

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: ENGENHARIA DE PROCESSOS

**IDENTIFICAÇÃO E MONITORAMENTO DO REGIME
FLUIDODINÂMICO DO LEITO DE JORRO NO RECOBRIMENTO DE
PARTÍCULAS**

Nadia Eliza Correa Lopes

Orientador: Osvaldir Pereira Taranto

Co-Orientadora: Virgínia Aparecida Silva Moris

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

Campinas – São Paulo

Novembro – 2007

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

L881i Lopes, Nadia Eliza Correa
Identificação e monitoramento do regime fluidodinâmico
do leito de jorro no recobrimento de partículas / Nadia Eliza
Correa Lopes.--Campinas, SP: [s.n.], 2007.

Orientadores: Osvaldir Pereira Taranto, Virgínia
Aparecida Silva Moris
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Química.

1. Processo de leito de jorro. 2. Análise espectral. I.
Taranto, Osvaldir Pereira. II. Moris, Virgínia Aparecida
Silva. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade
de Engenharia Química. IV. Título.

Título em Inglês: Identify and monitoring of flow regimes spouted bed
coating of particles

Palavras-chave em Inglês: Spouted bed, Coating particle, spectrum of power,
Fluctuation of pressure

Área de concentração: Engenharia de Processos

Titulação: Mestre em Engenharia Química

Banca examinadora: Flávio Vasconcelos da Silva, Nehemias Curvelo Pereira

Data da defesa: 23/11/2007

Programa de Pós-Graduação: Engenharia Química

Dissertação de Mestrado defendida por NADIA ELIZA CORREA LOPES e
aprovada em 23 de Novembro de 2007, pela banca examinadora constituída pelos doutores:



Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto

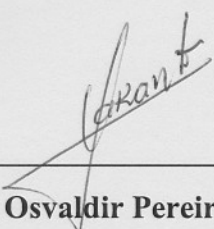


Prof. Dr. Flávio Vasconcelos da Silva



Prof. Dr. Nehemias Curvelo Pereira

Este exemplar corresponde à versão final da Dissertação de Mestrado em Engenharia Química.



Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto

Dedico
este trabalho aos
meus pais Valdir e Lúcia.

Dedico
este trabalho aos
meus pais Valdir e Lúcia.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto pela orientação, ensinamentos e discussões que direcionaram para a qualidade desta Dissertação de Mestrado.

À Virgínia, pela co-orientação, paciência, boa vontade, e por toda a atenção dispensada ao longo do desenvolvimento do trabalho.

Aos senhores membros da banca examinadora, pelo aceite e contribuições a este trabalho.

Ao Cnpq pelo suporte financeiro.

Ao pessoal da oficina mecânica da FEQ/Unicamp pelas prestações de serviços.

À Prof^{ra} Dr^a Sandra Cristina dos Santos Rocha pelo empréstimo de materiais e utilização de seu laboratório. Agradeço também ao Roberto Luiz Gomes da Cunha, por sua ajuda e boa vontade.

Ao pessoal da secretaria da Pós-Graduação da FEQ e à secretária do DTF, Sra. Rose, pelas informações e ajudas constantes.

Aos amigos de laboratório, em especial a Regina, pela imprescindível contribuição no início deste trabalho e ajudas subseqüentes, Alice, Mirla, Ambrósio, Lene, Jaiana, Fernando, Cris, Carlo, Sérgio, Mônica e Victor pela ajuda, apoio e amizade.

Aos amigos, Melina, Érica, Julia, e especialmente ao Gui e a Élide, sempre presentes, pelo apoio, convívio e risadas.

À minha família, sempre incondicionais, constantes, e mesmo distante muito contribuíram para o meu equilíbrio e motivação. Sem dúvida é a minha referência.

Ao João Guilherme, minha maior riqueza, pela compreensão, incentivo, dedicação, amor, carinho e todas as outras formas possíveis de ajudar.

A todos aqueles que contribuíram para a realização deste trabalho.

RESUMO

O recobrimento de partículas em leito de jorro tem se mostrado bastante promissor, tendo em vista o seu potencial de aplicações em diversos produtos como comprimidos, cosméticos, sementes, fertilizantes. A maioria dos trabalhos reportados na literatura são baseados em observações visuais, em colunas construídas com material transparente, operados a pressão e temperatura ambiente. Porém, o reconhecimento visual dos regimes de escoamento não é possível em escala industrial ou com altas pressões. Logo, o objetivo desse trabalho foi identificar modificações ocorridas durante o processo de recobrimento de partículas em leito de jorro, pela comparação de observações visuais em conjunto com os espectros de potência obtidos a partir da aquisição de dados de queda de pressão em tempo real, utilizando a técnica FFT (*Fast Fourier Transform*).

Para este estudo foram utilizadas partículas de diferentes formas, ABS e poliestireno, com diâmetro médio de 3,03 mm e 3,81 mm, respectivamente, e suspensão polimérica a base de Eudragit[®]. O recobrimento foi realizado em um leito de jorro cone cilíndrico, confeccionado em acrílico com as seguintes dimensões: $H = 70$ cm, $D_c = 14,3$ cm, $D_i = 4$ cm e $\theta = 60^\circ$, as condições operacionais foram pré-fixadas para cada partícula baseadas em ensaios preliminares. As flutuações da queda de pressão foram determinadas utilizando o *software* LabView 7.1, a uma taxa de amostragem de 400 Hz. Os resultados permitiram identificar durante o recobrimento a redução na taxa de circulação de partículas, zonas mortas e até “completo” colapso do leito, tanto por variações fluidodinâmicas visualmente observadas no leito, quanto por alteração espectral *on line* durante os experimentos de recobrimento. No futuro essa identificação pode ser útil como ferramenta no desenvolvimento de um sistema de controle ao processo de recobrimento.

Palavras-chave: Leito de jorro, recobrimento de partículas, espectros de potência, flutuação de pressão.

ABSTRACT

The coating of particles in spouted has shown sufficiently promising, in view of its potential of applications in several products such as tablets, cosmetics, seeds, fertilizers. However, the works reported in literature had been predominantly based on visual observations, through columns constructed with transparent material, operated the pressure and ambient temperature. Furthermore, the visual recognition of flow regimes is not possible in industrial scale or with high pressures. Soon, the aim of this work was to identify modifications accrued during the coating of particle in spouted bed, the comparison of the visual behavior with the power spectrum gotten from the acquisition of data of pressure drop in real time, using technique FFT (*Fast Fourier Transform*). For this study had been used particles of ABS and polystyrene, with average diameter of 3,03 mm and 3.81 mm, respectively, and aqueous polymeric suspension the base of Eudragit®. The coating was carried through in a conical-cylindrical spouted bed, confectioned in acrylic with the following dimensions: $H = 70$ cm, $D_c = 14,3$ cm, $D_i = 4$ cm and $\theta = 60^\circ$, the operational conditions had been fixed for each particle based in preliminary assays. The fluctuations of the drop pressure had been acquired using software LabView 7.1, to a rate of sampling of 400 Hz. The results had allowed to identify during the coating the reduction in the circulation rate of particle, zones deceased and until complete collapse of the spouted bed, as much for fluid-dynamics variations visually observed in the spouted bed, how much for spectral alteration during the coating experiments. In the future this identification can be useful development a control process tool.

Keywords: spouted bed, coating particle, spectrum of power, fluctuation of pressure.

ÍNDICE

RESUMO.....	xiii
ABSTRACT	xiv
NOMENCLATURAS.....	xxii
<i>CAPÍTULO I.....</i>	<i>1</i>
INTRODUÇÃO	1
<i>CAPÍTULO II</i>	<i>4</i>
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1 – Fundamentação Teórica.....	4
2.1.1 - Leito de jorro	4
2.1.2 – Regiões do jorro	5
2.1.3 - Condições para o jorro	6
2.1.4 – O Mecanismo Fluidodinâmico.....	8
2.1.5 – Queda de Pressão.....	10
2.1.6 – Velocidade de Jorro Mínimo	10
2.1.7 – Altura Máxima do Jorro	11
2.2 – Recobrimento de Partículas	11
2.2.1 – Princípios do Recobrimento de Partículas	12
2.2.2 - Recobrimento de Partículas em Leito de Jorro.....	15
2.3 – Transformada de Fourier	17
2.3.1 - Transformada Discreta de Fourier (DFT)	19
2.4 – Flutuação de Pressão em Leito de Jorro	20
2.4.1 – Análise Estatística.....	20
2.4.2 – Análise Espectral	21
<i>CAPÍTULO III</i>	<i>30</i>
MATERIAIS E MÉTODOS.....	30
3.1 – Partículas	30
3.1.1 - Caracterização das partículas	30
3.1.1.1 – Diâmetro médio	30
3.1.1.2 – Densidade real das partículas	31

3.1.1.3 – Porosidade	31
3.1.2 – Suspensão de recobrimento	31
3.2 – Sistema Experimental	33
3.2.1 – Materiais periféricos	35
3.3. Procedimento de Coleta de Dados.....	35
3.4. Sistema de Atomização	37
3.5. Estudo Fluidodinâmico a Seco das Partículas	37
3.6. Ensaios de Recobrimento	39
CAPÍTULO IV	40
RESULTADOS E DISCUSSÕES	40
4.1 – Características dos materiais e parâmetros de recobrimentos	40
4.2 – Fluidodinâmica do leito	44
4.3 - Diferenciação de regimes	48
4.4 – Flutuação de pressão.....	49
4.5 – Comparação do desvio padrão do sinal de pressão	53
4.6 – Distribuição de probabilidade.....	55
4.7 – Espectro de potência durante o recobrimento.....	57
4.7.1 – Espectro de potência para o ABS	57
4.7.2 – Espectro de potência para o poliestireno	65
CAPÍTULO V	73
CONCLUSÕES	73
CAPÍTULO VI	76
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	76
APÊNDICE I	81
APÊNDICE II	90

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 – Esquema de um leito de jorro (MATHUR e EPSTEIN, 1974).....	6
Figura 2.2 - Transição de Fase com o Aumento da Velocidade do Fluido (MATHUR E EPSTEIN, 1974).....	7
Figura 2.3 - Diagrama de fase. Trigo, $d_p = 3,2 \times 6,4$ mm, $D_c = 15,2$ cm, $D_i = 1,25$ cm (MATHUR E EPSTEIN, 1974).....	7
Figura 2.4 - Curva típica de queda de pressão versus velocidade superficial do gás (MATHUR E EPSTEIN, 1974).....	8
Figura 2.5 – Interpretação da Transformada de Fourier (BRIGHAM, 1988).	18
Figura 2.6 - Espectro de potência - milho. Regime: leito fixo (TARANTO, 1996).....	22
Figura 2.7 - Espectro de potência - milho. Regime: jorro estável (TARANTO, 1996).	22
Figura 2.8 - Espectro de potência - milho. Regime: slugging (TARANTO, 1996).	23
Figura 2.9- Espectro de potência - poliestireno. Regime: jorro estável (SILVA, 1998).	24
Figura 2.10 - Espectro de potência - poliestireno. Regime: slugging (SILVA, 1998).	24
Figura 2.11 – Flutuação de diferencial pressão em várias velocidades de gás, medida na seção cônica ($D_c=120$ mm, $H_b=155$ mm, $D_i=10$ mm, esferas de vidro). (XU et al., 2004).	25
Figura 2.12 – Desvio padrão da flutuação de pressão com a variação da velocidade do gás em diferentes posições: (a) posição axial da coluna; (b) em $R/2$ da coluna; (c) na parede da coluna; (d) seção cônica. ($D_c=120$ mm, $H_b=155$ mm, $D_i=10$ mm, $d_p=1.6$ mm esferas de vidro, $U_{ms}=0.562$ m/s). (XU et al., 2004).....	25
Figura 2.13 - Espectros de potência (esferas de vidro de 1,6 mm, $D_c=120$ mm, $H_b=345$ mm, $D_i=10$ mm) (XU et al., 2004).....	26
Figura 2.14 Espectros de potência para o algodão (LOURENÇO, 2006).....	27
Figura 2.15 – Desvio padrão das flutuações de pressões versus velocidade do fluido, aparato simétrico com 1500g de esferas de madeira (PISKOVA e MÖRL, 2007).....	28

Figura 2.16 - Espectro de potência obtido para o regime: (a) leito fixo a $v = 0,32$ m/s e (b) jorro estável a $var = 1,17$ m/s, vidro = 2000g. (PAVANELLI, 2006).....	29
Figura 3.1 - Dimensões do leito de jorro.....	33
Figura 3.2 – Esquema do sistema experimental	34
Figura 3.3 – Fotografia do sistema experimental	34
Figura 3.4 - Programa de aquisição de sinais	36
Figura 3.5 – Conjunto de atomização (COSTA e TARANTO, 2003).	37
Figura 4.1.1 – Partículas de ABS: (a) antes do recobrimento, (b) recobertas e (c) aglomeradas.....	43
Figura 4.1.2 – Partículas de poliestireno: (a) antes do recobrimento e (b) recobertas.	44
Figura 4.2.1 – Queda de pressão no leito sem as partículas em função da velocidade do ar.	44
Figura 4.2.2 – Curva fluidodinâmica de partículas de ABS, $M_0 = 600$ g, $U_{mj} = 0,90$ m/s...	45
Figura 4.2.3 – Curva fluidodinâmica de partículas de poliestireno, $M_0 = 600$ g, $U_{mj} = 0,52$ m/s.	46
Figura 4.2.4 – Curva fluidodinâmica, para vazão decrescente, com e sem atomização do ABS, $M_0 = 600$ g.....	47
Figura 4.2.5 – Curva fluidodinâmica, para vazão decrescente, com e sem atomização do poliestireno, $M_0 = 600$ g.	48
Figura 4.4.1 – Flutuação de pressão para o ABS, experimento 1 - 300g e 8 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento e (c) jorro interno.....	49
Figura 4.4.2 – Flutuação de pressão para o ABS, experimento 2 - 300g e 10 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento e (c) colapso.	50
Figura 4.4.3 – Flutuação de pressão para o ABS, experimento 3 - 600g e 8 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (1) antes do recobrimento, (2) durante o recobrimento e (3) jorro interno.	50

Figura 4.4.4 – Flutuação de pressão para o ABS, experimento 4 - 600g e 10 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (1) antes do recobrimento, (2) durante o recobrimento e (3) jorro interno.	50
Figura 4.4.5 – Flutuação de pressão para o poliestireno, experimento 5 - 300g e 5 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (1) antes do recobrimento, (2) durante o recobrimento, (3) colapso.	51
Figura 4.4.6 – Flutuação de pressão para o poliestireno, experimento 6 - 300g e 8 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (1) antes do recobrimento, (2) durante o recobrimento e (3) colapso.	51
Figura 4.4.7 – Flutuação de pressão o poliestireno, experimento 7 - 600g e 8 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (1) antes do recobrimento, (2) durante o recobrimento, (3) jorro interno e (4) colapso.	52
Figura 4.4.8 – Flutuação de pressão para o poliestireno, experimento 8 - 600g e 10 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (1) antes do recobrimento, (2) durante o recobrimento, (3) jorro interno e (4) colapso.	52
Figura 4.5.1 – Desvio padrão da flutuação de pressão em função do tempo.	55
Figura 4.6.1 - Flutuação dos sinais de pressão e distribuição de probabilidade para os diferentes regimes estudados: (a) jorro com recobrimento, (b) jorro interno e (c) colapso – Poliestireno, 600g e 10 ml/min.	57
Figura 4.7.1 - Espectro de potência para o ABS, experimento 1 - 300g e 8 ml/min, nas diferentes etapas do recobrimento.	60
Figura 4.7.2 - Espectro de potência para o ABS, experimento 2 - 300g e 10 ml/min, nos diferentes regimes: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento e (c) colapso. ..	61
Figura 4.7.3 - Espectro de potência para o ABS, experimento 3 - 600g e 8 ml/min, nos diferentes regimes: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento e (c) jorro interno.	63
Figura 4.7.4 - Espectro de potência para o ABS, experimento 4 - 600g e 10 ml/min, nos diferentes regimes: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento e (c) jorro interno.	64

Figura 4.7.5 - Espectro de potência para o poliestireno, experimento 5 - 300g e 5 ml/min, nas diferentes etapas do recobrimento.....	68
Figura 4.7.6 - Espectro de potência para o poliestireno, experimento 6 - 300g e 8 ml/min, nos diferentes regimes: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento e (c) colapso.	69
Figura 4.7.7 - Espectro de potência para o poliestireno, experimento 7 - 600g e 8 ml/min, nos diferentes regimes: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento, (c) jorro interno e (d) colapso.	70
Figura 4.7.8 - Espectro de potência para o poliestireno, experimento 8 - 600g e 10 ml/min, nos diferentes regimes: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento, (c) jorro interno e (d) colapso.	71
Figura 4.7.9 - Amplitude versus tempo de recobrimento.	72

ÍNDICE DE FIGURAS

Tabela 3.1 – Composição da suspensão de recobrimento, segundo Donida (2000).	31
Tabela 4.1 - Características das Partículas	40
Tabela 4.2 – Condições Operacionais dos Ensaios de Recobrimento.....	41
Tabela 4.3 – Experimentos Realizados	41
Tabela 4.4 – Tempo de Recobrimento.....	42
Tabela 4.5 – Parâmetros Fluidodinâmicos	46
Tabela 4.6 – Comparação das Velocidades de Mínimo Jorro Experimental com as Velocidades da Equação de Mathur e Gishler (1955).	47

NOMENCLATURAS

Latinas

A	amplitude (Pa^2/Hz)
D_c	diâmetro da coluna (m)
D_i	diâmetro do orifício (m)
D_n	diâmetro da peneira (m)
d_p	diâmetro da partícula (m)
f	frequência (Hz)
f_N	frequência de Nyquist (Hz)
f_s	frequência de amostragem (Hz)
g	aceleração da gravidade (m/s^2)
H	altura do leito (m)
H_0	altura estática do leito (m)
N e n	número de pontos, amostras.
P	pressão (Pa)
P_{at}	pressão de atomização
$-\Delta P_M$	queda de pressão máxima (Pa)
$-\Delta P_S$	queda de pressão do jorro estável (Pa)
Q	vazão mássica de ar (Kg/min)
Tar	temperatura do ar ($^{\circ}\text{C}$)
t	tempo (min)
U	velocidade superficial (m/s)
U_{mj}	velocidade de mínimo jorro (m/s)
$X(f)$	Transformada de Fourier do sinal
$x(t)$	Transformada de Fourier do tempo
x_i	sinal a ser analisado
$\bar{x}$	média do sinal
Δx	variação da fração mássica

Gregas

σ	desvio padrão (Pa)
ξ	fator de compressibilidade

ε	porosidade do leito (%)
ρ_{real}	massa específica real da partícula (Kg/m ³)
ρ_f	massa específica do fluido (Kg/m ³)
ρ_s	massa específica da partícula (Kg/m ³)

Abreviações

FFT	Transformada Rápida de Fourier
SD	densidade espectral

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

O recobrimento de partículas pode ter diversas aplicações nas indústrias de alimentos, química, agrícola e farmacêutica. Esta técnica consiste em recobrir partículas, como pílulas e comprimidos, com finalidades específicas, como proteção de condições ambientais agressivas, prolongar a vida útil da mesma, etc. O recobrimento pode ser definido como sendo uma operação de secagem antecedida por uma etapa de aspersão de uma suspensão, cujo solvente deve ser removido para promover a aderência desejada. Atualmente diversos trabalhos sobre recobrimento de partículas têm sido publicados, o que ressalta a importância desta tecnologia no processamento de inúmeros materiais (JONO et al., 2000; VIEIRA e ROCHA, 2004).

Uma das aplicações mais comuns do recobrimento de partículas é o recobrimento de produtos farmacêuticos. Tal operação unitária visa aplicar uma solução de polímeros, como exemplo, os compostos celulósicos (etilcelulose, acetatoftalato de celulose) visando harmonizar e controlar a liberação de fármacos. Prioritariamente o recobrimento tem como objetivos: mascarar o sabor, o odor ou a cor de um fármaco, e alguns materiais tem a habilidade de controlar a liberação do fármaco contido nas formas farmacêuticas. Aliado a este contexto de vantagens, adicionalmente encontra-se, a proteção dos sistemas terapêuticos contra fatores de riscos ambientais, proteção de fármacos sensíveis às exigências fisiológicas no estômago, aplicando-se recobrimento entérico gastro-resistentes, além da possibilidade de evitar incompatibilidades entre constituintes da mesma formulação (CAVALCANTI, 2002).

A maioria dos processos de recobrimento utiliza diferentes tipos de equipamentos, tais como: bacia de revestimento tradicional, bacia de revestimento perfurada, leito de Wurster, leito fluidizado e leito de jorro. A evolução ocorrida tem sido na direção de uma maior eficácia energética, de sistemas automatizados para diminuir o tempo total de processo e reduzir a intervenção do operador (LACHMAN et. al, 2000). Em particular, o recobrimento de partículas no leito de jorro apresenta muitas vantagens sobre outros métodos, para partículas jorráveis, entre as quais podemos destacar uma maior

homogeneidade do produto final devido ao grau elevado de mistura dos sólidos no interior do leito em questão e elevadas taxas de transferências de massa e calor no mesmo.

O leito de jorro foi desenvolvido inicialmente como uma modificação do leito fluidizado, tal modificação visava o tratamento de partículas maiores que 1 mm, pois para tais partículas geralmente não se obtinha um regime de operação adequado em leitos fluidizados (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

A utilização do leito de jorro em indústrias é ainda restrita devida à alta dificuldade da manutenção de um regime fluidodinâmico estável. Sendo assim, a busca da estabilidade dos regimes em qualquer aplicação é de suma importância, pois tal estabilidade implicaria em processos mais eficientes. Vários trabalhos citados na literatura, utilizam a aquisição de dados de pressão *on line* como ferramenta para identificar transição de regimes em leitos de jorro e fluidizados. Esses dados de pressão podem ser analisados por diferentes caminhos: análise estatística no domínio do tempo, por análise espectral da frequência ou domínio de Fourier e por análise a partir da teoria do caos (XU et al., 2004).

Estudos sobre leito de jorro visando identificar e monitorar os regimes de contato gás-sólido vem sendo desenvolvido e resultados importantes já foram divulgados. Silva (1999) identificou a estabilidade do regime fluidodinâmico de leito de jorro, de 7 diferentes partículas, através da medida de queda de pressão no leito em tempo real. A técnica de FFT (*Fast Fourier Transform*) aplicada às flutuações da queda de pressão no leito cone cilíndrico permitiu, em diferentes faixas de frequência dominantes, a identificação dos regimes de jorro de 4,5 a 6,9 Hz, e *slugging* de 1,125 a 2,5 Hz. Lourenço (2006) concluiu que o uso da técnica da transformada rápida de Fourier, sobre os sinais de queda de pressão resultou em espectros de potência bem definidos, tais como: jorro estável de 6 Hz a 7 Hz, leito fixo de 40 Hz a 45 Hz, e jato interno caracterizado por duas bandas de frequência na região de 7 Hz a 8 Hz e outra em 14 Hz a 16 Hz, possibilitando a identificação clara de todos os regimes de escoamento.

Assim, propõe-se como objetivo deste trabalho, realizar a aquisição de dados de pressão *on line* em um processo real, recobrimento de partículas em leito de jorro, visando avaliar a sensibilidade de identificar alterações, durante o processo, que levam as instabilidades que podem implicar em produtos fora de especificações do mercado.

Para este estudo foram utilizadas partículas de ABS e poliestireno, com diâmetro médio de 3,03 mm e 3,81 mm, respectivamente, e suspensão polimérica a base de

Eudragit[®]. O recobrimento foi realizado em leito de jorro em condições pré-fixadas, definidas com base em ensaios preliminares. Foram realizadas as seguintes etapas:

- Definição das partículas a serem recobertas;
- Realização de ensaios fluidodinâmicos das partículas no leito de jorro sem recobrimento;
- Definição de faixas de operação adequadas para o processo de recobrimento das partículas no leito de jorro;
- Coleta de dados de queda de pressão em tempo real durante o processo de recobrimento das partículas;
- Análise das de flutuações de pressão e os respectivos desvio padrão;
- Produção de espectros de potência a partir da FFT (*Fast Fourier Transform*);
- Análise dos espectros obtidos, avaliando a sensibilidade em identificar os regimes de contato gás-sólido durante o recobrimento.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 – Fundamentação Teórica

2.1.1 - Leito de jorro

Historicamente o sistema leito de jorro foi desenvolvido por Gishler e Mathur em 1954, quando testavam um leito fluidizado com maior capacidade para secagem de trigo. O primeiro leito de jorro comercial foi instalado em 1962 no Canadá, para secagem de ervilhas e lentilhas, e desde então, unidades de leito de jorro são instaladas em vários países para uma variedade de outras aplicações, incluindo cristalização evaporativa, granulação, mistura de sólidos, resfriamento e recobrimento de partículas (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

O equipamento leito de jorro consiste de um vaso recheado com partículas relativamente grossas ($d_p = 1$ a 5 milímetro), no qual se injeta um fluido verticalmente pela base. Se a vazão for suficientemente elevada, resultará um fluxo de partículas subindo rapidamente na região central do leito, formando uma fonte no topo e, posteriormente, caem de volta à região periférica, descendo junto à parede do recipiente, onde elas viajam lentamente para baixo até reencontrarem o fluxo central e recomeçarem o trajeto. Em função da pequena fluidização encontrada neste tipo de leito, alguns autores consideram o leito de jorro como um leito fluidizado modificado.

Dentre as justificativas para uso do leito de jorro Duarte (2002) destaca:

- altas taxas de recirculação de sólidos no leito;
- contato íntimo gás-partícula;
- altas taxas de transferência de massa e calor;
- baixo investimento inicial;
- baixo custo operacional.

A aplicação em escala industrial do leito de jorro ainda é restrita devido a uma série de limitações. Um exemplo, a grande dificuldade de “scale-up” em função da inabilidade de se obter um jorro de boa qualidade em vasos de grande porte. Além dessa limitação, Dutra (1984) e Lourenço (2006) citam:

- elevada perda de carga antes de atingir o jorro estável;
- fluxo de ar governado mais pelas necessidades do jorro do que pelas necessidades de transferência de calor e massa;
- existência de uma altura máxima de jorro estável que limite a capacidade do equipamento.

2.1.2 – Regiões do jorro

O leito de jorro é composto por três regiões distintas:

a) REGIÃO DO JORRO: conhecida também como região central, apresenta alta porosidade, aproximadamente 0,90. Nessa região ocorre o transporte pneumático das partículas com movimento concorrente do fluido;

b) REGIÃO ANULAR: conhecida como ânulo, apresenta porosidade equivalente à de um leito expandido. Corresponde a fase onde as partículas caem da região da fonte e deslizam em parte até a base.

c) REGIÃO DE FONTE: é a região superior ao ânulo onde as partículas se movimentam em regime desacelerado do jorro, caindo sobre o ânulo.

Com o conjunto das três regiões, um movimento sistemático e cíclico dos sólidos é estabelecido, ocasionando um sistema hidrodinâmico único, que caracteriza o leito de jorro. A Figura 2.1 mostra um esquema destacando essas regiões características do jorro.

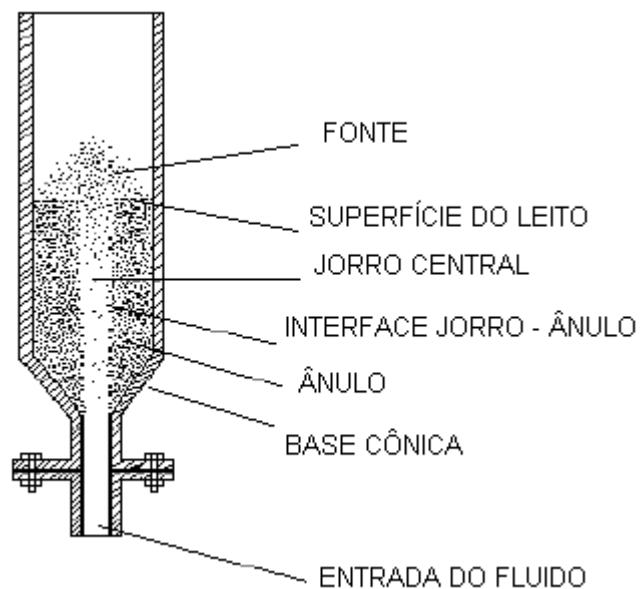


Figura 2.1 – Esquema de um leito de jorro (MATHUR e EPSTEIN, 1974).

Os vasos utilizados nestes leitos podem ser de colunas cilíndricas com base cônica, cônicos ou bidimensionais (seção transversal retangular). Os sólidos podem ser injetados, continuamente, pela base ou pelo topo do vaso, sendo recolhidos lateralmente pelo topo. O fluido injetado pode ser gás ou líquido, dependendo da aplicação. Nas aplicações com gás preferencialmente usa-se o ar (QUEIROZ FILHO, 1997).

2.1.3 - Condições para o jorro

O fenômeno visível do jorro parte de um valor de velocidade do gás para uma dada combinação de gás, sólido e configuração de equipamento. A transição de um leito fixo para um leito de jorro, depois, para um leito borbulhante e para um regime “slugging”, é facilmente observada aumentando a velocidade do fluido, como ilustra a Figura 2.2.

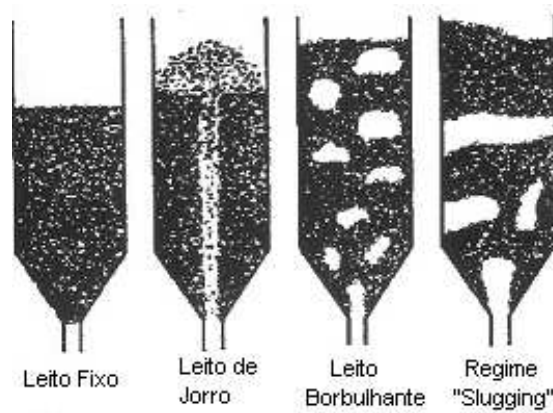


Figura 2.2 - Transição de Fase com o Aumento da Velocidade do Fluido (MATHUR E EPSTEIN, 1974).

Basicamente, o regime do leito de jorro depende diretamente da vazão do gás, do tamanho, forma e massa específica das partículas e da altura do leito. É possível estabelecer um valor máximo para essa altura, que é função dos parâmetros geométricos do leito, de modo a garantir jorro estável.

Essas transições de regime também podem ser quantitativamente representadas como gráfico de altura do leito versus velocidade do fluido, para cada conjunto leito-partícula como mostra a Figura 2.3.

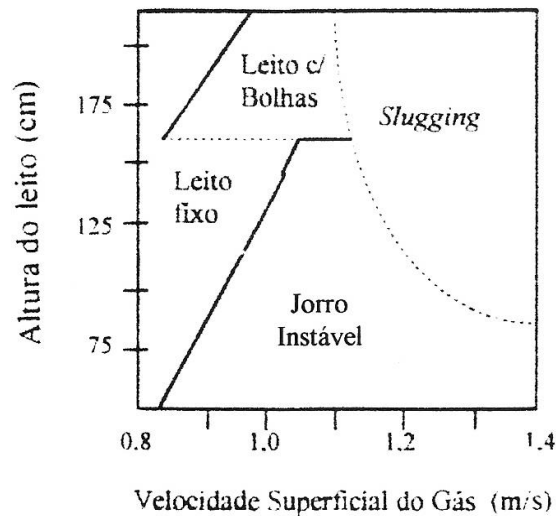


Figura 2.3 - Diagrama de fase. Trigo, $d_p = 3,2 \times 6,4$ mm, $D_c = 15,2$ cm, $D_i = 1,25$ cm (MATHUR E EPSTEIN, 1974).

2.1.4 – O Mecanismo Fluidodinâmico

O mecanismo de transição do leito fixo para o leito de jorro é representado pelo gráfico de queda de pressão do leito versus velocidade superficial do gás, como mostra a Figura 2.4.

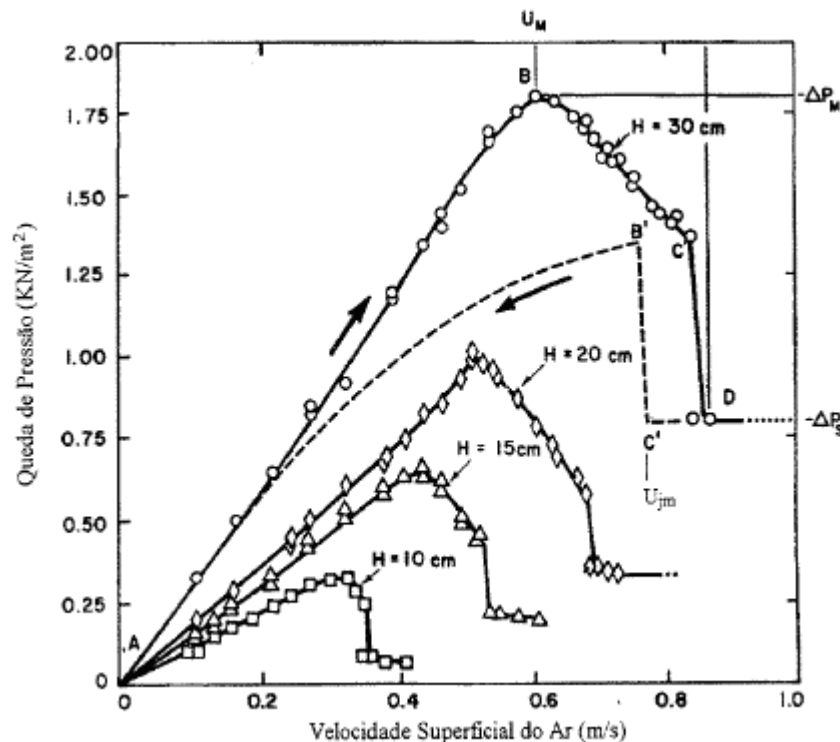


Figura 2.4 - Curva típica de queda de pressão versus velocidade superficial do gás (MATHUR E EPSTEIN, 1974).

Ao aumentar a vazão de gás, observa-se uma seqüência de eventos:

- a baixas vazões, o gás simplesmente passa sem perturbar as partículas; a queda de pressão aumenta com a taxa de escoamento (sentido AB), como um leito fixo de partículas;

- a certa vazão, a velocidade do jato começa ser suficientemente alta para mover as partículas, ocasionando uma cavidade no centro do leito de partículas. Uma camada sólida compacta oferece grande resistência ao fluxo de gás, o que acarreta uma maior queda de pressão;

- com o aumento da velocidade do gás, a cavidade se alonga, formando um jorro interno. A queda de pressão aumenta até atingir um valor máximo ΔP_M (ponto B). A velocidade superficial correspondente é chamada de U_M ;

- com o aumento da taxa de escoamento além do ponto B, a altura da cavidade interna do jorro, torna-se grande em comparação com os sólidos compactados acima do jorro. A queda de pressão então decresce ao longo de BC;

- aproximando-se do ponto C, partículas são deslocadas para o centro da cavidade o que causa uma expansão considerável do leito, resultando um decréscimo na queda de pressão. Essa expansão é geralmente acompanhada pela expansão alternada de contração do jorro interno.

- com um leve acréscimo na vazão após o ponto C, conhecido como jorro incipiente, a concentração de sólidos logo acima ao jorro interno decresce abruptamente, resultando em uma redução notável na queda pressão até o ponto D, onde o jorro interno rompe a superfície do leito. O ponto D representa o início do jorro, onde o leito torna-se móvel e o jorro contínuo se instala.

- com mais um aumento na taxa de escoamento do gás, o fluxo adicional passa simplesmente pela região do jorro, o qual se encontra estável com a mínima resistência, formando a fonte, que não fornece efeito significativo na queda de pressão. A queda de pressão após o ponto D permanece praticamente constante.

Dependentes do histórico do leito, a velocidade de jorro incipiente (C) e o princípio do jorro (D) não são exatamente reprodutíveis. A velocidade mais reprodutível é a velocidade de jorro mínimo (U_{mj}), obtida pelo decréscimo do escoamento de gás. O leito permanece em estado de jorro até o ponto C', que representa a região de mínimo jorro.

Uma ligeira redução na velocidade do gás nestas condições causa o colapso do jorro e a queda de pressão aumenta subitamente para o ponto B'. Ao diminuir a taxa de escoamento tem-se um decréscimo contínuo da queda de pressão ao longo de B'A.

2.1.5 – Queda de Pressão

Dentre os parâmetros importantes no projeto e operação de um leito de jorro estão à queda de pressão máxima ($-\Delta P_M$) e a queda de pressão do jorro estável ($-\Delta P_S$). A queda de pressão máxima é encontrada ao iniciar uma operação em uma unidade de jorro, enquanto a queda de pressão do jorro estável determinaria a exigência das condições de operação.

O valor máximo da queda pressão ocorre antes do leito entrar em regime de jorro, geralmente está associada à energia requerida pelo fluxo de gás para romper a estrutura do leito empacotado.

Costa e Taranto (1999) estudaram a fluidodinâmica e a ampliação de escala em leito de jorro bidimensional. Observaram forte influência da largura do leito na queda de pressão máxima. A altura do leito e a densidade das partículas, também foram destacadas como influentes na variação da queda de pressão máxima. Notaram que quanto mais inclinado for o ângulo da base do leito, maior é o valor da queda de pressão máxima.

A queda de pressão do jorro estável juntamente com a velocidade de jorro mínimo determinam a potência e operação do leito.

2.1.6 – Velocidade de Jorro Mínimo

Para executar o projeto e o aumento de escala em leitos de jorro é necessário conhecer a velocidade de mínimo jorro, a qual pode ser obtida pela curva de queda de pressão em função da velocidade do ar no leito. A velocidade de mínimo jorro corresponde ao ponto onde a queda de pressão começa a subir na curva de queda de pressão em função da velocidade do ar (MATHUR e EPSTEIN, 1974; KUCHARSKI e KIMIEC, 1989; BACELOS e FREIRE, 2006).

Mathur e Gishler (1955) propuseram a correlação empírica para velocidade de jorro mínimo em vasos cilíndricos de base tronco-cônica.

$$U_{mj} = \left(\frac{d_p}{D_c} \right) \left(\frac{D_i}{D_c} \right)^{1/3} \left(\frac{2gH(\rho_s - \rho_f)}{\rho_f} \right)^{1/2} \quad (2.1)$$

2.1.7 – Altura Máxima do Jorro

A altura do leito é uma das variáveis mais relevantes no projeto para a obtenção do jorro estável. A fim de se garantir um jorro estável, é estabelecida uma altura máxima do leito, dependente do tamanho, forma e densidade das partículas e das dimensões do leito.

2.2 – Recobrimento de Partículas

O recobrimento de partículas é uma operação utilizada no processamento de uma grande variedade de produtos e apresenta uma grande importância comercial. Vários segmentos aplicam esta técnica, tais como: a indústria farmacêutica no recobrimento de comprimidos, a indústria alimentícia no recobrimento de balas, confeitos e, na agricultura, o recobrimento de sementes, fertilizantes e pesticidas. (FREIRE e OLIVEIRA, 1992).

As finalidades da aplicação de recobrimento nesses produtos são variadas. O recobrimento de sementes visa a sua proteção para estocagem por longo período, melhor aproveitamento das sementes em relação ao seu potencial de germinação, e ainda aplicação de fungicida, incluído na formulação do recobrimento. A peletização de sementes de tamanho muito pequeno, promove um aumento do seu volume, permitindo a utilização de plantadeiras e outras tecnologias agrícolas que não seriam possíveis com as sementes em seu tamanho original. O recobrimento de fertilizantes permite a liberação controlada de um determinado componente no solo, e a diminuição de perdas por lixiviação de componentes com alta higroscopicidade. Para os alimentos, tem finalidade estética do produto e proteção à exposição atmosférica, mantendo as características físicas e químicas do produto.

Uma das primeiras referências ao recobrimento de produtos farmacêuticos sólidas surge na literatura Islâmica. O recobrimento de fármacos constitui uma adaptação dos métodos de conservação de alimentos. As publicações francesas do século XVII descrevem o recobrimento como uma forma de mascarar o sabor desagradável dos fármacos. O recobrimento de pílulas com açúcar foi desenvolvido em meados do século XIX. Posteriormente, verificou-se uma rápida aceitação das pílulas recobertas com açúcar na Europa e nos Estados Unidos (LIBERMAN e KANIG, 2000).

Em 1953, Wurster desenvolveu um novo equipamento para recobrimento utilizando um leito de comprimidos movimentados por um fluxo de ar, pré-aquecido, sobre o qual a aspersão de comprimidos é atomizada. A circulação provocada pelo fluido aquecido favorece uma melhor homogeneização e secagem da solução sobre as partículas. Atualmente, uma variedade de métodos é desenvolvida e aplicada para este processo utilizando-se leitos fluidizados e de jorro. A escolha da técnica adequada depende da distribuição de tamanho, uniformidade e carga de sólidos.

2.2.1 – Princípios do Recobrimento de Partículas

O recobrimento de partículas como fase adicional ao processo de produção, eleva o custo do produto. Assim, as características e os objetivos desejados determinam qual é o melhor processo para cada situação específica.

O processo de recobrimento é melhor descrito quando se apresentam os fatores mais importantes que o caracteriza, mostrando-se, então, as suas interações complexas. Existem três variáveis principais a considerar

- propriedades das partículas;
- processo;
- composição de recobrimento.

A evolução no processo de recobrimento ocorre na direção de uma maior eficácia energética, de sistemas automatizados para diminuir o tempo total de processamento e reduzir a intervenção do operador.

Dentre os processos utilizados para o recobrimento de partículas podemos citar os principais: processo em panela rotatória, processo em leito fluidizado, processo Wurster e processo em leito de jorro. A escolha da técnica adequada depende da distribuição de tamanho do grânulo, capacidade de fluxo de ar de secagem, taxa de alimentação de líquido e atomização, uniformidade e quantidade (carga) de grânulos. Vários parâmetros do equipamento, do processo, da formulação e do material a ser recoberto podem influenciar as propriedades do produto final (LIBERMAN e KANIG, 2000; CAVALCANTI, 2002).

Parâmetros do equipamento:

- distribuição do ar e a geometria do leito: influenciam na fluidodinâmica do leito de partículas, estabelecem o processo de secagem e a estabilidade do processo de recobrimento.

- altura e a localização do spray: afetam o processo de secagem das gotas de recobrimento, influenciando na formação de aglomerados e na eficiência do processo.

Parâmetros do processo:

- quantidade de partículas: influencia diretamente na formação de aglomerados e na secagem do filme devido à estabilidade e a fluidodinâmica do leito de partículas.

- taxa de ar de circulação: responsável pela fluidodinâmica, secagem do recobrimento e estabilidade do processo.

- temperatura do ar: variável importantíssima na secagem e na qualidade do recobrimento como também no processo de formação de aglomerados.

- tipo de bico atomizador: responsável pelo tamanho das gotas formadas, sendo preferencial a utilização de bico de duplo fluido, devido à escala do processo.

- taxa de ar de atomização: deve ser balanceada com a taxa de líquido para evitar a formação de gotas grandes, que dificultam a secagem e favorecem à formação de aglomerados, bem como a secagem prematura das gotas, antes de atingir as partículas.

- taxa de líquido: deve ser ajustada com a capacidade de evaporação do solvente, evitando assim a formação de aglomerados e a secagem prematura das gotas em suspensão.

Parâmetros de formulação:

- material formador do filme: normalmente é um polímero, é um dos fatores limitantes das condições térmicas do processo e deve ser escolhido de acordo com o objetivo do recobrimento.

- concentração: influencia no tempo de processamento e adesão entre partícula e o filme já seco. Geralmente altas concentrações formam filmes não uniforme.

- temperatura da solução: afeta diretamente a viscosidade da solução influenciando a formação de gotas no spray, favorecendo ou não a formação de aglomerados, dependendo do comportamento reológico da solução.

- solvente utilizado: determina as condições térmicas do processo e sistemas operacionais no processo. Solventes orgânicos limitam a temperatura máxima de processo devido às características inflamáveis e, além disso, necessitam de um sistema auxiliar de recuperação do solvente evaporado no processo.

- tensão superficial: responsável pelo mecanismo de adesão das gotas atomizadas sobre a superfície do sólido.

Parâmetros do material a ser revestido:

- propriedades físicas: características como forma, tamanho, coesividade, estática, e outros, influenciam a fluidodinâmica do leito, afetando a distribuição e secagem do recobrimento.

- molhabilidade: o sucesso da operação de recobrimento depende da molhabilidade da gota de suspensão sobre a superfície da partícula, sendo diretamente dependente das características da superfície do sólido e da tensão superficial do líquido, através do ângulo de contato.

Em processos de secagem de suspensões, recobrimento de pellets ou granulação em leitos de jorro, fluidizado ou jorro-fluidizado, a operação se torna mais complexa em virtude do surgimento de forças de coesão resultante de pontes líquidas entre as partículas que acarretam problemas de aglomeração de partículas e uma baixa eficiência no contato gás-sólido.

As forças coesivas sobre a fluidodinâmica de partículas podem afetar o fluxo de gás no leito no leito, levando a aglomeração descontrolada de partículas e a um contato gás-sólido ruim (PASSOS e MUJUMDAR, 2000). Estudando a influência das propriedades

físico-químicas dos sólidos durante o processo de granulação em leito fluidizado, Pont et. al (2001), verificaram que o crescimento do aglomerado era favorecido quando a tensão superficial da solução aumentava e o ângulo de contato decrescia. As propriedades de adesão partícula e recobrimento, juntamente com as condições operacionais otimizadas são determinantes no processo e na qualidade do produto (GUIGON et al., 2003).

Um estudo com recobrimento de comprimidos à base de celulose cristalina com solução aquosa hidroximetilpropilcelulose (HPMC) em leito Wurster, realizado por Shelukar et al. (2000), avaliou que a uniformidade do recobrimento deste material é controlada pela distribuição do recobrimento na zona de recobrimento e pela distribuição do tempo de exposição das partículas na zona de recobrimento. A formação de alguns aglomerados durante o processo se deve a variação da proximidade das partículas do bico atomizador quando a passagem através da zona de recobrimento, o que causa aumento na umidade e favorece a formação de pontes líquidas.

2.2.2 - Recobrimento de Partículas em Leito de Jorro

Diferentes estudos sobre recobrimento em leito de jorro são desenvolvidos e implantados nas áreas química, farmacêutica, alimentícia, e agrícola. A utilização do leito de jorro nesta técnica é justificada por suas propriedades fluidodinâmicas, tais como: o movimento cíclico dos sólidos produz uma rápida mistura axial dos sólidos no leito, o que proporciona um eficiente contato fluido-partícula, com elevadas taxas de transferência de massa e calor, garantindo um produto final mais homogêneo (MATHUR E EPSTEIN, 1974).

A literatura apresenta diversos estudos sobre recobrimento de partículas em leito de jorro, desde a fluidodinâmica de um leito para recobrimento até desenvolvimento de processos e análises da qualidade do recobrimento obtido.

A cinética do recobrimento em leito de jorro cone-cilíndrico foi investigada por Kuucharski e Kmiéc (1989), mostrou que o crescimento do tamanho do grânulo no recobrimento depende da distribuição de massa do grânulo durante o tempo processo. A cinética da granulação depende de propriedades físicas do leito como velocidade do gás e

vazão da solução de recobrimento, influenciando o aumento na espessura da camada e a forma da partícula.

Uma unidade experimental para revestimento de partículas em leito de jorro bidimensional foi desenvolvida por Taranto (1992). Adaptou as correlações obtidas na literatura para leitos convencionais para o cálculo de queda de pressão máxima e vazão de jorro mínima, no leito bidimensional. Verificou também uma melhor movimentação de sólidos com a inclinação de 45° na base do leito.

A posição do bico atomizador no topo ou na base, não apresentou diferenças na qualidade dos comprimidos recobertos em leito de jorro bidimensional, segundo Queiroz Filho (1997).

Durante o recobrimento polimérico da uréia em leito de jorro bidimensional, Donida (2000) investigou que a eficiência do processo e o crescimento da partícula foram influenciados positivamente pela vazão de suspensão, pressão de ar de atomização e negativamente pela temperatura do ar do jorro, pela vazão de ar de jorro e também por interações dessas variáveis.

Mais tarde Donida (2004) avaliou as influências das características de partículas no recobrimento em leito de jorro. Na primeira etapa do trabalho estudou uma única suspensão. Identificou que o ângulo de contato entre a suspensão de recobrimento e as superfícies das partículas podem ser utilizadas como indicativo do tipo de operação unitária a ser obtida no leito: secagem da suspensão ou recobrimento das partículas. A adesão da suspensão depende das forças interfaciais, do comportamento fluidodinâmico, do atrito interpartícula, da atomização da suspensão e mudança da molhabilidade das interfaces durante o processo. Na segunda etapa do trabalho estudou apenas um tipo de partícula com diferentes suspensões. Os resultados indicaram que a eficiência do processo foi influenciada por um conjunto de condições interfaciais, reológicas, operacionais e de atomização da suspensão. Verificou-se também que as propriedades físico-químicas alteraram significativamente o crescimento das partículas.

Na investigação da influência das características físicas de diferentes partículas na estabilidade do regime de jorro cônico-cilíndrico, Adeodato (2003), observou que o baixo ângulo de contato representou a maior adesão da suspensão pela partícula. Além disso, partículas mais densas suportaram uma maior vazão de suspensão alimentada sem

apresentar sinais de instabilidade, o que proporcionou um maior crescimento do filme. Partículas com superfícies mais uniforme e arredondada apresentaram uma maior eficiência de recobrimento.

Paulo Filho et al. (2006) desenvolveu um modelo matemático e simulação numérica, utilizando equações diferenciais do balanço populacional para um processo descontínuo de recobrimento de partículas no leito de jorro. As variáveis temperatura do ar e vazão da suspensão foram importantes na determinação da eficiência do processo. Os resultados mostraram uma maior deposição de massa de recobrimento nas partículas maiores, porém, as partículas menores apresentaram um crescimento relativo maior. A avaliação de sensibilidade paramétrica com as variáveis vazão de suspensão, tempo de processo e concentração de suspensão, mostrou uma tendência de aumento no valor simulado da massa de recobrimento depositada, quando se aumentava os valores de qualquer uma das variáveis.

2.3 – Transformada de Fourier

Em meados do século XVII, o matemático francês J. Fourier provou matematicamente que qualquer forma de onda, independente da sua origem, é um somatório de ondas senoidais de diferentes frequências, amplitudes e fases. Ele mostrou que se a forma de onda se repete periodicamente, então as frequências das componentes senoidais são restritas a valores múltiplos da frequência de repetição da forma de onda. A transformada de Fourier representa a soma de uma série de formas de onda senoidais com diferentes amplitudes, fase e frequência.

Um exemplo da Transformada de Fourier de uma forma de onda simples é apresentado na Figura 2.5. Como mostrado, o diagrama da Transformada de Fourier apresenta a amplitude e a frequência de cada senóide. Seguindo a convenção usual e apresentação da senóide de frequência positiva e negativa para cada frequência, a amplitude é dividida ao meio. Assim, a Transformada de Fourier decompõe a forma de onda dada, dentro de seus dois componentes senoidais individuais (BRIGHAM, 1988).

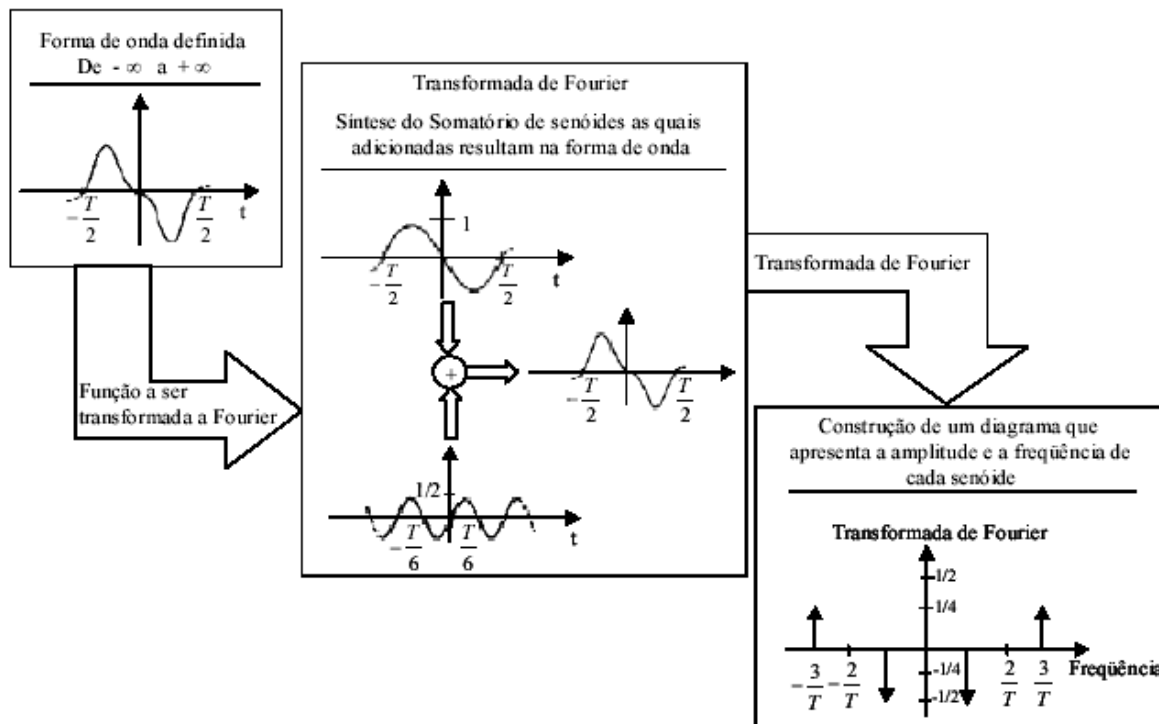


Figura 2.5 – Interpretação da Transformada de Fourier (BRIGHAM, 1988).

A Transformada de Fourier vem se destacando por sua ampla aplicação em diversas áreas, tais como: aplicações mecânicas, engenharia biomédica, métodos numéricos, processamento de sinais, instrumentação, comunicação, acústica, óptica e outras. Nos campos relacionados com o processamento de sinal, a transformada de Fourier é tipicamente utilizada para decompor um sinal nas suas componentes em frequência e suas amplitudes.

Análises de Fourier permitem examinar uma função por outro ponto de vista, o domínio da transformada. Este método de análise da transformada de Fourier, Figura 2.5, é frequentemente a chave para a solução de muitos problemas relacionados à aquisição de dados.

A Transformada de Fourier é matematicamente expressa por:

$$X(f) = \int_{-\infty}^{\infty} x(t) e^{-j2\pi ft} dt \quad -\infty < f < \infty \quad (2.11)$$

onde $X(f)$ existe se:

$$\int_{-\infty}^{\infty} |x(t)| dt < \infty \quad (2.12)$$

A quantidade $X(f)$ definida pela equação (2.11) é chamada de Transformada direta de Fourier de $x(t)$. Entretanto, se $X(f)$ é conhecido, então a transformada inversa de Fourier de $X(f)$ será $x(t)$ expressada por:

$$x(t) = \int_{-\infty}^{\infty} X(f) e^{j2\pi ft} df \quad -\infty < f < \infty \quad (2.13)$$

2.3.1 - Transformada Discreta de Fourier (DFT)

A transformada discreta de Fourier é baseada na definição da transformada discreta de tamanho finito. Considerando um conjunto de dados obtidos em tempo estacionário e aleatório, que existe ao longo de todo intervalo de tempo considerado, a integral desta informação é expressa por:

$$\int_{-\infty}^{\infty} |x(t)| dt = \infty \quad (2.14)$$

Portanto, sua transformada de Fourier representada pela equação (2.11) não existirá, pois é impossível medir em campo ou laboratório qualquer registro na forma $x(t)$ em um intervalo entre $-\infty$ e $+\infty$. Então, se $x(t)$ pode ser obtida em um intervalo de tempo finito T , logo $X(f)$ é estimada pela seguinte transformada de Fourier finita:

$$X_T(f) = X(f, T) = \int_0^T x(t) e^{-j2\pi ft} dt \quad (2.15)$$

Considerando que $x(t)$ é amostrado em intervalos de tempo Δt , o período torna-se $T = n\Delta t$, onde n é o tamanho da amostra. O par de transformada discreta de Fourier adequado é expresso por:

$$X_k = X(k\Delta f) = \Delta t \sum_{n=1}^N x_n \cdot e^{\left(-j2\pi \frac{kn}{N}\right)} \quad k = 1, 2, 3, \dots, N-1 \quad (2.16)$$

$$x_n = x(n\Delta t) = \Delta f \sum_{k=1}^N X_k \cdot e^{\left(-j2\pi \frac{kn}{N}\right)} \quad k = 1, 2, 3, \dots, N-1 \quad (2.17)$$

Os resultados oferecidos pela Equação (2.17) são possíveis somente até $k=N/2$, em razão da frequência de Nyquist ocorrer neste ponto.

Para uma dada taxa de amostras, a frequência máxima que pode ser representada exatamente, sem *aliasing* (sobreposição de onda), é reconhecida como frequência *Nyquist* (f_N). A frequência *Nyquist* é a metade da frequência de amostragem (f_s).

A FFT (*Fast Fourier Transform*) é um algoritmo eficiente para se calcular a transformada discreta de Fourier e a sua inversa. O método da FFT é capacitado para computar as quantidades de X_k , que aparecerão em maior ou menor amplitude, dependendo do processo analisado. Esta propriedade é explorada em diferentes áreas de pesquisa, na descrição, caracterização e distinção dos diversos fenômenos (BENDAT, 1986).

2.4 – Flutuação de Pressão em Leito de Jorro

A identificação dos regimes de escoamento é de grande importância nas aplicações em leito de jorro. A maioria dos trabalhos reportados na literatura são predominantemente baseados em observações visuais através de colunas construídas com material transparente, operados a pressão e temperatura ambiente. Porém, o reconhecimento visual dos regimes de escoamento não é possível em escala industrial ou com altas pressões. Logo, o desenvolvimento de outro método de identificação é necessário. Esses métodos são baseados na análise de sinais de pressão para identificar as características fluidodinâmicas de um leito fluidizado e os sinais podem ser analisados por três diferentes caminhos: por análise estatística no domínio do tempo, por análise espectral da frequência ou domínio de Fourier e por análise a partir da teoria do caos (XU et al., 2004).

2.4.1 – Análise Estatística

A análise estatística no domínio do tempo é simples e comumente utilizada, além de ser rápida e facilmente aplicável. Esta análise é empregada para estudar a amplitude do sinal. E, para isso, esse sinal é expresso como o desvio padrão. A variação da amplitude devido às condições de operação tem sido estudada por vários pesquisadores, não somente

para identificação de transições de regimes de fluidização, mas também para verificar a qualidade da fluidização (XU et al., 2004).

Para um dado sinal, x_i , o desvio padrão pode ser obtido a partir da Equação 2.18.

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (2.18)$$

Onde,

n = número de amostras;

$i = 1, 2, 3, \dots, n$.

x_i = sinal a ser analisado;

$\bar{x}$ = média do sinal, que é dada por:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (2.19)$$

2.4.2 – Análise Espectral

A análise espectral pode ser usada para caracterizar diferentes regimes em leito de jorro, fluidizado e outros sistemas multifásicos. A função densidade espectral transforma a informação no domínio do tempo para o domínio da frequência (FREITAS et al., 2004). Matematicamente, a densidade espectral pode ser definida como:

$$SD = \lim_{T \rightarrow \infty} \frac{E|X(f)|^2}{T} \quad (2.20)$$

Onde $X(f)$ é a transformada de Fourier do sinal, dado pela equação 2.11.

Um método de identificação e monitoramento de processos em leito de jorro foi estudado por Taranto (1996), partindo de uma única variável, a queda de pressão no leito de partículas. As flutuações da queda de pressão foram medidas a uma taxa de 100 Hz, partindo desses dados, uma rotina de transformada de Fourier produziu espectros que permitiram a identificação e monitoramento de possíveis regimes em leitos de jorro:

Jorro estável: o espectro de potência da queda de pressão apresentou um único pico bem definido na região de 4-5 Hz.

Jorro fixo: o espectro apresentou-se multimodal, com uma região de 20-40 Hz.

Regime slugging: o espectro apresentou um pico na faixa de 1-2 Hz.

Alguns exemplos desses espectros de potência são mostrados na Figura 2.5., 2.6. e 2.7..

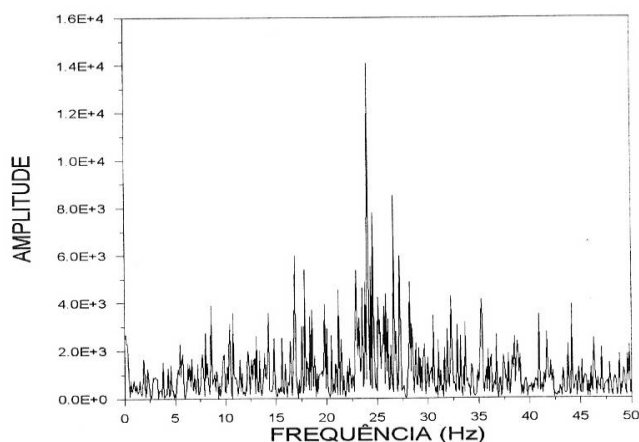


Figura 2.6 - Espectro de potência - milho. Regime: leito fixo (TARANTO, 1996).

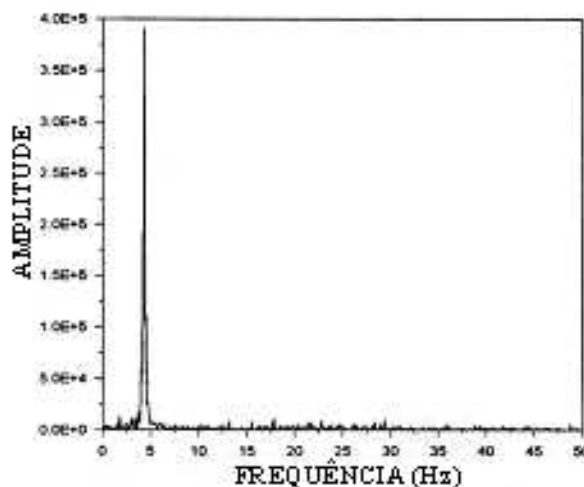


Figura 2.7 - Espectro de potência - milho. Regime: jorro estável (TARANTO, 1996).

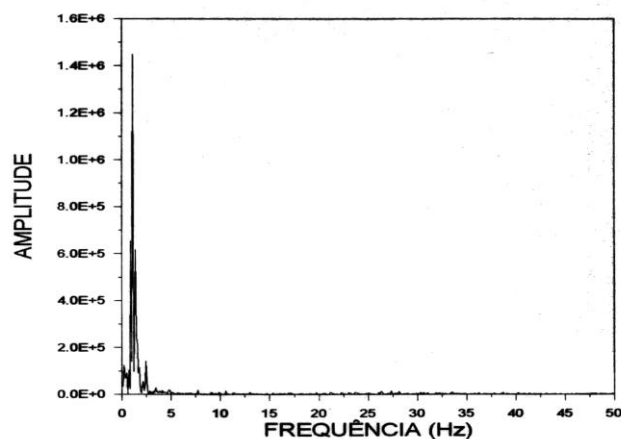


Figura 2.8 - Espectro de potência - milho. Regime: slugging (TARANTO, 1996).

Os resultados obtidos mostraram através da análise dos espectros de potência, a viabilidade de se utilizar medidas de flutuações da queda de pressão para a obtenção de um método objetivo de identificação dos padrões de escoamento e monitoramento *on line* dos regimes fluidodinâmicos em leito de jorro. Esse método, além de proporcionar o monitoramento do processo em operação, pode ser utilizado como parte de um controlador. Uma das grandes vantagens desse procedimento é a determinação dos regimes em leito de jorro apenas pelo valor da variável de estado, queda de pressão.

Silva (1998) identificou a estabilidade dos regimes fluidodinâmicos em leito de jorro cone cilíndrico, através de medidas *on line* de queda de pressão no leito em tempo real, baseando-se na análise de flutuações de pressão. As partículas utilizadas foram de polietileno, ABS, sangrel, acrílico e placebos. Partindo dos dados de queda de pressão no leito *versus* tempo, uma rotina de FFT produziu espectros de potência. Na análise desses espectros notaram-se picos dominantes em determinadas faixas de frequência dependendo do regime. Picos entre 4,5 – 6,9 Hz para o jorro estável, e picos entre 1,125– 2,5 Hz para o regime slugging, como mostra as Figuras 2.9 e 2.10.

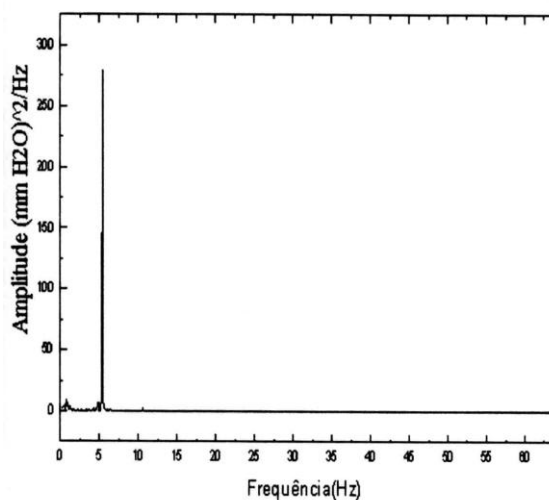


Figura 2.9- Espectro de potência - poliestireno. Regime: jorro estável (SILVA, 1998).

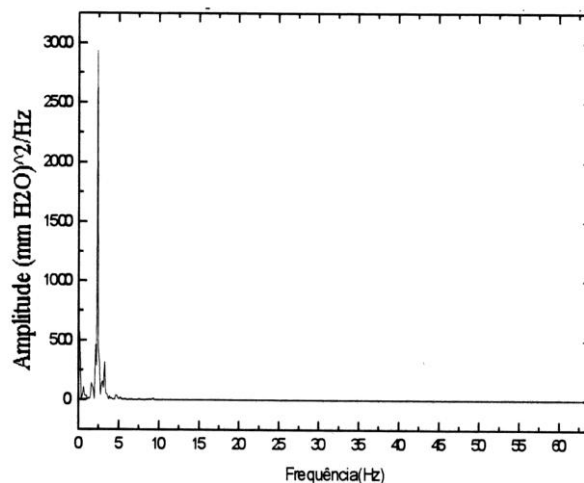


Figura 2.10 - Espectro de potência - poliestireno. Regime: slugging (SILVA, 1998).

O trabalho de Xu et al. (2004) obteve sinais de flutuação de pressão em dois leitos de jorro, de 80 e 120 mm de diâmetro, em diferentes posições axiais e radiais, Figura 2.11. Análises estatísticas e de frequência dos sinais da flutuação da pressão foram empregadas para identificar e caracterizar os regimes do fluxo no leito de jorro. Para analisar o comportamento da amplitude da flutuação, seus desvios padrão em várias velocidades do gás foram traçados na Figura 2.12. Notou-se que o desvio padrão aumenta com o aumento na velocidade do gás. Um aumento abrupto aconteceu quando a velocidade do gás é maior do que a velocidade mínima de jorro, U_{mj} , que é determinado pela observação visual quando a fonte do jorro desapareceu apenas diminuindo a velocidade do gás. Essa característica foi observada nas diferentes posições do leito.

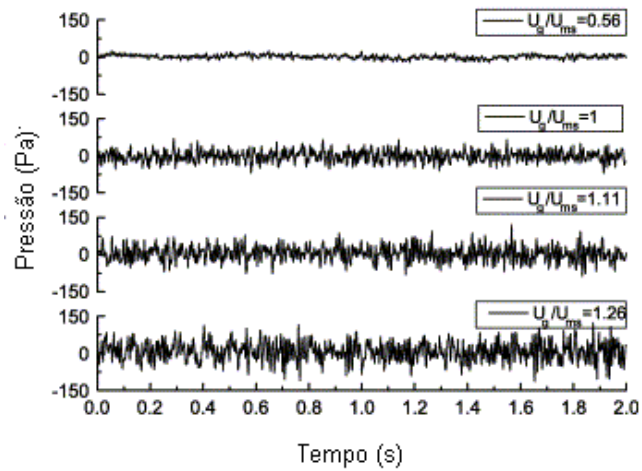


Figura 2.11 – Flutuação de diferencial pressão em várias velocidades de gás, medida na seção cônica ($D_c=120$ mm, $H_b=155$ mm, $D_i=10$ mm, esferas de vidro). (XU et al., 2004).

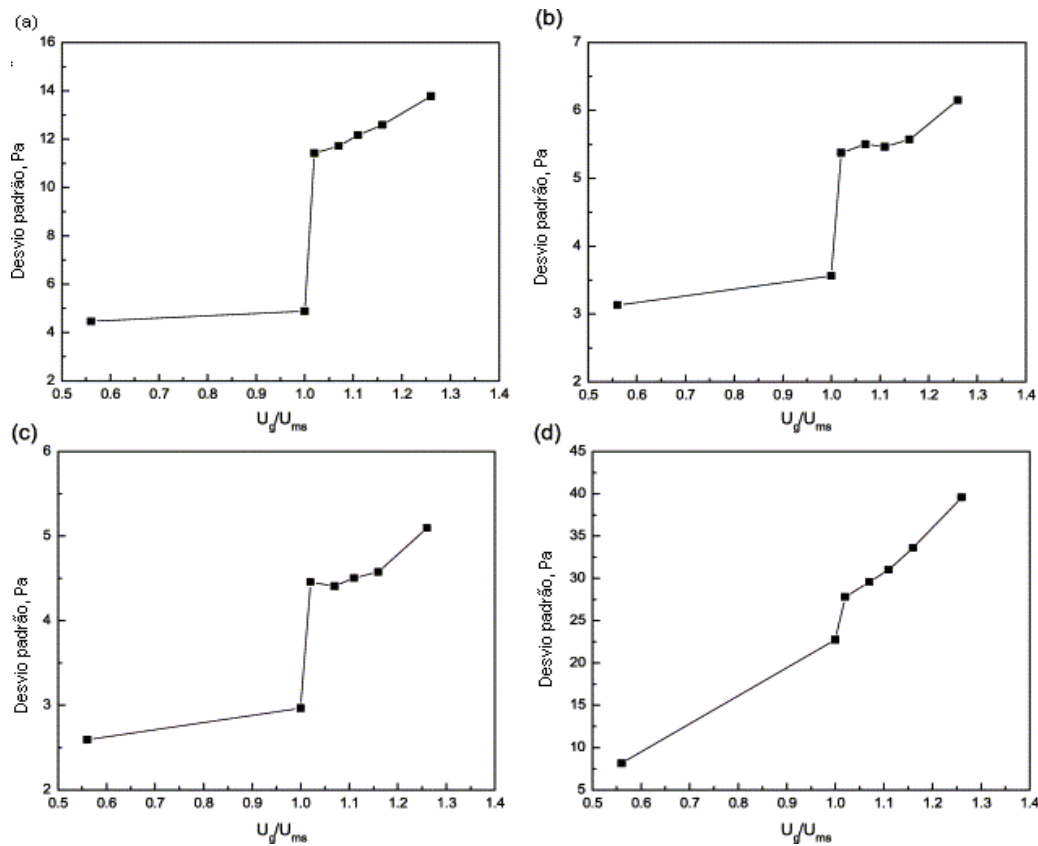


Figura 2.12 – Desvio padrão da flutuação de pressão com a variação da velocidade do gás em diferentes posições: (a) posição axial da coluna; (b) em $R/2$ da coluna; (c) na parede da coluna; (d) seção cônica. ($D_c=120$ mm, $H_b=155$ mm, $D_i=10$ mm, $d_p=1.6$ mm esferas de vidro, $U_{ms}=0.562$ m/s). (XU et al., 2004).

As flutuações de pressão em leitos rasos foram completamente aleatórias, e aquelas em leitos fundos mostraram um comportamento periódico. Os espectros de diferentes regimes mostraram características distintas. Na Fig. 2.13 a densidade espectral do jorro instável foi caracterizada por um único pico afiado, enquanto o jorro estável apresentou um pico relativamente largo, acompanhado geralmente por alguns picos laterais. Sob as circunstâncias experimentais deste estudo, as frequências dominantes de jorro instável e estável caíram na escala de 6-8 Hz (XU et al., 2004).

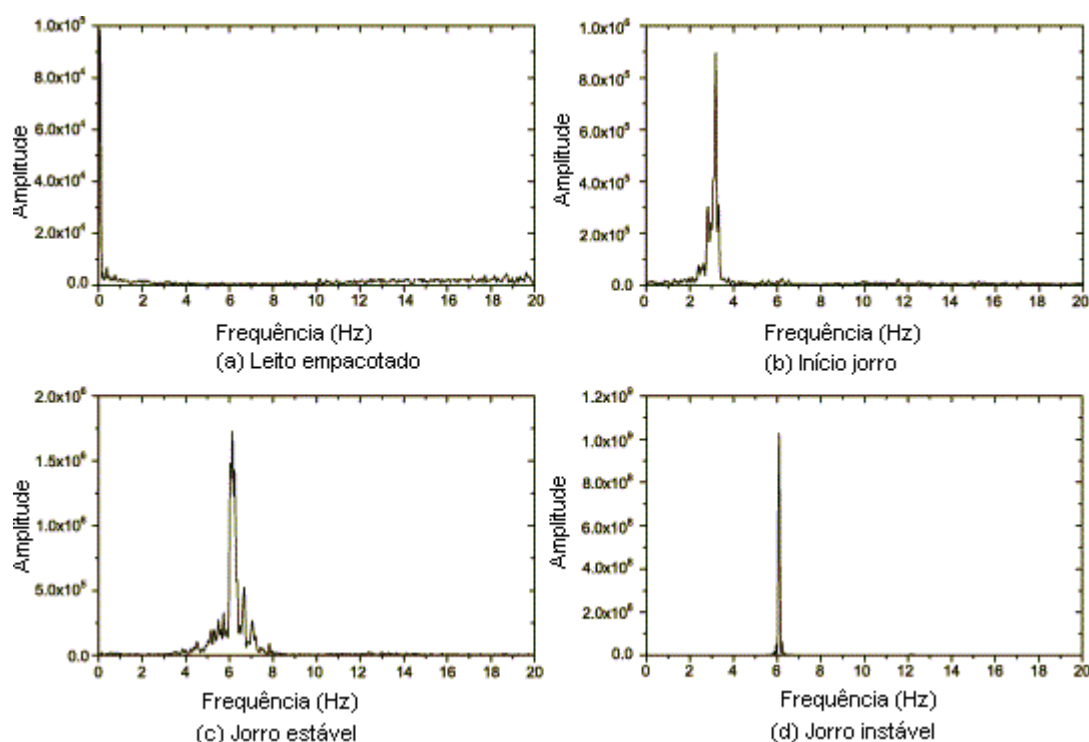
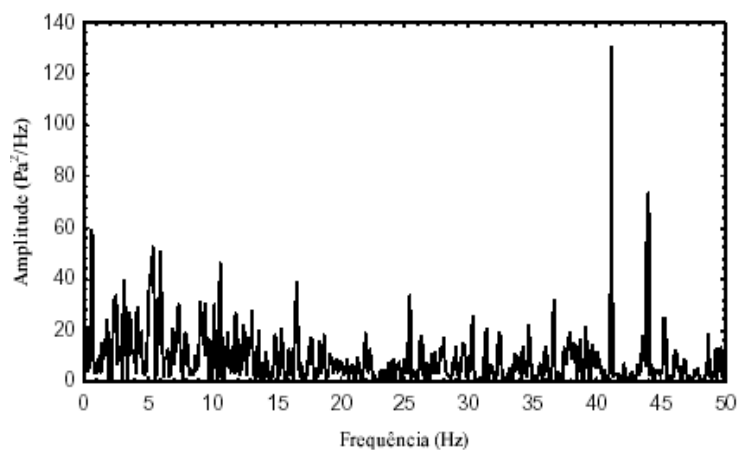


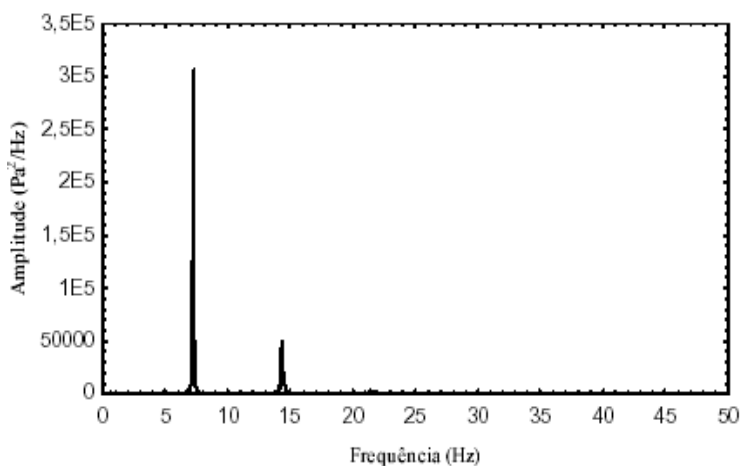
Figura 2.13 - Espectros de potência (esferas de vidro de 1,6 mm, $D_c=120$ mm, $H_b=345$ mm, $D_i=10$ mm) (XU et al., 2004).

Lourenço (2006) construiu uma unidade experimental de leito de jorro monitorada por um sistema de aquisição de dados de pressão estática *on line*, e identificou diferentes regimes fluidodinâmicos. No trabalho utilizou sementes de soja e algodão. O método de análise de medidas de flutuações de pressão em função do tempo real não foi apropriado para identificação de regimes em leito de jorro. Entretanto o uso da técnica de FFT (*Fast Fourier Transform*), sobre os sinais de queda de pressão resultou em espectros de potência

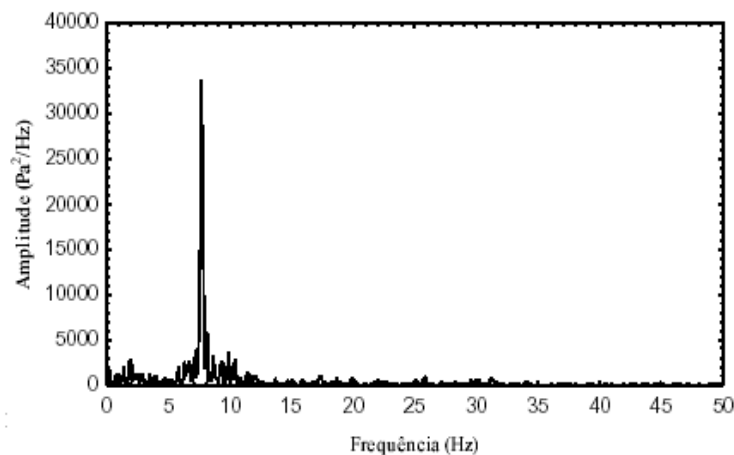
bem definidos possibilitando a identificação clara de todos os regimes de escoamento, como mostra a Figura 2.14.



(a) Leito fixo - $U = 2,03$ m/s



(b) jato interno - $U = 6,1$ m/s



(c) jorro estabelecido - $U = 13,1$ m/s

Figura 2.14 Espectros de potência para o algodão (LOURENÇO, 2006).

Para o jorro estável o espectro apresentou um único pico bem definido na região de 6 Hz – 7 Hz. Para o leito fixo apresentou uma tendência de picos que compreende toda a região de frequência estudada, contudo há um aparecimento de forma mais pronunciada de uma ou duas bandas de frequência na região de 40 Hz a 50 Hz. O jato interno foi caracterizado por duas bandas de frequência nas regiões de 7 Hz – 8 Hz e outra em menor amplitude na faixa de 14 Hz – 16 Hz, o último pico tendeu a desaparecer nas regiões próximas do jorro estável (LOURENÇO, 2006).

Desde o início das aplicações em leito de jorro, diferentes aparatos de leito de jorro têm sido construídos. Piskova e Mörl (2006) estudaram a transição de regimes de diferentes configurações de leito de jorro por análise de sinais. A análise estatística dos dados mostrou que no início o desvio aumentou com a velocidade do fluido, até um valor máximo correspondente a velocidade de transição do leito fixo para o móvel, Figura 2.15. Com o aumento da velocidade do fluido durante o regime de jorro estável o desvio mostrou-se constante.

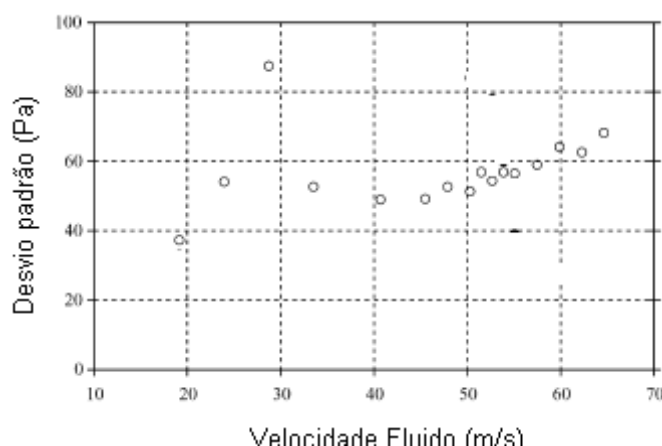


Figura 2.15 – Desvio padrão das flutuações de pressões versus velocidade do fluido, aparato simétrico com 1500g de esferas de madeira (PISKOVA e MÖRL, 2007).

A literatura apresenta a implementação do controlador PI no processo em leito de jorro, para controlar a fluidodinâmica do regime estável deste equipamento através da técnica de monitoramento *on-line* de flutuações de pressão. Uma das etapas do trabalho de Pavanelli (2006) foi determinar a faixa de frequência do espectro de frequência, no regime de jorro estável para três partículas distintas: esferas de vidro, ABS, poliestireno. Observou

que o sistema de aquisição conseguiu identificar os regimes fluidodinâmicos do processo em leito de jorro pelo método do monitoramento *on line* de flutuações de pressão. O valor da frequência dominante encontrado para o regime de jorro estável estava na faixa de 7,2 – 7,9 Hz. Os espectros de potência do regime de leito fixo apresentaram amplitudes menores, comparados aos dos outros regimes, e frequência dominantes na faixa de 0,2 a 1,6 Hz. A Fig. 2.16 ilustra espectros de potência de esferas de vidro. Verificou também, que a variável controlada frequência do espectro de potência é ideal para caracterizar o regime fluidodinâmico do processo em leito de jorro conforme apresentado no método de monitoramento *on line* proposto por Taranto (1996) e Silva (1998). Sendo assim, controlar esta variável através do sinal de comando do inversor de frequência mostrou resultados satisfatórios atingindo o objetivo de controle.

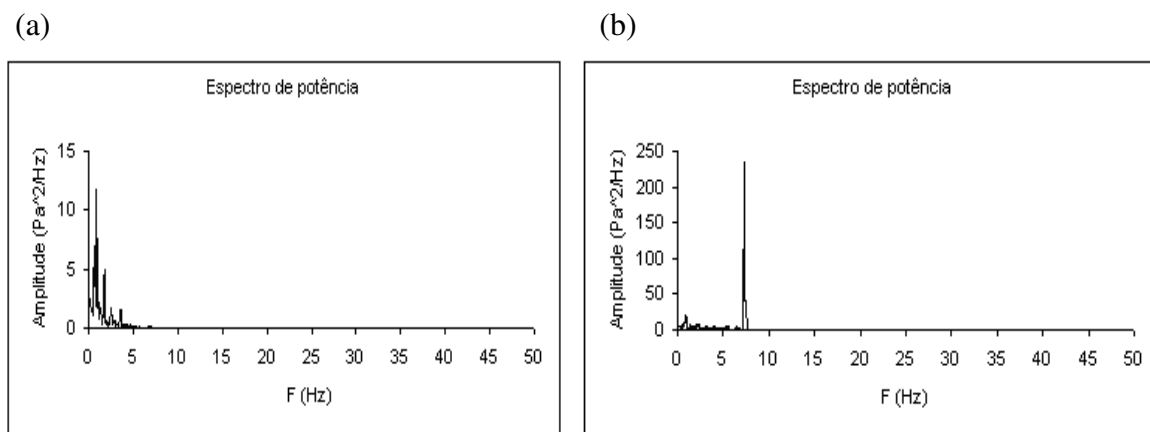


Figura 2.16 - Espectro de potência obtido para o regime: (a) leito fixo a $v = 0,32$ m/s e (b) jorro estável a $var = 1,17$ m/s, vidro = 2000g. (PAVANELLI, 2006)

O principal objetivo da revisão bibliográfica apresentada foi fundamentar os conhecimentos básicos necessários para o desenvolvimento deste trabalho, com relação ao equipamento estudado e a metodologia aplicada.

CAPÍTULO III

MATERIAIS E MÉTODOS

Os experimentos foram realizados no Laboratório de Processos Termofluidodinâmicos (LPTF), da Faculdade de Engenharia Química (FEQ), da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). A seguir, uma descrição dos materiais, equipamentos e metodologia experimental.

3.1 – Partículas

O estudo experimental de recobrimento foi realizado com duas partículas distintas: ABS e poliestireno. A escolha destas partículas baseou-se na diferença de forma e material, além da disponibilidade no laboratório.

3.1.1 - Caracterização das partículas

Na caracterização das partículas inertes foram avaliadas as seguintes propriedades: diâmetro médio, densidade e porosidade.

3.1.1.1 – Diâmetro médio

A análise granulométrica foi determinada por peneiramento. O diâmetro médio foi calculado com a definição de Sauter.

$$\bar{d}_p = \sum \frac{1}{\Delta x / D_n} \quad (3.1)$$

3.1.1.2 – Densidade real das partículas

A densidade real, definida como a razão entre a massa da partícula e o volume de sólido excluindo os poros, foi determinada pelo método de picnometria a gás Hélio, realizado no Laboratório de Análise e Caracterização de Produtos e Processos (LCPP) do Departamento de Termodinâmica da Faculdade de Engenharia Química, UNICAMP.

3.1.1.3 – Porosidade

A porosidade da partícula é a razão do volume de poros sobre o volume total das partículas, foi obtida pela análise de porosimetria de mercúrio, realizado no Laboratório de Análise e Caracterização de Produtos e Processos (LCPP) do Departamento de Termodinâmica da Faculdade de Engenharia Química, UNICAMP.

3.1.2 – Suspensão de recobrimento

A formulação escolhida para o recobrimento baseou-se nos trabalhos de Donida (2000) e Silva (2006), que utilizando esta suspensão, conforme Tabela 3.1., obtiveram a formação de um filme uniforme e liso no recobrimento das partículas.

Tabela 3.1 – Composição da suspensão de recobrimento, segundo Donida (2000).

Reagentes	(%) em massa
Eudragit L30-D55 [®]	16,70
PEG 6000	0,75
Talco	2,75
Estearato de magnésio	1,00
Dióxido de titânio	1,20
Corante	0,80
Trietil citrato	0,50
Água	76,30

Cada componente tem uma função específica na suspensão de recobrimento, como segue: o polietileno glicol - PEG 6000 e o trietil citrato são plastificantes e têm por finalidade dar flexibilidade à película, para que suporte melhor as tensões mecânicas. O talco e o estearato de magnésio têm a função de agentes de separação e alisamento, reduzindo a aglutinação da película ao secarem, produzindo uma superfície lisa. O estearato de magnésio é responsável pela diminuição da tensão superficial da suspensão, facilitando assim o espalhamento da mesma sobre a superfície da partícula e sobre a camada de filme seco. O dióxido de titânio é um opacificante, fornecendo ao revestimento uma coloração uniforme, impedindo assim que a superfície do núcleo seja visualizada, principalmente quando se trabalha com partículas de coloração escura. O corante é usado para proporcionar boa aparência às partículas recobertas, e, principalmente nos testes de microscopia, para melhorar a visualização e permitir a identificação de irregularidades na película formada. O Eudragit L30-D55[®] é composto de copolímeros de ácidos metacrílicos, aminoetilmetacrilatos e ésteres neutros de ácidos acrílicos e metacrílicos. As propriedades de permeabilidade e solubilidade dependem da quantidade de grupos ácidos, básicos e hidrofílicos presentes. Estes compostos podem ser utilizados com solventes orgânicos ou em dispersões aquosas (SILVA, 2006).

A preparação da suspensão seguiu o método descrito por Silva (2003). Primeiramente, preparou-se uma parte da suspensão sem o polímero, chamada de suspensão de pigmentos, composta por PEG 6000, talco, dióxido de titânio, corante, estearato de magnésio e trietil citrato. Estes reagentes foram adicionados a uma quantidade de água (aproximadamente 500 g), sob forte agitação mecânica. Após sua preparação a suspensão de pigmentos era passada através de um moinho coloidal (LFS), por um período de 15 minutos, para redução do tamanho de partículas. A suspensão polimérica foi preparada com a adição do Eudragit[®] à outra parte de água, sob agitação, em agitador magnético. Para finalizar as duas suspensões eram misturadas, sob agitação magnética, por um período de 30 minutos, formando a suspensão definitiva. Essa suspensão permaneceu em repouso, para reduzir a espuma formada, depois era utilizada.

3.2 – Sistema Experimental

O leito de jorro cônico cilíndrico, foi construído em acrílico para visualização das partículas durante o processo. As dimensões são apresentadas na Figura 3.1.

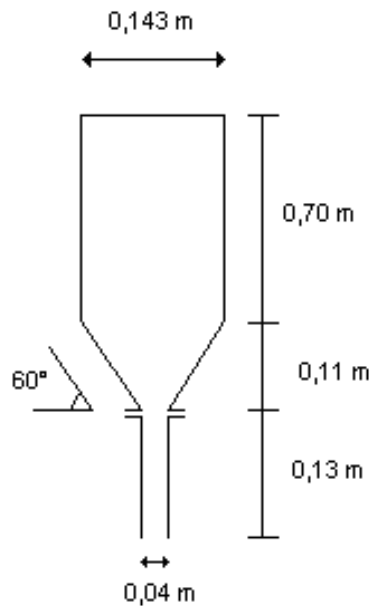


Figura 3.1 - Dimensões do leito de jorro.

As Figuras 3.2 e 3.3 mostram o sistema experimental, constituído de um leito de jorro e seus periféricos. O ar que promoveu o jorro era fornecido por um soprador (Ibran, 4 cv). O ar foi aquecido por um sistema de aquecimento elétrico e distribuído no leito de jorro através de uma placa distribuidora localizada na entrada deste. A vazão de ar era regulada por um inversor de frequência (Danfoss VLT[®], da Série 2800), atuando no motor do soprador. Na saída do leito foi instalado um ciclone para a retenção de finos. Acima do leito de partículas estava posicionado o bico atomizador que era alimentado com a suspensão de recobrimento através de uma bomba peristáltica, e com ar através de um compressor de pistão (Schulz, 1,5 cv). Na linha de ar de atomização foi instalado um filtro de ar, para evitar a umidade no ar de atomização. A pressão de atomização foi ajustada por um regulador de pressão acoplado ao filtro de ar. Um termopar para medir a temperatura de entrada do ar estava instalado no leito. Transdutor de pressão (Cole Parmer, 4 - 20 mA) para medir a queda de pressão no leito, transdutor de pressão (Cole Parmer, 30 - 60 psig) para medir a queda pressão diferencial e transdutor de pressão (Smar, 0,5 - 20 inH₂O) para

medir a pressão estática na placa de orifício. Todos os transdutores estavam acoplados ao sistema de aquisição de dados.

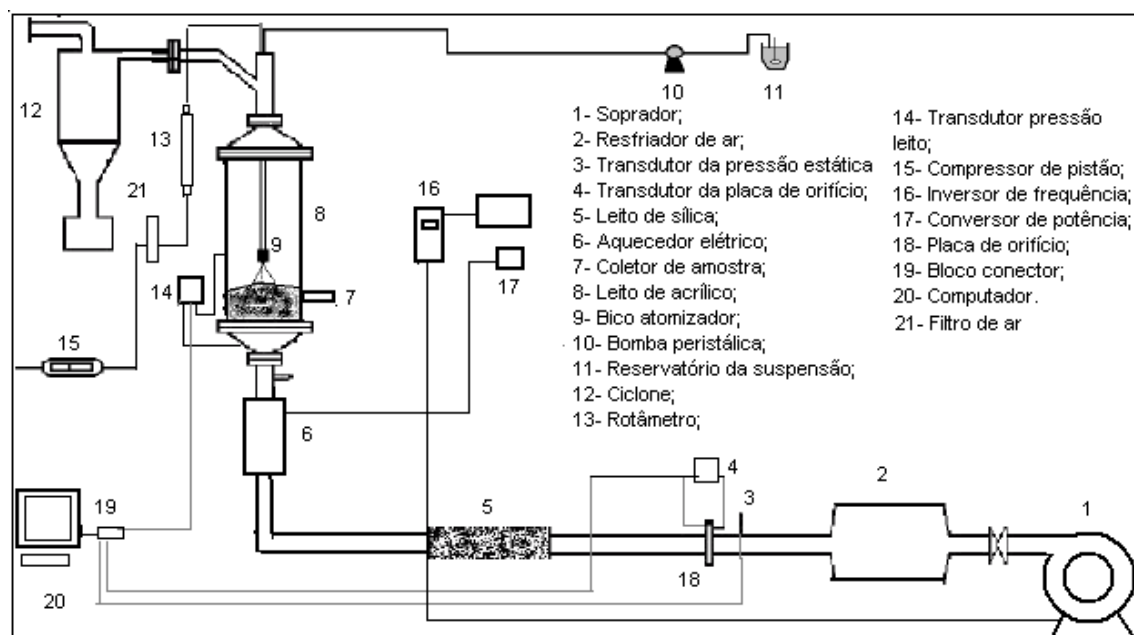


Figura 3.2 – Esquema do sistema experimental



Figura 3.3 – Fotografia do sistema experimental

O sistema de aquisição de dados foi constituído de um bloco conector (National Instruments – CB-68LP) que fez a conexão entre os sinais emitidos pelo transdutor de

pressão e a placa de aquisição de dados A/D (analógico-digital). A placa de aquisição dados (National Instruments - PCI-6024E), converteu os sinais dos transdutores para a forma digital. Um computador processava e analisava os sinais digitais com o auxílio do *software* Labview 7.0 TM. Na placa havia três canais de entrada referentes aos sinais de pressão medidos pelos transdutores, e um canal de saída que enviava sinal para o conversor de potência para o controle de temperatura.

3.2.1 – Materiais periféricos

- Agitador magnético marca Fisatom, modelo 753, potência 50 W;
- Agitador mecânico marca Fisatom, modelo 713, potência 80 W;
- Agitador de peneiras marca Produtest, com marcador de tempo – Laboratório de Desenvolvimento em Sistemas Particulados (LDPSP);
- Bomba peristáltica Masterflex, modelo L/S 7518-20;
- Moinho coloidal OSMEC, motor EBERLE de $\frac{3}{4}$ CV e 3470 rpm – Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem (LFS);
- Estufa de secagem e esterilização, marca FANEM;
- Balança técnica GEHAKA, modelo BG 8000 – Laboratório de Engenharia Ambiental (LEA);
- Balança analítica OHAUS, modelo GT 410 – Laboratório de Desenvolvimento em Sistemas Particulados (LDPSP);

3.3. Procedimento de Coleta de Dados

Primeiramente elaborou-se um diagrama de blocos adequado para aquisição e processamento de sinais de pressão, no *software* Labview 7.1, como mostrado na Figura 3.4.

3.4. Sistema de Atomização

Um bico atomizador de duplo fluido foi utilizado no sistema de atomização. O conjunto de atomização utilizado era composto de uma capa de ar (1,70 mm), uma capa de fluido (0,71 mm) e corpo do bico atomizador, como ilustrado na Figura 3.5.. Neste conjunto o ar e a suspensão foram misturados internamente para produzirem um jato atomizado. O bico foi instalado a uma altura de 10 cm acima do leito fixo de partículas.

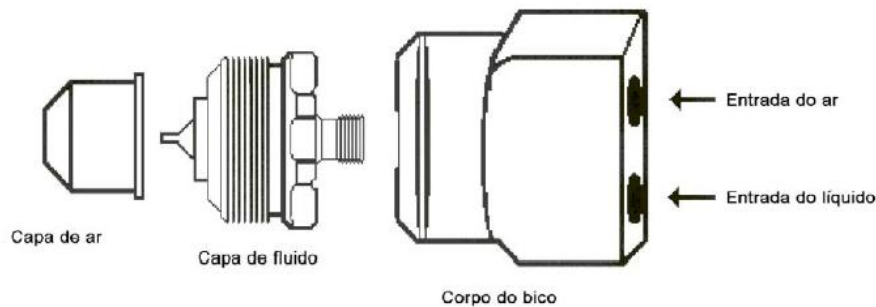


Figura 3.5 – Conjunto de atomização (COSTA e TARANTO, 2003).

3.5. Estudo Fluidodinâmico a Seco das Partículas

O estudo fluidodinâmico sem alimentação de suspensão foi realizado para todas as partículas. Primeiramente, determinou-se a carga máxima de partículas para a qual ainda se verifica o regime de jorro estável, a partir dessa carga máxima definiu-se a carga a trabalhar.

A vazão de ar foi obtida através da equação seguinte (OWER e PANKHURST, 1977):

$$Q = K \cdot \xi \cdot \alpha \cdot a_2 \sqrt{\frac{1}{1-m^2} (\Delta P_1) \frac{b}{c+T}} \quad (3.2)$$

Sendo: Q – Vazão mássica de ar (kg/min)

$$\xi = 1 - \beta \frac{\Delta P}{P_1 + b} \quad (\text{fator de compressibilidade}) \quad (3.3)$$

P_1 – pressão estática na linha na linha de ar (cm H₂O)

b – pressão barométrica local (mmHg)

$$\beta = 0,3041 + 0,0876.m - 0,1166.m^2 + 0,4089.m^3 \quad (3.4)$$

m - relação entre a área do orifício da placa e a área da tubulação:

$$m = \frac{a_2}{a_1} = \frac{d_2^2}{d_1^2} \quad (3.5)$$

a_2 - área do orifício da placa (cm²);

d_2 - diâmetro do orifício da placa (cm);

a_1 - área do orifício da tubulação (cm²);

d_1 - diâmetro do orifício da tubulação(cm);

α - coeficiente de descarga:

$$\alpha = 0,5959 + 0,0312.m^{1,05} - 0,184.m^4 \quad (3.6)$$

T - temperatura do ar na entrada do orifício (°C);

Para temperatura em °C e pressão em mmHg, os valores de K e c são 0,0573 e 273, respectivamente.

O leito foi carregado com a quantidade desejada de partículas, e mediu-se a altura do leito fixo. Aumentou-se gradativamente a vazão de ar até atingir uma faixa de jorro estável, ou seja, até se atingir vazões acima do jorro mínimo. A cada variação era feita aquisição de dados de pressão estática, queda de pressão na placa de orifício e do leito. Em seguida era reduzida gradativamente a vazão de ar até leito fixo. Paralelamente as aquisições foram observadas e anotadas as mudanças de comportamento do leito de jorro.

Foram traçadas curvas de queda de pressão (ΔP) em função da velocidade superficial do gás (U) nos sentidos crescente e decrescente. A velocidade de mínimo jorro foi obtida para a curva decrescente e corresponde o ponto de colapso do jorro, no qual a queda de pressão tem um aumento significativo (MATHUR e EPSTEIN, 1974; DONIDA, 2000).

A influência do ar de atomização foi verificada a partir de um procedimento semelhante ao anterior. Inicialmente, com o ar de atomização escoando a uma pressão fixa,

elevou-se a vazão de gás até o jorro estabelecido, em seguida diminuiu-se gradativamente a vazão de ar até leito fixo e a cada variação era feita aquisição de dados de pressão estática, queda de pressão na placa de orifício e do leito. A partir destes dados foram construídas curvas de queda de pressão no leito em função da velocidade superficial do gás, que foram comparadas com as curvas obtidas sem a presença do ar de atomização.

3.6. Ensaio de Recobrimento

O recobrimento das partículas foi realizado variando-se a vazão de suspensão (W_s) e a carga do leito, mantendo-se fixa a pressão de atomização (P_{at}) e temperatura do ar na entrada do leito (T_{ar}). Os ensaios seguiram as etapas abaixo:

- abasteceu-se o leito com uma carga de partículas, pré-fixadas em teste preliminares;
- ajustou-se a vazão de ar ($1,2U_{mj}$) e a temperatura do ar de jorro;
- após o sistema entrar em regime, realizou-se a primeira aquisição de dados (jorro sem recobrimento);
- ligou-se a vazão de suspensão e iniciou-se a contagem do tempo;
- imediatamente realizaram-se sucessivas aquisições de dados, até observação visual do colapso do leito;
- após o colapso do leito, a vazão de suspensão era interrompida, e religada após retorno do jorro, mantendo-se fixa a vazão de ar;
- os ensaios eram finalizados quando as partículas não conseguiam retornar ao jorro;

Com o objetivo de verificar pontos de instabilidade e a tendência ao colapso do jorro, em todas as coletas de dados eram feitas anotações quanto às observações visuais do comportamento dinâmico das partículas no leito.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão apresentados os resultados obtidos a partir da aquisição de dados de pressão para identificação e monitoramento de regimes em leito de jorro durante o recobrimento de partículas. Os regimes identificados nesse trabalho foram: jorro estável sem recobrimento, jorro estável com recobrimento, jorro interno até atingir o colapso (leito fixo).

Os dados coletados foram comparados com observações visuais e analisados por meio de gráficos, tais como: curva fluidodinâmica para cada material, flutuação de pressão e o desvio padrão, distribuição de probabilidade em função do tempo, espectro de potência.

4.1 – Características dos materiais e parâmetros de recobrimentos

Primeiramente as partículas utilizadas no recobrimento foram caracterizadas conforme métodos descritos no item 3.1., e apresentadas na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 - Características das Partículas

Material	Forma	d_p (mm)	ρ_{real} (g/cm ³)	Porosidade (%)
ABS	arredondada	3,03	1,0372 $\pm 0,0016$	0,83
Poliestireno	lenticular	3,81	1,0610 $\pm 0,0016$	1,03

As condições operacionais de recobrimento, Tabela 4.2, foram definidas em testes preliminares e fixadas durante todo o processo de recobrimento.

Tabela 4.2 – Condições Operacionais dos Ensaio de Recobrimento.

Velocidade do ar de jorro (m/s)	1,20xU _{mj}
Temperatura do ar de jorro (°C)	60
Pressão de atomização (psig)	15
Altura do bico atomizador (cm) do leito fixo de partículas	10

A determinação das partículas, carga de partículas e vazão de suspensão, também foram definidas em ensaios preliminares. Os experimentos realizados estão apresentados na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 – Experimentos Realizados

Experimento	Partícula	Carga (g)	Vazão suspensão (ml/min)
1	ABS	300	8
2	ABS	300	10
3	ABS	600	8
4	ABS	600	10
5	Poliestireno	300	5
6	Poliestireno	300	8
7	Poliestireno	600	8
8	Poliestireno	600	10

Com intuito de substituir um possível controlador, o recobrimento foi realizado com intermitência, ou seja, a vazão de suspensão era interrompida quando a fonte desaparecia, e religada quando observou-se o retorno do jorro estável das partículas.

O tempo de recobrimento variou para cada experimento, conforme Tabela 4.4. Os ensaios foram finalizados quando não foi possível retornar ao regime jorro estável, após interromper a vazão de suspensão, mantendo fixa a vazão do ar.

Tabela 4.4 – Tempo de Recobrimento.

Experimento	Tempo recobrimento (min)
1	25
2	15
3	60
4	46
5	20
6	23
7	45
8	21

Para ambas partículas foi obtido um recobrimento uniforme e totalmente aderido a superfície das partículas, Figuras 4.1.1 e 4.1.2, conforme esperado pela escolha da suspensão. O recobrimento do ABS apresentou-se melhor do que o poliestireno, conforme observado visualmente, devido a diferença de porosidade e forma das partículas. A maior porosidade do ABS garante melhor adesão da suspensão de recobrimento e partícula.

No final do experimento 2 com ABS, houve a formação de aglomerados, Figura 4.1.1.c, justificado provavelmente devido à demora em interromper a vazão de suspensão. Este assunto será abordado mais a frente.



(a) ABS antes do recobrimento.



(b) ABS recoberto, experimento 4.



(c) ABS aglomerado, experimento 2.

Figura 4.1.1 – Partículas de ABS: (a) antes do recobrimento, (b) recobertas e (c) aglomeradas.



(a) Poliestireno antes do recobrimento.



Figura 4.1.2 – Partículas de poliestireno: (a) antes do recobrimento e (b) recobertas.

4.2 – Fluidodinâmica do leito

A queda de pressão no leito de jorro corresponde à pressão da placa distribuidora (leito sem sólidos) mais a do movimento das partículas (leito com sólidos). Assim, realizou-se um experimento para determinar uma curva da queda de pressão do leito sem partículas em função da velocidade do ar, como mostra a Figura 4.2.1.

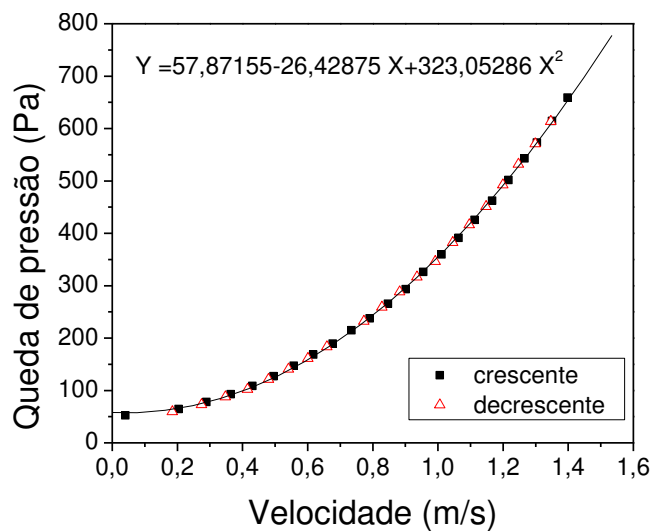


Figura 4.2.1 – Queda de pressão no leito sem as partículas em função da velocidade do ar.

Pelo estudo da fluidodinâmica, a seco, das partículas selecionadas, determinou-se parâmetros operacionais importantes, tais como: carga de partículas e velocidade de mínimo jorro.

Inicialmente, variaram-se as cargas mássicas das partículas, partindo do leito cônico até atingir uma carga máxima na qual não se observasse um regime de jorro estável. A escolha da carga adequada para as partículas foi baseada em uma observação com boa taxa de circulação das partículas e regiões do jorro bem definidas (central, anular, fonte). Foram fixadas duas cargas, uma no leito cônico, 300g, e outra no cone-cilíndrico, 600g.

As Figuras 4.2.2 e 4.2.3, exemplificam as curvas fluidodinâmicas para ABS e poliestireno, respectivamente. Observou-se que a velocidade de mínimo jorro determinada visualmente foi a mesma observada pela curva fluidodinâmica, como definido por Mathur e Epstein (1974). Durante todos os ensaios foram anotadas todas as observações visuais, com o intuito de ter em mãos o maior número de informações possível.

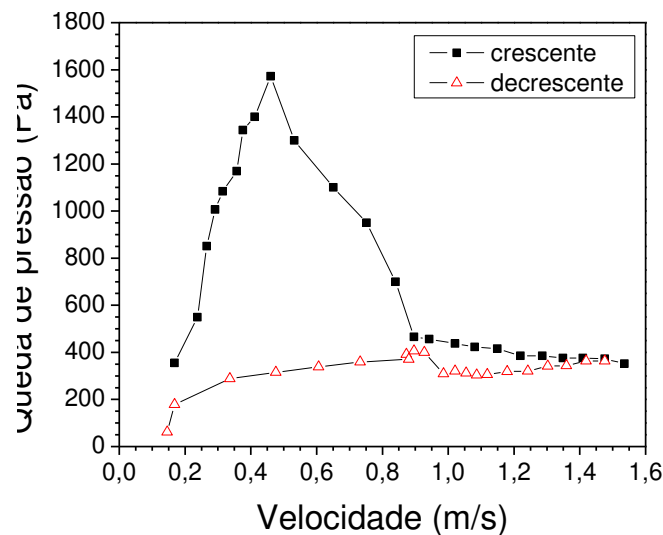


Figura 4.2.2 – Curva fluidodinâmica de partículas de ABS, $M_0 = 600\text{g}$, $U_{mj} = 0,90\text{m/s}$.

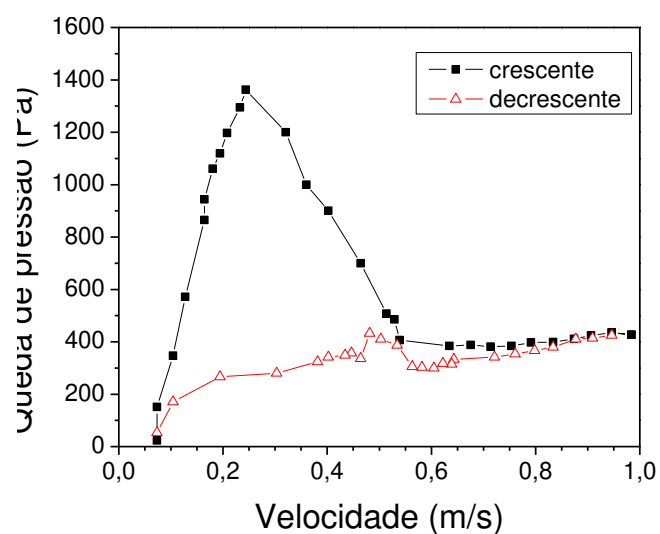


Figura 4.2.3 – Curva fluidodinâmica de partículas de poliestireno, $M_0 = 600\text{g}$, $U_{mj} = 0,52\text{ m/s}$.

As curvas fluidodinâmicas obtidas apresentaram-se condizentes aos da literatura, conforme Figura 2.4 (MATHUR e EPSTEIN, 1974). Os valores de velocidade de mínimo jorro, queda de pressão máxima e jorro estável obtidos das curvas fluidodinâmicas estão apresentados na Tabela 4.5.

Tabela 4.5 – Parâmetros Fluidodinâmicos

Partícula	$\Delta P_{\text{máx}}$ (Pa)	ΔP_{est} (Pa)	U_{mj} (m/s)
ABS	1400	415	0,93
Poliestireno	1360	390	0,55

A Tabela 4.6 mostra uma comparação entre as velocidades de mínimo jorro, obtidas experimentalmente e calculadas a partir da correlação de Mathur e Gishler (1955), Equação 2.1. Os valores calculados estão próximos dos experimentais, as partículas de ABS apresentaram um menor desvio (1,41%).

Tabela 4.6 – Comparação das Velocidades de Mínimo Jorro Experimental com as Velocidades da Equação de Mathur e Gishler (1955).

Partícula	U_{mj} (m/s) experimental	U_{mj} (m/s) MATHUR e GISHLER	Desvio Relativo (%)
ABS	0,93	0,95	1,41
Poliestireno	0,55	0,86	21,9

Para avaliar a influência da atomização sobre as partículas, foram construídas curvas fluidodinâmicas, Figuras 4.2.4 e 4.2.5., com vazão decrescente de ar na presença de ar de atomização, na pressão de 15 psig. Pode-se notar nas curvas que a velocidade de mínimo jorro foi menor para o ABS e poliestireno, com o ar de atomização ligado, devido a força contracorrente exercida pela atomização do ar que favoreceu a fonte das partículas, ou seja, a atomização favoreceu o rompimento da camada superior do leito. Verificou-se também, para ambas as partículas, que a pressão do ar de atomização não influenciou significativamente os valores de pressão de jorro estável.

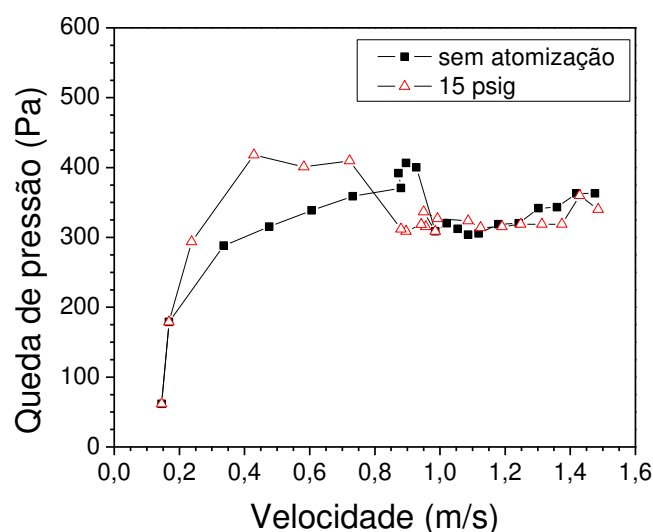


Figura 4.2.4 – Curva fluidodinâmica, para vazão decrescente, com e sem atomização do ABS, $M_0 = 600g$.

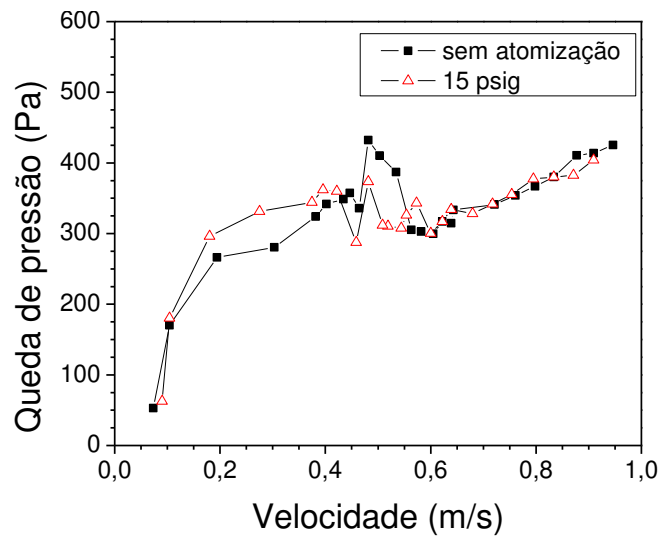


Figura 4.2.5 – Curva fluidodinâmica, para vazão decrescente, com e sem atomização do poliestireno, $M0 = 600g$.

4.3 - Diferenciação de regimes

Os regimes identificados visualmente neste trabalho foram: jorro antes do recobrimento, jorro durante o recobrimento, jorro interno e colapso (leito fixo). O regime de jorro antes do recobrimento, corresponde ao movimento de jorro das partículas antes de iniciar atomização da suspensão de recobrimento sobre as partículas com movimento cíclico, após estabilizadas vazão de ar e temperatura. O jorro durante o recobrimento é o jorro com a atomização de suspensão ligada, apresentando visualmente boa taxa de circulação das partículas. Entretanto, em alguns experimentos, mesmo com a fonte visível, observou-se uma taxa de circulação ruim. O colapso ou leito fixo é caracterizado pela passagem do ar pelos interstícios interpartículas, sem taxa de circulação das mesmas, desaparecimento da fonte e do movimento. O jorro interno é distinguido do leito fixo pela presença de um canal preferencial central, o que provoca um deslocamento das partículas, ou seja, a fonte desaparece, mas continua o movimento das partículas, principalmente na parte cônica do leito. Para uma carga do leito maior, notou-se uma maior vibração das partículas no interior do leito, para o regime de jorro interno. Esse aumento foi diferenciado em alguns resultados que serão apresentados mais a frente.

4.4 – Flutuação de pressão

Para cada corrida foram efetuadas aquisições de dados de flutuação de pressão, de acordo com o procedimento descrito no Capítulo 3. As Figuras 4.4.1 a 4.4.4, para o ABS, e as Figuras 4.4.5 a 4.4.8, para o poliestireno, mostraram as flutuações de pressão para cada um dos regimes observados durante os experimentos: jorro antes do recobrimento, jorro durante o recobrimento, jorro interno e colapso.

Foi possível perceber diferenças significativas entre os gráficos de flutuação de pressão para alguns ensaios. Essas residiram basicamente na amplitude das flutuações, no espaçamento entre as oscilações e na média das pressões. Esses resultados são condizentes com os apresentados por alguns autores, como, Taranto (1996), Xu et al. (2004), Lourenço (2006) que identificaram os regimes do leito de jorro, em estudo sem recobrimento de partículas, Figura 2.11 (XU et al., 2004). Não foram encontradas referências com dados para recobrimento.

Na comparação entre o jorro durante o recobrimento e o colapso vislumbra-se uma alteração qualitativa e quantitativa notável, quanto à amplitude das flutuações, espaçamento entre as oscilações e média das pressões. O colapso, Figuras 4.4.2.c, 4.4.5 a 4.4.8, apresentou flutuações com menores amplitudes, menores espaçamentos entre as oscilações e pressões maiores para todos os ensaios, devido a formação de zonas mortas e canal preferencial.

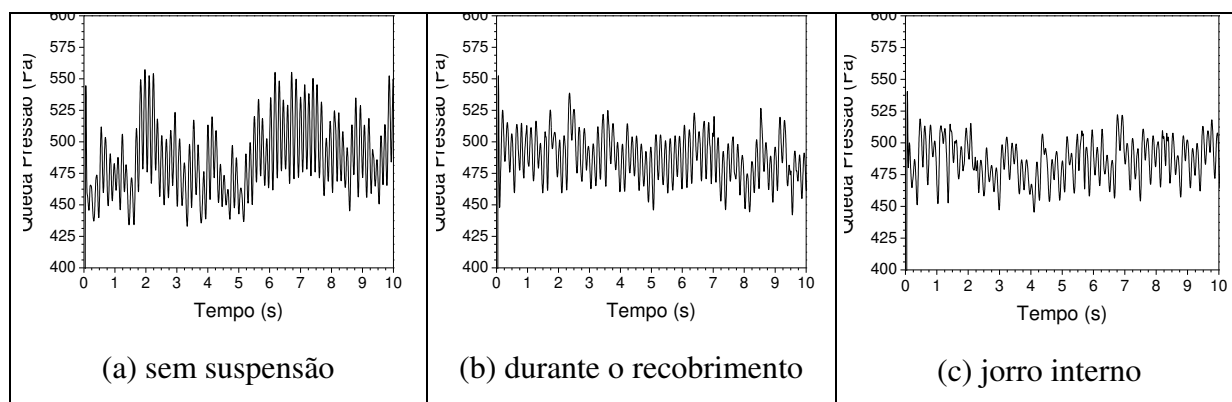


Figura 4.4.1 – Flutuação de pressão para o ABS, experimento 1 - 300g e 8 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento e (c) jorro interno.

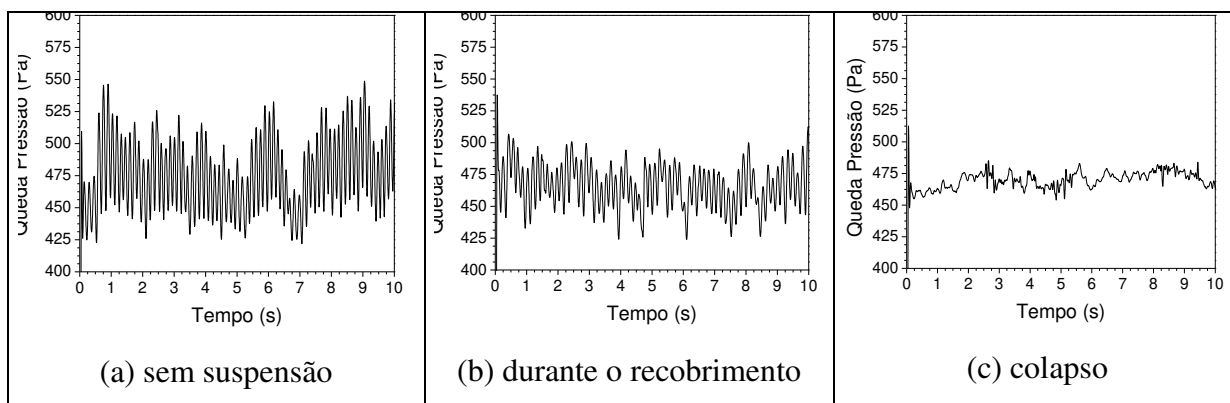


Figura 4.4.2 – Flutuação de pressão para o ABS, experimento 2 - 300g e 10 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento e (c) colapso.

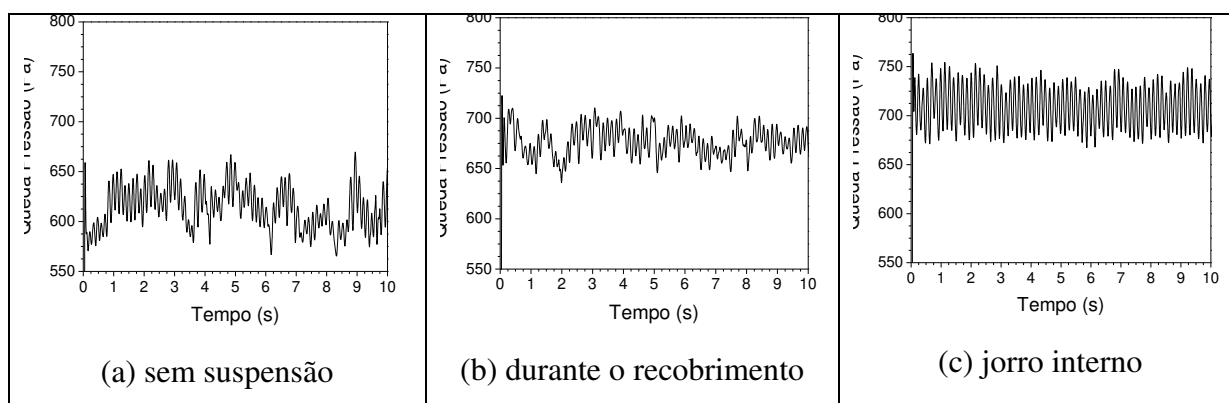


Figura 4.4.3 – Flutuação de pressão para o ABS, experimento 3 - 600g e 8 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (1) antes do recobrimento, (2) durante o recobrimento e (3) jorro interno.

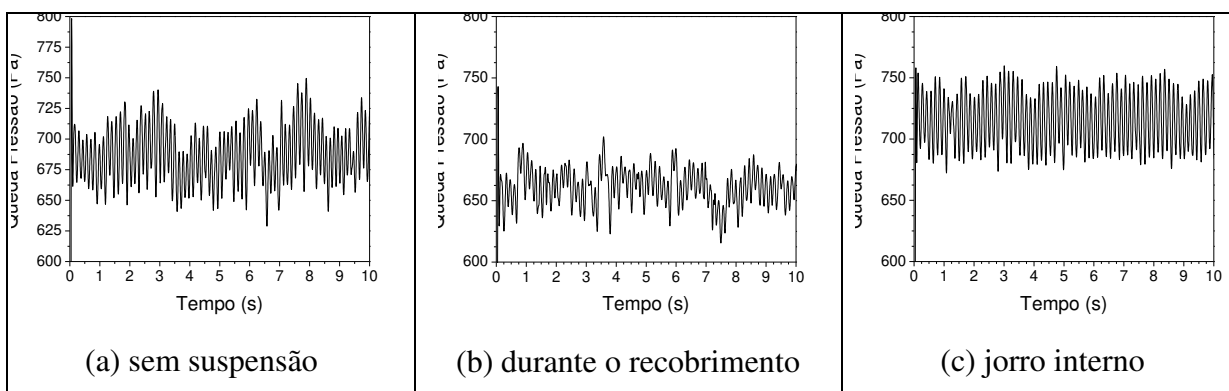


Figura 4.4.4 – Flutuação de pressão para o ABS, experimento 4 - 600g e 10 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (1) antes do recobrimento, (2) durante o recobrimento e (3) jorro interno.

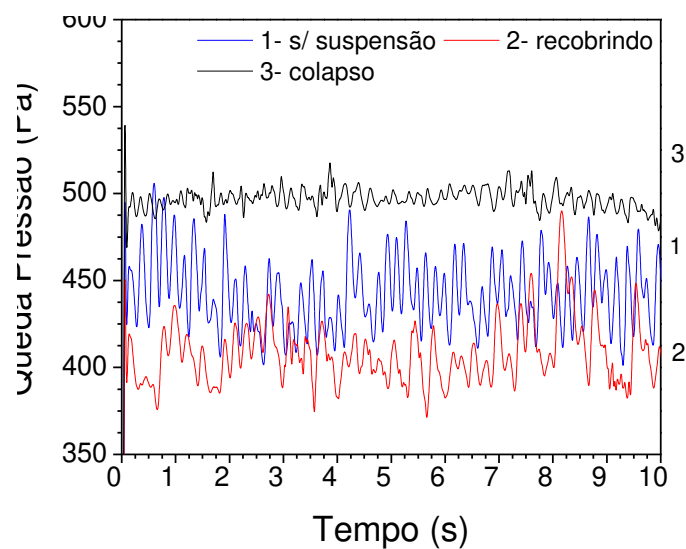


Figura 4.4.5 – Flutuação de pressão para o poliestireno, experimento 5 - 300g e 5 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (1) antes do recobrimento, (2) durante o recobrimento, (3) colapso.

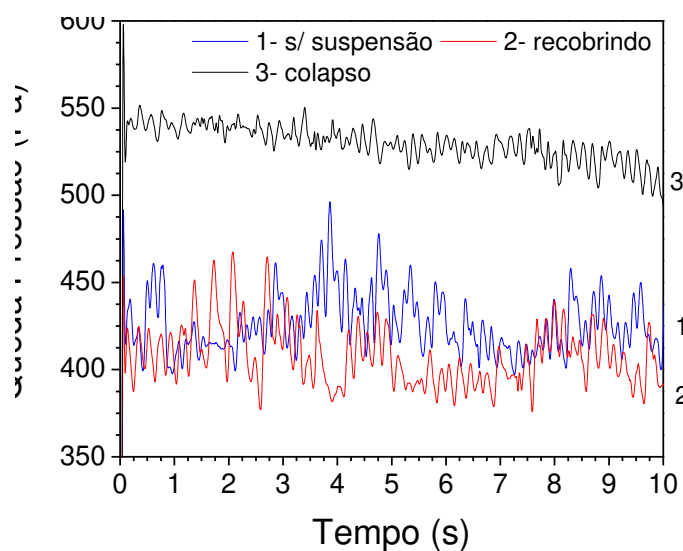


Figura 4.4.6 – Flutuação de pressão para o poliestireno, experimento 6 - 300g e 8 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (1) antes do recobrimento, (2) durante o recobrimento e (3) colapso.

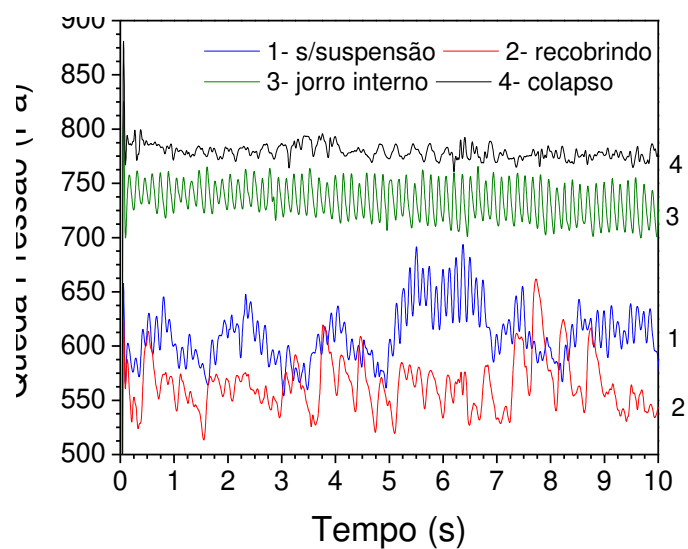


Figura 4.4.7 – Flutuação de pressão o poliestireno, experimento 7 - 600g e 8 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (1) antes do recobrimento, (2) durante o recobrimento, (3) jorro interno e (4) colapso.

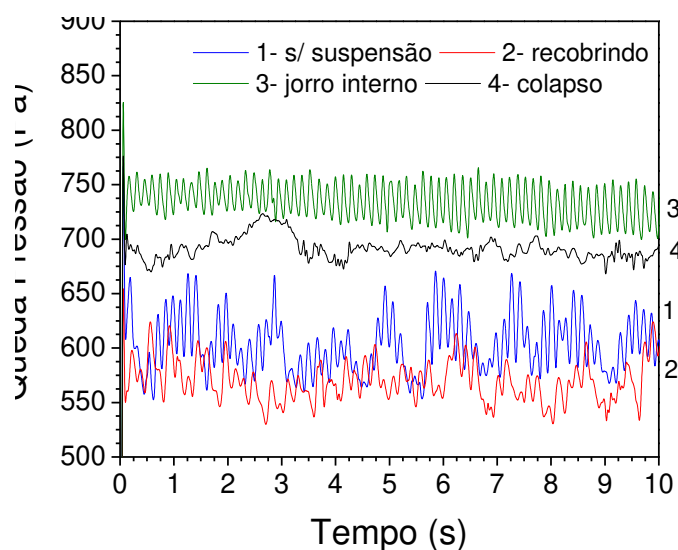


Figura 4.4.8 – Flutuação de pressão para o poliestireno, experimento 8 - 600g e 10 ml/min, nos diferentes regimes durante o recobrimento: (1) antes do recobrimento, (2) durante o recobrimento, (3) jorro interno e (4) colapso.

4.5 – Desvio padrão do sinal de pressão

Uma maneira de examinar as flutuações de queda de pressão pode ser feita pela análise do desvio padrão do sinal de pressão. O desvio padrão é empregado para estudar a amplitude do sinal. A variação da amplitude devido às condições de operação tem sido estudada por vários pesquisadores, não somente para identificação de transições de regimes de fluidização, mas também para verificar a qualidade da fluidização (XU et al., 2004; LOURENÇO, 2006; PISKOVA et al., 2006).

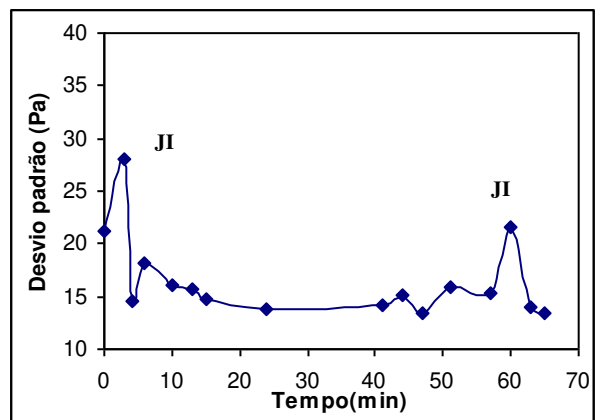
Para um dado sinal, x_i , o desvio padrão pode ser obtido a partir da Equação 4.1.

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (4.1)$$

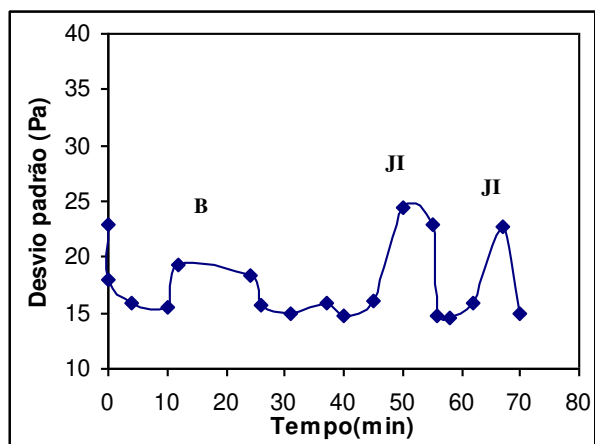
$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (4.2)$$

Na presente dissertação, $x = \Delta P$, $\bar{x} = \Delta P_m$, e $n = 4096$.

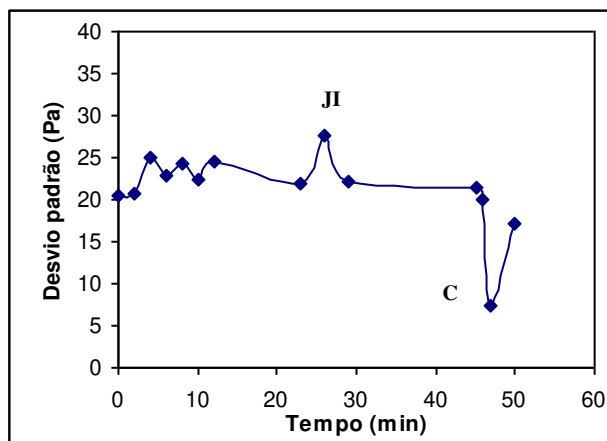
O desvio padrão da flutuação de pressão durante o recobrimento possibilitou monitorar os regimes observados no leito. O jorro interno (JI) apresentou desvio padrão máximo, que pode ser claramente notado nos picos presentes nas Figuras 4.5.1.a, 4.5.1.b e 4.5.1.c, devido à significativa variação da queda de pressão e alteração de regime. Resultado semelhante a esse foi encontrado por Piskova et al. (2006), estudando os regimes fluidodinâmicos de diferentes construções de leito de jorro, concluiu que o desvio padrão máximo corresponde à transição leito fixo para móvel, Figura 2.15 (PISKOVA et al., 2006). Com colapso (C) do leito o desvio padrão diminuiu, Figura 4.5.1.c e 4.5.1.d, devido a ausência de movimentação das partículas as alterações de queda de pressão foram menores.



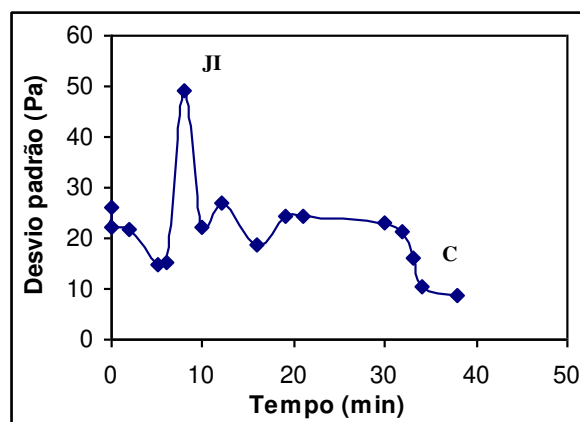
(a) ABS, 600g e 8 ml/min.



(b) ABS, 600g e 10 ml/min.



(c) Poliestireno, 600g e 8 ml/min.



(d) Poliestireno, 600g e 10 ml/min.

Figura 4.5.1 – Desvio padrão da flutuação de pressão em função do tempo.

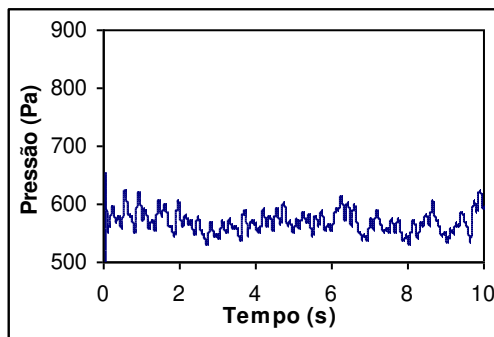
Notou-se uma mudança significativa no comportamento do desvio padrão comparado a uma observação visual de instabilidade do jorro. Assim, o desvio padrão pode ser uma ferramenta de identificação de regime durante o recobrimento em leito de jorro, ou seja, pode ser utilizado como alarme para parada da suspensão. Este resultado mostrou-se condizente com o trabalho de Ommen et al. (2004), no qual desenvolveram um método de detecção rápida da defluidização do leito fluidizado a partir do desvio padrão. Era acionado um alarme quando o desvio padrão era menor que 50 Pa, que significava que o leito estava defluidizando.

4.6 – Distribuição de probabilidade

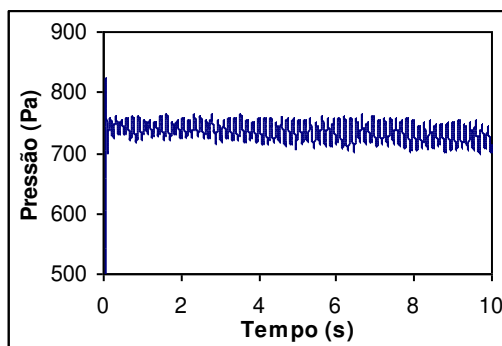
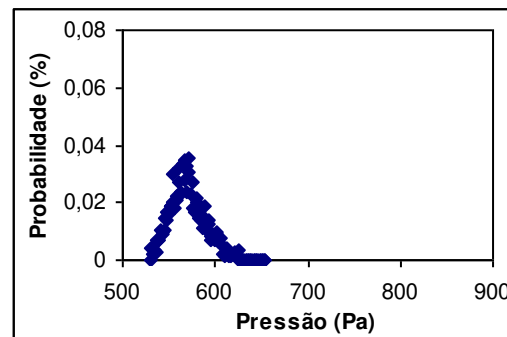
Nesta seção são apresentadas as flutuações de pressão através das curvas de distribuição de probabilidade (Probabilidade [%] x ΔP [Pa]). Para cada conjunto de dados de flutuação de pressão obtida pôde-se construir a curva de probabilidade (Apêndice I). Para tanto, preferiu-se relacionar probabilidade (em porcentagem), com ΔP que representa a queda de pressão. Dispunham-se de 4098 valores de ΔP para cada gráfico.

Para a confecção da curva de distribuição de probabilidade, tomaram-se os extremos dos valores de ΔP (mínimo e máximo). A diferença entre os extremos foi dividida por cem, resultando cem intervalos para obter a frequência de sinais em cada um. A curva de distribuição de probabilidade é dada pela relação entre frequência percentual e ΔP .

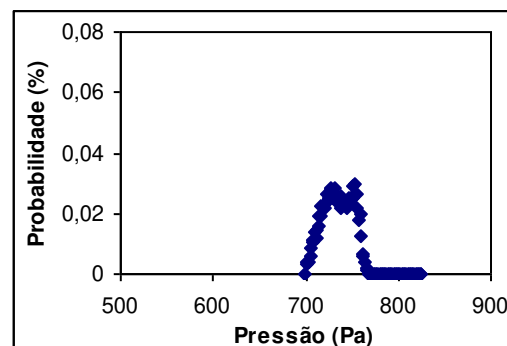
A Figura 4.6.1 apresenta um exemplo de flutuação do sinal de pressão e sua distribuição de probabilidade para os diferentes regimes observados: jorro com recobrimento, jorro interno e colapso. Existe uma diferença significativa entre a distribuição de probabilidade e os regimes estudados. No colapso, a curva apresentou um estreitamento da base, e um pico mais afiado, Figura 4.6.1.c, quando comparado com a curva do jorro com recobrimento. Freitas et al. (2004) identificaram os regimes em leitos de jorro retangulares e também observaram essa diferença de distribuição de probabilidade para o leito fixo.

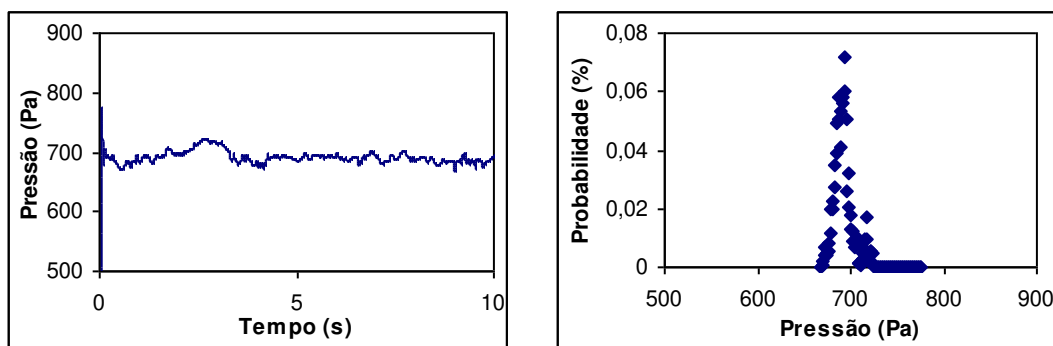


(a) Jorro com recobrimento.



(b) Jorro interno.





(c) Colapso.

Figura 4.6.1 - Flutuação dos sinais de pressão e distribuição de probabilidade para os diferentes regimes estudados: (a) jorro com recobrimento, (b) jorro interno e (c) colapso – Poliestireno, 600g e 10 ml/min.

4.7 – Espectro de potência durante o recobrimento

Os diferentes regimes identificados visualmente foram comparados com os espectros de potência gerados da aquisição de dados de flutuação de pressão. Neste trabalho explorou-se principalmente a metodologia da análise espectral na identificação da estabilidade do regime de jorro, e a evolução desses espectros quanto a amplitude e frequência dominantes.

Os espectros de potência obtidos, identificaram os diferentes regimes de forma convincente a partir da amplitude máxima no pico dominante. A frequência dominante não se mostrou um parâmetro adequado para a identificação da instabilidade do jorro neste trabalho, devido à proximidades dos valores em diferentes situações dinâmicas observadas.

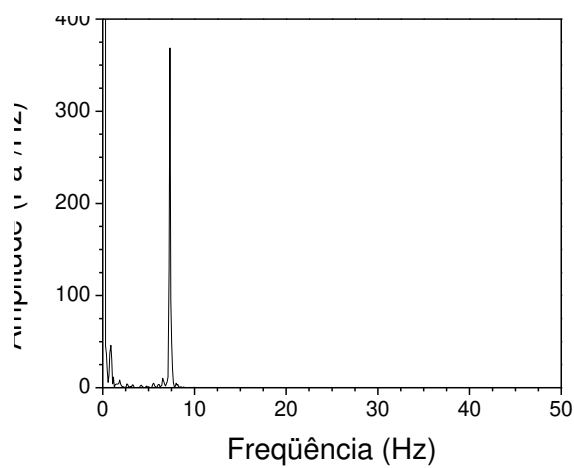
Comportamentos distintos para o ABS e o poliestireno foram verificados na análise espectral, assim para melhor compreensão dos resultados foram discutidos separadamente.

4.7.1 – Espectro de potência para o ABS

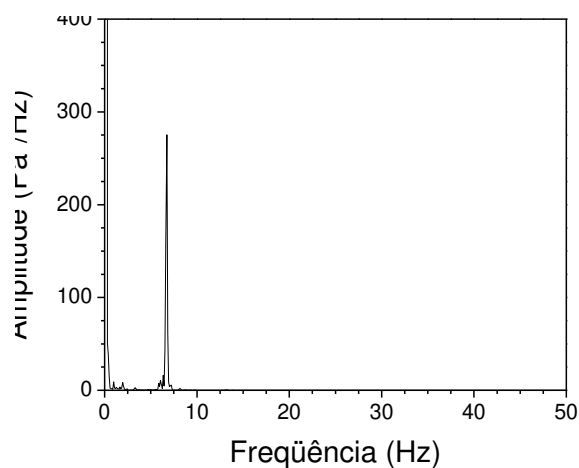
Um exemplo da evolução dos espectros durante o recobrimento do ABS é detalhado na Figura 4.7.1. Observou-se que todos os espectros apresentaram pico único e bem definido na região de 6 a 7,5 Hz. Antes de iniciar o recobrimento, Figura 4.7.1.a, o espectro

apresentou amplitude máxima de $369 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$. Após ligada a vazão de suspensão, essa amplitude teve uma tendência a diminuir e permanecer na faixa de 217 a $331 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, Figura 4.7.1.b a 4.7.1.h, apresentando uma boa taxa de circulação das partículas. Fatores como força contracorrente exercida pela atomização da suspensão, aumento da umidade na interior do leito e o leito mais pesado, devido a aspersão da suspensão, contribuíram para alterações nas vibrações das partículas, acarretando a diminuição dos valores de amplitude.

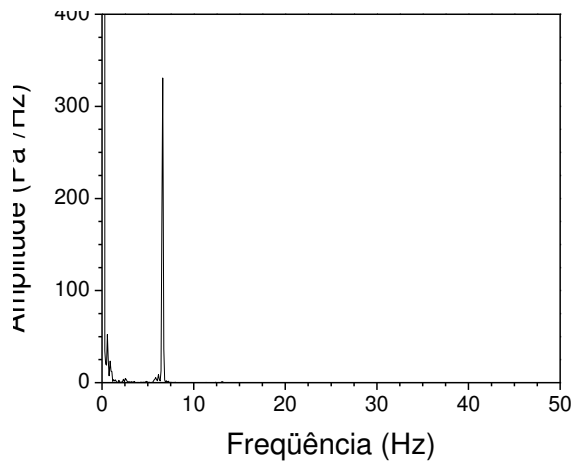
Observou-se uma taxa de circulação ruim, fonte baixa e tendendo desaparecer, na região de valores de amplitude na faixa de 184 a $80 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, Figuras 4.7.1.i. Pode-se notar, baseado em observações visuais, que para o jorro interno a vibração de partículas reduziu significativamente, resultando em amplitudes próximas de $51 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, Figura 4.7.1.j. Neste ponto a vazão de suspensão foi interrompida. Como não foi possível retornar ao regime de jorro estável, finalizou-se o ensaio.



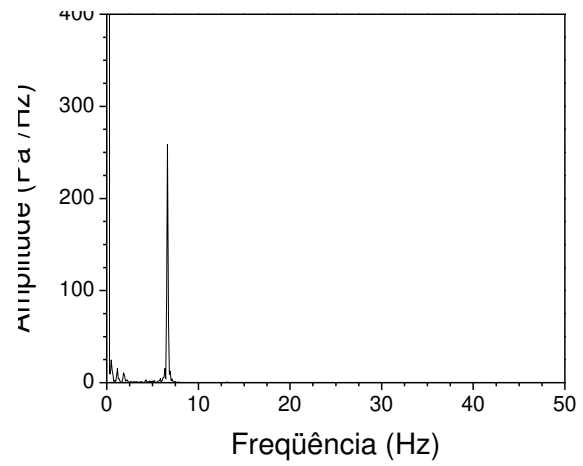
(a) jorro antes do recobrimento, $A = 369 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$.



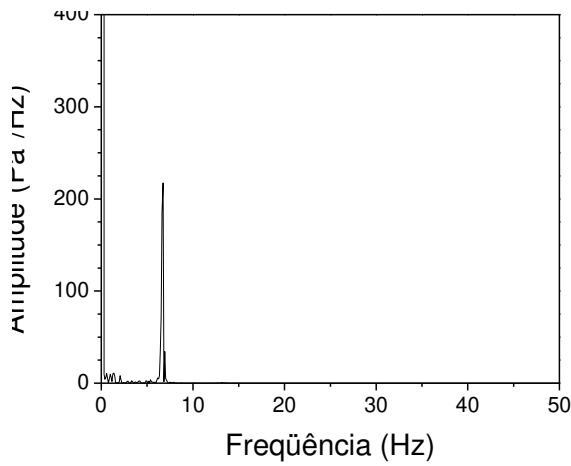
(b) início do recobrimento, fonte aberta e baixa, $A = 275 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 0 \text{ min}$.



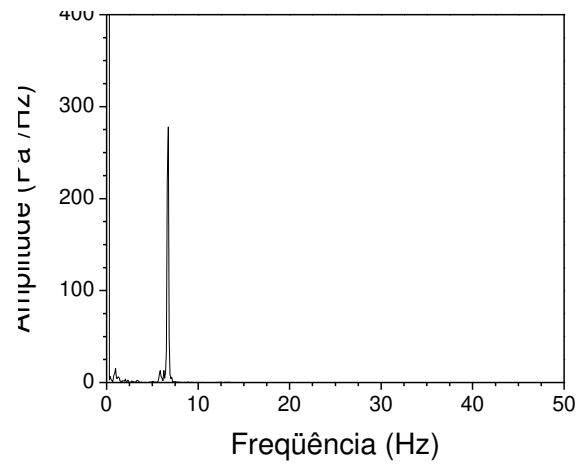
(c) jorro com recobrimento, boa taxa de circulação, $A = 331 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 2 \text{ min}$.



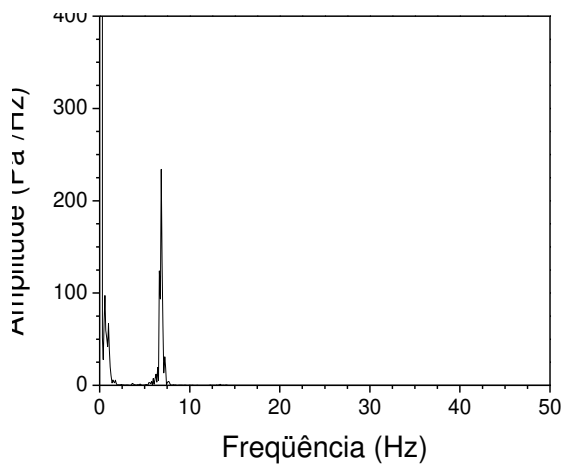
(d) jorro com recobrimento, $A = 259 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 4 \text{ min}$.



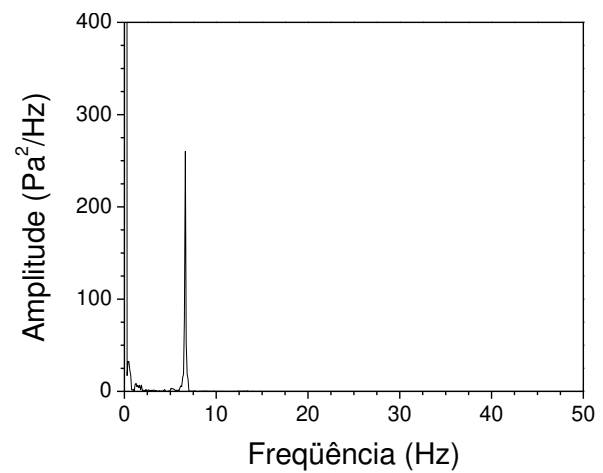
(e) jorro com recobrimento, taxa de circulação diminuindo, $A = 217 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 6 \text{ min}$.



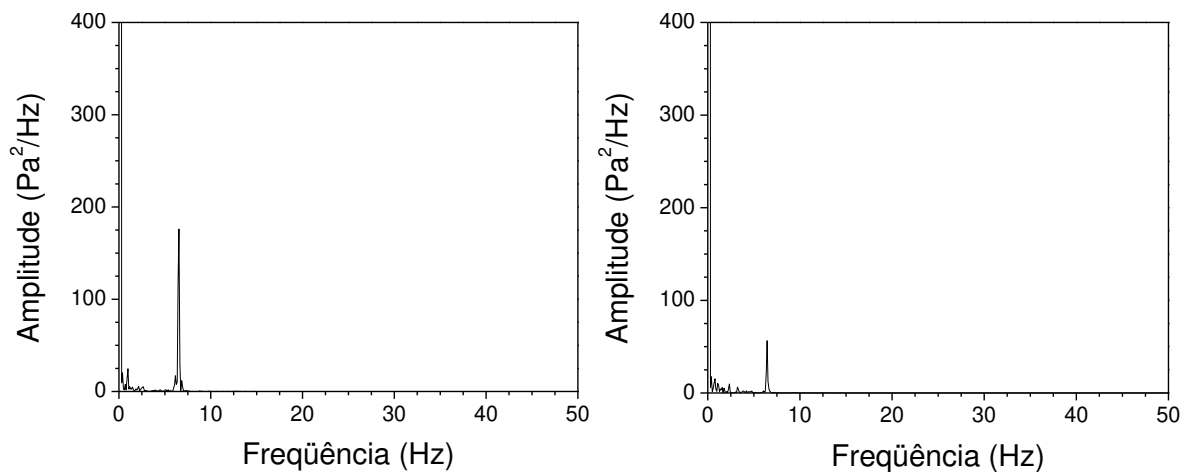
(f) jorro com recobrimento, $A = 279 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 8 \text{ min}$.



(g) jorro com recobrimento, $A = 234 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 12 \text{ min}$.



(h) jorro com recobrimento, $A = 260 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 18 \text{ min}$.



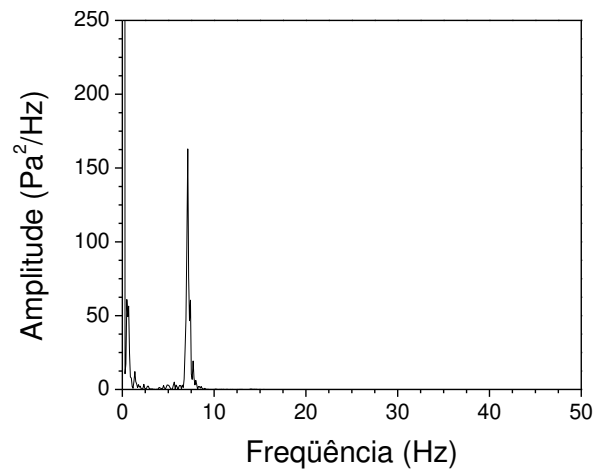
(i) jorro com recobrimento, taxa de circulação ruim, $A = 176 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 22 \text{ min}$.
 (j) jorro interno, desliga a suspensão, $A = 57 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 25 \text{ min}$.

Figura 4.7.1 - Espectro de potência para o ABS, experimento 1 - 300g e 8 ml/min, nas diferentes etapas do recobrimento.

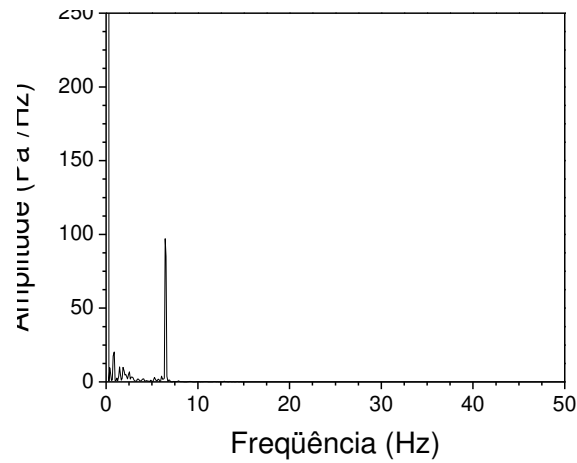
Afim de facilitar a visualização dos resultados, as Figuras 4.7.2, 4.7.3 e 4.7.4, comparam os regimes visualmente observados com os espectros obtidos durante os experimentos. A evolução detalhada destes espectros encontra-se no Apêndice II.

Com o aumento da vazão de suspensão, experimento 2, além dos regimes observados anteriormente, ocorreu também o colapso do leito, Figura 4.6.3.c, caracterizado pela ausência de frequência dominante, o mesmo comportamento é observado para leito fixo tanto em leitos de jorro e fluidizados, regime caracterizado por frequência muito baixas (TARANTO, 1996; SILVA, 1998; XU et al. 2004; LOURENÇO, 2006; PISKOVA et al., 2007). Após o colapso do leito, a vazão de suspensão foi interrompida e não retornou ao regime de jorro estável com a vazão de ar fixada. Ao final da secagem dessas partículas houve a formação de pequenos aglomerados, justificado provavelmente pela demora em interromper a vazão de suspensão, sugerindo que a vazão de suspensão deva ser interrompida antes do colapso, quando a taxa de circulação apresentar-se ruim.

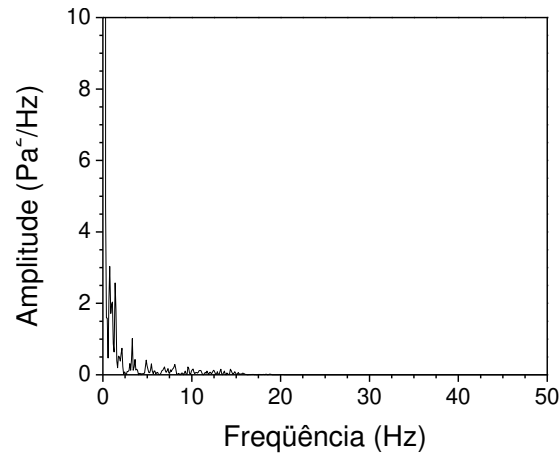
Na região de 68 a 103 Pa^2/Hz , o recobrimento manteve-se com boa taxa de circulação, Figura 4.7.3.b. Para amplitudes menores que essa região observou-se uma taxa de circulação ruim (32 a 68 Pa^2/Hz), e o jorro interno (menores que 32 Pa^2/Hz). Assim, a vazão de suspensão poderia ser interrompida a amplitudes menores que 68 Pa^2/Hz .



(a) jorro sem recobrimento, $A = 163 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$.



(b) jorro com recobrimento, $A = 97 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 20 \text{ min}$.

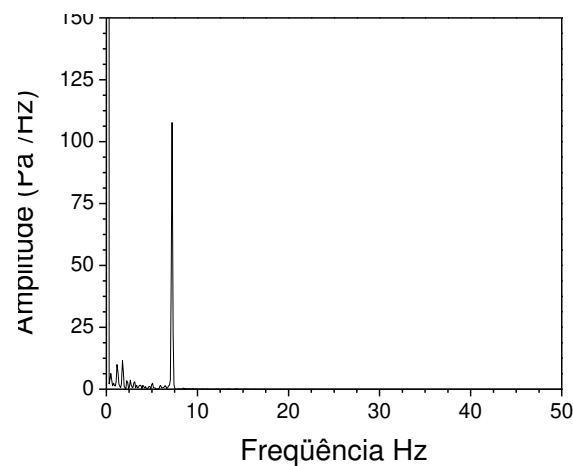


(c) colapso do leito, desliga a suspensão, $t = 23 \text{ min}$.

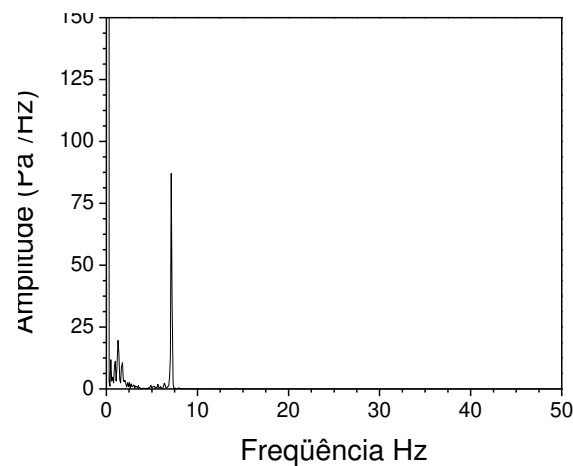
Figura 4.7.2 - Espectro de potência para o ABS, experimento 2 - 300g e 10 ml/min, nos diferentes regimes: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento e (c) colapso.

Diferentemente do anterior, nos experimentos 3 e 4, o espectro de jorro interno apresentou um aumento marcante da amplitude, Figuras 4.7.3.c. e 4.7.4.c. O aumento da carga de ABS dificultou a passagem do ar, formando uma barreira na parte superior do leito, com a aspersão da suspensão. Pode-se descrever visualmente o jorro interno da seguinte maneira: alta intensidade de vibração das partículas na entrada do leito, a qual diminuía até a sua ausência de vibração na região superior do leito. Essa alta vibração refletiu num acréscimo significativo no valor da amplitude ($325 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$), Figuras 4.7.3 e 4.7.4. Outros autores, tais como, Silva (1998) e Freitas et al. (2004) também encontraram essa relação entre a vibração das partículas e a amplitude dos espectros.

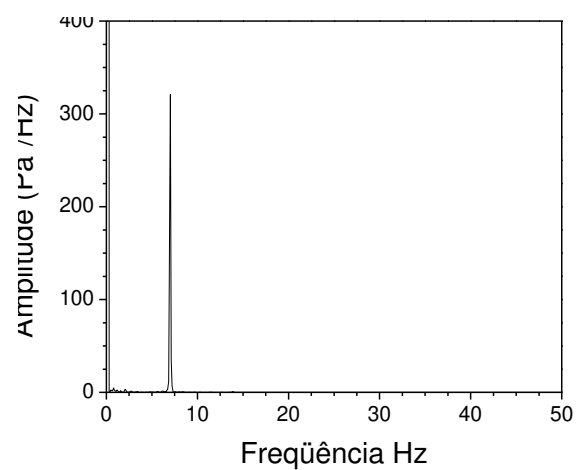
O recobrimento apresentou boa taxa de circulação, na região de 75 a $180 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, para os dois experimentos. Notou-se ainda, uma desaceleração das partículas para amplitudes menores que essa faixa, na qual a suspensão deve ser desligada.



(a) jorro sem recobrimento, $A = 107 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$.

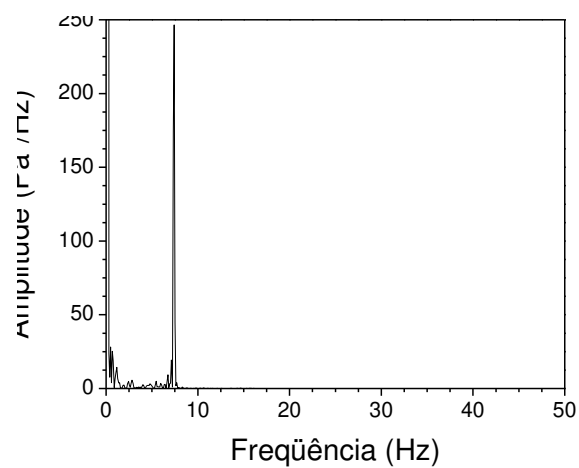


(b) jorro com recobrimento, $A = 87 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 13 \text{ min}$.

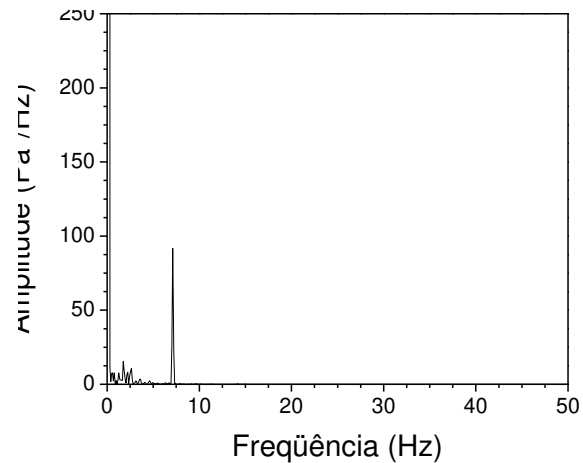


(c) jorro interno, desliga a suspensão, $A = 321 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 57 \text{ min}$.

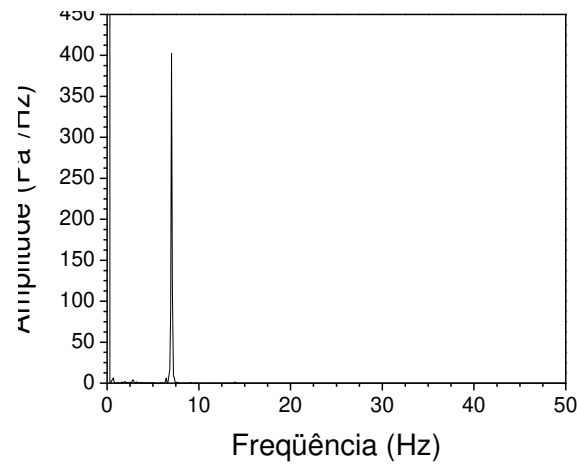
Figura 4.7.3 - Espectro de potência para o ABS, experimento 3 - 600g e 8 ml/min, nos diferentes regimes: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento e (c) jorro interno.



(a) jorro sem recobrimento, $A = 246 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$.



(b) jorro com recobrimento, $A = 96 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 31 \text{ min}$.



(c) jorro interno, desliga a suspensão, $A = 407 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 67 \text{ min}$.

Figura 4.7.4 - Espectro de potência para o ABS, experimento 4 - 600g e 10 ml/min, nos diferentes regimes: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento e (c) jorro interno.

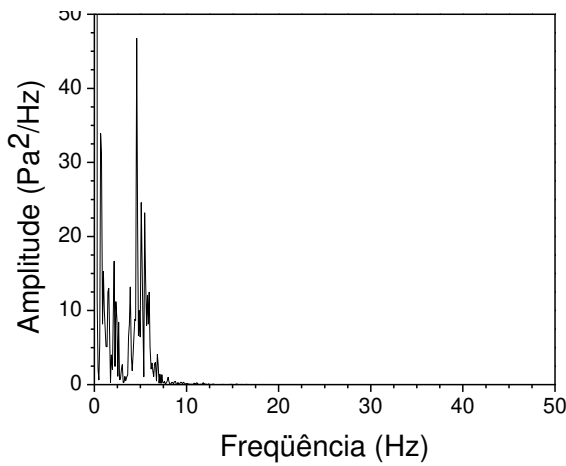
Comparando os valores obtidos de amplitude máxima, na frequência dominante, com os valores de desvio padrão, ambos podem ter potencial de serem utilizados como ferramenta de controle. Entretanto, o tempo de acionar o controle para o desvio padrão é maior do que para amplitude. Com os valores de amplitude é possível estabelecer uma faixa de transição até ser observado o colapso do leito, faixa de taxa de circulação ruim. Para o desvio padrão, a variação só foi notada depois que ocorreu o colapso do leito, Figura 4.51.

4.7.2 – Espectro de potência para o poliestireno

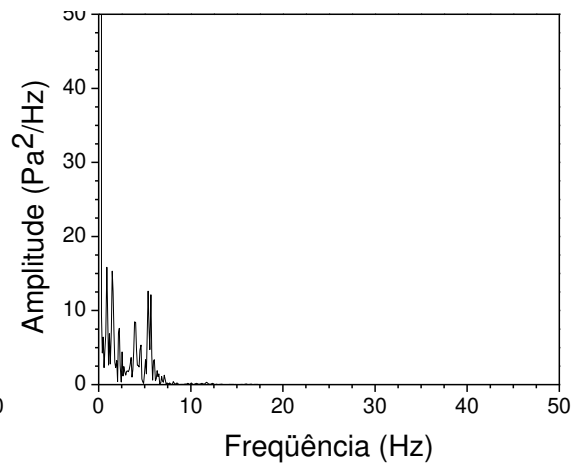
O regime de jorro para o poliestireno não se apresentou estável como o ABS, visualmente a taxa de circulação era menor na região anular, fonte baixa, e um movimento pulsante na entrada do leito. Nos espectros houve o aparecimento de múltiplos picos. É interessante notar que aparece um pico dominante na faixa de 1 a 3 Hz, e outro pico na mesma faixa do ABS, entre 5,5 e 7,5 Hz. Para análise espectral considerou a variação do segundo pico, faixa de jorro estável, o qual possibilitou identificar as instabilidades durante o recobrimento. O mesmo comportamento do espectro do poliestireno também foi observado no trabalho de Silva (1998).

A Figura 4.7.5 exemplifica detalhadamente o comportamento dos espectros para o poliestireno. No início do recobrimento notou-se experimentalmente o colapso do leito, Figura 4.7.5.d, a vazão de suspensão foi interrompida e logo começou a surgir movimento das partículas no interior do leito, Figura 4.7.5.e, até o jorro estabelecido, Figura 4.7.5.f, quando se religou a vazão de suspensão. Observou-se o colapso do leito por mais duas vezes, Figuras 4.7.5.s e 4.7.5.p, até finalizar o recobrimento, nos quais os espectros apresentaram as mesmas características, ausência de frequência dominante, leito fixo. Durante o recobrimento a amplitude diminuiu com o tempo, permanecendo com boa taxa de circulação na região de 10 a 30 Pa²/Hz. Para uma faixa menor de amplitude era notada uma taxa de circulação ruim e até o colapso do leito.

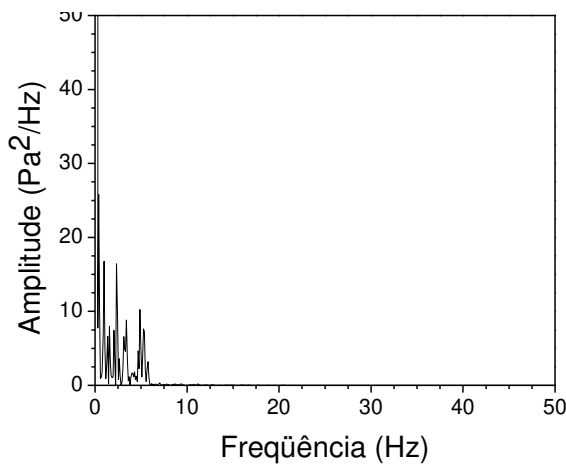
Em alguns experimentos o bico entupiu durante o recobrimento, ocorrência comum nesse tipo de processo, neste caso, manteve-se a vazão de ar ligada, limpou-se o bico atomizador e reiniciou-se o recobrimento. Observando a Figura 4.7.5.m, notou-se um espectro com um pico mais pronunciado, acompanhado de um aumento significativo da amplitude. Um comportamento semelhante ao espectro antes do recobrimento, Figura 4.7.5.a.



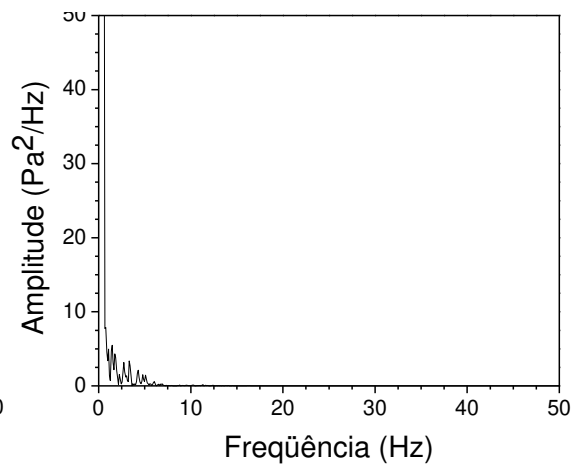
(a) jorro sem recobrimento, $A = 48 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$.



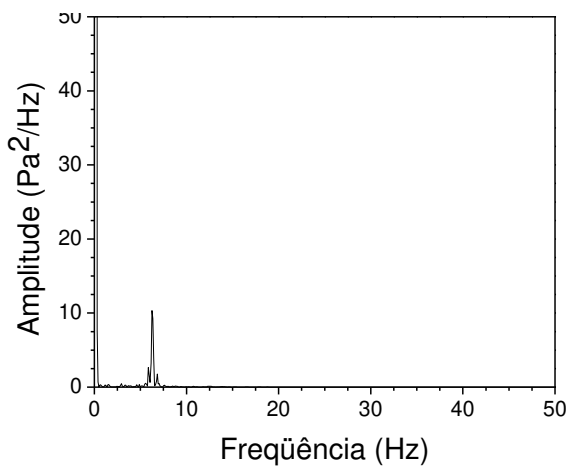
(b) início do recobrimento, $A = 12 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$,
 $t = 0 \text{ min.}$



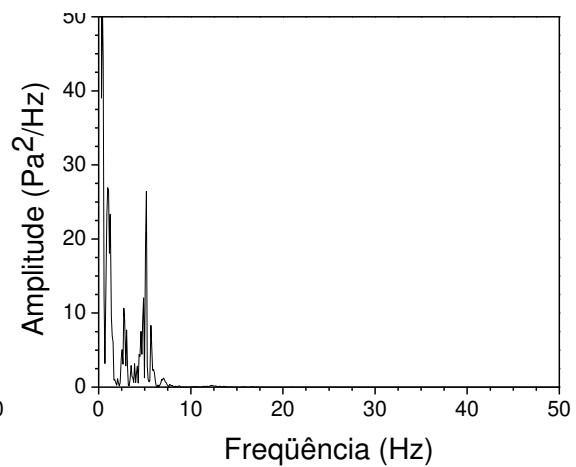
(c) jorro com recobrimento, $A = 10 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$,
 $t = 2 \text{ min.}$



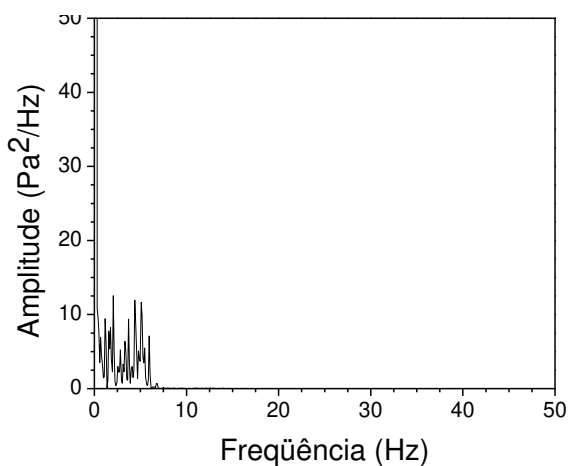
(d) colapso do leito, desliga a suspensão, $t = 4 \text{ min.}$



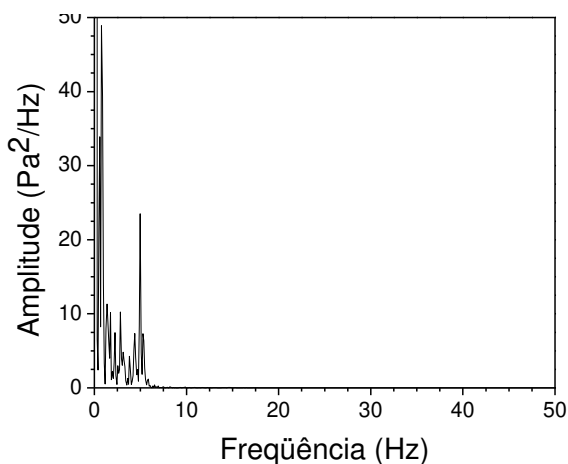
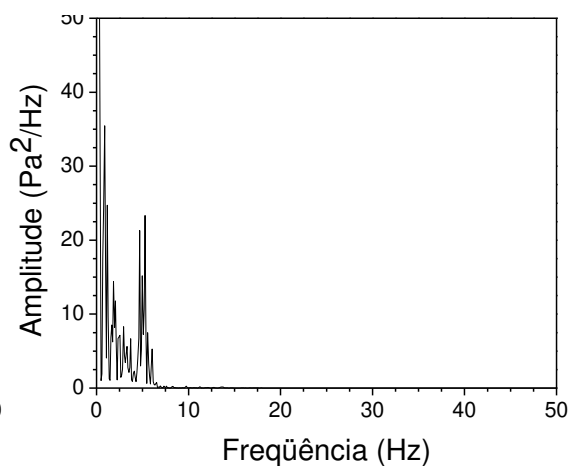
(e) jorro interno, $A = 12 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 6 \text{ min.}$



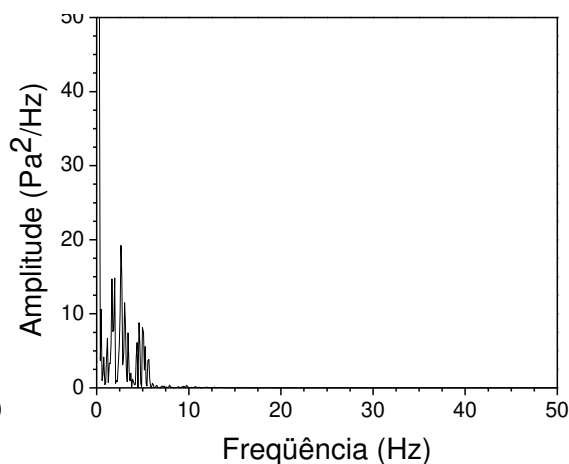
(f) jorrando, $A = 29 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 13 \text{ min.}$



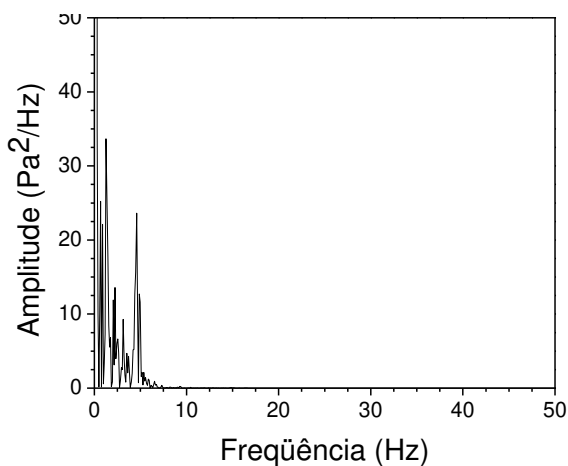
(g) liga a suspensão, $A = 14 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, (h) jorro com recobrimento, $A = 24 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 15 \text{ min.}$



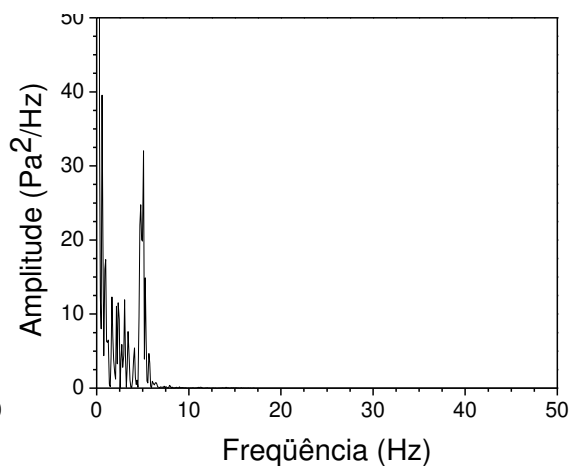
(i) jorro com recobrimento, $A = 24 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 17 \text{ min.}$

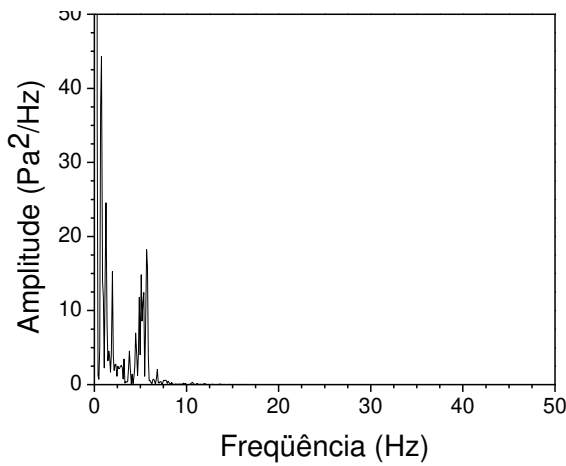


(j) jorro com recobrimento, diminui taxa de circulação, $A = 9 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 19 \text{ min.}$

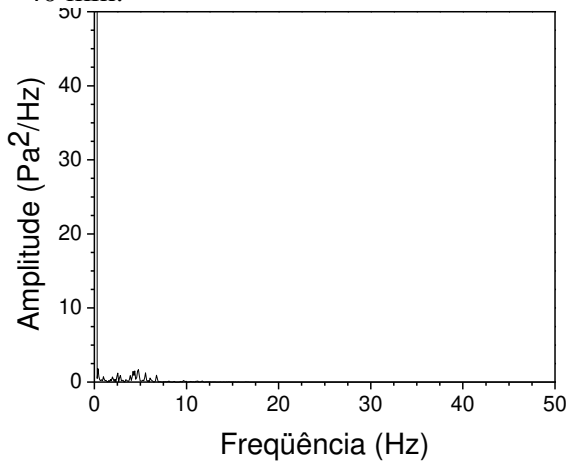


(l) jorro com recobrimento, $A = 25 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, (m) entupimento do bico, desliga a suspensão, $A = 34 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 22 \text{ min.}$

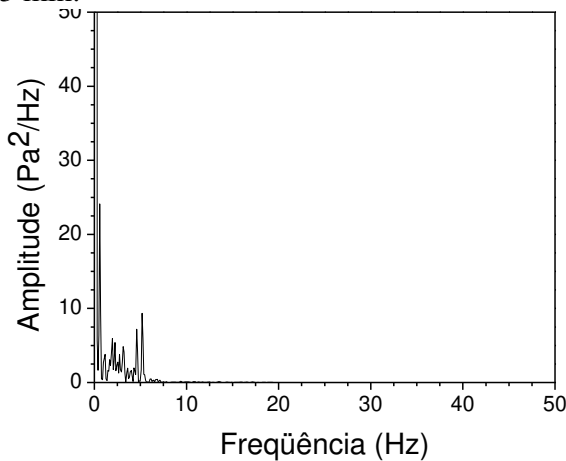




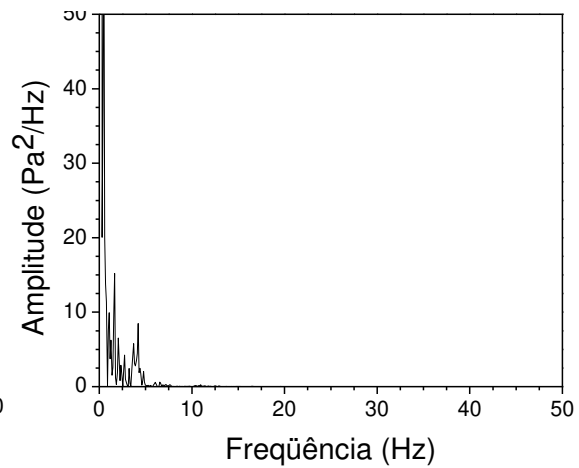
(n) liga a suspensão, $A = 20 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$,
 $t = 40 \text{ min.}$



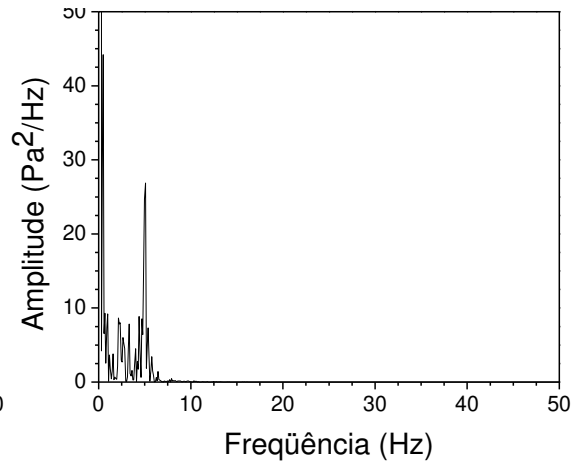
(p) colapso do leito, desliga a suspensão, $t = 43 \text{ min.}$



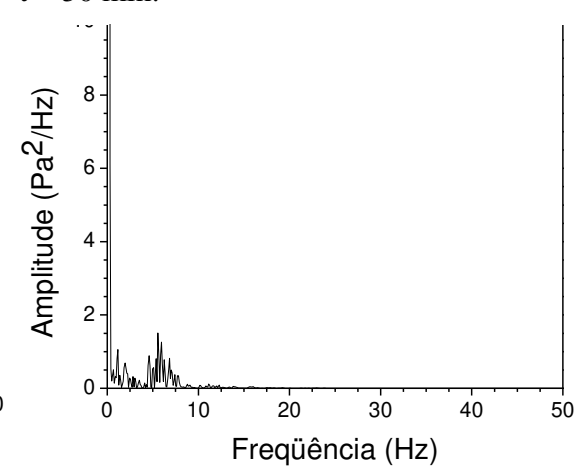
(r) jorro com recobrimento, $A = 10 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$,
 $t = 52 \text{ min.}$



(o) jorro com recobrimento, taxa circulação
 ruim, $A = 9 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 42 \text{ min.}$



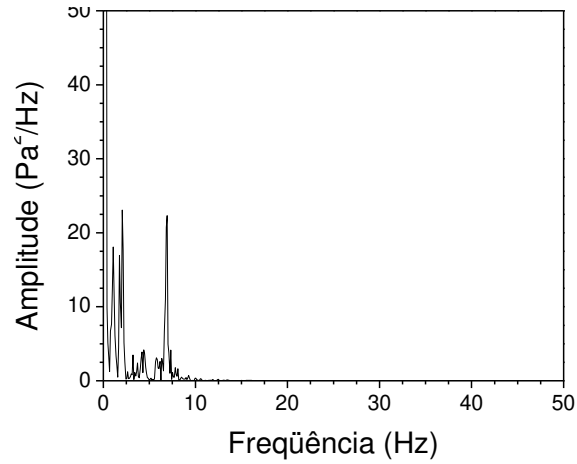
(q) sem suspensão, jorrando, $A = 28 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$,
 $t = 50 \text{ min.}$



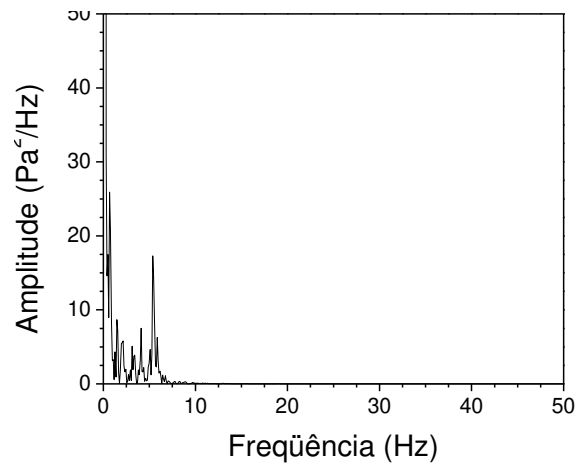
(s) colapso do leito, desliga a suspensão,
 $t = 53 \text{ min.}$

Figura 4.7.5 - Espectro de potência para o poliestireno, experimento 5 - 300g e 5 ml/min, nas diferentes etapas do recobrimento.

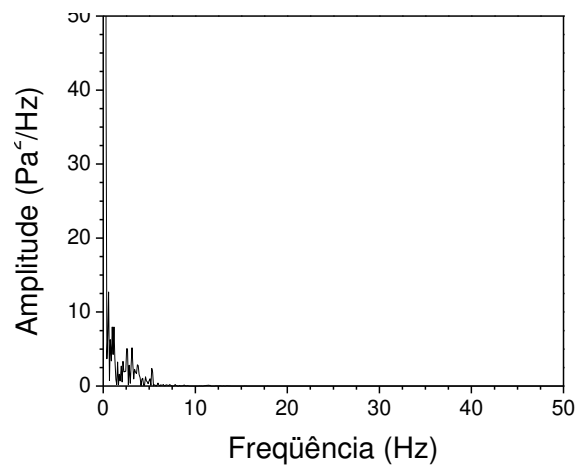
Os espectros, na Figura 4.7.6, mostraram-se bem parecidos com o anterior, qualitativamente e quantitativamente.



(a) jorro sem recobrimento, $A = 23 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$.



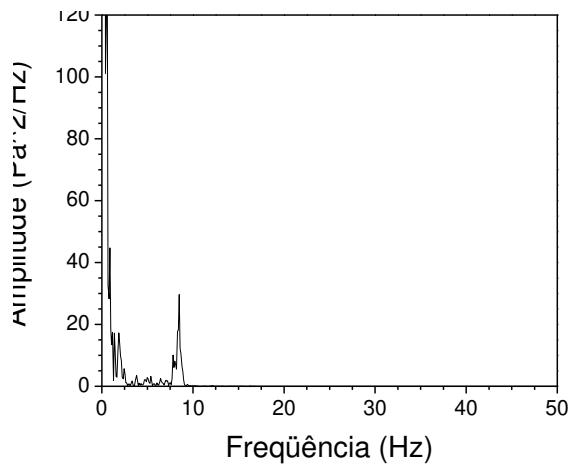
(b) jorro com recobrimento, $A = 17 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 24 \text{ min}$.



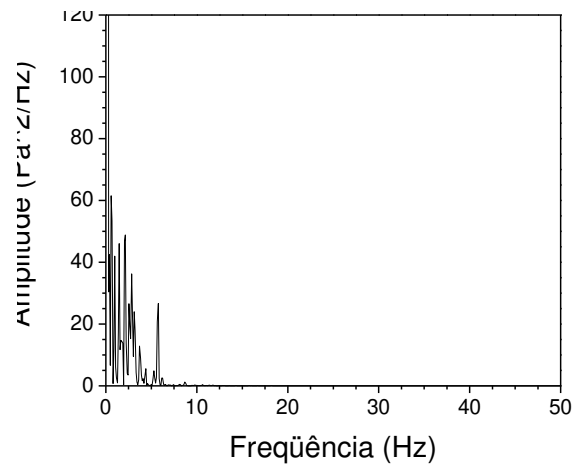
(c) colapso do leito, desliga a suspensão, $t = 43 \text{ min}$.

Figura 4.7.6 - Espectro de potência para o poliestireno, experimento 6 - 300g e 8 ml/min, nos diferentes regimes: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento e (c) colapso.

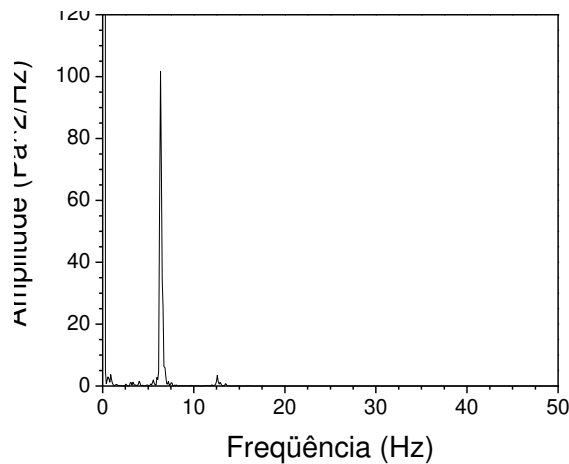
Com o aumento na carga de poliestireno, experimentos 7 e 8, repetiram-se os regimes observados pelo ABS. Notou-se uma maior multiplicidade dos picos durante o recobrimento das partículas, aspersão da suspensão, Figuras 4.7.7.b e 4.7.8.b. Observou-se uma taxa de circulação das partículas alta, na região 10 a 55 Pa^2/Hz , e baixa para amplitudes menores que 10 Pa^2/Hz , na qual deveria interromper a vazão de suspensão. No jorro interno, ou seja, no desaparecimento da fonte com alta vibração das partículas, notou-se o espectro com um pico único dominante, Figuras 4.7.7.c e 4.7.8.c, e um aumento marcante da amplitude, maior que 100 Pa^2/Hz .



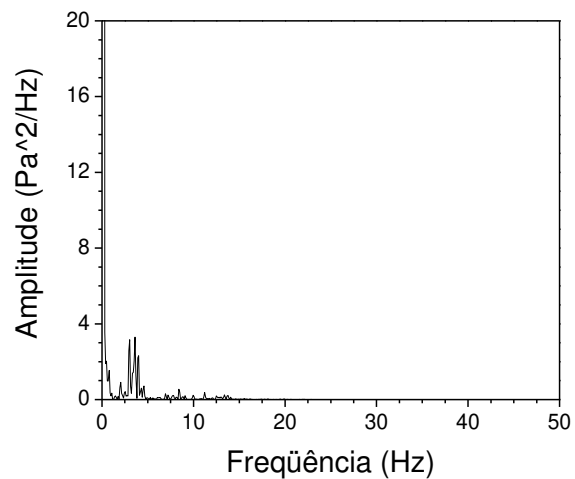
(a) jorro sem recobrimento, $A = 34 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$.



(b) jorro com recobrimento, $A = 27 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$,
 $t = 4 \text{ min}$.

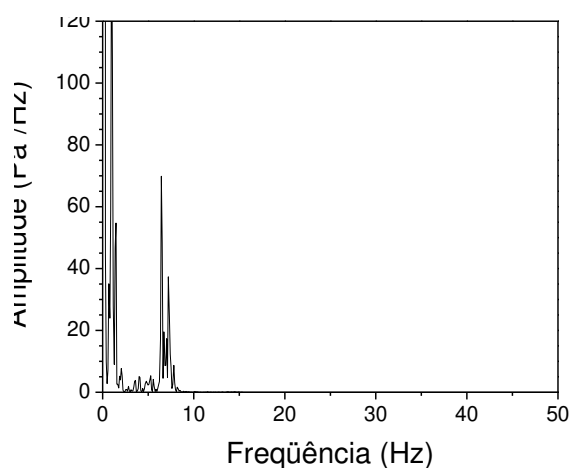


(c) jorro interno, desliga a suspensão,
 $A = 102 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 46 \text{ min}$.

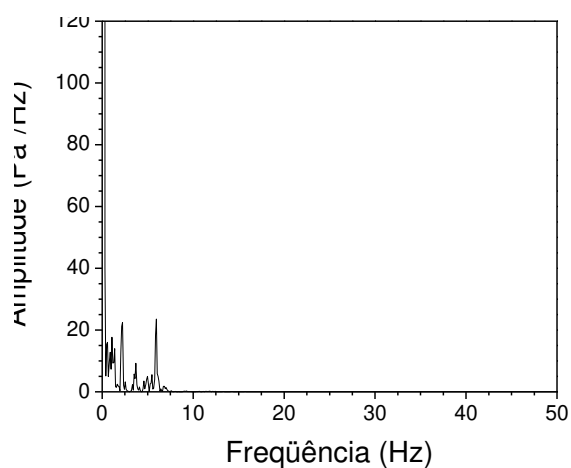


(d) colapso do leito, $t = 47 \text{ min}$.

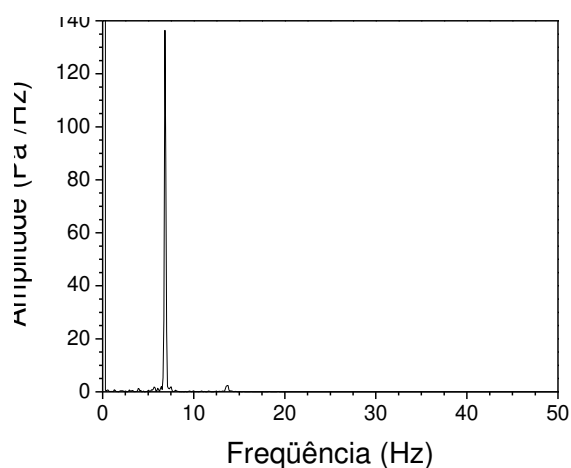
Figura 4.7.7 - Espectro de potência para o poliestireno, experimento 7 - 600g e 8 ml/min, nos diferentes regimes: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento, (c) jorro interno e (d) colapso.



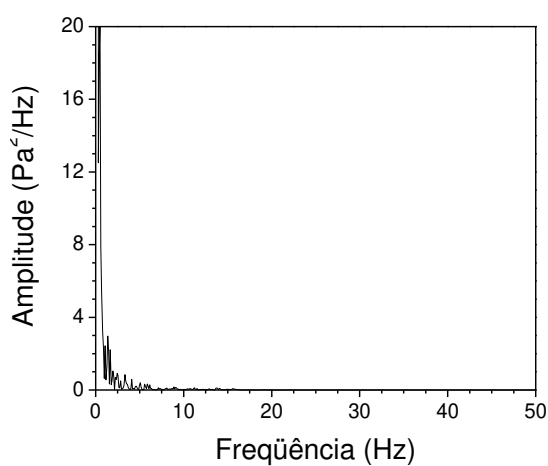
(a) jorro sem recobrimento, $A = 70 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$.



(b) jorro com recobrimento, $A = 24 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 16 \text{ min}$.



(c) jorro interno, desliga a suspensão, $A = 136 \text{ Pa}^2/\text{Hz}$, $t = 33 \text{ min}$.

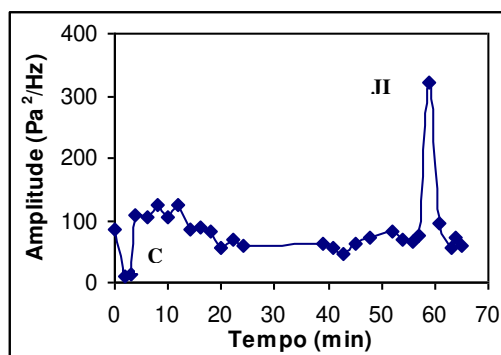


(d) colapso do leito, $t = 34 \text{ min}$.

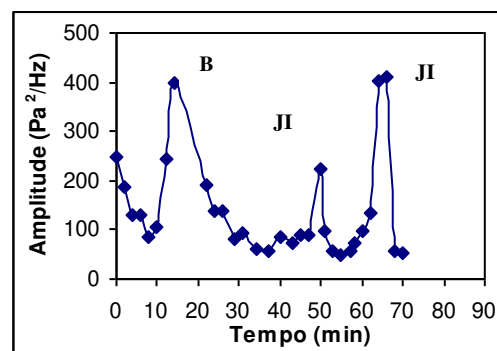
Figura 4.7.8 - Espectro de potência para o poliestireno, experimento 8 - 600g e 10 ml/min, nos diferentes regimes: (a) antes do recobrimento, (b) durante o recobrimento, (c) jorro interno e (d) colapso.

Na comparação entre os espectros antes do recobrimento e os espectros durante o recobrimento, notou-se um aumento significativo na multiplicidade dos picos. Visualmente apresentou-se um movimento pulsante das partículas no leito, provavelmente a aspersão da suspensão desfavoreceu o movimento de jorro estável, o qual se refletiu nos espectros.

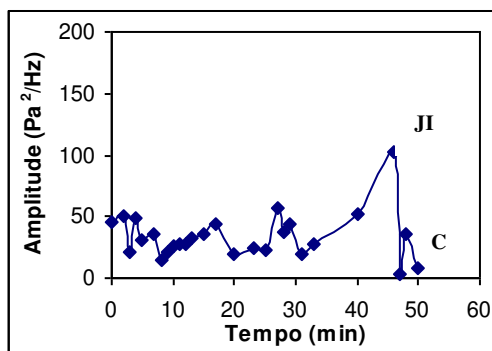
Para melhor compreensão dos resultados foram traçadas curvas de amplitude versus tempo. Como pode ser visto na Figura 4.7.9, à medida que ocorre o recobrimento a amplitude da frequência dominante tende a diminuir com o tempo, até o ponto onde é observado o desaparecimento da fonte. A partir desse ponto um abrupto aumento da amplitude é notado, referente ao jorro interno (JI). Um aumento semelhante também foi observado quando ocorre o entupimento do bico (B), Figura 4.7.9.b. Quando se percebeu o colapso (C) total do leito a amplitude foi praticamente nula.



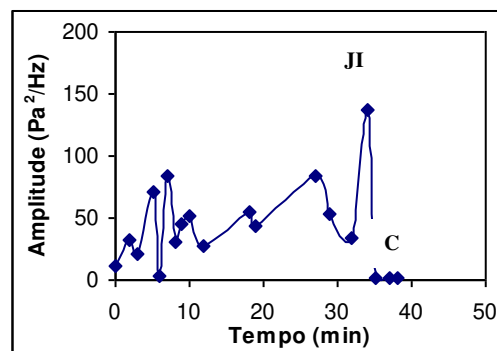
(a) ABS, experimento 3 - 600g e 8 ml/min.



(b) ABS, experimento 4 - 600g e 10 ml/min.



(c) Poliestireno, experimento 7 - 600g e 8 ml/min.



(d) Poliestireno, experimento 8 - 600g e 10 ml/min.

Figura 4.7.9 - Amplitude versus tempo de recobrimento.

No geral, a aquisição de dados queda de pressão em tempo real, mostrou-se um método viável de identificação de regimes de jorro durante o recobrimento de partículas. A análise estatística a partir do desvio padrão e análise espectral compõem os métodos mais objetivos de identificação, podendo ser ferramenta com grande potencial no desenvolvimento de um controle do processo de recobrimento.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste trabalho possibilitaram concluir que a aquisição de dados de queda de pressão em tempo real, durante o recobrimento de partículas, permitiu a identificação e monitoramento de possíveis regimes em leito de jorro, tais como: jorro estável com recobrimento, jorro interno e colapso do leito. A análise do conjunto de dados obtidos mostrou as seguintes conclusões:

- As partículas apresentaram comportamento fluidodinâmico típico aos encontrados na literatura (MATHUR e EPSTEIN, 1974);
- A identificação de regimes através das flutuações de pressão é clara quando o leito tende ao colapso, porém, visando a qualidade do produto final, seria necessário uma medida corretiva antes do colapso, quando o leito apresentasse uma taxa de circulação ruim.
- O desvio padrão das flutuações de pressão tende a aumentar quando passa do regime jorro para o jorro interno, e diminui quando ocorre o colapso total do leito, podendo ser utilizado como alarme de controle de estabilidade do regime de jorro.
- A distribuição de probabilidade conseguiu diferenciar claramente os regimes observados durante o recobrimento, principalmente o colapso do leito, sua curva apresentou um pico afiado com a base estreita;
- A análise espectral mostrou-se um método objetivo de identificação de regimes de jorro durante o recobrimento de partículas. De acordo com os espectros obtidos nesse trabalho, a amplitude, no pico dominante, apresentou faixas definidas para cada regime e partícula. Entretanto, mostrou que cada partícula deve ser estudada isoladamente para verificar a faixa de estabilidade de jorro durante o seu recobrimento. A frequência dominante não se mostrou um parâmetro adequado para a identificação da instabilidade do jorro neste trabalho, devido à proximidades dos valores em diferentes situações dinâmicas observadas.

- A técnica de FFT (*Fast Fourier Transform*) pode ser utilizada para monitoramento de processos industriais de leito de jorro, e tem grande potencial no desenvolvimento de um controle do processo.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Aplicar técnica de FFT (*Fast Fourier Transform*) para outras partículas e para escalas maiores, visando uma avaliação mais detalhada da metodologia;
- Utilizar a metodologia para o desenvolvimento de um sistema de controle, que atuaria na vazão de ar e na suspensão, com o intuito de retornar ao regime estável e a obtenção de um produto final de qualidade;

CAPÍTULO VI

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADEODATO, M. G. Análise da fluidodinâmica de leito de jorro durante o recobrimento de partículas. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual Campinas, 2003. Dissertação de Mestrado.

BACELOS, M. S., FREIRE, J. T. Stability of spouting regimes in conical spouted beds with inert particle mixtures. *Ind. Eng. Chem.*, v.45, p.808-817, 2006.

BRIGHAM, E. O., *The Fast Fourier Transform and its Applications*. Prentice-Hall, Inc. Englewood Cliffs, New Jersey, 1988.

CAVALCANTI, O.A.; VAN DEN MOOTER, G.; CARAMICO-SORAES, I.; KINGET, R.; Polysaccharides as excipients for colon-specific coatings. Permeability and swelling properties of casted films. *Drug Dev. Ind. Pharm.* New York. Volume 28, 2, p.157-164, 2002.

COSTA, M. A., TARANTO, O. P., Fluidodinâmica e ampliação de escala de leitos de jorro bidimensionais, *Ciência e Engenharia*, 8(2): p. 91-99, 1999.

DONIDA, M. W. Recobrimento Polimérico de Uréia em Leito de Jorro Bidimensional. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual Campinas, 2000, 117p. Dissertação de Mestrado.

DONIDA, M. W. Análise das Influências das Características do Sólido e da Suspensão no Processo de Recobrimento em Leito de Jorro, Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual Campinas, 2004, 157p. Tese de Doutorado.

DUARTE, C. R. O Uso de Modelo Populacional no Estudo de Inoculação de Sementes de Soja em Leito de Jorro. Uberlândia: Universidade Federal de Uberlândia, 2002. Dissertação de Mestrado.

DUTRA, C. H. M. C. Dinâmica do Leito de Jorro Não Convencional. Rio de Janeiro: COPPE/UFRJ, 1984. Dissertação de Mestrado.

FREITAS, L. A. P., DOGAN, O. M., LIM, C. J., GRACE, J. R., BAI, D. Identification of flow regimes in slot-rectangular spouted beds using pressure fluctuations. The Canadian Journal of Chemical Engineering, v. 82, p. 60-73, 2004.

FREIRE, J. T., OLIVEIRA, W. P. Tópicos Especiais em Secagem. São Carlos, UFSC, Cap. VII: Aspectos tecnológicos dos processos de recobrimento de partículas, v.1, p. 255-293, 1992.

GUIGNON, B., REGALADO, E., DUQUENY, A. DUMOULIN, E. Helping to choose operating parameters for a coating fluid bed process. Powder Technology, v. 130, p. 193-198, 2003.

KUCHARSKI, J., KMIÉC, A. Kinetics of granulation process during coating of tablets in spouted bed. Chemical Engineering Science, v.44, p.1627-1636, 1989.

JONO, K., ICHIKAWA, H., MIYAMOTO, M., FUKUMORI, Y. A review of particulate design for pharmaceutical powders and their production by spouted bed coating. Powder Technology, v. 113, p. 269-277, 2000.

LACHMAN; LIBERMAN; KANIG; Teoria e Prática na Indústria Farmacêutica, Lisboa, p.599-603. (2000).

LOURENÇO, R. M. Identificação e Monitoramento de Regimes de Escoamento em Leito de Jorro. Uberlândia: Universidade Federal de Uberlândia, 2006, 115p. Dissertação de Mestrado.

MATHUR, K. B. e GISHLER, P. E. A technique for contacting gases with coarse solid particles. ALChE., v. 1, p.157, 1955.

MATHUR, K. B. e EPSTEIN, N. Spouted Beds, New York, Academic Press, 1974, 304p.

OWER, E.; PANKHURST, R. C. The Measurement of Air Flow. 5th Edition. Gordon e Breach Science, cap. VII, p. 362. New York, 1977.

PASSOS, M. L.; MUJUMDAR, A. S. Effect of cohesive forces on fluidized and spouted beds of wet particles. Power Technology, v. 110, p.222-228, 2000.

PAULO FILHO, M., ROCHA, S. C. S., LISBOA, A. C. L. Modeling and experimental analysis of polydispersed particles coating in spouted bed. Chemical Engineering Processing, v.45, p.965-972, 2006.

PAVANELLI, P. E.; Controle PI Aplicado no Monitoramento on line do Regime de Jorro Estável através da análise Espectral. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 2006, 126p. Dissertação de Mestrado.

PISKOVA, E., MÖRL, L. Fluidization regimes in different spouted bed apparatus constructions. Chemical Engineering Processing, v.46, p.695-702, 2007.

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

QUEIROZ FILHO, A. V. Análise do Recobrimento Comprimidos em Leito de Jorro Bidimensional para Três Posições de Atomização de Suspensão. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1997, 107p. Dissertação de Mestrado.

SILVA, M. W. Estudo do Recobrimento de Celulose Microcristalina em Leito Fluidizado Pulsado Rotativo. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 2006, 85p. Dissertação de Mestrado.

SILVA, V. A. Monitoramento de Regimes de Contato Gás-Sólido em Leito de Jorro Cone-Cilíndrico por Medidas de Queda de Pressão em Tempo Real. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1998, 130p. Dissertação de Mestrado.

SHERLUKAR, S.; HO, J.; ZEGA, J.; ROLAND, E.; YEH, N.; QUIRAM, D.; Identification and characterization of factors controlling tablet coating uniformity in a Wurster coating process. Powder Technology, v.110, p. 29-36, 2000.

TARANTO, O. P. Estudo Experimental da Dinâmica em um leito de Jorro Bidimensional: Aplicações em Recobrimento de Comprimidos. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1992, 114p. Dissertação de Mestrado.

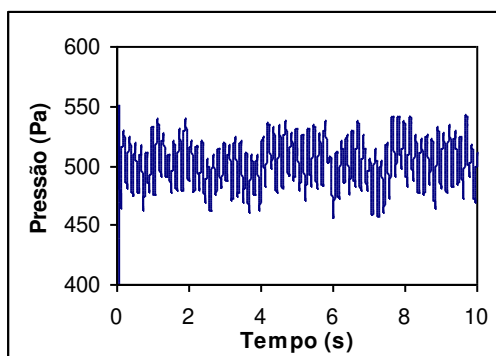
TARANTO, O. P. Monitoramento de Regimes e Recobrimento de Partículas em Leitos de Jorro Bidimensionais. Campinas: Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual Campinas, 1996, 141p. Tese de Doutorado.

VIEIRA, M. G. A., ROCHA, S. C. S. Influence of the liquid saturation degree on the fluid dynamics of a spouted-bed coater. Chemical Engineering Processing, v.43, p.1275-1280, 2004.

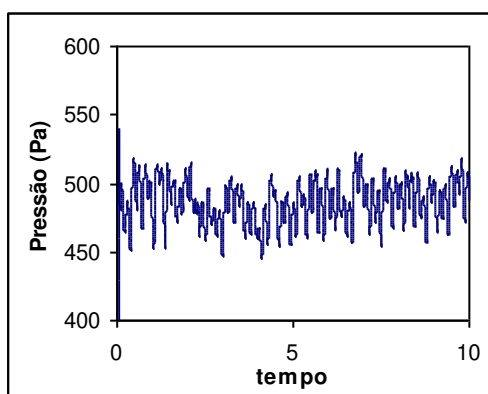
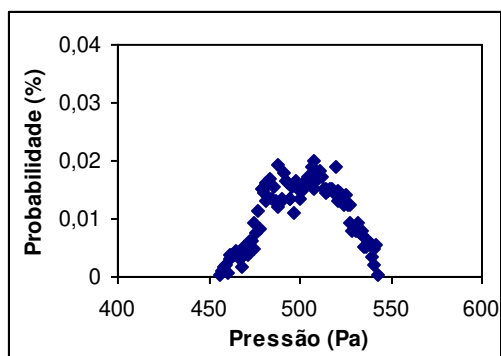
XU J., BAO X., WEI W., SHI G., SHEN S., BI H. T., GRACE J.R., JIM C.J., Statistical and frequency analysis of pressure fluctuations in spouted beds, Powder Technology, v. 140, p.141-154, 2004.

APÊNDICE I

DISTRIBUIÇÃO DE PROBABILIDADE



(a) jorro com recobrimento.



(b) 55- jorro interno

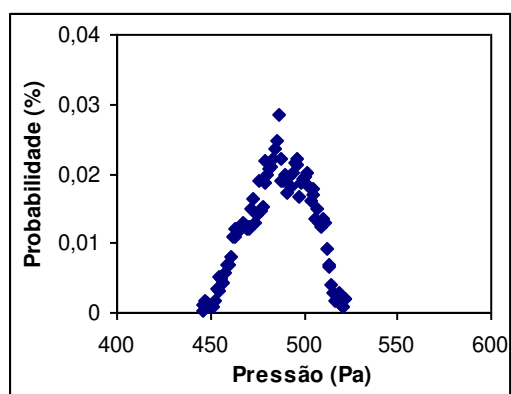
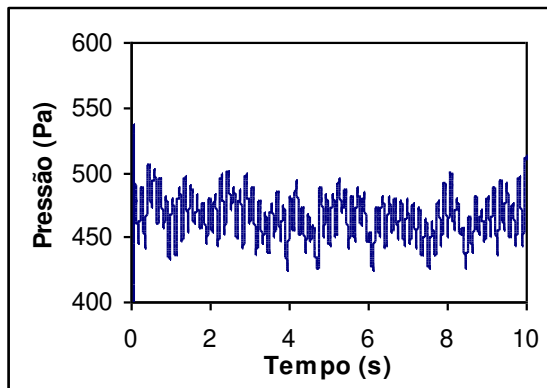
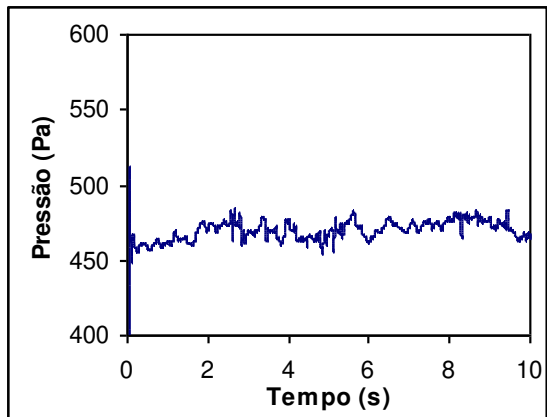
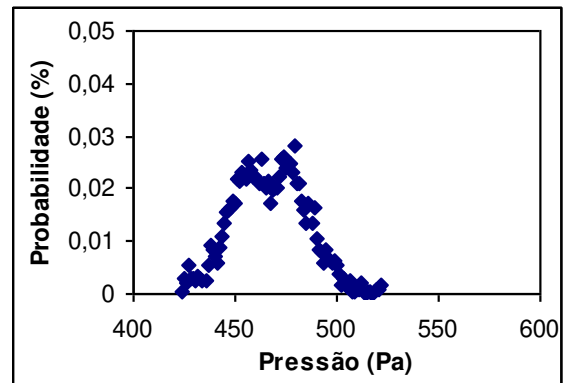


Figura A1 - 1 - Flutuação dos sinais de pressão e distribuição de probabilidade para os diferentes regimes estudados: (a) jorro com recobrimento e (b) jorro interno - ABS – experimento 1.



(a) jorro com recobrimento.



(b) colapso.

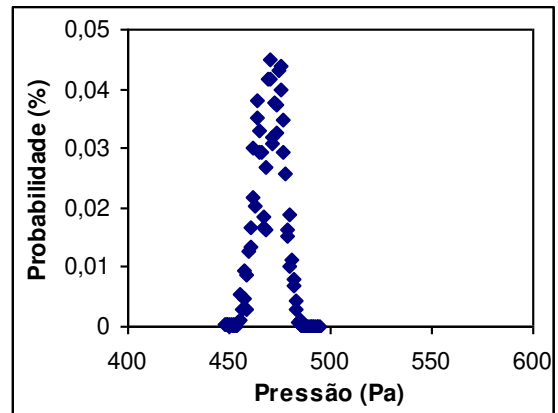
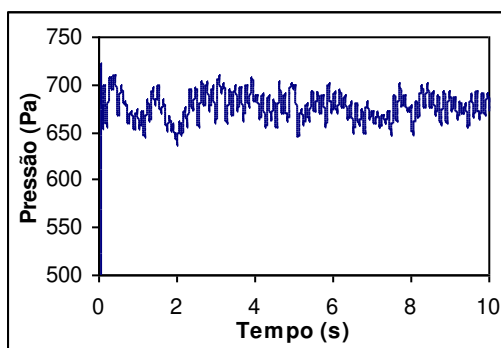
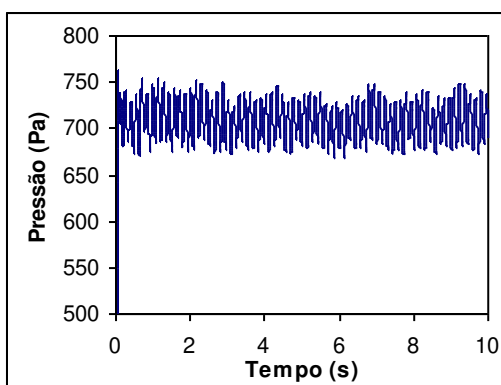
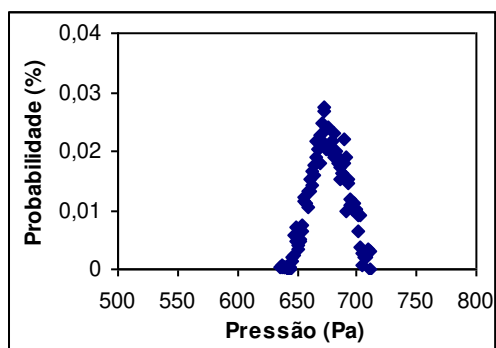


Figura A1 - 2 - Flutuação dos sinais de pressão e distribuição de probabilidade para os diferentes regimes estudados: (a) jorro com recobrimento e (b) colapso - ABS – experimento 2.



(a) jorro com recobrimento.



(b) jorro interno.

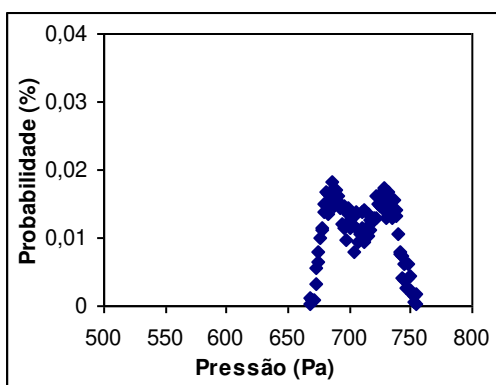
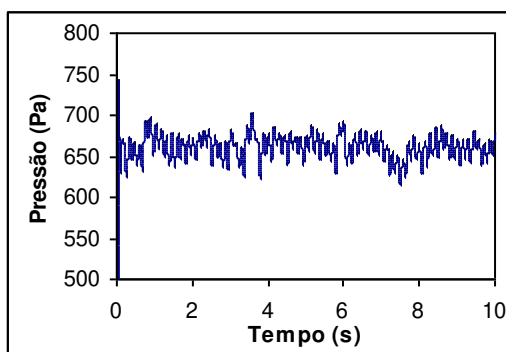
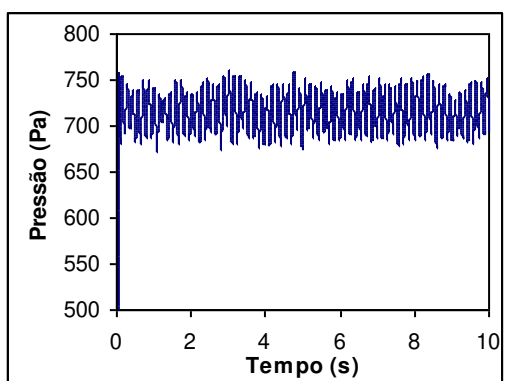
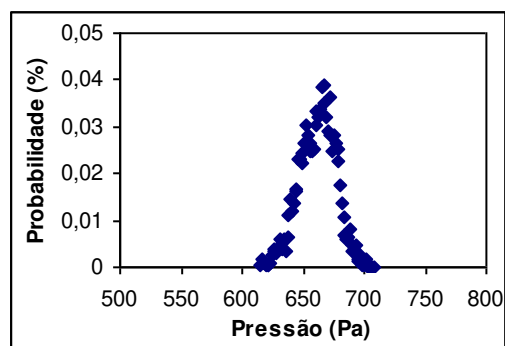


Figura A1 - 3 - Flutuação dos sinais de pressão e distribuição de probabilidade para os diferentes regimes estudados: (a) jorro com recobrimento e (b) jorro interno - ABS – experimento 3.



(a) jorro com recobrimento.



(b) jorro interno.

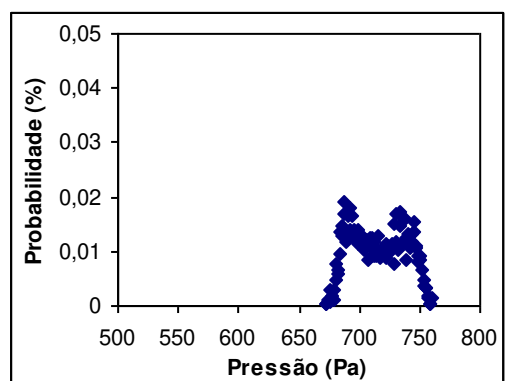
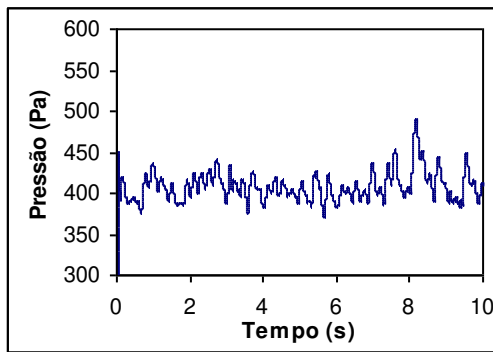
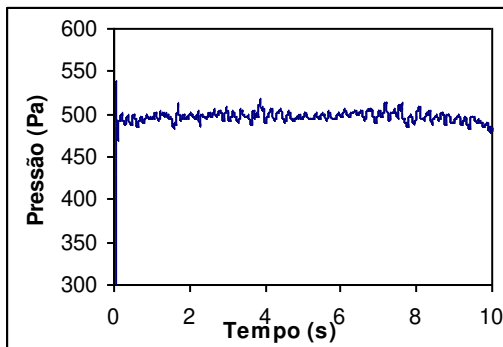
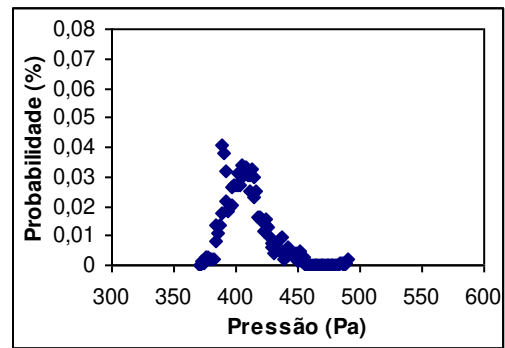


Figura A1 - 4 - Flutuação dos sinais de pressão e distribuição de probabilidade para os diferentes regimes estudados: (a) jorro com recobrimento e (b) jorro interno - ABS – experimento 4.



(a) jorro com recobrimento.



(b) colapso.

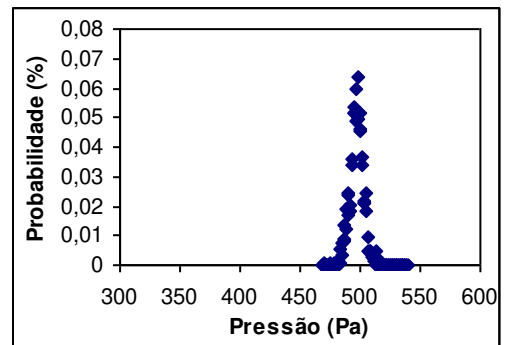
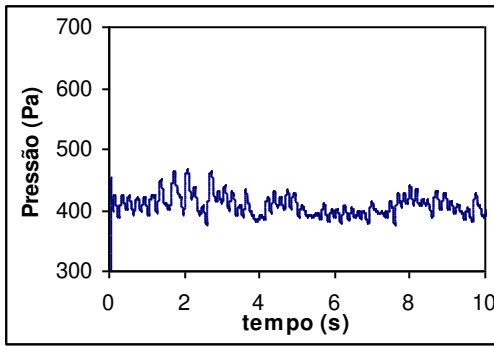
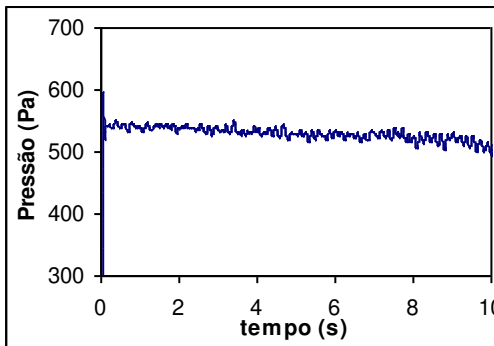
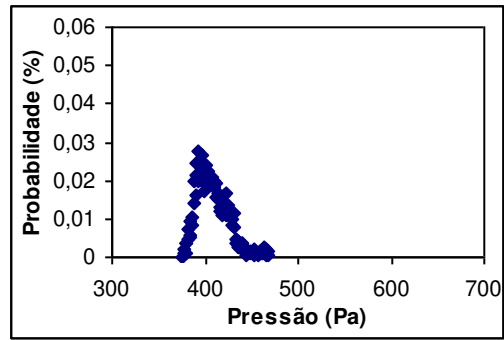


Figura A1 - 5 - Flutuação dos sinais de pressão e distribuição de probabilidade para os diferentes regimes estudados: (a) jorro com recobrimento e (b) jorro interno - Poliestireno – experimento 5.



(a) jorro com recobrimento.



(b) colapso.

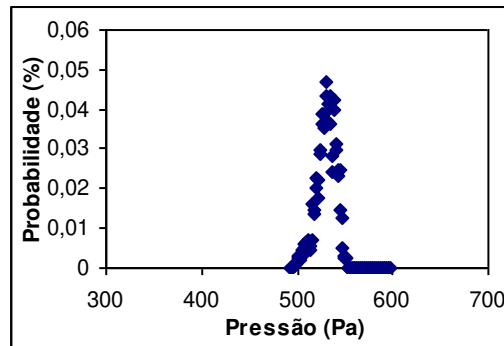
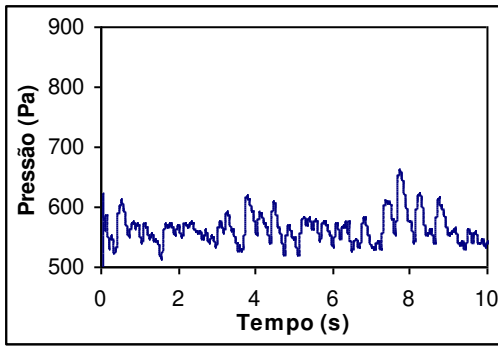
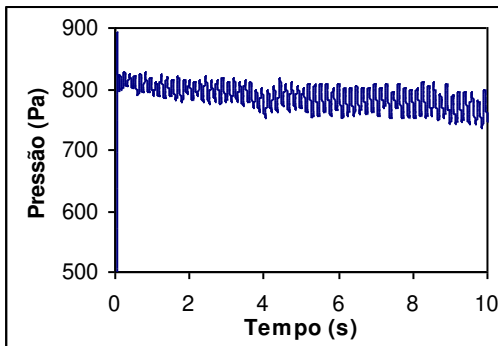
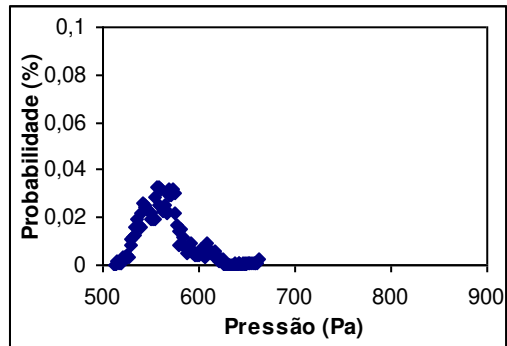


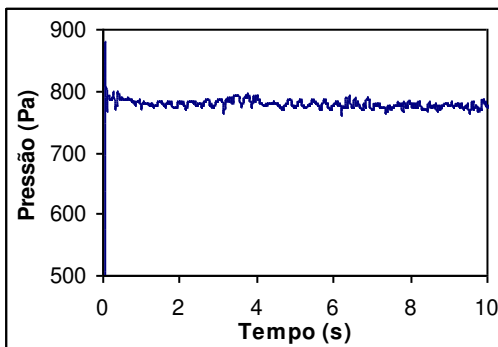
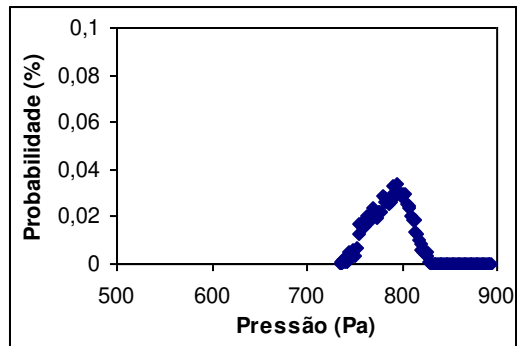
Figura A1 - 6 - Flutuação dos sinais de pressão e distribuição de probabilidade para os diferentes regimes estudados: (a) jorro com recobrimento e (b) colapso - Poliestireno – experimento 6.



(a) jorro com recobrimento.



(b) jorro interno.



(c) colapso.

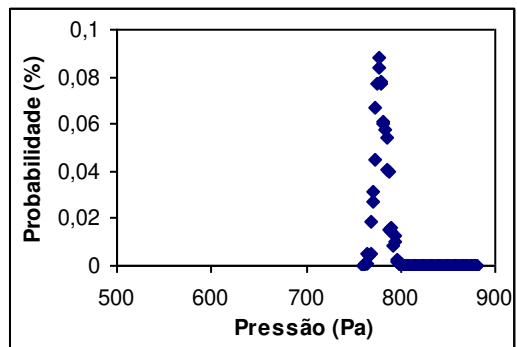
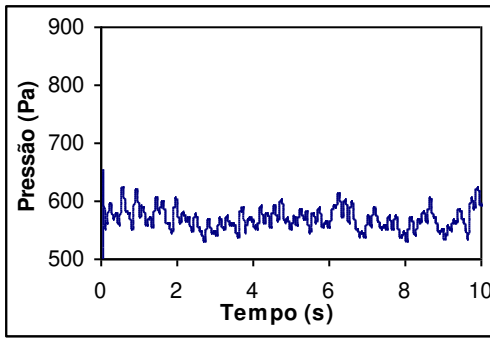
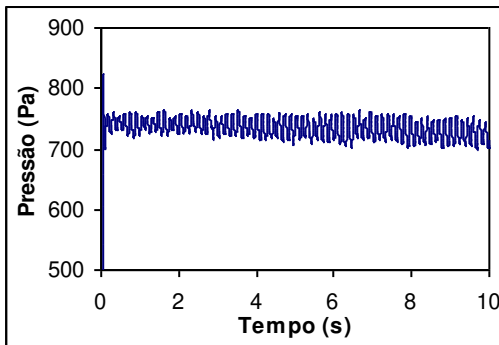
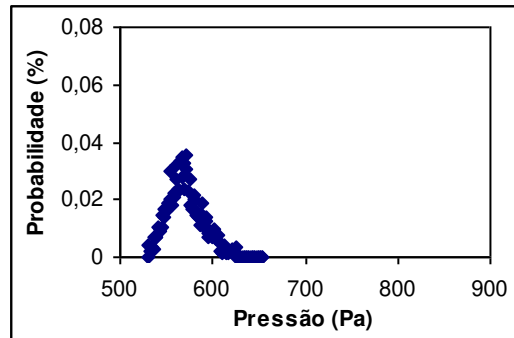


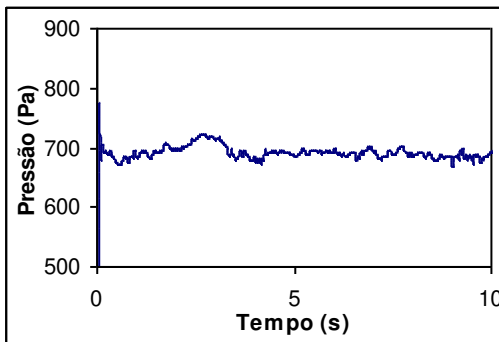
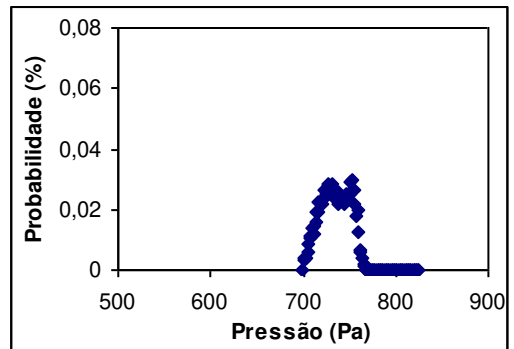
Figura A1 - 7 - Flutuação dos sinais de pressão e distribuição de probabilidade para os diferentes regimes estudados: (a) jorro com recobrimento, (b) jorro interno e (c) colapso - Poliestireno – experimento 7.



(d) jorro com recobrimento.



(e) jorro interno.



(f) colapso.

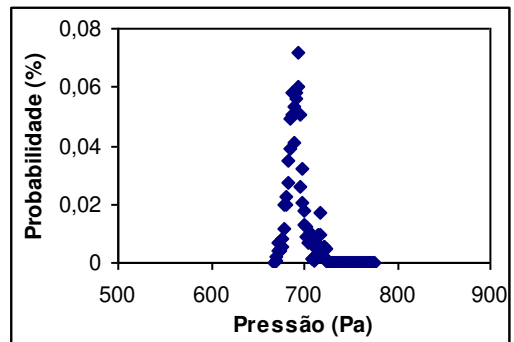
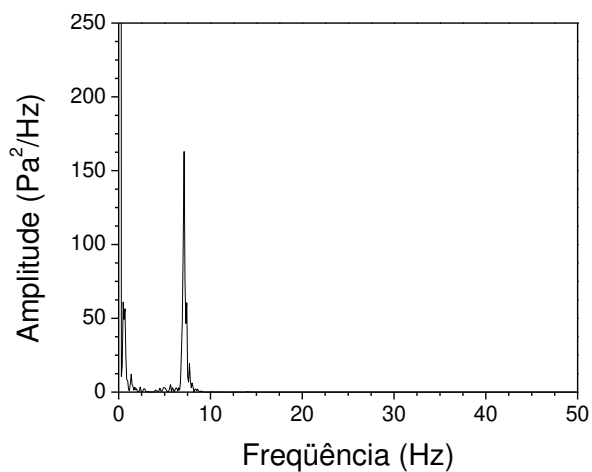


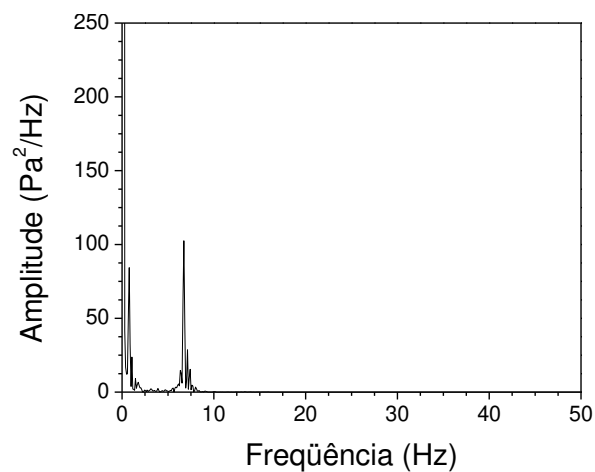
Figura A1 - 8 - Flutuação dos sinais de pressão e distribuição de probabilidade para os diferentes regimes estudados: (a) jorro com recobrimento, (b) jorro interno e (c) colapso - Poliestireno – experimento 8.

APÊNDICE II

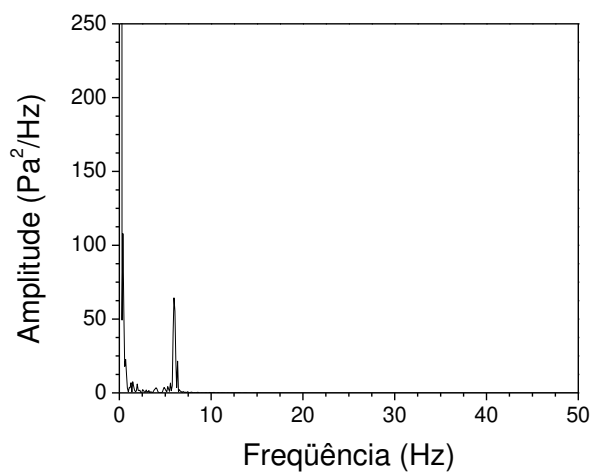
EVOLUÇÃO DOS ESPECTROS DURANTE O RECOBRIMENTO: ABS E POLIESTIRENO



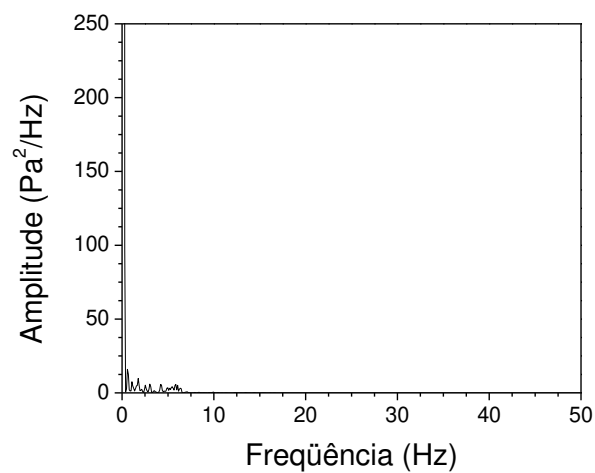
(a) jorro sem recobrimento.



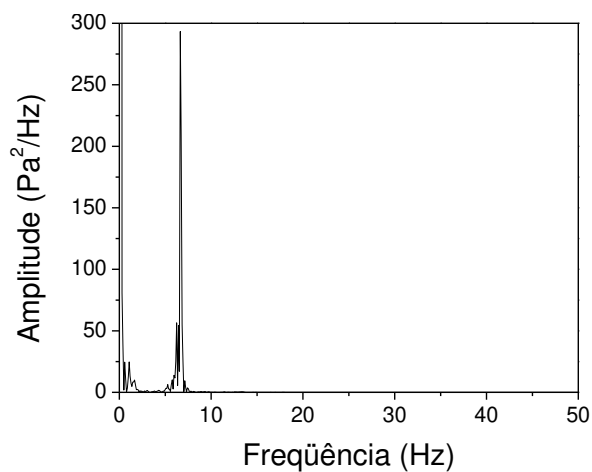
(b) início do recobrimento, $t = 0$ min.



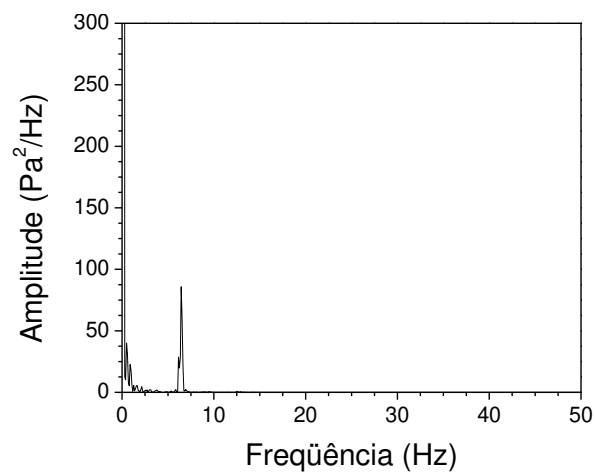
(c) jorro com recobrimento, $t = 2$ min.



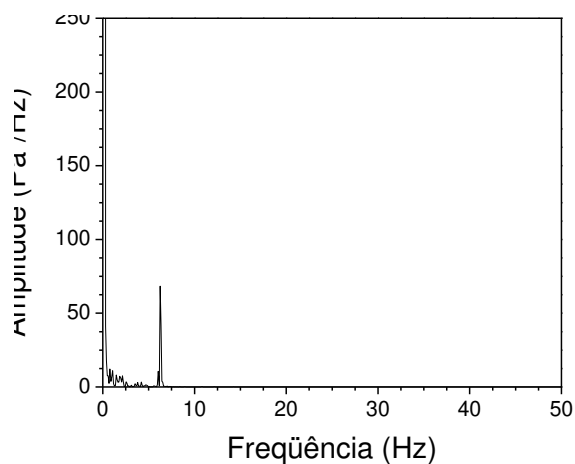
(d) colapso do leito, desliga a suspensão,
 $t = 4$ min.



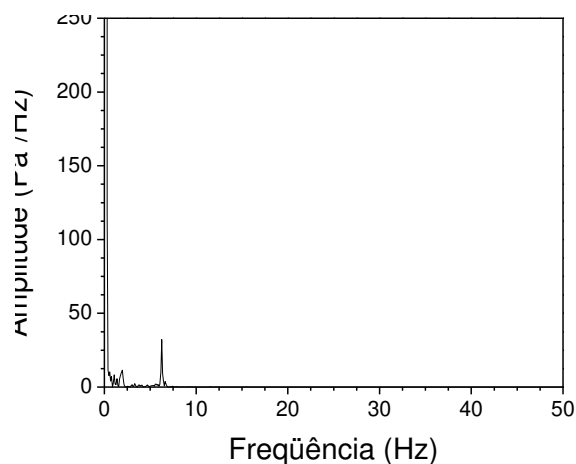
(e) jorro sem recobrimento, $t = 6$ min.



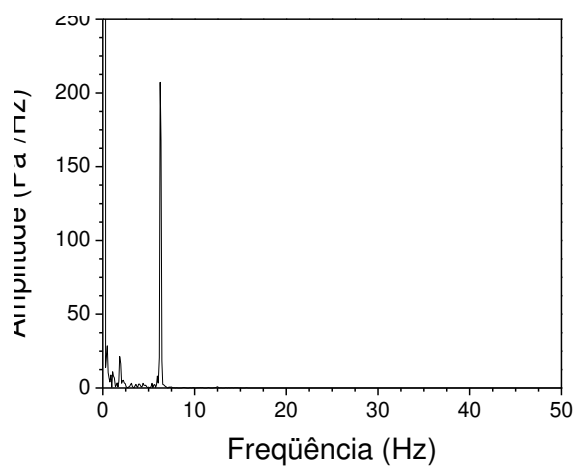
(f) liga a suspensão, $t = 9$ min.



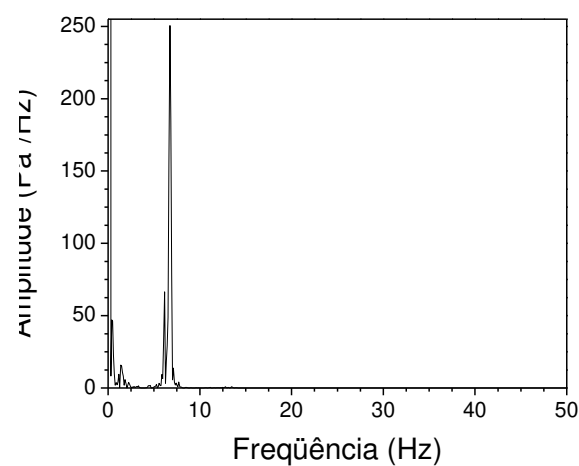
(g) jorro com recobrimento, desacelerando a taxa de circulação, $t = 11$ min.



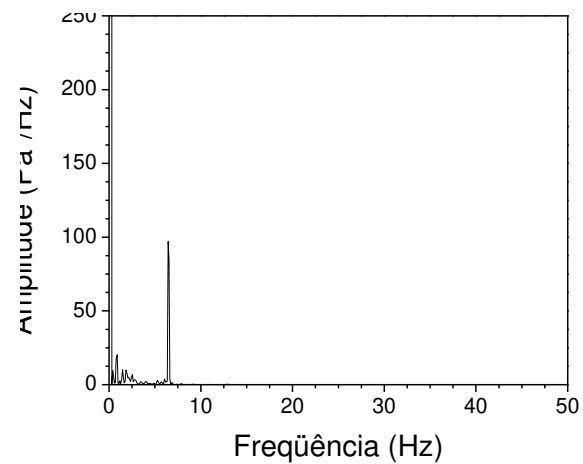
(h) jorro interno, desliga a suspensão, $t = 12$ min.



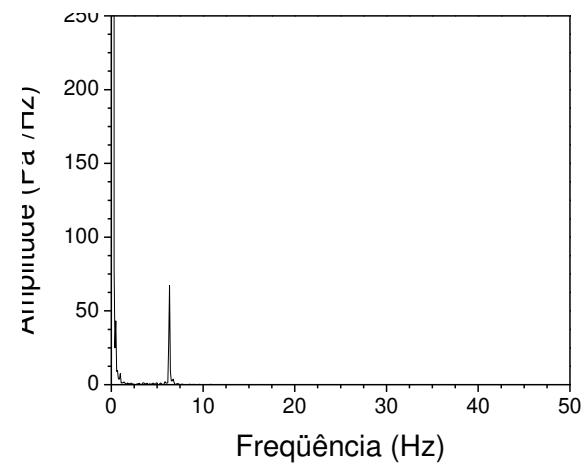
(i) jorrando, $t = 14$ min.



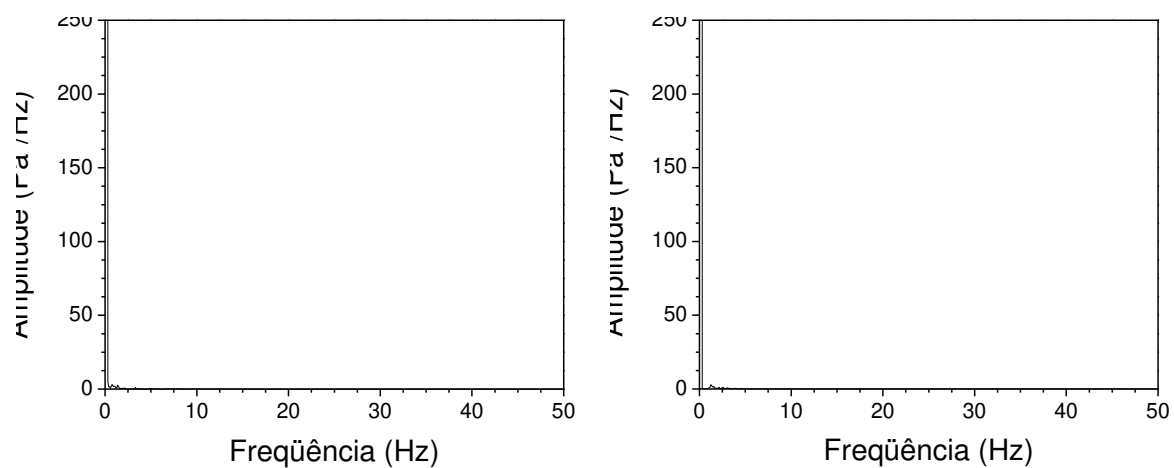
(j) jorrando, $t = 18$ min.



(l) liga a suspensão, $t = 20$ min.

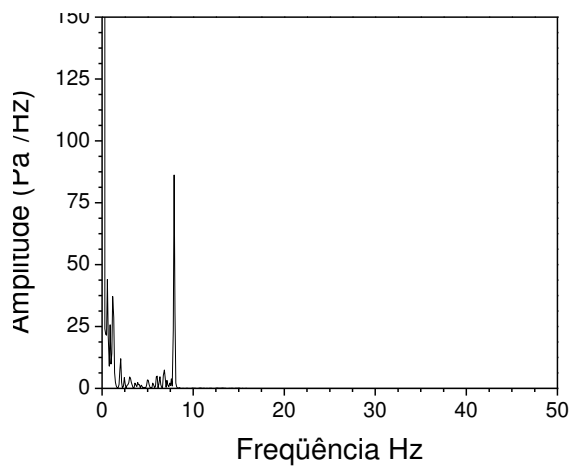


(m) jorro com recobrimento, desacelerando a taxa de circulação, $t = 22$ min.

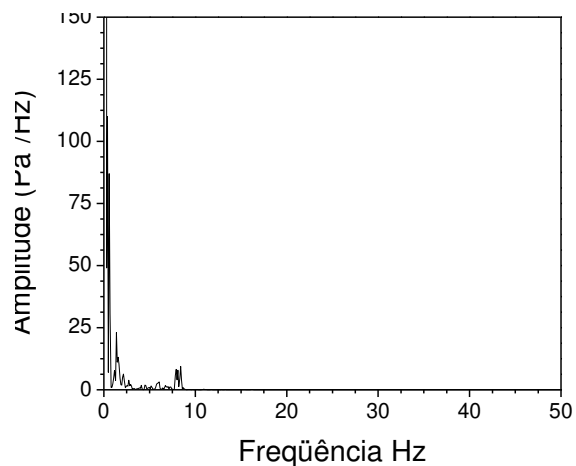


(n) colapso do leito, desliga a suspensão, t = 23 min. (o) colapso do leito, t = 24 min.

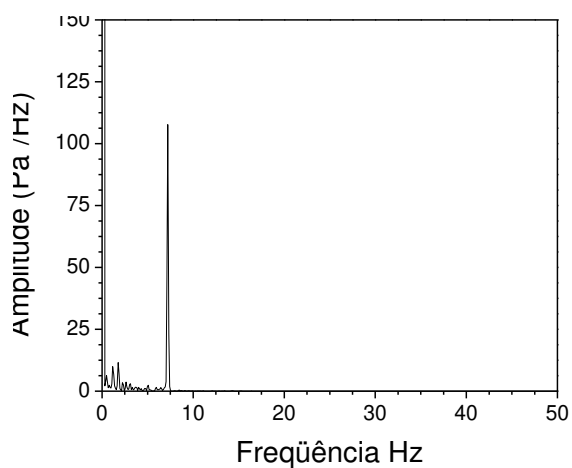
Figura A2 - 1 - Espectro de potência para o ABS, nas diferentes etapas do recobrimento – experimento 2.



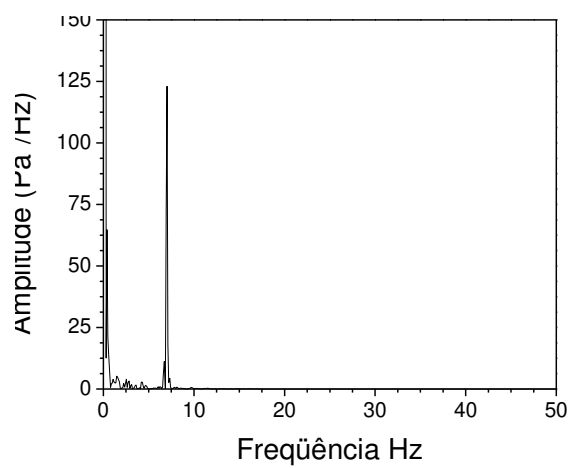
(a) jorro sem recobrimento.



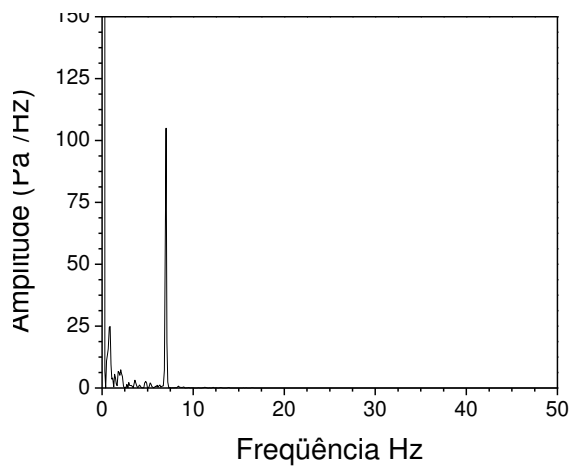
(b) início do recobrimento, $t = 0$ min.



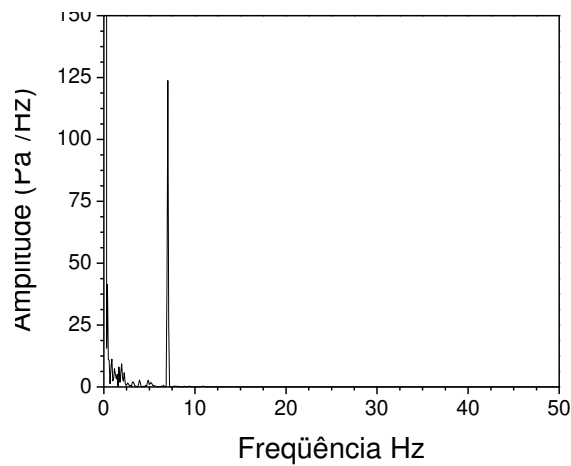
(c) jorro com recobrimento, $t = 2$ min.



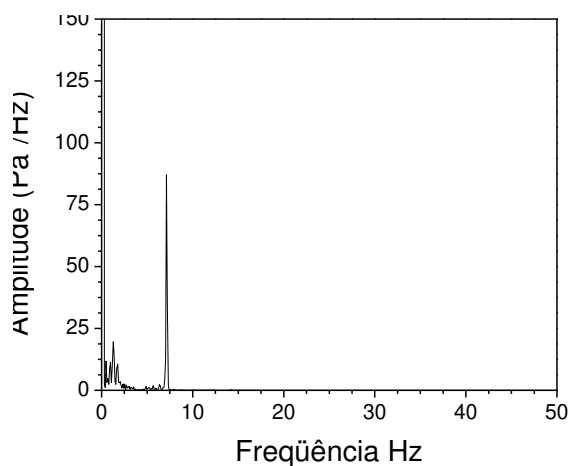
(d) jorro com recobrimento, $t = 4$ min.



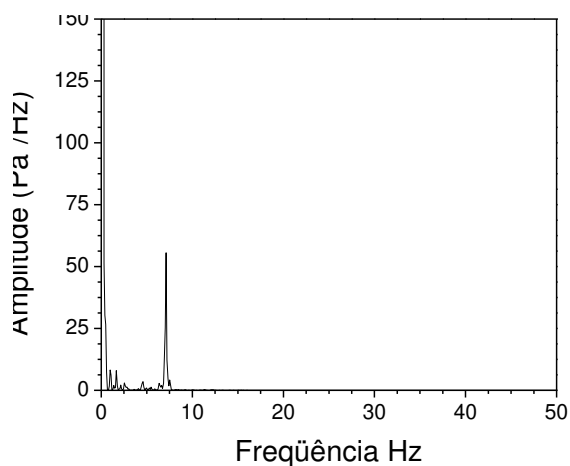
(e) jorro com recobrimento, $t = 6$ min.



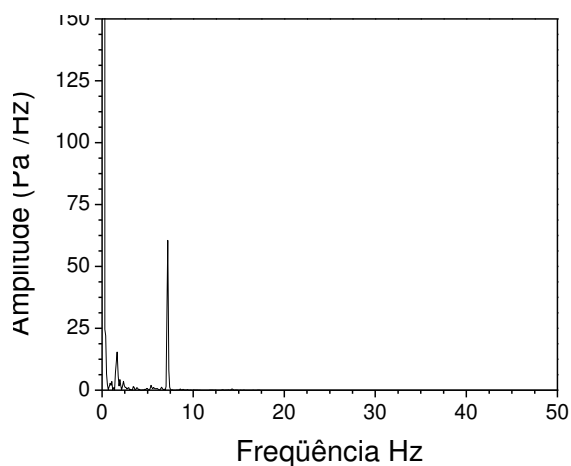
(f) jorro com recobrimento, $t = 10$ min.



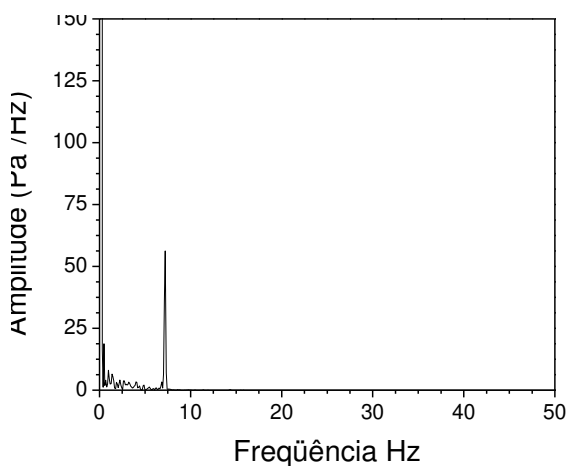
(g) jorro com recobrimento, $t = 13$ min.



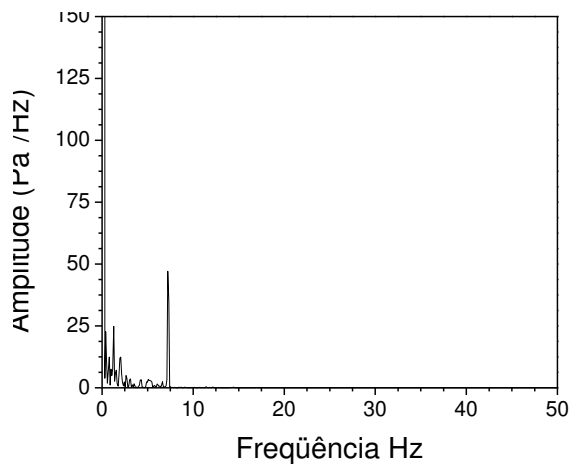
(h) jorro com recobrimento, desaceleração da taxa de circulação, $t = 15$ min.



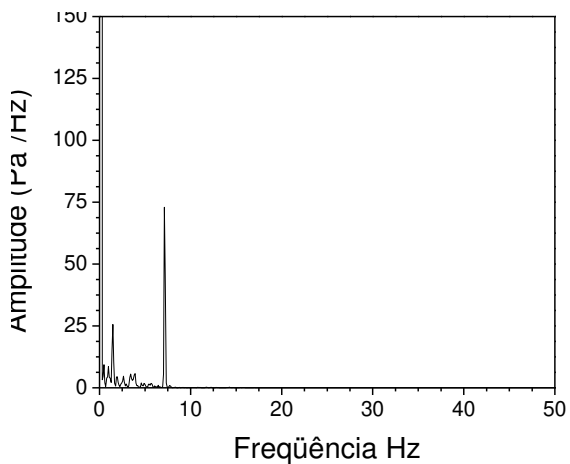
(i) jorro com recobrimento, $t = 24$ min.



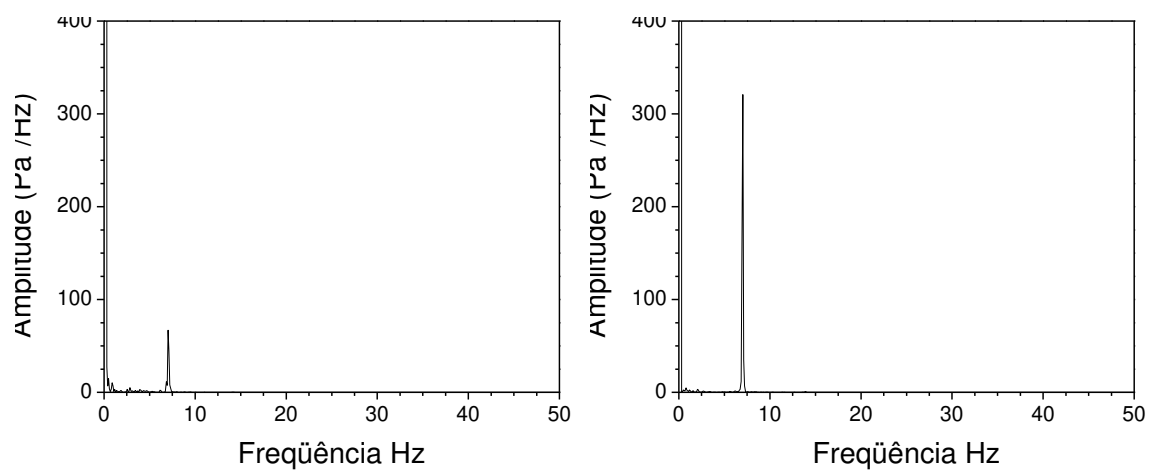
(j) jorro com recobrimento, $t = 41$ min.



(l) jorro com recobrimento, desaceleração da taxa de circulação, $t = 44$ min.

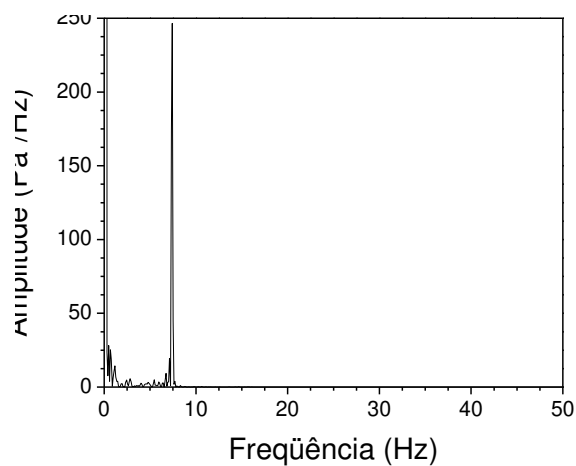


(m) jorro com recobrimento, $t = 47$ min.

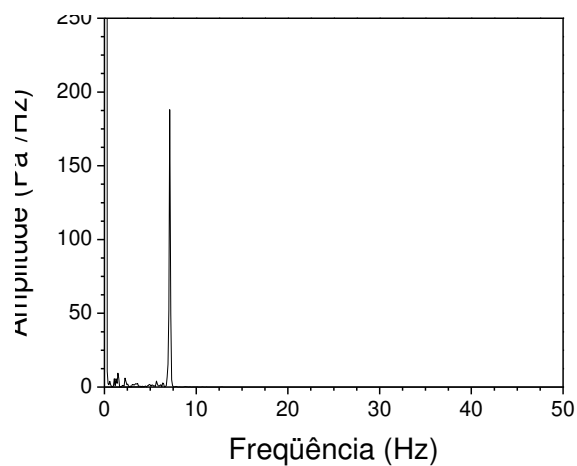


(n) jorro com recobrimento, desaceleração da taxa de circulação, $t = 51$ min. (o) jorro interno, desliga a suspensão, $t = 57$ min.

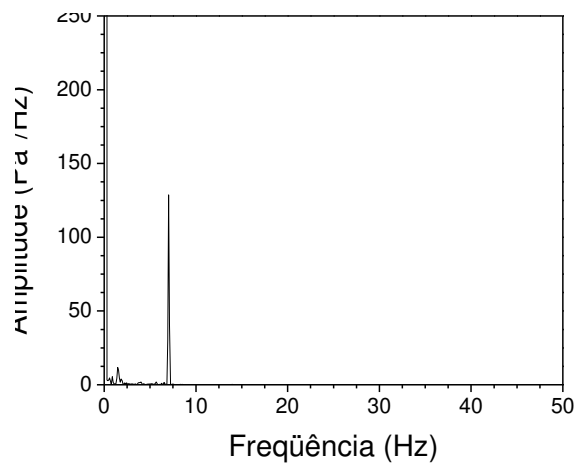
Figura A2 - 2 - Espectro de potência para o ABS, nas diferentes etapas do recobrimento – experimento 3.



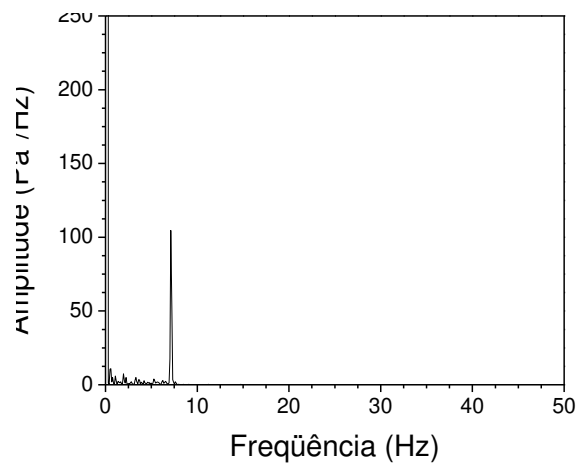
(a) jorro sem recobrimento.



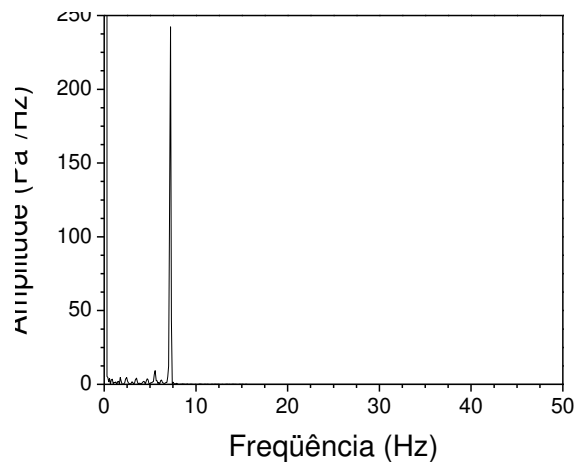
(b) início do recobrimento, $t = 0$ min.



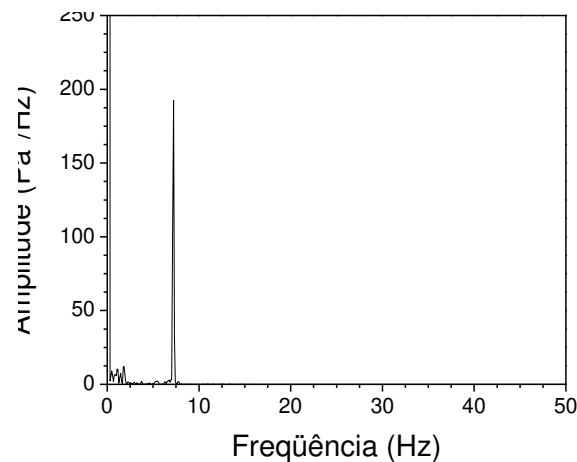
(c) jorro com recobrimento, $t = 4$ min.



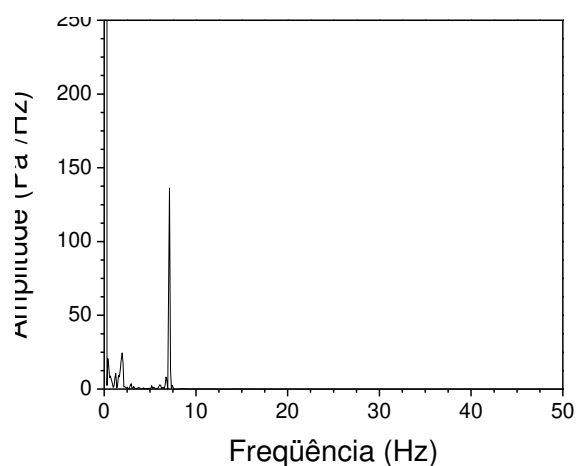
(d) jorro com recobrimento, $t = 10$ min.



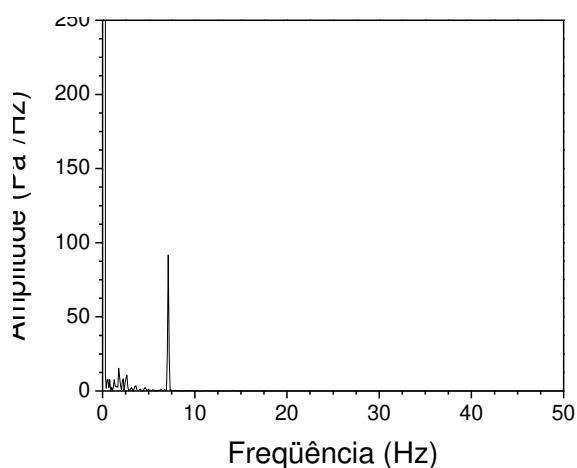
(e) entupimento do bico atomizador, $t = 12$ min.



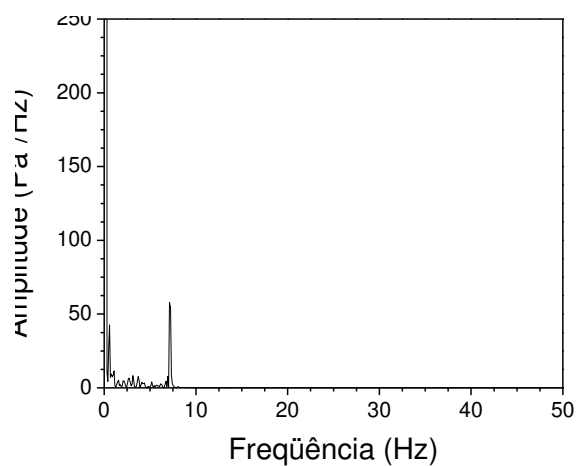
(f) jorro com recobrimento, $t = 24$ min.



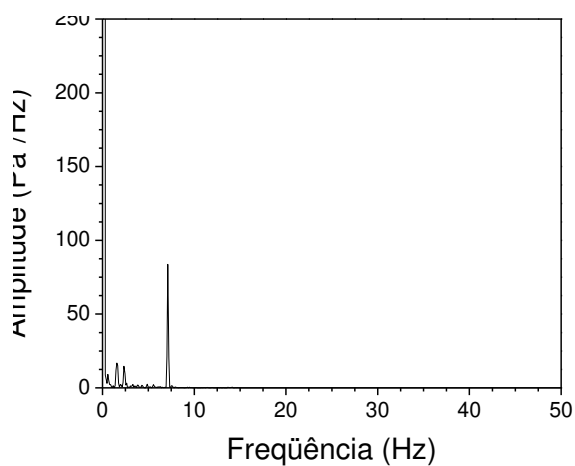
(g) jorro com recobrimento, desaceleração da taxa de circulação, $t = 26$ min.



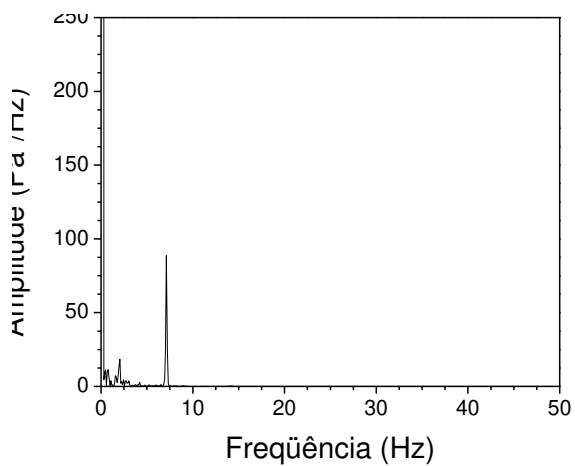
(h) jorro com recobrimento, $t = 31$ min.



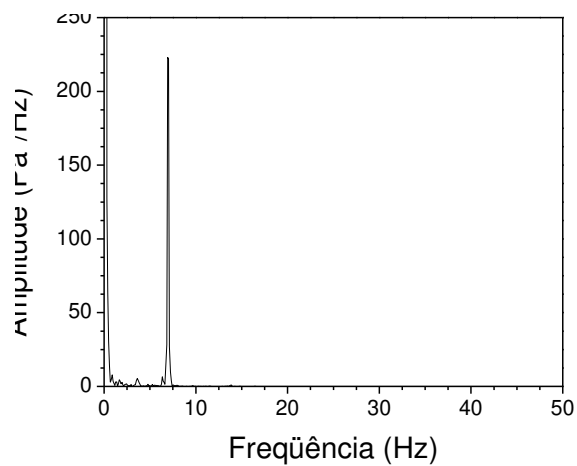
(i) jorro com recobrimento, $t = 37$ min.



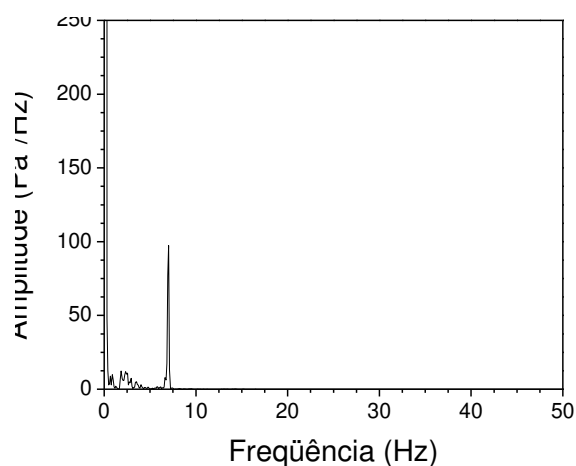
(j) jorro com recobrimento, $t = 40$ min.



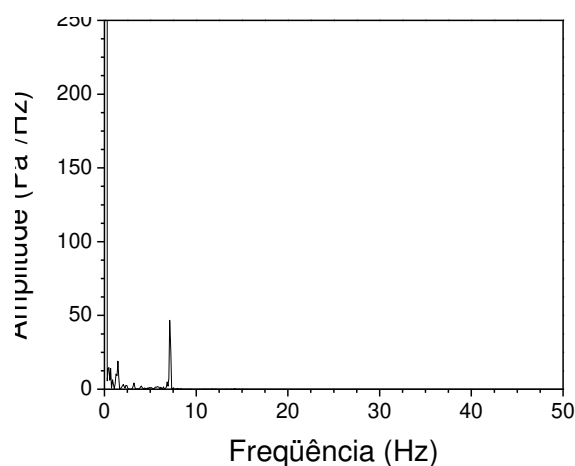
(l) jorro com recobrimento, $t = 45$ min.



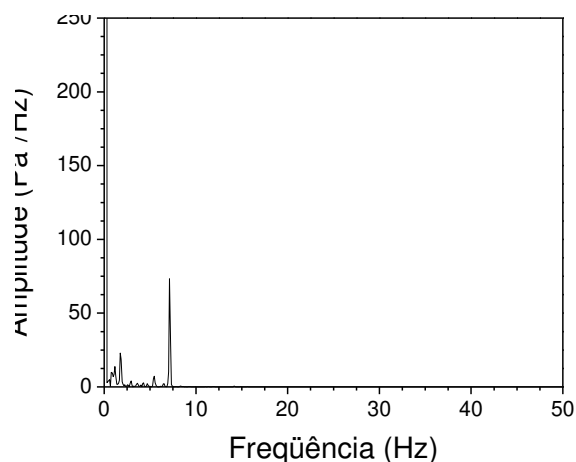
(m) jorro interno, desliga a suspensão, $t = 50$ min.



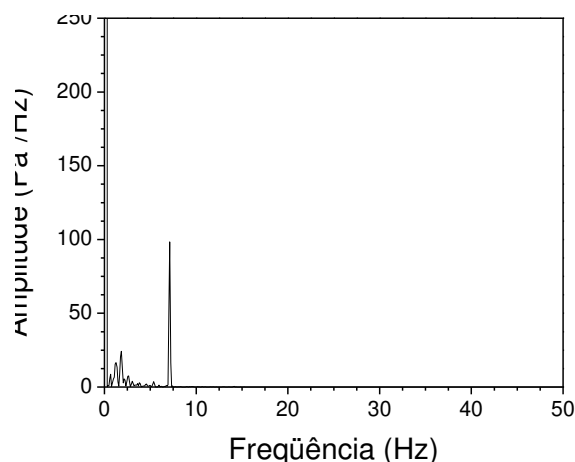
(n) jorrando, $t = 55$ min.



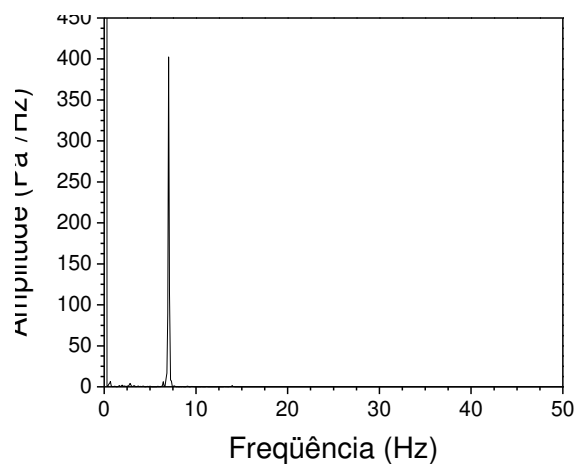
(o) jorro com recobrimento, $t = 56$ min.



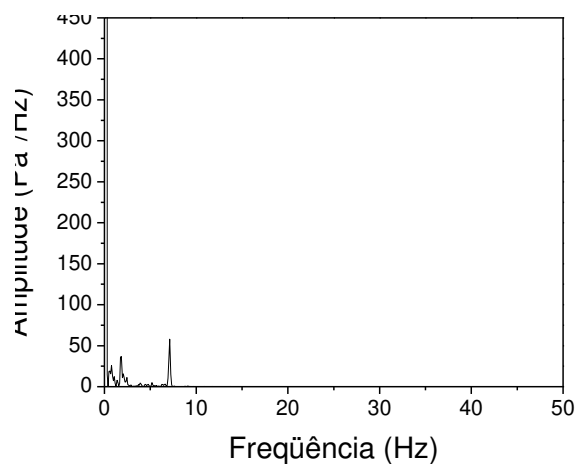
(p) jorro com recobrimento, desaceleração da taxa de circulação, $t = 58$ min.



(q) jorro com recobrimento, $t = 62$ min.

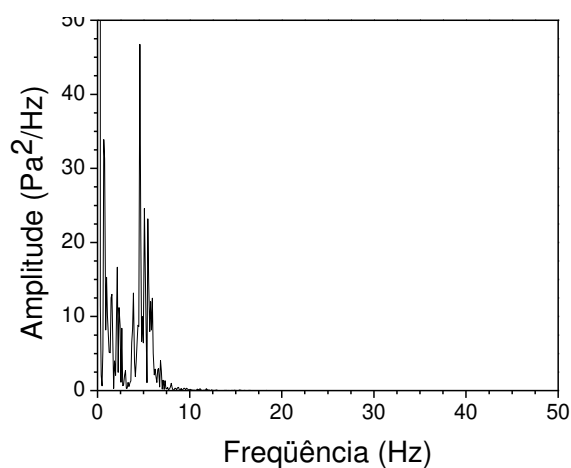


(r) jorro interno, desliga a suspensão, $t = 67$ min.

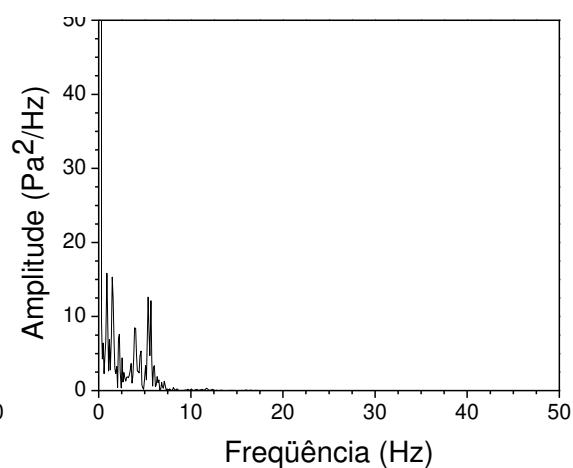


(s) jorrando, $t = 70$ min.

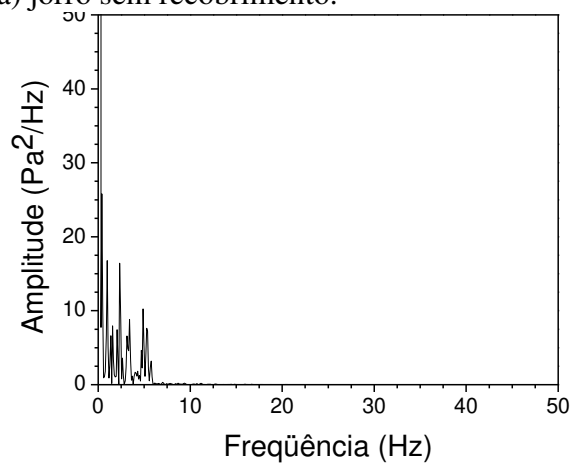
Figura A2 - 3 - Espectro de potência para o ABS, nas diferentes etapas do recobrimento – experimento 4.



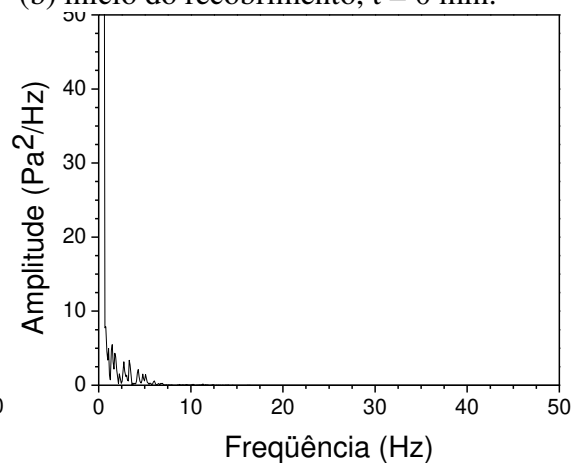
(a) jorro sem recobrimento.



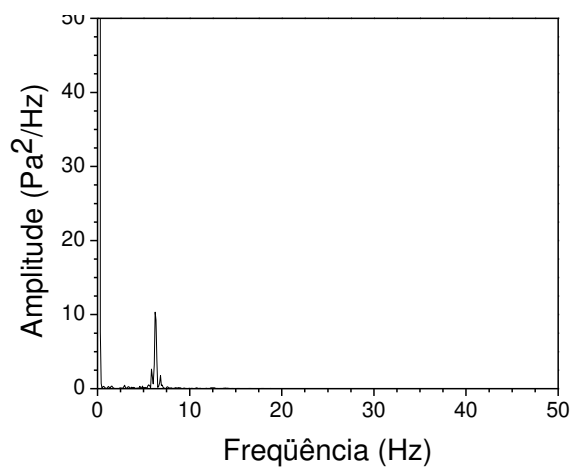
(b) início do recobrimento, $t = 0$ min.



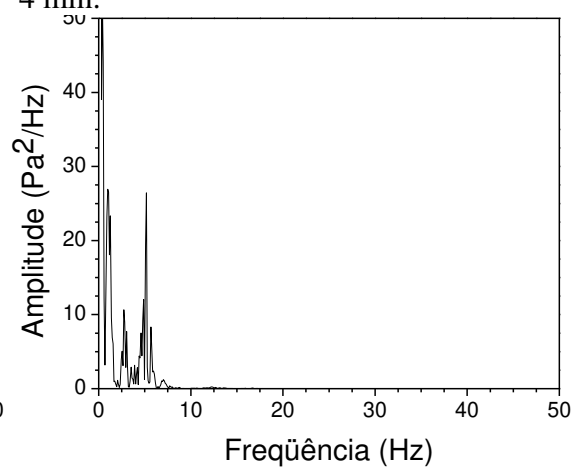
(c) jorro com recobrimento, $t = 2$ min.



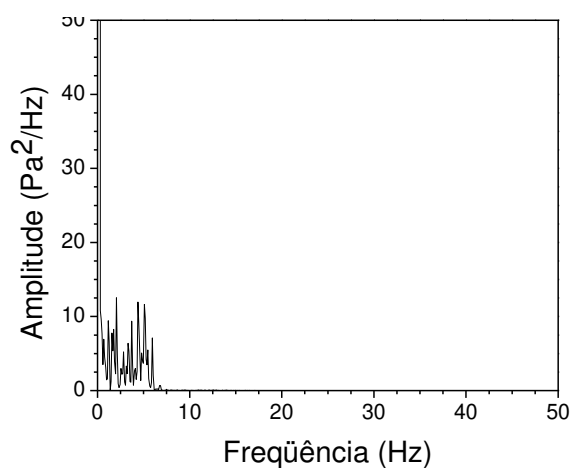
(d) colapso do leito, desliga a suspensão, $t = 4$ min.



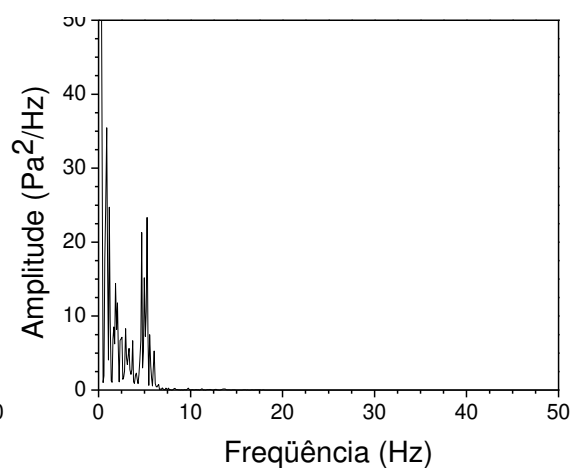
(e) jorro interno, $t = 6$ min



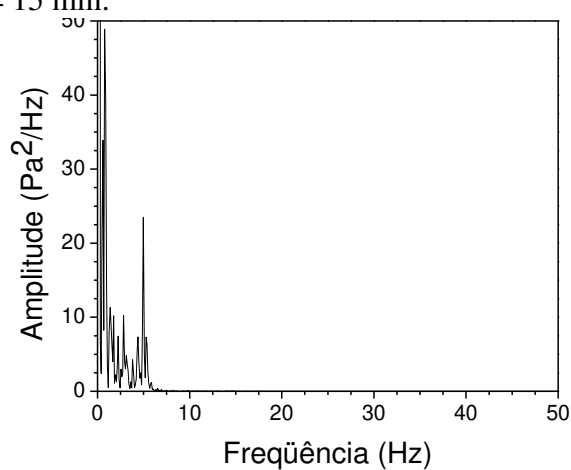
(f) jorrando, $t = 13$ min.



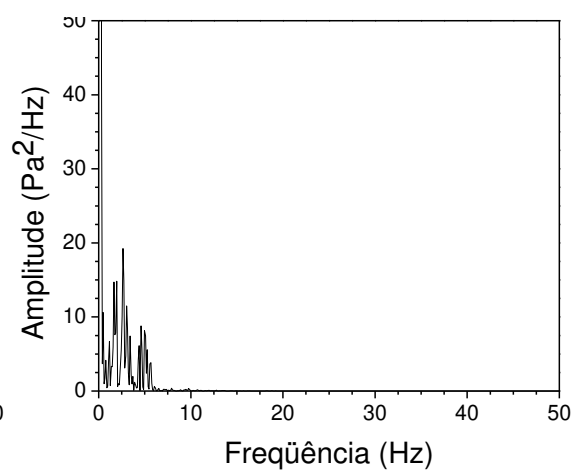
(g) liga suspensão, jorro com recobrimento, t = 15 min.



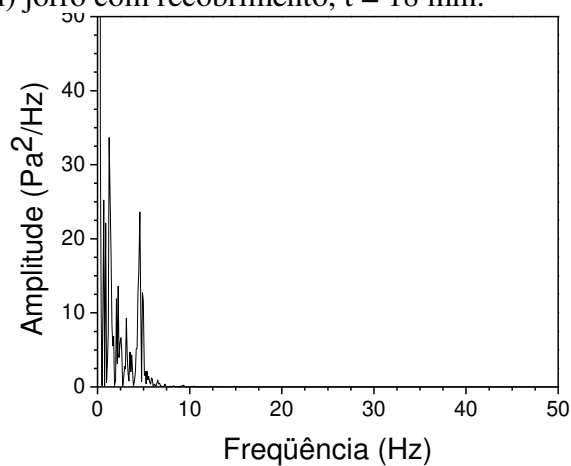
(h) jorro com recobrimento, t = 17 min.



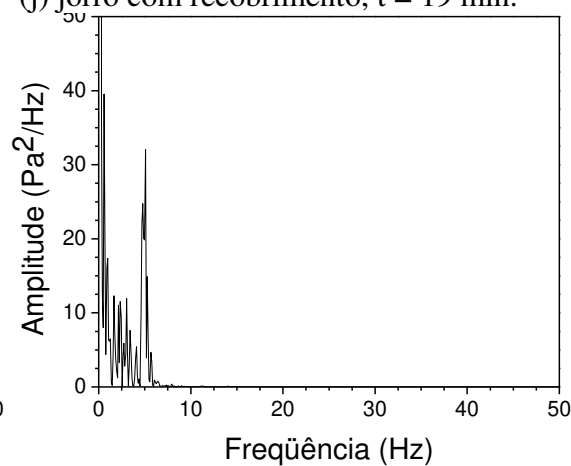
(i) jorro com recobrimento, t = 18 min.



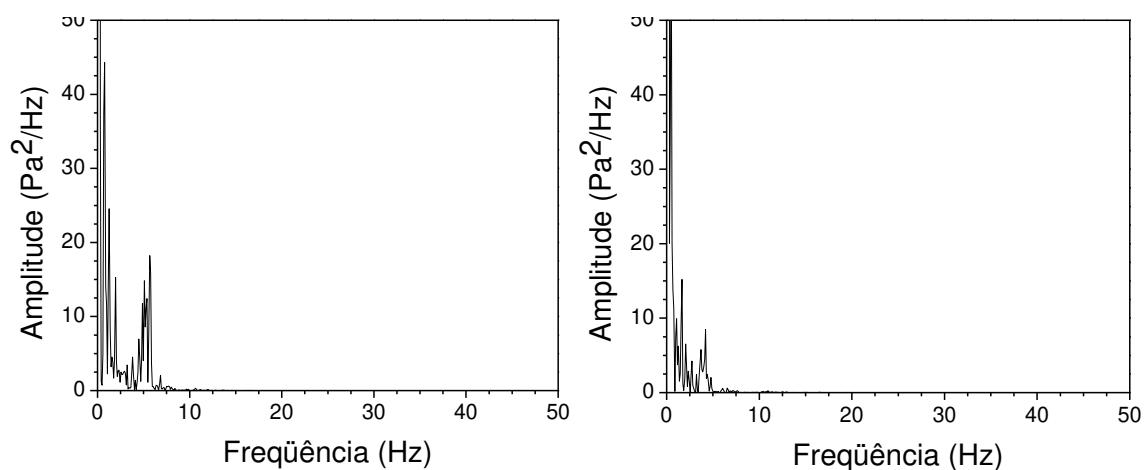
(j) jorro com recobrimento, t = 19 min.



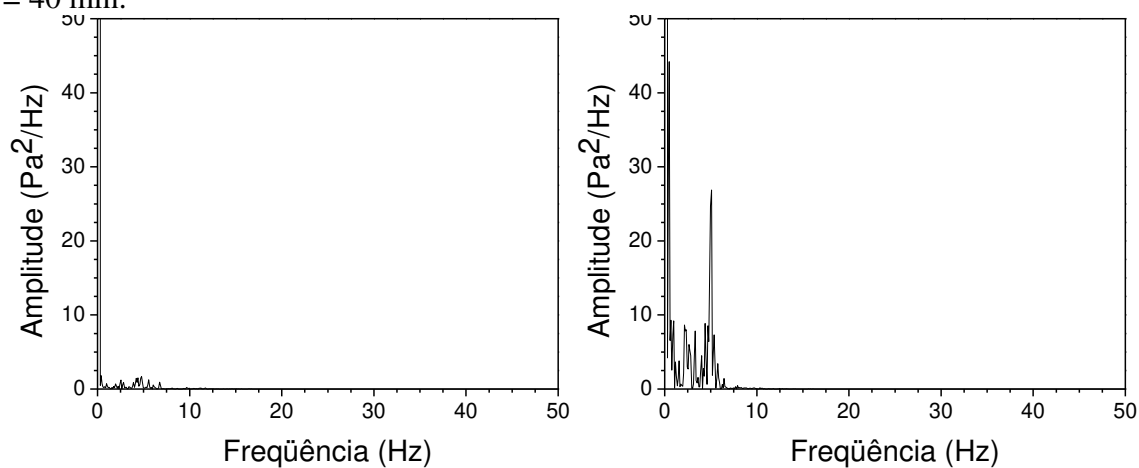
(l) jorro com recobrimento, t = 22 min.



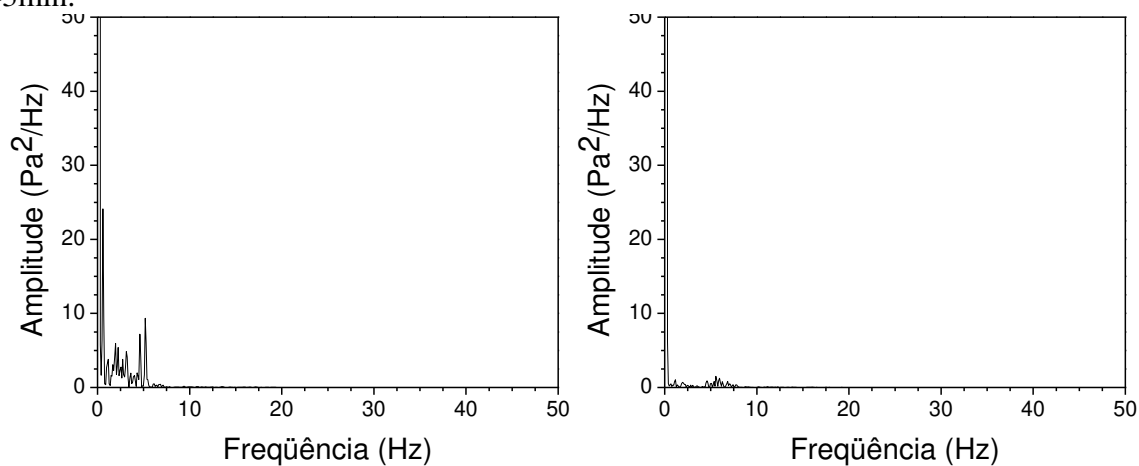
(m) entupimento do bico, desliga a suspensão, t = 26 min.



(n) liga a suspensão jorro com recobrimento, (o) jorro com recobrimento, $t = 42$ min.
 $t = 40$ min.

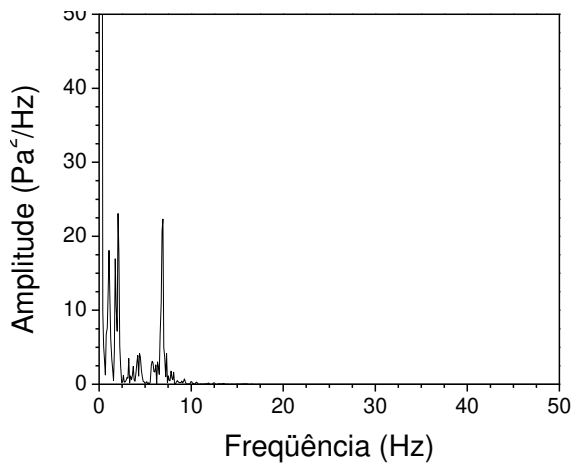


(p) colapso do leito, desliga a suspensão, $t = 43$ min. (q) jorrando, $t = 50$ min.

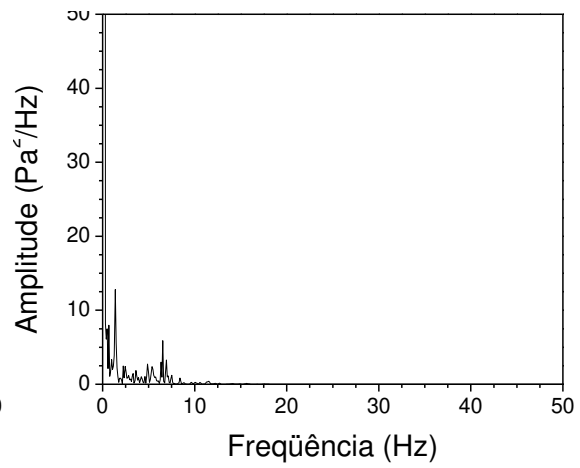


(r) liga a suspensão, jorro com recobrimento, (s) colapso do leito, desliga a suspensão, $t = 53$ min.
 $t = 52$ min.

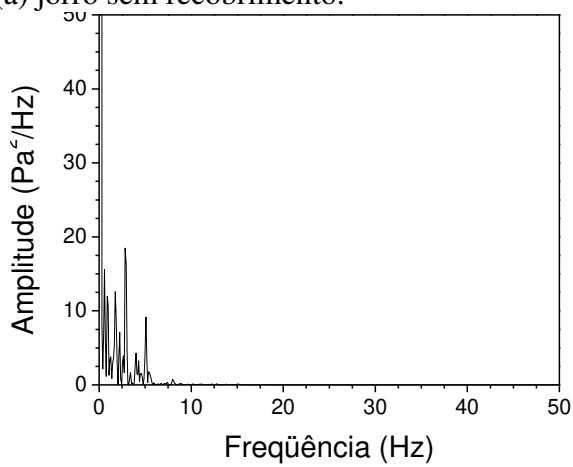
Figura A2 – 4 - Espectro de potência para o poliestireno, nas diferentes etapas do recobrimento – experimento 5.



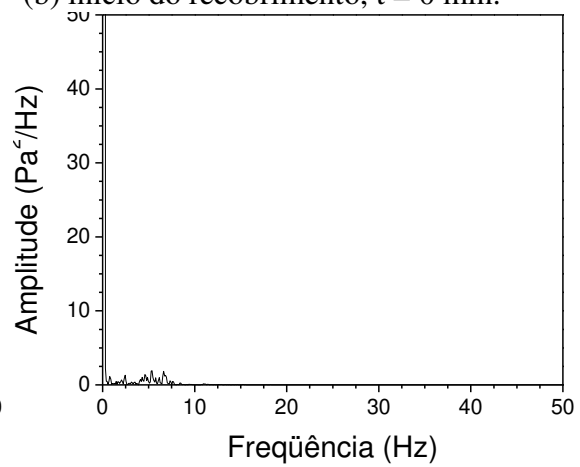
(a) jorro sem recobrimento.



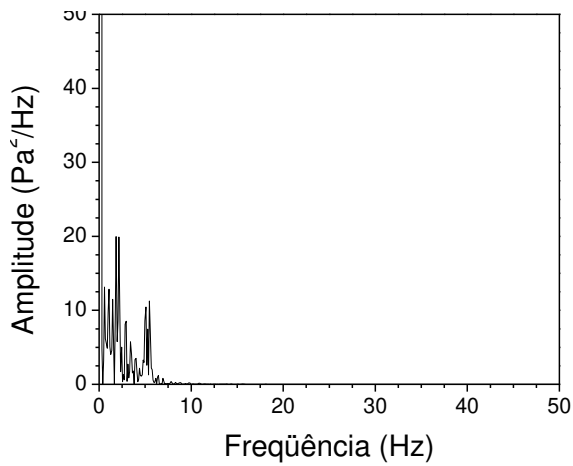
(b) início do recobrimento, $t = 0$ min.



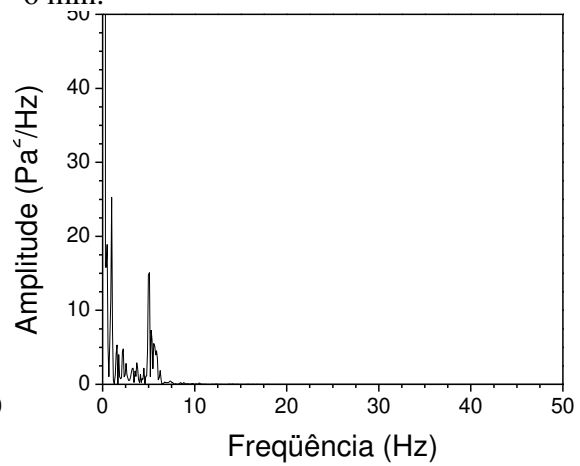
(c) jorro com recobrimento, $t = 4$ min.



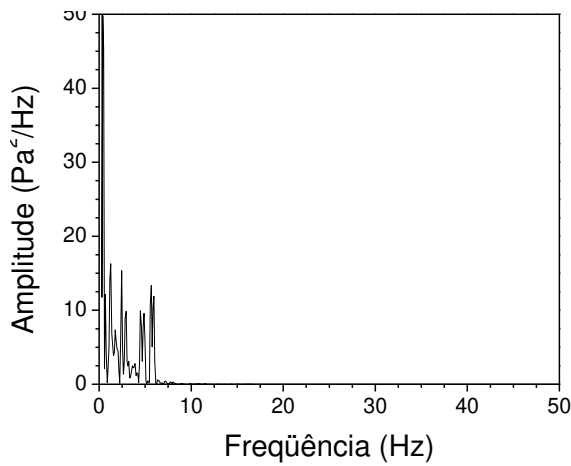
(d) colapso do leito, desliga a suspensão, $t = 6$ min.



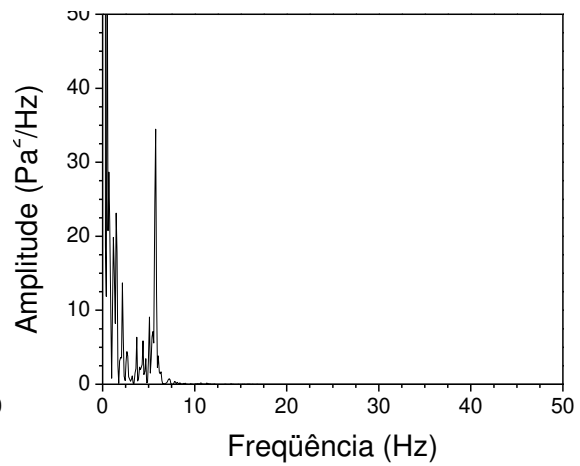
(e) jorrando, $t = 10$ min.



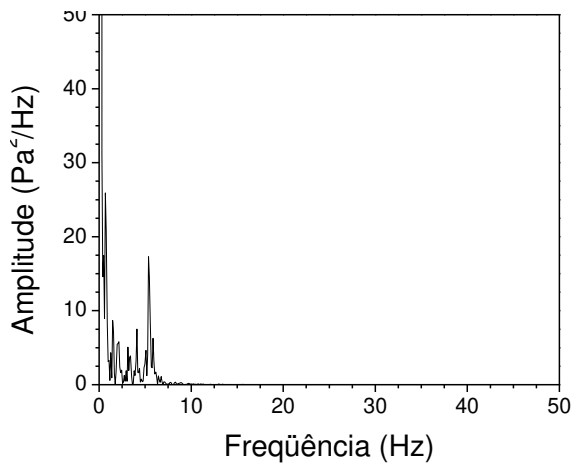
(f) liga a suspensão, jorro com recobrimento, $t = 13$ min.



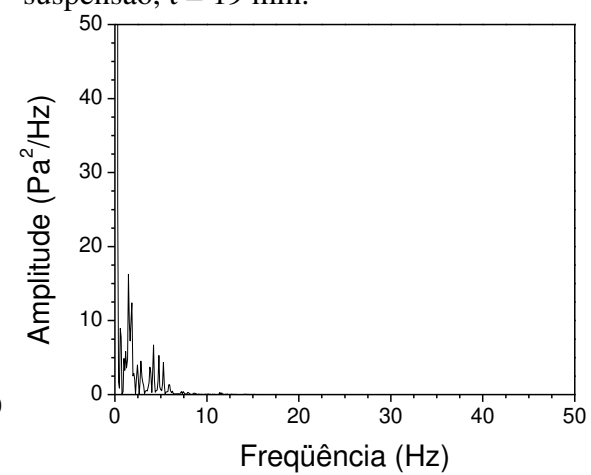
(g) jorro com recobrimento, $t = 15$ min.



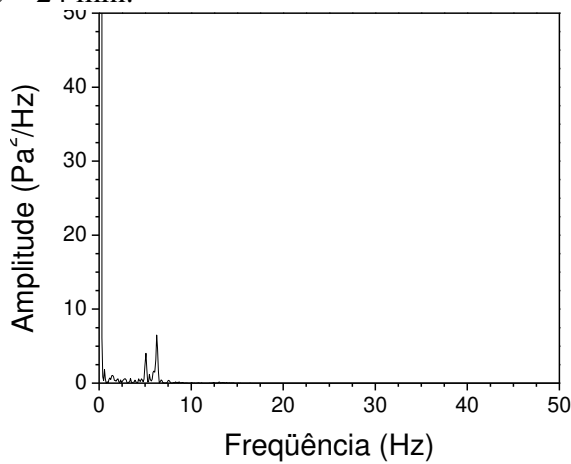
(h) entupimento do bico, desliga a suspensão, $t = 19$ min.



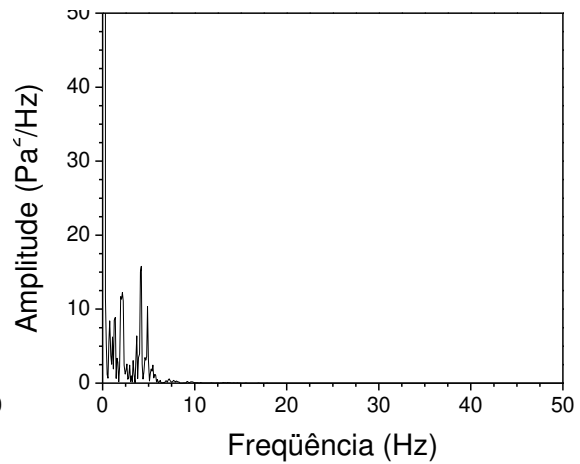
(i) liga a suspensão, jorro com recobrimento, $t = 24$ min.



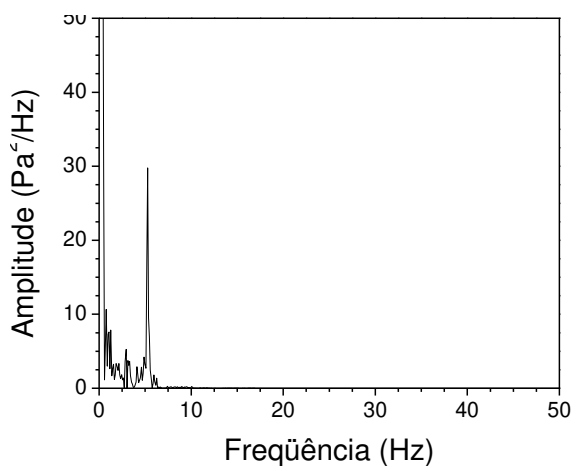
(j) jorro com recobrimento, $t = 26$ min.



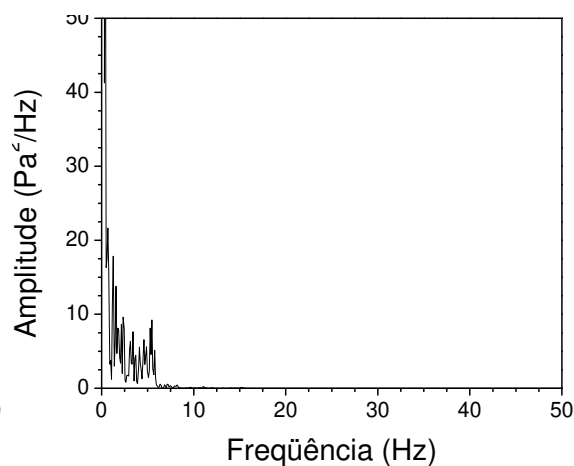
(l) colapso do leito e formação de canal preferencial, desliga a suspensão, $t = 27$ min.



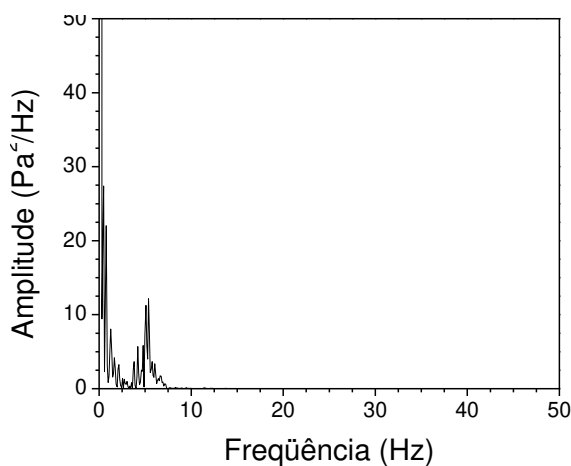
(m) jorrando, $t = 29$ min.



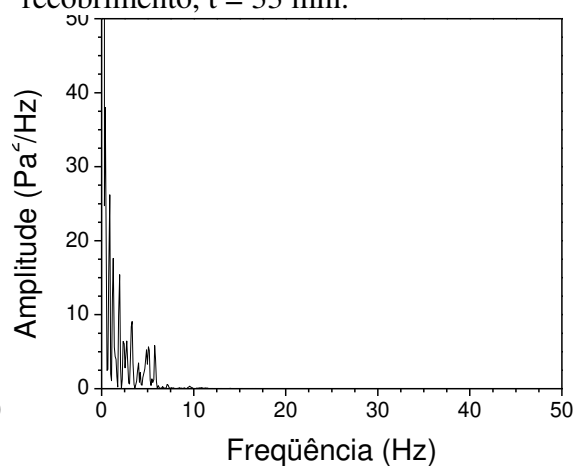
(n) jorrando, $t = 31$ min.



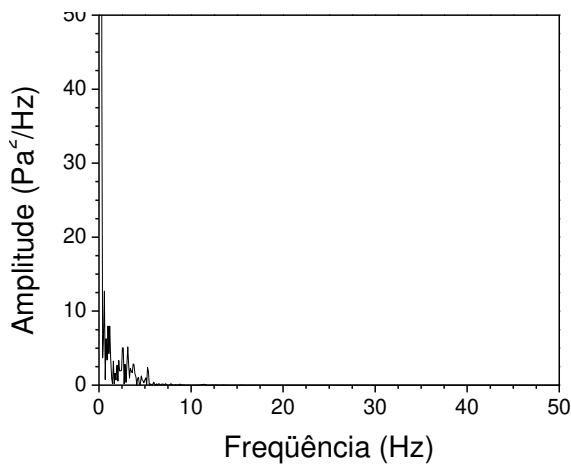
(o) liga a suspensão, jorro com recobrimento, $t = 33$ min.



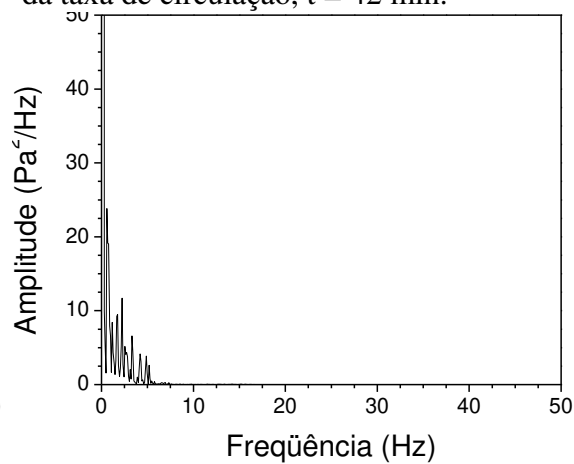
(p) jorro com recobrimento, $t = 40$ min.



(q) jorro com recobrimento, desaceleração da taxa de circulação, $t = 42$ min.

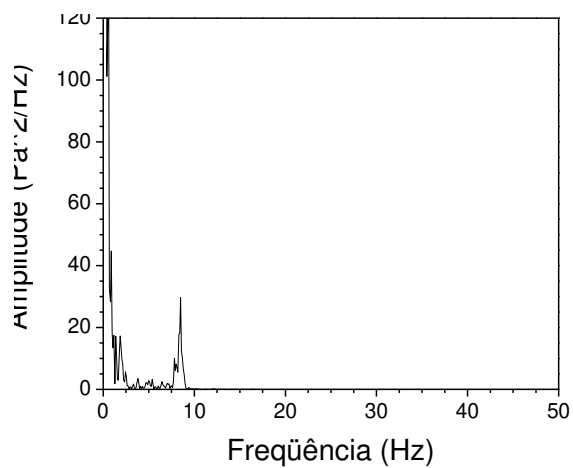


(r) colapso do leito, desliga a suspensão, $t = 43$ min.

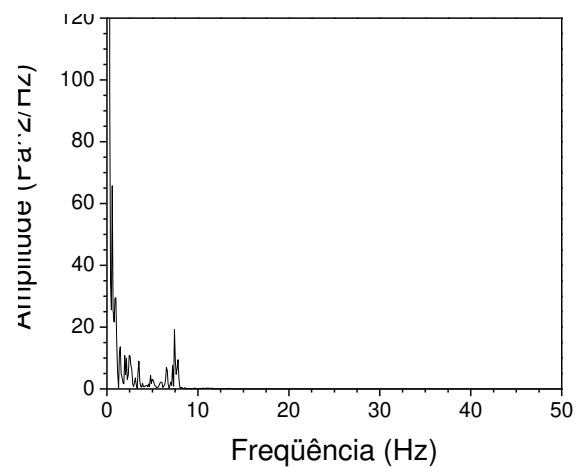


(s) jorrando, $t = 45$ min.

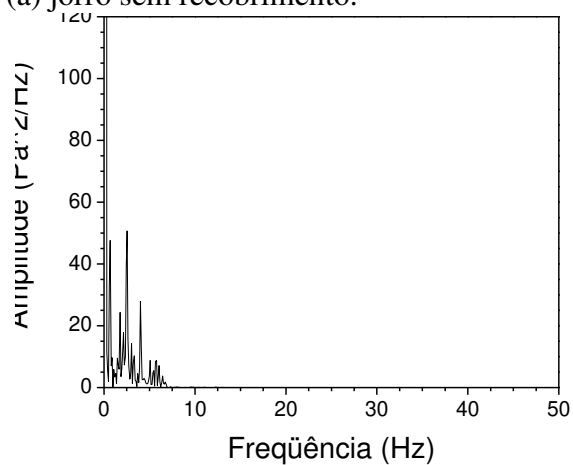
Figura A2 - 5- Espectro de potência para o poliestireno, nas diferentes etapas do recobrimento – experimento 6.



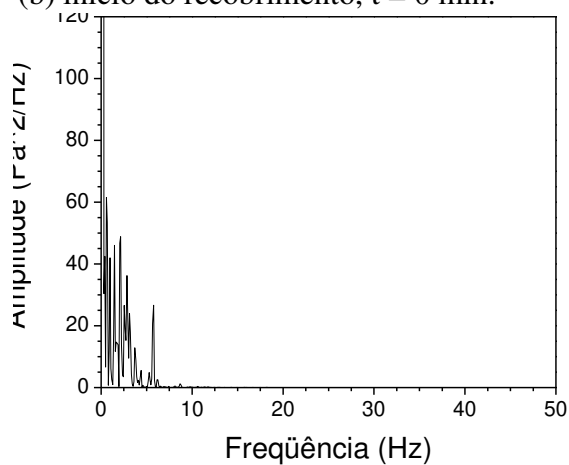
(a) jorro sem recobrimento.



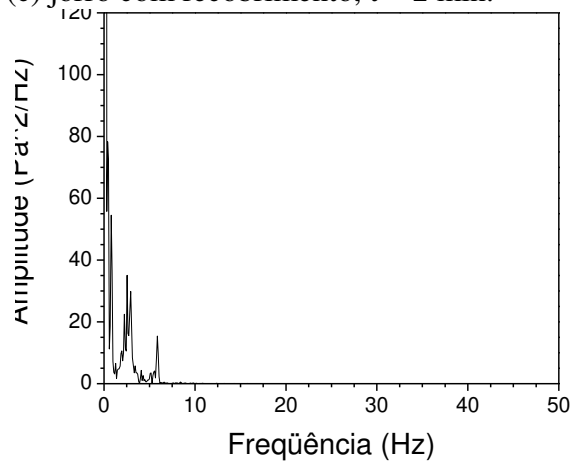
(b) início do recobrimento, $t = 0$ min.



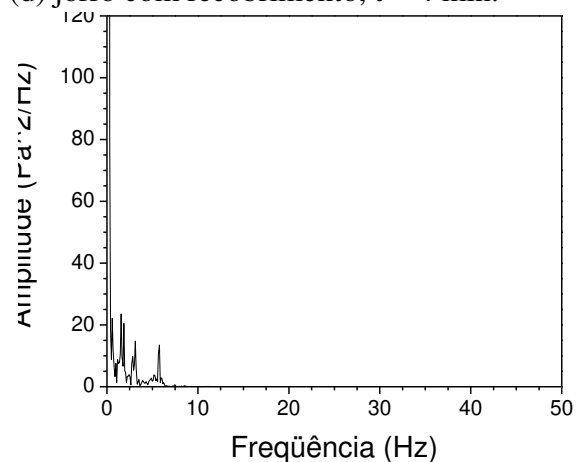
(c) jorro com recobrimento, $t = 2$ min.



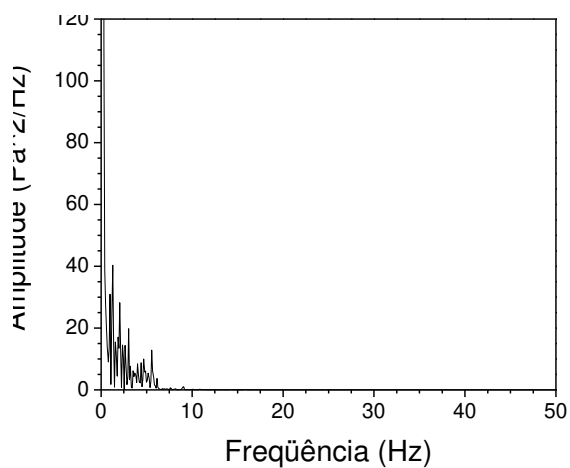
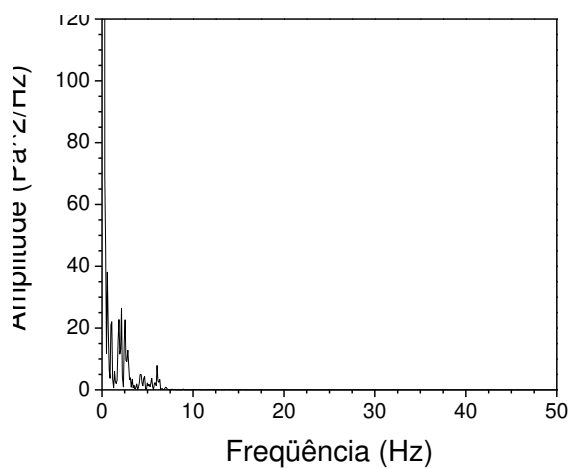
(d) jorro com recobrimento, $t = 4$ min.



(e) jorro com recobrimento, $t = 6$ min.

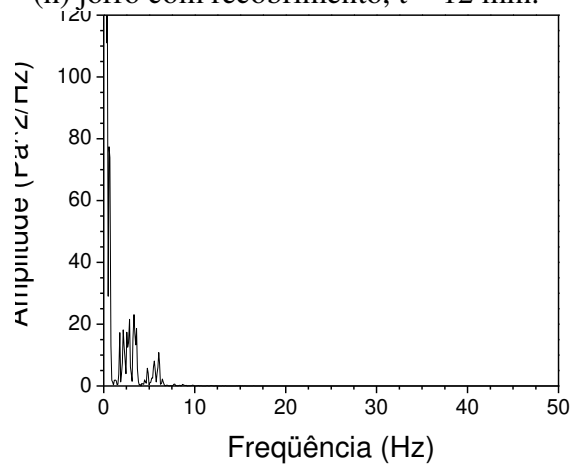
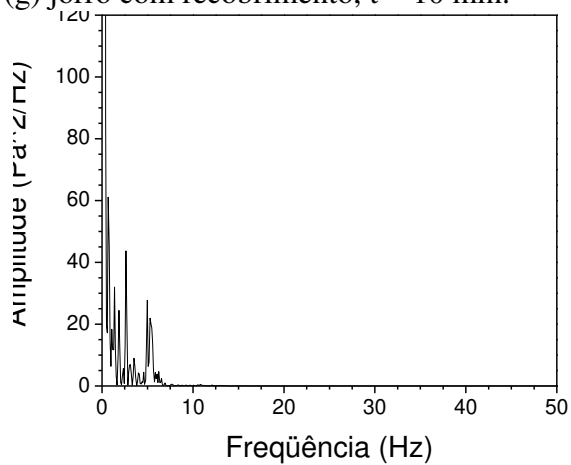


(f) jorro com recobrimento, $t = 8$ min.



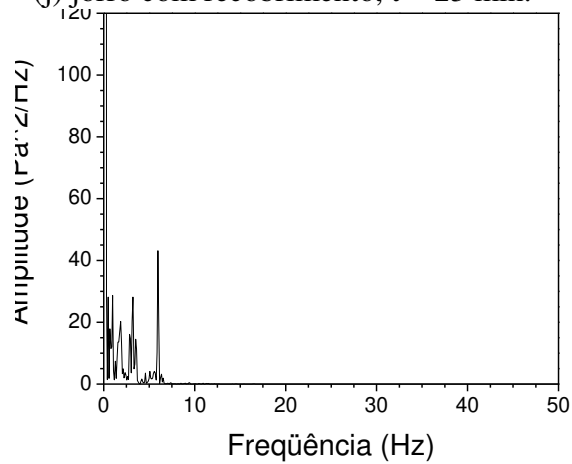
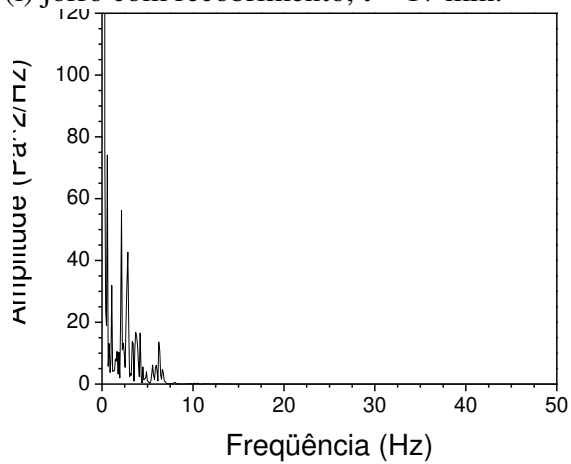
(g) jorro com recobrimento, $t = 10$ min.

(h) jorro com recobrimento, $t = 12$ min.



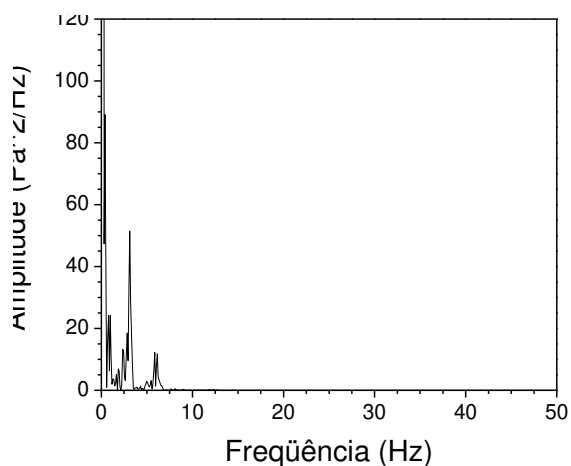
(i) jorro com recobrimento, $t = 17$ min.

(j) jorro com recobrimento, $t = 23$ min.

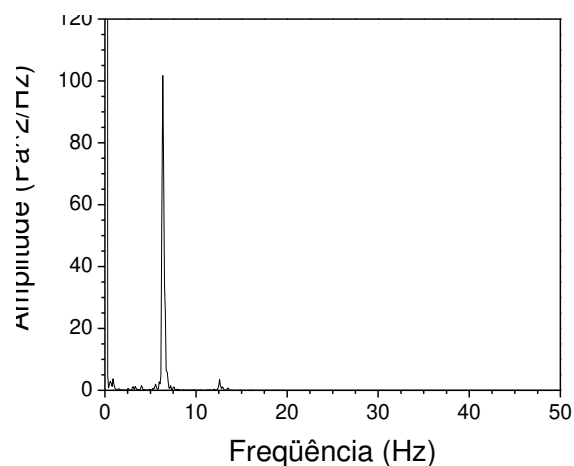


(l) jorro com recobrimento, $t = 26$ min.

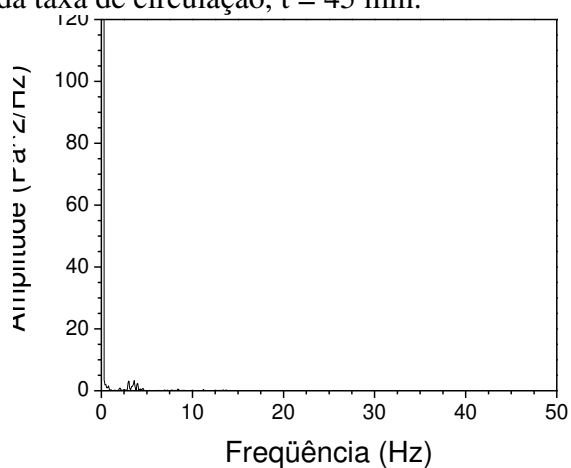
(m) jorro com recobrimento, $t = 29$ min.



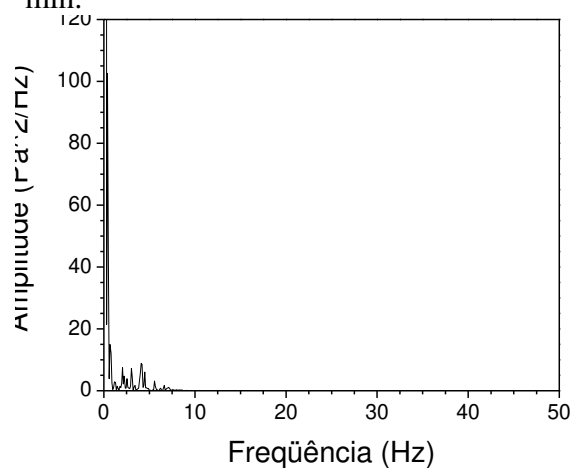
(n) jorro com recobrimento, desaceleração da taxa de circulação, t = 45 min.



(o) jorro interno, desliga a suspensão, t = 46 min.

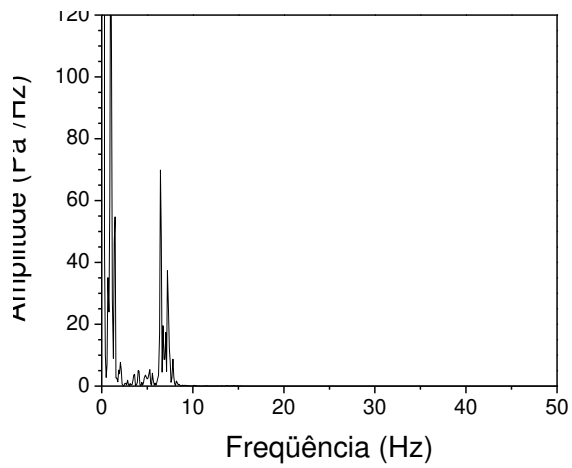


(p) colapso do leito, t = 47 min.

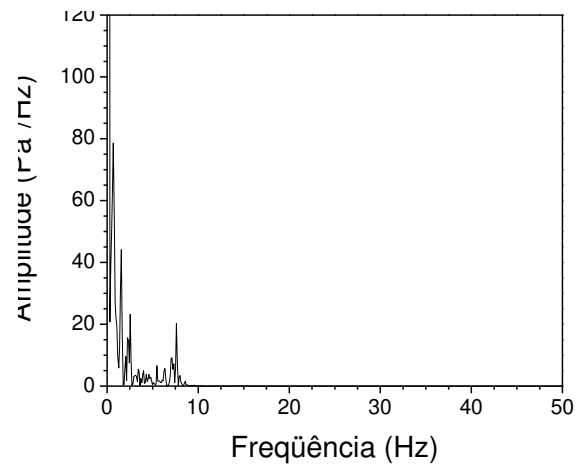


(q) colapso do leito, t = 50 min.

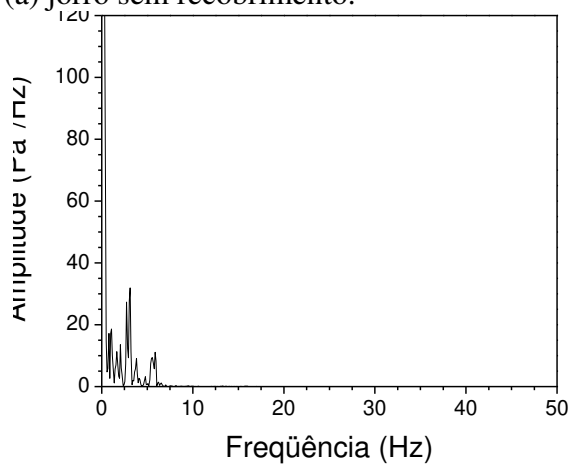
Figura A2 - 6 - Espectro de potência para o poliestireno, nas diferentes etapas do recobrimento – experimento 7.



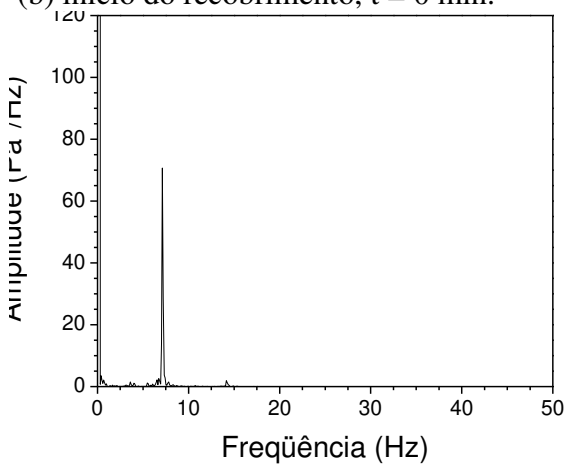
(a) jorro sem recobrimento.



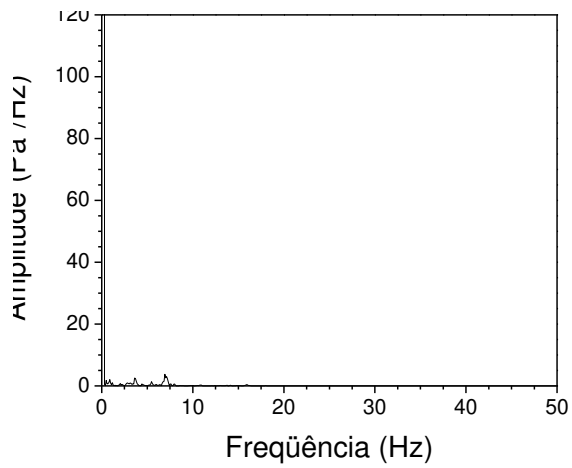
(b) início do recobrimento, $t = 0$ min.



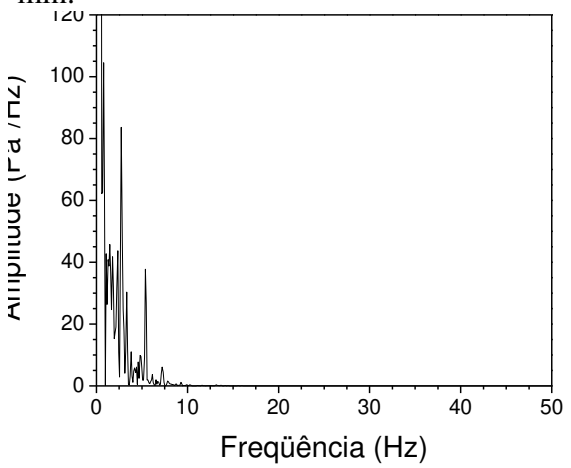
(c) jorro com recobrimento, $t = 2$ min.



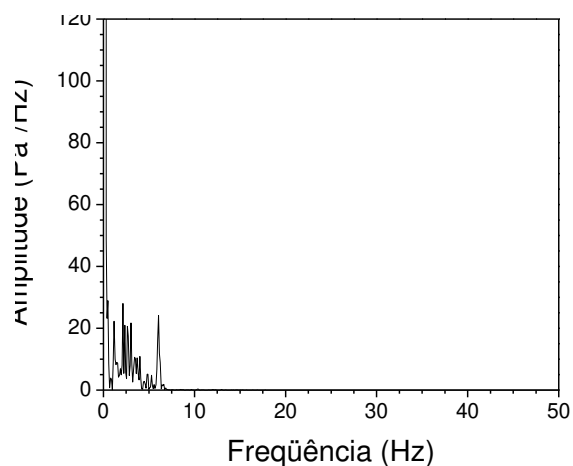
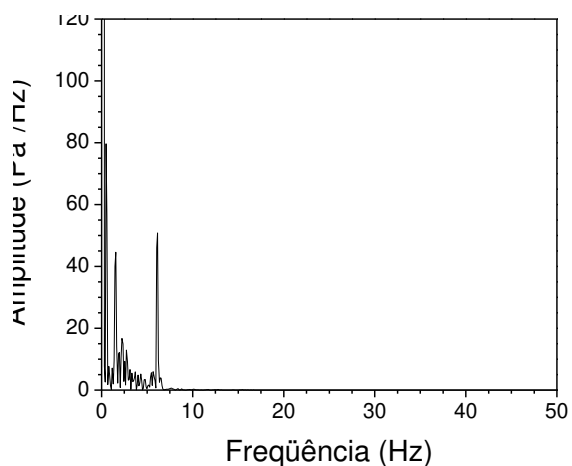
(d) jorro interno, desliga a suspensão, $t = 5$ min.



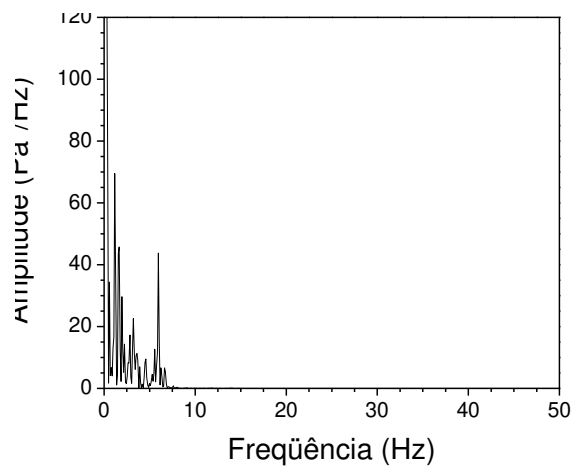
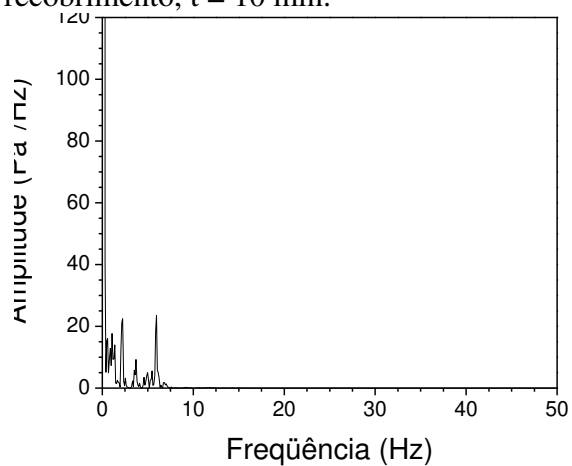
(e) colapso do leito, $t = 6$ min.



(f) jorrando, $t = 8$ min.

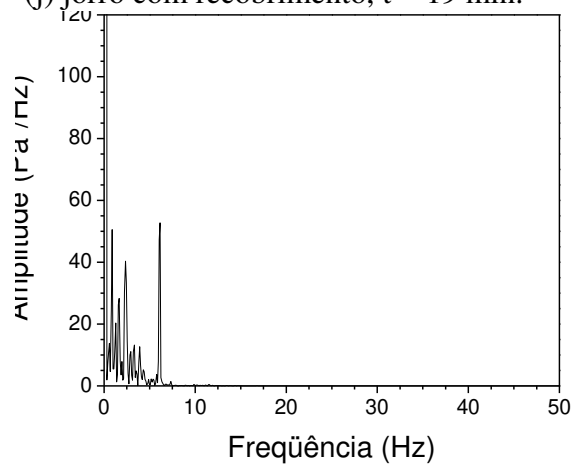
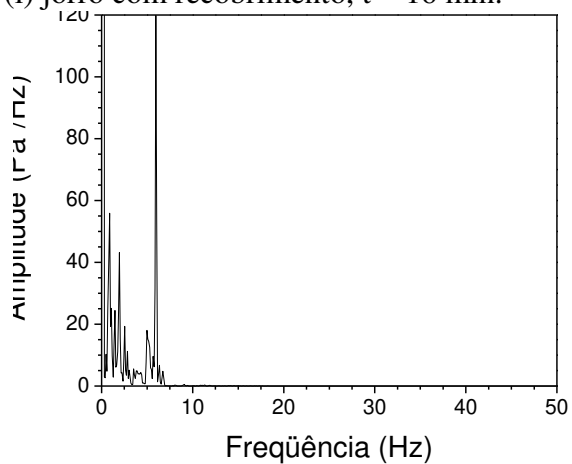


(g) liga a suspensão, jorro com (h) jorro com recobrimento, $t = 12$ min.
recobrimento, $t = 10$ min.

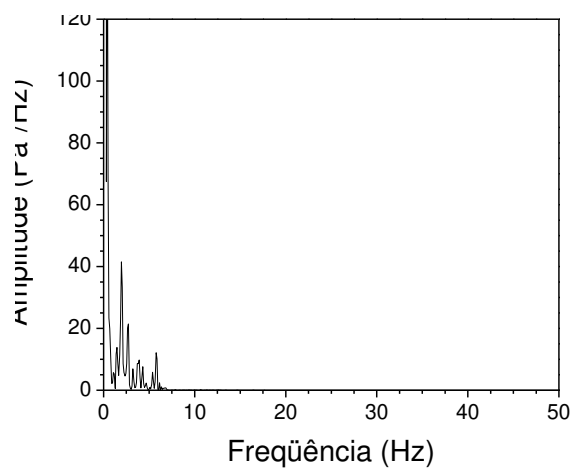


(i) jorro com recobrimento, $t = 16$ min.

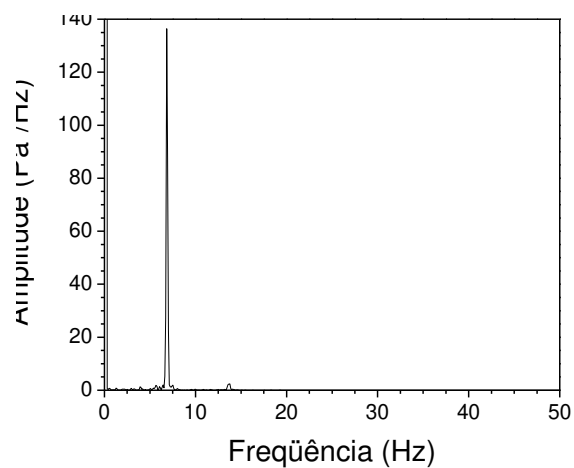
(j) jorro com recobrimento, $t = 19$ min.



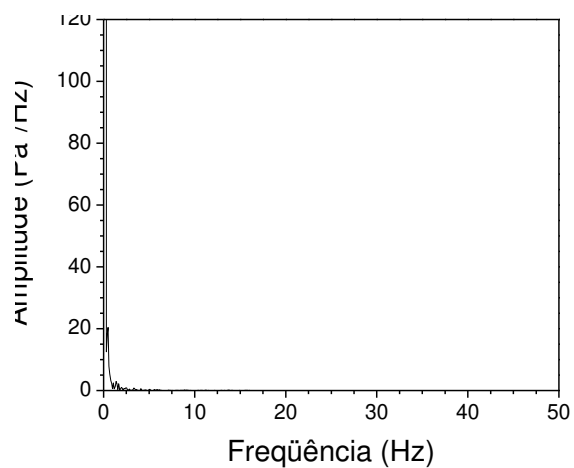
(l) entupimento do bico, desliga a suspensão, (m) liga a suspensão, jorro com recobrimento,
 $t = 20$ min. $t = 30$ min.



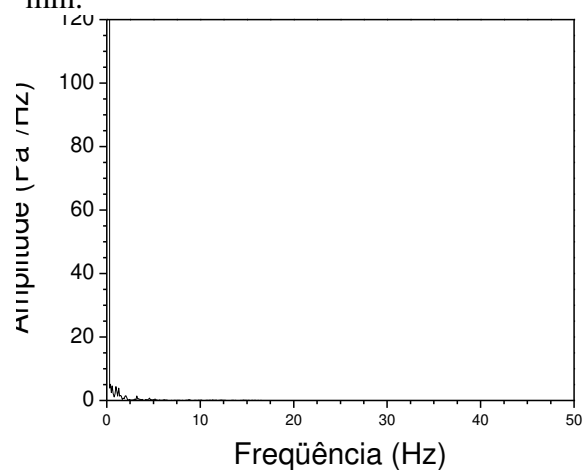
(n) jorro com recobrimento, $t = 32$ min.



(o) jorro interno, desliga a suspensão, $t = 33$ min.



(p) colapso do leite, $t = 34$ min.



(q) colapso do leite, $t = 38$ min.

Figura A2 - 7 - Espectro de potência para o poliestireno, nas diferentes etapas do recobrimento – experimento 8.