro.....	82
Figura 4.8	- Diagrama de Pareto para o crescimento das sementes no processo de recobrimento.....	84
Figura 4.9	- Diagrama de Pareto para a germinação das sementes, após processo de recobrimento em leite de jorro.....	88
Figura 4.10	- Valores preditos em função dos valores observado, para a germinação das sementes,após processo de recobrimento em leite de jorro.....	91
Figura 4.11	- Diagrama de Pareto para envelhecimento acelerado (V_{24}), após processo de recobrimento em leite de jorro.....	95
Figura 4.12	- Valores preditos em função dos valores observados para envelhecimento acelerado (V_{24}), após processo de recobrimento em leite de jorro.....	96
Figura 4.13	- Diagrama de Pareto para a velocidade de emergência (V_{IVE}) das sementes recobertas em leite de jorro.....	98
Figura 4.14	- Diâmetro médio das sementes recobertas em leite de jorro, e das sementes não recobertas.....	103
Figura 4.15	- Esfericidade média das sementes recobertas em leite de jorro, e das sementes sem recobrimento.....	104
Figura 4.16	- Curvas de reabsorção de umidade das sementes dos ensaios 2, 4, 6 e testemunha, recobertas em leite de jorro.....	105
Figura 4.17	- Curvas de reabsorção de umidade das sementes dos ensaios 1, 3, 5, 7, 8 e testemunha, recobertas em leite de jorro.....	106
Figura 4.18	- Conteúdo de umidade por tempo, para os ensaios de 1 a 8, em leite de jorro.....	107

Figura 4.19	- Conteúdo de umidade por tempo, para os ensaios de 9 a 12 em leito de jorro.....	109
Figura 4.20	- Microscopia óptica da semente de brócolos sem recobrimento, com aumento de 40 vezes.....	111
Figura 4.21	- Microscopia óptica da semente de brócolos recoberta em leito de jorro, aumento de 40 vezes.....	111
Figura 4.22	- Diagrama de Pareto para a eficiência do processo em leito fluidizado.....	116
Figura 4.23	- Diâmetro médio das sementes recobertas em leito fluidizado, e das sementes não recobertas.....	123
Figura 4.24	- Esfericidade média das sementes recobertas em leito fluidizado, e das sementes sem recobrimento.....	124
Figura 4.25	- Curvas de reabsorção de umidade das sementes dos ensaios 1, 2, 3, 4 e testemunha, recobertas em leito fluidizado.....	125
Figura 4.26	- Conteúdo de umidade por tempo, para os ensaios de 1 a 4, em leito Fluidizado.....	126
Figura 4.27	- Conteúdo de umidade por tempo, para os ensaios de 5 e 6, em leito Fluidizado.....	127
Figura 4.28	- Microscopia óptica da semente de brócolos (a) recoberta em leito fluidizado, (b) sem recobrimento, com aumento de 40 vezes.....	128
Figura 1.A	- Diagrama de Pareto para os efeitos sobre a eficiência do processo em leito de jorro.....	143
Figura 2.A	- Diagrama de Pareto para o crescimento das sementes recobrimetas.....	144

NOMENCLATURA*Letras Latinas*

- A_{cil} – Área da seção cilíndrica do leito, m^2
 Agl – aglomerados
 A_t – Área da seção transversal do leito, m^2
 c – concentração de sólidos na suspensão, kg/kg
 dp – diâmetro da partícula, m
 dp_i – diâmetro da partícula de tamanho x_i , m
 d_s – diâmetro de Sauter
 D_c – diâmetro interno do leito, m
 D_i – diâmetro de entrada do fluido, m
 D_{CI} – diâmetro inscrito, m
 D_{CC} – diâmetro circunscrito, m
 H – altura do leito, m
 H_c – altura do cone, m
 H_0 – altura de sementes no leito estático, m
 H_m – altura do leito de jorro máximo, m
 g – aceleração de gravidade, m/s^2
 G – poder de germinação das sementes
 GL – grau de liberdade
 L_{mf} – altura do leito fluidizado na mínima fluidização, m
 m – carga de partículas no leito, kg
 m_{ap} – massa aparente, kg
 M_{alg} – massa de aglomerados, kg
 M_0 – massa inicial de partículas, kg
 M_f – massa final de partículas, kg
 MQ_{faj} – soma quadrática devida à falta de ajuste
 MQ_{ep} – soma quadrática devida ao erro puro

n	– número de ensaios
p	– probabilidade
P	– pressão estática, cm de H ₂ O
P_a	– água contida na semente, kg
P_a	– pressão do ar de atomização, Pa
P_s	– peso das sementes, kg
q	– amplitude total
Q_{jm}	– vazão volumétrica de jorro mínimo, m ³ /s
s^2	– variância
s	– desvio padrão
SQ_T	– soma quadrática em torno da média
SQ_r	– soma quadrática em torno residual (desvio)
t	– tempo de processo, min
T	– temperatura, °C
T_a	– temperatura do ar para o processo, °C
T_e	– temperatura de entrada do ar, °C
T_j	– temperatura na região do jorro, °C
T_s	– temperatura de saída do ar, °C
T_a	– temperatura no ânulo, °C
T_r	– temperatura na região superior do leito fluidizado, °C
T_c	– temperatura na região central do leito fluidizado, °C
U_{bu}	– umidade em base úmida, kg/kg
W	– vazão mássica, kg/min
W_m	– vazão máxima de ar, kg/min
W_{ma}	– vazão mássica de ar comprimido, kg/min
W_s	– vazão mássica de suspensão de recobrimento, kg/min
u_i	– velocidade do fluido no orifício de entrada, m/s
u_{mf}	– velocidade superficial do gás para mínima fluidização, m/s
u_m	– u_{ms} para $H = H_m$
u_{ms}	– velocidade superficial de jorro mínimo, m/s
V_{24}	– envelhecimento acelerado por 24 horas
VE	– velocidade de emergência, dias
V	– volume, m ³

Letras Gregas

η – eficiência, kg/kg

ε – porosidade do leito de inerte estático

ε_{mf} – porosidade em mínima fluidização

ψ – fator forma da partícula para o leito de jorro (esfericidade)

ϕ – esfericidade da partícula para leito fluidizado

δ – crescimento, kg/kg

σ - tensão superficial, dyn/cm

μ – viscosidade, cp

ρ_r – densidade real da partícula, g/cm³

ρ_{ap} – densidade aparente da partícula, g/cm³

ρ_b – densidade dos sólidos, kg/m³

ρ_s – densidade da partícula, kg/m³

ρ_f – densidade do fluido, kg/m³

ρ_g – densidade do gás kg/m³

ΔP – queda de pressão no leito, Pa

ΔP_s – queda de pressão de jorro estável, Pa

ΔP_b – queda de pressão no leito fluidizado, Pa

ΔP_{max} – queda de pressão máxima no leito fluidizado, Pa

ΔP_m – queda de pressão máxima no leito de jorro, Pa

Grupos adimensionais

Ar – número de Arquimedes $g dp^3 \rho_f (\rho_s - \rho_f) / \mu^2$

Fr – número de Froude $U^2 / g dp$

Re – número de Reynolds da partícula $dp U \rho_f / \mu$

Re_i – número de Reynolds no orifício $dp U_i \rho_f / \mu$

$(Re_i)_{ms}$ – número de Reynolds para $u_i = (u_i)_{ms}$

$Re_{p, mf}$ – número de Reynolds da partícula para o leito fluidizado

RESUMO

O presente trabalho objetivou recobrir sementes de brócolos em leito de jorro e leito fluidizado, com a intenção de proporcionar proteção à alta concentração de vapor de água no ambiente, não prejudicando a absorção de água livre. Um delineamento completo de dois níveis foi proposto para cada processo, que permitiu verificar quantitativamente a relação da eficiência do processo, do crescimento das sementes, do poder de germinação, do envelhecimento acelerado e da velocidade de germinação em solo, com as variáveis operacionais: temperatura do ar, pressão de atomização e vazão de suspensão, para o leito de jorro; pressão de atomização e vazão de suspensão, para o leito fluidizado. As sementes de brócolos, foram recobertas com uma suspensão aquosa de hidróxi-etil-celulose, em leito cone-cilíndrico, nas seguintes condições operacionais: temperatura do ar de jorro de 50 a 70°C, pressão manométrica de ar de atomização de 15 a 25 psi e vazão de suspensão de recobrimento de 6 a 8 ml/min, para o leito de jorro; pressão manométrica de ar de atomização de 15 a 25 psi e vazão de suspensão de recobrimento de 4,5 a 6,5 ml/min, para o leito fluidizado. Um delineamento inteiramente casualizado foi aplicado para analisar o poder de germinação, o envelhecimento acelerado e a velocidade de germinação em solo entre sementes recobertas e não recobertas. Para relacionar a capacidade de absorção de vapor de água das sementes recobertas e não recobertas, aplicou-se o teste de reabsorção de vapor de água. A atomização da suspensão foi realizada por um bico atomizador instalado na parte superior do leito com o jato direcionado às sementes. A fluidodinâmica para os dois tipos de contato, leito de jorro e fluidizado, foi analisada com diferentes cargas de sementes. Os valores dos parâmetros experimentais foram comparados com valores dos parâmetros obtidos por equações empíricas da literatura. Os resultados permitiram concluir que é possível recobrir sementes de brócolos em leito de jorro e leito fluidizado, utilizando os valores das variáveis independentes propostos e o tempo de duração para cada processo, não alterando a qualidade fisiológica da semente. As melhores eficiências do recobrimento, em leito de jorro, foram obtidas com a menor pressão de atomização (15 psi), juntamente com a maior vazão de suspensão (8 ml/min) e a menor temperatura do ar de jorro (50°C) ou a menor vazão de suspensão (6 ml/min) e a maior temperatura do ar de jorro (70°C). A

eficiência do recobrimento em leito fluidizado, utilizando as condições operacionais deste trabalho, não foi viável economicamente. A suspensão de hidróxi-etil-celulose proporcionou discreto comportamento protetor em alta concentração de vapor de água. Através de microscopia óptica observou-se satisfatória distribuição e espalhamento do filme sobre a superfície das sementes, apresentando um recobrimento uniforme, liso, homogêneo e consistente, para as sementes recobertas nos dois processos.

Palavras-chave: recobrimento, leito de jorro, leito fluidizado, sementes de brócolos

ABSTRACT

The objective of this work was the coating of broccoli seeds in spouted bed and fluidized bed, with purpose of protect of the water vapour in the ambient, allowing the cross of free water. An experimental design was utilized to investigate the relationship between operational variables, such as: spout air temperature, air atomizing pressure and coating suspension flow rate, to spouted bed; air atomizing pressure and coating suspension flow rate, to fluidized bed; and efficiency of the process, particles growth, germination of the seeds, fast aging of the seeds and germination velocity of the seeds in the soil. The broccoli seeds of mean diameter $1,6 \times 10^{-3}$ m, were coated with an aqueous suspension of hydroxyethyl-cellulose in a cone cylindrical bed made in plexyglass, at the following values: spout air temperature of 50 and 70°C, atomizing air pressure of 15 and 25 psi and coating suspension mass flowrate of 6 and 8 ml/min, to the spouted bed; atomizing air pressure of 15 and 25 psi and coating suspension mass flowrate of 4,5 and 6,5 ml/min, to the fluidized bed. Completely randomized experiments were also organized to evaluate the germination, the fast aging and the germination velocity in the soil, of the coated and uncoated seeds, utilized the Tukey test. The water vapor absorption capacity and relationship between coated and uncoated seeds, utilized the re-absorption water vapour test. The experiments were carried out at an experimental assembly, which consists of a bed in plexyglass to that the fluidynamic movement could be observed, with a slanted base angle of 60° and a diameter of 10 cm. This equipment can be reversible to a fluidized bed, using a proper distributor plate. A double fluid atomizer was installed at the highest part of the bed and the air sprayed board of directors to the seeds. The fluidynamics was established for both gas-solid contact models, spouted bed and fluidized bed, measuring the values of pressure drop and air flow rate in the bed, for increasing and decreasing flow rates and for different bed heights. The same experiments were repeated with the atomizing air to analyse its influence in the fluidynamics. The characteristic curves were constructed for the spouted and fluidized bed, and the values of maximum and stable spouting pressure drop and minimum spouting velocity were obtained. With these data, it was possible to verify the empirical representative equations for each variable. From the fluidized bed experiments, it was

possible to verify the quality of fluidization and to confront the values of the experimental pressure drop and minimum fluidization velocity. The better efficiency to spouted bed, was obtained with less atomizing air pressure (15 psi), together the greater suspension flow rate (8 ml/min) and the less spouted air temperature (50°C) or the less suspension flow rate (6 ml/min) and the greater spouted air temperature (70°C). The efficiency of coating in fluidized bed, to operational conditions this work, don't was economically satisfactory. The germination of coated seeds in spouted bed were influenced negatively by atomizing pressure, because collision of the seeds and the bed wall. The statistical analysis indicated that process of coated seeds in fluidized bed and spouted bed didn't cause damage to germination and vigor. At the end of the water vapor re-absorption test, coated seeds in spouted bed had 2 to 10% less moisture content than the uncoated seeds, evidencing that the hidroxi-ethyl-cellulose provided a discreet protective behaviour in high concentration of water vapour. The optical microscopy showed satisfactory distribution and spreading of the polymer on the surface of the coated seeds, uniform coated and homogeneous aspect.

Keywords: coating, spouted bed, fluidized bed, broccoli seeds

CAPÍTULO 1 INTRODUÇÃO

O recobrimento de partículas é uma operação unitária de grande interesse comercial; o seu desenvolvimento é de fundamental importância para as áreas farmacêutica, nuclear, alimentícia e agrícola. O processo vem sendo investigado para diferentes técnicas e materiais, com várias finalidades que vão do controle da liberação de substâncias químicas até corrigir o formato do sólido.

No século XVII, publicações européias já descreviam a aplicação de solução açucarada sobre medicamentos sólidos como maneira de mascarar o sabor indesejável. Com o passar dos anos ocorreu o aumento do consumo de medicamentos em forma de pílulas e comprimido, e foi necessário à aplicação do processo de recobrimento em grande escala. Assim, surgiram as "panelas rotatórias" ou drageadeiras, técnica que permaneceu por longo período, sem sofrer aperfeiçoamentos.

Em meados dos anos 50, foi desenvolvido e patenteado um novo processo de suspensão em ar, também denominado Wurster, muito utilizado no recobrimento de comprimidos, apresentando alta eficiência, o que motivou o desenvolvimento tecnologias de recobrimento. Em 1953, GISHLER & MATHUR obtiveram, para determinada faixa de tamanho das partículas, o regime fluidodinâmico denominado de jorro, controlando a velocidade de entrada do gás e a forma geométrica do leito utilizado. Em 1962, no Canadá, foram instaladas as primeiras unidades de jorro para realização de secagem de ervilha, entre outros produtos. Posteriormente, o leito de jorro foi empregado em diversos processos de revestimento de partículas, já que o regime fluidodinâmico é semelhante ao do equipamento Wurster.

A utilização da técnica de fluidização foi difundida em 1940, com a construção do primeiro leito fluidizado para o craqueamento do carvão (FCC). Somente mais tarde esta técnica seria utilizada como equipamento adequado ao recobrimento de partículas. Vários

estudos do desenvolvimento deste e de outros processos em leito fluidizado são dados por KUNNI & LEVENPIEL (1991).

Por volta de 1960, o leito fluidizado foi apresentado em uma planta acrílica, quando 50 grandes unidades iniciaram operação pelo mundo. A partir de 1963, GELDART (1986) realizou uma cuidadosa pesquisa sobre a classificação de partículas para a fluidização. Nos anos 70, foi patenteado o processo para produção de sementes recobertas e métodos de recobrimento de sementes em leito fluidizado. (PORTER & KAERWER, 1974).

Na área agronômica, o processo de recobrimento de sementes agrícolas ganhou novos rumos, com o aprimoramento de processos e formulações, além da utilização de novos equipamentos. O recobrimento de sementes consiste em revestir totalmente a sua superfície com substâncias aderentes, que podem apresentar-se puras ou em mistura, com materiais ativos e/ou inertes. Atualmente, é imprescindível o aperfeiçoamento do processo voltado a outras espécies de sementes, dada a variação nas características externas da semente, como forma e epiderme (rugosidade, porosidade, e camada cerosa), que influenciam no processo de recobrimento em equipamentos movimentados pelo ar.

No momento, parte dos trabalhos com recobrimento de sementes tem sido realizada sob a forma de filme polimérico, pela utilização de reguladores de crescimento, fertilizantes e inseticidas, entre outras substâncias que podem ser incorporadas nesta técnica. Um dos benefícios que podem ser citados com a utilização de sementes recobertas com filmes poliméricos é o baixo custo contra a contaminação de sementes semeadas em solos que apresentam fungos como o *Pythium spp* e *Rhizoctonia solani* (TAYLOR & HARMEN, 1990).

TAYLOR & HARMEN (1990) recomendam a seleção das espécies de sementes utilizadas em recobrimento, através da avaliação dos custos com o processo, e dos benefícios gerados para as sementes. Algumas sementes de alto valor, por serem obtidas em pequenas quantidades, como, por exemplo, as sementes híbridas de flores, raramente são revestidas, pois os riscos de perdas podem exceder as expectativas de benefícios.

OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo estudar o processo de recobrimento das sementes de brócolos, com uma suspensão aquosa polimérica em forma de filme, em leito de jorro e leito fluidizado, mediante as mudanças nas condições operacionais dos equipamentos.

Na fase preliminar estudou-se:

- a fluidodinâmica da semente em leito de jorro e leito fluidizado;
- a análise do poder germinativo das sementes jorradas e fluidizadas;
- a formulação da suspensão polimérica aquosa;
- o desenvolvimento de um planejamento fatorial para leitos de jorro e para o leito fluidizado, com a escolha das variáveis independentes e seus respectivos níveis.

Na segunda parte do trabalho, para o processo de recobrimento em leito de jorro e leito de fluidizado, estudou-se:

- a influencia das variáveis independentes na eficiência dos processos e no crescimento da semente;
- a influencia das variáveis independentes na germinação e vigor da semente;
- a qualidade fisiológica das sementes recobertas (germinação e vigor), por um delineamento inteiramente casualizado;
- a quantidade de aglomerados, a esfericidade e o diâmetro da semente recoberta;
- a umidade da semente durante o processo de recobrimento;
- a reabsorção de umidade da semente após o recobrimento.
- a qualidade do recobrimento da semente por microscópio óptico.

Realizou-se algumas comparações entre os resultados de recobrimento de semente de brócolos, em leito de jorro e leito fluidizado, após as análises dos dados experimentais.

A realização deste trabalho tem como justificativa encontrar alternativas tecnológicas direcionadas a conservação de semente agronômica. Para isso, envolveram-se duas áreas distintas, sendo elas: processos da engenharia química e produção de sementes da engenharia agronômica. O trabalho foi direcionado à semente de brócolos, exposta a condição desfavorável de umidade durante o período de armazenagem, visando a diminuição de reabsorção de vapor de água através do recobrimento polimérico em forma de película.

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Brócolos

As brassicáceas constituem a família mais numerosa em termos de espécies oleráceas, e entre elas estão: repolho, couve-flor, couve comum, mostarda, rabanete, rúcula, nabo, agrião e o brócolos. O brócolos destaca-se dentre outras, pela sua maior relevância econômica. O grande volume comercializado nas Centrais de Abastecimento (CEASAs) evidencia um consumo crescente dessa hortaliça.

No Brasil a hortaliça de nome oficial brócolos é popularmente conhecida como brócoli ou couve brócoli, o nome se origina do italiano "brocco" que significa "broto", isso porque a parte comestível são as hastes e os botões florais. Todavia, a couve selvagem, tem centro de origem na Europa e Ásia Ocidental (FIGUEIRA, 1972). Nas Américas, o brócolos é uma das hortaliças mais recentes, introduzida nos Estados Unidos da América por volta de 1920, por imigrantes italianos. Atualmente o brócolos é consumido em todo mundo, sendo considerada uma das hortaliças mais comercializadas no mercado americano.

Dentre as frutas e as hortaliças consumidas pelo homem, o brócolos assume um lugar de destaque com relação à concentração de vitaminas e minerais. Segundo MURAYAMA (1985), o brócolos apresenta cinco vezes mais cálcio e cento e vinte vezes mais vitamina A, quando comparado à couve-flor.

Os botânicos classificam o brócolos como planta pertencente ao ramo Phanerogamae, plantas que produzem sementes, o sub-ramo Angiospermae, apresentando óvulos encerrados em um ovário, que dá origem às sementes. O brócolos é incluído na classe das Dicotiledoneae, sementes que apresentam dois cotilédones; e família botânica cruciferae, sua espécie é denominada *Brassica oleracea*, e variedade italiana (CAMARGO, 1981).

O brócolos apresenta inflorescência e hastes florais carnosas e grossas, seus botões florais são de cor verde azulada com comprimentos diversos. Apresenta-se em dois grupos de variedades com características distintas, um deles produz uma cabeça central (botão floral) maior, havendo poucas ramificações laterais. Este grupo é extensamente cultivado na Europa, EUA, e representado pela cultivar Calabres. Os consumidores brasileiros preferem a cultivar Jundiaí sendo a cultivar Ramoso de grande importância no mercado, porque conta com a preferência dos brasileiros no centro e sul do país (FIGUEIRA, 1972).

Conforme dados recentes obtidos através da CNPH/Embrapa, em 1993 uma nova cultivar "Ramoso de Brasília", foi introduzida no mercado por produtores e companhias de sementes no Distrito Federal e em São Paulo. Esta cultivar vem destacando-se pela produtividade, qualidade e excelente aceitação comercial. Informações da Embrapa sobre o cultivar "Ramoso de Brasília" revelam característica como o comprimento de haste de 31 a 32 cm, a primeira colheita é realizada próxima de 80 dias após a semeadura, o período de colheita se estende até 55 dias, e a produtividade média está em torno 18 toneladas/ha.

O brócolos é cultivado no Brasil nas regiões sul e sudeste, em estações com temperaturas entre 15 e 20°C. Na região centro-oeste sua semeadura é recomendada para as estações do outono e inverno. A sensibilidade das sementes de brócolos às variações de temperatura e umidade relativa é responsável pelas variações na duração da colheita e diminuição da produção, como ocorre com a couve-flor (*Brassica oleracea* L. var *brotrytis*) (WURR *et al.* 1991; 1992). O desenvolvimento da planta brócolos pode ser dividido em três fases: a fase juvenil, a fase de indução do florescimento e a fase do crescimento e da inflorescência (BOOIJ, 1990). Após a fase juvenil, é ideal que a temperatura ambiente seja baixa, para que se inicie a indução floral. Além disso, a alta temperatura promove diferença nos estádios de maturidade das sementes, sendo verificado em análises de vigor por LEWIS & WELBAUM (1996).

POPINIGS, em 1985, descreveu as estruturas das sementes de angiosperma, sendo compostas de três estruturas básicas: tegumento ou testa, o eixo embrionário, e os tecidos de reserva. O tegumento é constituído por camadas celulares originárias dos integumentos ovulares. O pericarpo é originário da parede do ovário, e constitui junto com o tegumento a parte externa da semente. As células do tegumento externo das crucíferas são constituídas

por material mucilaginoso, apresentando-se em camadas, que entumecem quando entram em contato com água livre (ESAU, 1974).

As funções do tegumento são:

- a) manter unidas as partes internas das sementes;
- b) proteger as partes internas contra choques e abrasões;
- c) servir como barreira à entrada de microorganismos na semente;
- d) regular a velocidade de rehidratação da semente, evitando ou diminuindo possíveis danos causados pela pressão externa;
- e) regular a velocidade das trocas gasosas (oxigênio e gás carbônico);
- f) regular embebição, durante a germinação.

O embrião da semente de brócolos é constituído pelo eixo embrionário e dois cotilédones. Os cotilédones são locais de reservas de nutrientes, sustentando o embrião, durante a fase de germinação da semente; após esta fase são exauridos da estrutura.

O eixo embrionário é constituído pela plúmula, que é a parte situada acima do ponto de ligação dos cotilédones ao eixo embrionário, e pela radícula na extremidade inferior do eixo. A radícula resulta em raiz primária, quando a semente germina.

O tecido embrionário depende de uma fonte de energia e de substâncias orgânicas para a elaboração de novas células, presente desde o início da germinação até a plântula ser capaz de sintetizar matéria orgânica pelo processo de fotossíntese.

LEWIS & WELBAUM (1996) estudaram o período de germinação das sementes de brócolos, e verificaram que 42 dias após polinização das sementes, 75% delas já estavam prontas para germinar, sendo que, 56 dias após a polinização, 90% das sementes apresentavam germinação normal.

MELLO *et al* (1999) submeteram sementes de brócolos aos testes de germinação emergência de plântulas e envelhecimento acelerado (24, 48, 72, e 96 horas a 42°C), com o objetivo de comparar métodos de avaliação da qualidade fisiológica de diferentes lotes de sementes. Os testes de envelhecimento acelerado, por um período de 48 horas permitiu a

distinção do vigor dos lotes. O poder germinativo dos lotes de sementes variou entre 81 e 92%.

SANDER (1981) recomendou que a secagem de sementes oleosas com conteúdo de umidade abaixo de 16 % seja realizada com temperaturas do ar inferiores a 65°C, para não afetar o potencial de germinação, o que ao mesmo tempo, apresenta vantagens à secagem em leito fluidizado. No Japão as sementes de *Brassica* são secas com temperatura do ar inferiores a 40°C (SHINOHARA, 1984).

DREW (1987) analisou o poder de germinação de sementes de *Brassica napus L.* após serem submetidas ao processo de fluidização. Os tratamentos tinham como fatores de análise temperaturas de 25, 30, 35, e 40°C e duração do processo de 30, 40, 60 e 180 minutos. Observou que as sementes, nos ensaios de 25 e 30 minutos, mantiveram a capacidade de produzir plântulas normais. O mesmo aconteceu com as sementes fluidizadas por 40 minutos à temperaturas de 30 ou 35°C. Entretanto, as sementes fluidizadas durante 40, 60 e 180 minutos à temperatura de 40°C, apresentaram redução da capacidade de produzir plântulas normais. Concluiu que o aumento da duração de fluidização acima de 30 minutos, para temperaturas superiores a 35°C, reduziram significativamente o poder germinativo das sementes. A justificativa para tal comportamento está relacionada à sensibilidade da semente, que é uma característica intrínseca de cada espécie.

O conteúdo de umidade nas sementes fluidizadas a 25 °C diminuiu de 5,32 para 4,83% em 60 minutos, e de 4,83 para 4,51% após 180 minutos. As sementes fluidizadas a 40 °C diminuíram o conteúdo de umidade de 5,2 para 3,88 em duração de 60 minutos e de 5,2 para 3,3% em duração de 180 minutos. Concluiu que entre 60 a 180 minutos de processo as sementes perderam menos umidade, comparado aos primeiros 60 minutos (DREW, 1987).

2.2 Leito de Jorro

Em 1954, GISHLER & MATHUR apresentaram o sistema de contato gás-sólido denominado de leito de jorro. A técnica visava inicialmente a secagem do trigo, mas posteriormente foi utilizada com vários tipos de partículas sólidas, sendo possível constatar a eficiência do processo.

O leito de jorro é formado por um recipiente, preenchido com partículas sólidas; na base do leito há um orifício localizado centralmente que permite a passagem do fluido. A injeção do fluido em altas vazões promove um fluxo de partículas ascendente em forma de um canal central, dentro do leito de sólidos. Estas partículas, após alcançarem o topo do leito, formam uma fonte, dirigida à periferia do leito e caem dentro da região anular, entre o núcleo do canal e as paredes da coluna. As partículas são lentamente levadas em movimento descendente, até que na base do recipiente ocorre o reencontro das partículas com o fluxo de ar do canal central, permitindo o movimento sistemático contínuo e cíclico das partículas: um sistema hidrodinâmico único que é o leito de jorro (MATHUR & EPSTEIN, 1974).

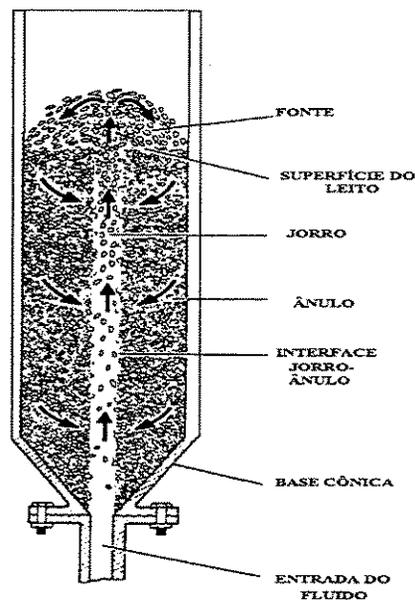


Figura 2.1 - Diagrama esquemático de um leito em jorro. As setas indicam a direção do movimento dos sólidos (MATHUR & EPSTEIN, 1974).

Neste sistema, o canal central é chamado jorro, a região anular periférica é denominada ânulo. Para MATHUR & EPSTEIN (1974), o termo fonte é utilizado para determinar a zona em forma de cogumelo acima do nível do ânulo, onde as partículas movimentam-se em regime desacelerado caindo no ânulo.

A região do jorro apresenta as partículas em movimento no mesmo sentido do fluxo de gás, como em transporte pneumático, devido à alta velocidade do gás. Ela é caracterizada como uma região em fase diluída, e apresenta alta porosidade.

Na região anular ou deslizante, as partículas se movimentam em contracorrente com o escoamento do gás, é uma região densa, com baixa porosidade. Para aumentar o movimento dos sólidos e eliminar zonas estagnadas na base do recipiente, é comum utilizar uma base cônica divergente com injeção de fluido no ápice do cone, como pode ser visto na Figura 2.1.

MATHUR & EPSTEIN (1974) se referem ao jorro como um fenômeno visível, que ocorre para uma determinada velocidade do gás, que é função do diâmetro da partícula, da altura do leito e da geometria do recipiente. A Figura 2.2 ilustra as transições dos regimes em um leito de partículas, onde observa-se as seqüências dos regimes, denominados de leito fixo, leito de jorro, leito borbulhante e o leito em *slugging*.

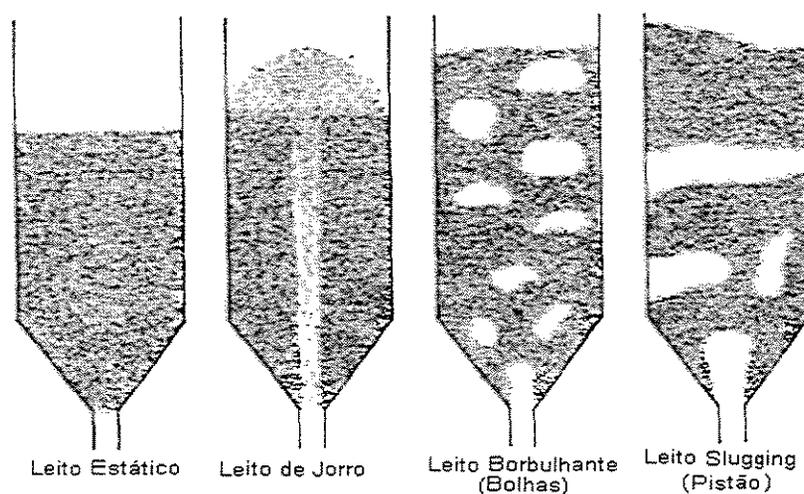


Figura 2.2 - Transição de fases com o aumento do escoamento de gás (MATHUR & EPSTEIN, 1974)

O leito fixo é a situação em que o leito preenchido por partículas, correspondente a uma certa altura, apresenta uma determinada pressão estática, onde o escoamento de gás passando entre as partículas não consegue movimentá-las.

O leito de jorro apresenta um fluxo de gás e partículas que atravessa o centro do leito, formando uma fonte no topo do leito de onde os sólidos retornam a base do leito pela região anular e seguem em um movimento cíclico. Esse regime impõe uma mistura uniforme de partículas e proporciona grande eficiência aos processos aos quais são aplicados.

No leito borbulhante o regime se apresenta como em um leito fluidizado de má qualidade, formando regiões de agregados de sólidos devido às bolhas, contribuindo para um regime com pouca eficiência devido à falta de uniformidade na mistura das partículas.

O regime "slugging" apresenta falta de uniformidade na mistura das partículas, e baixa eficiência no processo, devido à presença de duas fases separadas, gás e sólido, dentro recipiente, sendo que o gás pode preencher toda a seção do leito.

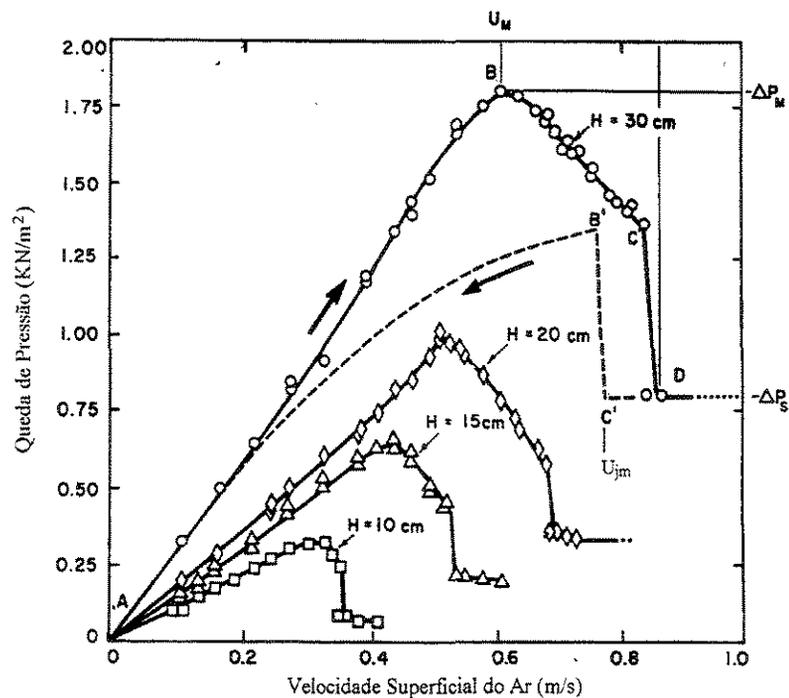


Figura 2.3 - Curvas típicas de queda de pressão em função da velocidade do gás, para grãos de trigo (MATHUR & EPSTEIN, 1974)

O gráfico de queda de pressão no leito em função da velocidade superficial do ar mostra o comportamento de transição do leito fixo para um leito em jorro. A Figura 2.3 apresenta os valores experimentais obtidos por (LANA, 1957). Os pontos A, B, C e D na curva são seqüência do processo, e é complementada com os pontos D, C', B' e A, que ilustram o processo reverso, conhecido como o colapso do leito de jorro, devido ao decréscimo da velocidade do gás no leito (MATHUR & EPSTEIN, 1974).

As curvas típicas de queda de pressão em função da velocidade do gás para grãos de trigo apresentam: $d_p = 3,6$ mm; $D_c = 15,2$ cm; $D_i = 1,27$ cm; $\alpha = 60^\circ$ (MATHUR & EPSTEIN, 1974).

Para baixa taxa de escoamento, o gás passa por entre as partículas sem perturbá-las. A queda de pressão eleva-se com o aumento da taxa de escoamento do gás, observado na linha AB, como ocorre no leito fixo.

Elevando-se a vazão do gás, a velocidade do jato torna-se suficientemente alta e impulsiona as partículas nas vizinhanças da entrada de gás. As partículas ao redor da cavidade são comprimidas contra o material acima, e formam um arco compactado, que oferece grande resistência ao escoamento de gás, com aumento contínuo da queda de pressão. Com o aumento na vazão de gás, a cavidade prolonga-se formando um jorro interno. O arco de sólidos compactados sobre o jorro interno eleva-se até a queda de pressão no leito atingir um valor máximo, ΔP_m , ponto B, cuja velocidade superficial correspondente é denominada U_m .

Quando ocorre um aumento na velocidade de escoamento além do ponto B, é observado um aumento na altura do jorro interno, e uma diminuição da queda da pressão ao longo da linha BC.

Nas proximidades ao ponto C, o movimento dos sólidos deslocados pelo canal central causa a expansão do leito. A expansão é acompanhada pela expansão e contração alternada do jorro interno. Um aumento da velocidade de escoamento além do ponto C rompe o jorro interno na superfície do leito, reduzindo a queda de pressão até o ponto D,

que é designada de "jorro incipiente" ou "jorro mínimo". É neste ponto que todo leito começa a se movimentar e se inicia o jorro estável (MATHUR & EPSTEIN, 1974).

A partir do ponto D, os aumentos na velocidade de escoamento do gás, ocasionam a passagem do gás adicional através da região de jorro, com uma elevação da altura da fonte, sem nenhum efeito significativo na queda de pressão total (ΔP_s), que permanece constante.

A velocidade do jorro incipiente (C) e o início do jorro (D), por dependerem das características do leito, não são exatamente reprodutíveis. Uma velocidade mais reprodutível é a velocidade de mínimo jorro (U_{ms}), obtida diminuindo-se vagarosamente a vazão de gás; mantendo o leito nas condições de jorro, isto é, até atingir o ponto C', que representa a mínima condição de jorro. Neste ponto, uma pequena redução na velocidade do gás ocasiona o colapso do jorro e a queda de pressão se eleva rapidamente até atingir o ponto B'. Uma subsequente diminuição da taxa de escoamento promove uma diminuição gradual da queda de pressão ao longo da trajetória B'A (MATHUR & EPSTEIN, 1974).

A histerese definida pelos pontos ABCDC'B'A pode ser atenuada se o processo for repetido, partindo de um leito preenchido de forma menos compacta; mesmo assim, não é totalmente eliminada, por ser inerente à irreversibilidade do fenômeno de penetração do jato.

O ponto B é utilizado no cálculo da energia máxima necessária à iniciação da operação de jorro.

O ponto D, representado no eixo das ordenadas da Figura 2.3, denominado de queda de pressão de jorro estável (ΔP_s), e no eixo das abscissas, pela velocidade mínimo jorro (U_{ms}), é utilizado no cálculo da energia que mantém o leito de jorro em operação estável (MATHUR & EPSTEIN, 1974).

2.2.1 Queda de Pressão Máxima no Leito de Jorro

A queda de pressão máxima (ΔP_m) ocorre exatamente antes do estabelecimento do jorro e não é o único fator importante no regime de jorro, mas está associada geralmente, à entrada de um jato de gás em alta velocidade através de um leito de sólidos.

Há ocorrência de semelhante ponto de máxima queda de pressão na condução de uma fluidização em um leito fluidizado cônico ou cônico cilíndrico (LEVA *et al.*, 1951).

No caso de um leito de jorro, o jato penetra primeiro nos sólidos da região inferior e depois causa o movimento dos sólidos na parte superior. MATHUR & EPSTEIN (1974) atribuem a ocorrência de um ponto de máximo na curva de queda de pressão em função da vazão de escoamento anterior ao início do jorro à energia requerida para que o jato de gás rompa a estrutura dos sólidos do leito e forme um jorro interno na parte inferior do leito.

A condição para que o jorro interno desenvolva o jorro completo dependerá de condições críticas como: tamanho de partículas, diâmetro do orifício, profundidade do leito, entre outras, as quais possibilitam que a atividade do jorro seja satisfatória.

2.2.2 Queda de Pressão no Leito em Jorro Estável

Quando o jorro atinge as condições de um jorro estável, a queda de pressão (ΔP_S) surge de duas resistências paralelas: a do jorro propriamente dito, em que o transporte está ocorrendo em fase diluída; e do ânulo, que é caracterizado pelo movimento descendente das partículas em contracorrente com o gás ascendente (MATHUR & EPSTEIN, 1974).

A entrada do gás na base inclinada, com movimento ascendente, apresenta um gradiente de pressão vertical partindo de zero na base e atingindo o máximo valor no topo do leito.

A queda de pressão total através do leito pode ser obtida através da integração do perfil longitudinal do gradiente de pressão para a altura do leito. A queda de pressão total

para o jorro estável (ΔP_s) é sempre inferior à queda de pressão para um leito fluidizado para os mesmos sólidos.

2.2.3 Velocidade de Mínimo Jorro

Para que um leito de partículas permaneça em estado de jorro é necessário que haja uma mínima velocidade do fluido, denominada velocidade de mínimo jorro (U_{ms}), que também está relacionada com as propriedades do sólido, do fluido, e com a geometria do leito. Uma coluna cilíndrica preenchida por partículas apresenta um aumento em sua U_{ms} com o aumento da profundidade do leito e com o decréscimo do diâmetro da coluna (MATHUR & EPSTEIN, 1974).

Existe interesse prático por leitos de certas profundidades, por exemplo, $H/D_c=2$ a 4, devido à maior versatilidade. Este tipo de leito para um determinado material pode apresentar U_{ms} elevada ou reduzida, quando comparada à velocidade de mínima fluidização, dependendo da escala de operação. Conforme MATHUR & EPSTEIN (1974), são inúmeros os valores experimentais de U_{ms} já obtidos, e cobrem uma ampla variedade de materiais em colunas pequenas de formas cilíndricas e cônicas. Um dos maiores problemas no desenvolvimento de uma correlação geral para se obter a estimativa da U_{ms} está na sua dependência com a escala. O que não ocorre em correspondente análise para leito fluidizado ou transporte pneumático.

2.3 Leito Fluidizado

As várias formas de contato gás-sólido, em leito fluidizado, podem ser observadas e agrupadas em fases operacionais. A seguir, estão descritas as características de cada uma das fases que constituem o fenômeno da fluidização, conforme KUNII & LEVENSPIEL (1991).

Quando o gás atravessa o leito de partículas finas com pequena vazão, e o gás passa diretamente pelos espaços vazios entre as partículas estacionárias, o leito apresenta-se fixo, Figura 2.4 (a). A expansão do leito inicia-se com o aumento na velocidade e pequenas vibrações em regiões restritas. Para um aumento contínuo da vazão de escoamento, alcança-se um ponto em que todas as partículas estão suspensas no gás. Neste ponto, a força de atrito entre as partículas e o fluido é contrária ao peso das partículas, a componente vertical da força compressiva entre partículas adjacentes desaparece, e a queda da pressão em qualquer seção do leito corresponde ao peso do fluido e das partículas. O leito é considerado fluidizado, e passa a ser referido como um leito fluidizado em mínima fluidização, como na Figura 2.4 (b).

O aumento da vazão de escoamento, acima da mínima fluidização, resulta em regular expansão do leito, denominado de "leito fluidizado homogêneo", como na Figura 2.4 (c).

Para o aumento na velocidade de escoamento, acima da mínima fluidização, verifica-se grande instabilidade com o borbulhamento do gás. Elevando-se a taxa de escoamento, a agitação torna-se maior, e o movimento de sólidos mais vigoroso. Nesta fase, o leito quase não se expande além do volume de mínima fluidização. Este leito é chamado "leito fluidizado borbulhante", como na Figura 2.4 (d).

A partir de uma certa vazão de escoamento, as bolhas de gás coalescem, crescem e sobem. Eventualmente, as bolhas podem tornar-se grande o bastante para atingir a extensão

transversal do leito; esse comportamento é denominado "slugging", com "axial slugs" como mostra a Figura 2.4 (e).

Para o leito constituído de partículas grandes, as partículas acima das bolhas são empurradas para cima, como em um pistão. Em seguida as partículas "chovem" abaixo do pistão (slug), desintegrando-se completamente. Quase que no mesmo momento, um outro *slug* se forma, e este movimento oscilatório instável é conhecido como pistão completo (flat slug).

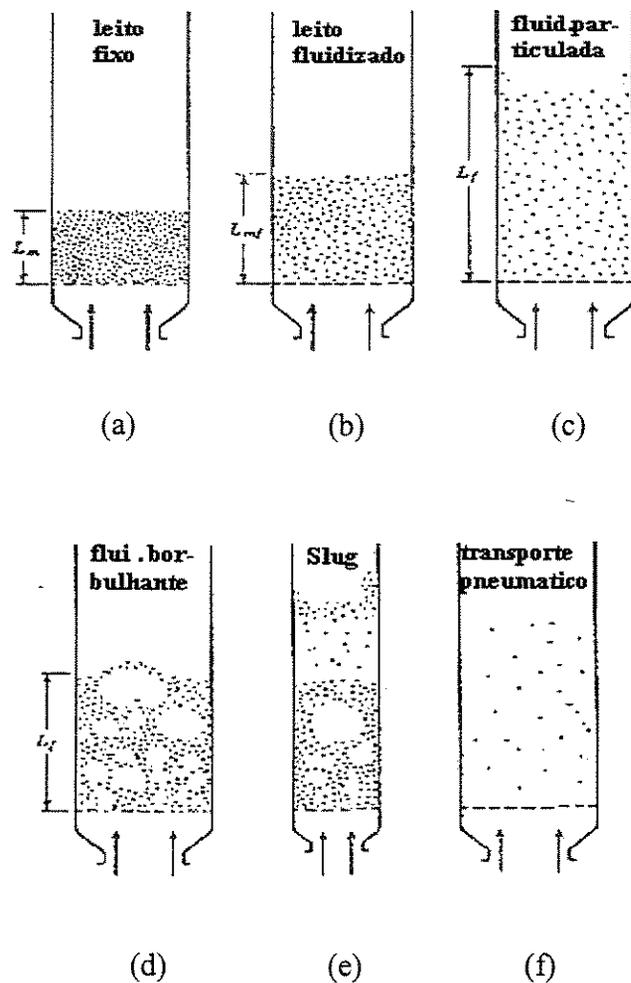


Figura 2.4 - Formas de contato gás-sólido para leito fluidizado (KUNII & LEVENSPIEL, 1991)

O termo "fluidização" tanto pode ser aplicado a sistemas de fase densa e fase não densa quanto para sistemas em circulação que envolvem transporte pneumático ou leito móvel. Para KUNII & LEVENSPIEL (1991), a facilidade com que as partículas são

fluidizadas varia com inúmeros fatores que influenciam o processo. Um dos fatores é o tamanho e massa específica dos sólidos, em geral, partículas finas tendem a aglomerar-se. Entretanto leitos compostos de partículas grandes podem apresentar difícil fluidização, em “slugging”, o que pode causar sérios danos à estrutura do leito. Muitas vezes, pode-se melhorar a qualidade da fluidização nestes leitos, com a adição de pequenas quantidades de partículas finas, que atuarão como lubrificantes. Inúmeros outros fatores podem afetar a qualidade da fluidização, tais como a geometria do leito, o diâmetro de entrada de gás e o tipo de distribuidos usados.

2.3.1 Velocidade de Mínima Fluidização

Considere um leito de partículas repousando sobre um distribuidor de placa de metal perfurada, através do qual ocorre escoamento ascendente de gás. O princípio de fluidização ocorre quando a força de arraste nas partículas, causada pelo escoamento do gás, iguala-se ao peso de partícula (KUNII & LEVENSPIEL, 1991).

Nessas condições temos:

$$\Delta P_b \cdot A_t = W = A_t L_{mf} (1 - \varepsilon_{mf}) (\rho_s - \rho_g) g \quad (2.1)$$

Rearranjando

$$\frac{\Delta P_b}{L_{mf}} = (1 - \varepsilon_{mf}) (\rho_s - \rho_g) g \quad (2.2)$$

A velocidade do gás na mínima fluidização, u_{mf} , é obtida pela Equação (2.3):

$$\frac{1,75}{\varepsilon_{mf}^3 \phi_s} \left(\frac{d_p u_{mf} \rho_g}{\mu} \right)^2 + \frac{150(1 - \varepsilon_{mf})}{\varepsilon_{mf}^3 \phi_s^2} \left(\frac{d_p u_{mf} \rho_g}{\mu} \right) = \frac{d_p^3 \rho_g (\rho_s - \rho_g) g}{\mu^2} \quad (2.3)$$

ou

$$\frac{1,75}{\varepsilon_{mf}^3 \phi_s} Re_{p,mf}^2 + \frac{150(1 - \varepsilon_{mf})}{\varepsilon_{mf}^3 \phi_s^2} Re_{p,mf} = Ar \quad (2.4)$$

onde o número de Arquimedes é definido como

$$Ar = \frac{d_p^3 \rho_g (\rho_s - \rho_g) g}{\mu^2} \quad (2.5)$$

Para partículas muito grandes

$$u_{mf}^2 = \frac{d_p (\rho_s - \rho_g) g}{1,75 \rho_g} \varepsilon_{mf}^3 \phi_s \quad Re_{p,mf} > 1000 \quad (2.6)$$

Quando ε_{mf} e/ou ϕ_s não são conhecidos, pode-se estimar a u_{mf} para o leito de partículas reescrevendo-se a Equação (2.7):

$$K_1 Re_{p,mf}^2 + K_2 Re_{p,mf} = Ar \quad (2.7)$$

onde

$$K_1 = \frac{1,75}{\varepsilon_{mf}^3 \phi_s} \quad (2.8)$$

$$K_2 = \frac{150(1 - \varepsilon_{mf})}{\varepsilon_{mf}^3 \phi_s^2} \quad (2.9)$$

WEN & YU (1966) foram os primeiros a verificar que K_1 e K_2 permanecem quase constantes para diferentes tipos de partículas, e para ampla faixa de condições ($Re=0,001$ a 4000). Resolvendo-se a Equação (2.7), segundo CHITESTER *et al* (1989), para a mínima fluidização, e usando os valores de K_1 e K_2 recomendados para partículas grossas, chega-se à Equação (2.10):

$$\frac{d_p u_{mf} \rho_g}{\mu} = \left[(28,7)^2 + 0,0494 \left(\frac{d_p^3 \rho_g (\rho_s - \rho_g) g}{\mu^2} \right) \right]^{1/2} - 28,7 \quad (2.10)$$

onde:

$$Re_{p,mf} = \left[(28,7)^2 + 0,0494 Ar \right]^{1/2} - 28,7 \quad (2.11)$$

KUNII & LEVENSPIEL (1991) citam dois tipos de fluidização: borbulhante ou agregativa heterogênea e não borbulhante ou particulada homogênea. Ambas ocorrem para velocidade do gás um pouco acima da mínima fluidização, ou u_0 inferior a $10u_{mf}$. As discussões são restringidas às velocidades de escoamento de gás e distribuidores porosos, que oferecem uniformidade ao escoamento do gás.

KUNII & LEVENSPIEL (1991) apresentam alguns critérios, que predizem o modo de fluidização e a transição para outros modos de contato gás-sólido. O critério de WELHELM e KWAUK (1948), que considera a força entre partículas nas vizinhanças das bolhas, e utilizam o número de Froude, para escoamento de transição. ROMERO e JOHANSON (1962) estenderam esta idéia para quatro grupos adimensionais, os quais incluem o número de Reynolds e o número de Froude. Entretanto GELDART (1986), centrou-se nas características das partículas, e utilizou um critério simples e seguro para determinar o tipo de fluidização. Observou a fluidização de sólidos de diversos tamanhos e densidades, e os separou de acordo com quatro tipos de comportamento, Figura 2.5.

Partículas coesivas, pertencentes ao grupo C, são como um pó muito fino; sua fluidização é normal, mas extremamente difícil, dada a grande força de adesão interpartículas. Sólidos deste tipo são os pós-químicos, farinhas e o amido.

Partículas aeráveis, pertencentes ao grupo A, apresentam tamanho reduzido e/ou baixa densidade ($< \sim 1,4 \text{ g/cm}^3$). Estes sólidos fluidizam facilmente, e para baixa velocidade do gás, apresentam borbulhamento controlado, com ocorrência de pequenas bolhas para altas velocidades do gás.

Partículas arenosas, pertencentes ao grupo B, compreendem a maior parte das partículas que fluidizam bem, e apresentam densidade $1,4 < \rho_s < 4 \text{ g/cm}^3$. Estes sólidos fluidizam bem, com vigorosa ação borbulhante e crescimento das bolhas.

Partículas jorráveis, pertencentes ao grupo D, são grandes e/ou densas. Com esses sólidos, leitos profundos têm dificuldade de fluidizar. Formam bolhas grandes, que explodem de maneira violenta, como se a distribuição do gás estivesse muito desigual. A

secagem de grãos e ervilhas, torrefação de grãos de café, gaseificação do carvão são normalmente processados em leito fluidizado raso ou em leito de jorro.

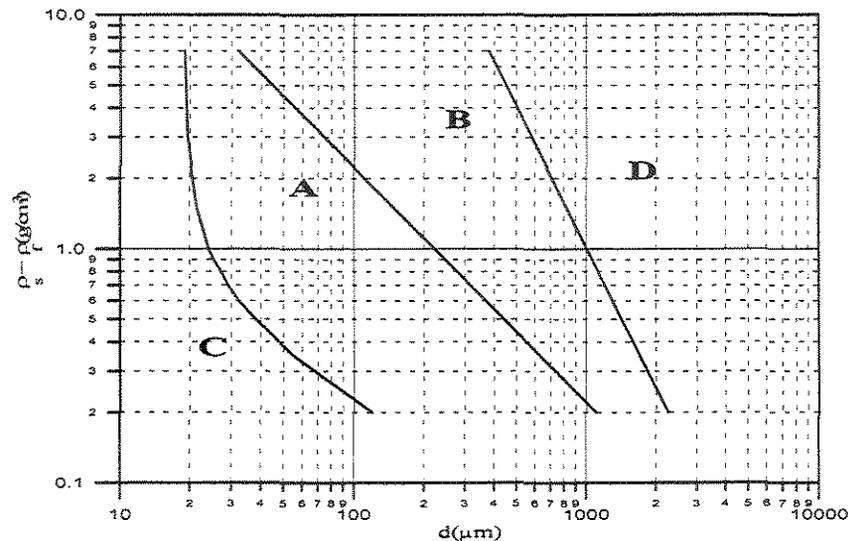


Figura 2.5. - Classificação das partículas de Geldart, (Fonte: KUNII & LEVENSPIEL, 1991)

KUNII & LEVENSPIEL (1991) apresentaram algumas características distintas dos sólidos em leito fluidizado. As partículas C de Geldart, quando fluidizadas em leito de pequeno diâmetro, apresentam dificuldade de fluidização, e tendem a subir como se fossem pequenas rolhas de sólidos. Em leitos de grande diâmetro, formam um canal a partir do distribuidor à superfície do leito, não fluidizando.

Quando partículas do grupo A de Geldart são fluidizadas, o leito expande consideravelmente antes do surgimento das bolhas. Para alta velocidade do gás, o leito muda para o modo borbulhante, caracterizado como segue:

- as bolhas de gás sobem mais rapidamente que o resto do gás;
- as bolhas de gás surgem, dividem-se e coalescem freqüentemente, quando sobem diretamente através do leito. O tamanho máximo das bolhas normalmente é menor que 10 cm, e é correspondente à largura do leito;
- a total circulação de sólidos, ocorre especialmente em leitos largos, quando poucas bolhas são formadas;
- quando bolhas crescem no diâmetro do recipiente, o regime muda para *slugs axial*.

Os leitos com partículas B de Geldart, para velocidades do gás acima da velocidade de mínima fluidização, formam bolhas facilmente. Deste modo, $u_{mb}/u_{mf} \cong 1$. Para alta velocidade do gás, o leito comporta-se como a seguir:

- formação de pequenas bolhas a partir do distribuidor, as quais crescem e coalescem conforme sobem pelo leito;
- o tamanho das bolhas é independente do tamanho das partículas;
- bolhas grandes favorecem a total circulação de sólidos.

Leitos fluidizados com partículas D de Geldart têm as seguintes propriedades:

- as bolhas coalescem rapidamente, e crescem atingindo um tamanho grande;
- as bolhas sobem mais lentamente que o resto do gás;
- a fase densa tem baixa porosidade;
- quando o tamanho das bolhas é próximo do diâmetro do leito, observa-se o *slugging*.

O diagrama de queda de pressão em função da velocidade, Figura 2.6, é utilizado na verificação da qualidade de fluidização, especialmente quando não são possíveis observações visuais.

KUNII & LEVENSPIEL (1991) descreveram o comportamento das partículas em leito fluidizado, utilizando partículas de tamanho uniforme, semelhante à areia, diâmetro de 160 μm . Verificaram que para uma velocidade de escoamento relativamente baixa, o leito é considerado fixo, e a queda de pressão é aproximadamente proporcional à velocidade do gás. Com o aumento da velocidade de escoamento, atinge-se a queda de pressão máxima, ΔP_{max} , acima da pressão estática do leito, conforme a Figura 2.6. A partir deste ponto, com o aumento na velocidade do gás, o leito fixo "expande" aumentando a porosidade, ϵ , para porosidade de mínima fluidização, ϵ_{mf} , resultando em um aumento na queda de pressão, em comparação à pressão estática do leito, como mostra a Equação 2.2. Para uma velocidade do gás excedendo a velocidade de mínima fluidização, o leito expande, tornando visível as bolhas de gás, na fluidização heterogênea. Deste ponto em diante o contínuo aumento da velocidade praticamente não altera a queda de pressão.

Quando a velocidade do gás decresce, inicia-se a diminuição da expansão do leito, retornando a um leito fixo “solto” com porosidade de mínima fluidização. O escoamento do gás e a vibração do leito eventualmente reduzem a porosidade de mínima fluidização para o valor inicial. O valor da velocidade de mínima fluidização, u_{mf} , é obtido graficamente, ponto A da Figura 2.6.

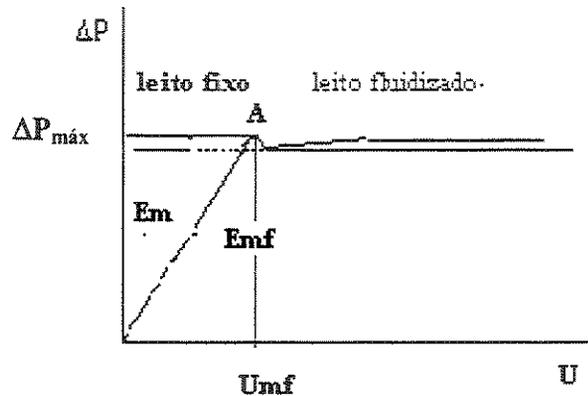


Figura 2.6. - Diagrama de queda de pressão versus velocidade para a fluidização (KUNII & LEVENSPIEL, 1991)

Muitos projetos de pequena escala em fluidização usam cerâmica ou metal sinterizado poroso como placas de distribuição. Estes materiais apresentam alta resistência mecânica ao escoamento, suficiente para possibilitar o escoamento, proporcionando uma uniforme distribuição do gás através do leito, situação considerada ideal por KUNII & LEVENSPIEL (1991). Eles citam outros materiais que podem apresentar as mesmas características, como o filtro de tecido, fibra comprimida, placa de arame ou ainda leito delgado de partículas pequenas. Alguns destes materiais podem ser reforçados quando colocados entre metal ou chapa de tela com grande abertura.

Apesar do contato gás-sólido ser satisfatório, com estes distribuidores, eles apresentam vários inconvenientes em operação industrial:

- alta queda de pressão, proporcionando aumento no fator custo operacional;
- dificuldade de construção, tornando impraticável em grande escala;
- alto custo de alguns materiais;
- baixa resistência ao estresse térmico;
- possibilidade de entupimento com partículas finas ou por produto corrosivo (KUNII & LEVENSPIEL, 1991)

2.4 Recobrimento de Partículas

O princípio do recobrimento de partícula consta da aplicação de uma suspensão ou solução sobre as partículas. A operação pode ser realizada em leitos móveis, e ocorre ao passar ar aquecido pela carga de partículas, estabelecendo um sistema fluidodinâmico. Sobre as partículas em movimento é atomizada a solução de revestimento, e as gotas formadas na atomização entram em contato com a superfície a ser recoberta. Após o contato, com a superfície molhada, acontece a coalescência das gotas e a secagem, normalmente pelo ar quente. O solvente da solução de revestimento evapora, e o material seco fica depositado sobre a superfície das partículas. Repetidas passagens das partículas pela zona de spray proporciona sucessivas deposições do material, formando as camadas de recobrimento.

A maioria das variáveis envolvidas no recobrimento de partículas em leitos móveis afetam de alguma forma a qualidade e desempenho do processo, como exemplo a vazão de solução de recobrimento, que deve ser regulada de tal forma a não interferir na estabilidade do sistema e não promover aderência entre as partículas e o equipamento.

O leito fluidizado é um regime de contato gas-sólido interessante por sua característica principal de propiciar vigorosa mistura das partículas imposta pelo regime fluidodinâmico do leito. Foi então proposta a possibilidade de se adaptar um leito fluidizado para o processo de recobrimento de sementes. Muitas sementes agrícolas são classificadas como sólidos dos grupos A e B de Geldart, dentre elas está o grupo das sementes de hortaliças, nas quais o recobrimento encontra diversas finalidades (KUNII & LEVENSPIEL, 1991).

O recobrimento de sementes, de modo geral, inclui todo o processo de adição de material, aplicado na superfície das sementes. O termo "sementes recobertas" tem sido definido como uma semente peletizada, encapada, ou coberta por um filme adesivo. O termo "sementes peletizadas" refere-se a adição de camadas sobre as sementes melhorando a aparência, tamanho e peso. Entretanto, os métodos de extrusão formam grandes peletes,

cada qual contendo várias sementes. Tais métodos podem ser apropriados para cerca de 90% das espécies de sementes pequenas (TAYLOR & HARMAN, 1990).

O recobrimento de sementes com fertilizantes é feito, geralmente, para diminuir a quantidade do produto aplicado diretamente no solo, e possibilitar a liberação controlada do fertilizante, diminuindo as perdas por lixiviação dos componentes que apresentam alta higroscopicidade. O recobrimento de sementes com inseticidas é uma prática relativamente comum, contribuindo com a diminuição dos agentes poluentes no meio ambiente, pela menor aplicação de agrotóxicos (SCOTT, 1989). Alguns recobrimentos de sementes com herbicidas e inseticidas são feitos por peletização, aumentando significativamente o tamanho de pequenas sementes, permitindo o emprego de semeadora mecânica (LIU & LITSTER, 1991).

O recobrimento tipo filme é caracterizado pela formação de uma película que atribui um pequeno aumento de peso à partícula, entre 1 - 10 % , e praticamente não modifica a sua forma e tamanho, necessitando de um curto tempo de processamento, quando comparado a outros tipos de recobrimento. As principais vantagens do recobrimento por filme são:

- utilização de um solvente líquido;
- pequena variação de peso, e forma das partículas;
- versatilidade na formulação do recobrimento;
- boa resistência da película protetora.

Os sistemas de recobrimento tipo filme são constituídos por uma solução polimérica, sendo a maioria dos polímeros empregados solúveis em água ou em solvente orgânico. Os insolúveis em água podem ser aplicados em forma de dispersão aquosa. Com o desenvolvimento das formulações em dispersões aquosas, algumas desvantagens desapareceram, como:

- a possibilidade de intoxicação dos operadores do equipamento de recobrimento;
- perigo de combustão;
- contaminação do meio ambiente;
- alto custo da formulação e dos procedimentos para se evitar os itens anteriores.

No recobrimento em forma de filme é indesejável a penetração do recobrimento no interior das sementes e a definição das condições deve levar em conta essa questão, (PORTER & KAERWER, 1974).

Os termos *priming* ou osmocondicionadas descrevem um procedimento de hidratação da semente, que foi desenvolvido para melhorar a estabilidade das plântulas. As sementes, a princípio, são colocadas em um ambiente controlado que regula o potencial de água do meio, aeração, temperatura e duração de tratamento. Várias substâncias osmóticas têm sido utilizadas pelo envolvimento *priming*, incluindo as de alto peso molecular (na faixa de 6000 - 8000), como polietileno glicol (PEG) e/ou sais orgânicos. O tratamento *priming* tem sido reportado com duração de várias horas, segundo GUEDES & CANTLIFFE (1980), ou várias semanas, de acordo com (KHAN & PECK, 1981). Dependendo da espécie, as sementes são removidas para a solução, mergulhadas e secadas em seguida. Após o *priming*, a semente poderá ser recoberta e semeada convencionalmente.

2.4.1 Equipamentos para Recobrimento de Partículas

Diversos equipamentos foram desenvolvidos, em escala comercial, para a aplicação de recobrimento em partícula, sendo os mais utilizados:

- as painéis rotativas ou drageadeiras;
- o leito fluidizado, geralmente utilizado para partículas pequenas, classificadas nos grupos A e B, de GELDART (1986);
- o leito de jorro, mais utilizado com partículas com mais de 1 mm.

As painéis rotativas consistem de um recipiente preso em um eixo horizontal ou levemente inclinado, que permite a rotação do equipamento. A velocidade de rotação da painela é constante (5 a 35 rpm, dependendo do diâmetro). A operação, em tal equipamento, requer grande habilidade do operador (SCOTT, 1989).

A necessidade de um equipamento para o recobrimento em nível industrial foi verificada por LYNE & JOHNSTON (1981), quando trabalharam com grande quantidade de sementes a serem recobertas. Foi então proposta a possibilidade de se adaptar um leito fluidizado para o processo de recobrimento de sementes. Muitas sementes agrícolas são

classificadas como sólidos dos grupos A e B de Geldart, dentre elas está o grupo das sementes de hortaliças.

O recobrimento em leito de jorro consiste na injeção de ar aquecido no leito. Quando estabelecido o movimento fluidodinâmico é feita a atomização da solução de revestimento sobre as partículas do leito. Assim, o material de recobrimento é aplicado e seco sobre a superfície das partículas, evaporando o solvente do revestimento e formando a camada delgada sobre a partícula.

As vantagens de um leito de jorro sobre um tambor de recobrimento para sementes, segundo LIU & LITSTER (1991) são:

- (a) não formação de aglomerados de sementes;
- (b) as sementes podem ser simultaneamente cobertas e secas;
- (c) a cobertura obtida é uniforme;
- (d) é mecanicamente simples e sem partes móveis.

2.4.2 Materiais para o Recobrimento de Sementes

O estudo realizado por SAUVE & SHIEL (1980), com o recobrimento de sementes, utilizando polímero em base líquida em combinação com ingredientes ativos, mostram que as sementes tratadas com substâncias adesivas melhoraram a emergência em solo; sendo as sementes protegidas de doenças e pragas durante o período de germinação. Todavia, problemas com a fitotoxicidade em sementes recobertas são ainda comuns, principalmente quando novos materiais são aplicados.

Os componentes de uma formulação para o recobrimento em filme é constituído por um polímero, um plastificante, materiais inertes e um solvente. A maior parte dos polímeros utilizados são dissolvidos em água ou em solventes de base orgânica. Caso o polímero não seja solúvel em água, como por exemplo, a metil-celulose e alguns acrílicos, eles podem ser aplicados na forma de dispersões aquosas.

Os principais solventes utilizados nas operações de recobrimento por películas pertencem tipicamente a uma das seguintes classes: álcoois, cetonas, ésteres, hidrocarbonetos clorados ou água. A função dos solventes no processo de recobrimento é facilitar a deposição dos materiais formadores de películas à superfície do substrato (TAYLOR & HARMAN, 1990). As características das sementes e do material a ser utilizado são essenciais para o sucesso do recobrimento, além dos fatores de distribuição do material de recobrimento.

O material particulado é utilizado para modificar o meio ambiente próximo à semente, dando-lhe melhores condições de desenvolvimento (como no caso do calcário para solo ácido), com aplicação de carbonato de cálcio (solubilidade em água menor que 0,01%). Além do carbonato de cálcio, outros materiais podem tomar parte do processo de recobrimento das sementes, incluindo a vermiculita, terra diatomácea, gipso (gesso, sulfato de cálcio hidratado) e sais de ferro (para o tratamento de doenças), pó de material orgânico, turfa e outros, como compostos químicos ou combinações deles, utilizados para propósitos específicos. Alguns particulados têm dimensões de 100 mesh e são utilizados na forma de “flake-like”, para uma boa aderência (PORTER & KAERWER, 1974).

O efeito da distribuição do tamanho no material particulado é decisivo para qualquer recobrimento ou processo de aglomeração (SCOTT, 1989). Além disso, a adição de pequenas partículas em materiais que contenham partículas relativamente grandes, pode proporcionar mais rápida granulação, aumentar a firmeza dos grânulos e, em alguns casos, diminuir a porosidade da camada de recobrimento.

SCOTT (1989) verificou também que partículas finas, semelhantes à cal, recobrando sementes de pastagem, melhoraram a água disponível na germinação em condições inferiores de campo.

A incorporação de um plastificante na formulação tem a finalidade de dar flexibilidade e resistência à película final. Exemplos típicos de plastificantes incluem o polietileno glicol, polissorbatos, ésteres de citrato, como dietil citrato, trietil citrato e alguns ésteres de ftalato. Deve haver compatibilidade dos componentes da formulação, para que as

propriedades da película se mantenham estáveis após o recobrimento (PORTER & KAERWER, 1974).

A maioria dos polímeros não são solúveis em água. Caso o polímero não seja solúvel em água, como por exemplo, o metil celulose e alguns acrílicos, eles podem ser aplicados na forma de dispersões aquosas. A utilização de ceras e de resinas para o recobrimento de sementes, em múltiplas camadas, origina sementes resistentes à absorção de água livre, com conseqüente demora na emergência. Entretanto, alguns polímeros são muito higroscópicos, e permitem que ocorra germinação tão rapidamente como se as sementes estivessem não recobertas (PORTER & KAERWER, 1974).

Algumas sementes possuem uma camada superficial cerosa natural, a qual pode interferir na aderência do recobrimento. O material de recobrimento, não suficientemente aderido às sementes, pode acarretar em quebra no transporte, dada sua fraca ligação com a partícula (PORTER & KAERWER, 1974).

SCOTT (1989) relata que muitos dos recobrimentos comerciais são recomendados para garantir a germinação em períodos adversos, sendo o material de recobrimento misturado a partículas grossas, para limitar as trocas de água do solo para as sementes. Verificou que a utilização de uma solução com material hidrofóbico, o polipropileno, permitiu uma porosidade no recobrimento de 15 - 25%, para as sementes de alface. Entretanto, há outros materiais que melhoram a disponibilidade de água para sementes, materiais higroscópicos, semelhante ao carbonato de magnésio, com partículas insolúveis menores que 3 μm de diâmetro, as quais podem ser umedecidas com pouca água e utilizadas para eliminar a dificuldade de absorção de água na germinação de algumas sementes.

No experimento realizado por DEXTER & MIYAMOTO (1950), as sementes de beterraba foram recobertas com vários colóides hidrofílicos, na tentativa de se obter rapidez na absorção de água para a germinação. Obtiveram uma emergência aparentemente mais rápida nas sementes tratadas, em solos úmidos, e melhorou a germinação em solo seco. Em nenhum caso o tratamento foi danoso (apresentou toxicidade) às sementes. Verificaram que as superfícies de sementes recobertas com colóides hidrofílicos (gelatina, agar e "algin"),

permitiram o movimento de água livre, e aceleraram a emergência de sementes em solo com condições de umidade inferiores às de campo. Sugeriram que este tratamento seja aplicado em casos de sementes muito pequenas, semeadas em pequenas profundidades e com disponibilidade normal de água.

Sementes recobertas e peletizadas têm sido usadas com muitas finalidades, uma delas é o melhor estabelecimento de plântulas favorecendo a absorção de água livre pelas sementes no período de germinação. Neste contexto, DADLANI *et al* (1991) estudaram o potencial hidrófilo do polissacarídeo sódio alginato (Na-alginato), combinando-o ao óxido de cálcio (CaO) ou ao polietileno glicol (PEG) 8000 no recobrimento de sementes de arroz (*Oriza sativa* L). Quando utilizaram 20% (PEG) 8000 na solução, verificaram que a germinação foi prejudicada em situação de estresse de água. A adição de óxido de cálcio (CaO), na solução de recobrimento, possibilitou o crescimento de plântula mais vigorosa, comparado ao crescimento de plântula de semente não-recoberta, resultado obtido pela melhor absorção de água da camada de recobrimento.

SAUVE & SHIEL (1980) estudaram três resinas em recobrimento de sementes de hortaliças, as resinas Vinamul 8450, Vinamul 8330 e Polycell, verificaram baixa toxicidade para sementes de nabo, cenoura e repolho, quando testadas imediatamente após o tratamento. A utilização da resina Polycell no recobrimento não reduziu a germinação nas sementes de nabo, cenoura e repolho, e manteve a semente conservada após 18 meses de estocagem. O Vinamul 8450 e o Vinamul 8330 também não reduziram a germinação nas sementes de nabo, cenoura e repolho, em semelhantes circunstâncias de recobrimento. Entretanto, os todos os polímeros testados reduziram a germinação em semente de cebola. As resinas Vinamul 8450 e Vinamul 8330 secaram rapidamente, logo após o recobrimento, e evitaram a germinação prematura, possibilitando a armazenagem da semente. Entretanto, a resina Polycell apresentou uma grande desvantagem devido a difícil secagem, acarretando dificuldade de manipulação e a impossibilidade da estocagem da semente logo após o recobrimento.

WEST *et. al.* (1985) recobriram semente de soja com vários tipos de polímeros, e observaram a influência do recobrimento em situação de alta concentração de vapor de água, com a intenção de manter a qualidade da semente. A proteção durante a estocagem foi confirmada para o recobrimento da semente com Cloreto de Polivinilidina. Após 24

horas de exposição da semente em condições de saturação, a umidade da semente recoberta com cloreto de polivinilidina aumentou somente 9%, considerando-se que na semente não-recoberta o aumento de umidade foi acima de 17%. Observaram também que a disponibilidade de água livre para a germinação em condições de campo não foi afetada.

Teste de envelhecimento acelerado foi utilizado para a simulação da estocagem, e análise do recobrimento para semente recoberta. A ação do teste de envelhecimento reduziu a porcentagem de germinação da semente não-recoberta para 41%. Porém, a semente recoberta com cloreto de polivinilidina apresentou somente 26,5% de redução na germinação. Com o resultado satisfatório para o teste de envelhecimento, chegaram a conclusão que a fina camada de recobrimento (8 μm), de cloreto de polivinilidina, impediu a absorção de umidade pelas sementes recobertas, durante a estocagem (WEST *et. al.* 1985).

2.4.3 Recobrimento de Sementes em Leito de Jorro e Leito Fluidizado

O processo de recobrimento contínuo em leito fluidizado com dois estágios foi realizado por PORTER & KAERWER (1974), utilizando 2700 kg/h de sementes. As sementes foram recobertas com material particulado na proporção de 10 a 30 partes para 100 partes de sementes, e obtiveram uniformidade do recobrimento e boa aderência do material particulado. As sementes recobertas foram embarcadas, transportadas a longas distâncias, estocadas e semeadas, apresentando emergência normal e bom crescimento de plântulas.

TOWNSHEND (1989) estudou a germinação e crescimento de sementes de soja recobertas com uma solução polimérica de oxamil em leito de jorro. Concluiu que as sementes mostraram-se tolerantes quando recobertas com a solução polimérica de oxamil, até a concentração máxima de 160 mg/ml; a germinação das sementes recobertas foi menor em relação às sementes não recobertas nos primeiros cinco dias depois de semeadas. A solução polimérica aparentemente diminuiu a absorção de água retardando assim a germinação.

CONCEIÇÃO *et al* (1997) verificaram que o aumento da temperatura do ar de jorro (40° a 50° C) e da vazão da suspensão de fertilizantes ($1,66 \times 10^7$ a $3,33 \times 10^7$ m³/s) no recobrimento de sementes de soja, tem grande influência na germinação e no rendimento do processo. Sendo assim, trabalhando nas mínimas condições pré-determinadas, foi possível recobrir sementes de soja, preservando a capacidade germinativa das mesmas. Entretanto, o aumento do tempo de processo de recobrimento reduziu a capacidade de germinação.

2.4.4 Fatores que Afetam o Processo de Recobrimento em Leito de Jorro e Leito Fluidizado

ATAÍDE (1996) estudou a operação simultânea de recobrimento e secagem do filme depositado sobre a superfície das partículas. O objetivo principal foi o estudo comparativo entre o recobrimento realizado no leito de jorro e no leito de jorro-fluidizado. Neste trabalho fez-se a caracterização fluidodinâmica dos dois sistemas, estudou-se o efeito da injeção de ar na taxa de circulação dos comprimidos para as condições de operacionais utilizadas. O processo de recobrimento utilizando o leito de jorro-fluidizado apresentou-se mais eficiente; o motivo desse melhor desempenho se deve a uma maior taxa de circulação de sólidos na zona anular do leito. Todavia, a fluidodinâmica do leito de jorro propiciou um maior arraste de gotículas atomizadas e uma secagem mais intensa das partículas.

KAGE *et al* (1996) recobriram esferas de vidro em leito fluidizado com uma suspensão contendo partículas de sílica ou nylon, sendo o bico atomizador localizado na parte superior do leito. Os ensaios foram realizados com variação da vazão de suspensão, concentração, umidade e temperatura do ar de jorro. Observaram que a eficiência do recobrimento está relacionada com a umidade na camada formada sobre as partículas, sendo afetadas diretamente pelas variáveis do processo. A eficiência do recobrimento apresenta melhores resultados em baixa temperatura do ar, alta umidade do ar de fluidização e alta vazão de suspensão.

Ao dimensionar um leito de jorro com diâmetro de 0,15 m para o recobrimento de 13 diferentes tipos de sementes com fertilizantes, utilizando-se o fosfato monocálcio (MCP) e fosfato tricálcio (TCP) em liga de metilcelulose, LIU & LITSTER (1991) variaram durante os experimentos a velocidade superficial de gás, a altura do leito, a temperatura, o tamanho do orifício, a duração do processo e a vazão de suspensão e propuseram modelos

matemáticos utilizando estes parâmetros. Verificaram que o aumento da velocidade do ar de jorro tem dois efeitos. Primeiro, o aumento da taxa de circulação das partículas, reduzindo-se o tempo de residência das partículas em uma região do leito e conseqüentemente reduz as possibilidades de partículas aderidas. Segundo, as partículas aglomeradas podem ser separadas mais facilmente no jorro. Concluíram que a formação de aglomerados pode ser determinada por um balanço de forças de atrito que estão relacionadas com a semente e propriedades de recobrimento e forças tensoras determinadas pela fluidodinâmica do leito. O colapso de jorro ocorre quando o ar do leito é completamente saturado com água. A taxa de elutriação aumenta linearmente com o aumento da vazão do ar de jorro. A taxa de recobrimento foi maior para alta umidade relativa do ar, alta viscosidade da suspensão e é independente da altura do leito. Obtiveram um recobrimento homogêneo com alta eficiência nas condições de menor temperatura, alta taxa de alimentação da suspensão, alta umidade do ar de saída.

LIU & LITSTER (1993) estudaram 30 diferentes tipos de partículas com grande variedade de formas e tamanhos, incluindo 12 sementes agrícolas. As partículas apresentaram esfericidade variando de 0,39 a 1. Eles investigaram como o fator forma afeta a velocidade mínima de jorro e a altura do leito, com partículas não-esféricas. Incluindo o efeito da forma da partícula no coeficiente de arraste da partícula, chegaram à altura da fonte. Constataram que, quando o efeito da forma da partícula foi ignorado, a altura estimada do leito foi menor que aquela obtida experimentalmente.

SCHNEIDER & BRIDGWATER (1993) realizaram um estudo sobre a estabilidade do leito de jorro no processo de recobrimento de partículas, granulação, secagem de pastas com partículas inertes. Eles verificaram que a diminuição de líquido no leito, atribuído à secagem, é um fator contribuinte para o aumento de forças coesivas de partículas em processo de recobrimento. A diminuição de líquido no leito aumenta a viscosidade das gotas e favorece a formação de pontes líquidas entre as partículas, que solidificam formando os aglomerados. Modelos e equações são propostas no trabalho, para estimar as forças de coesão, correlacionadas com o grau de saturação e com as variáveis fluidodinâmicas do leito nas condições de jorro mínimo.

SCHNEIDER & BRIDGWATER (1993) descrevem o comportamento fluidodinâmico para um leito de jorro com partículas esféricas de vidro, mantendo fixa a velocidade do ar. Eles aumentam lentamente a quantidade de água no leito, e acompanharam as medidas da altura da fonte com o tempo de processo. Verificaram que após a adição de água a altura da fonte aumenta instantaneamente, atingindo um pico, mantendo fixa a carga de inertes. A altura do pico atingido pela fonte depende da relação entre o volume de água e o volume do leito, aumentando conforme aumenta esta relação, e diminuindo com o tempo de processo. Verificaram também que ao trabalhar com líquidos de diferentes viscosidades, para uma relação fixa entre o volume de líquido no leito e o volume de partículas no leito, a queda de pressão de jorro mínimo no leito diminui conforme a viscosidade do líquido.

PASSOS & MUJUMDAR (2000) estudaram o efeito das forças coesivas em leito de jorro e leito fluidizado de partículas umedecidas. Os autores processaram materiais pastosos, secaram suspensões contendo partículas inertes, recobriram partículas entre outros. Analisaram e quantificaram a diferença de escoamento e aderência de superfície quando em certa quantia de glicerol. Basearam-se na curva de queda de pressão em função da velocidade do fluido, nos valores de taxa de circulação dos sólidos e na porosidade no leito. O trabalho identificou os parâmetros necessários para diferenciar o comportamento no escoamento de leitos úmidos e leitos secos com partículas esféricas e não esféricas. Dentre vários parâmetros estão a taxa de secagem de pastas em leito de partículas inertes e a temperatura do ar para o processo, que afetam taxa de circulação das partículas. Para estimar a força interpartícula, um balanço forças de momento deve ser aplicado, teoria proposta por KATSUBE & CARROLL.

Através da revisão bibliográfica foi possível concluir que:

- A investigação realizada sobre os métodos de análises da qualidade fisiológica de sementes de brócolos e as características fisiológicas para esta espécie, não forneceu grande contribuição para o trabalho. Existe deficiência de trabalhos na literatura sobre esse assunto;

- Parte da revisão dedicada ao fenômeno fluidodinâmico, que ocorre no contato gás-sólido em leito de jorro e leito fluidizado, revelou a importância da obtenção dos parâmetros fluidodinâmicos na análise do processo;
- Poucos trabalhos na literatura tratam da análise do processo de recobrimento com sementes em leito de jorro e leito fluidizado. A maior parte dos estudos refere-se ao recobrimento de partículas na indústria química e recobrimento de fármacos. Os trabalhos encontrados sobre recobrimento de sementes tratam da composição e finalidade dos materiais empregados nas formulações;
- A dificuldade de obter-se trabalhos que envolvam simultaneamente os pontos abordados na realização da revisão bibliográfica indica que este assunto é muito pouco explorado cientificamente, o que garante a originalidade e importância da pesquisa sobre recobrimento de sementes de brócolos em leito de jorro e leito fluidizado.

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

3.1.1 Sementes de Brócolos

As sementes de brócolos, *Brassica oleracea* var. *italica* cultivar Ramoso de Brasília, foram obtidas através da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária – CNPH/EMBRAPA, lote 501A. Este lote foi utilizado em todos os ensaios de recobrimento. A quantidade total de semente de brócolos para este trabalho foi limitada em 30 quilos, devido à restrita produção anual no centro de pesquisa.

As sementes recém chegadas ao laboratório foram analisadas qualitativamente, e obtidas as propriedades agronômicas, que constam do teste de germinação, análise de pureza, peso de 1000 sementes e umidade (Tabela 3.1). As sementes foram armazenadas em geladeira, em potes fechados sem permitir a troca de umidade com o ambiente, à temperatura de aproximadamente 4°C durante todo o período experimental.

TABELA 3.1 – Caracterização das sementes de brócolos.

Análise		valores
Peso de 1000 sementes	Peso \ Coeficiente de variação	$4,2 \times 10^{-3}$ kg \ 2,37 %
Germinação		93,71%
Umidade		6,02%
Análise de pureza	Substâncias inertes	0,439 %
	Outras sementes	0 %
	Sementes puras	99,56 %

As características físicas, como densidade real, densidade aparente, diâmetro de Sauter, porosidade do leito, esfericidade e classificação de Geldart também foram determinadas e utilizadas na elaboração do projeto. As metodologias utilizadas nestas determinações estão apresentadas na Tabela 3.2 e no decorrer deste capítulo. Os resultados são apresentados na Tabela 3.3.

TABELA 3.2 Metodologia de determinação para densidade real, densidade aparente e porosidade das sementes.

Determinações	métodos	Fórmulas	referência
Densidade Real (ρ_r)	Picnometria	$\rho_r = \frac{m_{semente}}{V_{picnometro} - \frac{m_{água}}{\rho_{água}}} \quad (3.1)$	Mohsenim (1986)
Densidade Aparente (ρ_{ap})	Razão da massa de sementes e do volume total, incluindo o volume de poros entre as sementes	$\rho_{ap} = \frac{m_{ap}}{V} \quad (3.2)$	Mohsenim (1986)
Porosidade (ε)	Utilizando densidade aparente e densidade real	$\varepsilon = \left(1 - \frac{\rho_{ap}}{\rho_r}\right) 100 \quad (3.3)$	Mohsenim (1986)

TABELA 3.3 - Propriedades físicas das sementes de brócolos.

Propriedades físicas das sementes	valor
Diâmetro médio de Sauter (d_s)	$1,6 \times 10^{-3} \text{ m}$
Porosidade média (ε)	10,65%
Esfericidade média (ϕ)	0,64
Densidade real (ρ_r)	$7,78 \times 10^2 \text{ kg m}^{-3}$
Densidade aparente (ρ_{ap})	$6,96 \times 10^2 \text{ kg.m}^{-3}$
Classificação de Geldart	Grupo D

A carga de sementes de brócolos, utilizada no equipamento experimental com ângulo de inclinação da base de 45° , foi definida pela análise das curvas fluidodinâmicas. O estudo fluidodinâmico foi realizado com cinco cargas diferentes de sementes de brócolos: 0,5; 0,8; 1,1; 1,4 e 1,7 kg, para o leito fluidizado, e de 0,5; 0,7; 0,9; 1,1 e 1,3 kg, para o leito de jorro. As melhores quantidades de sementes para o leito fluidizado e para o leito de jorro, verificadas pelas observações dos comportamentos fluidodinâmicos, foram de 1,4 kg para leito fluidizado e 0,9 kg para leito de jorro.

Devido a problemas de movimentação das sementes no recobrimento em leito de jorro, foi necessário trocar a base angulada de 45° para 60° de inclinação. Realizou-se novamente o estudo fluidodinâmico para o processo e foi definida uma nova carga de sementes, 1,0 kg. De modo a operar o leito de jorro em regime estável no recobrimento de sementes de brócolos.

3.1.2 Suspensão de Recobrimento

A formulação utilizada no recobrimento consta de uma suspensão aquosa polimérica, que forneceu uma superfície de recobrimento uniforme, solúvel em água, mas não favorecendo a absorção de umidade do ar. Além deste fator, levou-se em consideração a espalhabilidade da suspensão na superfície da semente e a boa atomização, evitando entupimento do bico atomizador. Foram preparadas várias formulações diferentes; algumas delas estão apresentadas na Tabela 3.4. Os problemas encontrados com as soluções testadas foram principalmente o entupimento do bico atomizador e a aglomeração das sementes.

Tabela 3.4– Composições de algumas suspensões utilizadas nos testes preliminares

Componentes	Suspensão (1) (g)	Suspensão (2) (g)	Suspensão (3) (g)	Suspensão (4) (g)
Hidroxietilcelulose	-	-	-	3,5
Eudragit	16,66	23,33	20	-
Trietil citrato	0,5	0,8	0,6	-
PEG 6000	1,5	0,5	1,0	0,75
Estearato de magnésio	1,0	1,0	1,0	1,0
Dióxido de titânio	1,2	0,9	1,0	2,25
Talco	2,8	1,5	2,0	3,5
Carboximetilcelulose	-	0,2	0,2	-
Água	76,33	71,77	74,2	89

As suspensões preparadas com Eudragit foram baseadas em EUDRAGIT® (1998), sendo a suspensão (2) uma modificação da suspensão (1), utilizando a carboximetilcelulose na formulação. Com esta formulação verificou-se o aumento da espalhabilidade, e ao mesmo tempo o entupimento do bico atomizador, acumulando partículas no local de formação do jato.

Devido a esta situação, optou-se por passar parte da suspensão por um moinho coloidal, onde houve a quebra das grandes partículas da suspensão. Após este procedimento a suspensão apresentou um melhor comportamento na atomização. Observou-se que a película plástica formada pelo Eudragit nas sementes causou maior atrito entre as sementes e as paredes do leito.

A ocorrência de baixa taxa de circulação foi resolvida trocando-se a parte cônica do leito de jorro de 45° por uma de 60°. Com esta nova geometria e a composição da suspensão (3) não ocorreram mais esses problemas.

Uma nova suspensão foi testada, esta desenvolvida por ATAIDE (1996), utilizando o polímero hidroxietilcelulose, formando um filme solúvel em água, o que para as sementes é ideal. Esta suspensão, mostrada na Tabela 3.4, como suspensão (4), apresenta 11% de sólidos, e a mesma situação de entupimento do bico atomizador, o que também foi solucionado com a passagem da suspensão pelo moinho coloidal. Após a quebra das partículas os problemas com a atomização da suspensão (4) foram resolvidos.

A suspensão (4) apresentou um ótimo comportamento na atomização, possibilitando recobrimento uniforme das sementes, e mantendo a circulação das sementes no leito, para a base cônica de 60°.

A escolha da suspensão (4), entre as suspensões (3) e (4) foi baseada na curva de reabsorção de vapor de água pelas sementes, obtidas experimentalmente, conforme o item 3.6.2.4. A influência do recobrimento no comportamento de reabsorção de umidade das sementes, em ambiente com saturação vapor de água e temperatura de 25°C é ilustrada na Figura 3.1.

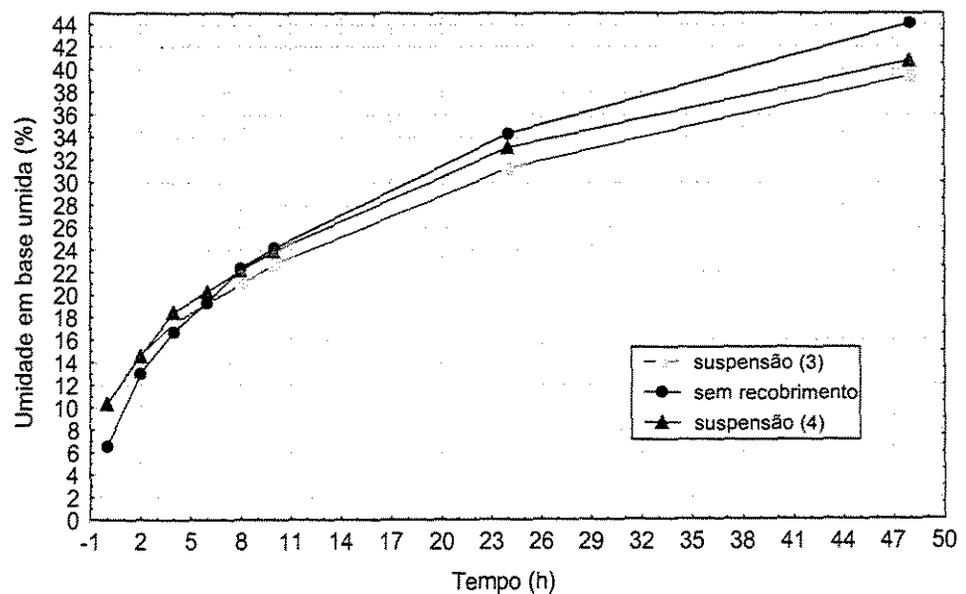


Figura 3.1- Umidade em base úmida (U_{bu}) por tempo (h), para sementes de brócolos recobertas com as suspensões (3), (4) e sementes sem recobrimento

Nota-se o efeito do aumento de umidade em todas as sementes, tanto nas sementes recobertas como para as não recobertas, sendo que ocorreu uma maior absorção de umidade nas sementes testemunhas, chegando ao final das 48h com até 4% de umidade a mais (Figura 3.2).

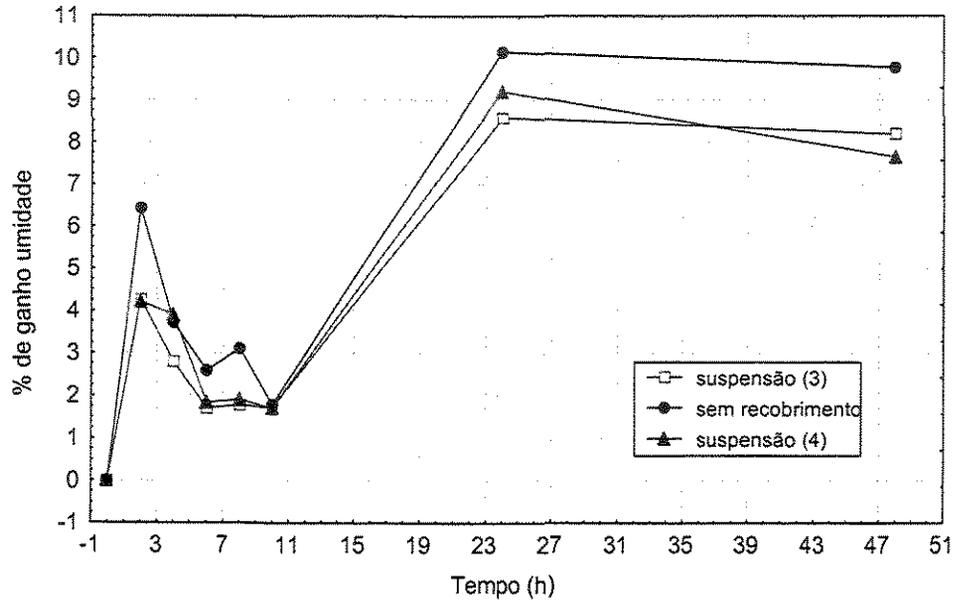


Figura 3.2 – Ganho de umidade não acumulada (%) por tempo (h), para sementes de brócolos recobertas com as suspensões (3), (4) e sementes sem recobrimento.

A Figura 3.2 mostra o ganho de umidade das sementes, medido em intervalo de duas horas. Verificou-se que nas últimas doze horas de teste, as sementes recobertas com a suspensão (3) e as não recobertas praticamente não sofreram acréscimo do conteúdo de umidade. O mesmo não ocorreu com as sementes que foram recobertas com a suspensão (4), que apresentaram decréscimo do conteúdo de umidade no mesmo intervalo de tempo. Verificou-se também uma ótima solubilidade do recobrimento em água livre para a suspensão (4). Considerando as observações acima, optou-se por utilizar a suspensão (4), que apresenta hidroxietilcelulose em sua formulação.

3.2 Equipamento Operacional

3.2.1 Leito

O leito utilizado nos dois processos de recobrimento foi construído em acrílico, para possibilitar a visualização dos fenômenos, Figura 3.3. O leito consiste, basicamente, de um corpo cilíndrico e base cônica. As dimensões do leito foram projetadas de acordo com as propriedades físicas da partícula e relações da literatura, obtendo-se $D_c = 0,2$ m (diâmetro interno do leito), $\alpha = 60^\circ$ ou 45° , (ângulo da base inclinada), $D_i = 0,05$ m (diâmetro da tubulação de entrada do fluido), $H_0 = 0,3$ m (altura do leito), $H_c = 0,12$ m (altura da parte cônica para $\alpha = 60^\circ$) e $H_c = 0,7$ m (altura da parte cônica para $\alpha = 45^\circ$).

A base cônica com ângulo de 60° , para leito de jorro, permitiu melhor recirculação das sementes, evitando a formação de zonas de estagnação. Para utilização como jorro um distribuidor de tela foi instalado abaixo da base cônica.

Quando o leito foi utilizado no processo de fluidização, substituiu-se a base cônica de 60° por uma base cônica com angulação de 45° , o que causou menor perda de carga para o leito. Neste caso, foi instalado um distribuidor no flange que separa a base cônica do corpo cilíndrico do equipamento. O distribuidor foi projetado para fornecer uma fração de área livre de 5%, sendo do tipo placa perfurada, com arranjo triangular. A base cônica do leito foi preenchida com esferas de vidro para evitar a formação de canais preferenciais de ar e melhorar a qualidade da fluidização.

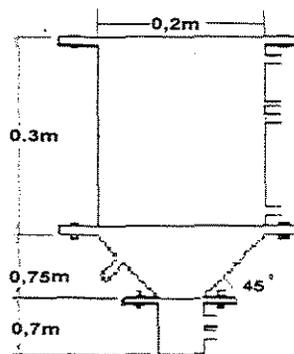


Figura 3.3- Leito cone cilíndrico

3.2.2 Bico Atomizador

O bico atomizador foi obtido da Spraying Systems, modelo 1/8 JBC SU22. Este modelo de bico atomizador foi escolhido dentre outros por melhor se adequar à geometria do leito, apresentando a forma de jato circular preenchido. O formato escolhido minimizou as perdas da suspensão diretamente na parede do leito. O bico atomizador trabalhou com duplo fluido realizando a mistura interna, conforme mostra a Figura 3.4. A alimentação foi feita por uma linha de ar comprimido e pela suspensão de recobrimento.

O bico atomizador foi instalado no final da linha de ar comprimido, na parte superior do leito. Escolheu-se a melhor distância entre o bico atomizador e as sementes no leito, visando a maior área de recobrimento do jato atomizado e a menor quantidade de suspensão atomizada nas paredes do leito. A posição do bico foi mantida em todos os ensaios referentes ao processo em leito de jorro e fluidizado.

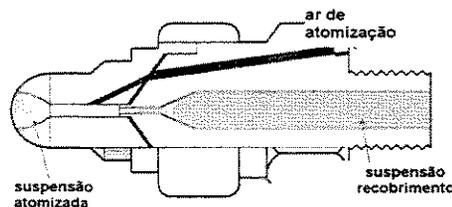


Figura 3.4 - Bico Atomizador de Duplo Fluido

3.2.3 Sistema de Alimentação

3.2.3.1 Sistema de Alimentação do Ar para os Leitos

A vazão de ar necessária para fazer a movimentação das sementes em jorro e fluidização foi fornecida por um soprador da marca Ibram, modelo CR-8, que possui as seguintes especificações: potência de 7,5 CV com vazão de $0,133 \text{ m}^3/\text{s}$, e pressão de 3,7 m c.a. O compressor foi conectado ao leito por uma tubulação de ferro galvanizado de $5,08 \times 10^{-2} \text{ m}$ de diâmetro, com isolamento térmico de lã de vidro e alumínio.

Uma válvula globo situada próxima à saída do compressor possibilitou o controle da vazão na linha de ar de alimentação. A medida de vazão foi obtida através da tomada de pressão na placa de orifício de 12 mm instalada na linha. Com as medidas da queda de

pressão na placa e pressão estática da linha, por manômetros de tubo em U, aplicou-se a equação de calibração da placa (OWER e PANKHUST, 1977), e obteve-se a vazão mássica de ar para alimentação dos leitos, apresentada pela Equação (3.4).

$$W_M = 2,44492 \left[\frac{\Delta P}{T + 273} \right]^{1/2} - \left[\frac{0,76281}{P} \times \frac{\Delta P^{3/2}}{(T + 273)^{1/2}} \right] \quad (3.4)$$

Para: ΔP em cm de H₂O; P em cm de H₂O; T em °C, Q em kg/min.

3.2.3.2. Sistema de Alimentação do Ar de Atomização e da Suspensão de Recobrimento

O ar de atomização foi fornecido por um compressor de 10 CV, com deslocamento de 0,01833 m³/s e pressão máxima de 12,3 x 10³ cm de H₂O. O bico atomizador esteve ligado ao compressor por uma tubulação de uma polegada de diâmetro. A suspensão de recobrimento foi pressurizada do recipiente de armazenamento até o bico atomizador por meio de uma bomba peristáltica, modelo Masterflex L/S 7523-20, que opera em faixa de vazão de 0,6 a 2300 ml/min.

A pressão do ar de atomização foi medida e controlada por uma válvula reguladora de pressão marca Schrader Bellows, modelo 3564-2000S, que permitiu vazão máxima de entrada de 300 psi e faixa de regulação de pressão de saída de 5 a 125 psi; a vazão de ar de atomização foi medida por uma placa de orifício de 6,5 x 10⁻³ m de diâmetro. Com o procedimento de calibração definido em OWER e PANKHURST (1977), obtém-se a Equação (3.5).

$$W_{MA} = 0,31589 \left[\frac{\Delta P}{273 + T} \right]^{1/2} - \left[\frac{0,009793}{P} \times \frac{(\Delta P)^{3/2}}{(273 + T)^{1/2}} \right] \quad (3.5)$$

Para: ΔP em cm de H₂O; P em cm de H₂O; T em °C e Q em kg/min.

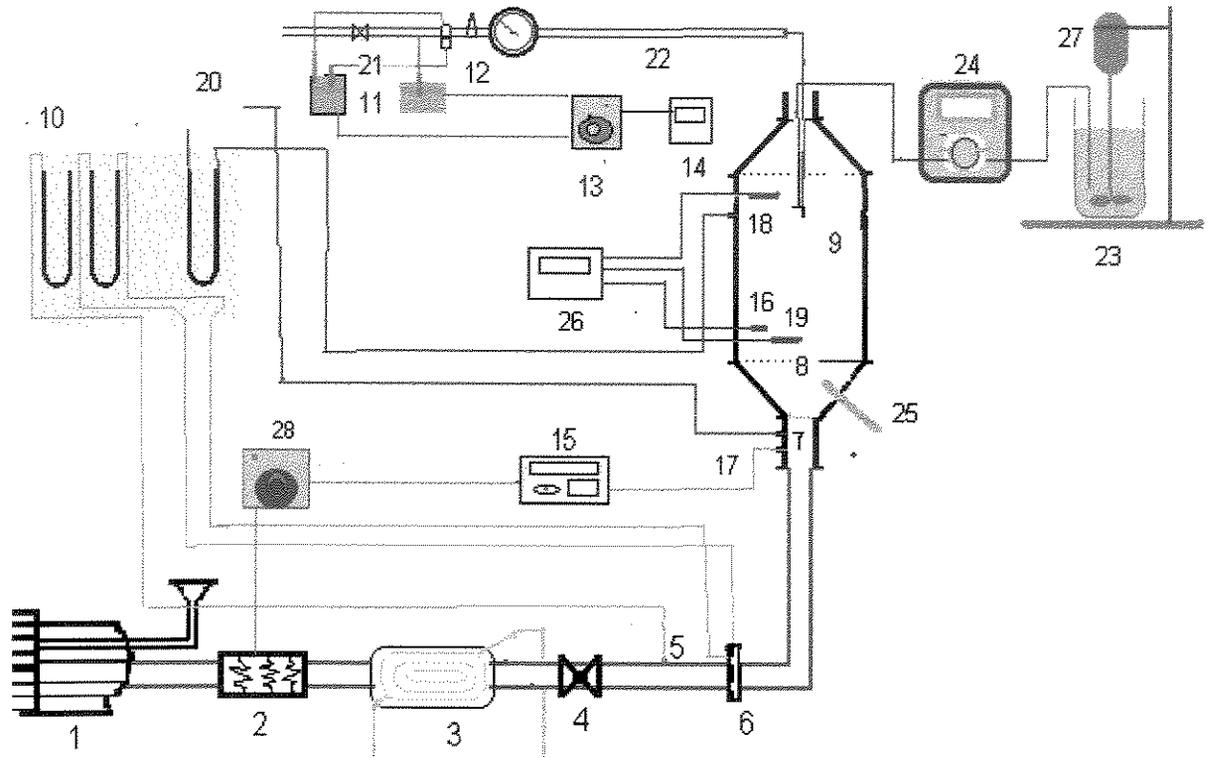
3.3 Sistema Experimental

O equipamento utilizado está descrito na Figura 3.5. O ar de expansão do leito foi fornecido por um compressor (1) sendo aquecido quando necessário por um aquecedor elétrico, formado por um conjunto de três resistências (2), cada resistência com formato cônico, refratário de porcelana, de marca Lorenzetti, que forneceu uma potência máxima de 374 Watt. O resfriador (3), com água, foi utilizado quando se desejava trabalhar com a temperatura inferior a 60°C. A temperatura do ar foi controlada através de um variador de voltagem (28) marca STP e modelo ATV – 215/M, que forneceu uma tensão de 0 a 240 Volts e potência máxima de 1500 Watts, acoplado às resistências. A vazão de ar foi controlada pela válvula (4) e medida por um conjunto de manômetros de tubo em U (10), um para medir a pressão absoluta na linha de ar (5), e outro para medir a pressão diferencial na placa de orifício, construída em aço inox com abertura de 12mm e tomadas de pressão de canto (6). A vazão de ar que chega à entrada do leito (7), na fluidização, passa por uma placa distribuidora no início da parte cilíndrica (8) que suporta as sementes. Para a operação do leito como leito de jorro, as sementes foram suportadas por uma tela colocada abaixo da base cônica. As temperaturas foram obtidas através de termopares, acoplados na entrada do leito (17), região central do leito (19), próxima à parede interna do leito (16) e na saída do leito (18); e acompanhadas em um indicador de temperatura (15), marca Engro. A pressão diferencial no leito foi medida por um manômetro em U (20).

A vazão de ar de atomização foi controlada pela válvula (21) e medida pelo conjunto: pressão estática na linha (12), determinada através de um transdutor absoluto marca Cole-Parmer, e variação de pressão na placa de orifício, obtida por um transdutor diferencial marca Cole-Parmer (11), acoplados a um seletor (13) e um indicador para pressão (14).

O bico atomizador (9), de duplo fluido, foi instalado no final da linha de ar comprimido (22), recebendo também a suspensão de recobrimento (23) transportada por meio de uma bomba peristáltica (24). A suspensão foi mantida homogênea através de um agitador (27). Durante os ensaios em leito fluidizado foram retirados às amostras na região central do leito de sementes por um coletor tipos concha. Para ensaios em leito de jorro, um amostrador foi instalado no ponto de coleta (25). A foto do equipamento em operação de

recobrimento em leito Fluidizado, no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem, é apresentada na Figura 3.6.



Legenda:

- | | |
|---|--|
| 1 - soprador | 15 - indicador e controlador de temperatura |
| 2 - resistências | 16 - termopar na região interna do leito, próxima a parede |
| 3 - resfriador de ar | 17 - termopar entrada do leito |
| 4 - válvula para ar do leito | 18 - termopar na saída do leito |
| 5 - tomada de pressão estática | 19 - termopar na região interna do leito, na parte central |
| 6 - placa de orifício | 20 - manômetros em U para o leito |
| 7 - local para instalação do leito em acrílico | 21 - válvula do ar comprimido |
| 8 - instalação da placa distribuidora para o leito fluidizado | 22 - tubulação do ar comprimido |
| 9 - bico atomizador | 23 - recipiente com a suspensão |
| 10 - manômetros em U | 24 - bomba peristáltica |
| 11 - transdutores de pressão | 25 - ponto de retirada das amostras para leito de jorro |
| 12 - tomadas de pressão para o ar de atomização | 26 - seletor e indicador de temperatura |
| 13 - seletor de canais para acoplar os transdutores | 27 - agitador |
| 14 - indicador de pressão na tubulação do ar comprimido | 28 - variador de voltagem |

Figura 3.5 - Esquema do sistema experimental

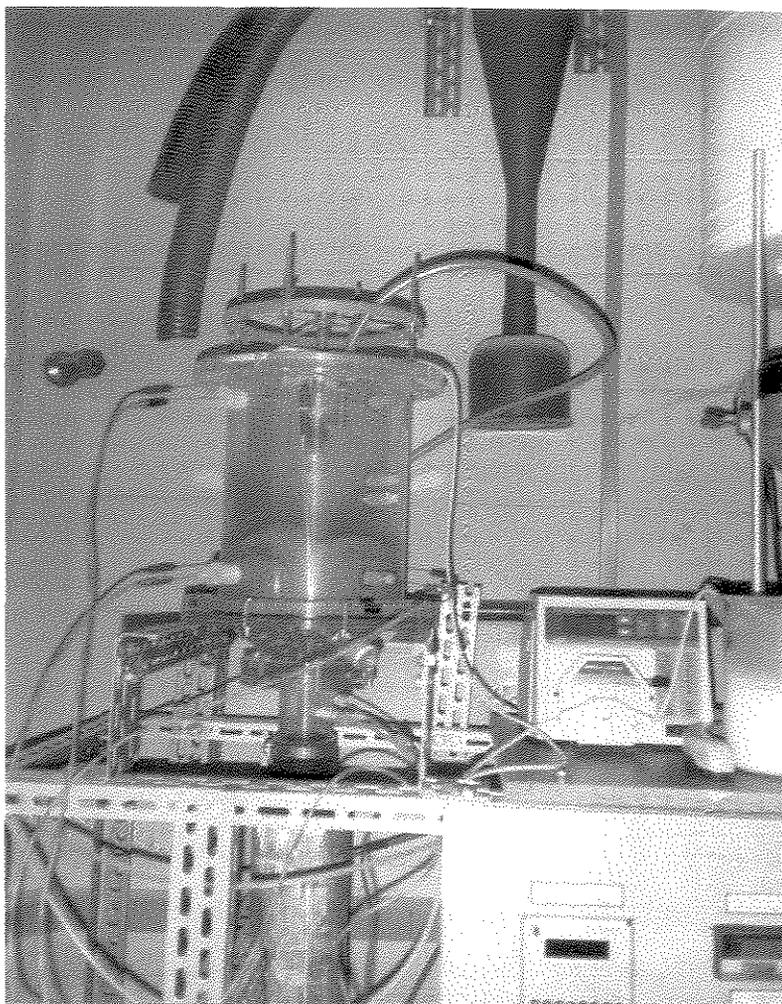


Figura 3.6 – Foto do sistema operacional em processo de recobrimento em leito Fluidizado

3.3.1 Procedimento Experimental

Os procedimentos experimentais para o leito de jorro e leito fluidizado foram praticamente idênticos. A carga de sementes de brócolos, pré-definida conforme os estudos fluidodinâmicos, foi pesada em balança semi-analítica. O processo experimental se inicia com o fornecimento de ar de jorro ou fluidização através de um compressor para o equipamento vazio; este ar é aquecido e mantido na temperatura definida para o ensaio.

Após este procedimento, fecha-se a válvula da linha de alimentação de ar, para que o equipamento possa ser carregado com a massa de sementes previamente determinada. A partir deste momento, abre-se a válvula e ajusta-se uma vazão de trabalho preestabelecida, que permite manter o processo em jorro estável ou em regime de leito fluidizado.

O próximo passo é a atomização da suspensão de recobrimento. A suspensão é bombeada com uma vazão constante por uma bomba peristáltica para o bico atomizador. Na outra entrada do bico atomizador o ar de atomização é injetado com uma vazão também pré-estabelecida; a suspensão de recobrimento, ao se encontrar com o ar de atomização, na região interna do bico atomizador, sofre uma pulverização. Esta suspensão pulverizada é injetada sobre as partículas no interior do leito.

Durante o processo de recobrimento das sementes, foram retiradas amostras em intervalos de tempo de 15 minutos. As amostras foram coletadas através de um amostrador situado na base cônica do leito de jorro, retirando as sementes próximas da região da fonte de jorro. Para o leito fluidizado as amostragens foram realizadas através de uma haste que possui na extremidade um pequeno recipiente. A haste era inserida no topo do leito, retirando as sementes no centro do leito fluidizado.

As amostras recolhidas foram pesadas em balança analítica, e colocadas em estufa para determinação do conteúdo de umidade. Estes valores foram posteriormente aplicados nos cálculos de eficiência e crescimento das partículas.

Os experimentos de recobrimento das sementes tiveram duração de 90, 105 e 120 minutos para leito de jorro e 45 e 60 minutos para leito fluidizado, conforme o ensaio.

O tempo de recobrimento foi relacionado com a estabilidade do movimento das sementes dentro do leito, e dependeu do valor da vazão de suspensão aplicada no recobrimento. No caso do leito fluidizado o tempo máximo conseguido foi de 60 minutos, para uma vazão de suspensão de 4,5 ml/min. Nesta condição a vazão de ar de fluidização atingiu aproximadamente o valor de $4,1 \times 10^{-2}$ kg/s e queda de pressão no leito de 510 Pa, mantendo-se a válvula de controle do ar na posição totalmente aberta. Neste momento, o movimento de fluidização das sementes dentro do leito já parecia comprometido.

Imediatamente desligaram-se o sistema de atomização da suspensão e as resistências, e mantinha-se o leito de sementes em movimento por alguns minutos. Em seguida, desligou-se o sistema de alimentação do ar para o leito, e ocorria a descarga do leito de sementes recobertas.

As sementes recobertas foram pesadas em balança semi-analítica, obtendo-se massa final das sementes recobertas, também utilizada nos cálculos de eficiência e crescimento das sementes. A retirada das amostras durante o processo não influenciou no processo e nem na fluidodinâmica, uma vez que as amostras coletadas não excederam a 8% e 4% em peso do total de sementes para o leito de jorro e leito fluidizado, respectivamente.

3.4 Planejamento Experimental

3.4.1 Planejamento Fatorial

A decisão de adotar um delineamento experimental para a realização do trabalho foi feita em virtude da possibilidade de executar de forma organizada um número controlado de experimentos, permitindo a verificação dos efeitos individuais e de interação de todas as variáveis sobre a resposta, além da definição das variáveis mais importantes para o processo, juntamente com a avaliação dos erros experimentais e modelagem matemática dos resultados significativos em função das variáveis escolhidas (BARROS NETO *et al*, 1995).

Para analisar o crescimento da partícula, a eficiência do processo e as propriedades das sementes recobertas em leito de jorro, um planejamento fatorial 2^3 com quatro pontos centrais foi elaborado, apresentando como fatores: vazão de suspensão de recobrimento, (W_s), temperatura do ar de jorro, (T_a) e pressão do ar de atomização, (P_a). As propriedades físicas das sementes recobertas foram determinadas pela análise da esfericidade e diâmetro de Sauter. Além disso, utilizou-se o planejamento fatorial para analisar a influência dos fatores do processo no poder germinativo e vigor das sementes. A Tabela 3.5 apresenta os fatores e seus níveis utilizados no planejamento.

Tabela 3.5 – Variáveis Independentes para processo de recobrimento em jorro

Fatores	Níveis		
	-1	0	1
T_a (°C)	50	60	70
W_s (ml/min) \ (kg/s) $\times 10^4$	6 \ 1,014	7 \ 1,184	8 \ 1,353
P_a (psi) \ (Pa) $\times 10^{-5}$	15 \ 1,034	20 \ 1,379	25 \ 1,724

A fase de análises preliminares e os ensaios experimentais em leito de jorro consumiram grande parte do lote das sementes brócolos, lote esse destinado a toda fase experimental. Sendo assim, não foi possível realizar um planejamento fatorial 2^3 para o leito fluidizado, e optou-se por um delineamento fatorial menor. O delineamento para o leito fluidizado foi criado com base nos resultados de eficiência e germinação, obtidos pelo

fatorial 2^3 , para o leito de jorro. As análises mostravam que a temperatura não apresentava influência significativa, portanto foi descartada do delineamento para o leito fluidizado, e criou-se um delineamento fatorial 2^2 .

Um planejamento 2^2 com dois pontos centrais foi desenvolvido com os parâmetros vazão de suspensão e pressão de atomização, para analisar o crescimento da partícula e eficiência do processo em leito fluidizado. Além delas, o poder germinativo e vigor das sementes também foram analisados através do planejamento fatorial. Os fatores e níveis utilizados no planejamento estão apresentados na Tabela 3.6.

Tabela 3.6 – Variáveis independentes para processo de recobrimento em fluidização

Fatores	Níveis		
	-1	0	1
Ws (ml/min) \ (kg/s) x 10^4	4,5 \ 0,845	5,5 \ 1,014	6,5 \ 1,183
Pa (psi) \ (Pa) x 10^{-5}	15 \ 1,034	20 \ 1,379	25 \ 1,724

Através de testes preliminares foram determinados os valores dos fatores e a amplitude dos níveis. A pressão de atomização foi determinada juntamente com os valores da vazão de suspensão, de forma que a atomização da suspensão de recobrimento resultasse em pequenas gotículas, possibilitando o recobrimento em filme uniforme. A vazão também foi baseada na higroscopicidade da semente de brócolos e no tempo máximo de processo. O valor máximo de temperatura do ar baseou-se na sensibilidade da semente, e o valor mínimo na secagem da suspensão sobre a superfície das sementes recobertas.

3.4.2 Delineamento Inteiramente Casualizado

A fim de identificar variações no poder germinativo, envelhecimento acelerado e velocidade de germinação em solo das sementes de brócolos recobertas com a suspensão de HEC em leito de jorro e leito fluidizado, comparou-se os valores obtidos para estas análises antes e após o processo de recobrimento, através da elaboração de um delineamento inteiramente casualizado. O recobrimento em leito de jorro totalizou 13 tratamentos e 4 repetições. Os tratamentos constam das sementes recobertas em 12 ensaios, e das sementes não recobertas, denominadas sementes testemunhas.

No caso de recobrimento em leito fluidizado, totalizou-se 7 tratamentos e 4 repetições. Os tratamentos constam das sementes recobertas nos seis ensaios, e das sementes testemunhas. As análises foram baseadas nos resultados do teste de Tukey, para 95% de confiabilidade.

3.5 Determinação dos Parâmetros fluidodinâmicos

3.5.1 Parâmetros Fluidodinâmicos no Processo de Fluidização

As condições propícias a uma boa fluidização são dependentes de vários fatores; dois desses fatores são a profundidade e o diâmetro do leito. Durante a fluidização, o gás passa sob a forma de bolhas, arrastando poucos ou nenhum sólido; chegando à superfície livre do leito as bolhas rompem-se, jogando os sólidos para cima do leito. Em leito profundo e de pequeno diâmetro, $H > 2D$, as bolhas coalescem a partir de grande número de bolhas menores, e podem chegar a substancial proporção da área da seção transversal (GELDART, 1986). Em leito pouco profundo e largo é pouco provável se obter uma boa fluidização. Ocorre que, o gás escoar facilmente entre as partículas não havendo distância suficiente para serem formadas as bolhas, o gás é levado por canais e chega na superfície livre do leito lançando as partículas da superfície para cima.

Considerando-se o modelo do leito utilizado neste trabalho, verifica-se uma relação $H=D/3$, portanto um leito raso e largo, com altura de 0,06 m e diâmetro de 0,2 m. Neste caso, o gás escoar facilmente entre as partículas e não há espaçamento suficiente para serem formadas as bolhas; a pressão do gás é muito menor que o peso do leito, e não tem força suficiente para deslocar as partículas. O gás é levado por canais e chega na superfície livre do leito lançando as partículas da superfície para cima.

A velocidade de mínima fluidização é um parâmetro importante de projeto, pois caracteriza o início do regime de fluidização no leito. Na prática, é comum operar um leito fluidizado com velocidades de duas a três vezes a de mínima fluidização. A queda de pressão por unidade de comprimento do leito permanece constante para velocidades acima

da velocidade de mínima fluidização, apresentando um regime fluidodinâmico estável e satisfatório.

A previsão da velocidade de mínima fluidização foi obtida por uma modificação da equação de ERGUN por WEN & YU (1966), a qual foi recomendada por CHITESTER et al. (1984), para partículas grandes.

$$\frac{d_p \cdot U_{mf} \cdot \rho_g}{\mu_g} = \left[28,7^2 + 0,0494 \left(\frac{d_p^3 \cdot \rho_g (\rho_r - \rho_g) g}{\mu_g^2} \right) \right]^{0,5} - 28,7 \quad (3.6)$$

Na equação 3.6, U_{mf} é a velocidade de mínima fluidização, μ_g é a viscosidade do gás, g a aceleração da gravidade e ρ_g a densidade do gás.

A queda de pressão na mínima fluidização (ΔP_{mf}) foi calculada pela equação (3.7), baseada no princípio da fluidização, em que a força de arraste das partículas se iguala ao peso dessas partículas no ponto de mínima fluidização.

$$\Delta P_{mf} = L_{mf} (1 - \varepsilon_{mf}) (\rho_{ap} - \rho_g) g \quad (3.7)$$

onde: L_{mf} é a altura do leito na mínima fluidização e ε_{mf} a porosidade na mínima fluidização

3.5.2 Parâmetros Fluidodinâmicos no Processo de Jorro

Dentre diversas equações empíricas apresentadas na literatura para os parâmetros de queda de pressão máxima no leito de jorro (ΔP_m), velocidade de mínimo jorro (U_{ms}), queda de pressão no jorro estável (ΔP_s), e queda de pressão no mínimo jorro (ΔP_{ms}), as expressões colocadas nas Tabelas 3.7, 3.8, 3.9 e 3.10 apresentam condições operacionais e geométricas, que se enquadraram às condições experimentais deste trabalho. Dessa forma, essas equações são utilizadas no trabalho dos dados experimentais obtidos neste trabalho. Dessa forma, essas equações são utilizadas no tratamento dos dados experimentais obtidos neste trabalho.

TABELA 3.7 – Equações para queda de pressão máxima no leito de jorro (ΔP_m)

Autor	Equação	Condições operacionais
Pallai & Nemeth (1969)	$\Delta P_m = H_0 (\rho_r - \rho_g) (1 - \varepsilon) g = H \rho_b g$ (3.8)	$D_c = 10 - 30 \text{ cm}$ $H_0/D_c > 1$
San Jose et al (1996)	$\Delta P_m = (\Delta P_m)_{conc} - (\Delta P_m)_{cilindro}$ (3.9)	$D_c = 15 \text{ cm};$ $H_c = 1,2 \text{ a } 16,8 \text{ cm}$ $d_p = 1 \text{ a } 8 \text{ mm};$ $\Psi = 1$ $D_i = 2 \text{ a } 8 \text{ cm}$ $\theta = 15^\circ \text{ a } 75^\circ$ $H_0 < 35 \text{ cm}$ $\rho = 2420 \text{ kg m}^{-3}$ $Ar = \text{número Arquimedes}$
	$\left(\frac{\Delta P_m}{\Delta P_s}\right)_{conc} = 1 + 0,35 \left[\frac{(H_0 - H_c)}{D_c}\right]^{0,1} \left(\frac{D_i}{D_c}\right)^{1,1} Ar^{0,1}$ (3.10)	
	$\left(\frac{\Delta P_s}{H_c \rho_b g}\right)_{conc} = 1,2 (\tan \theta)^{-0,11} (Re_i)_{ms}^{-0,06} \left(\frac{H_c}{D_i}\right)^{0,08}$ (3.11)	
	$\left(\frac{\Delta P_m}{\Delta P_s}\right)_{cilindro} = 1 + 0,116 \left(\frac{H_c}{D_i}\right)^{0,5} (\tan \theta)^{-0,8} Ar^{0,0125}$ (3.12)	
	$\left(\frac{\Delta P_s}{(H_0 - H_c) \rho_b g}\right)_{cil} = 3,85 \times 10^{-2} \left[\frac{(H_0 - H_c)}{D_i}\right]^{0,12} \left(\frac{D_c}{D_i}\right)^{0,69} (Re_i)_{ms}^{0,31}$ (3.13)	

TABELA 3.8 – Equação para velocidade de mínimo jorro (U_{ms})

Autor	Equação	Condições operacionais
Tsvik et al. (1967)	$(Re_i)_{ms} = 0,4 (Ar)^{0,52} \left(\frac{H_0}{D_i}\right)^{1,24} \left(\tan \frac{\theta}{2}\right)^{0,42} = \frac{(U_{ms})_i \rho_g d_p}{\mu_g}$ (3.14)	$Re = \text{número de Reynolds}$ $D_i = 2,0 \text{ a } 4,2 \text{ cm}$ $H_0 = 10 - 50 \text{ cm}$ $d_p = 1,5 \text{ a } 4,0 \text{ mm}$ $\theta = 20^\circ \text{ a } 50^\circ$ $\rho_b = 780 \text{ a } 840 \text{ kg m}^{-3}$ $\rho_r = 1650 \text{ a } 1700 \text{ kg m}^{-3}$

TABELA 3.9 – Equações para queda de pressão no jorro estável (ΔP_s)

Autor	Equação	Condições operacionais
Pallai & Nemeth (1969)	$\frac{(\Delta P_s)}{\Delta P_m} = 0,8 - 0,01 \frac{D_c}{D_i} \quad (3.15)$	$D_c = 15,2$ a 61 cm
San Jose et al. (1996)	$\Delta P_s = (\Delta P_s)_{conc} + (\Delta P_s)_{cilindri} \quad (3.16)$	$D_c = 15$ cm $H_c = 1,2$ a $16,8$ cm $d_p = 1$ a 8 mm $\Psi = 1$ $D_i = 2$ a 8 cm $\theta = 15^\circ$ a 75° $H_0 < 35$ cm $\rho = 2420$ kg m ⁻³
	$\left(\frac{\Delta P_s}{(H_0 - H_c)\rho_b g} \right)_{cil} = 3,85 \times 10^{-2} \left[\frac{(H_0 - H_c)}{D_i} \right]^{0,12} \left(\frac{D_c}{D_i} \right)^{0,69} (Re_i)_{ms}^{0,31} \quad (3.17)$	
	$\left(\frac{\Delta P_m}{\Delta P_s} \right)_{conc} = 1 + 0,35 \left[\frac{(H_0 - H_c)}{D_c} \right]^{0,1} \left(\frac{D_i}{D_c} \right)^{1,1} Ar^{0,1} \quad (3.18)$	
	$(Re_i)_{ms} = 0,126 Ar^{0,5} \left(\frac{D_c}{D_i} \right)^{1,68} (\tan \theta)^{-0,57} \quad (3.19)$	

TABELA 3.10 – Equações para queda de pressão no mínimo jorro (ΔP_{ms}).

Autor	Equação	Condições operacionais
Malek & Lu (1965) citado por Massarani (1987)	$\Delta P_{ms} = \frac{2 Mg}{3 A_{cil}} \quad (3.20)$	$d_p = 4$ a 6 mm $\theta = 60^\circ$ $\rho = 1110$ a 1190 kg m ⁻³ $= 0,8$ a $0,9$ A_{cil} = área da seção cilíndrica do leito M = a massa de partículas no leito
Nascimento et al. citado por Massarani (1987)	$\Delta P_{ms} = 0,67(1 - \varepsilon_{mf})H_0\rho_r g \quad (3.21)$	$d_p = 4$ a 6 mm $\theta = 60^\circ$ $\rho = 1110$ a 1190 kg m ⁻³ $\Psi = 0,8$ a $0,9$

A equação de Nascimento et al (1987) utilizou como base à equação de Malek & Lu (1965), modificando apenas a apresentação de algumas das variáveis, sendo as mesmas equações, para as mesmas condições operacionais. Entretanto, algumas das variáveis da equação diferem na forma de obtenção, e podem gerar diferença nos resultados de queda de pressão de mínimo jorro.

Para efetuar as comparações entre os valores dos parâmetros experimentais e valores resultantes das equações teóricas. Foi utilizado o erro relativo, calculado da seguinte maneira:

$$\text{Erro relativo} = \frac{|\text{valor teórico} - \text{valor experimental}|}{\text{valor experimental}} \cdot 100 \quad (3.23)$$

O sistema operacional utilizado apresenta escala de laboratório, sendo assim, a escolha das cargas de sementes estavam limitadas às dimensões do leito. Definiu-se a menor e a maior carga de sementes através do movimento fluidodinâmico para leito de jorro e leito fluidizado; dentro deste intervalo as cargas foram determinadas.

As sementes de brócolos apresentaram características físicas enquadradas no grupo D de Geldart, grupo das partículas que jorram facilmente. A seguir são apresentadas as alturas de leito fixo (H_0), para as duas configurações de leito.

TABELA 3.11 - Alturas das cinco cargas de sementes no leito fluidizado

Carga de sementes	Altura de leito fixo – H_0
0,5 kg	0,019 m
0,8 kg	0,035 m
1,1 kg	0,043 m
1,4 kg	0,06 m
1,7 kg	0,072 m

TABELA 3.12 - Alturas das cinco cargas de sementes no leito de jorro

Carga de sementes	Altura de sementes no cone – H_c	Altura total de sementes no leito – H_0
0,5 kg	0,055 m	0,055 m
0,7 kg	0,065 m	0,065 m
0,9 kg	0,07 m	0,07 m
1,1 kg	0,07 m	0,075 m
1,3 kg	0,07 m	0,085 m

3.5.3 Avaliação do Poder Germinativo das Sementes no Processo de Jorro e Fluidização

As sementes de brócolos foram analisadas após serem submetidas ao processo de jorro e fluidização, por um período de 60 minutos. O tempo de permanência das sementes em regime foi suficiente para se obter os pontos de queda de pressão no leito pela vazão de ar para o leito, característicos da curva fluidodinâmica. Foram utilizados para o leito de jorro e leito fluidizado 0,9 e 1,4 kg de sementes por ensaio, respectivamente.

Após a obtenção dos valores para a construção da curva fluidodinâmica, caso o tempo de processo $t_p < 60$ min, manteve-se o fenômeno em $Q \geq m_f$ ou $Q \geq Q_{jm}$, até completar os 60 minutos estipulados.

As sementes foram analisadas conforme um delineamento inteiramente casualizado, e constaram de três tratamentos (ensaios) diferentes, formado pelas sementes testemunhas, sementes jorradas e sementes fluidizadas. O teste de germinação descrito no item 3.6.2.1 foi utilizado na determinação do poder germinativo das sementes, com quatro repetições por tratamento. A análise estatística baseou-se no teste de Fisher, com 95% de confiabilidade.

3.6 Determinação das Variáveis de Processo e Qualidade das Sementes

3.6.1 Determinação da Eficiência do Processo e Crescimento da Partícula

Os experimentos realizados nesta etapa tiveram a finalidade de estudar o crescimento à partícula e da eficiência do processo. Para calcular a eficiência do processo (η), utilizou-se a definição de KUCHARSKI e KMIÈC (1988), Equação (3.24).

$$\eta = \frac{\text{massa de sólidos aderida às partículas}}{\text{massa total de sólidos adicionada ao leito}} = \frac{M_f - M_0}{W_s c_s t} \quad (3.24)$$

O crescimento da partícula (δ), foi calculado pela equação (3.25).

$$\delta = \frac{M_f - M_0}{M_0} \times 100 \quad (3.25)$$

3.6.2. Avaliação da Qualidade das Sementes

3.6.2.1 Avaliação do Poder Germinativo das Sementes de Brócolos

Os testes de avaliação da qualidade das sementes foram realizados antes e após o processo de recobrimento, e constam da análise do poder germinativo e vigor. O vigor foi analisado pelo teste de envelhecimento acelerado e pela velocidade de emergência em solo. Os testes necessários para cada avaliação estão descritos a seguir:

Uma amostra de trabalho contendo 200 sementes foi retirada ao acaso, para cada lote de sementes recobertas e sementes testemunhas. Semeou-se 50 sementes para cada placa de germinação, formando ao todo quatro placas por tratamento. As placas “gerbox” continham papel especial embebido em água destilada com cerca de 2,5 vezes o seu peso. O espaçamento entre as sementes foi uniforme para minimizar a competição e contaminação entre elas. As placas “gerbox” foram tampadas e colocadas em germinador do tipo câmara.

As sementes foram mantidas em câmara de germinação por cinco dias em ambiente de alta umidade relativa, com temperaturas que variaram de 25- 30°C e iluminação permanente. Após este período, as sementes foram submetidas à avaliação de germinação. As sementes que não germinaram retornaram à câmara por mais cinco dias e sofreram uma nova avaliação. Para uma plântula ser considerada normal são essenciais: o sistema radicular, eixo apical, e cotilédones, ISTA (1985).

A amostra retirada dos lotes de sementes que passaram pelo processo de recobrimento em jorro e fluidização continha 400 sementes e foram submetidas à mesma metodologia, descrita anteriormente para as sementes padrão.

Plântulas normais: Plântulas normais apresentam potencial para desenvolvimento contínuo, e devem chegar na fase adulta em solo de boa qualidade, mesmo em condições de umidade, temperatura e iluminação inferiores consideradas favoráveis. As seguintes plântulas são classificadas como normais: plântulas intactas, plântulas com defeitos desprezíveis e plântulas com infecção secundária.

Plântulas anormais: Plântulas anormais não apresentam o potencial para desenvolver uma planta normal, quando em solo de boa qualidade, em condições de umidade, temperatura e iluminação inferior consideradas favorável. As seguintes plântulas são classificadas como anormais: plântulas injuriadas, plântulas deformadas e plântulas deterioradas.

Sementes não germinadas: são as sementes que não germinaram durante ou até o final do período de teste, quando em condições satisfatórias para germinação. São classificadas em sementes duras, sementes frescas e sementes mortas.

Sementes multi germinadas: são as sementes com capacidade de produzir mais que uma plântula (ISTA 1985).

Na contagem final, todas as plântulas foram avaliadas e classificadas como normais ou anormais. As sementes não germinadas também foram avaliadas, fazendo parte dos resultados.

3.6.2.2 Avaliação pelo Teste de Envelhecimento Acelerado

As pesquisas referentes à teste de envelhecimento de sementes de brócolos para avaliar a qualidade fisiológica são escassas. Desta forma, foi necessário realizar um teste preliminar para determinar o tempo de exposição das sementes em câmara de envelhecimento. Os testes foram conduzidos no Laboratório de Análises de Sementes, do Instituto Agrônomo de Campinas. Utilizou-se quatro lotes de sementes de brócolos da cultivar Ramoso de Brasília, cujas amostras foram subdivididas e algumas submetidas à procedimentos específicos, na tentativa de diferenciar a qualidade fisiológica dessas sementes. As sub-amostras foram submetidas aos seguintes testes:

Grau de umidade - O grau de umidade foi determinado pelo método da estufa a $105 \pm 3^\circ\text{C}$, durante 24 horas, utilizando-se 3 amostras de cada lote, conforme as Regras para Análise de Sementes (Brasil, 1992). Os resultados foram expressos em porcentagem na base úmida (U_{bu}).

Germinação - Este teste foi descrito no item 3.6.2.1.

Envelhecimento acelerado - Foi realizado com quatro repetições de 50 sementes por sub amostra, que foram distribuídas em uma bandeja de tela de alumínio fixada no interior de uma caixa plástica tipo “gerbox” funcionando como mini câmara. No interior dessa placa gerbox foram adicionados 40 ml de água e, em seguida, os gerbox foram levados a uma câmara, conforme metodologia proposta pela Association of Official Seed Analysis (1983). Na câmara, regulada a 42°C , as sementes permaneceram durante 24, 48, 60 e 72 horas. Após estes períodos, foram colocadas para germinar, de acordo com a metodologia descrita no item 3.6.2.1. Após cinco dias, as plântulas foram avaliadas, utilizando-se para os cálculos as porcentagens de plântulas normais.

Devido às condições desfavoráveis, causadas pelo teste de envelhecimento para à semente, é permitido incluir na contagem todas as plântulas que apresentaram radícula e epicótilo distinguível, independente do tamanho. (DELOUCHE & BASKIN, 1973).

A análise de variância foi realizada separadamente para cada teste, segundo um delineamento inteiramente casualizado com seis repetições, onde a comparação entre as médias dos lotes foi efetuada através do teste de Tukey, com confiabilidade de 95%.

Verificou-se através dos resultados que a porcentagem de germinação dos lotes estudados não apresentaram diferença significativa. No entanto, para o teste de envelhecimento acelerado, o único período em câmara que apresentou diferenças significativas foi o de 24 horas, no qual a sub-amostra do lote C diferenciou-se por apresentar inferior qualidade fisiológica, dentre todas analisadas. O grau de umidade das sub-amostras de sementes ficou em torno de 9,84 e 10,66% (U_{bu}), apresentando pequena variação entre elas, o que possibilitou maior garantia na comparação dos resultados, uma vez que a uniformidade da umidade das sementes é fundamental para a padronização das avaliações e obtenções de respostas consistentes (LOEFFER *et al*, 1988).

Portanto, definido o período de 24 horas a 42°C de envelhecimento acelerado, em câmara, como o responsável pela distinção da qualidade fisiológica das sementes de brócolos da cultivar Ramoso de Brasília, este foi utilizado nas análises das sementes recobertas em leite de jorro e leite fluidizado.

3.6.2.3 Avaliação pela Velocidade de Emergência em Solo

Os testes de foram de velocidade de emergência em solo foram conduzidos no Laboratório de Análises de Sementes, do Instituto Agrônomo de Campinas. Para isso foram utilizadas 100 sementes de cada amostra, subdivididas em quatro repetições de 25 sementes. Cada repetição foi semeada em sulco de 0,3 m de comprimento, à profundidade uniforme, cerca de 0,01 m, para garantir a uniformidade de distribuição, e evitar, com este procedimento, que a emergência de uma plântula interfira no crescimento da plântula vizinha.

Após a semeadura, irrigou-se de forma uniforme o solo, para garantir a umidade necessária e desencadear a germinação das sementes. Esta operação foi repetida sempre que julgada necessária ou conveniente. Posteriormente, foram realizadas observações diárias e, a partir do dia em que a primeira plântula emergiu no solo, contou-se diariamente, até um valor constante de plântulas.

Conforme VIEIRA & CARVALHO (1994), calculou-se a velocidade de emergência, utilizando-se o número de plântulas emergidas a cada dia, através da Equação (3.26).

$$VE = \frac{(N_1 \cdot E_1) + (N_2 \cdot E_2) + \dots + (N_n \cdot E_n)}{E_1 + E_2 + \dots + E_n} \quad (3.26)$$

Onde: VE = velocidade de emergência de plântulas,

E_1, E_2, \dots, E_n = número de plântulas emergidas, em cada dia de contagem,

N_1, N_2, \dots, N_n = número de dias da semeadura a cada dia de contagem.

Calculou-se o resultado, em dias, das quatro repetições, e obteve-se o valor de velocidade média de emergência para o lote. Sendo o mais vigoroso aquele com menor período de emergência.

3.6.2.4 Teste de Reabsorção de Vapor de Água

A absorção de umidade ou higroscopicidade é uma propriedade intrínseca das sementes. O teste de reabsorção de vapor de água serve para avaliar o grau de tolerância das sementes, expostas a condições ambientais desfavoráveis. Esta determinação é de grande importância para a armazenagem das sementes por prolongados períodos.

O teste consiste em expor a superfície das sementes recobertas e não recobertas, por um determinado período, em temperatura constante e atmosfera saturada em vapor.

Foram colocadas três repetições de 10g de sementes em respectivas peneiras e inseridas em “placas de Petri”; as placas continham 30 ml de água e foram mantidas em câmaras a $25 \pm 1^\circ\text{C}$. O conteúdo de umidade das sementes foram obtidos após 0, 2, 4, 6, 8, 10 e 24 horas de incubação. Através de pesagem foi possível determinar a porcentagem de umidade em base úmida das sementes U_{bu} (%). Após 24 h as sementes foram colocadas em estufa por mais 24 h à temperatura de $105 \pm 2^\circ\text{C}$, sendo pesadas novamente para a avaliação do peso seco. Os valores obtidos nas pesagens foram utilizados na equação 3.27. Desta forma, para cada ensaio de recobrimento foi obtida a curva de tempo x conteúdo de umidade.

$$U_{bu} = \frac{P_a}{P_a + P_s} \times 100 \quad (3.27)$$

3.6.3 Qualidade do Recobrimento

A esfericidade e diâmetro das sementes de brócolos foram medidas antes e após o recobrimento, com o objetivo de avaliar a regularidade da distribuição do filme sobre a superfície das sementes.

3.6.3.1. Determinação da Esfericidade das Sementes

A esfericidade foi definida como a razão entre o maior diâmetro inscrito e o menor diâmetro circunscrito ao contorno da projeção da partícula sobre um plano de repouso estável, segundo PEÇANHA e MASSARANI (1986).

$$\phi = \frac{d_{CI}}{d_{CC}} \quad (3.28)$$

3.6.3.2. Determinação do Diâmetro das Sementes

A análise granulométrica das sementes foi obtida através da utilização de um conjunto de peneiras padronizadas. A partir da distribuição granulométrica, calculou-se o diâmetro médio das partículas utilizando-se a equação do diâmetro médio de Sauter, dada pela Equação 3.29.

$$\bar{d}_s = \left(\sum \frac{x_i}{d_i} \right)^{-1} \quad (3.29)$$

3.6.3.3. Determinação de aglomerados

Através de um conjunto de peneiras padronizadas foi possível obter uma peneira de abertura ideal, que permitisse a separação das sementes aglomeradas. Após a passagem de toda massa de sementes pela peneira, a quantidade de aglomerados foi pesada em balança analítica. Os valores obtidos nas pesagens foram utilizados na Equação (3.30).

$$Agl = \frac{M_{agl}}{M_f} \times 100 \quad (3.30)$$

3.6.3.4. Análise por Microscópico

A qualidade do recobrimento das sementes em termos de uniformidade da superfície e homogeneidade, bem como a presença de quebra e trincas na superfície das sementes, antes e após o recobrimento foi observada por microscopia. Utilizou-se um microscópio óptico “Stereozoom” com ampliação de 40 vezes.

As sementes foram obtidas por amostragem aleatória, cerca de $1,0 \times 10^{-2}$ kg por amostra, retiradas no final de cada ensaio de recobrimento, analisando-se cerca de 20 sementes por amostragem.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Fluidodinâmica para Leito de Jorro e Leito Fluidizado

4.1.1 Fluidodinâmica para Leito de Jorro e Estimativa dos Parâmetros pelas Correlações.

As curvas das Figuras 4.1 e 4.2 mostram as curvas fluidodinâmicas para as sementes submetidas ao jorro, com e sem atomização de ar sobre o leito. Verifica-se a queda de pressão máxima correspondente a 732 e 475 Pa, para o processo sem atomização e com atomização, respectivamente. A vazão mássica de ar atingiu nestes pontos aproximadamente $0,58 \times 10^{-2}$ e $0,45 \times 10^{-2}$ kg/s, valores obtidos graficamente e com auxílio das observações experimentais visuais.

Com aumento contínuo da vazão ocorreu à queda de pressão de jorro estável. Observa-se pelas curvas que os valores de vazão mássica em jorro estável ficaram na faixa de $0,83 \times 10^{-2}$ a $1,12 \times 10^{-2}$ kg/s, sem atomização e $0,55 \times 10^{-2}$ a $1,08 \times 10^{-2}$ kg/s, com atomização. Logo após as faixas de vazão mássica em jorro estável, foi observado o comportamento de jorro rápido, e que pode ser observado na curva da Figura 4.1 e 4.2.

Ao atingir a queda de pressão do jorro mínimo, obteve-se vazão mássica de $0,7 \times 10^{-2}$ kg/s para pressão de 285 Pa no processo sem atomização, e vazão mássica de $0,55 \times 10^{-2}$ kg/s e para pressão de 270 Pa no processo com atomização.

Todas as curvas fluidodinâmicas para o leito de jorro, envolvendo as cinco cargas de sementes, foram semelhantes e apresentaram os pontos característicos de queda de pressão máxima, jorro estável, jorro rápido e jorro mínimo. Entretanto, a curva obtida para carga de 0,9 kg possibilitou a melhor definição do regime e dos parâmetros. Sendo assim, foi escolhida esta curva do leito de jorro para ser aqui apresentada.

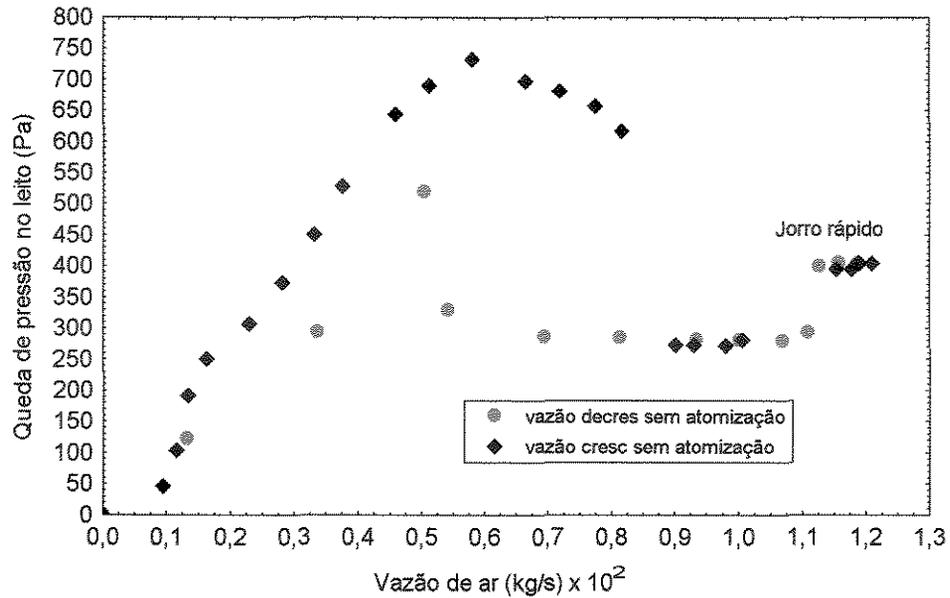


Figura 4.1 - Queda de pressão em função da vazão mássica no leito de jorro, para carga de 0,9 kg de sementes e sem atomização

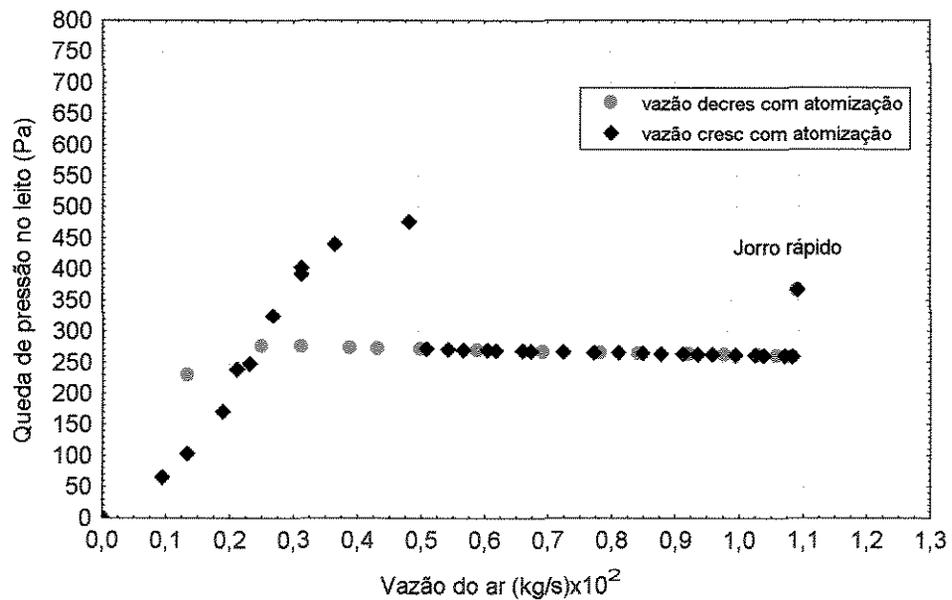


Figura 4.2 - Queda de pressão em função da vazão mássica no leito de jorro, para carga de 0,9 kg de sementes e com atomização de 20 psi

É importante salientar que no experimento com atomização, a queda de pressão na região de leito fixo foi superior, entretanto, o movimento no jorro foi estabelecido a uma vazão mássica de jorro mínimo menor que no caso sem atomização, apresentando inferior queda de pressão máxima. Os valores das quedas de pressão de jorro mínimo e de jorro

estável foram superiores no experimento com atomização, porém a faixa de vazões mássicas para a qual se observou o estabelecimento de jorro estável foi ampliada que no caso do leito sem atomização. A fluidodinâmica sem atomização apresentou uma faixa relativamente estreita de jorro estável, sendo seguida por uma região de jorro rápido, com região de jorro bem diluída e aumento da altura da fonte. Portanto, pode-se afirmar que a presença da atomização melhorou a fluidodinâmica do leito de jorro na faixa de condições experimentais utilizadas neste trabalho.

Apesar de não se ter analisado os mecanismos pelos quais a interferência da atomização foi positiva, o comportamento pôde ser visualizado durante os experimentos. Na ausência da atomização a região de jorro apresentava um movimento angular, tornando instável o leito. A presença da atomização delimitou a região de jorro e a região anular, a região de jorro estabilizou-se, sendo perceptível por observação visual a melhora da qualidade do regime.

Todos os valores experimentais utilizados na comparação dos parâmetros fluidodinâmicos, para leito de jorro, apresentados a seguir, foram os obtidos sem atomização sobre as sementes.

Velocidade de jorro mínimo (U_{ms})

Os resultados experimentais de velocidade de jorro mínimo para todas as cargas utilizadas, bem como a comparação com o valor calculado pela Equação (3.14) estão apresentados na Tabela 4.1.

TABELA 4.1 - Resultados para velocidade de jorro mínimo, U_{ms}

Carga de sementes	U_{ms} Experimental	U_{ms} Eq. (3.14)	Erro relativo Eq. (3.23)
0,5 kg	1,79 m s ⁻¹	1,54 m s ⁻¹	14,0 %
0,7 kg	2,52 m s ⁻¹	1,90 m s ⁻¹	24,5 %
0,9 kg	3,02 m s ⁻¹	2,27 m s ⁻¹	24,9 %
1,1 kg	3,59 m s ⁻¹	2,65 m s ⁻¹	26,2 %
1,3 kg	3,82 m s ⁻¹	3,04 m s ⁻¹	20,3 %

A equação de TSVISK *et al.* (1967) apresentou desvios relativos aceitáveis para velocidade de jorro mínimo para as cargas de 0,5 e 1,3 kg, estando os erros relativos da ordem de 20%. Verifica-se que para as cargas de 0,7, 0,9 e 1,1 kg as velocidades experimentais estão muito acima dos valores considerado aceitáveis por MATHUR &

EPSTEIN (1974). O valor experimental da velocidade de jorro mínimo foi determinado a partir do estudo fluidodinâmico, para vazões decrescentes, no ponto onde ocorre o colapso do jorro. Esse ponto não tem uma identificação precisa no diagrama fluidodinâmico, sendo, portanto de difícil reprodução. A dificuldade na determinação deste parâmetro experimentalmente pode ter como conseqüência a obtenção de altos erros relativos entre medidas efetuadas por diferentes pesquisadores, bem como entre resultados experimentais e calculados.

Queda de pressão máxima (ΔP_m)

Foi possível obter relativa concordância entre os valores experimentais e os estimados pelas correlações para a queda de pressão máxima no leito de jorro. Os resultados para todas as cargas utilizadas, para as correlações, que melhor se ajustaram aos dados, estão apresentadas na Tabela 4.2.

TABELA 4.2 - Resultados para queda de pressão máxima, ΔP_m

Carga de sementes	Experimental ΔP_m	ΔP_m Eq. (3.8)	Erro relativo Eq. (3.23)	ΔP_m Eq.(3.9)	Erro relativo Eq. (3.23)
0,5 kg	505,68 Pa	448,52 Pa	11,3 %	355,87 Pa	29,6 %
0,7 kg	603,24 Pa	640,72 Pa	6,2 %	498,23 Pa	17,4 %
0,9 kg	732,00 Pa	731,45 Pa	0,1 %	590,74 Pa	19,3 %
1,1 kg	872,73 Pa	740,98 Pa	15,1 %	638,95 Pa	26,8 %
1,3 kg	881,26 Pa	769,48 Pa	12,7 %	692,02 Pa	21,5 %

As equações que forneceram as melhores previsões foram de SAN JOSE *et al.* (1996) e PALLAI & NEMETH (1969), representadas pelas Equações (3.9) e (3.8). As demais correlações obtidas na literatura foram descartadas por apresentar erro relativo muito acima da ordem de 20%. A correlação de SAN JOSE *et al.* (1996) apresentou resultado aceitável apenas para a carga de 0,7 kg de sementes, com erro de 17,4%. A correlação de PALLAI & NEMETH (1969) apresentou resultados aceitáveis para todas as cargas de sementes, sendo os melhores resultados para as cargas de 0,7 e 0,9 kg, com erro relativo de 6,2 e 0,1%, respectivamente. Resultados desse tipo não são incomuns em se tratando de análises empíricas, as quais envolvem tanto similaridades geométrica e dinâmica entre os sistemas, como também apresentam influência das propriedades físicas dos materiais utilizados nos experimentos e a precisão na obtenção dos parâmetros experimentais.

Queda de pressão no jorro estável (ΔP_s)

Os resultados de queda de pressão no jorro estável para todas as cargas utilizadas, e as correlações que forneceram os melhores resultados estão apresentados na Tabela 4.3.

TABELA 4.3 - Resultados para queda de pressão estável, ΔP_s

Carga de sementes	Experimental ΔP_s	ΔP_s Eq. (3.16)	Erro relativo Eq. (3.23)	ΔP_s Eq (3.15)	Erro relativo Eq. (3.23)
0,5 kg	204 Pa	384,64 Pa	70,9 %	384,32 Pa	88,4 %
0,7 kg	231 Pa	488,57 Pa	111,5 %	458,46 Pa	98,5 %
0,9 kg	269 Pa	554,64 Pa	106,2 %	556,32 Pa	106,8 %
1,1 kg	302 Pa	565,39 Pa	87,2 %	663,27 Pa	119,6 %
1,3 kg	292 Pa	590,41 Pa	102,2 %	669,76 Pa	129,4 %

Para a queda de pressão estável no leito de jorro não foi encontrada nenhuma equação adequada na literatura, que fornecesse boa previsão para esse parâmetro. Todas as correlações analisadas apresentaram erros relativos acima de 70%, o que é inaceitável, mesmo levando-se em conta a faixa estreita obtida para jorro estável com as sementes de brócolos. Pode-se verificar na Figura 4.1 a ocorrência de uma estreita faixa de vazão para regime de jorro estável, e considerou-se ser essa a causa dos grandes erros entre os valores experimentais e calculados pelas correlações.

Queda de pressão no jorro mínimo (ΔP_{ms})

Os resultados de queda de pressão no jorro mínimo (ΔP_{ms}) para todas as cargas, e os melhores resultados calculados pelas correlações estão apresentados na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 - Resultados para queda de pressão no jorro mínimo, ΔP_{ms}

Carga de sementes	Experi mental ΔP_{ms}	ΔP_{ms} Eq.(3.21)	Erro Relativo Eq. (3.23)	ΔP_{ms} Eq.(3.20)	Erro relativo Eq (3.23)
0,5 kg	232,34 Pa	161,82 Pa	30,35 %	103,99 Pa	55,2 %
0,7 kg	253,79 Pa	191,24 Pa	24,65%	145,58 Pa	42,6 %
0,9 kg	285,00 Pa	205,95 Pa	27,74%	187,18 Pa	34,3 %
1,1 kg	300,67 Pa	220,66 Pa	26,61%	228,77 Pa	23,9 %
1,3 kg	299,61 Pa	250,09 Pa	16,53%	270,36 Pa	9,8 %

Baseando-se no erro relativo inferior a 20% como limite aceitável, a equação de NASCIMENTO *et al* (1987) não forneceu bons resultados para ΔP_{ms} , com erros entre 24,65 e 30,35%, apresentou resultado aceitável somente para a carga de 1,3kg, com erro de 16,53%. A correlação de MALEK & LU (1965) também apresentou resultado satisfatório apenas para a carga de 1,3 kg, com erro de 9,8%.

Os altos erros relativos para as correlações que estimaram os parâmetros mostraram que estas são limitadas, principalmente quando se trabalha com condições experimentais pouco amplas.

A Tabela 4.5 apresenta as equações que melhor ajustaram os parâmetros fluidodinâmicos do leito de jorro, para a carga de 0,9 kg de sementes, sem atomização.

TABELA 4.5 – Resultados dos parâmetros para leito de jorro

		Erros Relativo - Eq. (3.23)
Experimental (U_{ms})	3,02 m s ⁻¹	24,9 %
U_{ms} - Eq. (3.14)	2,27 m s ⁻¹	
Experimentais (ΔP_m)	732,00 Pa	0,1 %
ΔP_m - Eq. (3.8)	731,45 Pa	
Experimentais (ΔP_{ms})	285,00 Pa	12,2 %
ΔP_{ms} - Eq. (3.21)	250,18 Pa	

4.1.2 Fluidodinâmica para o Leito Fluidizado e Estimativa dos Parâmetros pelas Correlações.

Relacionando-se a curva fluidodinâmica com as observações durante a fase experimental, verificou-se que com o aumento da velocidade de gás, chegou-se a um ponto em que o leito fixo expandiu, aumentando a porosidade inicial das sementes (ϵ) para a porosidade de mínima fluidização (ϵ_{mf}). A partir desse ponto, definido como velocidade de mínima fluidização (U_{mf}), o aumento na taxa de escoamento de gás causou pequenas variações na queda de pressão de mínima fluidização (ΔP_{mf}). Os parâmetros U_{mf} , ϵ_{mf} e ΔP_{mf}

são diretamente relacionados às propriedades do sólido e do gás e caracterizam o início do regime de fluidização, possibilitando otimizar o processo e dimensionar os equipamentos. Os resultados experimentais para fluidização, sem atomização, para 1,4 kg de sementes são apresentados na Figura 4.3.

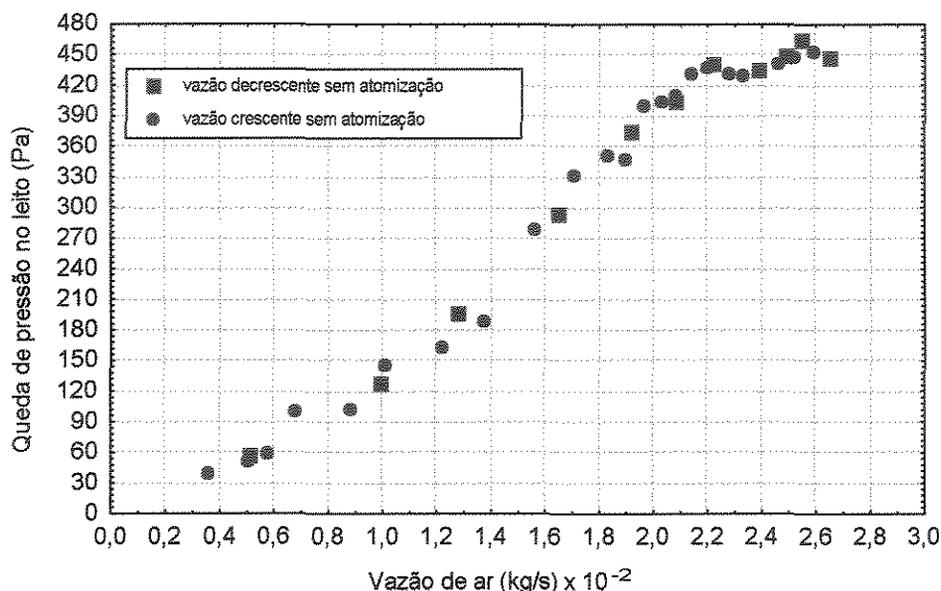


Figura 4.3- Queda de pressão em função da vazão mássica, para leito fluidizado com carga de 1,4 kg de sementes, sem atomização

As curvas fluidodinâmicas, para todas as cargas de sementes em leito fluidizado, apresentaram características semelhantes; entretanto, após o início da fluidização, a curva obtida para a carga de 1,4 kg apresentou menores variações de queda de pressão no leito, facilitando a visualização do comportamento fluidodinâmico. Através de observação visual também se pode constatar fluidização sem caminhos preferenciais e zonas estagnadas.

A curva fluidodinâmica apresentada na Figura 4.4 compara os resultados com atomização e sem atomização sobre o leito, para pressão do ar de atomização igual a 20 psi.

Verifica-se que houve pequena influência da atomização sobre o comportamento fluidodinâmico do leito, observando-se um aumento na queda de pressão do leito fluidizado e também da região de leito fixo, principalmente para os dados obtidos com vazão decrescente, não havendo praticamente alteração da velocidade de mínima fluidização.

Por observação visual do comportamento fluidodinâmico do leito, não foi identificada nenhuma variação, sendo considerada adequada a movimentação dos sólidos no leito.

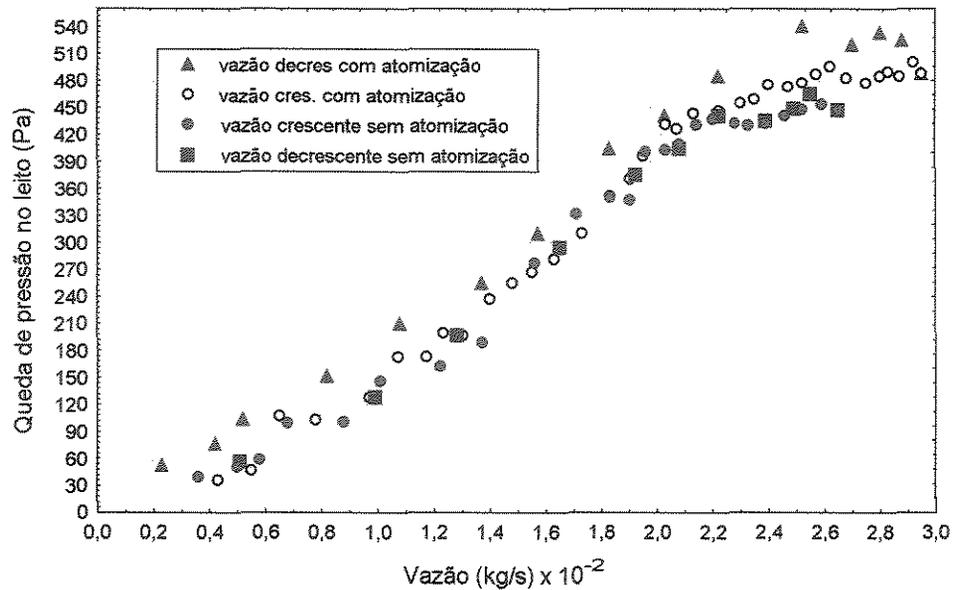


Figura 4.4 - Queda de pressão em função da vazão mássica, para leito Fluidizado com carga de 1,4 kg de sementes, sem e com atomização de 20 psi

Todos os valores experimentais utilizados na comparação dos parâmetros fluidodinâmicos, para leito fluidizado, foram obtidos sem atomização sobre as sementes. Os resultados experimentais e calculados para a velocidade de mínima fluidização (U_{mf}), queda de pressão na fluidização (ΔP) erros relativos, estão apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 - Resultados de velocidade de mínima fluidização e queda de pressão em mínima fluidização.

Carga de sementes	U_{mf} experimental	U_{mf} eq. (3.6)	Erro relativo Eq. (3.23)	ΔP_{mf} (Pa) experimental	ΔP_{mf} (Pa) eq. (3.7)	Erro relativo Eq. (3.23)
0,5 kg	0,607 m s ⁻¹	0,643 m s ⁻¹	5,9 %	190 Pa	132,01 Pa	30,5 %
0,8 kg	0,579 m s ⁻¹	0,643 m s ⁻¹	11,1 %	270 Pa	243,18 Pa	9,9 %
1,1 kg	0,576 m s ⁻¹	0,643 m s ⁻¹	11,6 %	370 Pa	298,76 Pa	19,3 %
1,4 kg	0,560 m s ⁻¹	0,643 m s ⁻¹	14,8%	440 Pa	416,87 Pa	5,3 %
1,7 kg	0,539 m s ⁻¹	0,643 m s ⁻¹	19,3 %	530 Pa	500,25 Pa	5,6 %

Analisando-se os resultados da Tabela 4.6, pode-se dizer que eles são representativos, ficando as previsões teóricas próximas dos valores experimentais. As correlações que apresentaram erro relativo inferior a 20% são consideradas satisfatórias, para a estimativa desses parâmetros. Os erros relativos entre 5,9 e 19,3%, obtidos para

velocidade de mínima fluidização, podem ser explicados pela Equação (3.6) estar sendo utilizada em forma simplificada. A correlação de queda de pressão na mínima fluidização para a carga de 0,5 kg apresentou desvios acima de 20%, devido à dificuldade encontrada para se medir a altura das sementes no leito estático.

Por observação visual do comportamento fluidodinâmico do leito, não foi identificada nenhuma variação com a atomização de ar sobre o leito, sendo considerada adequada a circulação dos sólidos no leito.

Verifica-se que houve pequena influência da atomização sobre o comportamento fluidodinâmico do leito, observando-se um aumento insignificante na queda de pressão do leito fluidizado e também na região de leito estático, principalmente para os dados obtidos com vazão mássica decrescente, sendo desprezível a alteração da velocidade de mínima fluidização. Os valores obtidos foram: para vazão crescente e decrescente sem o ar de atomização, $U_{mf}=0,56 \text{ m.s}^{-1}$ e $\Delta P=440 \text{ Pa}$; para vazão crescente com atomização, $U_{mf}=0,56 \text{ m.s}^{-1}$ e $\Delta P=450 \text{ Pa}$; para vazão decrescente com atomização, $U_{mf}=0,56 \text{ m.s}^{-1}$ e $\Delta P=480 \text{ Pa}$.

4.1.3 Poder de Germinação das Sementes de Brócolos após o Processo de Jorro e Fluidização.

O atrito entre semente-semente e semente-parede decorrente da exposição das sementes a movimentos cíclicos dentro do leito por 60 minutos causou danos pouco evidentes de fissura e quebras, sendo que menos de 1% das sementes fluidizadas apresentaram parte do seu tegumento quebrado.

As estruturas da semente foram preservadas após terem sido submetidas às condições experimentais devido à grande resistência a choques mecânicos que estas sementes apresentaram, favorecida pela sua característica física. DREW (1989) obteve bons resultados em relação a danos físicos quando utilizou a fluidização por 60 minutos a temperatura de 25°C, com sementes de *Brassica napus* L.

A permanência das sementes de brócolos em fluidização e jorro causaram a variação do conteúdo de umidade, com queda de 6,02% para 5,75% de umidade em base úmida nas sementes jorradadas e de 6,02 para 5,67% nas sementes fluidizadas. DREW (1989) também verificou a diminuição de umidade para as sementes de *Brassica napus* L fluidizada em temperatura de 25°C, sendo os valores encontrados neste trabalho similares.

A diminuição da umidade pode ser um problema para a semente quando ela atinge um valor muito baixo, aumentando a susceptibilidade a danos mecânicos. Uma solução seria a atomização de uma suspensão aquosa de boa fixação, minimizando problemas de baixa umidade e de danos físicos. Como o processo de recobrimento com alimentação contínua da suspensão mantém constantemente as sementes com umidade superficial, espera-se que esse problema seja minimizado durante os experimentos. Os valores obtidos nas análises de germinação das sementes em seus respectivos tratamentos são apresentados na Tabela 4.7.

TABELA 4.7 - Resultados do teste de germinação

<i>Sementes brócolos</i>	<i>Plântulas normais</i>	<i>Plântulas anormais</i>	<i>Plântulas infectadas</i>	<i>Sementes duras</i>	<i>Sementes mortas</i>
Média para sementes testemunhas	93%	2%	1%	0,25%	3,75%
Desvio padrão	0,82%	0,82%	0,82%	0,5%	1,26%
Média para sementes fluidizadas	91%	4%	1,25%	0%	3,75%
Desvio padrão	2,16%	0,82%	0,96%	---	1,26%
Média para sementes jorradadas	91,75%	3%	1,5%	0%	3,75%
Desvio padrão	2,22%	0,82%	1,29%	---	0,96%

O lote de sementes de brócolos apresentou germinação inicial de 93,75%. Comparando-se com o valor mínimo de germinação de 80%, estipulado pelo Ministério da Agricultura de São Paulo para o comércio de sementes de brócolos, considera-se o lote de sementes utilizado nos experimentos de alto valor germinativo, assegurando os resultados obtidos neste trabalho.

Os resultados da variabilidade dos dados para a germinação dentro de um mesmo lote foram 0,82%; 2,16% e 2,22% para os lotes de sementes testemunha, fluidizadas e jorradadas, respectivamente, os quais estão dentro do padrão de tolerância de 2,5 % estipulado pela ISTA (1985).

Realizando-se uma análise de variância para os dados apresentados na Tabela 4.7, foi obtido um $F_{\text{calculado}}$ de 1,4105, inferior ao valor tabelado de Fisher de 4,2, mostrando que não existe diferença significativa entre os valores de germinação para os tratamentos, a um nível de significância de 95%. Sendo assim, pode-se afirmar que não houve alteração no poder germinativo das sementes jorradadas e fluidizadas sob as condições de laboratório impostas neste trabalho.

4.2 Recobrimento em Leito de Jorro

4.2.1 Análise Experimental dos Ensaios em Leito de Jorro

A Tabela 4.8 mostra as observações que foram feitas sobre perdas de suspensão e estabilidade no leito de jorro, durante o processo de recobrimento.

Tabela 4.8 – Observações realizadas durante o processo de recobrimento em leito de jorro

	Ta	Pa	Ws	Perdas de suspensão durante o processo	Estabilidade do jorro
1	-	-	-	Pouca aderência nas paredes da suspensão	Falta estabilidade após 60 min
2	+	-	-	Pouca aderência nas paredes da suspensão	estabilizado
3	-	+	-	Elutriação da suspensão	Melhor estabilidade após 60 min
4	+	+	-	Elutriação da suspensão	Melhor estabilidade após 60 min
5	-	-	+	Aderência de suspensão nas paredes	Falta estabilidade após 30 min
6	+	-	+	Aderência de suspensão nas paredes	Melhor estabilidade após 60 min
7	-	+	+	Aderência de suspensão no bico atomizador	Falta estabilidade após 45 min
8	+	+	+	Aderência de suspensão no bico atomizador	Falta estabilidade após 60 min
9	0	0	0	Aderência de suspensão no bico atomizador	Falta estabilidade após 90 min
10	0	0	0	-	Falta estabilidade após 90 min
11	0	0	0	-	estabilizado
12	0	0	0	-	Falta estabilidade após 90 min

Temperatura do ar, Ta; Pressão de atomização, Pa; Vazão mássica de suspensão, Ws

As perdas de suspensão durante o processo de recobrimento ocorreram por motivo de aderência nas paredes e no bico atomizador, como também pela elutriação da suspensão.

Para os ensaios de número 5 e 6, os quais apresentavam baixa pressão de atomização e alta vazão de solução, houve maior aderência do polímero nas paredes

internas do leito. Neste caso, o que deve ter ocorrido é o aumento nas gotas atomizadas, ocasionando mudança na direção do jato atomizado.

Observou-se que o aumento da elutriação da suspensão nos ensaios 3 e 4 ocorreu com valor de pressão de atomização maior e vazão de suspensão em nível menor. Concluiu-se que para estes valores de pressão e vazão produziram-se jatos com partículas de menor tamanho proporcionando rapidez na secagem das gotículas de suspensão antes de atingir a superfície das sementes, sendo estas arrastadas pelo ar de jorro para fora do leito. Com relação à elutriação, LIU & LISTSTER (1993) descrevem um comportamento interessante no recobrimento de algumas sementes em leito de jorro. Eles observaram que a taxa de elutriação aumenta linearmente com a vazão de suspensão e com a velocidade do gás.

Entretanto, nos ensaios 7 e 8, para valor de pressão de atomização maior e vazão de suspensão maior, produziu-se gotículas de um certo tamanho que se mantiveram próximas da região da fonte do jorro, onde se encontra o bico atomizador, causando a aderência da suspensão neste.

A instabilidade no leito ocorreu nos 60 minutos finais do processo, para os ensaios 1, 5, 7 e 8, o qual foi estabilizada com um pequeno aumento da vazão de ar, que não alterou a fluidodinâmica do leito de jorro, permanecendo em jorro estável. O aumento da vazão mássica de ar de jorro atingiu o valor máximo de $1,1 \times 10^{-2}$ kg/s, aproximadamente, durante o ensaio número cinco. Semelhante ocorrência também foi verificada por PASSOS & MUJUMDAR (2000), que apontam a taxa de circulação e a temperatura como as principais variáveis na transferência de calor e na estabilidade do processo de recobrimento de partículas.

Durante os ensaios 3, 4 e 6 não foi necessário o aumento da vazão de ar, sendo que após os 60 minutos, o movimento dentro do leito estava normalizado e permaneceu estável até o final do processo.

Nos ensaios 2 e 11 as sementes mantiveram-se em movimento contínuo e estável, durante todo o processo, comportamento diferente dos demais ensaios. Segundo LIU & LISTSTER (1993), a diferença no comportamento fluidodinâmico do leito é bem entendida quando levamos em consideração a umidade no leito. Nestes dois casos, a umidade relativa do ar estava abaixo de 60%. Para o ensaio 2 havia outros dois fatores contribuindo para a estabilidade do movimento: a temperatura no nível mais alto e a vazão no nível mais baixo.

Os ensaios 9, 10, e 12 apresentaram instabilidade nos 15 minutos finais, e não foi necessária a interferência através do aumento de vazão.

A dificuldade na movimentação das sementes em jorro ocorreu na região do ânulo, para os ensaios 5 e 7, possivelmente ocasionada pela força de adesão devido à ocorrência de pontes líquidas, diminuindo ainda mais a porosidade nesta região. Nesses ensaios, a temperatura ficou mantida no nível inferior, dificultando a secagem da suspensão sobre as partículas. Efeito similar de instabilidade foi relatado por PATEL (1986), SCHNEIDER e BRIDGWATER (1993) e SPITZNER NETO (1997).

Os trabalhos relativos às mudanças fluidodinâmicas que ocorrem no leito de jorro referem-se ao grau de saturação como o parâmetro que determina a estabilidade do leito de partículas recobertas por filme líquido (PASSOS & MUJUNDAR, 2000, SCHNEIDER & BRIGWATER, 1993 e SPITZNER NETO, 1997). Os modelos e equações propostos por esses autores estimam as forças de coesão, correlacionando o grau de saturação e as variáveis fluidodinâmicas em leito de jorro.

4.2.2 Eficiência do Processo e Crescimento das Sementes para Leito de Jorro

4.2.2.1. Planejamento fatorial do processo de recobrimento de sementes de brócolos, para o leito de jorro

O planejamento fatorial completo 2^3 com quatro pontos centrais foi elaborado com os fatores vazão de suspensão de recobrimento (W_c), temperatura do ar de jorro (T_j), pressão do ar de atomização (P_a), sendo analisado como resposta, nesta primeira parte do trabalho a eficiência do processo (η) e o crescimento das sementes (δ).

As Tabelas 3.5 e 4.9 apresentam as condições de operação utilizadas no delineamento, seguindo o planejamento fatorial com 3 fatores em dois níveis, com quatro pontos centrais que determinam a reprodutibilidade do processo, juntamente com as respostas obtidas para cada ensaio.

Para padronizar cada variável independente, foi necessário subtrair de cada uma a média e dividir o resultado pela variação correspondente. Desta forma, o valor de “z” representa o valor codificado de cada variável independente.

As variáveis utilizadas no planejamento foram codificadas no intervalo -1 a 1, através das seguintes relações:

$$Z_1 = (T_a - 60) / 10$$

$$Z_2 = (P_a - 1,379 \times 10^5) / 0,345 \times 10^5$$

$$Z_3 = (W_s - 1,184 \times 10^{-4}) / 0,17 \times 10^{-4}$$

Tabela 4.9 – Condições de operação utilizadas no planejamento estatístico e respostas obtidas para leito de jorro

Ensaio	Temperatura (°C) (T_a)	Pressão (psi) (Pa)	Vazão (ml/min) (W_s)	Eficiência η (%)	Crescimento δ (%)
1	50	15	6	71,76	6,18
2	70	15	6	80,94	6,95
3	50	25	6	68,25	5,89
4	70	25	6	62,06	5,32
5	50	15	8	78,60	6,80
6	70	15	8	69,64	5,96
7	50	25	8	62,75	5,45
8	70	25	8	75,51	6,47
9	60	20	7	71,56	6,31
10	60	20	7	62,43	5,49
11	60	20	7	61,39	5,40
12	60	20	7	65,82	5,78

A partir da matriz de planejamento foi obtida a matriz codificada, mostrada na Tabela 4.10, para os ensaios de 1 a 8, contendo os coeficientes de contraste, e todos os sinais necessários para o cálculo dos efeitos. Os sinais algébricos foram obtidos multiplicando-se elemento a elemento as colunas da matriz de planejamento. Efetua-se o seguinte procedimento: multiplicam-se as colunas 1, 2 e 3, dois a dois, e finalmente multiplica-se as três colunas. Trata-se do efeito de interação entre as três variáveis, 123.

Tabela 4.10 – Coeficientes de contraste para um fatorial 2^3 com quatro pontos centrais, para leite de jorro

corridas	1 Ta	2 Pa	3 Ws	12	13	23	123	Eficiência η (%)	Crescimento δ (%)
1	-	-	-	+	+	+	■	71,76	6,18
2	+	-	-	-	-	-	+	80,94	6,95
3	-	■	-	-	+	+	+	68,25	5,89
4	+	■	-	+	-	-	■	62,06	5,32
5	-	-	+	+	-	-	+	78,60	6,80
6	+	-	+	-	+	+	■	69,64	5,96
7	-	■	+	-	-	-	■	62,45	5,45
8	+	■	+	+	+	+	+	75,51	6,47

Como pode ser verificado pelas Equações 3.24 e 3.25, a eficiência e o crescimento estão interligados diretamente pelo valor da massa, ou seja, são variáveis dependentes e por isso os resultados estatísticos são similares.

As marcas cinza claro e cinza escuro representam as condições experimentais favoráveis e desfavoráveis, respectivamente, e aparecem para a variável codificada (Pa) e para interação das três variáveis. Verifica-se facilmente que as presenças de duas condições favoráveis e significativas cinza claro-cinza claro, para Pa e interação 123, respectivamente, no mesmo ensaio, resultam nas melhores respostas para as variáveis dependentes, e duas condições desfavoráveis e significativas cinza escuro-cinza escuro apresentam os valores com piores respostas, conforme os resultados estatísticos obtidos.

O efeito de uma variável independente pode ser definido como a mudança sofrida pela variável dependente quando passou do nível baixo (-1) para o nível alto (+1).

Os efeitos foram calculados na forma de equação matricial. Cada efeito é obtido pelo produto escalar do vetor na matriz dos coeficientes de contraste e vetor das respostas. A análise dos efeitos é baseada em uma distribuição normal ou gaussiana, onde cada variável se distribui segundo sua média populacional e variância, σ^2 .

4.2.2.2. Análise estatística da eficiência do processo de recobrimento, em leito de jorro

Os resultados de eficiência do processo, obtidos no planejamento estatístico, são interpretados a partir do cálculo dos efeitos dos fatores isolados (efeitos principais) e dos efeitos de interação entre os fatores. Nota-se que os valores para eficiência do processo estão na faixa de 61,3% a 80,1%, conforme apresentado na Tabela 4.9, sendo a maioria dos valores considerados adequados, de acordo com trabalhos da literatura para recobrimento de fármacos. Valores de $\eta < 65\%$ são considerados economicamente inviáveis.

A estimativa dos efeitos para a eficiência do processo não apresenta valores significativos para nenhuma variável independente quando o limite de confiança é de 95% (Tabela 1. A, em apêndice).

O resultado não significativo pode ser atribuído às restritas condições operacionais experimentais adotadas, e também às dimensões do leito, à carga de sementes utilizada nas corridas, e à posição do bico atomizador. Contudo, é possível identificar as tendências de influências dos efeitos de cada variável investigada e suas interações.

A Tabela 4.11 apresenta a estimativa dos efeitos para as variáveis independentes, com um limite de confiança de 90%. Os termos em negrito nesta tabela correspondem aos termos com significância estatística. Optou-se por realizar o estudo estatístico a um limite de confiança inferior pela grande incerteza experimental ocorrida durante o processo, pelas interferências não controláveis da elutriação e perdas de suspensão nas paredes do leito e, em alguns casos, no próprio bico atomizador. Durante os ensaios, as observações também estavam voltadas à estabilidade do processo, o qual envolve a movimentação dentro do leito, a permanência do regime em jorro estável e a presença de áreas de estagnação de partículas.

Tabela 4.11 - Efeitos das variáveis independentes na eficiência do processo de recobrimento em leite de jorro

Eficiência	Efeitos estimados	Desvio Padrão	T(3)	p	Limite de confiança de - 90%	Limite de confiança de 90%
Média	69,22	1,32	52,33	0	66,11	72,34
Z ₁ (Ta)	1,69	0,32	0,52	0,636	-5,92	9,32
Z₂ (Pa)	8,09	0,32	2,49	0,088	-15,71	-0,46
Z ₃ (Ws)	0,87	0,32	0,27	0,805	-6,75	8,49
Z ₁ x Z ₂	1,58	0,32	0,49	0,658	-6,03	9,82
Z ₁ x Z ₃	0,20	0,32	0,06	0,954	-7,42	7,82
Z ₂ x Z ₃	3,10	0,32	0,95	0,409	-4,52	10,72
Z₁ x Z₂ x Z₃	9,27	0,32	2,86	0,064	1,64	16,89

Os valores que aparecem na coluna T (3) são os efeitos padronizados, obtidos pela razão entre valor do efeito estimado e o desvio padrão. O número entre parentes corresponde ao número de graus de liberdade utilizado no calculado dos valores.

O efeito é considerado sem significância estatística quando o seu valor for inferior ao seu desvio padrão, ou quando os limites de confiança apresentam sinais contrários. O efeito assume apenas um valor positivo ou negativo e, como nenhum dos valores num intervalo de confiança é mais provável do que outro, pode muito bem ser que o verdadeiro valor do efeito seja zero. Isto implica que não há confiabilidade no intervalo.

Os valores de efeito revelam que a variável pressão de atomização é significativa estatisticamente para este caso, e apresenta efeito negativo. Já a interação de todas as variáveis independentes (Z₁ x Z₂ x Z₃) é também significativa, com efeito positivo na eficiência do processo.

Através do diagrama de Pareto podemos visualizar quais termos apresentaram maior influência no processo, a 90% de significância (Figura 4.5).

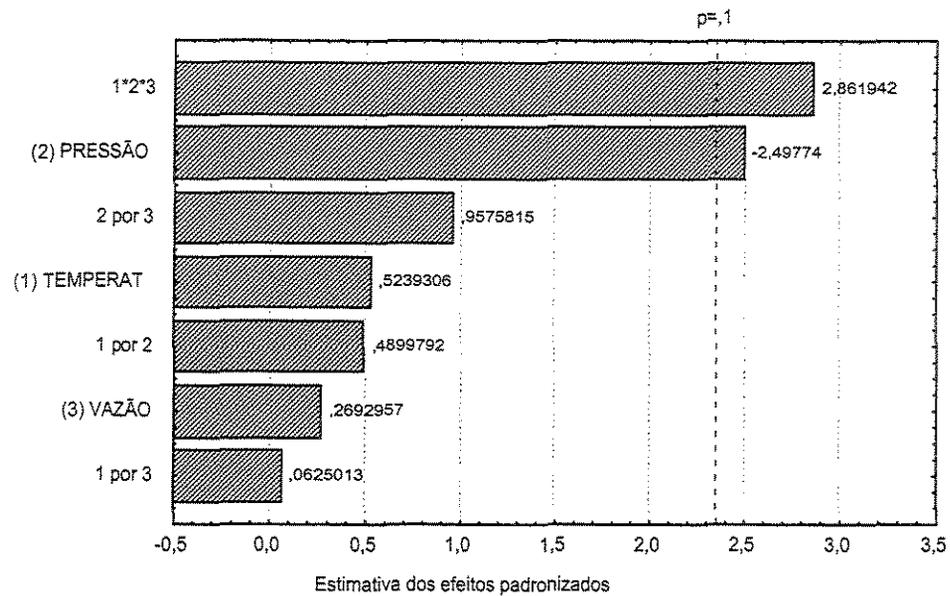


Figura 4.5 - Diagrama de Pareto para a eficiência do processo de recobrimento em leito de jorro

Neste caso, o valor absoluto equivale a 2,35, correspondente a banda do limite de confiança 0,10, e todos os valores de efeitos que estiverem fora dela não são considerados significativos.

Os resultados estatísticos confirmam o que foi observado durante a fase experimental, com relação às perdas de solução por elutriação, aderência de solução na parede do leito e no bico atomizador. As perdas por elutriação ocorreram com muita intensidade nos ensaios 3 e 4, correspondendo à pressão de atomização de 25 psi, valor mais alto para pressão de atomização no delineamento experimental.

Com relação aos ensaios 8 e 3, os quais têm a variável pressão de atomização no valor mais alto, e conseqüentemente efeito negativo, apresentaram um valor de eficiência de 68,2% e 75,6%, respectivamente. Estes valores provavelmente sofreram a influência positiva da interação entre as variáveis independentes ($Z_1 \times Z_2 \times Z_3$), anulando o efeito da variável isolada. Portanto, quando existir influência da combinação entre variáveis, não é possível analisar a resposta considerando apenas os efeitos das variáveis isoladas, pois os efeitos combinados podem minimizar ou até anular os efeitos individuais. O resultado da interação negativa ($Z_1 \times Z_2 \times Z_3$) também pode ser visto nas corridas 1 e 6, minimizando o efeito positivo da pressão.

Os ensaios 4 e 7 foram os que apresentaram menor eficiência de processo causada pelo alto valor de pressão de atomização e pela interação negativa ($Z_1 \times Z_2 \times Z_3$). Em

contrapartida, as corridas 2 e 5 apresentaram as melhores eficiências do processo, justificada pela baixa pressão utilizada e pelo efeito positivo da interação ($Z_1 \times Z_2 \times Z_3$), com níveis (+; -; -) e (-; -; +). Com esta última análise é possível afirmar que ao utilizar o nível mais baixo de pressão, juntamente com o maior nível de temperatura e menor nível de vazão ou menor nível de temperatura e maior nível de vazão, tem-se as melhores condições de eficiência do processo. Semelhante resultado, envolvendo temperatura e vazão de alimentação, foi relatado por LIU & LITSTER (1991), quando trabalharam em leito de jorro recobrando 13 diferentes tipos de sementes com fertilizantes. Eles obtiveram maior eficiência ao utilizar baixa temperatura no leito e alta taxa de alimentação de suspensão, proporcionando maior umidade no interior do leito, desde que mantendo a operação em jorro estável.

Entretanto, como a umidade no interior do leito interfere na eficiência, será apresentada uma análise com base na umidade das sementes durante o processo, item 4.2.7.

O modelo estatístico é usado para descrever as respostas do planejamento fatorial, sendo formulado em termos dos efeitos significativos. Portanto, para o recobrimento das sementes em leito de jorro, apenas a variável pressão de atomização ($Z_2: P_a$) e a interação ($Z_1 \times Z_2 \times Z_3$) foram significativas, sendo elas utilizadas no modelo. A Tabela 4.12 apresenta os valores dos coeficientes de regressão para o modelo codificado, apresentando limite de confiança de 90%.

Tabela 4.12 – Coeficiente de regressão para estimativa do modelo estatístico da eficiência do processo de recobrimento em leito de jorro

Variáveis independentes	Coefficiente de regressão	Desvio padrão	Limite de confiança -90%	Limite de confiança +90%
Média	69,22	1,32	66,11	72,34
$Z_2 P_a$	-4,05	1,62	-7,86	-0,23
$Z_1 \times Z_2 \times Z_3$	4,64	1,62	0,82	8,45

A seguir apresenta-se a Equação (4.1) que fornece uma estimativa da eficiência do processo em leito de jorro, correspondente ao modelo estatístico de 1ª ordem codificado.

$$\eta = 69,22 - 4,05Z_2 + 4,64 Z_1 \cdot Z_2 \cdot Z_3 \quad (4.1)$$

Aplicando-se o método da regressão estatística, obteve-se através do software STATISTICA for Windows® (2000), o modelo de 1ª ordem para a eficiência do processo em leito de jorro, sendo possível comparar os valores calculados e experimentais, conforme mostra a Figura 4.6. Nota-se os desvios positivos e negativos ao longo da linha ideal, indicando que o modelo é adequado para representá-los. Essa impressão não é confirmada pelo gráfico dos resíduos (Figura 4.7). Pode-se observar que não houve uma distribuição aleatória, o que invalida o modelo estatístico como preditivo.

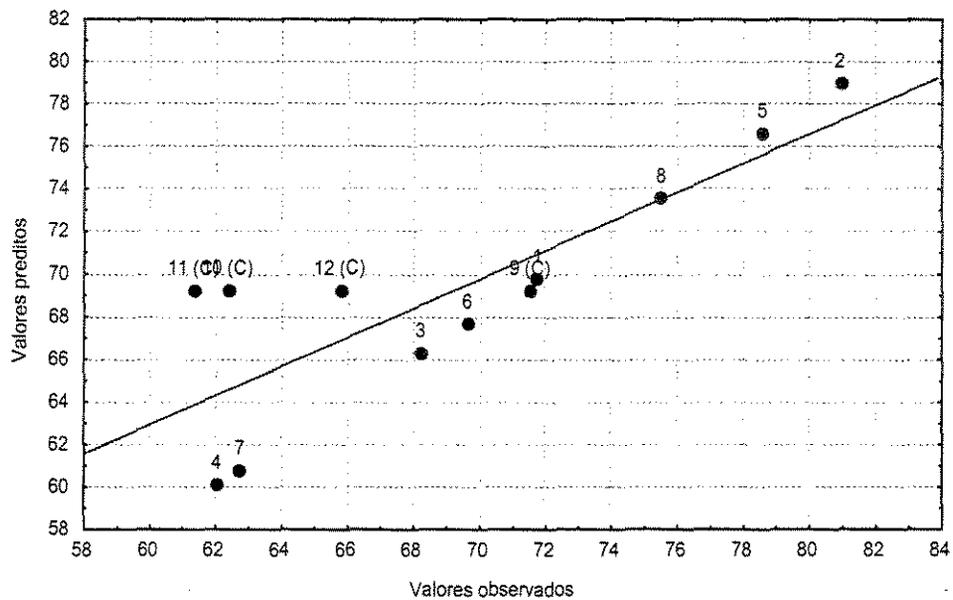


Figura 4.6 – Valores preditos relacionados com valores observados para a eficiência do processo em leito de jorro

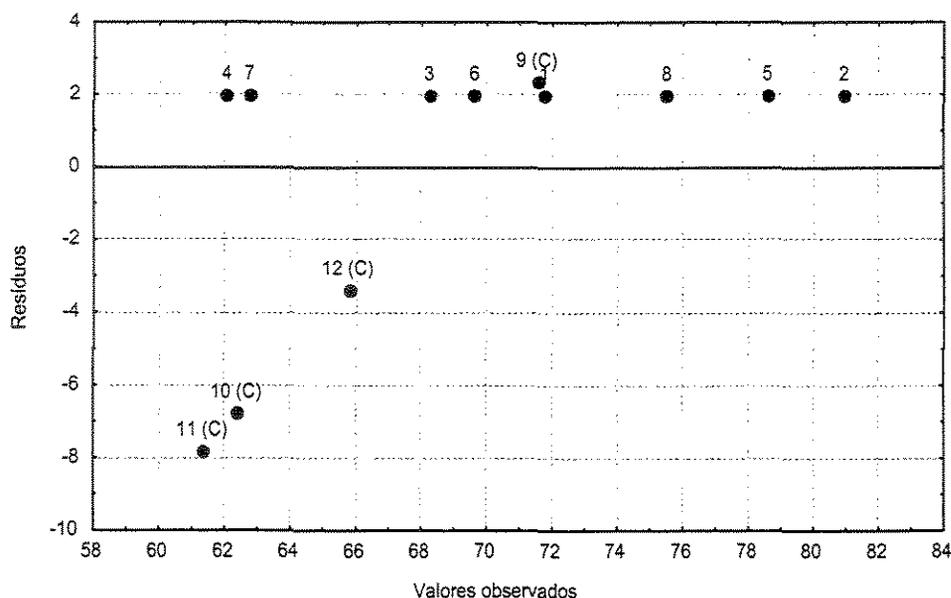


Figura 4.7 – Gráfico dos resíduos para a eficiência do processo em leito de jorro

Uma análise de variância (ANOVA) do modelo estatístico para eficiência do processo em leito de jorro foi realizada. Por essa análise, foi possível obter a significância do modelo representado pela Equação (4.1). A Tabela 4.13 apresenta os resultados dessa análise.

Tabela 4.13 – Análise de variância dos valores de eficiência do processo de revestimento em leito de jorro

Fonte de variação	Número de graus de liberdade - GL	Soma Quadrática SQ	Média Quadrática MQ
Regressão - (R)	2	302,93	151,46
Resíduos - (r)	9	187,11	20,79
Falta de Ajuste - (faj)	6	124,13	20,69
Erro Puro - (ep)	3	62,98	20,99
Total - (T)	11	490,05	

O procedimento de avaliação do desempenho do modelo começa pela análise dos desvios das observações em relação à média global. Uma parte da variação total das observações em torno da média é descrita pela equação de regressão, e o restante fica por conta dos resíduos. Quanto mais próxima do valor 1 estiver a fração descrita pela regressão, melhor será o ajuste do modelo aos dados observados.

$$R^2 = \frac{SQ_R}{SQ_T} \quad (4.2)$$

Substituindo os valores de SQ_R e SQ_T na Equação 4.2, temos R^2 de 0,6182, o que significa que 61,82% da variação total em torno da média é explicada pela regressão, ficando apenas 38,18% com os resíduos.

O valor de Fisher obtido através da razão MQ_R/MQ_T é de 7,28 superior ao valor tabelado de 4,26 para $F_{2,9}$ (tabelado no nível de 95%); entretanto a regressão obtida, embora significativa do ponto de vista do teste F, não é útil para realizar previsões, por cobrir uma faixa de variação pequena dos fatores estudado. Segundo NETO, SCARMINIO e BRUNS (1995), para que uma regressão seja não apenas estatisticamente significativa mas também útil para fins preditivos, o valor da razão MQ_R/MQ_T deve ser no mínimo quatro a cinco vezes o valor de $F_{1,n-2}$.

Não há evidencia de falta de ajuste, o que foi confirmado pelo valor da razão MQ_{faj}/MQ_{ep} igual a 0,9854, que é menor do que $F_{6,3}$ de 8,94 (tabelado no nível de 95%).

O coeficiente de determinação R^2 indica que o modelo consegue explicar 61,82% da variabilidade de eficiência ocorrida nos ensaios, mas esse valor não foi comparado com 100% por causa da contribuição devida ao erro puro. Como não há modelo que consiga reproduzir a soma quadrática do erro puro, o valor máximo explicável corresponde a $(SQ_T - SQ_{ep})/SQ_T$, que foi de 87,15 %.

4.2.2.3. Análise estatística do crescimento das sementes no final do processo de recobrimento, em leito de jorro

De forma a se verificar a influência das variáveis investigadas sobre o crescimento das sementes após o processo, realizou-se a análise dos efeitos baseada nas Tabelas 3.5 e 4.9. Além disso, nota-se que os valores obtidos para o crescimento das sementes, Tabela 4.9, encontram-se em um intervalo de 5% a 7%, o que caracteriza um recobrimento em filme.

A Tabela 4.14 apresenta os efeitos das variáveis independentes para o crescimento das sementes com um limite de confiança de 90%. Os termos em negrito na tabela correspondem aos termos com significância estatística.

Tabela 4.14 - Efeito das variáveis independentes para o crescimento

Crescimento	Efeito estimado	Desvio Padrão	T(4)	p	Limite de confiança de -90%	Limite de confiança de 90%
Média	6,00	0,12	50,68	0	5,72	6,28
Z ₁ (Ta)	0,09	0,29	0,32	0,765	-0,58	0,77
Z₂ (Pa)	-0,69	0,29	-2,38	0,097	-1,37	0,076
Z ₃ (Ws)	0,08	0,29	0,29	0,788	-0,59	0,76
Z ₁ x Z ₂	0,13	0,29	0,45	0,684	-0,55	0,81
Z ₁ x Z ₃	-0,005	0,29	-0,017	0,987	-0,68	0,67
Z ₂ x Z ₃	0,27	0,29	0,93	0,420	-0,41	0,95
Z₁ x Z₂ x Z₃	0,80	0,29	2,76	0,070	0,11	1,48

A pressão de atomização (Z₂: Pa) apresentou efeito negativo e significativo no crescimento das sementes. Já a interação de todas as variáveis independentes (Z₁ x Z₂ x Z₃) apresentou efeito positivo e significativo no crescimento das sementes, sendo este o efeito de maior magnitude dentre os estimados. Existe uma concordância com os resultados obtidos para a eficiência, já que as duas variáveis de resposta estão relacionadas entre si, pelos valores das massas, ou seja, obtivemos maior crescimento da partícula para maior eficiência do processo.

A Figura 4.8 apresenta o diagrama de Pareto para o crescimento das sementes no processo de recobrimento, para um limite de confiança de 90%.

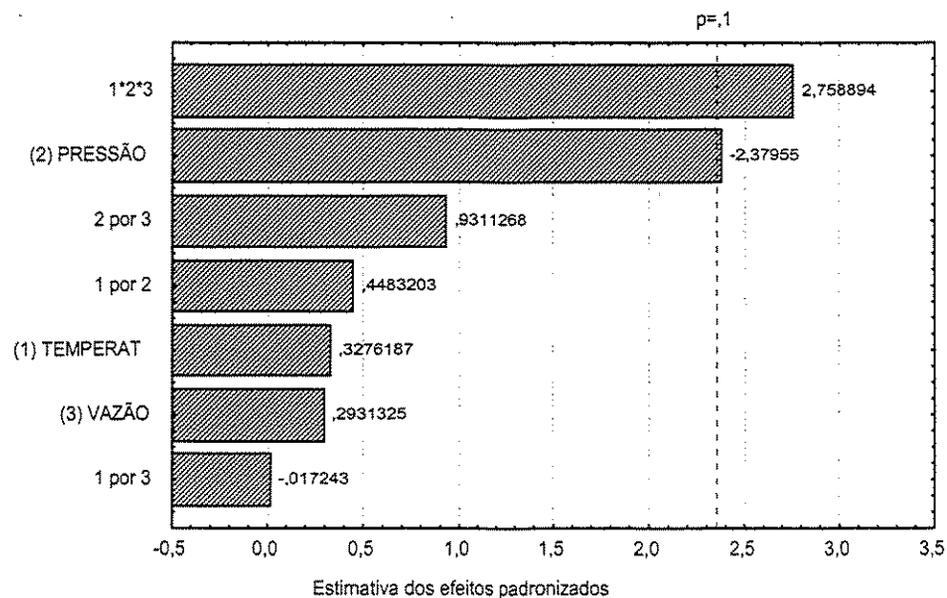


Figura 4.8 - Diagrama de Pareto para o crescimento das sementes no processo de recobrimento

Neste caso, o valor absoluto equivale a 2,35, correspondente à banda do limite de confiança 0,10, e todos os valores de efeito que estiverem fora dela não são considerados significativos.

Os ensaios 3, 4, 7 e 8 apresentam crescimento das sementes na faixa de 5% a 6,5%, sendo que, nestes ensaios, a variável pressão de atomização está em nível mais alto. Entretanto, o que difere estes ensaios é a interação positiva das três variáveis de processo para os ensaios 3 e 8.

Possivelmente, as perdas por elutriação, ocorridas nos ensaios 3 e 4, foram mais significativas quando comparadas às perdas pela aderência de suspensão no equipamento, ocorridas nos ensaios 7 e 8. Esse fato garantiu dentre eles um maior valor de crescimento para o ensaio 8, onde $\delta = 6,5$, e um menor valor de crescimento para o ensaio 4, onde $\delta = 5,32$. Semelhantes discussões para a eficiência são aplicadas ao crescimento; sendo assim, os ensaios 2 e 5 apresentaram maior crescimento das sementes de aproximadamente 8%. Em contrapartida, os ensaios 4 e 7 foram os que apresentaram menor crescimento das sementes, causado pelo alto valor de pressão de atomização e pela interação negativa ($Z_1 \times Z_2 \times Z_3$).

O efeito significativo das variáveis independentes e suas interações nas respostas poderiam ser utilizadas na obtenção de um modelo estatístico, representado por meio de uma equação. Entretanto, por analogia à eficiência, a distribuição dos resíduos não é aleatória, e o modelo não é preditivo.

4.2.3 Germinação, Envelhecimento Acelerado e velocidade de Emergência em Solo para Sementes Recobertas em Leito de Jorro

4.2.3.1. Planejamento fatorial para análise estatística da germinação, envelhecimento acelerado e velocidade de emergência em solo, das sementes recobertas em leito de jorro

As sementes de brócolos recobertas com polímero foram analisadas através de um planejamento fatorial completo 2^3 com quatro pontos centrais, sendo as variáveis: vazão de suspensão de recobrimento (Ws), temperatura do ar de jorro (Ta) e pressão do ar de atomização (Pa), com a finalidade de obter a influência destas variáveis no potencial de

germinação (G), vigor após o envelhecimento acelerado (V_{24}) e vigor baseado na velocidade de emergência em solo (V_{IVE}).

As condições de operação foram baseadas nas três variáveis independentes já apresentadas, em dois níveis e quatro pontos centrais para a melhor reprodutibilidade do processo, apresentadas na Tabela 3.5.

A matriz experimental é apresentada na Tabela 4.15 com valores das variáveis independentes, contendo os valores médios das variáveis de resposta.

Tabela 4.15 – Condições operacionais utilizadas no planejamento e resultados de germinação, envelhecimento acelerado e velocidade de emergência em solo, para sementes recobertas em leito de jorro

Ensaio	Temperatura (°C) (T_a)	Pressão (psi) (Pa)	Vazão (ml/min) (Ws)	Germinação % (G)	Envelhecimento % (V_{24})	Emergência em solo (IVE)
1	50	15	6	97	68,5	4,35
2	70	15	6	96	70,5	4,55
3	50	25	6	89,5	66,5	4,39
4	70	25	6	87	72,7	4,47
5	50	15	8	96,5	63	4,48
6	70	15	8	96	67,5	4,42
7	50	25	8	90,5	61	4,37
8	70	25	8	94	73,2	4,52
9	60	20	7	89,5	68	4,27
10	60	20	7	91	66,5	4,36
11	60	20	7	90,5	73	4,52
12	60	20	7	94	65	4,35

A matriz codificada refere-se aos ensaios de 1 a 8 mostrados na Tabela 4.16 contendo os coeficientes de contraste, e todos os sinais necessários para os cálculos dos efeitos.

Tabela 4.16 – Matriz codificada com os coeficientes de contrastes para germinação, envelhecimento acelerado e velocidade de emergência em solo das sementes, após processo de recobrimento em leito de jorro

Ensa- ios	Média	1	2	3	12	13	23	123	Germina- ção	Envelhe- cimento	Emergên- cia
		Ta	Pa	Ws					% (G)	% (V ₂₄)	(IVE)
1	+	-	-	-	+	+	+	-	97	68,5	4,35
2	+	+	-	-	-	-	-	+	96	70,5	4,55
3	+	-	■	-	-	+	+	+	89,5	66,5	4,39
4	+	+	■	-	+	-	-	-	87	72,7	4,47
5	+	-	-	+	+	-	-	+	96,5	63	4,48
6	+	+	-	+	-	+	+	-	96	67,5	4,42
7	+	-	■	+	-	-	-	-	90,5	61	4,37
8	+	+	■	+	+	+	+	+	94	73,2	4,52

As marca cinza claro e cinza escuro, sobre as variáveis codificadas, representam as condições experimentais que resultaram em respostas significativas positivas e negativas, respectivamente, para o envelhecimento acelerado (V₂₄) e a germinação (G), conforme resultados estatísticos.

4.2.3.2. Análise estatística da germinação das sementes recobertas, em leito de jorro, através do planejamento fatorial

Os resultados de germinação das sementes recobertas, obtidos no planejamento estatístico, são interpretados a partir do cálculo dos efeitos principais e dos efeitos de interação entre os fatores. Os valores do poder germinativo das sementes, que passaram pelo recobrimento com a suspensão de hidroxietilcelulose, variam de 89,5 a 97%, conforme apresentados na Tabela 4.15, os quais são considerados adequados, de acordo com a literatura.

A Tabela 4.17 apresenta os efeitos das variáveis independentes na germinação das sementes recobertas, com um limite de confiança de 95%.

Tabela 4.17 – Efeitos das variáveis independentes na germinação das sementes, após processo de recobrimento em leito de jorro

Germinação	Efeitos estimados	Desvio Padrão	T(3)	p	Limite de confiança de - 95%	Limite de confiança de 95%
Média	92,62	0,56	165,69	0	90,84	94,40
Z ₁ (Ta)	-0,12	1,37	-0,09	0,033	-4,48	4,23
Z₂ (Pa)	-6,12	1,37	-4,47	0,201	-10,48	-1,76
Z ₃ (Ws)	1,87	1,37	1,37	0,264	-2,48	6,23
Z ₁ x Z ₂	0,62	1,37	0,45	0,679	-3,73	4,98
Z ₁ x Z ₃	1,62	1,37	1,18	0,321	-2,73	5,98
Z ₂ x Z ₃	2,12	1,37	1,55	0,218	-2,23	6,48
Z ₁ x Z ₂ x Z ₃	1,37	1,37	1,00	0,389	-2,98	5,73

A análise dos efeitos para germinação revela valor significativo e negativo para a variável independente pressão de atomização (Z₂: Pa), quando o limite de confiança é de 95%.

A pressão de atomização (Z₂: Pa) foi a única variável independente a ter efeito negativo e significativo no potencial de germinação das sementes recobertas. Sendo que a temperatura apresentou efeito de menor magnitude dentre todos os estimados. Através do diagrama de Pareto visualiza-se que a variável independente pressão de atomização (Z₂: Pa) apresentou valor estatístico significativo do efeito, e confirma sua influência na germinação das sementes recobertas.

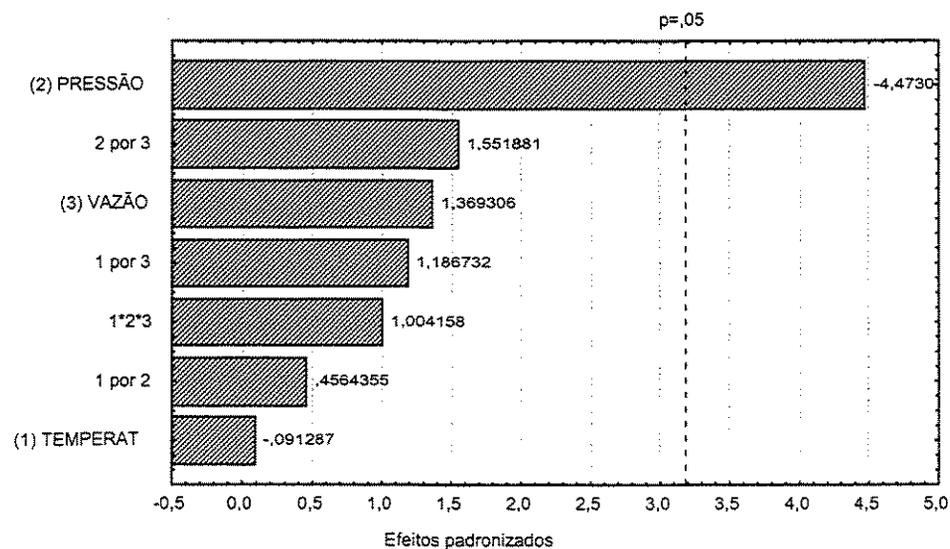


Figura 4.9 - Diagrama de Pareto para a germinação das sementes, após processo de recobrimento em leito de jorro

Neste caso, o valor absoluto equivale a 3,17, correspondente à banda do limite de confiança 0,05, e todos os valores de efeito que estiverem fora dela não são considerados significativos

Com base nas Tabelas 4.16 e 4.17, verifica-se que o poder germinativo das sementes recobertas depende da variação de pressão de atomização (Z_2 : Pa), ocorrendo efeito negativo significativo na perda de germinação, ao passar do nível (-1) para (+1). Entretanto, a temperatura do ar de jorro (Z_1 :Ta) não influenciou os resultados de germinação.

A pouca influência da temperatura pode ser explicada quando analisamos o processo experimental que envolve as sementes. Durante esta fase foram feitas medidas de temperatura em quatro pontos no leito de jorro, conforme descrito em materiais e métodos. O ar de entrada aquecido foi mantido à temperatura constante, sendo que ao entrar em contato com as sementes em recobrimento teve sua umidade aumentada no processo de recobrimento com a suspensão aquosa atomizada, ocorrendo o equilíbrio entre a temperatura do ar de entrada, a temperatura da suspensão e a temperatura das sementes. Como a atomização da suspensão é contínua durante o processo de recobrimento, pode-se considerar que as sementes estavam constantemente envolvidas por uma película úmida e essa umidade superficial faz com que a temperatura das sementes seja aproximadamente igual à temperatura de bulbo úmido do ar, bastante inferior à temperatura de entrada do ar no leito. Como exemplo, apresenta-se os valores médios de temperatura do ensaio de número 6, onde a temperatura do ar de entrada (T_e) foi de 70°C (nível mais alto), a temperatura de saída do ar (T_s) de 30 °C, a temperatura do leito na região de jorro (T_j) de 35 °C e temperatura no ânulo (T_a) de 32°C. A temperatura na faixa de 25 a 35°C, segundo DREW (1989) não afeta a porcentagem de germinação das sementes de *Brassica napus* L., fluidizadas durante 40 min. Entretanto sementes fluidizadas a temperatura de 40°C, acima de 40 min, apresentaram aumento de plântulas anormais. Os resultados obtidos por DREW (1989) possibilitaram a escolha segura da faixa de temperatura utilizada no recobrimento das sementes de *Brassica oleracea* L neste trabalho.

A resposta negativa nos valores de germinação das sementes, ocorrida ao utilizar pressão de atomização em nível (+1), pode ser atribuída aos choques mecânicos. Este fato

também foi verificado durante a fase experimental para pressão de atomização de 25 psi, ocorrendo fortes impactos das sementes com as paredes do leito.

As limitadas condições do equipamento podem ter contribuído para os resultados negativos da pressão sobre o potencial germinativo das sementes. Os fortes choques mecânicos das sementes com a parede do leito estavam relacionados às dimensões do leito e à posição do bico atomizador. As dimensões do leito, por outro lado, estavam limitadas à máxima carga de sementes por ensaio; e a posição do bico atomizador ficou limitada à área de recobrimento.

Observa-se que o poder germinativo das sementes foi pouco influenciado pela variação de vazão de solução ($Z_3:Ws$) utilizada. Entretanto, pode ser observado também que a queda na germinação é maior quando utiliza-se o nível (-1) para vazão e o nível (+1) para pressão, e pode ser explicado através da análise da própria camada de solução que envolve as sementes. Para maior vazão de solução, a superfície das sementes recebeu maior carga de suspensão tornando-as mais pesadas e modificando a dinâmica do leito, como consequência a força resultante na direção das paredes do leito foi de menor intensidade.

A diminuição do movimento das sementes no leito ocorreu devido ao contato do filme polimérico, que recobre a superfície das sementes, pela tendência de aglomeração entre as partículas, com aumento da formação das pontes líquidas, dificultando a ação da pressão de atomização sobre elas.

A análise de variância baseada em NETO *et al* (1995) é apresentada na Tabela 3A, em apêndice, e através dela avaliou-se a possibilidade do ajuste dos dados a um modelo linear.

A razão MQ_R/MQ_T é de 15,46 e para $F_{1,10}$ de 4,96 (tabelado no nível de 95%), sendo MQ_R/MQ_T apenas três vezes maior que o valor de F tabelado. Este resultado indica que, embora seja uma regressão significativa do ponto de vista do teste F, não será útil para realizar previsões, por cobrir uma faixa de variação pequena dos fatores estudados.

Verifica-se também que o modelo linear não é adequado ao analisar-se o valor de R^2 , explicando apenas 60,72% da variabilidade do poder de germinação das sementes recobertas, de um valor máximo explicável corresponde a 90,9%.

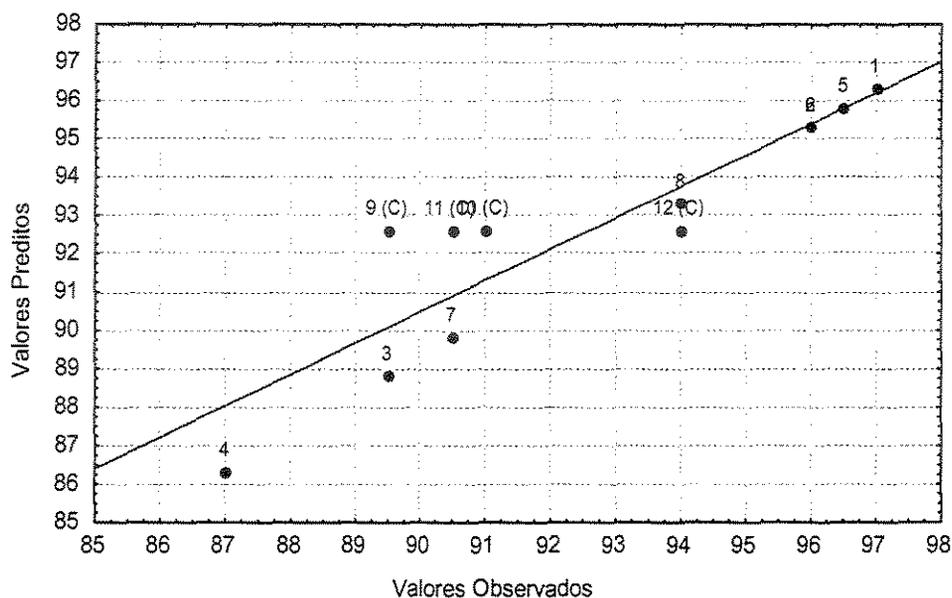


Figura 4.10 – Valores preditos em função dos valores experimentais, para a germinação das sementes, após processo de recobrimento em leito de jorro

A comparação entre os valores preditos e observados para germinação das sementes recobertas, Figura 4.10, revela que alguns pontos estão distantes da reta ajustada, principalmente os pontos centrais 9, 10, 11 e 12, confirmando a inadequação do modelo linear.

4.2.3.3. Análise da germinação das sementes recobertas em leito de jorro e sementes não recobertas, por um delineamento inteiramente casualizado

Os doze ensaios de recobrimento das sementes e as sementes não recobertas, denominadas de testemunhas, foram utilizados no desenvolvimento de um delineamento inteiramente casualizado (DIC), constando de 13 tratamentos e quatro repetições. A finalidade desta análise é determinar possíveis diferenças entre o potencial médio de germinação dos tratamentos. A Tabela 4.18 apresenta todos os valores obtidos e aplicados na forma do DIC.

Tabela 4.18 – Resultados de germinação para cada tratamento, referentes ao leito de jorro

Tratamen- tos	repetições				média	Variação máxima entre as repetições	Variação Máxima aceitável (ISTA, 1985)	Tukey 95 %
1	98	96	94	100	97	6	7	a
2	92	98	98	96	96	6	8	a
3	86	90	90	92	89,5	6	12	a
4	89	93	82	84	87	11	12	a
5	98	96	98	94	96,5	6	8	a
6	96	96	98	94	96	4	8	a
7	90	96	88	88	90,5	8	12	a
8	96	90	94	96	94	6	10	a
9	97	86	85	90	89,5	12	12	a
10	92	85	96	91	91	11	11	a
11	92	90	90	90	90,5	2	12	a
12	92	92	94	98	94	6	10	a
Testemu- nha	94	94	94	100	95,5	6	9	a

Com os resultados acima foi calculada a análise da variância (ANOVA), apresentada na Tabela 4.A, em apêndice.

O quadrado médio do tratamento (QM_{Trat}) mostra as diferenças entre tratamentos e resíduo. O quadrado médio do resíduo é a estimativa da variância s^2 entre os tratamentos, e sua raiz quadrada estima o desvio padrão. Temos assim, $s^2=QMR=19,87$ e $s=QMR^{1/2}=4,46$.

Para uma avaliação detalhada da diferença entre as médias de germinação dos tratamentos, realizou-se o teste de Tukey. A diferença mínima significativa (Δ) utilizada na prova de Tukey é calculada pela Equação 4.3

$$\Delta = q \frac{s}{\sqrt{r}} \quad (4.3)$$

onde:

q é a amplitude total, é apresentada tabelada ao nível de 5% de probabilidade;

s é a estimativa do desvio padrão;

r é o número de repetições de cada um dos tratamentos.

Nas condições de 13 tratamentos e 39 graus de liberdade para o resíduo, $q=4,99$. Então a diferença entre duas médias dos tratamentos iguais ou superior a $\Delta = 11,12\%$, é considerada significativa ao nível de 5% de probabilidade.

A Tabela 4.18 contém o resultado das comparações entre as médias dos tratamentos, sendo que as letras iguais na frente de cada média representam diferença não significativa pelo teste de Tukey.

Os resultados consistentes do teste de Tukey demonstram que não há diferença significativa entre os tratamentos, com um limite de confiança de 95%.

As respostas estão baseadas na tolerância máxima permitida na variação dos valores das repetições de germinação; esses valores são obtidos pela porcentagem média de germinação por tratamento, ISTA (1985). Ao realizar essas comparações pode-se impedir que dados incoerentes façam parte das análises.

Outro fator importante foi à garantia da qualidade do teste de germinação; observou-se alteração nas sementes durante a análise de germinação, como possíveis disseminações de fungos ou bactérias e desenvolvimento de plântulas difíceis de serem avaliadas.

As respostas para as análises revelam que o processo de recobrimento em leito de jorro não alterou o poder germinativo das sementes, indicando que não houve danos às sementes, e conseqüentemente não foram prejudicadas as estruturas essenciais do embrião e as partes que o constituem e os envolvem, como o sistema radicular, hipocótilo, cotilédones, epicótilo, broto apical e plúmulas. As germinações das sementes apresentaram valores compreendidos entre 89 e 97%. Estes resultados são compatíveis aos obtidos por MELLO *et al* (1999), na avaliação da qualidade fisiológica de sementes de brócolos (*Brassica oleracea* L. var. *Italica* Plenk.).

4.2.3.4 Análise estatística do envelhecimento acelerado (V_{24}) das sementes recobertas, em leito de jorro, através do planejamento fatorial

As análises a seguir são baseadas nas condições operacionais utilizadas no planejamento fatorial, apresentadas na Tabela 3.5.

Através das grandezas estimadas para os efeitos das variáveis, verifica-se que nenhuma delas apresentou efeito significativo ao nível de 95% de confiança, para o envelhecimento acelerado (V_{24}) das sementes recobertas conforme resultados mostrados na Tabela 5A, em apêndice.

A resposta obtida anteriormente para envelhecimento acelerado (V₂₄), permite que seja feita uma análise menos rigorosa para as respostas dos efeitos das variáveis, com um limite de confiança de 90%, conforme mostra a Tabela 4.19.

Tabela 4.19 – Efeitos das variáveis independentes no envelhecimento acelerado (V₂₄), após processo de recobrimento em leito de jorro

Envelhecimento acelerado	Efeitos estimados	Desvio Padrão	T(3)	p	Limite de confiança de - 90%	Limite de confiança de 90%
Média	67,96	1,00	67,78	0	65,598	70,32
Z₁ (Ta)	6,25	2,45	2,54	0,084	0,47	12,03
Z ₂ (Pa)	1,0	2,45	0,40	0,711	-4,78	6,78
Z ₃ (Ws)	-3,37	2,45	-1,37	0,263	-9,15	2,40
Z ₁ x Z ₂	3,0	2,45	1,22	0,309	-2,78	8,78
Z ₁ x Z ₃	2,12	2,45	0,86	0,450	-3,65	7,90
Z ₂ x Z ₃	0,87	2,45	0,35	0,745	-4,90	6,65
Z ₁ x Z ₂ x Z ₃	0,87	2,45	0,35	0,745	-4,90	6,65

Através das Tabelas 4.16 e 4.19, verifica-se que a temperatura do ar de jorro (Z₁: Ta) foi significativa, ao nível de 90% de confiabilidade. Quando o nível de temperatura passou de (-1) para (+1), houve a diminuição do envelhecimento acelerado (V₂₄) das sementes recobertas.

Quando a pressão está em nível (+1) e a temperatura no nível (+1) verificou-se diminuição do envelhecimento acelerado. Esse fato pode estar relacionado à diminuição de umidade das sementes. As sementes menos úmidas, em geral, são menos sensíveis às condições do teste de envelhecimento, atenuando os efeitos negativos. Da mesma forma, quando a temperatura do ar de jorro se encontrava em nível (-1) e vazão de solução em nível (+1), ocorreu uma maior queda do vigor V₂₄ das sementes recobertas. Este resultado é também explicado pelo aumento do teor de umidade das sementes. As sementes mais úmidas, de modo geral, são mais sensíveis às condições do teste de envelhecimento acelerado.

O diagrama de Pareto apresentado na Figura 4.11 mostra o efeito positivo da temperatura sobre o envelhecimento das sementes, superando o valor absoluto equivalente a 2,35, e sobrepondo a área de significância de 0,10.

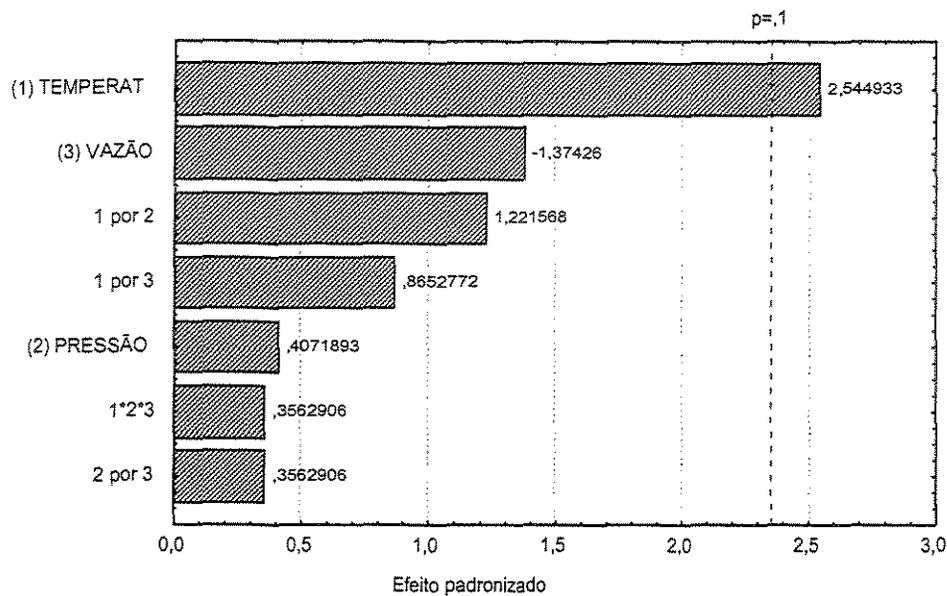


Figura 4.11 - Diagrama de Pareto para envelhecimento acelerado (V_{24}), após processo de recobrimento em leito de jorro

Através da análise de variância, verificou-se a possibilidade do ajuste de um modelo linear. Utilizando os valores da Tabela 6.A, apresentado no apêndice, temos MQ_R/MQ_T de valor 8,88 sendo maior que $F_{1,10}$ que é de 4,96 (tabelado no nível de 95%), porém embora significativa também não será útil para realizar previsões, por cobrir uma faixa de variação pequena dos fatores estudados.

A inadequação do modelo linear é confirmada com a análise do R^2 , que consegue explicar apenas 47,04% da variabilidade de germinação das sementes recobertas, para o valor máximo explicável correspondente a 78,63.

Os valores do modelo para o envelhecimento acelerado (V_{24}) das sementes recobertas foram comparados aos valores experimentais através da Figura 4.12. Observa-se que os pontos não apresentam uma boa distribuição ao longo da reta ajustada, principalmente para os pontos centrais 9, 10, 11 e 12, indicando que o modelo linear não é adequado.

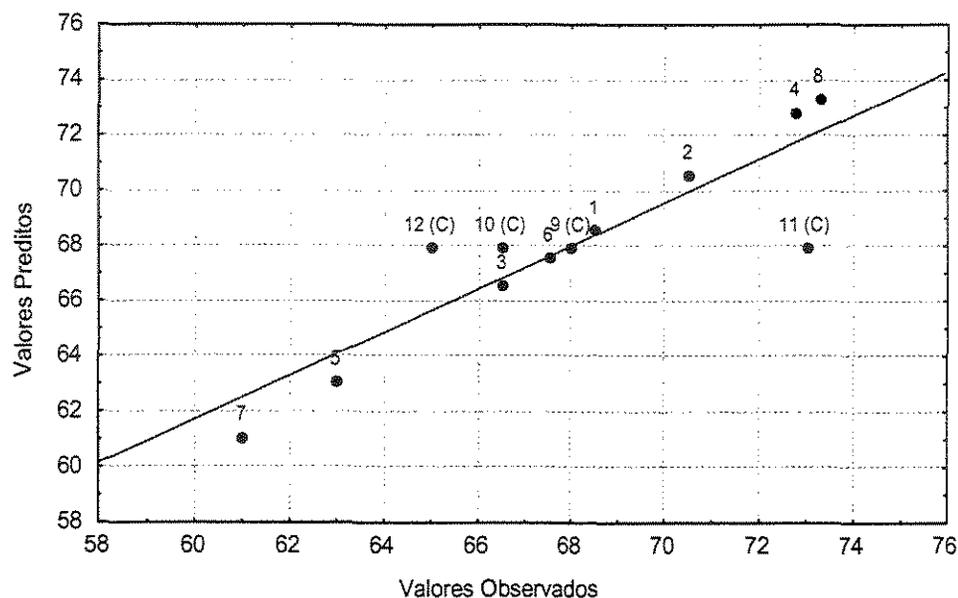


Figura 4.12 – Valores preditos em função de valores observados para envelhecimento acelerado (V_{24}), após processo de recobrimento em leito de jorro

4.2.3.5 Análise do envelhecimento acelerado (V_{24}) das sementes recobertas em leito de jorro e sementes não recobertas, por um delineamento inteiramente casualizado

Com a finalidade de se obter as diferenças entre os tratamentos para as respostas de vigor V_{24} das sementes recobertas, foi desenvolvido um Delineamento Inteiramente Casualizado. Os resultados obtidos para cada tratamento estão apresentados na Tabela 4.20.

Tabela 4.20 – Resultados do envelhecimento acelerado (V_{24}) para cada tratamento, referentes ao leito de jorro

Tratamen- tos	repetições				média	Varição máxima entre as repetições	Varição máxima aceitável (ISTA, 1985)	Tukey 95 %
1	64	70	66	74	68,5	10	18	b
2	64	72	80	66	70,5	16	18	b
3	70	62	72	62	66,5	10	19	b
4	73	72	76	70	72,7	6	17	b
5	70	62	60	60	63	10	19	b
6	62	70	70	68	67,5	8	18	b
7	64	56	64	60	61	8	19	b
8	80	64	73	76	73,2	16	17	b
9	74	62	64	72	68	12	18	b
10	62	72	60	72	66,5	12	19	b
11	76	78	62	76	73	16	17	b
12	70	62	64	64	65	8	19	b
testemunha	71	78	74	72	73,75	7	17	b

Com os resultados da Tabela 4.20, realizou-se a análise da variância dos dados (ANOVA), apresentada na Tabela 8A, em apêndice.

A estimativa da variância dos valores médios dos tratamentos (s^2) foi de 27,31, e do desvio padrão (s) de 5,22. Nas condições de 13 tratamentos e 39 graus de liberdade para o resíduo (q) foi de 4,98, a diferença entre as médias dos tratamentos iguais ou superior a Δ foi de 13,01 % sendo considerada significativa ao nível de 5% de probabilidade. Os resultados das comparações entre as médias dos tratamentos, através do teste de Tukey estão representados na Tabela 4.20.

Os resultados do teste de Tukey indicam que não há diferença entre os tratamentos com um limite de confiança de 95%. Pode-se afirmar que o processo de recobrimento, das sementes com HEC em leito de jorro, não prejudicou o vigor das sementes recobertas, apresentando resultados proporcionais aos encontrados para as sementes testemunha. O vigor V_{24} das sementes ficou na faixa de 61 a 73%.

Resultados significativos para distinguir lotes de sementes de brócolos foram obtidos por MELLO *et al* (1999), quando realizou testes de envelhecimento por 48 horas à temperatura de 42°C. Esta diferença de resultados, referente ao tempo de exposição em

câmara de envelhecimento, pode ser justificada pela cultivar utilizada em cada um dos trabalhos.

4.2.3.6. Análise estatística da velocidade de emergência em solo (V_{IVE}) das sementes recobertas, em leito de jorro, através do planejamento fatorial

Através do planejamento fatorial, apresentado na Tabela 3.5, foi realizada a análise dos efeitos das variáveis independentes na velocidade de emergência em solo (V_{IVE}) das sementes recobertas com HEC em leito de jorro, com um limite de confiança de 95%.

A estimativa dos efeitos para o vigor V_{IVE} das sementes recobertas, não apresentou valores significativos para nenhuma das variáveis independentes, quando o limite de confiança foi de 95%. (Tabela 7A, em apêndice). Contudo, é possível identificar as tendências de influência dos efeitos de cada variável investigada e suas interações.

A seguir o diagrama de Pareto apresenta o valor absoluto equivalente a 3,18, correspondente à banda do limite de confiança 0,05, e todos os valores de efeito que estão abaixo deste valor não foram considerados significativos.

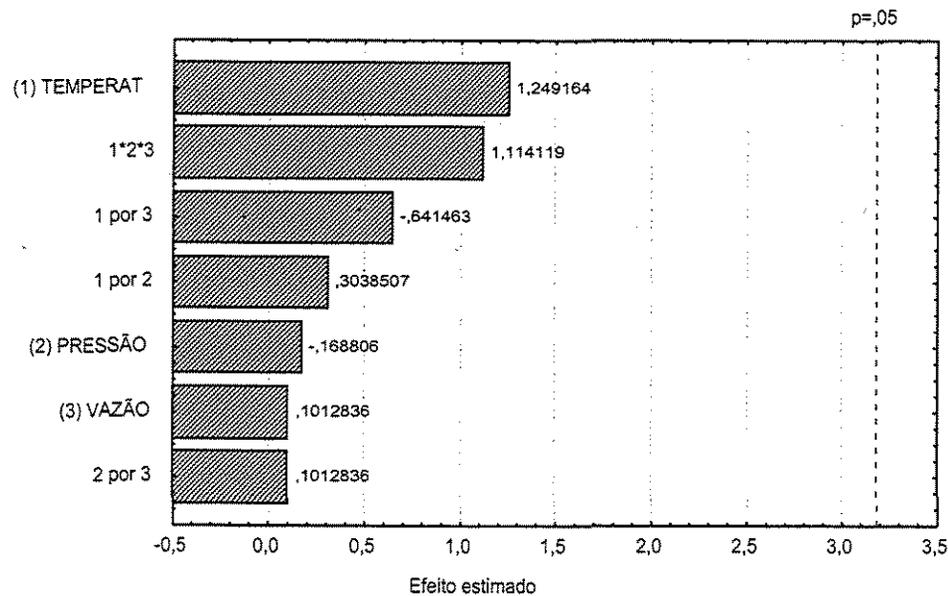


Figura 4.13 - Diagrama de Pareto para a velocidade de emergência (V_{IVE}) das sementes recobertas em leito de jorro

Os efeitos da temperatura do ar de jorro (Z_1 : T_a), para a velocidade de emergência em campo (V_{IVE}) não foi significativo, mas apresentou o maior efeito quando comparado aos demais. Esse efeito positivo da temperatura já havia sido observado para o envelhecimento acelerado (V_{24}) das sementes recobertas.

4.2.3.7 Análise da velocidade de emergência (V_{IVE}) das sementes recobertas em leito de jorro e sementes não recobertas, por um delineamento inteiramente casualizado

A velocidade de emergência é um dos conceitos mais antigos de vigor de sementes, e baseia-se no princípio de que há uma relação direta entre a velocidade de emergência e o vigor das sementes.

A velocidade de emergência (V_{IVE}) das sementes foi avaliada através do delineamento inteiramente casualizado. Os resultados obtidos para cada tratamento estão apresentados na Tabela 4.21.

Tabela 4.21 – Resultados da velocidade de emergência (V_{IVE}) para cada tratamento em leito de jorro

tratamentos	repetições				média	Tukey 95%
1	4,29	4,52	4,28	4,32	4,35	c
2	4,54	4,48	4,61	4,57	4,55	c
3	4,61	4,36	4,42	4,19	4,39	c
4	4,32	4,33	4,65	4,58	4,47	c
5	4,26	4,44	4,37	4,87	4,48	c
6	4,64	4,39	4,46	4,21	4,42	c
7	4,38	4,68	4,18	4,26	4,37	c
8	4,35	4,91	4,33	4,5	4,52	c
9	4,5	4,25	4,29	4,05	4,27	c
10	4,36	4,2	4,64	4,26	4,36	c
11	4,31	4,77	4,52	4,5	4,52	c
12	4,24	4,32	4,44	4,44	4,35	c
testemunha	4,36	4,32	4,39	4,41	4,37	c

A análise da variância dos valores de velocidade de emergência (V_{IVE}) para os tratamentos é apresentada na Tabela 9A, em apêndice. A variância dos valores médios dos tratamentos equivalentes a s^2 foi de 0,0317, e o desvio padrão s de 0,178.

A diferenças entre as médias dos tratamentos para o valor de vigor V_{IVE} é considerada significativa para um valor igual ou superior a $\Delta = 0,443$, com um limite de confiança de 95%. O resultado das comparações entre as médias dos tratamentos, pelo teste de Tukey, está representado na Tabela 4.21.

Os resultados do teste de Tukey revelam que não há diferença entre os tratamentos. Pode-se afirmar que o processo de recobrimento com HEC em leito de jorro não alterou a velocidade de emergência das sementes em solo.

As sementes de brócolos nos 13 tratamentos apresentaram comportamentos semelhantes em solo, praticamente todas as sementes germinaram e originaram plântulas saudáveis. Observou-se também a ocorrência de maior intensidade de cor verde das folhas primárias e maior dificuldade de emergência das plântulas, comparada ao teste em laboratório, sendo este comportamento esperado para todos os tratamentos.

As sementes recobertas germinaram em um período de 4 a 5 dias. Como as condições do ambiente em campo são variáveis, os resultados obtidos não podem ser comparados a resultados para estações do ano ou localidades distintas. TOWER & MAGUIRE (1990) verificaram que mesmo realizando o teste de velocidade de emergência em época recomendada para semeadura de trigo, as variações de temperatura no decorrer do teste ocasionaram atraso na emergência das plântulas.

Ao realizar-se a comparação entre os resultados experimentais e os calculados, para germinação e envelhecimento acelerado das sementes, nota-se que os valores nos pontos centrais estão longe da reta ajustada. A repetição desses ensaios talvez fosse uma solução, pois, mesmo não modificando as tendências verificadas, poderiam fornecer um modelo preditivo.

4.2.4 Quantidade de Aglomerados para Leito de Jorro

Normalmente a formação de aglomerados, durante o processo de recobrimento, é causada pelas gotas de solução atomizada sobre as partículas, que interagem através de pontes líquidas, e com o decorrer do processo secam formando as pontes sólidas. Deste modo, durante o recobrimento de partículas, a vazão de solução de recobrimento deve ser regulada de tal forma que não interfira na estabilidade do processo e não cause aderência excessiva entre as partículas e entre as partículas e as paredes do leito.

O estudo preliminar realizado para definir os parâmetros a serem utilizados no recobrimento de sementes de brócolos em leito de jorro mostrou que há um valor limite do volume de alimentação de solução pelo volume de partículas no leito acima do qual a formação de aglomerados não pôde ser controlada, levando ao colapso do movimento no leito de jorro. Este comportamento é compatível com o relatado por SCHNEIDER & BRIDGWATER (1993), entre outros. Eles puderam verificar também que a diminuição de líquido no leito, atribuído à secagem, é um fator contribuinte para o aumento das forças coesivas. Assim, um pequeno aumento da vazão de ar, mantendo o movimento fluidodinâmico em jorro estável, poder contribuir para melhorar a circulação do leito, quebrando as pontes líquidas solidificada entre as sementes. Este procedimento, de aumentar a vazão de ar durante alguns ensaios, conforme a necessidade, foi decisivo na obtenção de uma baixa quantidade de aglomerados encontrado no final do processo de recobrimento.

LIU & LITSTER (1991), trabalhando com várias partículas, constataram que as partículas maiores apresentam maior inércia, o que possibilita a formação de embriões aglomerados relativamente fácil no processo de jorro.

A quantidade de aglomerados, em relação à massa inicial de sementes utilizada em cada ensaio, ficou na faixa de 0,1 a 2,2%. Este resultado indica que os valores utilizados nos parâmetros de vazão de solução, pressão de atomização e temperatura do ar de jorro não contribuíram para a formação de aglomerados durante o processo de recobrimento em leito de jorro.

4.2.5 Diâmetro de Sauter e Esfericidade das Sementes Recobertas em Leito de Jorro.

A Tabela 4.22 mostra os valores médios do diâmetro e da esfericidade, para as sementes de brócolos recobertas nos ensaios de 1 a 12 e sementes não recobertas, sendo as sementes não recobertas representadas através do ensaio número “zero”.

Tabela 4.22 - Diâmetro médio (d_i) e esfericidade (ϕ), após recobrimento em leito de jorro.

	d_i (mm)	ϕ
0	1,66	$0,64 \pm 0,08$
1	1,65	$0,70 \pm 0,08$
2	1,67	$0,65 \pm 0,07$
3	1,66	$0,64 \pm 0,09$
4	1,65	$0,72 \pm 0,05$
5	1,68	$0,64 \pm 0,07$
6	1,68	$0,73 \pm 0,06$
7	1,68	$0,64 \pm 0,07$
8	1,68	$0,73 \pm 0,07$
9	1,67	$0,71 \pm 0,06$
10	1,66	$0,74 \pm 0,06$
11	1,67	$0,72 \pm 0,05$
12	1,69	$0,73 \pm 0,06$

A análise do diâmetro médio das sementes foi utilizada na caracterização das propriedades físicas das sementes. Além disso, diferença entre os diâmetros da semente recoberta e não recoberta possibilita identificação de quebra e perda do tegumento da semente durante o processo de recobrimento.

A Figura 4.14 ilustra os valores médios do diâmetro das sementes recobertas nos ensaios de 1 a 12. O valor médio do diâmetro das sementes não recobertas é representado na figura pelo ensaio número “zero”.

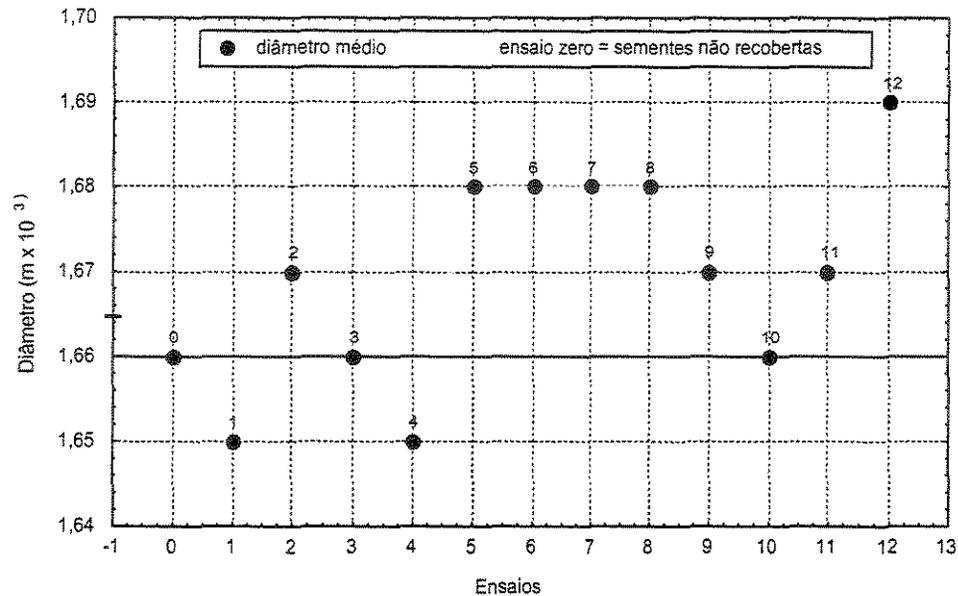


Figura 4.14 – Diâmetro médio das sementes recobertas em leito de jorro, e das sementes não recobertas.

Através da Figura 4.14 pode-se verificar que os diâmetros das sementes, de um modo geral, encontram-se na faixa de $1,65$ a $1,69 \times 10^{-3}$ m, com valor médio de $1,67 \times 10^{-3} \pm 0,02$ m, valor este próximo do obtido para a semente não recoberta. Observa-se que os valores variam em torno da média, em uma faixa estreita. Analisando-se estatisticamente os valores obtidos, verifica-se que eles são independentes das condições operacionais utilizadas e não apresentam variações significativas.

A existência de sementes recobertas com diâmetro nesta faixa de valores indica que não houve quebra das sementes. Essa constatação leva a crer que as condições operacionais utilizadas, dentre elas a faixa de velocidade de ar de jorro, foram adequadas para o processo de recobrimento em leito de jorro com semente de brócolos.

A esfericidade da semente foi utilizada no estudo de alterações na forma das sementes após o recobrimento, e na distribuição do filme polimérico sobre a superfície das mesmas.

Os valores médios da esfericidade das sementes recobertas nos ensaios de 1 a 12 são ilustrados na Figura 4.15. Sendo o valor médio da esfericidade das sementes não recobertas representado pelo ensaio número “zero”.

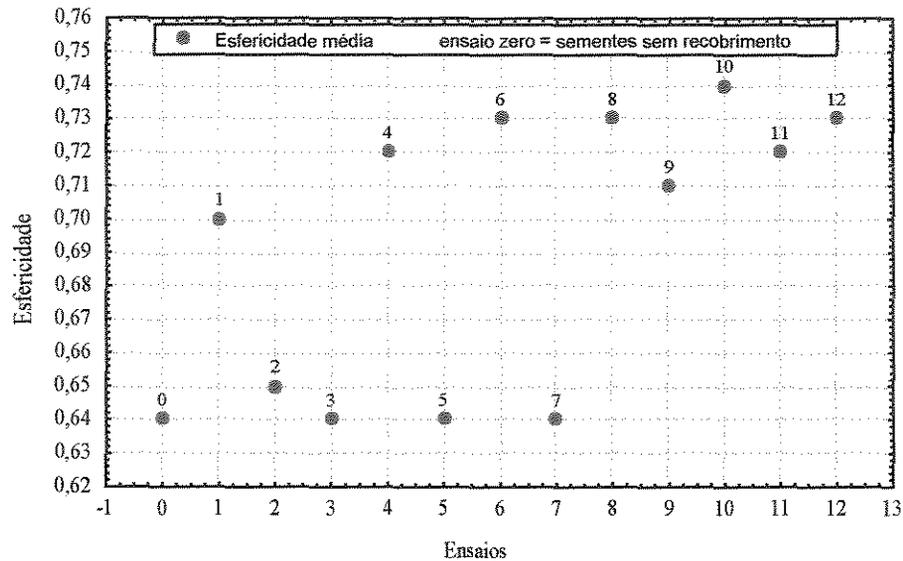


Figura 4.15 – Esfericidade média das sementes recobertas em leito de jorro, e das sementes sem recobrimento.

Os valores de esfericidade da semente, para cada condição operacional, são apresentados na Tabela 4.25 juntamente com seus respectivos desvios padrões. Verifica-se claramente que os valores variam de 0,64 a 0,74, apresentando esfericidade média de $0,69 \pm 0,05$

Comparando-se os valores de esfericidade das sementes dos ensaios, observa-se que houve um aumento considerável de esfericidade nos ensaios 6, 8, 10 e 12, superando o valor mais o desvio padrão das sementes não recobertas, que é de $0,64 \pm 0,08$. Com esta observação podemos concluir que a superfície das sementes de brócolos, em alguns casos, não foi uniformemente recoberta, com tendência ao arredondamento.

A análise da Figura 4.15 mostra que as esfericidades médias apresentam tendências de comportamento com as variáveis operacionais. Verificou-se pela análise estatística que a temperatura do ar de jorro, em maior nível tem efeito significativo e positivo para o aumento da esfericidade das sementes. Além disso, cabe acrescentar as interações positivas de temperatura pela vazão de solução e temperatura por pressão de atomização. Em contrapartida, a interação positiva entre temperatura, pressão e vazão, causou efeito negativo no aumento da esfericidade. Baseando-se nestes resultados estatísticos, não foi possível atribuir aos efeitos significativos das variáveis qualquer causa fenomenológica que pudesse esclarecer as influências observadas. Conforme, PAVARINI (1982), o maior atrito entre as partículas e a tendência a ter uma orientação preferencial,

pode levar ao desgaste mais acentuado na película aderida na superfície da partícula recoberta, de modo a torná-la mais esférica no decorrer do ensaio.

4.2.6. Teste de Reabsorção de Umidade das Sementes Recobertas em Leito de Jorro

As Figuras 4.16 e 4.17 apresentam os resultados do teste de reabsorção de vapor de água das sementes de brócolos recobertas e não recobertas.

Para a armazenagem deseja-se que a semente mantenha a capacidade de absorção de água livre e ao mesmo tempo apresente menor capacidade de reabsorção de vapor de água. Desta forma, a semente recoberta com materiais específicos poderá suportar mais a exposição à umidade relativa alta durante o período de armazenagem, conseqüentemente haverá menor deterioração por microorganismos e preservará as atividades metabólicas para a germinação.

As curvas de reabsorção referentes aos ensaios 2, 4 e 6 foram ilustradas na Figura 4.16 devido a apresentarem a umidade inicial inferior a 7,3% U_{bu} , umidade inicial das sementes testemunhas, facilitando desta forma as análises.

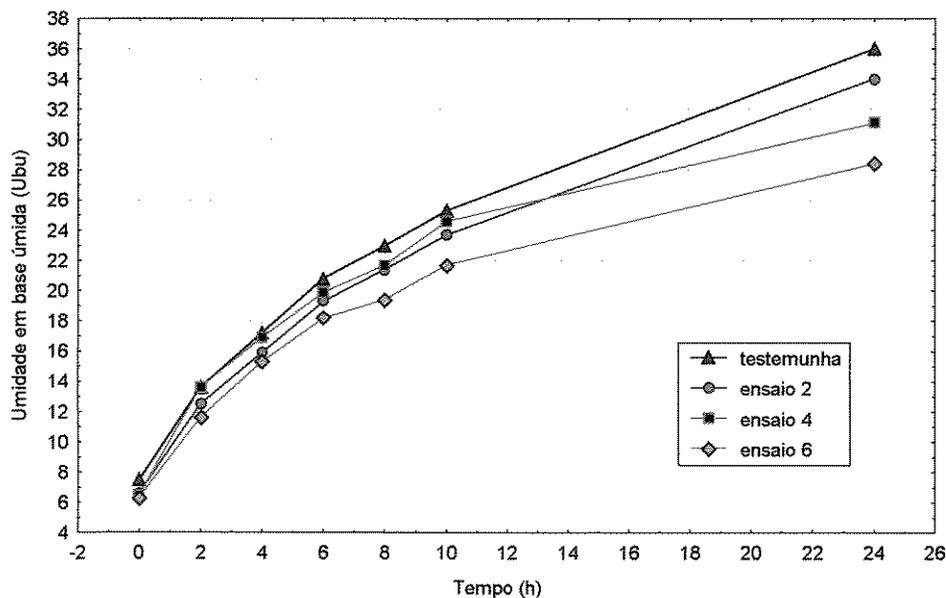


Figura 4.16.- Curvas de reabsorção de umidade das sementes dos ensaios 2, 4, 6 e testemunha, recobertas em leito de jorro.

Relacionando-se as observações feitas através das curvas, verifica-se o maior ganho de umidade das sementes nas primeiras duas horas de análise, na faixa de 5 a 8% U_{bu} , com a diminuição gradativa do ganho de umidade de 2 a 24 h, período de observações.

As sementes recobertas nos ensaios 2, 4 e 6 chegaram ao final do período de análise apresentando umidade na faixa de 28 a 34% U_{bu} . Entretanto, a umidade das sementes testemunhas manteve-se sempre acima dos referentes valores, e atingiram no período de 24h, umidade de cerca de 36% U_{bu} .

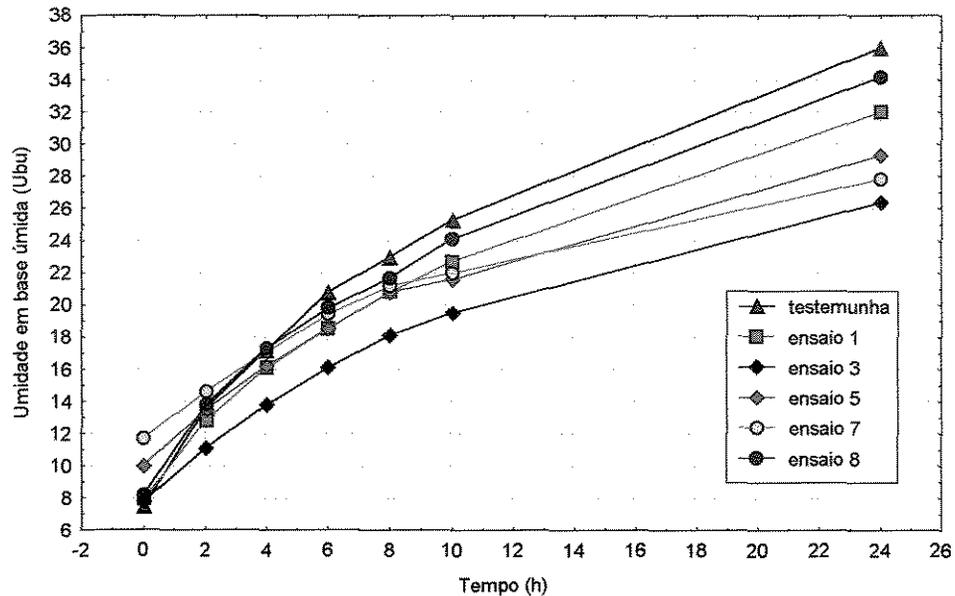


Figura 4.17 - Curvas de reabsorção de umidade das sementes dos ensaios 1, 3, 5, 7, 8 e testemunha, recobertas em leito de jorro

As curvas de reabsorção ilustradas na Figura 4.17 apresentaram umidade inicial superior a 7,3% U_{bu} , correspondente à umidade inicial das sementes testemunhas.

As sementes recobertas nos ensaios 1, 3, 5, 7 e 8 chegaram ao final da análise com umidade na faixa de 26 a 34% U_{bu} . Entretanto as sementes testemunhas sofreram superior acréscimo de umidade, durante as 24 h de análise, ultrapassando os valores de umidade das sementes em todos os ensaios.

Constatou-se menor inclinação das curvas nos ensaios 5 e 7, os quais apresentam a variável independente vazão de suspensão em nível superior e temperatura do ar de jorro em nível inferior, de valor 8 ml/min e 50°C, respectivamente.

Os ensaios 3, 5 e 7 sofreram menor ganho de umidade nas primeiras 2 h, na faixa de 2 a 3% U_{bu} , e chegaram ao final da análise com os menores valores de umidade, na faixa de 26 e 30% U_{bu} .

Nota-se que durante as análises de reabsorção de vapor de água, as sementes recobertas apresentaram inferior ganho de umidade, comparado às sementes não recobertas. Sendo assim, a hidroxi-etil-celulose apresentou discreto comportamento protetor no recobrimento das sementes de brócolos. Quando DADLANI *et al*, 1991 utilizaram o mesmo teste para análise de reabsorção de umidade, com sementes de arroz (*Oryza sativa* L.) recobertas com Na- alginate + CaO + 20% de PEG 8000, não obtiveram resultados com diferença significativa para as sementes recobertas e não recobertas, talvez pelo fato do Na- alginate ser pouco higroscópico.

4.2.7. Umidade das Sementes durante o Processo em Leito de Jorro

As sementes de brócolos sofreram variações no conteúdo de umidade durante o recobrimento com suspensão de HEC. As variações são visualizadas nas curvas de conteúdo de umidade em função do tempo de amostragem, Figura 4.18, correspondente aos ensaios de 1 a 8.

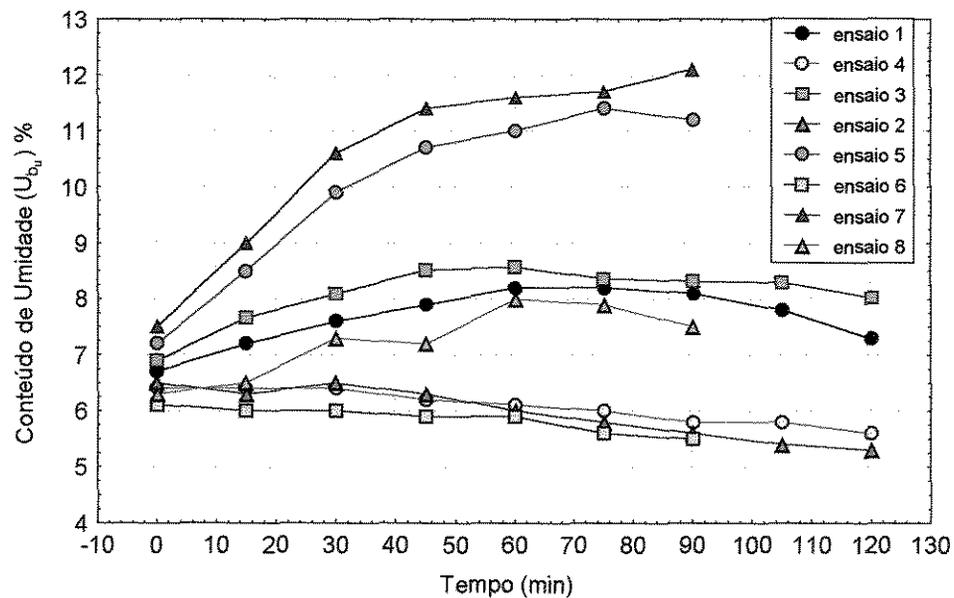


Figura 4.18 – Conteúdo de umidade por tempo, para os ensaios de 1 a 8, em leito de jorro

Relacionando as observações feitas através das curvas com os correspondentes valores das variáveis de operação, Figura 4.18, verifica-se o acréscimo acentuado do conteúdo de umidade das sementes durante os ensaios 5 e 7, para o valor da vazão de suspensão correspondente a 8 ml/min e temperatura do ar de jorro equivalente a 50°C, isto é, a vazão em seu nível superior e a temperatura em seu nível inferior. As sementes nestes ensaios chegaram ao final do processo com cerca de 4,5% de umidade acima do valor inicial. Entretanto, os ensaios 2, 4 e 6 sofreram decréscimo no conteúdo de umidade durante o recobrimento, sendo que a variável, temperatura do ar de jorro foi de 70°C. As sementes dos ensaios 2, 4 e 6 chegaram ao final do processo com aproximadamente 1% de umidade abaixo do valor inicial.

As observações acima indicam que o decréscimo no valor da temperatura causa aumento do valor de umidade das sementes, mesmo trabalhando com o nível inferior de suspensão de recobrimento.

Ao relacionar o conteúdo de umidade das sementes, durante o ensaio de recobrimento, com a movimentação das sementes em leito de jorro, verificou-se que houve interferência deste parâmetro, o que explica o comportamento fluidodinâmico não esperado de alguns ensaios. O acréscimo acentuado do conteúdo de umidade das sementes durante os ensaios 5 e 7, causou dificuldade na movimentação das sementes dentro do leito, após 30 minutos de processo. Segundo LIU & LITSTER (1991), a alta umidade do ar interfere negativamente na dinâmica do leito, provocando menor circulação dos sólidos, ocorrendo o empacotamento na zona de spray e o inevitável colapso da fonte.

Verificou-se que as sementes no ensaio 2 apresentaram decréscimo do conteúdo de umidade durante o recobrimento, não apenas pela vazão estar em seu nível inferior e a temperatura em seu nível superior, mas também pela umidade relativa do ar ser inferior a 60%, o que contribuiu para o ótimo comportamento fluidodinâmico, e a estabilidade do jorro durante todo o processo.

Para os ensaios 2 e 5 obteve-se as maiores eficiências do processo. Verificou-se que nos dois casos a pressão de atomização foi a mínima, mas no caso do ensaio 5 a temperatura era mínima e a vazão era máxima, o que segundo LIU & LITSTER (1991) contribui com a alta eficiência do processo. Entretanto, para o ensaio 2, a temperatura era máxima e a vazão mínima. Estatisticamente esta combinação foi positiva e significativa

Portanto o valor ótimo da eficiência do processo inclui, além da temperatura do ar e vazão de solução, a umidade relativa do ar de circulação e secagem.

A interferência do conteúdo de umidade das sementes na estabilidade fluidodinâmica é evidenciada quando analisamos os ensaios 9, 10, 11 e 12, que apresentam as variáveis de processo de mesmo valor. Verifica-se que o ensaio 11, o qual sofreu decréscimo de conteúdo de umidade, foi o que apresentou o comportamento fluidodinâmico estável, mantendo durante o processo a queda de pressão constante para vazão de ar constante.

Visando verificar a influência da umidade relativa do ar no conteúdo de umidade das sementes, analisou-se os ensaios 9, 10, 11 e 12, que compreendem aos mesmos valores das variáveis de processo. As curvas obtidas para cada um dos ensaios estão ilustradas na Figura 4.19.

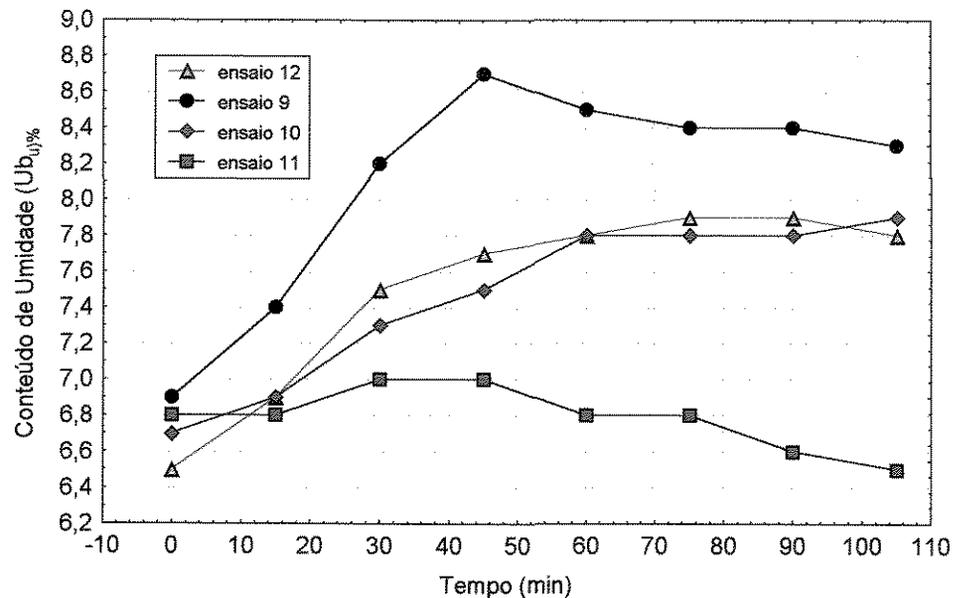


Figura 4.19 – Conteúdo de umidade por tempo, para os ensaios de 9 a 12 em leito de jorro

Ao realizar-se o ensaio 9, a umidade relativa do ar ficou acima de 80%. Observa-se que as sementes chegaram ao final do processo com aproximadamente 1,5% de umidade acima do valor inicial. Esse aumento de umidade das sementes ocorreu principalmente durante os primeiros 40 minutos de processo. Entretanto, a umidade relativa do ar abaixo de 60%, ensaio 11, contribuiu para a perda do conteúdo de umidade da semente, em cerca 0,5%, durante os últimos 45 minutos do processo.

As curvas dos ensaios 10 e 12 apresentaram semelhança de comportamento, com relação ao ganho de umidade das sementes durante o processo de recobrimento, sendo que durante esses ensaios as umidades relativas estiveram em 70 e 65%.

Com base nas análises dos ensaios de 9 a 12, pode-se considerar que com o acréscimo do valor da umidade relativa ocorreu aumento do valor de umidade das sementes durante os ensaios de recobrimento, e vice-versa. Isto é, a umidade relativa interferiu no processo com relação à umidade das sementes, que por sua vez, teve forte influência no comportamento fluidodinâmico do leito.

Dada a complexidade dos resultados obtidos com respeito à eficiência do processo de recobrimento, para se aprofundar esta discussão deve-se levar em consideração a umidade do ar de jorro como variável independente no estudo estatístico.

Constata-se que para o ensaio 9, com 80% de umidade relativa do ar, a eficiência obtida foi de 65,59%, o maior valor entre os quatro ensaios. Em contrapartida, para o ensaio 11 com 65% de umidade relativa, a eficiência equivale à menor obtida, de 56,27%.

A não inclusão da variável independente, umidade relativa do ar, prejudicou a análise estatística e a obtenção dos modelos preditivos, pois a variação entre os ensaios prejudicou a reprodutibilidade. Esta análise permitiu concluir que ao se desconsiderar um fator importante que sofreu variação durante os ensaios influenciou-se as respostas estudadas.

4.2.8 Qualidade da superfície da semente recoberta em leito de jorro

A semente de brócolos apresenta o tegumento constituído por células com material mucilaginoso, que confere firmeza e resistência a ela. As sementes apresentadas na figura são parte da amostra analisada através de microscópio óptico. A Figura 4.20 mostra imagem de sementes de brócolos não recoberta. Sua camada superficial tem aspecto homogêneo, liso e brilhante.

A semente de brócolos recoberta em leito de jorro no ensaio número 2, apresentou crescimento de 6,95%, sem alteração do diâmetro e da esfericidade, Figura 4.21. O mesmo aspecto foi verificado também para os outros ensaios

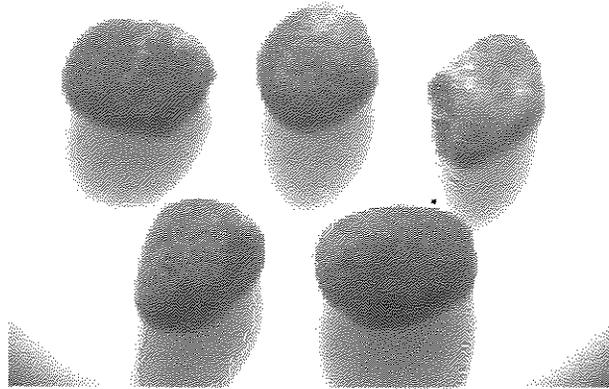


Figura 4.20 – Microscopia óptica da semente de brócolos sem recobrimento, com aumento de 40 vezes

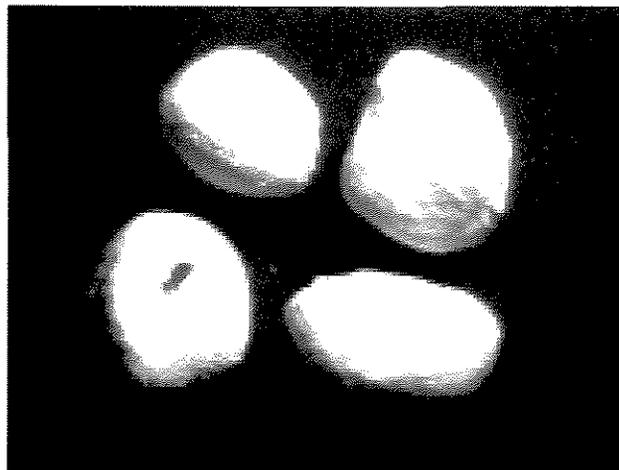


Figura 4.21 – Microscopia óptica da semente de brócolos recoberta em leito de jorro, aumento de 40 vezes

Verificou-se que, durante os ensaios em leito de jorro, a suspensão atomizada espalhou-se bem sobre as sementes, como também se distribuiu por toda a partícula, o que pôde ser confirmado na análise das sementes recobertas através de microscopia óptica. A análise revelou um recobrimento homogêneo, uniforme e liso. Constatou-se também que as sementes mantiveram as características da camada superficial, e não sofreram perda de tegumento, fissuras, quebras, amassamento ou machucados.

4.3 Recobrimento em Leito Fluidizado

4.3.1 Análise Experimental dos Ensaios em Leito Fluidizado

Durante os ensaios de recobrimento em leito fluidizado, foram feitas observações sobre perdas de suspensão e estabilidade fluidodinâmica do leito, conforme mostra a Tabela 4.23. Lembrando-se que, para todos os seis ensaios, a temperatura do ar utilizada foi de 60°C.

Tabela 4.23. – Observações realizadas durante o processo de recobrimento em leito fluidizado

	Pa	Ws	Perdas de suspensão durante o processo	Estabilidade da fluidização
1	-	-	Pouca aderência de suspensão nas paredes	Falta de estabilidade após 45 min
2	+	-	Aderência de suspensão nas paredes e relativa elutriação	Falta de estabilidade após 45 min
3	-	+	Aderência de suspensão nas paredes	Falta de estabilidade após 35 min
4	+	+	Pouca aderência de suspensão nas paredes e no bico atomizador	Falta de estabilidade após 45 min
5	0	0	Pouca aderência de suspensão nas paredes	Falta de estabilidade após 35 min
6	0	0	Pouca aderência de suspensão nas paredes	Falta de estabilidade após 45 min

Pressão de atomização, Pa; Vazão mássica de suspensão, Ws

No decorrer do processo de recobrimento em leito fluidizado ocorreram perdas de suspensão, principalmente por aderência de suspensão nas paredes do leito, constatadas em todos os ensaios. As perdas por elutriação e aderência de suspensão no bico atomizador foram de pequena intensidade, e restritas a alguns dos ensaios.

O ensaio 1, com a menor pressão de atomização e menor vazão de solução dentre os níveis estudados, propiciou menor aderência do polímero nas paredes internas do leito. Entretanto, o ensaio 4, com o maior nível de pressão de atomização e o maior nível de vazão de suspensão, apresentou aderência da suspensão tanto na parede como no bico atomizador.

As perdas de suspensão foram causadas pelo tamanho das gotículas formadas pelo bico atomizador, influenciadas pelas variáveis de processo, vazão de suspensão e pressão de atomização. É importante destacar que, além desses fatores, a viscosidade e tensão superficial da suspensão atomizada e o diâmetro do jato, definido pela posição do bico atomizador, apresentam influência na formação das gotículas, embora eles não tenham sido utilizados como variáveis de análise neste trabalho, por não sofrerem alterações nos experimentos preliminares realizados.

As propriedades das sementes contribuíram com as limitações e dificuldades de movimentação durante o recobrimento em leito fluidizado. Dentre essas propriedades podemos destacar a forma, o tamanho das sementes, e a higroscopicidade. O aumento da carga no leito com o decorrer do processo também modifica os parâmetros fluidodinâmicos como a velocidade de mínima fluidização.

No decorrer do processo de recobrimento, a taxa de circulação das sementes foi controlada por pequenos aumentos da vazão do ar de fluidização, procedimento iniciado aos 45 minutos de processo. Estes aumentos de vazão foram responsáveis pela manutenção da estabilidade do regime fluidodinâmico.

A instabilidade no leito ocorreu em todos os ensaios, em diferentes tempos de processo com a limitação imposta pela máxima vazão do ar de fluidização permitida no sistema experimental, impedindo que o processo de recobrimento fosse mantido por mais tempo, consequência da desfluidização do leito. Com exceção dos ensaios 3 e 4, que foram interrompidos após 60 e 70 minutos, respectivamente, os demais ensaios atingiram 75 minutos de duração, mantendo adequada qualidade da fluidização. Verificou-se também que, para o tempo máximo de cada ensaio, a válvula de controle da vazão de ar estava posicionada na abertura máxima, onde a vazão atingiu o valor de aproximadamente $3,25 \times 10^{-2}$ kg/s.

A dificuldade de manter a fluidodinâmica durante o recobrimento possivelmente está relacionada com a força de adesão das pontes líquidas, diminuindo a porosidade no leito e dificultando a movimentação das sementes. Segundo BECHER & SCHLUNDER (1996), há um limite para a taxa de alimentação de líquidos sobre a qual a aderência das partículas não pode ser controlada, conduzindo a desfluidização do leito. Além disso, o aumento da carga do leito, conforme já discutido acima, contribui para diminuir a taxa de circulação das partículas no leito.

4.3.2 Eficiência do Processo e Crescimento para Leito Fluidizado

4.3.2.1 Planejamento fatorial do processo de recobrimento de sementes de brócolos, para o leito fluidizado.

O planejamento fatorial completo 2^2 foi elaborado com os fatores vazão de suspensão de recobrimento (W_s) e pressão do ar de atomização (P_a), sendo analisado como respostas, a eficiência do processo (η) e o crescimento das sementes (δ). As variáveis apresentadas foram estudadas em dois níveis, com dois pontos centrais. As respostas obtidas para cada ensaio são apresentadas na Tabela 4.24.

Os valores codificados de cada variável independente, Z_1 e Z_2 , são definidos pelas equações 4.4 e 4.5.

$$Z_1 = (P_a - 1,379 \times 10^5) / 0,345 \times 10^5 \quad (4.4)$$

$$Z_2 = (W_s - 0,93 \times 10^{-4}) / 0,17 \times 10^{-4} \quad (4.5)$$

Tabela 4.24 – Condições de operação utilizadas no planejamento estatístico 2^2 com dois pontos centrais para respostas de eficiência e crescimento das sementes recobertas em leito fluidizado

Ensaio	Pressão (psi) (Pa)	Vazão (ml/min) (W_s)	Eficiência (η) %	Crescimento (δ) %
1	15	4,5	59,35	1,56
2	25	4,5	48,57	1,30
3	15	6,5	47,98	1,50
4	25	6,5	58,96	2,28
5	20	5,5	39,72	1,04
6	20	5,5	45,97	1,51

A matriz codificada para os ensaios 1 a 4, contém a interação entre as 2 variáveis, com a notação 12.(Tabela 4.25).

Tabela 4.25 – Coeficientes de contraste para um fatorial 2², para leito fluidizado

corridas	média	1	2	12	Eficiência (η) %	Crescimento (δ) %
		Pa	Ws			
1	+	-	-	+	59,35	1,56
2	+	+	-	-	48,57	1,30
3	+	-	+	-	47,98	1,50
4	+	+	+	+	58,96	2,28

*significância de 75%

A marca em cinza claro sobre os valores representa os melhores resultados para as respectivas condições experimentais, que neste caso é a interação positiva entre as duas variáveis codificadas, conforme os resultados estatísticos obtidos.

4.3.2.2. Análise estatística da eficiência do processo de recobrimento em leito Fluidizado

Observa-se que os valores da eficiência do processo em leito fluidizado estão entre 39,72% e 59,35%, conforme mostra a Tabela 4.24. Tais valores são considerados inviáveis, já que apresentam eficiência inferior a 65%. Entretanto, é possível identificar as tendências de influência dos efeitos das variáveis principais e de suas interações sobre a eficiência do processo de recobrimento.

Como os efeitos apresentam valores sem significância estatística e de difícil análise para uma confiabilidade de 95%, optou-se pelo estudo estatístico a um limite inferior. A Tabela 10.A, em apêndice, apresenta a estimativa dos efeitos para as variáveis independentes, com um limite de confiança de 75%. As restritas condições experimentais como: dimensões do leito, carga de semente e vazão de ar para a fluidização, contribuíram com os resultados não significativos das análises.

O diagrama de Pareto permite verificar quais termos apresentaram maior influência no processo a 75% de significância. (Figura 4.22)

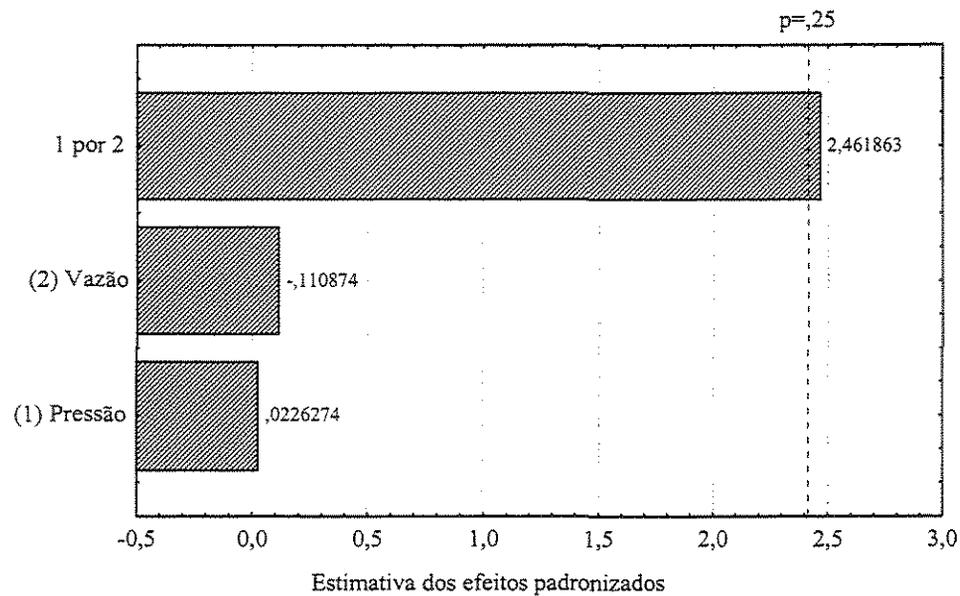


Figura 4.22 - Diagrama de Pareto para a eficiência do processo em leito fluidizado

O valor absoluto equivale a 2,41, correspondente a banda do limite de confiança 0,25% e todos os valores de efeitos que estiverem fora dela não são considerados significativos.

A interação positiva das variáveis independentes (Z_1 e Z_2) tem efeito positivo na eficiência do processo, sendo de maior magnitude entre os analisados.

Baseando-se nos resultados estatísticos, verifica-se que os ensaios 1 e 4 foram os que apresentaram maior eficiência de processo, ocasionado pela interação positiva (-,-) ou (+,+), que correspondem ao nível inferior de pressão e vazão ou nível superior para as duas variáveis. Provavelmente o tamanho das gotículas formadas nestas condições propiciou atingir e envolver as sementes com maior intensidade, contribuindo com a eficiência do processo.

Os resultados estatísticos refletem o que foi verificado na fase experimental, referente às perdas de solução por aderência nas paredes do leito e por elutriação. As perdas por aderência de suspensão nas paredes ocorreram com maior intensidade nos ensaios 2 e 3, e as perdas por elutriação com maior intensidade foi observada no ensaio 2.

Segundo KAGE *et al* (1996) a eficiência do recobrimento em leito fluidizado é função do conteúdo de umidade da película que envolve as partículas, sendo afetada diretamente pelas variáveis de processo. Desta forma, a eficiência do processo também será relacionada à umidade das sementes durante a fase experimental e discutida no item 4.3.7.

Como as variáveis não apresentam efeitos significativos a 95% de confiabilidade, não é possível prosseguir a análise estatística para a eficiência do processo.

4.3.2.3. Análise estatística do crescimento das sementes no final do processo de recobrimento, em leito fluidizado, através do planejamento fatorial

Os valores obtidos para o crescimento das sementes, Tabela 4.27, encontram-se em um intervalo de 1 a 2,3%, o que caracteriza um recobrimento em filme, mas de cobertura muito fina. Estes resultados pouco expressivos de recobrimento estão diretamente ligados ao tempo de processo, limitado pela vazão de ar para a fluidização, que atingiu seu valor máximo de $3,25 \times 10^{-2}$ kg/s, para a maioria dos ensaios aos 75min de processo. Era esperado que o processo se estendesse até 120 minutos, o que proporcionaria uma cobertura mais intensa das sementes.

O crescimento das sementes não apresentou efeitos significativos para 75% de confiabilidade, e por não contribuir com resultados consistentes não foi analisado. Contudo, existe uma concordância dos resultados de crescimento das sementes com a eficiência do processo, já que as duas variáveis estão relacionadas entre si. Ou seja, às maiores eficiências de processo corresponderam os maiores valores de recobrimento relativo.

4.3.3 Germinação, Envelhecimento Acelerado e Índice de Emergência em Solo para as Sementes Recobertas em Leito Fluidizado

4.3.3.1 Planejamento fatorial da germinação, envelhecimento acelerado e velocidade de emergência em solo, das sementes recobertas em leito fluidizado

As sementes de brócolos recobertas em leito fluidizado foram analisadas através de um planejamento experimental, sendo as variáveis: vazão de suspensão de recobrimento (W_s) e pressão do ar de atomização (P_a), com a finalidade de obter a influência destas variáveis no potencial de germinação (G), vigor após o envelhecimento acelerado (V_{24}) e vigor baseado na velocidade de emergência em solo (V_{IVE}). As variáveis foram estudadas em dois níveis e dois pontos centrais.

A matriz experimental é apresentada na Tabela 4.26 com valores das variáveis independentes, contendo os valores médios das variáveis de resposta.

Tabela 4.26 – Condições operacionais utilizadas no planejamento e resultados de germinação, envelhecimento acelerado e velocidade de emergência em solo, para sementes recobertas em leito Fluidizado

Ensaio	Pressão (psi) (Pa)	Vazão (ml/min) (Ws)	Germinação % (G)	Envelhecimento % (V ₂₄)	Emergência em solo (IVE)
1	15	4,5	89	79,5	5,48
2	25	4,5	88	76,0	5,50
3	15	6,5	90,5	81,0	5,54
4	25	6,5	91,5	76,0	5,60
5	20	5,5	86,5	72,5	5,47
6	20	5,5	91,5	77,0	5,57

Ao ser realizada a análise dos efeitos foi verificado que as sementes não haviam sofrido influência de nenhuma variável independente, mesmo quando utilizou-se o teste estatístico com um limite de confiança de 75%. Os valores de efeitos padronizados ficaram muito próximos de zero e em alguns casos foram nulos.

Os efeitos não significativos estão provavelmente ligados às condições experimentais restritas, uma delas é o tempo de exposição das sementes ao processo de recobrimento.

4.3.3.2. Análise da germinação das sementes recobertas em leito fluidizado e sementes não recobertas, por um delineamento inteiramente casualizado

Os seis ensaios de recobrimento das sementes e as sementes não recobertas, denominadas de testemunhas, foram utilizados no desenvolvimento de um delineamento inteiramente casualizado (DIC). A finalidade desta análise é determinar possíveis diferenças entre o potencial médio de germinação dos tratamentos. A Tabela 4.27 apresenta todos os valores obtidos e aplicados na forma do DIC.

Tabela 4.27 – Resultados de germinação para cada tratamento, referentes ao leito Fluidizado

Tratamentos	repetições				média	Variação entre as repetições	Máxima variação aceitável (ISTA, 1985)	Tukey 95 %
1	89	86	93	88	89	7	12	a
2	88	91	83	90	88	8	13	a
3	92	90	92	88	90,5	4	12	a
4	90	94	90	92	91,5	4	11	a
5	88	88	84	86	86,5	2	14	a
6	90	92	92	92	91,5	2	12	a
Testemunha	92	86	92	84	88,5	8	13	a

Com os resultados acima foi calculada a análise da variância (ANOVA), apresentada na Tabela 11.A em apêndice.

Nas condições de 7 tratamentos e 21 graus de liberdade para o resíduo, a variância equivale a 14,408 e o desvio padrão a 3,79. Sendo assim, para o teste de Tukey a diferença entre duas médias dos tratamentos iguais ou superior a $\Delta = 8,794\%$, é considerada significativa ao nível de 5% de probabilidade. Os resultados demonstram que não há diferença significativa entre os tratamentos, com um limite de confiança de 95%.

Segundo DREW (1989) o aumento da duração de fluidização acima de 40 minutos para temperaturas superiores a 35°C reduzem significativamente o poder germinativo das sementes. Sendo assim, é importante esclarecer que, durante todos os ensaios, o ar de entrada para a fluidização esteve aquecido à temperatura constante de 60°C, e ao entrar em contato com as sementes sua umidade foi alterada pela suspensão aquosa atomizada, ocorrendo o equilíbrio da temperatura dentro do leito. Desta forma, a temperatura das sementes correspondeu a temperatura de bulbo úmido, inferior à temperatura de entrada do leito.

Toma-se como exemplo o ensaio número 2, que apresentou a temperatura de entrada (T_e) de 60°C, temperatura na região superior do leito (T_r) de 35°C, temperatura na região central do leito (T_c) de 45°C e temperatura de saída do ar (T_s) de 40°C.

Provavelmente os resultados aparentemente contraditórios sobre a diminuição do poder germinativos das sementes, verificado por DREW (1987) e pelo presente trabalho, baseados na duração do processo e na temperatura de ar para fluidização, podem ser

explicados pelo envolvimento das sementes com a suspensão de recobrimento durante todo o processo, protegendo-as da secagem intensa e de danos mecânicos.

4.3.3.3. Análise do envelhecimento acelerado (V_{24}) das sementes recobertas em leito fluidizado e sementes não recobertas, por um delineamento inteiramente casualizado

Os resultados do envelhecimento acelerado (V_{24}) para cada tratamento estão apresentados na Tabela 4.28.

Tabela 4.28 – Resultados do envelhecimento acelerado (V_{24}) para cada tratamento, referentes ao leito fluidização

Tratamen- tos	repetições				média	Variação entre as repetições	Máxima variação aceitável (ISTA, 1985)	Tukey 95 %
1	80	86	76	76	79,5	10	16	b
2	74	70	82	78	76	12	17	b
3	80	80	86	78	81	8	15	b
4	70	68	84	82	76	16	17	b
5	74	70	68	78	72,5	10	18	b
6	76	72	82	78	77	10	17	b
testemunha	80	80	84	82	81,5	4	15	b

Com os resultados da Tabela 4.28, realizou-se a análise da variância dos dados (ANOVA), apresentada na Tabela 12.A, em apêndice.

A estimativa da variância dos valores médios dos tratamentos (s^2) foi de 41,23, e do desvio padrão (s) de 6,42. Nas condições de 7 tratamentos e 21 graus de liberdade para o resíduo (q) de 4,6, a diferença entre as médias dos tratamentos igual ou superior a Δ foi de 12,05%, sendo considerada significativa ao nível de 5% de probabilidade. As comparações entre as médias dos tratamentos através do teste de Tukey estão representadas na Tabela 4.28.

Os resultados do teste de envelhecimento acelerado não apresentaram diferença significativa entre os tratamentos estudados. Pode-se afirmar que as sementes recobertas em leito fluidizado, nas condições apresentadas, mantiveram o vigor característico do lote.

4.3.3.4. Análise da velocidade de emergência (V_{IVE}) das sementes recobertas em leito fluidizado e sementes não recobertas, por um delineamento inteiramente casualizado

A velocidade de emergência (V_{IVE}) das sementes foi avaliada através do delineamento inteiramente casualizado. Os resultados obtidos para cada tratamento estão apresentados na Tabela 4.29.

Tabela 4.29 – Resultados da velocidade de emergência (V_{IVE}) para cada tratamento em leito fluidizado

tratamentos	repetições				média	Tukey 95%
1	5,48	5,45	5,57	5,43	5,48	c
2	5,41	5,59	5,45	5,55	5,50	c
3	5,50	5,46	5,57	5,64	5,54	c
4	5,55	5,65	5,54	5,66	5,60	c
5	5,45	5,52	5,50	5,43	5,47	c
6	5,59	5,65	5,57	5,50	5,58	c
testemunha	5,47	5,53	5,56	5,44	5,50	c

A análise da variância dos valores de velocidade de emergência (V_{IVE}) para os tratamentos é apresentada na Tabela 13.A, em apêndice.

A variância dos valores médios dos tratamentos equivale a 0,0095%, e o desvio padrão a 0,0975%. A diferença entre as médias dos tratamentos para o valor de vigor V_{IVE} é considerada significativa para um valor igual ou superior a $\Delta = 0,224$, com um limite de confiança de 95%.

Os resultados das comparações entre as médias dos tratamentos, pelo teste de Tukey, estão representados na Tabela 4.29. Eles revelam que não há diferença entre os tratamentos. Sendo assim, o processo de recobrimento com suspensão de HEC em leito fluidizado não alterou a velocidade de emergência em solo, sendo que as sementes em todos os tratamentos germinaram num período de 5 a 6 dias após semeadas.

4.3.4. Quantidade de Aglomerados para Leito Fluidizado

Durante o recobrimento das sementes de brócolos não se observou a formação de aglomerados. Ao término do processo a quantidade de pequenos aglomerados em relação à massa inicial de sementes foi insignificante, inferior a 0,2%. Possivelmente o procedimento

de aumentar a vazão de ar de fluidização, ao iniciar a instabilidade da fluidização, possibilitou a evaporação quase imediata da umidade da suspensão aplicada sobre as sementes, desfavorecendo a formação de aglomerados.

Segundo SCHUBERT *et al* (1975), no estado pendular, onde os ligantes líquidos preenchem os espaços vazios entre as partículas, a ruptura de aglomerados de partículas não esféricas pode ocorrer também pelo deslizar de pontes líquidas ao longo da superfície das partículas. As rupturas favorecem o deslizamento ao longo de outras e a mudança na estrutura do leito empacotado proporciona um novo arranjo. Estas contínuas mudanças na arrumação das partículas caracterizam um comportamento plástico de moderada e reduzida força de ligação das pontes líquidas, até o leito de partículas estar completamente fluidizado.

4.3.5. Diâmetro de Sauter e Esfericidade das Sementes Recobertas em Leito Fluidizado

Os valores médios do diâmetro e da esfericidade, para as sementes de brócolos recobertas nos ensaios de 1 a 6, são apresentados na Tabela 4.30, sendo as sementes não recobertas representadas através do ensaio número “zero”.

Tabela 4.30 - Diâmetro médio (d_i) e esfericidade (ϕ), após recobrimento em leito fluidizado

	$d_i \times 10^3$ (m)	ϕ
0	1,66	$0,64 \pm 0,08$
1	1,65	$0,68 \pm 0,08$
2	1,68	$0,71 \pm 0,06$
3	1,69	$0,68 \pm 0,07$
4	1,68	$0,72 \pm 0,06$
5	1,66	$0,68 \pm 0,09$
6	1,65	$0,70 \pm 0,09$

Os valores do diâmetro das sementes recobertas nos ensaios 1 a 6 são ilustrados na Figura 4.23. O ensaio “zero” apresentado na figura representa o valor médio do diâmetro das sementes não recobertas.

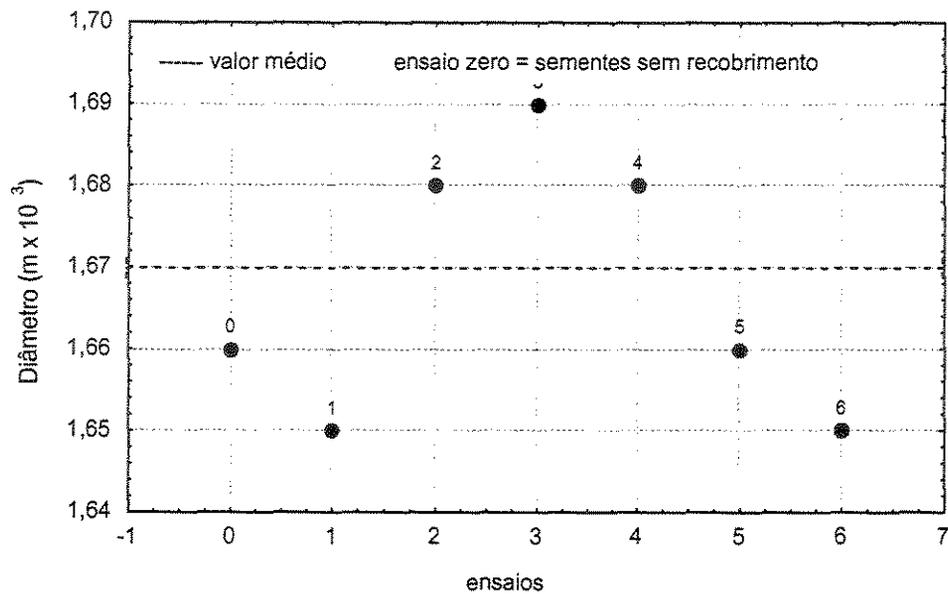


Figura 4.23 – Diâmetro médio das sementes recobertas em leito fluidizado, e das sementes não recobertas

Os diâmetros das sementes estudadas encontram-se no intervalo de 1,65 a 1,69 $\times 10^{-3}$ m, com valor médio de $1,67 \pm 0,02 \times 10^{-3}$ m. Neste caso, os valores também variam em torno da média, em uma estreita faixa, indicando que o recobrimento não causou diferença entre os diâmetros das sementes recobertas e não recobertas. Estatisticamente esses valores não apresentaram variações significativas, sendo independentes das condições experimentais analisadas.

A Figura 4.24 ilustra os valores médios da esfericidade das sementes recobertas nos ensaios 1 a 6. O valor médio das sementes não recobertas é representada na figura pelo ensaio número “zero”.

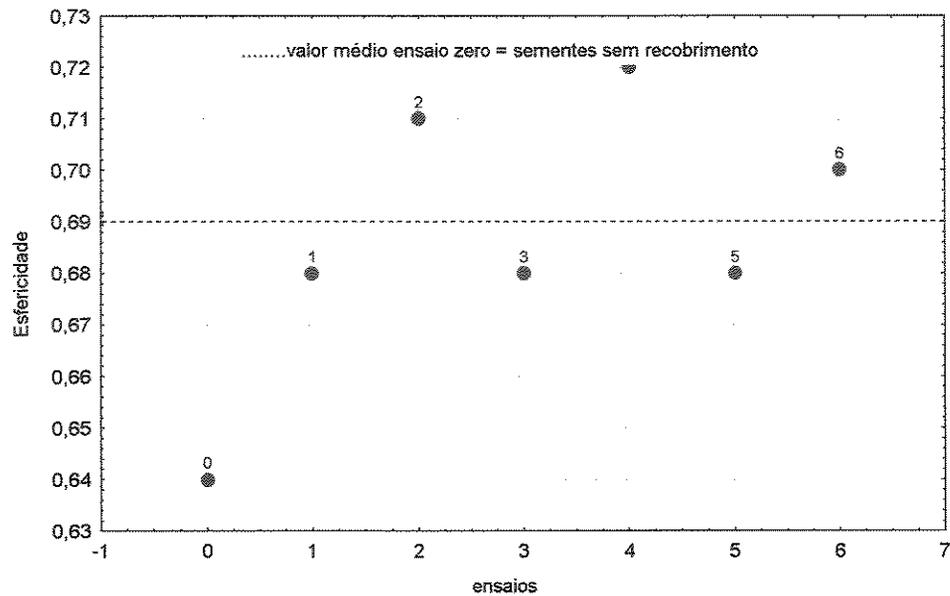


Figura 4.24 - Esfericidade média das sementes recobertas em leito fluidizado, e das sementes sem recobrimento

Os valores de esfericidade das sementes, para cada ensaio apresentado na Tabela 4.30, variam de 0,64 a 0,72, e apresentam esfericidade média de $0,69 \pm 0,05$.

Comparando-se os valores de esfericidade das sementes observa-se que praticamente não houve modificação na esfericidade das sementes estudadas, sendo que os valores mantiveram-se dentro do desvio padrão das sementes não recobertas, que é de $0,64 \pm 0,08$, isso pode ser devido a pequena faixa de crescimento.

4.3.6 Teste de Reabsorção de Umidade das Sementes Recobertas em Leito Fluidizado

Os resultados do teste de reabsorção de vapor de água pelas sementes recobertas e não recobertas são apresentados na Figura 4.25.

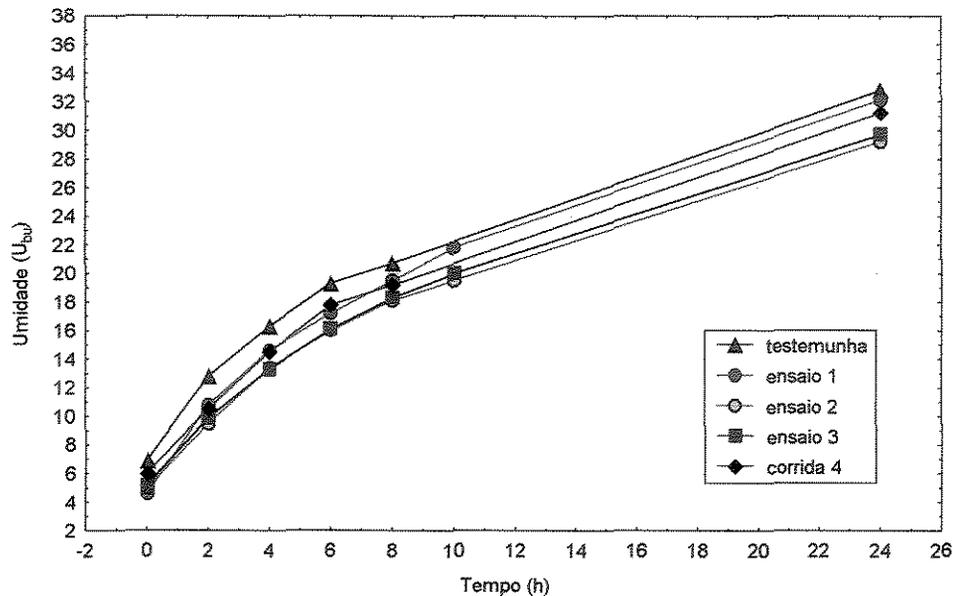


Figura 4.25 - Curvas de reabsorção de umidade das sementes dos ensaios 1, 2, 3, 4 e testemunha, recobertas em leito fluidizado

Através das curvas verifica-se que o maior ganho de umidades das sementes ocorreu nas primeiras duas horas de análise, na faixa de 4 a 7% de ganho de umidade, diminuindo gradativamente com o passar do tempo.

A umidade das sementes testemunhas mantiveram-se sempre superior aos valores de umidade das sementes nos ensaios 1, 2, 3 e 4, atingindo cerca de 33% de umidade após 24 horas de análise. Desta forma, pode-se dizer que, em condições de alta umidade e temperatura ambiente, o recobrimento com a suspensão de HEC não proporcionou alterações na absorção de vapor de água das sementes. Este resultado está relacionado ao inferior crescimento das sementes recobertas, que produziu uma camada muito fina, podendo não ter propiciado suficiente cobertura.

4.3.7. Umidade das Sementes Durante o Processo em Leito Fluidizado

4.3.7.1. Análise do conteúdo de umidade durante o processo de recobrimento em leito Fluidizado

A Figura 4.26 mostra as variações de umidade das sementes em função do tempo de processo de recobrimento. As determinações foram realizadas através de amostragens a cada quinze minutos.

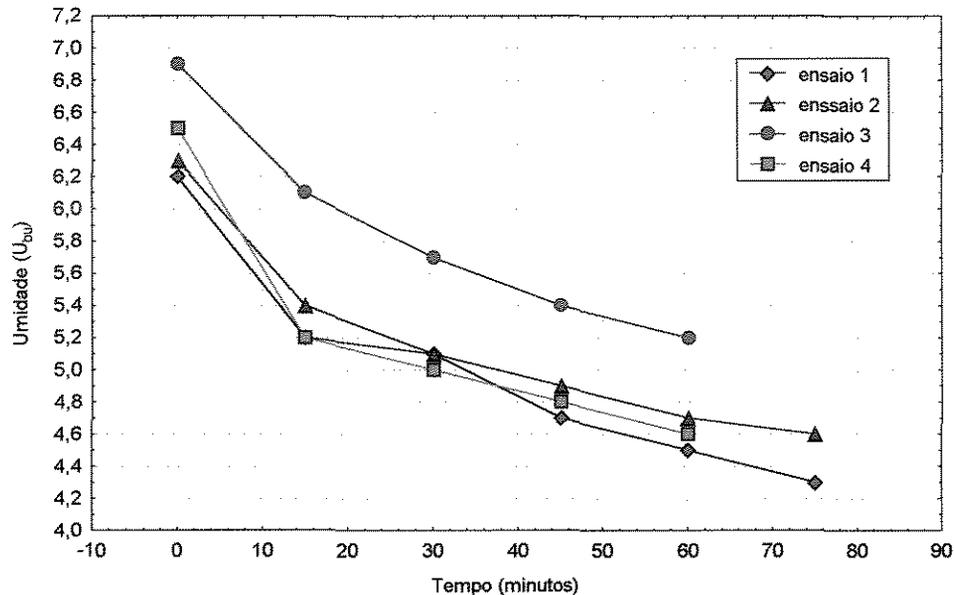


Figura 4.26 – Conteúdo de umidade por tempo, para os ensaios de 1 a 4, em leito Fluidizado

Observa-se que durante o processo de recobrimento em leito fluidizado, as sementes apresentaram decréscimo do conteúdo de umidade, para todos os ensaios. Nota-se que, durante os primeiros 15 minutos houve um acentuado decréscimo de umidade, as sementes perderam cerca de 1% de umidade, e após este período o decréscimo de umidade foi diminuindo gradativamente. Provavelmente a umidade relativa do ar inferior a 60%, em todos os ensaios, favoreceu a perda de umidade das sementes durante o processo.

A Figura 4.27 ilustra as curva dos ensaios 5 e 6, realizados com os mesmo valores para os parâmetros de pressão de atomização e vazão de suspensão.

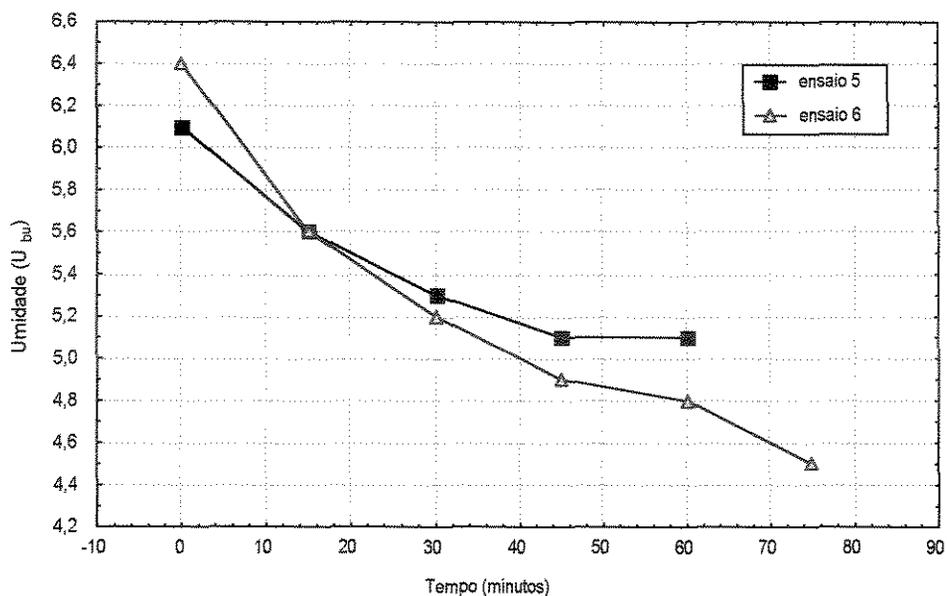


Figura 4.27 – Conteúdo de umidade por tempo, para os ensaios de 5 e 6, em leito Fluidizado

A interferência do conteúdo de umidade das sementes na estabilidade fluidodinâmica pode ser verificada com a diferença na falta de estabilidade entre os ensaios 5 e 6. Nota-se que durante o ensaio 5, as sementes apresentaram um menor decréscimo de umidade, e falta de estabilidade após 35 minutos de processo. Entretanto, para o ensaio 6, as sementes apresentaram um maior decréscimo de umidade, e a falta de estabilidade após 45 minutos de processo.

Constata-se que as sementes do ensaio 5 perderam cerca de 1% de umidade, e apresentaram a eficiência de 39,72%; já as sementes do ensaio 6 perderam cerca de 2% de umidade, e apresentaram eficiência de 45,97%. Sabendo-se que a umidade do ar afeta diretamente o processo de secagem, possivelmente, as variações ocorridas nos resultados de eficiência do processo de recobrimento também estão relacionadas à umidade relativa do ar, e tem-se como sugestão para outros trabalhos, incluí-la entre as variáveis no estudo estatístico.

4.3.8. Qualidade da Superfície da Semente Recoberta em Leito Fluidizado

A comparação entre sementes de brócolos recobertas e sementes não recobertas, realizada em microscópio óptico, é ilustrada pela Figura 4.28 Esta foto representa as sementes recobertas no ensaio número 4, com crescimento de 2,28% e sem alteração do diâmetro e da esfericidade. Os outros ensaios apresentaram resultados semelhantes.

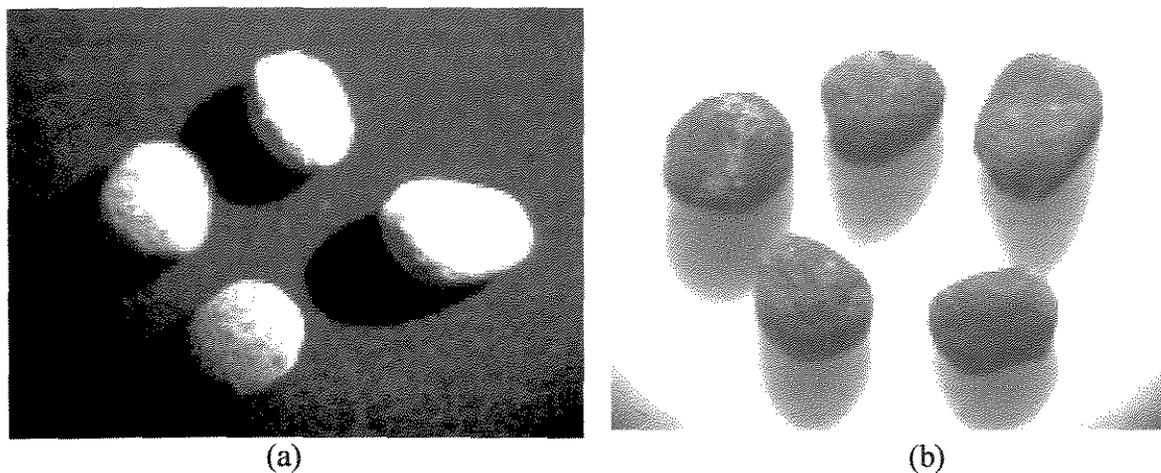


Figura 4.28 - Microscopia óptica da semente de brócolos (a) recoberta em leito fluidizado, (b) sem recobrimento, com aumento de 40 vezes

A análise da superfície da semente recoberta revela uma cobertura homogênea e uniforme. Não houve danos à estrutura superficial, e o tegumento permaneceu íntegro.

4.4. Comparação entre os Resultados de Recobrimento em Leito de Jorro e Fluidizado

Diante das observações e dos resultados obtidos para o recobrimento das sementes de brócolos em leito de jorro e leito fluidizado, realizou-se a comparação entre eles, lembrando que existe diferença dos valores das variáveis de planejamento em cada um dos processos.

No decorrer do recobrimento em leito fluidizado foram verificadas algumas condições de processo desfavoráveis, comparado ao processo em leito de jorro. Entre elas, podemos destacar a necessidade de utilizar o dobro da vazão de ar, para manter a estabilidade do movimento fluidodinâmico nos primeiros 45 minutos de processo; a limitação da vazão de suspensão de recobrimento, inferior em cerca de um quarto do estipulado para o leito de jorro; a interrupção do processo na metade do tempo programado por motivo de instabilidade fluidodinâmica e colapso do leito. A conseqüente desvantagem do leito fluidizado refere-se à potencia do soprador, superior à utilizada para o leito de jorro, em virtude do aumento da vazão necessária para manter o processo de fluidização das sementes durante todo o recobrimento.

O sistema operacional para o leito fluidizado apresentou algumas desvantagens, comparado ao leito de jorro. A primeira desvantagem foi referente ao dimensionamento do equipamento, cuja relação a largura/altura do leito de sementes e distribuição do ar, não foram adequadas para obter uma boa qualidade de fluidização, além disso, utilizou metade a mais em peso de sementes do que leito de jorro.

O leito de jorro, por outro lado apresentou movimento fluidodinâmico estável durante o processo, sendo que em alguns dos ensaios foi necessário um pequeno aumento de vazão de ar para manter o movimento.

Os valores de eficiência obtidos, para o recobrimento em leito de jorro, foram superiores aos valores referentes ao recobrimento em leito fluidizado. Sendo que, a maioria dos ensaios em leito de jorro apresentou eficiência considerada satisfatória, o que não foi verificado para nenhum dos ensaios em leito fluidizado.

As sementes recobertas em leito de jorro apresentaram um melhor comportamento protetor, quando expostas à alta concentração de vapor de água no ambiente, como também superior espessura da camada de recobrimento, comparadas às sementes recobertas em leito fluidizado.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA POSTERIORES TRABALHOS

5.1 - Conclusões

As conclusões do presente trabalho, baseadas nos resultados e discussões apresentados, são as seguintes:

- 1- A atomização de ar sobre as sementes não influenciou o comportamento fluidodinâmico em relação à circulação das partículas para o leito fluidizado;
- 2- O valor de velocidade de mínima fluidização alterou em torno de 10%, não sendo significativo, e o valor de queda de pressão em mínima fluidização aumentou quando o ar foi atomizado sobre o leito fluidizado;
- 3- O comportamento do leito de jorro, bem como os valores dos parâmetros foram expressivamente influenciados pela presença da atomização de ar sobre o leito. A presença da atomização estabilizou a região de jorro, sendo perceptível por observação visual a melhora da qualidade do regime;
- 4- A correlação de CHITESTER (1984) para o leito fluidizado forneceu satisfatória representação, principalmente para a velocidade de mínima fluidização;
- 5- A equação de PALLAI & NEMETH (1969) apresentou satisfatória representação do parâmetro de queda de pressão máxima. Entretanto, a queda de pressão no jorro mínimo e a queda de pressão de jorro estável não foram bem representadas pelas equações analisadas;
- 6- É possível fluidizar e jorrar as sementes de brócolos, em escala de laboratório, utilizando-se a temperatura de 25°C por uma hora de ensaio, sem causar danos às estruturas essenciais do embrião, possibilitando a normal emergência e desenvolvimento destas sementes;

- 7- As perdas de suspensão durante o processo de recobrimento em leito de jorro ocorreram por motivo de aderência nas paredes, aderência no bico atomizador, como também por elutriação da suspensão;
- 8- O recobrimento em leito de jorro utilizando o menor nível de pressão de atomização (15psi) e o maior nível de vazão de suspensão (8 ml/min), ocasionou mudança na direção do jato atomizado, contribuindo com a aderência do polímero nas paredes internas do leito;
- 9- Ao recobrir sementes em leito de jorro, utilizando o maior nível de pressão de atomização (25 psi) e o menor nível de vazão de suspensão (6 ml/min), formou-se gotículas de tamanho inferior que secaram rapidamente, e foram arrastadas pelo ar de jorro aumentando a elutriação durante o processo;
- 10- O movimento contínuo e estável durante todo o processo de recobrimento em leito de jorro, ocorreu com o maior nível de temperatura do ar de jorro (70°C), o menor nível de pressão de atomização (15 psi) e o menor nível de vazão de suspensão (6 ml/min);
- 11- A eficiência do processo em leito de jorro foi influenciada positivamente pela menor pressão de atomização e pela interação positiva das variáveis. Sendo que, a influência da interação positiva das variáveis independentes na eficiência do recobrimento em leito de jorro, anula o efeito isolado da variável pressão de atomização;
- 12- A eficiência do recobrimento em leito de jorro foi inviável economicamente, quando utilizou-se o maior nível de pressão de atomização (25 psi), juntamente com o maior nível de vazão de suspensão (8 ml/min) e o menor nível de temperatura do ar de jorro (50°C) ou o menor nível de vazão de suspensão (6 ml/min) e o maior nível de temperatura do ar de jorro (70°C);
- 13- As melhores eficiências do recobrimento, em leito de jorro, foram obtidas ao utilizar o menor nível de pressão de atomização (15 psi), juntamente com o maior nível de vazão de suspensão (8 ml/min) e o menor nível de temperatura do ar de jorro (50°C) ou o menor nível de vazão de suspensão (6 ml/min) e o maior nível de temperatura do ar de jorro (70°C);
- 14- Com a atomização contínua da suspensão durante o processo de recobrimento, as sementes estavam constantemente envolvidas por uma película úmida, desta forma, a temperatura das sementes era bastante inferior à temperatura de entrada do ar no leito, isso

impediu que o poder de germinação das sementes recobertas fosse influenciado significativamente pelas temperaturas utilizadas no planejamento experimental;

15- O poder de germinação das sementes recoberta em leito de jorro foi influenciado negativamente pela pressão de atomização, resultado atribuído aos fortes choques mecânicos das sementes com a parede do leito comportamento observado no decorrer do processo, quando foi utilizado o nível superior de pressão de atomização;

16- O envelhecimento acelerado das sementes foi influenciado positivamente pela temperatura do ar do jorro, possivelmente através de um estímulo na estrutura germinativa da semente;

17- Baseando-se no resultado obtido, pode se concluir que é possível recobrir sementes de brócolos em leito de jorro, utilizando os valores das variáveis independentes propostos, em ensaios de até 120 minutos de duração, não alterando o poder germinativo e o vigor das sementes;

18- A suspensão de hidróxi-etil-celulose, que recobriu as sementes de brócolos, não prejudicou a qualidade fisiológica das sementes.

19- O aumento da vazão de ar de jorro, durante o processo, evitou o colapso do movimento e favoreceu redução no número de aglomerados;

20- A hidróxi-etil-celulose proporcionou um discreto comportamento protetor para as sementes recobertas e expostas a condições de alta concentração de vapor de água, não prejudicando a absorção de água livre para a germinação;

21- O ganho de umidade das sementes, durante o recobrimento em leito de jorro, foi superior quando utilizou-se o menor nível de temperatura do ar de jorro (50°C), mesmo com inferior nível de vazão de suspensão (6 ml/min);

22- Admite-se após relacionar valores de umidade relativa do ar, com o ganho de umidade das sementes durante o recobrimento, que aumento no valor da umidade das sementes é dependente não apenas das condições operacionais, mas também da umidade relativa do ar durante o processo;

23- O aumento da umidade das sementes durante o recobrimento em leito de jorro foi desfavorável à estabilidade fluidodinâmica do leito, ocorrida após 30 minutos de processo;

- 24- A não inclusão da variável independente umidade relativa do ar, no planejamento estatístico para o leito de jorro, prejudicou a análise estatística e a obtenção dos modelos preditivos;
- 25- O recobrimento das sementes em leito de jorro e leito fluidizado, com suspensão de HEC e condições operacionais específicas de cada processo, resultou em sementes recobertas individualmente, apresentando superfície lisa e uniforme, para todos os ensaios;
- 26- Houve boa distribuição e espalhamento do filme sobre a superfície das sementes, apresentando um recobrimento uniforme, liso, homogêneo e consistente, para as sementes recobertas nos dois processos;
- 27- A estabilidade fluidodinâmica em leito fluidizado ocorreu durante os primeiros 45 minutos de processo, após este período foi necessário pequenos aumentos da vazão de ar. Contudo, o colapso do leito ocorreu após 75 minutos, por limitação de vazão de ar;
- 28- A eficiência do recobrimento em leito fluidizado, utilizando as condições operacionais deste trabalho, não foi satisfatório. Entretanto, foi possível perceber as melhores eficiências, utilizando as interações positivas das variáveis pressão de atomização e vazão de suspensão;
- 29- Baseando-se em análises estatísticas é possível recobrir sementes de brócolos em leito fluidizado, utilizando os valores das variáveis independentes propostas, em ensaios de até 75 minutos de duração, não alterando o poder germinativo e o vigor das sementes;
- 30- As sementes sofreram perda de umidade, durante todos os ensaios em leito fluidizado;
- 31- O tempo de processo e as condições experimentais, em leito fluidizado, foram responsáveis pelo crescimento pouco expressivo das sementes;

5.2 – Sugestões e Recomendações para Trabalhos Futuros

Com base nos resultados obtidos neste trabalho, sugere-se:

- 1- Realizar o recobrimento de sementes de brócolos, em leito de jorro e leito fluidizado, incluindo a umidade relativa do ar entre as variáveis no estudo estatístico;
- 2- Recobrir as sementes de brócolos em leito de jorro, modificando a formulação da suspensão e visando: proteção das sementes à alta umidade relativa do ar por longos períodos de armazenagem; controlar da absorção de água livre em solo encharcado; melhor absorção de água livre pelas sementes em solo com problemas de retenção de água; fornecer os micronutrientes de maior exigência para a cultivar;
- 3- Peletizar as sementes de brócolos com formulação polimérica aquosa, em leito de jorro, com a finalidade de realizar a semeadura mecanizada;
- 4- Recobrir as sementes de hortaliças com formulação aquosa e micronutrientes de maior exigência à espécie, em leito de jorro ou leito fluidizado, visando a boa qualidade da planta adulta;
- 5- Estimar custos de operação para o recobrimento de sementes de brócolos, em leito de jorro, visando empregá-lo em escala de produção.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIATION OF OFFICIAL SEED ANALYSIS. Seed Vigor Testing Handbook. Washington: AOSA, 93p. 1983.

ATAIDE, C. H. Estudo do Recobrimento de Comprimidos em Leito de Jorro e Jorro Fluidizado. Campinas: Faculdade de Engenharia Química. UNICAMP, 1996, 188p. Tese (Doutorado).

BARROS, N. B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. Planejamento e Otimização de Experimentos, Campinas, UNICAMP, 1995, 299p.

BECHER, R. D. & SCHLUNDER, E. U. Wetting and drying process in fluidized bed granulation consequences on particle growth mechanism. In: *Proceeding of the 10th International Drying Symposium (IDS 96)*. Vol A, 1996, p 85 – 92.

BRASIL, MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, Laboratório Nacional de Referência Vegetal, *Regras para Análise de Sementes*, Brasília, 1992, 365p.

BOOIJ, R. Cauliflower curdinitiation and maturity: Variability within a crop. *Journal of Horticultural Science*, v.65, p.167-175, 1990.

BRADFORD, K. J. Manipulation of Seed Water Relations Via Osmotic Priming to Improve Germination Under Stress. *HortScience*, vol. 2(5) p.1105-1112, 1986.

CAMARGO, L. S. As Hortaliças e seu Cultivo. Campinas: Fundação Cargil, 1881, 321p.

CHITESTER, D. C. (1984) citado em “Fluidization engineering” de Kunii, D. & Levenspel, O. New York, 1991, p. 70.

CONCEIÇÃO, R. S. F.; BARROZO, M. A. S. The Use of a Spouted Bed in the Fertilizer Coating of Soybean Seeds. *Drying Technology*, v.16(9,10), p.2049-2064, 1997.

DADLANI, M.; SHENOY, V. V.; SESHU, D. V. Seed Coating to Improve Stand Establishment in Rice. *Seed Science & Technology*, vol 20, p. 307-313, 1991.

DELOUCHE, J. C., BASKIN, C. C. Accelerated aging Techniques for predicting the relative storability of seed lots. *Seed Science & Technique*. vol 1(1): p. 427-452, 1973.

DEXTER , S. T.; MIYAMOTO, T. Acceleration of Water. Uptake and Germination of Sugarbeet Seedballs by Surface *Coatings of Hydrophilic. Agronomic. Journal*, vol. 51 p.388-389, 1950.

DREW, R.L.K. The effects of duration and temperature of treatment in a prototype fluidized-bed seed treatment on the subsequent germination of seed of oilseed rape *Brassica napus L. Seed Science and Technology*, v.17, p.7-13, 1987.

ESAU, K. *Anatomy of seed Plants*, EUA, University of California, 1976, 298p.

ERGUN, S. (1952) citado em "Fluidization engineering" Kunii, D. & Levenspel, O. New York, 1991, p. 70.

EUDRAGIT ROHM FARMA: The complete range of acrylic polymers for controlled release (Info 0/E). Röhm: Pharma Polymers, 1998, (catálogo).

FIGUEIRA, F. A. Cultura e Comercialização de Hortaliças. Manual de Oleicultura, 1972, 451p.

GELDART, D. Gas Fluidization Technology, John Wiley & Son, Inc. New York. 1986.

GISHLER, P. E.; MATHUR, K.B. (1957) citado em "Spouted Beds" Mathur, K. B.; Epstein, N. 1.ed London: Academic Press, 1974, 304p.

GUEDES, A. C. & CANTLIFE, D. J. Germination of lettuce seeds at high temperature after seed priming. *Journal American Society for Horticultural Science*, vol 105, p.777 – 781, 1980.

HALSEY, L. H., FLUCK, R. C., HENSEL, D. R., BEEMAN, J. F. Seed and plant size effects on cabbage cultivars. *Journal of the American Society for Horticultural Science*, vol. 5, p. 310-313, 1970.

HEATHER, D. W., SIECZKA, J. B. A morphological study of flower and seed development in cabbage. *Journal of Agricultural Research*, vol 47, p.215- 232, 1991.

INTERNATIONAL SEED TESTING ASSOCIATION (ISTA). International rules for seed testing. *Seed Science and Technology*, v.13, p.322-326, 1985.

KAGE, H. TAKAHASHI, T.; YOSHIDA, T.; OGURA, H.; MATSUNO, Y. Coating Efficiency of Seed Particles in a Fluidized Bed by Atomization of a Power Suspension. *Power Technology*, v. 86, p. 243-250, 1996.

KATSUBE & CARROLL citado em “*Effect of cohesive forces on fluidized and spouted beds of wet particles*”. Passos, M. L. & Mujumdar, A. S *Powder Technology*, v. 110, p. 222-238, 2000.

KHAN, A. A.; PECK, N. H.; SAMIMY, C. Seed osmoconditioning: physiological and biochemical changes. *Israel Journal Botanic*. Vol.29, p.133 – 144, 1981.

KUCHARSKI, J. & KMIÉC, A The Effect of Process parameters on Mass Distributions and the Efficiency of Tablets Coating in a Spouted Bed Drying, *Anais of 6th IDS 88*, Versailles, France, v. II, p. 27-31, 1988.

KUNII, D.; LEVENSPIEL, O. Fluidization engineering. New York: John Wiley, 1991. 489p.

LANA, R. F. (1957) citado em "Spouted Beds" Mathur, K. B.; Epstein, N. 1.ed London: Academic Press, 1974, 304p.

LEVA, M.; WEINTRAUB, M., GRUMMER, M.; GRUMMER, M. ; POLLCHIK, M.; STORCH, H. H. (1951) citado em "Fluidization engineering" Kunii, D. & Levenspel, O. New York, 1991, p. 70.

LEWIS, W.J.; WELBAUM, G.E. Changes in broccoli Brassica oleracea L. seed weight, viability, and vigor during development and following drying and priming. *Seed Science and Technology*, v.24, p.127-137, 1996.

LIU, L. X.; LITSTER, J. D. Spouted Bed Seed Coating: the Effect of Process Variables on Maximum Coating Rate and Elutriation. *Power Technology*, vol.74, p. 215-230, 1993.

LIU, L. X.; LITSTER, J. D. The Effect of Particle Shape on the Spouting Properties of Non Spherical Particles *Power Technology*, v.66, p. 59-67, 1991.

LOEFFLER, T. M.; TEKRONY, D.M.; EGLI, D. B. The bulk conductivity test as an indicator of soybean seed quality, *Journal Seed Technology*, v 12(1), p. 27-53, 1988.

LYNE, C. W.; JOHNSTON, H. G. The Selection of Pelletiser. *Powder Technology*, v.29, p.211-216, 1981.

MALEK, M.A.; LU, B.C.Y. Pressure drop and spoutable bed height in spouted bed. *Industrial and Engineer Chemical Process Design and Develop*, v. 4, p. 123, 1965.

MASSARANI G. Secagem de produtos agrícolas. Rio de Janeiro: Edgard Bücher, 1987. v.2, 56p.

MATHUR, K. B.; EPSTEIN, N. Spouted Beds 1.ed London: Academic Press, 1974, 304p.

MELLO, S.C.; SPINOLA, M. C. M.; MINANI, K. Método de Avaliação da Qualidade Fisiológica de Sementes de Brócolos. *Scientia Agrícola*, v.56, n.4, suplemento, 1999.

MOHSEENIM, N. N. Physical Properties of Plant and Animal Materials. 2ed. New York: Gordon and Breach Science. Cap. 2-3, 1986, 734p.

MURAYAMA, S. (1985) Horticultura. Campinas, Instituto Campineiro de Ensino Agrícola, 1973, 693p.

NASCIMENTO et al. Citado em "Secagem de produtos agrícolas" Massarani G. Rio de Janeiro: Edgard Bücher, 1987. v.2, 56p.

OWER, E.; PANKHURST, R.C. The measurement of air flow. 5.ed New York: Pergamon Press, 1977. p.51-54.

PALLAI, I.; NEMETH, J. Analysis of flow forms in a spouted bed apparatus by the so-called phase diagram. In: INTERNATIONAL CONGRESS CHEMICAL ENGINEER (CHISA), 3., 1969, Praga: Czechoslovak Society for Industrial Chemistry, 1969, V.3 n. C.2.4.

PASSOS, M. L. & MUJUMDAR, A. S. Effect of cohesive forces on fluidized and spouted beds of wet particles. *Powder Technology*, v. 110, p. 222-238, 2000.

PATEL, K., BRIDGWATER, J., BAKER, C. G. J., SCHNEIDER, T. Spouting behaviour of wet solids. *Drying' 86*, Ed. A. S. Mujumdar, Hemisphere Publishing Corp., New York, p. 183-189, 1986.

PAVARINI, P. J.; SECCO, V.; LIMA NETO, N. Estudo difratométrico do concentrado fosfático de Catalão calcinado com diferentes teores de Na₂SO₄ In: Anais do V Congresso Brasileiro de Engenharia Química, ABEQ, Porto Alegre, 1982.

- PEÇANHA, R.P.; MASSARANI, G. Dimensão característica e forma de partícula. In: *Encontro sobre Meios Porosos*, 14., Campinas, 1986. Anais. p.302-312.
- PETERSON, J. R. Osmotic priming of onion seeds. The Possibility of Commercial Scale Treatment. *Science Horticultural*, v.5, p.207 - 214, 1976.
- PORTER, E. E. & KAERWER, H. E. Coated seeds and methods: patents, Minneapolis, USA, n.3,80,740.may 1974,
- POPININGIS, F. Fisiologia da Semente, 289p, 1985.
- ROMERO, J. B. & JOHANSON, L. N. (1962) citado em "Fluidization engineering" Kunii, D. & Levenspel, O. New York, 1991, p. 77.
- SAMPAIO, L.S.V. Dinâmica do leito de jorro. Rio de Janeiro, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 1978, 120p. Dissertação (Mestrado).
- SAN JOSE, M.J.; OLAZAR, M.; AGUADO, R. E.; BILBAO, J. Influence of the conical section geometry on the hydrodynamics of shallow spouted. *Chemical Engineer Journal*, v.62, p.113-120, 1996.
- SANDER, B. Drying, Handling and Storage. In Oilseed Rape Book, *Cambridge Agricultural Publishing*, p.131 - 137, 1981.
- SAUVE, E. M.; SHIEL, R. S. Coating Seeds with Polyvinyl Resins. *Journal of Horticultural Science*, v.55, p.371-373, 1980.
- SCOTT, J. M. Seed Coatings and Treatments and Their Effects on Plant Establishment *Advances in Agronomy*, v. 42, p. 43-83, 1989.

SHINOHARA, S. Vegetable Seed Production Technology of Japan Elucidated with Respective Variety Development Histories. Particulars. Nishiooi, Shinagawa-Ku, Tokyo, vol. I *Shinoharas Authorized Agricultural Consulting Engineer Office*, p. 4-7-7, 1984.

SCHNEIDER, T., BRIDGWATER, J. The stability of wet spouted beds. *Drying Technology*, v. 11, n. 2, p. 277-301, 1993.

SPITZNER NETO, P. I. Secagem de Pastas em Leito de Jorro. São Carlos: PPG-EQ/UFSCAR, 201p., 1997 Dissertação-(Mestrado).

STATISTICA FOR WINDOWS® 95/98/2000/NT. StatSoft, Inc. All rights reserved, version : 55, serie: 0300-A-N4, ©1984-2000.

SSCHUBERT; HERRMANN, W.; RUMPF, H. Deformation behavior of agglomerates under tenile stress. *Powder Technology*, vol. 11, p. 121-131, 1975.

TAYLOR, A.G.; HARMAN, G.E. Concepts and technologies of selected seed treatments, *Phytopathology*, v.28, p.321-339, 1990.

TOWER, R. F. S.; MAGUIRE, J. D. Seed Vigor Studies in Wheat Seed. *Seed Science Technology*, v.18(2), p.383 – 392, 1990.

TOWNSHEND, J. H. Efficacy of Oxamyl Coated on Alfafa Seed With Polymer Sticker in *Pratylenchus Penetrans* and *Meloidogyne Hapla* Infested Soils. *Journal of Nematology*, v.21, p.242-246, 1989.

TSVIK, M. Z.; NABIEV, M. N. ; RIZAEV, N. U.; MERENKOV, K. V.; VYZGO, V. S. The velocity for external spouting in the combined process for production of granulated fertilizers. *Uzb. Khim. Zh*, v.11, n 2, 50 1967. In: OLAZAR, M., *et al* “ Stable operation conditions for gas-solid contact regimes in conical spouted beds”. *Ind. Eng. Chem. Res*, v. 31, p.1784-1792, 1992

VIEIRA, R. D.; CARVALHO, N. M. Teste de Vigor em Sementes. Jaboticabal, FUNEP-UNESP, 1994, 163p.

WELHELM & KWAUK (1948) citado em "Fluidization engineering" Kunii, D. & Levenspel, O. New York, 1991, p. 77.

WEN, C. Y. & YU, Y. H. (1966) citado em "Fluidization engineering" Kunii, D. & Levenspel, O. New York, 1991, p. 70.

WEST, S. H. Polymers as Moisture Barriers to Maintain Seed Quality *Crop Science*, v. 25, p. 941-944, 1985.

WURR, D.C.E.; FELLOWS, J.R.; HMBIDGE, A.J. The influence of field environmental conditions on Calabrese growth and development. *Journal of Horticultural Science*, v.66, p.495-504, 1991.

WURR, D.C.E.; FELLOWS, J.R.; HMBIDGE, A.J. The effect of plant density on Calabrese growth and its use in a predictive model. *Journal of Horticultural Science*, v.67, p.77-85, 1992.

APÊNDICE

TABELAS E FIGURAS

A Tabela 1 A apresenta os efeitos das variáveis independentes na eficiência do processo, com um limite de confiança de 95%, para leito de jorro.

Tabela 1 A – Efeito das variáveis independentes na eficiência do processo de recobrimento em leito de jorro

Eficiência	Efeitos estimados	Desvio Padrão	T(3)	Limite de confiança de -95%	Limite de confiança de 95%
Média	63,46	1,21	52,34	59,60	67,32
Z ₁ (Ta)	1,56	2,97	0,527	-7,88	11,01
Z ₂ (Pa)	-7,42	2,97	-2,50	-18,65	3,806
Z ₃ (Ws)	0,79	2,97	0,26	-16,87	2,026
Z ₁ x Z ₂	1,44	2,97	0,48	-8,66	10,24
Z ₁ x Z ₃	0,18	2,97	0,060	-8,00	10,89
Z ₂ x Z ₃	2,85	2,97	0,959	-9,27	12,30
Z ₁ x Z ₂ x Z ₃	8,51	2,97	2,85	-0,94	17,96

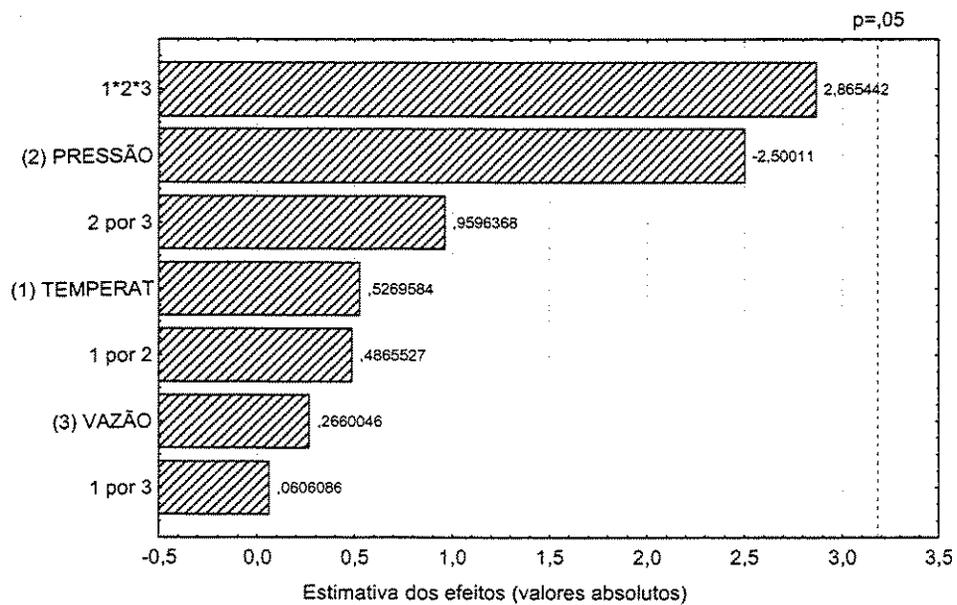


Figura 1 A - Diagrama de Pareto para os efeitos sobre a eficiência do processo em leito de jorro

O valor absoluto dos efeitos padronizado corresponde à diferença entre o valor do efeito e o valor do limite de confiança, dividido pelo desvio padrão. Neste caso, o valor absoluto equivale a 3,18, correspondente a banda do limite de confiança 0,05, e todos os valores de efeito que estiverem fora desta faixa não são considerados significativos.

A Tabela 2.A apresenta os efeitos das variáveis independentes no crescimento das sementes, com um limite de confiança de 95%.

Tabela 2.A - Efeito das variáveis independentes para o crescimento de sementes em leito de jorro

Crescimento	Efeito estimado	Desvio Padrão	T(3)	Limite de confiança -95%	Limite de confiança de 95%
Média	6,0	0,12	50,68	5,62	6,37
Z ₁ (Ta)	0,095	0,29	0,33	-0,83	1,02
Z ₂ (Pa)	-0,69	0,29	-2,38	-1,61	0,23
Z ₃ (Ws)	0,085	0,29	0,29	-0,84	1,01
Z ₁ x Z ₂	0,130	0,29	0,45	-0,79	1,053
Z ₁ x Z ₃	-0,005	0,29	-0,02	-0,93	0,92
Z ₂ x Z ₃	0,27	0,29	0,93	-0,65	1,19
Z ₁ x Z ₂ x Z ₃	0,8	0,29	2,76	-0,12	1,72

A não significância dos efeitos para as variáveis individuais ou combinadas é confirmada no diagrama de Pareto, onde os efeitos não são significativos para um limite de confiança de 95%.

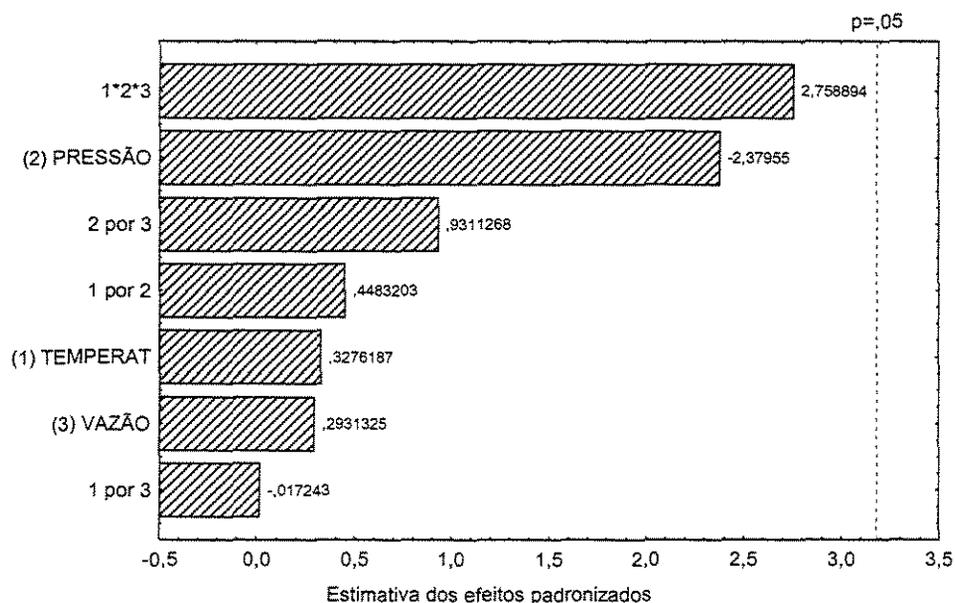


Figura 2.A - Diagrama de Pareto para o crescimento das sementes recobrimentas

Neste caso, o valor absoluto equivale a 3,18, correspondente a banda do limite de confiança 0,05, e todos os valores de efeito que estiverem fora dela não são considerados significativos.

Tabela 3.A – Análise de variância dos valores de germinação das sementes, após processo de recobrimento em leito de jorro

Fonte de variação	Número de graus de liberdade - GL	Soma Quadrática - SQ	Média Quadrática QM
Regressão – (R)	1	75,03	75,03
Resíduos – (r)	10	48,53	4,85
Falta de Ajuste – (faj)	7	37,28	5,32
Erro Puro – (ep)	3	11,25	3,75
Total – (T)	11	123,56	

Tabela 4.A - Análise de variância (DIC) para os valores de germinação das sementes recobertas em leito de jorro

Causa de variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio
tratamentos	12	177,77	14,81
Resíduo	39	775	19,87
total	51	952,77	—

Tabela 5.A –Efeitos das variáveis independentes no vigor (V_{24}) das sementes recobertas em leito de jorro

Eficiência	Efeitos estimados	Desvio Padrão	T(3)	Limite de confiança de - 95%	Limite de confiança de 95%
Média	6,95	1,00	67,78	64,77	71,15
Z ₁ (Ta)	6,25	2,45	2,54	-1,56	14,06
Z ₂ (Pa)	1,0	2,45	0,41	-6,81	8,81
Z ₃ (Ws)	-3,37	2,45	-1,37	-11,19	4,44
Z ₁ x Z ₂	3,0	2,45	1,22	-4,81	10,81
Z ₁ x Z ₃	2,12	2,45	0,86	-5,69	9,94
Z ₂ x Z ₃	0,87	2,45	0,35	-6,94	8,69
Z ₁ x Z ₂ x Z ₃	0,87	2,45	0,35	-6,94	8,69

Verifica-se que a vazão de atomização (Z_3 : Ws) foi a única variável independente a ter efeito negativo no vigor V_{24} das sementes recobertas. A temperatura do ar de jorro (Z_1 : Ta) apresentou efeito positivo e de superior magnitude dentre toda as variáveis estimadas.

O diagrama de Pareto, Figura 3.A, apresenta o valor absoluto equivalente a 3,18, correspondente a banda do limite de confiança 0,05, e todos os valores de efeito que estiverem fora dela não são considerados significativos.

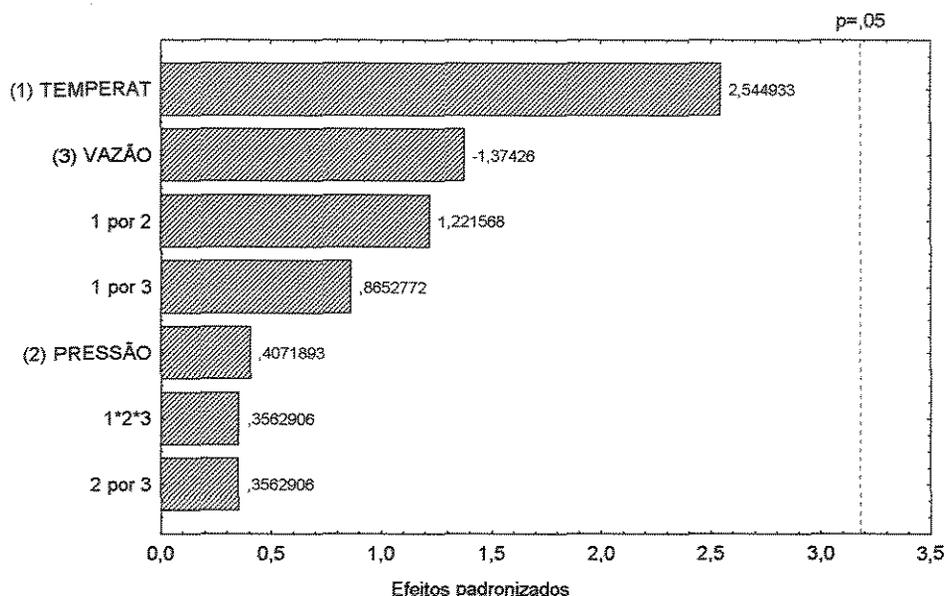


Figura 3.A - Diagrama de Pareto para o vigor V_{24} das sementes recobertas em leito de jorro

Tabela 6.A – Análise de variância para os valores do envelhecimento acelerado (V_{24}), após processo de recobrimento em leito de jorro

Fonte de variação	Número de graus de liberdade - GL	Soma Quadrática SQ	Média Quadrática QM
Regressão – (R)	79,65	1	79,65
Resíduos – (r)	89,69	10	8,97
Falta de Ajuste – (faj)	53,51	7	7,64
Erro Puro – (ep)	36,19	3	12,06
Total – (T)	169,35	11	

Tabela 7.A – Efeito das variáveis independentes na velocidade de emergência (V_{IVE}) das sementes recobertas em leito de jorro

Velocidade de emergência	Efeitos estimados	Desvio Padrão	T(3)	Limite de confiança de - 95%	Limite de confiança de 95%
Média	4,42	0,03	146,24	4,32	4,51
Z_1 (Ta)	0,09	0,074	1,25	-0,14	0,33
Z_2 (Pa)	-0,012	0,074	-0,17	-0,25	0,22
Z_3 (Ws)	0,007	0,074	-0,10	-0,23	0,24
$Z_1 \times Z_2$	0,022	0,074	0,30	-0,21	0,26
$Z_1 \times Z_3$	-0,047	0,074	-0,64	-0,28	0,19
$Z_2 \times Z_3$	0,007	0,074	0,10	-0,22	0,24
$Z_1 \times Z_2 \times Z_3$	0,082	0,074	1,11	-0,15	0,32

Tabela 8.A - Análise de variância para os valores de envelhecimento acelerado (V_{24}) das sementes recobertas em leito de jorro

Causa de variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio
tratamentos	12	801,26	66,77
Resíduo	39	1065,25	27,31
total	51	1866,51	

Tabela 9.A - Análise de variância dos valores de índice de velocidade de emergência em solo (V_{IVE}) das sementes recobertas em leito de jorro

Causa de variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio
tratamentos	12	0,37	0,028
Resíduo	39	1,23	0,032
total	51	1,58	

A Tabela 10.A apresenta a estimativa dos efeitos para as variáveis independentes, com um limite de confiança de 75%. Os termos em negrito correspondem aos termos com significância estatística.

Tabela 10.A - Efeitos das variáveis independentes na eficiência do processo de recobrimento em leito fluidizado

Eficiência	Efeito estimado	Desvio Padrão	T(1)	Limite de confiança de -75%	Limite de confiança de 75%
Média	50,09	1,804	27,76	45,73	54,44
Z ₁ (Pa)	0,10	4,419	0,022	-10,57	10,769
Z ₂ (Ws)	-0,49	4,419	-0,111	-11,16	10,179
Z ₁ x Z ₂	10,88	4,419	2,462	0,21	21,55

Tabela 11.A - Análise de variância dos valores de germinação das sementes recobertas em leito fluidizado

Causa de variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio
tratamentos	6	85,43	14,24
Resíduo	21	307	14,62
total	27	392,43	----

Tabela 12.A - Análise de variância dos valores de envelhecimento acelerado V₂₄ para as sementes recobertas em leito fluidizado

Causa de variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio
tratamentos	6	247,43	41,23
Resíduo	21	577,0	27,47
total	27	824,43	----

Tabela 13.A - Análise de variância dos valores do índice de velocidade de emergência V_{IVE} para as sementes recobertas em leito fluidizado

Causa de variação	Grau de liberdade	Soma de quadrados	Quadrado médio
tratamentos	6	0,057	0,0095
Resíduo	21	0,089	0,0043
total	27	0,146	