

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

Área de Concentração: Desenvolvimento de Processos em Sistemas
Particulados.

ESTUDO EXPERIMENTAL DA DINÂMICA EM UM LEITO DE JORRO
BI-DIMENSIONAL: APLICAÇÃO EM RECOBRIMENTO DE COMPRIMIDOS.

Este exemplar corresponde à redação final da tese de mestrado
defendida pelo Engo OSVALDIR PEREIRA TARANTO, aprovada pela
Comissão Julgadora em 26/08/92.

Orientadora: Profa Dra Sandra Cristina dos Santos Rocha *S. C. Rocha*

12228421/30

Setembro - 1992
Campinas - SP - Brasil



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

Área de Concentração: Desenvolvimento de Processos em Sistemas
Particulados.

ESTUDO EXPERIMENTAL DA DINÂMICA EM UM LEITO DE JORRO
BI-DIMENSIONAL: APLICAÇÃO EM RECOBRIMENTO DE COMPRIMIDOS.

Autor: Osvaldir Pereira Taranto

Tese submetida à comissão de Pós-graduação da
Faculdade de Engenharia Química - UNICAMP
como parte dos requisitos necessários para
obtenção do Grau de Mestre em Engenharia
Química.

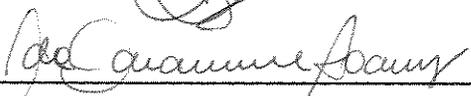
Aprovada por:



Prof.^a. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha



Prof.^a. Dra. Florência Cecília Menegalli



Prof.^a. Dra. Ida Caramico Soares

Agosto - 1992
Campinas - SP - Brasil

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

ESTUDO EXPERIMENTAL DA DINÂMICA EM UM LEITO DE JORRO
BI-DIMENSIONAL: APLICAÇÃO EM RECOBRIMENTO DE COMPRIMIDOS

Autor : Osvaldir Pereira Taranto

Orientador : Prof^a Dr^a Sandra Cristina dos Santos Rocha

Campinas
Agosto de 1992

Aos meus Pais,
com muito carinho,
pelo apoio e incentivo
em todas as horas.

AGRADECIMENTOS

À Prof^a Dr^a Sandra Cristina dos Santos Rocha pela orientação, incentivo e amizade no desenvolvimento deste trabalho.

Ao amigo Paulo de Tarso Vieira e Rosa pelo constante apoio e auxílio na edição da tese.

À aluna Ana Cláudia pelo auxílio nos experimentos.

Ao amigo Sérgio Augusto Vanali pela confecção das fotografias.

Aos Professores e funcionários do DTF/UNICAMP, pela amizade e apoio.

AO CNPq pelo suporte financeiro, na forma de bolsa de estudo.

A todos os meus amigos que sempre me deram força e apoio em todos os momentos.

ÍNDICE

Assunto	Página
LISTA DE FIGURAS	iii
LISTA DE TABELAS	vi
LISTA DE VARIÁVEIS	vii
RESUMO	ix
ABSTRACT	x
1. INTRODUÇÃO	01
2. REVISÃO DA LITERATURA	03
2.1 LEITO DE JORRO	03
2.1.1 Obtenção do Movimento do Jorro	05
2.1.2 Fluidodinâmica do Processo	07
2.1.3 Queda de Pressão Máxima	09
2.1.4 Queda de Pressão de Jorro	10
2.1.5 Vazão de Jorro Mínimo	11
2.1.6 Modificação no Projeto do Leito	14
2.2 RECOBRIMENTO DE COMPRIMIDOS	15
2.2.1 Finalidades do Recobrimento	16
2.3 TIPOS DE SOLUÇÃO DE RECOBRIMENTO	16
2.3.1 Solventes Utilizados em Soluções de Recobrimento .	17
2.3.2 Platificantes	18
2.3.3 Corantes	19
2.3.4 Opacificantes	19
2.4 EQUIPAMENTOS PARA RECOBRIMENTO DE COMPRIMIDOS	19
2.4.1 Recobrimento em Panela Convencional ou Drageadeira	20
2.4.2 Recobrimento em Panelas Perfuradas	22
2.4.3 Recobrimento em Leitos Móveis	22
2.4.4 Recobrimento de Comprimidos em Leito de Jorro	25
3. MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS	31
3.1 PROJETO E CONSTRUÇÃO DO LEITO	31
3.1.1 Sistema de Circulação e Controle da Vazão de Ar ..	35
3.1.2 Sistema de Atomização da Solução de Recobrimento .	40

Assunto	Página
3.1.3 Descrição do Sistema Experimental	43
3.2 MATERIAIS UTILIZADOS	43
3.2.1 Caracterização das Partículas	43
3.2.2 Formulação da Solução de Recobrimento	49
3.3 OBTENÇÃO DOS DADOS EXPERIMENTAIS	50
3.3.1 Estudo da Fluidodinâmica Sem Recobrimento	50
3.3.2 Fluidodinâmica Com Recobrimento	52
4. APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS	58
4.1 PROCESSO SEM RECOBRIMENTO	58
4.2 PROCESSO COM RECOBRIMENTO	81
5. CONCLUSÕES E SUGESTÕES	84
5.1 CONCLUSÕES	84
5.2 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	85
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	87
ANEXO I	90
I.1 CALIBRAÇÃO DA PLACA DE ORIFÍCIO DA LINHA DE CIRCULAÇÃO DE AR	90
I.2 CALIBRAÇÃO DA PLACA DE ORIFÍCIO DE AR COMPRIMIDO	92
I.3 CALIBRAÇÃO DOS TRANSDUTORES DE PRESSÃO	92
ANEXO II	94

LISTA DE FIGURAS

FIGURA	PÁGINA
Figura 1.1 - Esquema Simplificado de um Leito de Jorro.....	02
Figura 2.1 - Diagrama Esquemático de um Leito de Jorro.....	04
Figura 2.2 - Transição de fase com aumento de fluxo de gás..	05
Figura 2.3 - Diagramas de fase.....	06
Figura 2.4 - Curva típica de Queda de Pressão no leito - Velocidade Superficial do Gás.....	08
Figura 2.5 - Velocidade de Jorro Mínimo.....	12
Figura 2.6 - Painel de Recobrimento Convencional.....	21
Figura 2.7 - Diagrama de uma Painel de Recobrimento conven- cional.....	21
Figura 2.8 - Esquema Simplificado de um sistema de Espada de Imersão.....	21
Figura 2.9 - Esquema Simplificado de um sistema de Tubo de Imersão.....	21
Figura 2.10 - Diagrama de uma Drageadeira Perfurada.....	23
Figura 2.11 - Diagrama Simplificado de um Recobridor.....	23
Figura 2.12 - Equipamento de Wurster.....	24
Figura 2.13 - Posições do Bico atomizador.....	29
Figura 2.14 - Dissolução de Maleato de Cloro-Fenil-Amina em função do tempo para diferentes posições da atomização no recobrimento dos comprimidos....	30
Figura 3.1 - Aspecto geral da montagem realizada.....	32
Figura 3.2 - Aspecto geral da montagem realizada.....	33
Figura 3.3 - Esquema do leito bi-dimensional.....	34
Figura 3.4 - Parte Retangular do Leito.....	36
Figura 3.5 - Parte Inclinação 30 ⁰	37
Figura 3.6 - Parte Inclinação 45 ⁰	38
Figura 3.7 - Parte Inclinação 60 ⁰	39
Figura 3.8 - Bico Atomizador.....	41
Figura 3.9 - Bomba Peristáltica.....	42
Figura 3.10 - Formato das Partículas.....	44
Figura 3.11 - Reservatório e Agitador.....	45
Figura 3.12 - Esquema da Montagem Experimental.....	46

FIGURA	PÁGINA
Figura 3.13 - Painel.....	47
Figura 3.14 - Gráfico obtido a partir de dados experimentais de uma corrida sem recobrimento.....	55
Figura 3.15 - Gráfico obtido a partir de dados experimentais de uma corrida com recobrimento.....	57
Figura 4.1 - Curva típica - $\Delta P - Q$: Leito com Ângulo de 60° e Partícula 1.....	61
Figura 4.2 - Curva típica - $\Delta P - Q$: Leito com ângulo de 45° e Partícula 1.....	61
Figura 4.3 - Curva típica - $\Delta P - Q$: leito com ângulo de 30° e Partícula 1.....	62
Figura 4.4 - Curva típica - $\Delta P - Q$: Leito com ângulo de 60° e Partícula 2.....	62
Figura 4.5 - Curva típica - $\Delta P - Q$: Leito com ângulo de 45° e Partícula 2.....	63
Figura 4.6 - Comparação dos dados experimentais com os calculados pela equação (33).....	64
Figura 4.7 - Comparação dos dados experimentais com os calculados pela equação (34).....	65
Figura 4.8 - Influência da Altura do Leito na Queda de Pressão Máxima.....	68
Figura 4.9 - Influência da Altura do Leito na Queda de Pressão Máxima.....	69
Figura 4.10 - Influência do Diâmetro Equivalente do Leito na Queda de Pressão Máxima.....	70
Figura 4.11 - Influência do Ângulo da Base na Queda de Pressão Máxima.....	71
Figura 4.12 - Influência do Tamanho e Forma da Partícula na Queda de Pressão Máxima.....	72
Figura 4.13 - Influência da Altura do Leito na Vazão de Jorro Mínimo.....	73
Figura 4.14 - Influência da Altura do Leito na Vazão de Jorro Mínimo.....	74
Figura 4.15 - Influência do Diâmetro Equivalente do Leito na Vazão de Jorro Mínimo.....	75

Figura 4.16 - Influência do Ângulo da Base na Vazão de Jorro Mínimo.....	76
Figura 4.17 - Influência do Tamanho e Forma da Partícula na Vazão de Jorro Mínimo.....	77
Figura 4.18 - Comparação dos dados experimentais com os calculados pela equação (37).....	83
Figura 4.19 - Comparação dos dados experimentais com os calculados pela equação (38).....	83
Figura A2.1 - Carga 300 g - Partícula 1 : Inclinação - 60°..	94
Figura A2.2 - Carga 600 g - Partícula 1 : Inclinação - 60°..	94
Figura A2.3 - Carga 800 g - Partícula 1 : Inclinação - 60°..	95
Figura A2.4 - Carga 1000 g - Partícula 1 : Inclinação - 60°..	95
Figura A2.5 - Carga 1400 g - Partícula 1 : Inclinação - 60°..	96
Figura A2.6 - Carga 1800 g - Partícula 1 : Inclinação - 60°..	96
Figura A2.7 - Carga 2100 g - Partícula 1 : Inclinação - 60°..	97
Figura A2.8 - Carga 2300 g - Partícula 1 : Inclinação - 60°..	97
Figura A2.9 - Carga 250 g - Partícula 1 : Inclinação - 45°..	98
Figura A2.10 - Carga 400 g - Partícula 1 : Inclinação - 45°..	98
Figura A2.11 - Carga 600 g - Partícula 1 : Inclinação - 45°..	99
Figura A2.12 - Carga 800 g - Partícula 1 : Inclinação - 45°..	99
Figura A2.13 - Carga 1100 g - Partícula 1 : Inclinação - 45°..	100
Figura A2.14 - Carga 1400 g - Partícula 1 : Inclinação - 45°..	100
Figura A2.15 - Carga 1600 g - Partícula 1 : Inclinação - 45°..	101
Figura A2.16 - Carga 1800 g - Partícula 1 : Inclinação - 45°..	101
Figura A2.17 - Carga 700 g - Partícula 1 : Inclinação - 30°..	102
Figura A2.18 - Carga 912 g - Partícula 1 : Inclinação - 30°..	102
Figura A2.19 - Carga 1000 g - Partícula 1 : Inclinação - 30°..	103
Figura A2.20 - Carga 1100 g - Partícula 1 : Inclinação - 30°..	103
Figura A2.21 - Carga 1200 g - Partícula 1 : Inclinação - 30°..	104
Figura A2.22 - Carga 1300 g - Partícula 1 : Inclinação - 30°..	104
Figura A2.23 - Carga 1500 g - Partícula 1 : Inclinação - 30°..	105
Figura A2.24 - Carga 600 g - Partícula 2 : Inclinação - 60°..	106
Figura A2.25 - Carga 1000 g - Partícula 2 : Inclinação - 60°..	106
Figura A2.26 - Carga 400 g - Partícula 2 : Inclinação - 45°..	107
Figura A2.27 - Carga 700 g - Partícula 2 : Inclinação - 45°..	107

FIGURA	PÁGINA
Figura A2.28 - Carga 1200 g - Partícula 2 : Inclinação - 45°	108
Figura A2.29 - Carga 1800 g - Partícula 2 : Inclinação - 45°	108
Figura A2.30 - Carga 400 g - Partícula 1 : Inclinação - 45° : Com Recobrimento.....	109
Figura A2.31 - Carga 800 g - Partícula 1 : Inclinação - 45° : Com Recobrimento.....	109
Figura A2.32 - Carga 1400 g - Partícula 1 : Inclinação - 45° : Com Recobrimento.....	110
Figura A2.33 - Carga 1600 g - Partícula 1 : Inclinação - 45° : Com Recobrimento.....	110
Figura A2.34 - Carga 1100 g - Partícula 1 : Inclinação - 30° : Com Recobrimento.....	111
Figura A2.35 - Carga 1200 g - Partícula 1 : Inclinação - 30° : Com Recobrimento.....	111
Figura A2.36 - Carga 1300 g - Partícula 1 : Inclinação - 30° : Com Recobrimento.....	112
Figura A2.37 - Carga 1500 g - Partícula 1 : Inclinação - 30° : Com Recobrimento.....	112
Figura A2.38 - Carga 600 g - Partícula 2 : Inclinação - 60° : Com Recobrimento.....	113
Figura A2.39 - Carga 700 g - Partícula 2 : Inclinação - 45° : Com Recobrimento.....	113
Figura A2.40 - Carga 1200 g - Partícula 2 : Inclinação - 45° : Com Recobrimento.....	114

LISTA DE TABELAS

TABELA	PÁGINA
Tabela 2.1 - Correlações indicadas no trabalho de Kurcharski e Kmiéc (06).....	26
Tabela 3.1 - Dimensões das Partículas Utilizadas.....	48
Tabela 3.2 - Características do Leito de Partículas.....	49
Tabela 3.3 - Tomada de dados durante uma corrida sem recobrimento.....	54
Tabela 3.4 - Tomada de dados durante uma corrida com recobrimento.....	56
Tabela 4.1 - Leito com ângulo de 60° - Partícula 1.....	58
Tabela 4.2 - Leito com ângulo de 45° - Partícula 1.....	59
Tabela 4.3 - Leito com ângulo de 30° - Partícula 1.....	59
Tabela 4.4 - Leito com ângulo de 60° - Partícula 2.....	60
Tabela 4.5 - Leito com ângulo de 45° - Partícula 2.....	60
Tabela 4.6 - Comparação dos dados experimentais com os calculados pela equação (37).....	78
Tabela 4.7 - Comparação dos dados experimentais com os calculados pela equação (38).....	79
Tabela 4.8 - Queda de Pressão de Jorro Estável.....	81

LISTA DE VARIÁVEIS

- a_1 - área seccional do tubo
 a_2 - área seccional do orifício da placa
 C_d - coeficiente de arraste
 c_g - calor específico do gás (ar)
 c_s - calor específico do sólido
 D_c - diâmetro do leito
 D_i - diâmetro da entrada de ar
 $(D_c)_{eq}$ - diâmetro equivalente do leito
 $(D_i)_{eq}$ - diâmetro equivalente da entrada de ar
 d_p - diâmetro da partícula
 E - fator de compressibilidade
 g - aceleração da gravidade
 h_1, h_2 - alturas manométricas
 H_0 - altura do leito
 H_{max} - altura máxima de jorro estável
 K - constante de proporcionalidade
 K_g - condutividade térmica do gás
 $m = a_2/a_1$
 p_1 - pressão estática na linha de circulação de ar
 p_2 - pressão estática na placa de orifício
 Q - vazão mássica de ar
 Q_{ac} - vazão de ar comprimido
 Q_{jm} - vazão de jorro mínimo
 r_c - raio do leito
 t - temperatura
 U_a - velocidade superficial do gás no ânulo
 U_{jm} - velocidade de jorro mínimo
 U_{mf} - velocidade mínima de fluidização
 U_M - velocidade superficial no ponto de queda de pressão máxima
 V - voltagem
 v_1 - velocidade do gás no tubo
 v_2 - velocidade do gás no orifício
 W_s = vazão de solução de recobrimento

Letras Gregas

α - coeficiente de descarga

Δh - variação manométrica

ΔP - queda de pressão

ΔP_f - queda de pressão de fluidização

ΔP_j - queda de pressão de jorro estável

ΔP_{max} - queda de pressão máxima no leito

ε - porosidade

ε_{mf} - porosidade de mínima fluidização

ϕ - esfericidade

γ - ângulo da base inclinada

μ - viscosidade do gás

ρ - massa específica

ρ_g - massa específica do gás

ρ_s - massa específica do sólido

Números Adimensionais

Ar - número de Archimedes = $g d_p^3 \rho_g (\rho_s - \rho_g) / \mu$

Pr - número de Prandtl = $c_g \mu / K_g$

Re_p - número de Reynolds = $U d_p \rho_g / \mu$

Re_m - número de Reynolds em $U = U_M$

RESUMO

No presente trabalho foi realizado o estudo da fluidodinâmica de um leito de jorro bi-dimensional aplicado ao recobrimento de comprimidos.

Inicialmente fez-se o projeto e a montagem experimental. O leito foi montado em acrílico (plexiglass) e com possibilidade de variação do ângulo da base inclinada. A seguir tratou-se da fluidodinâmica sem o recobrimento de partículas, estudando a queda de pressão máxima no leito, a vazão de jorro mínimo e altura máxima de jorro estável.

As partículas utilizadas foram placebos no formato de comprimidos reais. Foram utilizadas duas formas diferentes de comprimidos com diâmetros 0,649 e 0,747 cm. e esfericidades 0,8567 e 0,77.

A seguir passou-se a estudar os parâmetros da dinâmica com recobrimento. Para tanto desenvolveu-se uma solução de recobrimento adequada e verificou-se a influência de sua atomização na queda de pressão no leito. Foram feitas observações preliminares sobre a qualidade do recobrimento e a eficiência do processo.

O próximo passo foi a verificação de correlações presentes na literatura para leitos de jorro convencionais, adaptadas pela definição do diâmetro equivalente ao leito bi-dimensional, para a previsão da queda de pressão máxima e vazão de jorro mínimo. Finalmente foi efetuado um ajuste dos dados experimentais para a obtenção de correlações próprias para os parâmetros citados acima.

ABSTRACT

The present work brings the study carried out on the hydrodynamics of a two-dimensional spouted bed applied to coating of particles.

At first the design and the experimental set-up was handled. The bed was built in plexiglass with the possibility of varying the angle of the slanted base. Later the hydrodynamics without the coating of particles was treated, studying the maximum pressure drop, the minimum spouting velocity and the maximum spoutable height.

The used particles were placebos in the shape of real tablets. Two different shapes of tablets were used with diameters equal to 0.649 and 0.747 and sphericity equal to 0.8567 and 0.77.

As for the hydrodynamics with coating of tablets, a suitable coating solution was developed and the influence of its spraying on the bed pressure drop was of special attention. Some preliminary observations were made concerning the quality of coating and the process efficiency.

The next step was the verification of literature correlations for conventional spouted beds, adapted to the two-dimensional configuration by the definition of equivalent diameter for predicting the maximum pressure drop and minimum spouting velocity. Finally an experimental data fit was achieved and proper correlations were obtained for the parameters mentioned above.

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

Os leitos de jorro convencionais já vêm sendo utilizados para secagem de grãos e mais recentemente para o recobrimento de partículas. As partículas são colocadas numa câmara tubular onde um fluxo de ar entra por baixo, formando uma coluna, fazendo as partículas subirem pelo centro e então descerem junto à parede até reentrarem na coluna de ar como mostra a Figura 1.1. Para a aplicação do leito de jorro como recobrimento de partículas, a solução de recobrimento, em forma de jato, é adicionada continuamente e devido ao movimento do leito, às características das partículas e à temperatura do ar, forma-se um filme em torno das partículas.

Um equipamento básico para o recobrimento de partículas em leito de jorro consiste de um soprador, um aquecedor de gás, o leito de jorro propriamente dito, um atomizador para a adição da solução de recobrimento e a linha de transporte da solução até o atomizador.

1.1 - OBJETIVOS DESTA TRABALHO

A grande maioria dos trabalhos com leito de jorro descritos na literatura trata de leitos de jorro cilíndricos, cônicos ou cone-cilíndricos.

A maior dificuldade de se trabalhar com estes tipos de leito foi encontrada quando se deparava com o problema de ampliação de escala, pois esta se mostrava complexa e as vezes inviável.

Analisando algumas modificações na construção do leito, surgiram os leitos tipo fenda e bi-dimensional. Esse último foi extensivamente estudado por M. L. Passos (19) e se mostrou particularmente vantajoso em relação aos leitos convencionais pela

facilidade de ampliação de escala.

O objetivo deste trabalho é, portanto, iniciar o estudo da fluidodinâmica do escoamento de partículas não esféricas, com formato padrão de comprimidos em leito de jorro bidimensional, sem e com recobrimento. Nesse estudo pretende-se obter a perda de carga no leito em função da vazão de ar passando pelo leito, a temperatura de operação, vazão de solução de recobrimento, altura máxima de jorro estável, vazão de jorro mínimo e queda de pressão máxima no leito. Pretende-se também verificar a influência da atomização da solução na queda de pressão do leito. Para isso foi construído, no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem da Unicamp, um sistema experimental para realização dos testes e obtenção dos dados experimentais.

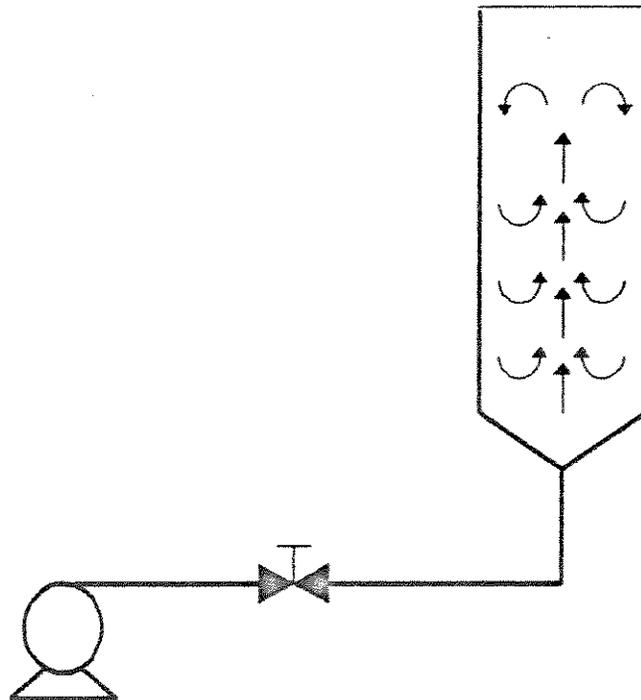


Figura 1.1 - Esquema Simplificado de um Leito de Jorro

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Como foi dito no capítulo anterior, este trabalho engloba o leito de jorro e a operação de recobrimento de comprimidos. Os assuntos serão abordados inicialmente em tópicos diferentes, neste capítulo, para posteriormente, serem abordados em conjunto.

2.1 - Leito de Jorro

Considere-se um recipiente aberto no topo cheio com partículas de tamanho relativamente grande e um fluido entrando verticalmente por uma entrada centralizada na base. Se a vazão de fluido for alta o suficiente, o resultado será um fluxo de partículas subindo rapidamente pelo centro do leito. Estas partículas, depois de atingirem uma certa altura, caem de volta à região anular, descendo junto à parede do recipiente, onde elas viajam lentamente para baixo até reencontrarem o fluxo central e recomeçarem o trajeto. Um movimento cíclico e sistemático de sólidos fica assim estabelecido, dando origem a um sistema fluidodinâmico único que é mais conveniente a certas aplicações que outras configurações sólido-fluido.

O sistema acima, mostrado na Figura 2.1, é chamado leito de jorro, a região central é chamada de jorro e a região periférica de anular.

O termo leito de jorro foi criado por Gishler e Mathur (13). Esta técnica foi desenvolvida primeiramente para a secagem do trigo, que possibilitou a utilização de ar quente sem que ficasse prejudicada a qualidade dos grãos. A partir daí, foi possível mostrar um uso muito mais amplo dessa técnica. Esses pesquisadores estudaram as características de um leito de jorro usando uma variedade de sólidos com ar e água como fluidos.

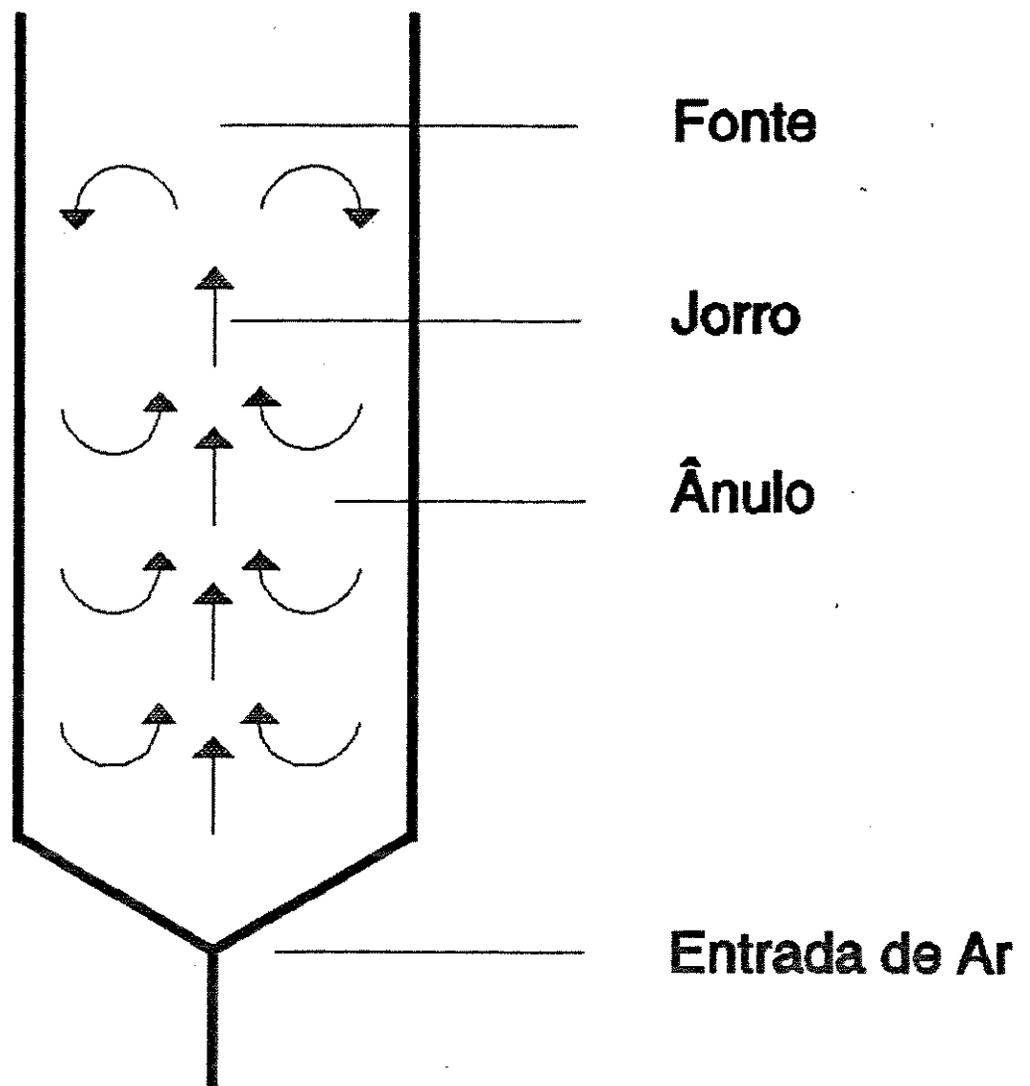


Figura 2.1 - Diagrama Esquemático de um Leito de Jorro

O primeiro leito de jorro comercial foi instalado em 1962 no Canadá, para a secagem de ervilhas e lentilhas, e desde então, unidades de leito de jorro têm sido instaladas em vários países para uma variedade de outras aplicações, incluindo cristalização evaporativa, granulação, mistura de sólidos, resfriamento e recobrimento de partículas (12).

2.1.1 - Obtenção do Movimento de Jorro

O jorro é um fenômeno visível, ocorre numa faixa definida de velocidade de gás, para uma combinação dada de gás, sólidos e configuração do leito. A Figura 2.2 ilustra a transição de um leito fixo para um leito de jorro, depois para um leito borbulhante e para o regime "slugging".

Os regimes de escoamento e as transições citadas podem ser representadas quantitativamente em gráfico de altura do leito - velocidade do gás como mostram as Figuras 2.3 a, b, c e d.

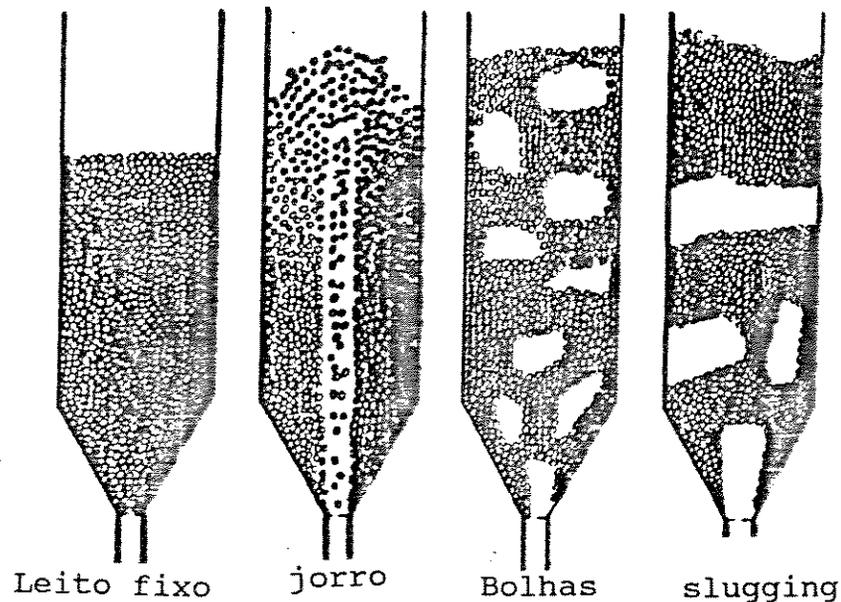


Figura 2.2 - Transição de fase com aumento de fluxo de gás

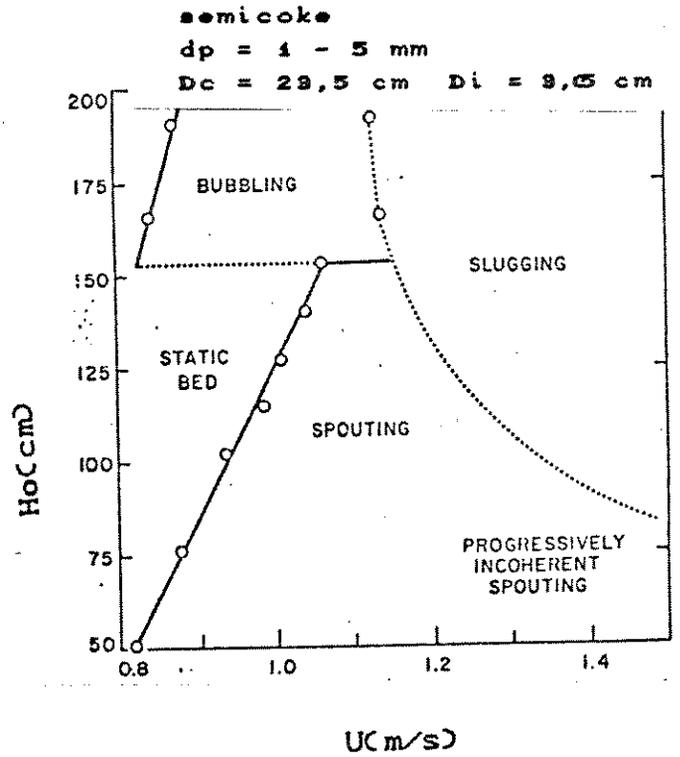
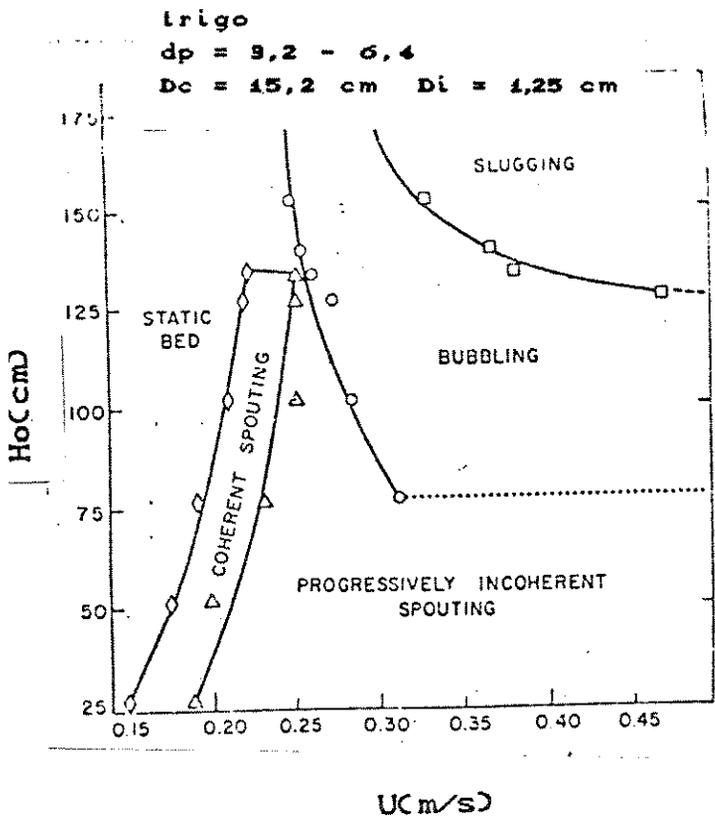
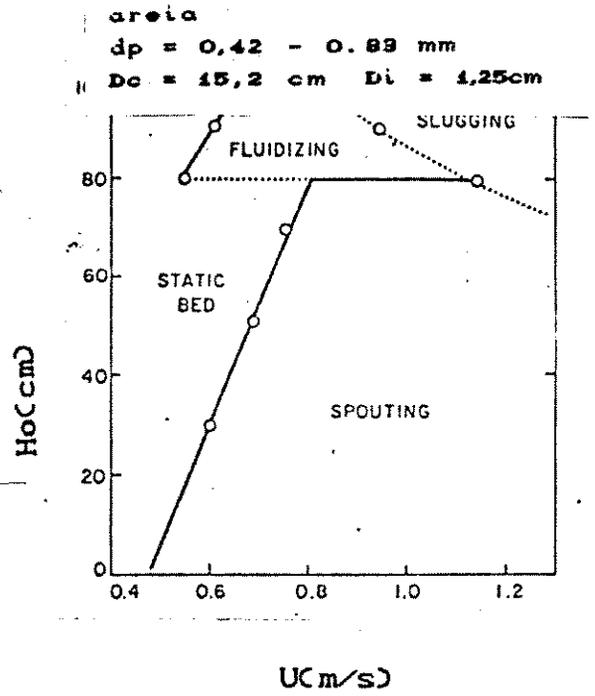
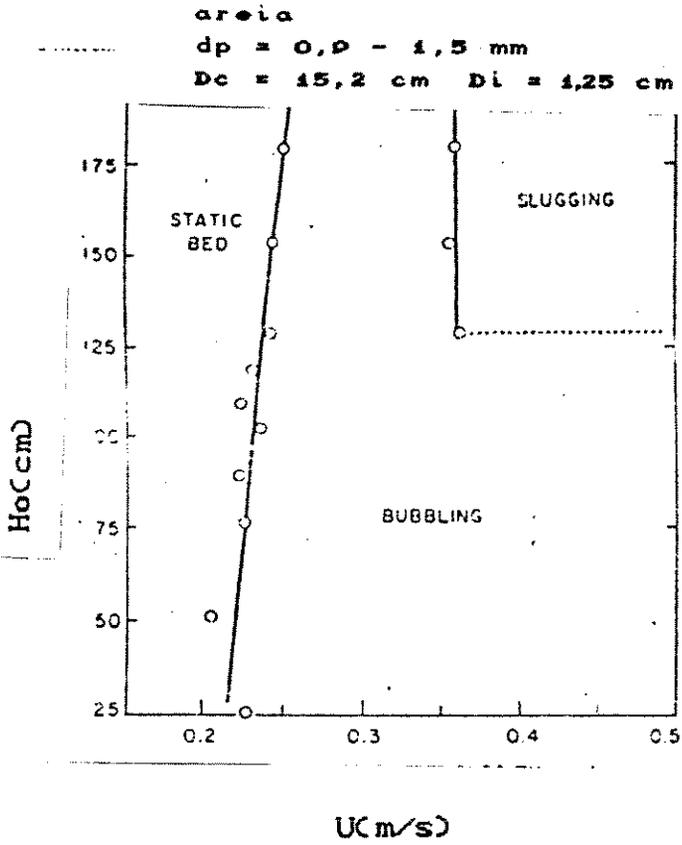


Figura 2.3 - Diagramas de fase

2.1.2 - Fluidodinâmica do Processo

O mecanismo de transição de um leito estático para um leito de jorro é melhor descrito com referência ao gráfico de queda de pressão no leito - velocidade superficial do gás à entrada do leito. A seguinte sequência de eventos é observada, conforme mostra a Figura 2.4:

(1). a baixas vazões, o gás simplesmente passa sem perturbar as partículas, a queda de pressão aumenta com o aumento do fluxo de gás. (região A-B);

(2). para um dado valor da vazão, o jato se torna suficientemente alto para empurrar as partículas na vizinhança da entrada de ar, causando a formação de uma cavidade imediatamente acima da entrada de ar, formando um arco compactado que oferece grande resistência ao fluxo de gás. A queda de pressão continua a aumentar;

(3). com mais um pequeno aumento da vazão de gás, a cavidade se alonga para um jorro interno, o arco de sólidos compactados ainda existe sobre o jorro interno, de forma que a queda de pressão no leito aumente até o seu valor máximo no ponto B. A velocidade superficial correspondente é denotada U_m ;

(4). quando a vazão é aumentada além do ponto B, a altura da cavidade interna se torna grande em comparação ao leito empacotado acima dela. A queda de pressão cai seguindo a linha B-C;

(5). quando o ponto C é atingido, uma quantidade de partículas já foram tiradas da região central e ocorre uma expansão do leito;

(6). com um pequeno aumento da vazão além do ponto C, que é chamado de jorro incipiente, o jorro interno rompe a superfície do leito. Quando isso ocorre, a concentração de sólidos na região diretamente acima do jorro interno diminui abruptamente, causando uma diminuição da queda de pressão ao ponto D, onde o leito se torna móvel e o jorro estável se instala;

(7). Aumentando-se ainda mais a vazão, o gás adicional simplesmente passa pela região do jorro, tornando a fonte mais alta sem qualquer efeito significativo na queda de pressão total. Portanto, a queda de pressão além do ponto se mantém constante.

Os valores da velocidade de jorro incipiente (C) e do início do jorro (D) não são exatamente reproduzíveis. Uma velocidade mais facilmente reproduzível é a velocidade de jorro mínimo que é obtida diminuindo-se a velocidade do gás lentamente. O leito se mantém em jorro até o ponto C', que representa a condição de jorro mínimo. Uma pequena redução da velocidade do gás causa o colapso do jorro e a queda de pressão muda para B'. Diminuindo-se mais a vazão, a queda de pressão cai de acordo com B'-A. Contudo, a curva principal agora fica abaixo da obtida com o aumento da vazão, visto que a energia requerida pelo gás para penetrar nos sólidos não é mais consumida durante o colapso do jorro.

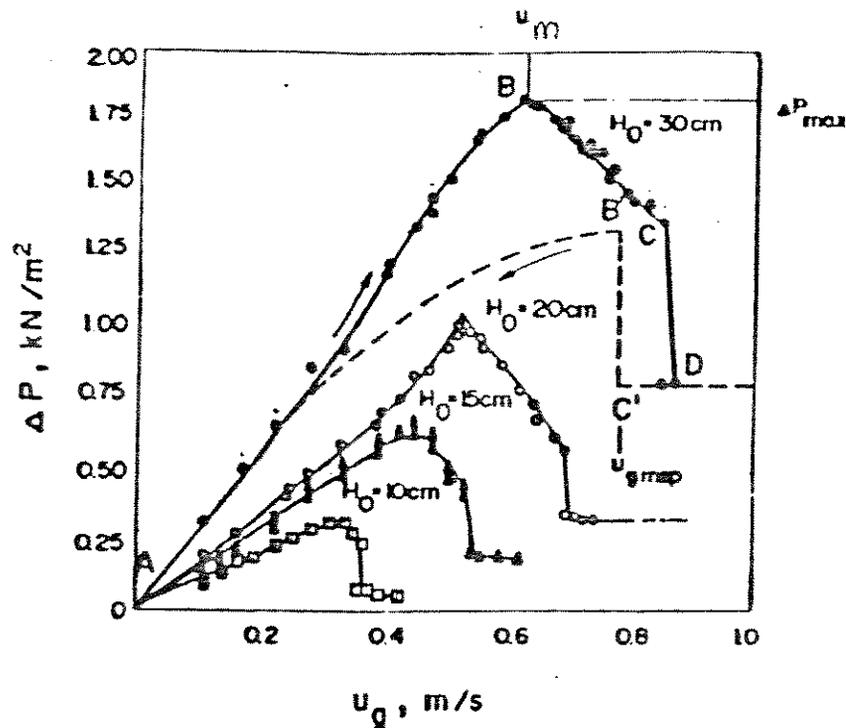


Figura 2.4 - Curva típica de Queda de Pressão no leito - Velocidade Superficial do Gás

2.1.3 - Queda de Pressão Máxima

O pico na queda de pressão, que ocorre na curva de queda de pressão versus vazão de gás, pode ser atribuído à energia requerida pelo gás para romper o leito empacotado e formar um jorro interno na parte inferior do leito. Se este jorro interno vai se desenvolver para um leito de jorro estável ou não, dependerá de condições, tal como tamanho de partícula, diâmetro do orifício de entrada de ar, altura do leito, etc. serem satisfeitas.

Malek e Lu (10) baseados em dados de vários materiais sólidos em colunas de 10-30 cm de diâmetro, com profundidades de leito maiores que o valor do diâmetro, chegaram à simples relação de que a queda de pressão máxima é aproximadamente igual ao peso do leito por unidade de área seccional. Esta relação, primeiramente proposta por Becker (01) e mais tarde por Pallai e Nemeth (18) é equivalente à :

$$\Delta P_{\max} = H_0(\rho_s - \rho_g)(1 - \epsilon)g = H_0\rho_b g \quad (1)$$

A queda de pressão em leitos cônicos têm recebido a atenção de vários estudos soviéticos. Gelperin et al (03) obtiveram valores experimentais de ΔP_{\max} que em alguns casos foram de duas a três vezes maiores que o peso do leito. A partir de estudos empíricos chegaram a seguinte correlação:

$$\frac{\Delta P_{\max}}{H_0\rho_b g} = 1 + 6,65 \left(\frac{D_c}{D_i} \right)^{2,54} \left(\frac{D_c}{D_i} - 1 \right) \left(\text{tg}(\gamma/2) \right)^{-0,18} \quad (2)$$

A faixa de variáveis coberta foi $\gamma = 10^\circ - 60^\circ$ e $H_0 = 10 - 25$ cm., o diâmetro de entrada restrito a 5 cm. e o material sólido à quartzo de 0,16-0,28 mm. O termo D_c é relacionado geometricamente às outras dimensões do cone pela equação:

$$D_c = D_i + 2H_0 \text{tg}(\gamma/2) \quad (3)$$

Mukhlenov e Gorshtein (15), que também trabalharam com leitos cônicos, discutiram que a razão da queda de pressão máxima e a queda de pressão de jorro estável deveria ser correlacionada com a geometria do sistema e propriedades do gás e sólidos. A partir da análise dimensional, eles chegaram à seguinte correlação empírica utilizando dados experimentais:

$$\frac{\Delta P_{\max}}{\Delta P_j} = 1 + 6.651 \left(\frac{H_0}{D_i} \right)^{1,2} \left(\operatorname{tg}(\gamma/2) \right)^{0,5} (\operatorname{Ar})^{0,2} \quad (4)$$

onde Ar , o número de Archimedes, depende das propriedades do gás e do sólido. A faixa de dados da equação acima é a seguinte: $\gamma = 12^\circ - 60^\circ$; $D_i = 1,03 - 1,29$ cm.; $H_0 = 3 - 15$ cm.; $d_p = 0,5 - 2,5$ mm. e $\rho_s = 0,98 - 2,36$ g/cm³.

Nicolaev e Golubev (17) propuseram uma aproximação para a razão $\Delta P_{\max}/\Delta P_j$ para leitos cônicos dentro da faixa de 1,5-2,0.

2.1.4 - Queda de Pressão de Jorro

Em comparação com o leito fluidizado, ΔP_j é sempre menor que a queda de pressão que haveria se os mesmos sólidos fossem fluidizados. A partir de considerações teóricas pode se mostrar que para a altura máxima de jorro, a queda de pressão de jorro é uma razão fixa da correspondente queda de pressão de mínima fluidização dada por:

$$\Delta P_f = H_{\max}(\rho_s - \rho_g)(1 - \epsilon_{mf})g \quad (5)$$

Foi colocado inicialmente por Mathur e Gishler (13) que o gradiente de pressão no ânulo, em qualquer nível, depende da velocidade do gás através do ânulo naquele nível. Visto que o ânulo é essencialmente um leito empacotado, tem-se que em qualquer nível anular

$$\frac{dp}{dz} = KU_a^n \quad (6)$$

onde n é um índice de regime de fluxo que varia de 1, para fluxos viscosos, a 2, para fluxos completamente turbulentos. Mas para $z = H_{\max}$, $U_a = U_{mf}$ e $(dp/dz) = (dp/dz)_{mf}$

$$\left(\frac{dp}{dz} \right)_{mf} = K U_{mf} \quad (6a)$$

Combinando as equações (5), (6), (6a) e assumindo que não ocorra nenhuma mudança no regime de fluxo e portanto, nos valores de K e n , obtém-se

$$\left(\frac{dp}{dz} \right) = \left(\frac{U_a}{U_{mf}} \right)^n (\rho_s - \rho_g)(1 - \epsilon_{mf})g \quad (6b)$$

A integração da equação (6b) requer o conhecimento de n e da velocidade reduzida, (U_a/U_{mf}) , em função de z/H_{\max} . Mamuro e Hattori (11) propuseram $n = 1$, e chegaram ao seguinte perfil de velocidade no ânulo:

$$\frac{U_a}{U_{mf}} = 1 - \left[1 - \left(\frac{z}{H_{\max}} \right) \right]^3 \quad (7)$$

Utilizando a equação (7) e integrando (6b) de $z = 0$ a $z = H_{\max}$ obtém-se a equação (5b) para queda de pressão no leito para $H = H_{\max}$.

$$\Delta P_j = (\rho_s - \rho_g)(1 - \epsilon_{mf})g(3/4 H_{\max}) \quad (5b)$$

Um valor mais baixo foi encontrado por Lefroy e Davidson (09), que propuseram $\Delta P_j/\Delta P_{mf} = 0,643$.

2.1.5 Velocidade de Jorro Mínimo

A velocidade mínima de fluido em que um leito permanecerá em jorro depende das propriedades do sólido e do fluido e também da geometria do leito. Numa coluna cilíndrica, U_{jm} para um dado

material, aumenta com o aumento da altura do leito e com a diminuição do diâmetro, como ilustrado pela Figura 2.5. O tamanho da entrada de fluido também tem influência sobre U_{jm} , embora seja relativamente pequena.

Dentre as correlações desenvolvidas para a predição do valor de U_{jm} , a equação de Mathur e Gishler (13) é considerada suficientemente geral de valor prático :

$$U_{jm} = \left(\frac{d_p}{D_c} \right) \left(\frac{D_i}{D_c} \right)^{1/3} \left(2 g H_o (\rho_s - \rho_g) / \rho_g \right)^{1/2} \quad (8)$$

A equação acima foi desenvolvida com o auxílio de análise dimensional, foi derivada a partir de resultados para um número de materiais de tamanhos variados, jorrados em colunas de 7,6-30,5 cm. de diâmetro. Através dos anos comprovou-se ser válida para uma faixa mais ampla de condições que incluem não somente uma maior variedade de materiais sólidos mas também para colunas de diâmetros de até 61 cm.

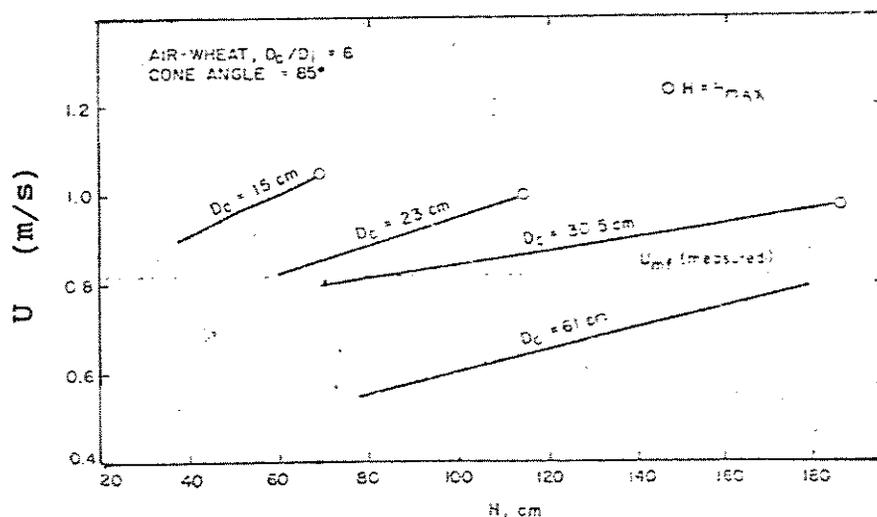


Figura 2.5 - Velocidade de Jorro Mínimo

Quanto ao ângulo da base cônica, que variou de 30° a 85° , nos experimentos realizados, não foi verificado efeito significativo na velocidade de jorro para colunas de até 30,5 cm. de diâmetro. Entretanto, numa coluna de 61 cm. de diâmetro Thorley et al. (25) acharam uma velocidade 10% maior com um cone de 85° que com 45° . Assim em colunas largas os resultados foram melhor correlacionados com o expoente do fator (D_i/D_c) na equação (7) reduzido a 0,23 para ângulos de 45° e 60° e 0,13 para 85° .

Uma outra equação de valor prático confiável é a equação de Becker (01):

$$U_{jm} = U_m \left(1 + s \ln(H_o/H_{max}) \right) \quad (9)$$

onde U_m é obtido a partir da equação (11), dadas as propriedades do fluido e da partícula:

$$C_D \phi = (2600/Re_m) + 22 \quad (10)$$

onde

$$C_D = \frac{4 d_p g (\rho_s - \rho_g)}{3 \rho_s U_m^2} \quad (11)$$

$$e \quad Re_m = d_p U_m \rho_g / \mu \quad (12)$$

As variáveis referentes a geometria da coluna estão relacionadas no coeficiente s , que é dado pela equação empírica abaixo:

$$s = 0,0071 (D_i/D_c) Re_m^{0,295} \phi^{2/3} \quad (13)$$

O valor de H_{max} para a substituição na equação (9) precisa ser calculado por ainda outra equação empírica:

$$\left(H_{max}/d_p \right) \left(d_p/D_c \right) \left(12,2 D_i/D_c \right)^{1,6 \exp(-0,0072 Re_m)} \times \quad (14)$$

$$\times \left[(2600/Re_m) + 22 \right] \phi^{2/3} Re_m = 42$$

Cálculos por este método, de acordo com Becker, são válidos para Re_m de 10-100; H/D_c maiores que 1 e D_i/D_c menores que 0,1.

O conjunto de equações acima foi desenvolvido por Becker (01) baseado não somente nos seus próprios dados experimentais, mas também nos dados de Mathur e Gishler (13). Deve ser notado, contudo, que as equações são inteiramente empíricas e que a faixa de dados coberta por Becker foi a mesma de Mathur e Gishler (13).

Muitas outras equações foram desenvolvidas para o cálculo de U_{jm} , mas os dois métodos acima citados parecem ser os de maior confiabilidade entre eles (12).

2.1.6 - Modificações no Projeto do Leito

O projeto de um equipamento de leito de jorro prevê várias configurações. Classicamente os sistemas mais estudados e utilizados são o leito cilíndrico, leito cônico e leito cone-cilíndrico.

Inicialmente foram utilizados os leitos cilíndricos, e mais tarde os cônicos, discutidos amplamente em Romankov e Rashkovskaya (21).

Dentre as modificações de configuração utilizadas, uma das mais promissoras é a de um leito bi-dimensional, onde o problema de ampliação de escala se reduz à simples extensão de uma dimensão do leito. Um leito de jorro bi-dimensional consiste essencialmente de um recipiente retangular com paredes verticais planas e uma base angulada, que permite uma melhor recirculação de partículas para dentro do jorro, prevenindo a formação de zonas mortas. Vários estudos já foram efetuados com esse tipo de equipamento: Kudra, Mujumdar, Raghavan (05) e Passos (19), que não só estudaram a fluidodinâmica, mas também a transferência de calor gás partícula no leito.

O trabalho realizado por Passos envolveu a construção de um leito bi-dimensional com 20cm. x 1,50cm. de área seccional e 50cm de altura, construído em plexiglass. As partículas utilizadas foram trigo, cevada, linhaça, arroz e partículas plásticas na seguinte faixa $1,90 < dp < 3,92\text{mm}$.

Na análise da dinâmica foi obtida uma expressão para se calcular a velocidade de jorro mínimo em função da queda de pressão de jorro e da altura do leito em condição de jorro mínimo:

$$\frac{\Delta P_j}{H_{mj}} = (72/\cos^2\lambda) f_1 U_{jm} + \bar{D} f_2 U_{jm}^2 \quad (15)$$

onde $\lambda/2$ = ângulo entre o gradiente de pressão aplicado e o eixo da estrutura poro partícula;

$$f_1 = (1 - \varepsilon)^2 \mu / (d_p^2 \phi^2 \varepsilon^2)$$

$$f_2 = (1 - \varepsilon) \rho_g / (d_p \phi \varepsilon^2)$$

\bar{D} = coeficiente de arraste

O parâmetro λ foi calculado experimentalmente, visto que assume um valor diferente para cada tipo de partícula.

Foi também proposta uma expressão para cálculo da queda de pressão de jorro mínimo, a qual envolve as dimensões do leito, da partícula e parâmetros que são determinados experimentalmente para cada sólido.

O trabalho de Passos (19) é o mais abrangente a respeito do leito de jorro bi-dimensional, tendo sido efetuados estudos sobre a aerodinâmica no leito de secagem de grãos.

2.2 - Recobrimento de Comprimidos

Historicamente, uma das primeiras referências a sólidos recobertos aparece na literatura Islâmica. O uso de recobrimento em medicamentos foi provavelmente uma adaptação dos antigos métodos de preservação de alimentos, e publicações francesas do século XV descrevem o recobrimento como um meio de mascarar o gosto dos remédios. Nos meados do século XVII o recobrimento com açúcar foi desenvolvido em considerável extensão ainda na França. Como consequência houve uma rápida aceitação de pílulas recobertas com açúcar tanto no mercado Europeu como nos Estados Unidos. Logo se percebeu que a qualidade do recobrimento com açúcar, em grande escala, poderia ser alcançada nas chamadas "painhas de recobrimento", assim novas companhias farmacêuticas, nos Estados Unidos, foram estabelecidas, tendo pílulas recobertas como maior

parte de sua linha de produção (23).

O equipamento de recobrimento se manteve o mesmo de 1840 até meados dos anos cinquenta, quando o Doutor Wurster, professor da Universidade de Wisconsin, patenteou um recobridor usando suspensão a ar que se aplicou eficientemente ao recobrimento em filme (23).

2.2.1 - Finalidades do Recobrimento

A aplicação de recobrimento a comprimidos é mais um passo no processo de produção, aumentando o custo do produto. No entanto a decisão de recobrir um comprimido é comumente baseada nas seguintes finalidades:

- mascarar o gosto, odor ou cor da droga;
- proporcionar proteção física e química para a droga;
- controlar a liberação da droga do comprimido;
- proteger a droga do meio ácido do estômago com recobrimento resistente;
- incorporar outra droga ou fórmula no recobrimento para evitar incompatibilidades químicas ou proporcionar liberação sequencial de drogas;
- melhorar a elegância farmacêutica usando cores especiais.

2.3 - Tipos de Solução de Recobrimento

Os materiais de recobrimento podem ser uma deposição física do material sobre o substrato do comprimido ou eles podem formar um filme contínuo com uma grande variedade de propriedades, dependendo das formulações de recobrimento (23). Não é possível mencionar todos os polímeros que já foram investigados para o recobrimento. A seguir estão descritos somente alguns dos materiais mais comumente usados pela indústria farmacêutica (23).

- **Materiais Entéricos:** são materiais que resistem ao meio ácido do estômago indo, portanto, se dissolver no intestino. O recobrimento entérico de pílulas e comprimidos já existe por mais de um século. Alguns dos mais importantes motivos para o

recobrimento entérico são os seguintes:

- proteger as drogas do fluido gástrico, isto é, enzimas e certos antibióticos que se degradam no meio ácido;
- prevenir náuseas e problemas gástricos devido a irritação causada por uma droga;
- carregar drogas com local de ação pré-determinado nos intestinos, isto é, antissépticos intestinais poderiam ser levados até os sítios de ação numa forma concentrada e passar pela absorção sistêmica do estômago;
- proporcionar uma liberação lenta da droga.

Os seguintes polímeros entéricos são disponíveis no mercado acetofalato de celulose, polímeros acrilatos, hidroxipropil metilcelulose fitalato, acetato de polivinil fitalato.

Materiais Não-Entéricos: hidroxipropil metilcelulose, metil hidro-etilcelulose, etil celulose, hidroxipropil celulose, povidone, carboximetil celulose de sódio, polietileno glicóis, polímeros acrilatos.

Um material de recobrimento deve ter as seguintes propriedades:

- resistência a fluidos gástricos;
- pronta susceptibilidade ou permeabilidade aos fluidos intestinais;
- compatibilidade com a maioria dos componentes da solução de recobrimento e drogas;
- estabilidade, sozinho e na solução, com relação ao tempo;
- formação de um filme contínuo;
- não ser tóxico;
- ter baixo custo e
- facilidade de aplicação com equipamento especializado.

Em adição aos polímeros, fazem parte das soluções de recobrimento, os solventes, os plastificantes, os corantes e os opacificantes.

2.3.1 - Solventes Utilizados nas Soluções de Recobrimento

A função primária de um solvente é dissolver ou dispersar os

polímeros e outros aditivos e transportá-los para a superfície do substrato.

Os solventes mais amplamente usados, sozinhos ou em solução são: água, etanol, metanol, isopropanol, clorofórmio, acetona, metil-etil-acetona e cloreto de metileno. Por causa de considerações econômicas e do meio ambiente, a água é o solvente mais indicado. Contudo, vários polímeros não podem ser aplicados a partir de sistemas aquosos, assim como drogas que hidrolizam com facilidade, em presença de água, podem ser mais facilmente recobertas com materiais de base não aquosa.

2.3.2 - Plastificantes

A qualidade de um filme pode ser modificada por meio de técnicas plastificantes, internas ou externas. Plastificação interna significa modificação química do polímero básico, o que altera as propriedades do polímero. Plastificação externa é a inclusão de aditivos à solução de recobrimento a fim de que o efeito desejado, quanto a formação do filme seja atingido. Um plastificante externo pode ser um líquido não volátil ou outro polímero, que quando incorporado ao polímero primário, muda a flexibilidade, força de tensão, ou propriedades de adesão do filme resultante. Normalmente os plastificantes externos são mais usados.

Muitas vezes uma combinação de plastificantes se faz necessária. A quantidade e tipo de plastificantes utilizados são normalmente fornecidos pelo fabricante do polímero básico. Uma otimização da concentração do plastificante deve ser feita baseada na presença de outros aditivos como corantes, essências, opacificantes, etc. Recomenda-se que a fração de plastificante em relação ao polímero básico esteja entre 1 e 50%. Alguns dos plastificantes mais usados são: castor oil, propileno glicol, glicerina, surfactantes, isto é, polisorbatos (tweens) e ésteres de ácidos orgânicos.

2.3.3 - Corantes

Os corantes são usados para proporcionar cor distintiva e elegância ao comprimido. Eles devem ser solúveis no solvente ou suspensos como talcos insolúveis. A variação de cor num produto pode ser detectada facilmente pelo farmacêutico e pelo cliente, portanto as cores devem ser reprodutíveis e estáveis.

A concentração de corante na solução depende da cor desejada. Se é desejada uma cor clara deve-se usar uma concentração menor que 0,01%. No entanto, se é desejada uma cor mais forte, pode-se usar até um pouco mais de 2% de corante. Materiais inorgânicos (óxido de ferro) e materiais corantes naturais (caramelo, carotenóides, clorofila, ácido cármico, etc) são usados como corantes.

2.3.4 - Opacificantes

Opacificantes são pós inorgânicos muito finos usados na solução de recobrimento para se conseguir cores mais opacas e aumentar a cobertura do filme. Esses opacificantes podem proporcionar um recobrimento branco ou mascarar a cor do comprimido. Corantes são mais caros que essas matérias inorgânicas, e menos corante é necessário quando os opacificantes são usados. O material mais comumente usado para esse propósito é o dióxido de titânio. Também se utiliza silicatos, carbonatos e hidróxido de alumínio.

2.4 - Equipamentos Para Recobrimento de Comprimidos

Os princípios do recobrimento de comprimidos são relativamente simples. Recobrimento de comprimidos é a aplicação de uma solução de recobrimento a um leito móvel de comprimidos com o uso simultâneo de ar aquecido para facilitar a evaporação do solvente. A distribuição do recobrimento é conseguida pelo movimento ou perpendicular (painéis de recobrimento) ou vertical (recobridor com suspensão usando ar) à aplicação da composição do recobrimento.

A maioria dos processos de recobrimento usa um dos três tipos gerais de equipamento: a panela de recobrimento, a panela de recobrimento perfurada, ou leitos móveis, chamados pelos farmacêuticos de leitos fluidos. A tendência está em direção à maior eficiência em energia, sistemas automatizados, redução do tempo total de recobrimento e redução da participação do operador no processo de recobrimento. Além disso, várias companhias farmacêuticas desenvolveram o seu próprio equipamento de recobrimento ou fizeram modificações no equipamento padrão para facilitar o seu processo de recobrimento particular. A maioria dos sistemas, contudo, estão baseados nos três processos mencionados acima.

2.4.1 - Recobrimento em Panela Convencional ou Drageadeira

O sistema de panela de recobrimento consiste de uma panela de metal montada de forma angular. As panelas industriais têm de 20 a 150 cm. em diâmetro e são rodadas sobre um eixo horizontal ou levemente inclinado conforme mostrado na Figura 2.6. O ar aquecido é dirigido para dentro da panela sobre a superfície do leito de comprimidos e esgotado por meio de tubos posicionados na frente da panela. A Figura 2.7 mostra o equipamento descrito. A solução de recobrimento é aplicada aos comprimidos manualmente por um jateamento da solução sobre o leito rotativo de comprimidos. O uso do sistema de atomizador para espalhar o material de recobrimento líquido sobre os comprimidos produz uma distribuição mais rápida e uniforme da solução ou suspensão. O uso do spray pode reduzir significativamente o tempo de secagem e permite uma aplicação contínua da solução em recobrimento tipo filme.

Uma melhoria significativa na eficiência de secagem da panela de recobrimento convencional, foi alcançada pelo sistema de espada de imersão e de tubo de imersão, como mostram as Figuras 2.8 e 2.9. Esse sistema possui um difusor que distribui o ar uniformemente sobre a superfície do leito de comprimidos. Com o sistema de espada de imersão, o ar é introduzido através de uma espada de metal perfurada imersa no leito de comprimidos.

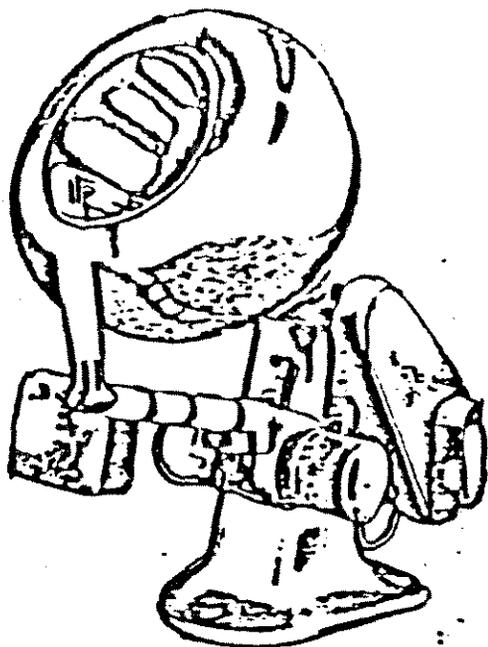


Figura 2.6 - Painel de Recobrimento Convencional

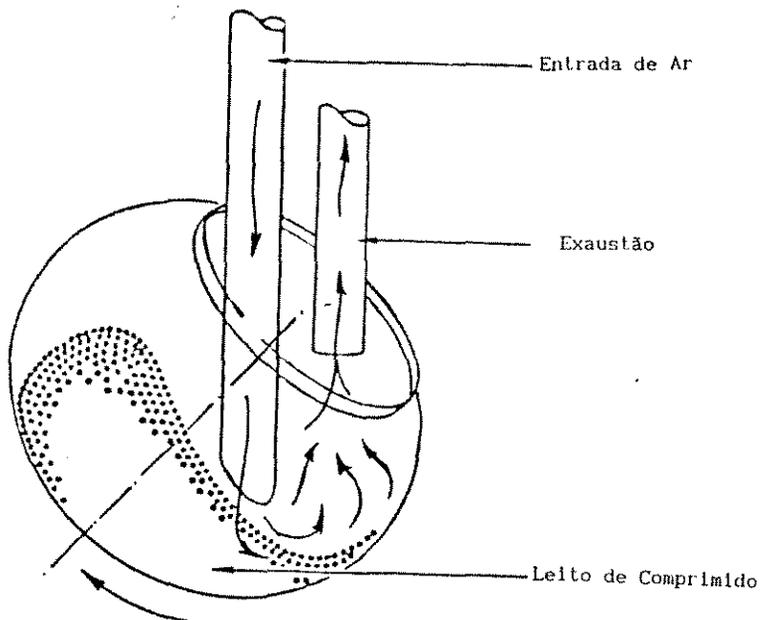


Figura 2.7 - Diagrama de uma Painel de Recobrimento convencional

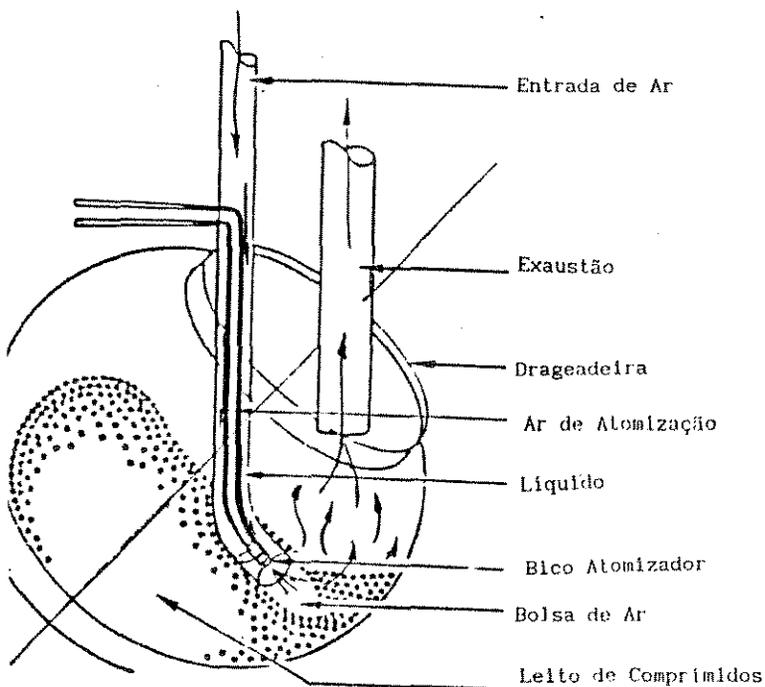


Figura 2.9 - Esquema Simplificado de

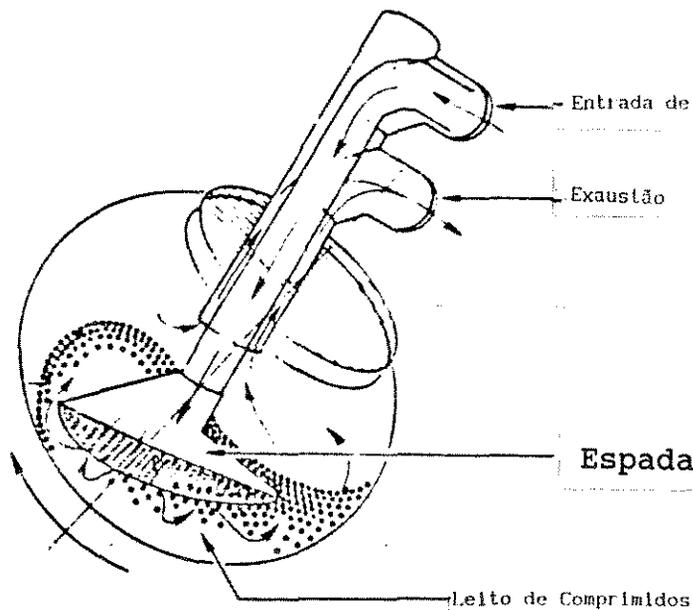


Figura 2.8 - Esquema Simplificado d

2.4.2 - Recobrimento em Painelas Perfuradas

Em geral, todo equipamento desse tipo consiste de uma panela perfurada ou parcialmente perfurada que roda sobre um eixo horizontal ou inclinado dentro de um sistema fechado. Nesse equipamento, o ar de secagem é direcionado para dentro da panela, passa pelo leito de comprimidos e é expelido pelas perfurações, como mostram as Figuras 2.10 e 2.11. Nesse sistema a solução de recobrimento é aplicada à superfície do leito rotativo através de bicos atomizadores que são posicionados dentro da panela. Esses recobridores são eficientes, com grande capacidade de recobrimento e podem ser completamente automatizados, embora o tempo da batelada seja ainda bastante grande.

2.4.3 - Recobrimento em Leitos Móveis

Na década de 50 um novo tipo de equipamento de recobrimento foi introduzido pelo Dr. Wurster (27) e este ficou conhecido como processo Wurster. O equipamento envolve um recipiente cilíndrico onde são colocados os comprimidos e uma corrente de ar quente é distribuída pelo leito provocando assim o movimento das partículas, como na Figura 2.12. A solução de recobrimento é jateada sobre o leito de partículas através de um bico atomizador colocado no fundo do recipiente. A circulação, provocada pelo fluido, proporciona homogeneização e secagem da solução sobre as partículas.

Com vista na melhora da eficiência do equipamento introduzido por Wurster, várias modificações de projeto foram propostas por pesquisadores, como Brudney e Tompin (02) e Ritschel (20), que demonstraram a adequação do recobrimento em leitos móveis.

Singiser, Heiser e Prillig (24) introduziram uma modificação muito importante no processo: a adaptação de uma parte inferior cônica à câmara de recobrimento, fazendo com que o movimento obtido fosse o de um leito de jorro. A Figura 2.13 ilustra o equipamento proposto. Este tipo de equipamento foi analisado e estudado por pesquisadores (13), tendo mostrado, contudo que a otimização do processo depende, ainda hoje, de um projeto adequado

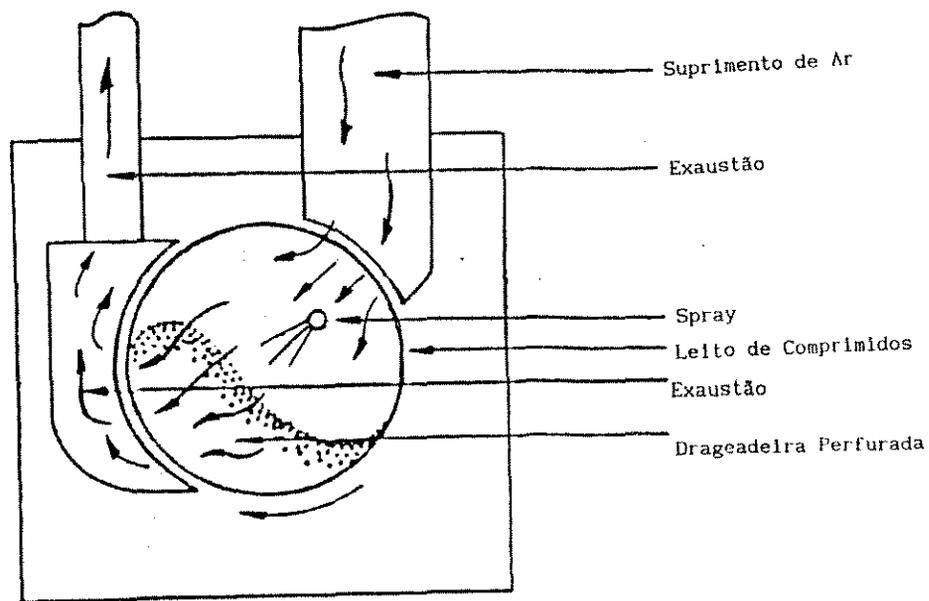


Figura 2.10 - Diagrama de uma Drageadeira Perfurada

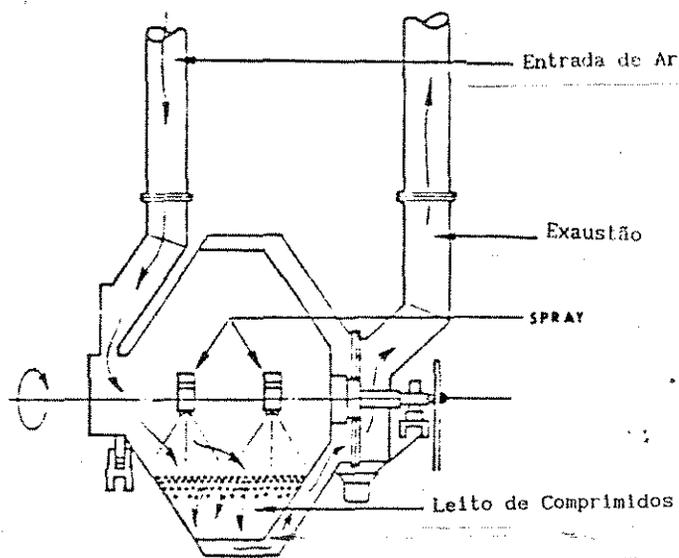


Figura 2.11 - Diagrama Simplificado de um Recobridor

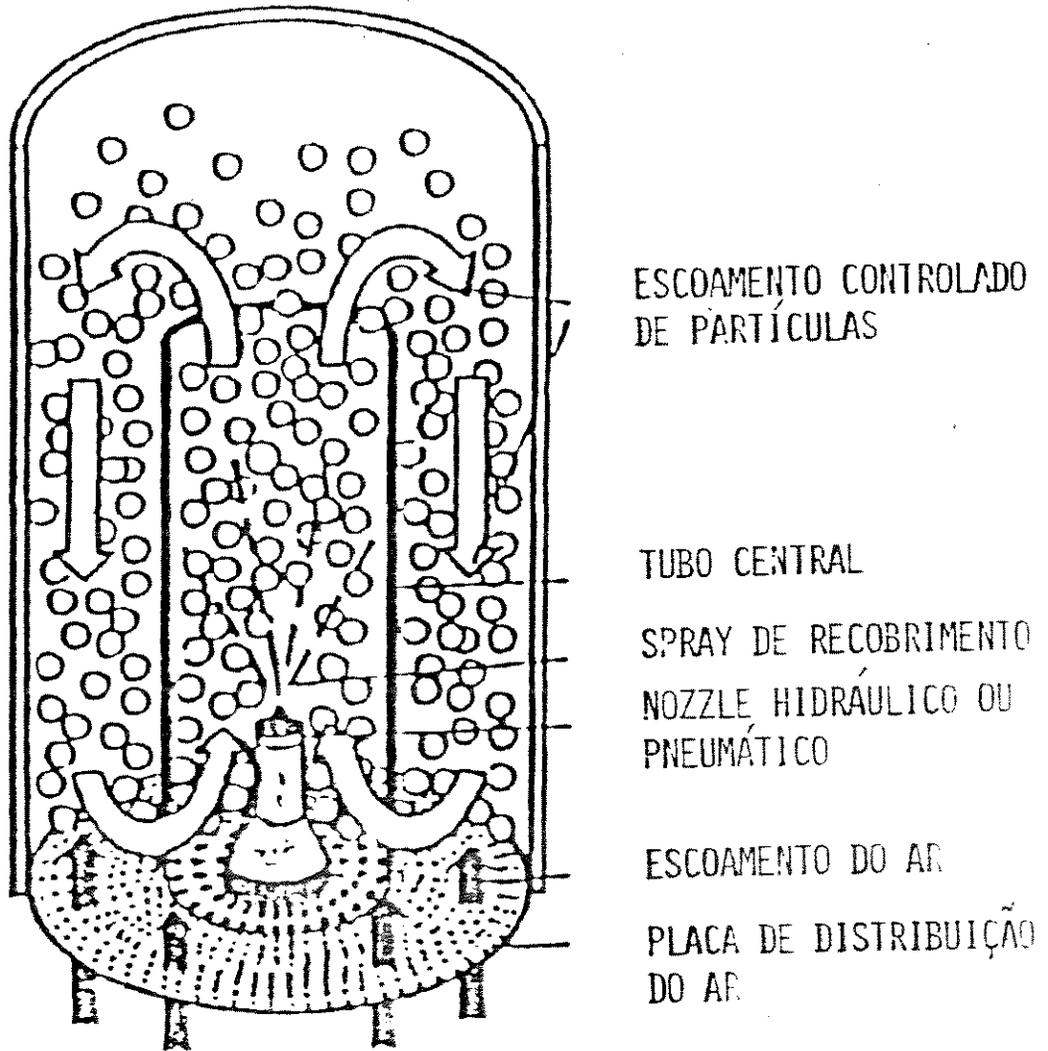


Figura 2.12 - Equipamento de Wurster

principalmente no que diz respeito ao bico atomizador da solução, e também em relação aos parâmetros do processo como vazões de ar e de solução, temperatura do ar, tamanho e forma dos comprimidos.

2.4.4 - Recobrimento de Comprimidos em Leito de Jorro

Kurcharski e Kmiéc (06) iniciaram o trabalho de recobrimento de comprimidos e também os estudos sobre a fluidodinâmica, transferência de calor e massa durante o recobrimento em leito de jorro. Nesses estudos foram utilizados placebos de duas dimensões: 4,0 x 7,0 mm. e 4,3 x 9,0 mm. com esfericidades iguais a 0,978 e 0,866, respectivamente. Foi construído um leito cone-cilíndrico, mas os experimentos foram realizados com comprimidos somente na parte cônica. A parte cilíndrica tinha 30 cm de diâmetro e o orifício de entrada de ar, 8,2 cm. Foi utilizada uma solução de recobrimento a base de açúcar (43,5 %) em água.

Deste primeiro trabalho concluiu-se que as correlações desenvolvidas para o processamento de partículas em leito de jorro cônico sem recobrimento, poderiam ser usadas para se estimar a ordem de grandeza para a queda de pressão máxima, e para o número de Nusselt e Sherwood no processo com recobrimento. As correlações indicadas são mostradas na Tabela 2.1.

Outros trabalhos foram apresentados pelos mesmos autores sobre o recobrimento em leito de jorro, analisando a distribuição de massa e eficiência do recobrimento (07), a cinética da granulação no processo de recobrimento de partículas, e apresentando uma modelagem matemática com um sistema de equações diferenciais obtido através do estabelecimento dos fluxos fluidodinâmicos e dos processos de transferência de calor e massa (08).

Utilizando dados experimentais foi feito também um ajuste, pelo método dos mínimos quadrados para o número de Nusselt, para uma melhoria dos resultados fornecidos pela equação apresentada na Tabela 2.1. O desvio médio absoluto obtido com a correlação, equação (16), foi de 18,7% e máximo de 30% :

$$Nu = 9,4723 Re_p^{0,333} \left(\frac{H_o}{d_p} \right)^{1,031} Ar^{0,2302} (1 - C_s)^{0,7965} \left(\frac{W_s}{Q} \right)^{0,8135} \phi^{0,8326} \quad (16)$$

Tabela 2.1 - Correlações indicadas no trabalho de Kurcharski e Kmiéc (06)

Mukhlenov e Gorshtein (1965)	
$\frac{\Delta P_{max}}{\Delta P_j} = 1 + 6,65 \left(\frac{H_o}{D_i} \right)^{1,2} \left(\text{tg}(\gamma/2) \right)^{0,5} Ar^{-0,2} \quad (17)$	
Kmiéc (1980)	
$\frac{\Delta P_{max}}{H_o \rho_b g} = 1 + 0,206 \exp \left(0,62 \frac{H_o}{r_c} \right) \quad (18)$	
Gelperin et Al (1961)	
$\frac{\Delta P_{max}}{H_o \rho_b g} = 1 + 0,062 \left(\frac{D_c}{D_i} \right)^{2,54} \left(\frac{D_c}{D_i} - 1 \right) \left(\text{tg}(\gamma/2) \right)^{-0,18} \quad (19)$	
onde	$D_c = D_i + 2H_o \text{tg}(\gamma/2)$
Número de Nusselt previsto (01)	
$Nu = 0.0451 Re_p^{0,644} Pr^{0,333} Ar^{0,266} \left(\text{tg}(\gamma/2) \right)^{-0,852}$	
$\left(H_o/d_p \right)^{1,47} \left(D_i/d_p \right)^{1,036} \phi^{-1,922} \quad (20)$	

Com o objetivo de estudar também o recobrimento em leito de jorro, foi efetuado por Santana et al. (22) um equipamento em escala de laboratório com uma carga máxima prevista para 5kg de comprimidos. O leito foi contruído em vidro Pyrex, para facilitar a visualização dos fenômenos. A estrutura do leito é cone-cilíndrica, com diâmetro igual a 16,5 cm. A base cônica tem angulação igual a 60° podendo ser substituída por uma outra de ângulo diferente, visto que não é fixa à parte cilíndrica; a parte inferior do equipamento é removível.

Inicialmente foi estudada a fluidodinâmica do leito de placebos sem recobrimento, com cargas que compreendem leitos cônicos e cone-cilíndricos. Dos experimentos realizados foram obtidos gráficos de queda de pressão - velocidade superficial do gás, e um comportamento análogo ao encontrado sobre leitos de jorro na literatura, como na Figura 2.4 foi observado. Verificou-se ainda que as correlações propostas por Gelperin et al (03), equação (19), para queda de pressão máxima, e Tsvik et al. (26)., equação (21), para a vazão de jorro mínimo, fornecem os menores desvios entre os valores calculados e experimentais. Estes desvios ficaram em torno de 30% para 6 corridas experimentais.

$$Re_{jm} = 0,40 Ar^{0,52} \left(\frac{Ho}{Di} \right)^{1,24} \left(\operatorname{tg}(\gamma/2) \right)^{0,42} \quad (21)$$

No caso do leito cone-cilíndrico, verificou-se que a equação (19), embora desenvolvida para leito cônico forneceu o melhor resultado para a queda de pressão máxima com desvio médio absoluto, DMA, de 6,8%. A equação (21) pôde também ser usada para a vazão de jorro mínimo com DMA = 12,8% e, ainda a equação (22) de Mathur e Gishler (13) se mostrou adequada, fornecendo DMA = 16,2%.

$$U_{jm} = \left(\frac{dp}{Dc} \right) \left(\frac{Di}{Dc} \right)^{1/3} \left(2gHo(\rho_s - \rho_g) / \rho_g \right)^{1/2} \quad (22)$$

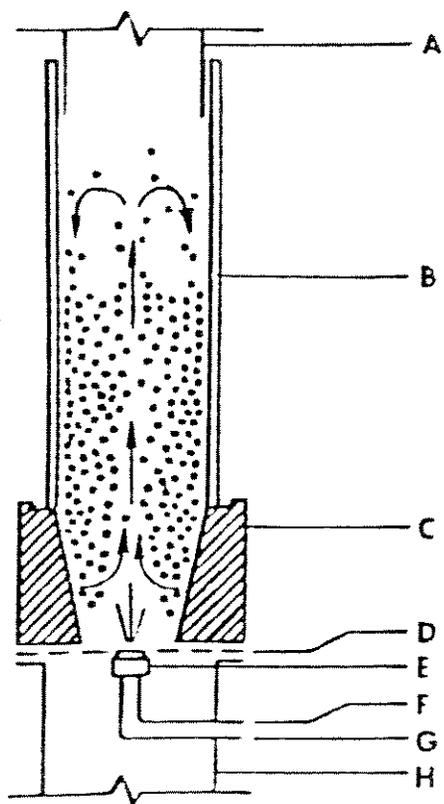
Para complementar o estudo da fluidodinâmica do leito de jorro utilizou-se a equação (23), de Malek e Lu (10), para prever

o valor da altura máxima de jorro estável que apresentou um desvio de 0,3%.

$$\frac{H_{\max}}{D_c} = 336 \left(\frac{D_c}{d_p} \right)^{0,75} \left(\frac{D_c}{d_o} \right)^{0,4} \left(\frac{\rho_g}{\rho_s} \right)^2 \left(\frac{1}{\phi} \right)^2 \quad (23)$$

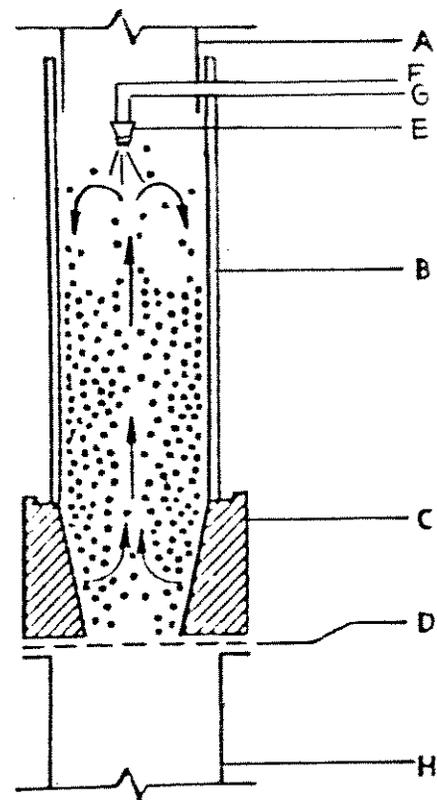
De posse dos valores para vazão de jorro mínimo e altura máxima de jorro estável, obtidos pelas equações citadas, pode-se iniciar o processo de recobrimento para valores de vazão maiores que a vazão de jorro mínimo e altura de leito menor que a altura máxima.

Um recobrimento adequado depende diretamente de alguns parâmetros como a formulação da solução, superfície e composição do comprimido. O atomizador deve ser projetado de forma a evitar problemas na distribuição do tamanho das gotas e obter boa dispersão sobre as partículas. O atomizador pode ser acoplado de três maneiras diferentes ao leito: na base do leito, no topo do leito, e tangencialmente à base do leito. O acoplamento na base pode acarretar problemas no movimento das partículas, por ser colocado junto a placa distribuidora. O tangencial é o mais recente e não se tem ainda uma quantidade de dados sobre o processo que permita analisá-lo. Já o jateamento pelo topo pode ocasionar perda de solução por elutriação, mas facilita a construção e não interfere no movimento dos comprimidos (22). A Figura 2.13 ilustra as várias posições possíveis do atomizador. Apesar das vantagens e desvantagens, a qualidade do produto final é a mesma se houver uma secagem eficiente, o que requer uma boa circulação de sólidos, o que pode ser visto na Figura 2.14.



- Atomização da Solução

na Base do Leito



Atomização do Solução acima do Leito

- A - Exaustão
- B - Câmara de Recobrimento
- C - Parte Inclinada
- D - Tela Suporte
- E - Bico de Atomização
- F - G - Alimentação do Atomizador
- H - Suprimento de Ar

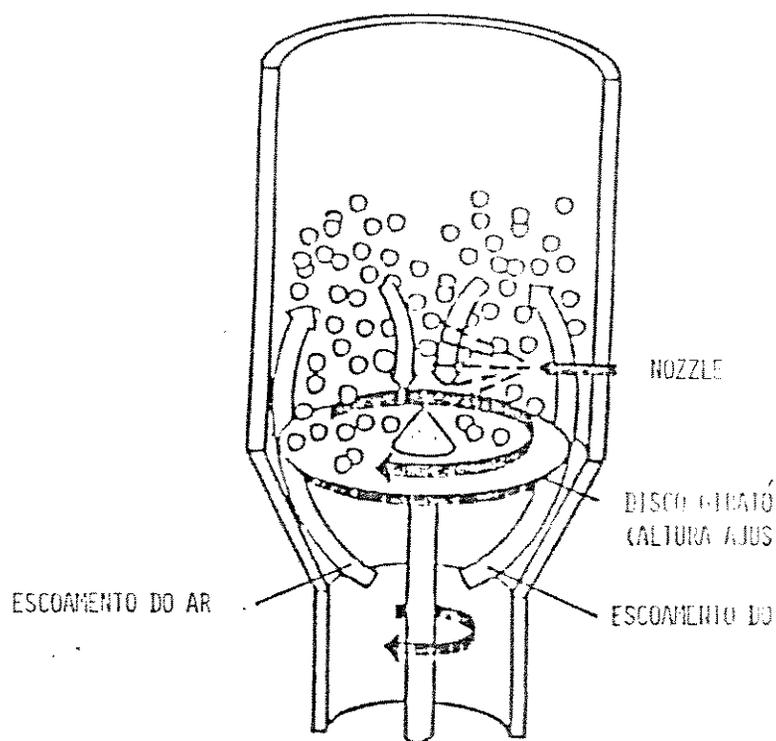


Figura 2.13 - Posições do Bico atomizador.

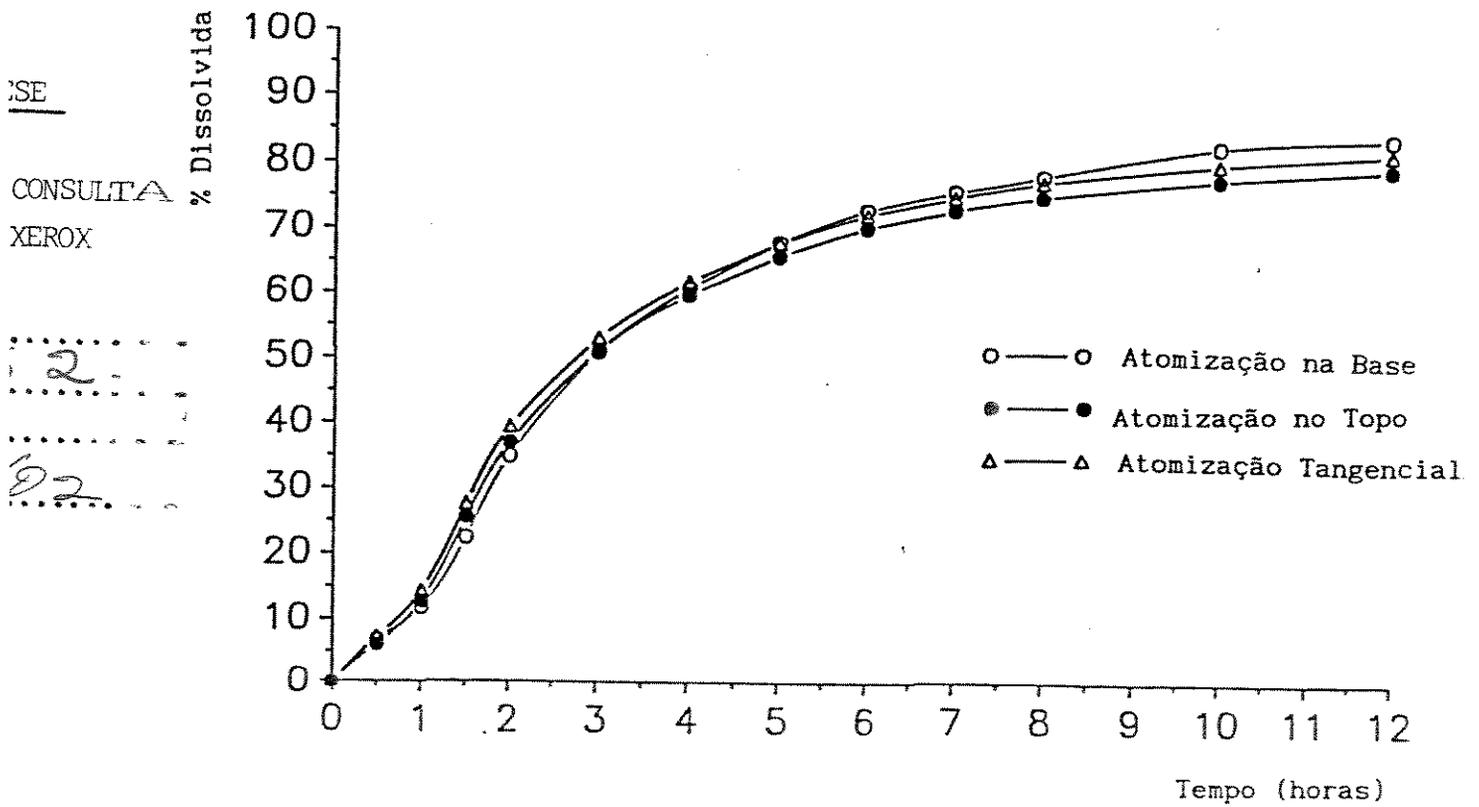


Figura 2.14 - Dissolução de Maleato de Cloro-Fenil-Amina em função do tempo para diferentes posições da atomização no recobrimento dos comprimidos.

CÁPITULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

O sistema experimental utilizado foi projetado e construído no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem da Unicamp, para a realização do presente trabalho. O equipamento consiste basicamente de um leito de jorro bi-dimensional, de um compressor, de sistema de aquecimento elétrico, de um medidor de placa de orifício para as medidas da vazão de ar, de um bico atomizador para aplicação da solução de recobrimento, de uma bomba peristáltica para levar a solução até o bico, de um compressor de ar para fornecer pressão ao bico atomizador, de transdutores de pressão para a leitura da queda de pressão no leito e na placa de orifício, bem como da pressão estática na linha e de termopares para as medidas de temperatura. As Figuras 3.1 e 3.2 mostram o aspecto geral da montagem realizada.

3.1 - Projeto e Construção do Leito

O leito de jorro, propriamente dito, foi projetado visando o estudo de um leito retangular de paredes verticais: um leito bi-dimensional. Este tipo de leito possui uma entrada de ar no centro correndo paralelamente à largura deste. A Figura 3.3 ilustra o leito.

As dimensões utilizadas na construção do leito seguiram as relações entre dimensões indicadas por Kalwar et al. (04) : o comprimento da entrada de ar deve ser sempre igual à largura do leito; e a largura da entrada de ar deve estar compreendida na faixa de $1/6$ a $1/20$ do comprimento do leito. Este tipo de geometria vence os problemas de ampliação de escala e capacidade

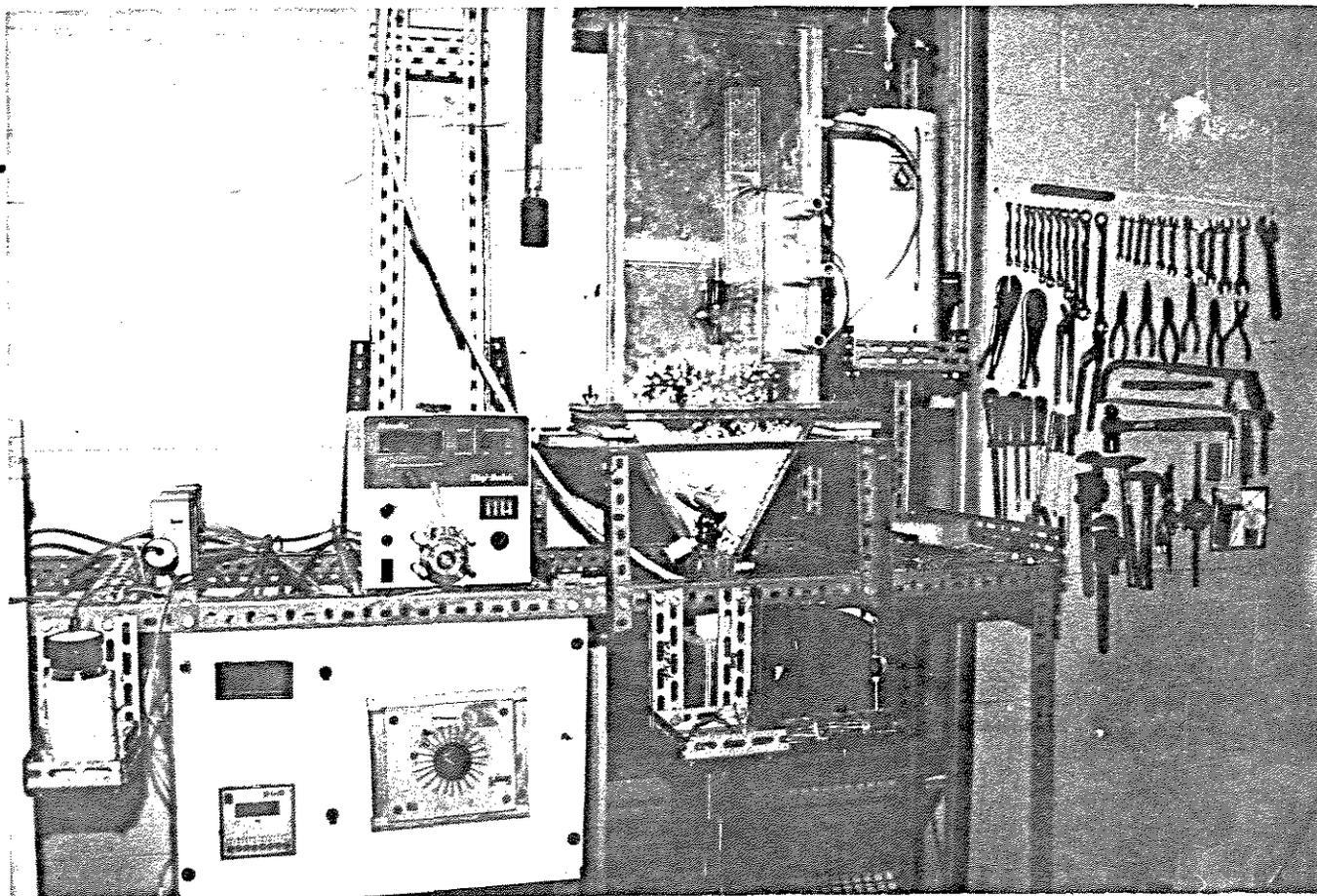


Figura 3.1 - Aspecto geral da montagem realizada

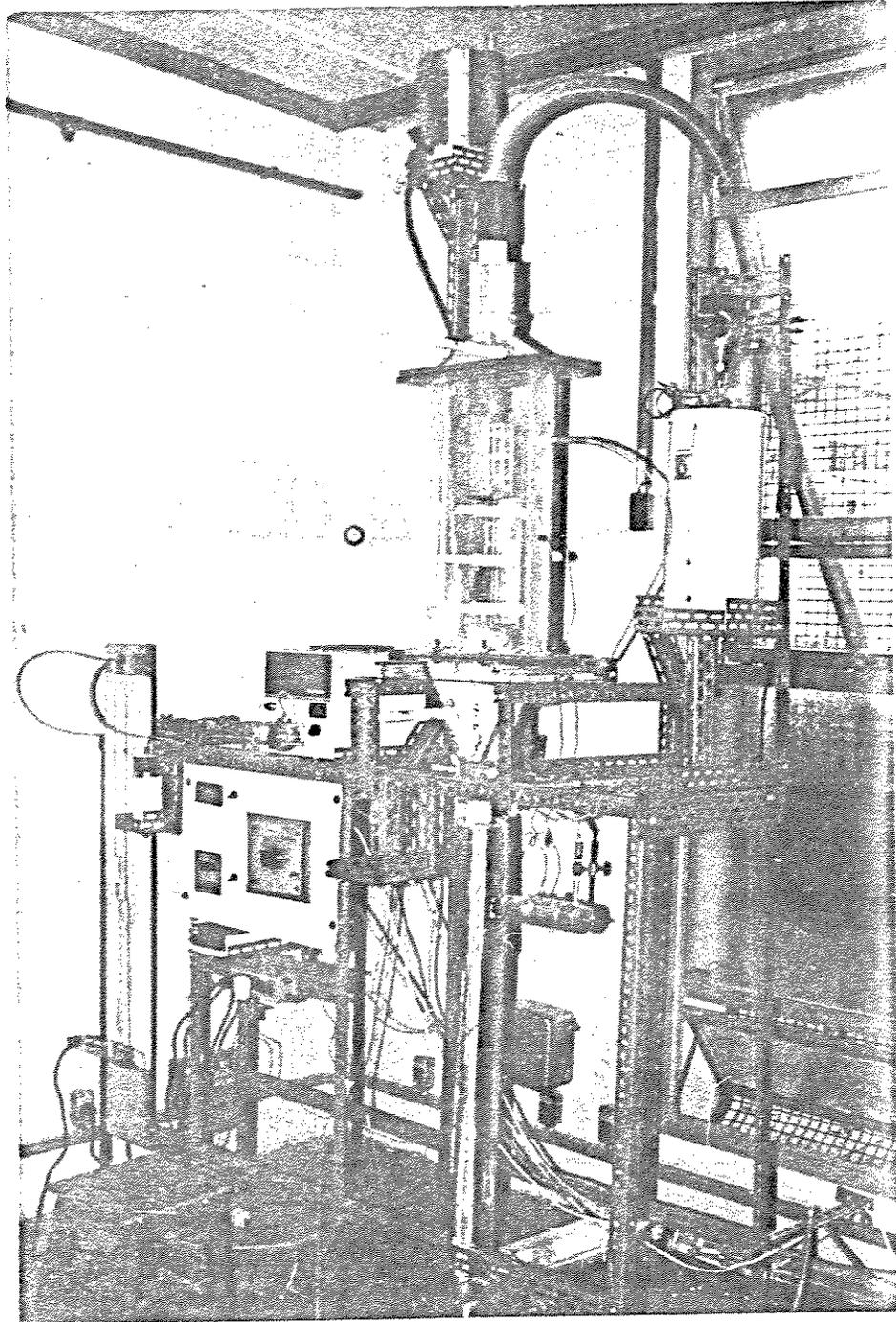
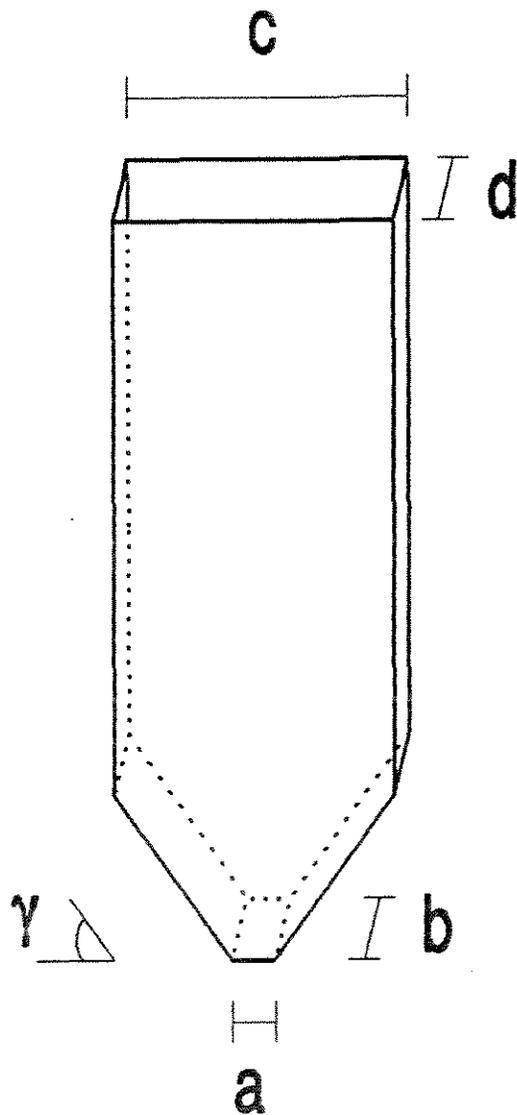


Figura 3.2 - Aspecto geral da montagem realizada



- a - Largura da entrada de ar
- b - Comprimento da entrada de ar
- c - Comprimento do leito
- d - Largura do leito
- γ - Ângulo da base

Figura 3.3 - Esquema do leito bi-dimensional

de secagem encontrados nos leitos cone-cilíndricos convencionais. A relação entre as dimensões utilizadas permite uma circulação adequada de sólidos.

O leito experimental foi construído em acrílico; a altura e comprimento foram mantidos constantes em 60 cm. e 30 cm. respectivamente. A largura do leito também foi mantida constante a 5 cm., e portanto o comprimento da entrada de ar também ficou em 5cm. Para a largura da entrada de ar foi estabelecida uma relação de 1/6, ficando a largura da entrada de ar com 5 cm. A parte inclinada do sistema foi construída de forma a poder ser separada da parte retangular. De acordo com a literatura os ângulos da parte cônica, para os leitos cone-cilíndricos variam entre 30 e 60 graus. Assim foram construídas 3 partes inclinadas distintas para o leito bi-dimensional, com angulações de 30, 45 e 60 graus. Dessa forma, podendo-se acoplar as três partes no sistema houve a possibilidade de estudar a influência da inclinação do leito no movimento das partículas. As figuras 3.4, 3.5, 3.6, 3.7 ilustram o equipamento.

3.1.1 - Sistema de Circulação e Controle da Vazão de Ar

O sistema de circulação de ar é constituído de um compressor com as seguintes especificações: motor de 7,5 cv., deslocamento de $8\text{m}^3/\text{min}$ e pressão máxima de 3700 mmca.

O ar insuflado é o próprio ar atmosférico e o controle da vazão é obtido pelo posicionamento de uma válvula globo instalada na região de descarga do compressor.

A medida da vazão é feita através de um medidor de placa de orifício concêntrico com arestas quadradas e diâmetro igual a 39 mm. localizada à saída do compressor. A vazão de ar é obtida a partir da leitura de transdutores de pressão, que fornecem a queda de pressão na placa e o valor da pressão estática na linha.

A seguinte equação representa a calibração da placa de orifício:

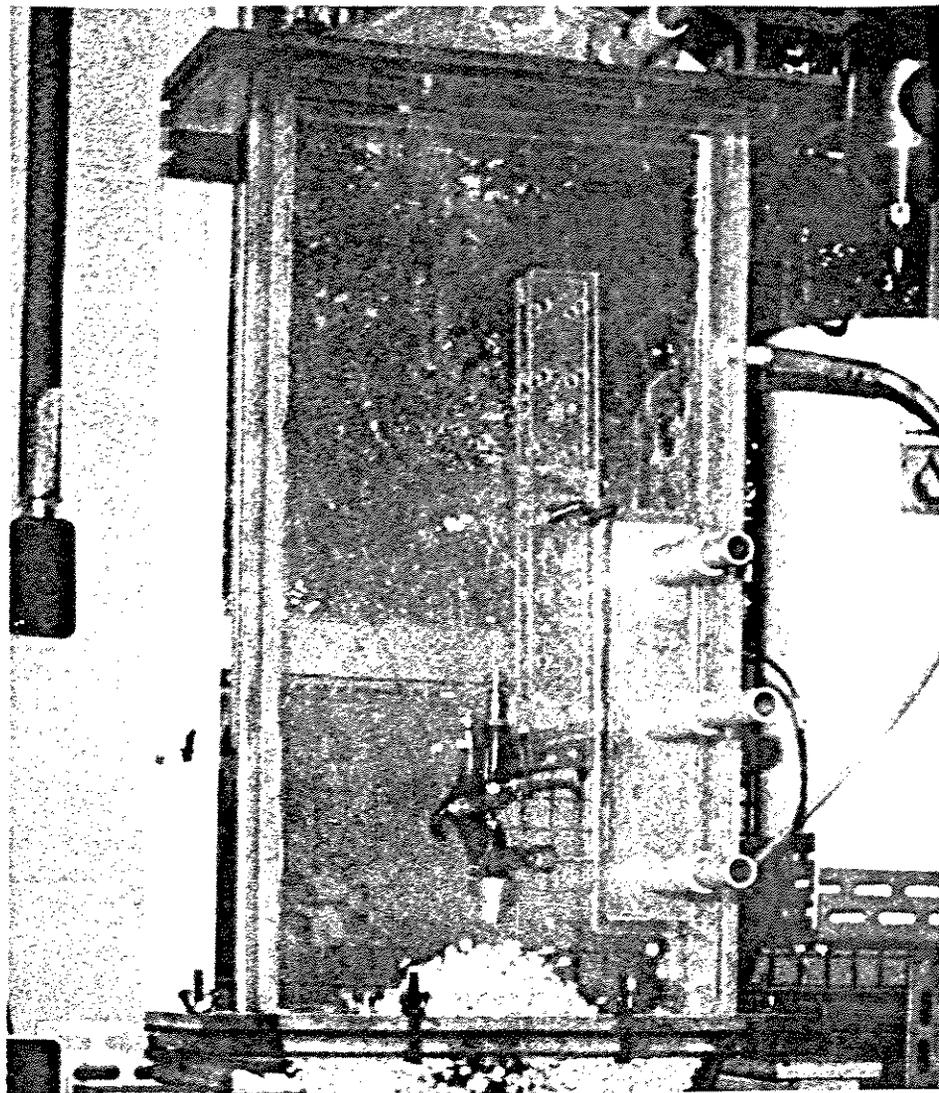


Figura 3.4 - Parte Retangular do Leito

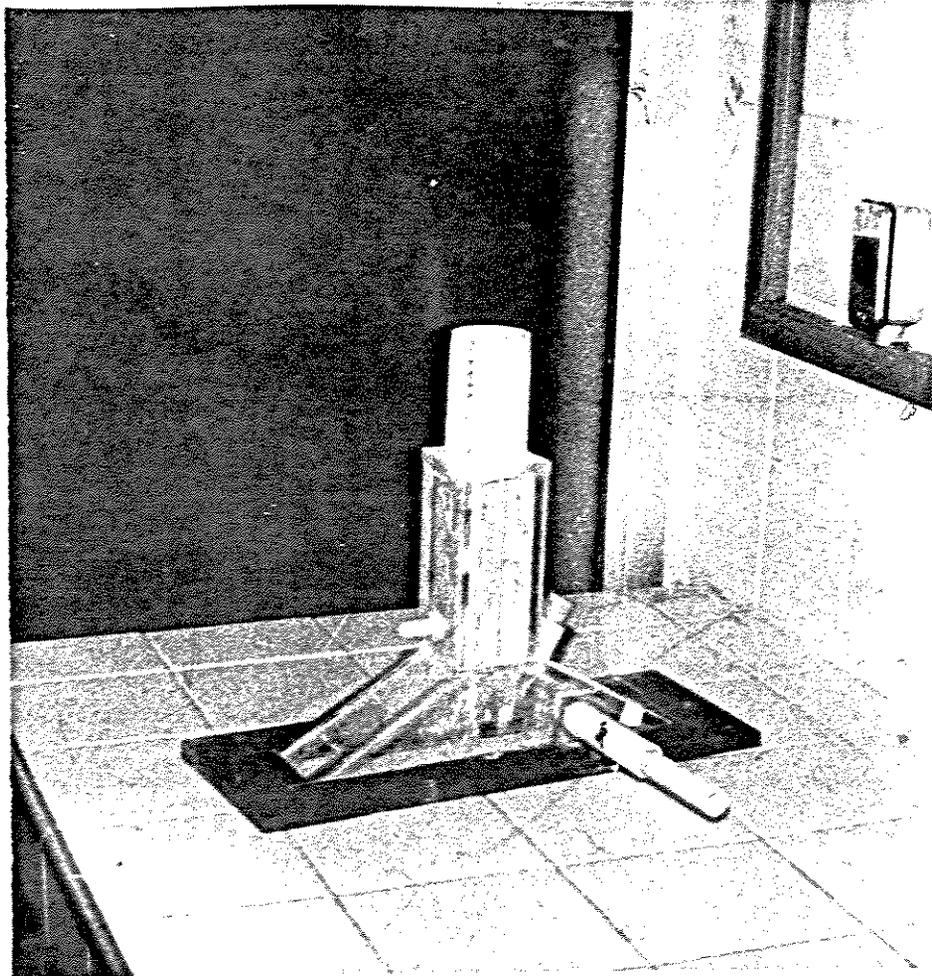


Figura 3.5 - Parte Inclínada 30°

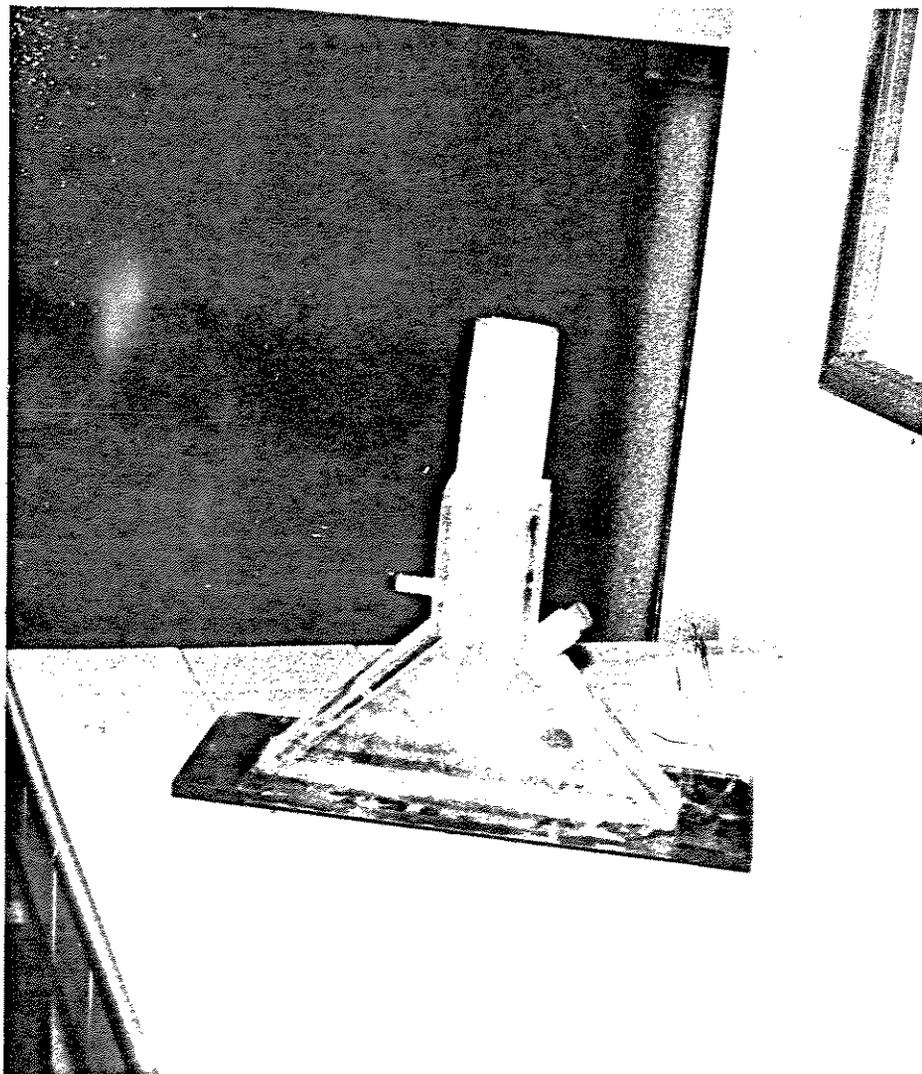


Figura 3.6 - Parte Inclínada 45°

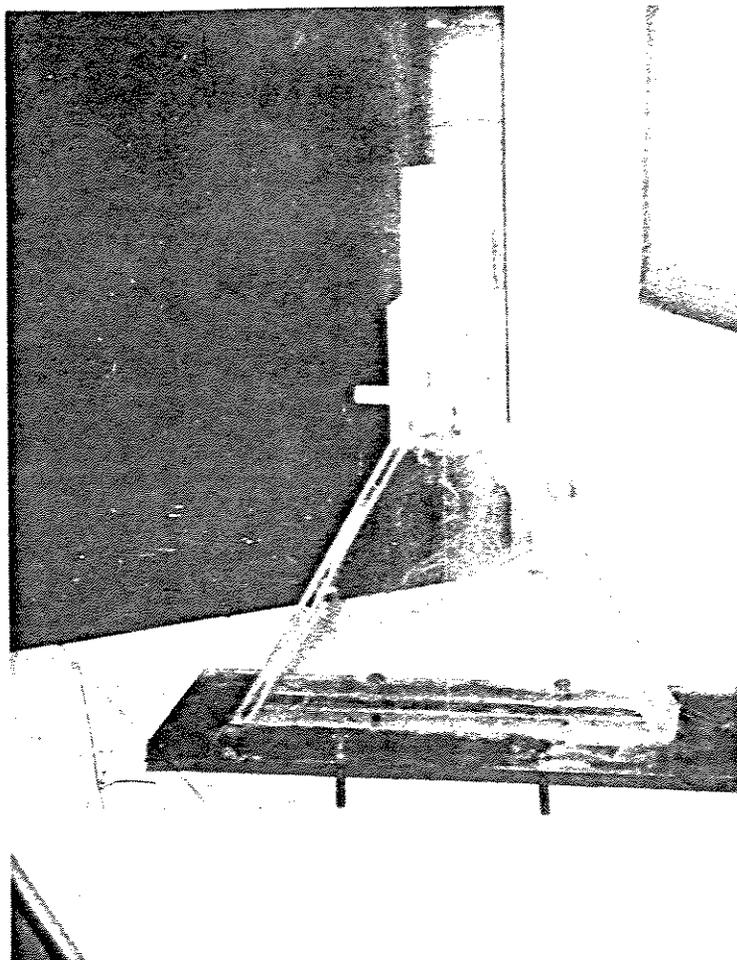


Figura 3.7 - Parte Inclínada 60°

$$Q \text{ (kg/min)} = 13,40 \left(\frac{\Delta P}{(t+273)} \right)^{1/2} - 5,15 \left(\frac{\Delta P^{3/2}}{(P_1+1000)(t+273)^{1/2}} \right) \quad (24)$$

onde ΔP é o valor da queda de pressão da placa indicada no transdutor, P_1 é a pressão estática na linha e t a temperatura do gás em graus Celcius.

Detalhes sobre a calibração da placa e dos transdutores de pressão estão disponíveis no Anexo 1.

3.1.2 - Sistema de Atomização da Solução de Recobrimento

De acordo com a literatura, o bico atomizador da solução de recobrimento, pode ser colocado em três posições distintas: na base do leito, no topo do leito e tangencialmente ao leito, todas as três tendo suas vantagens e limitações.

No sistema experimental construído, foi escolhido utilizar o bico de atomização no topo do leito. Essa localização evita a possibilidade de se obter circulação de sólidos inadequada, como pode ocorrer quando o bico é colocado junto à base do leito. Por outro lado a instalação do bico no topo pode ocasionar perda de solução por elutriação. No nosso caso o problema pôde ser contornado utilizando-se vazões baixas de solução, em torno de 10 ml/min. O atomizador utilizado foi um atomizador de duplo fluido, com mistura externa, disponível comercialmente. A Figura 3.8 mostra o bico atomizador e sua disposição no equipamento.

Esse tipo de atomizador trabalha com uma linha de ar comprimido e uma de solução de recobrimento. O ar comprimido é fornecido por um compressor com as seguintes especificações: motor de 10 cv, deslocamento de 1,1 m³/min, pressão máxima de 12,3 kg/cm². A vazão de ar comprimido é controlada por uma válvula tipo fenda e medida por uma placa de orifício instalada à saída do compressor.

A solução de recobrimento é levada do reservatório até o bico de atomização por meio de uma bomba peristáltica Masterflex que possui um motor de 1/10 cv e fornece uma vazão de até 99,999 ml/min. A bomba que além do transporte controla a vazão desejada

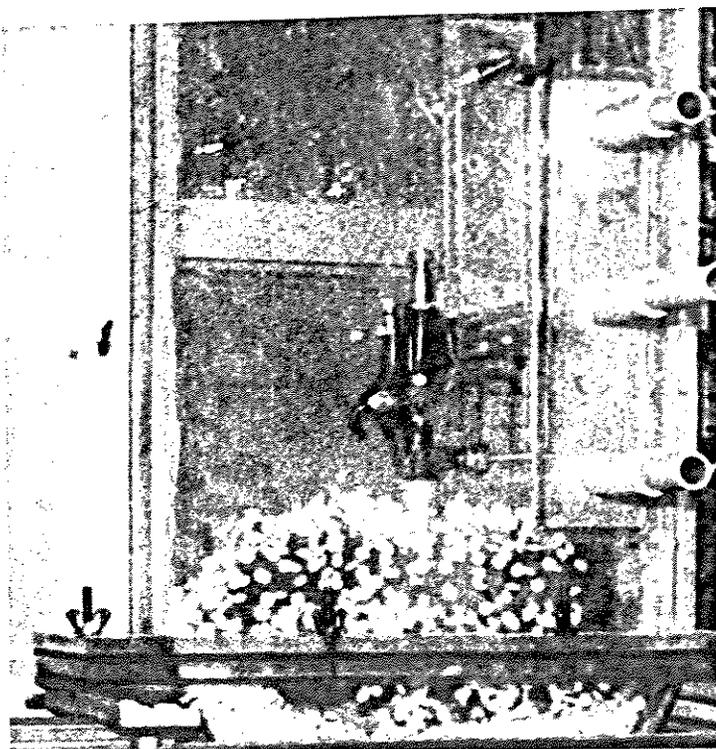


Figura 3.8 - Bico Atomizador

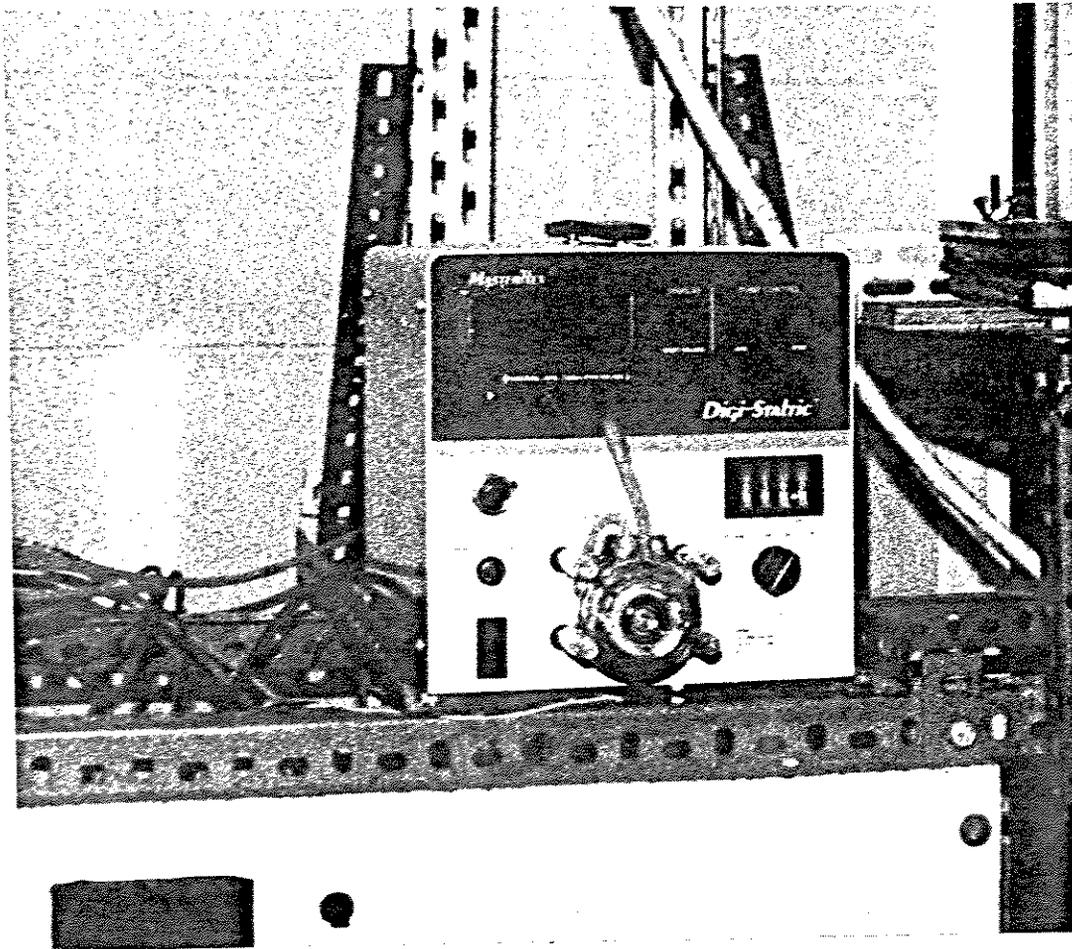


Figura 3.9 - Bomba Peristáltica

de solução e fornece o valor do volume acumulado utilizado em cada corrida experimental. A Figura 3.9 mostra a bomba peristáltica em questão. A solução, durante o experimento é mantida sob agitação utilizando-se um agitador mecânico, como o da Figura 3.11.

3.1.3 - Descrição do Sistema Experimental

A Figura 3.12 mostra o sistema experimental constuído, que permite o seguinte roteiro de medidas: o ar insuflado pelo compressor (1) é aquecido pelas resistências (2); a vazão de gás é controlada por uma válvula globo (3) e medida no transdutor de pressão (8) que fornece a variação de pressão na placa de orifício (4); o ar chega então ao leito (5); no leito é possível a medida de queda de pressão devido ao leito de comprimidos pelo transdutor (9) e medidas de temperatura pelo termopar (16); a solução de recobrimento é transportada do reservatório (10) até o bico atomizador (12) por uma bomba peristáltica (11), que permite medidas de vazão e volume acumulativo; o ar sob pressão que alimenta o bico atomizador é comprimido pelo compressor (13) e sua vazão medida pela placa de orifício (15). O sistema permite ainda medida de pressão estática na linha de circulação de ar pelo transdutor de pressão (7) e também na linha de ar comprimido de atomização pelo manômetro (14). Os valores registrados pelos transdutores e termopares são lidos no painel (6).

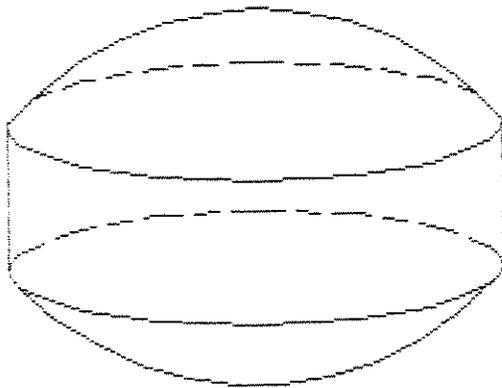
3.2 - Materiais Utilizados

As partículas utilizadas nos experimentos foram placebos, produzidos no Profar / Laboratório de Inovação Farmacêutica do Departamento de Farmácia da Faculdade de Ciências Farmacêuticas da Universidade de São Paulo. A solução de recobrimento foi desenvolvida no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem, e será discutida ainda neste capítulo.

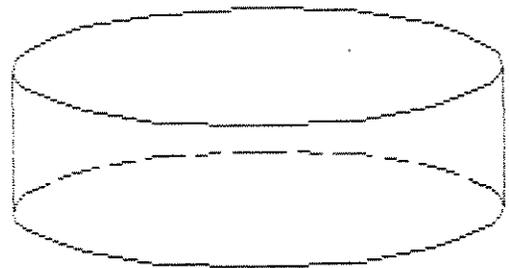
3.2.1 - Caracterização das Partículas

Os placebos foram produzidos em 2 formatos diferentes,

padrão decomprimidos comerciais, os quais podem ser vistos na Figura 3.. Embora com formatos diferentes, a massa específica é a mesma, já que a formulação utilizada foi sempre a mesma: 92 % de lactose, 6 - 7 % de amido de milho e 1 - 2 % de estearato de magnésio.



Partícula 1



Partícula 2

Figura 3.10 - Formato das Partículas

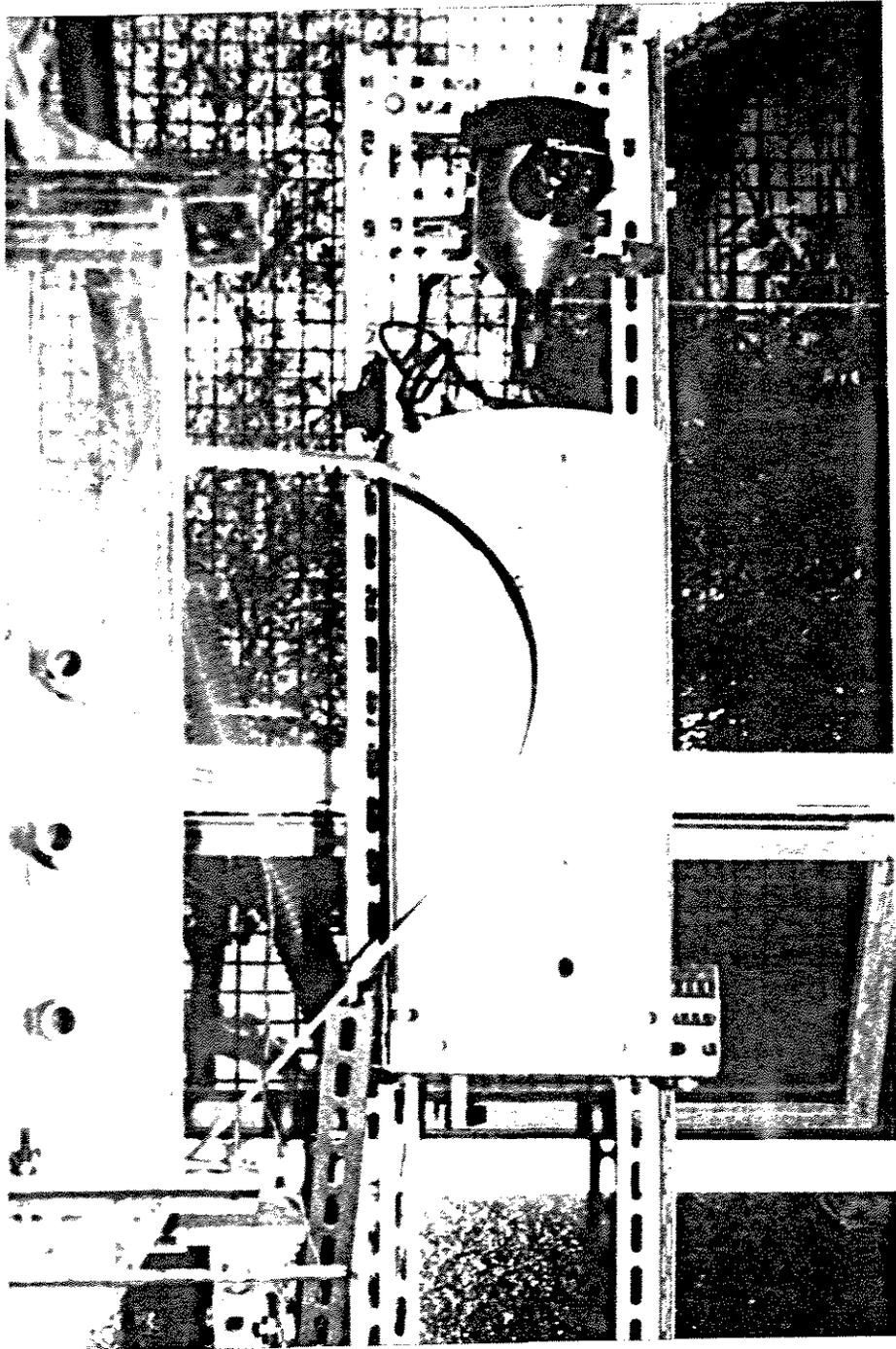


Figura 3.11 - Reservatório e Agitador

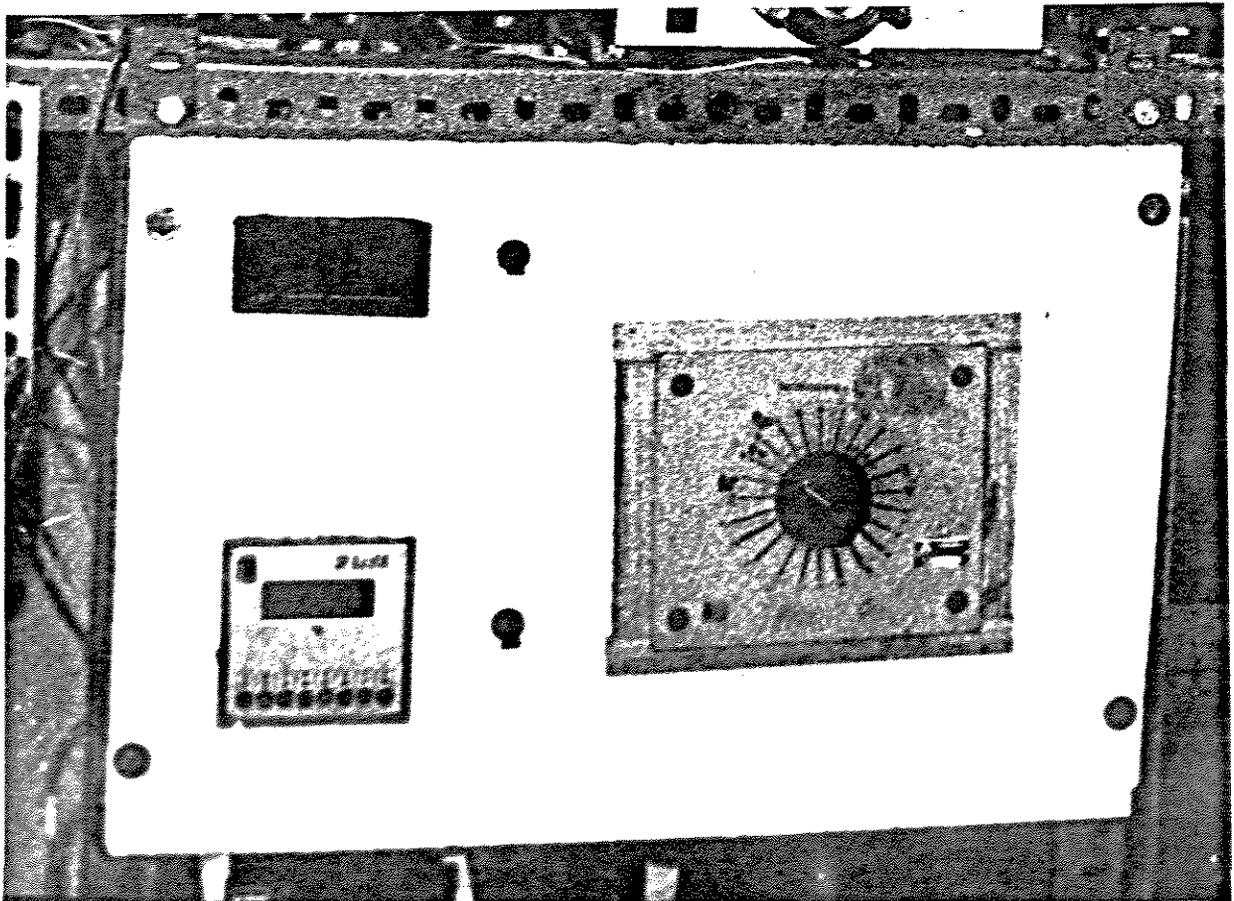


Figura 3.13 - Painel

As características necessárias ao estudo do recobrimento são a massa específica, o tamanho e forma das partículas. A massa específica obtida foi 1378 kg/m³. Para a determinação do tamanho, foi calculado o diâmetro da esfera de igual volume para cada partícula da seguinte forma: a partir das dimensões medidas da partícula o seu volume foi calculado com base na sua forma geométrica. Em seguida igualou-se esse volume ao volume de uma esfera, como na equação (25):

$$V_{\text{partícula}} = \frac{\pi d_p^3}{6} \quad (25)$$

obtendo-se então d_p , que será o valor utilizado como o diâmetro da partícula. Tal procedimento foi repetido cerca de 10 vezes para cada partícula, para se obter um resultado confiável, apresentando um desvio médio de 4% entre as medidas.

Quanto a esfericidade, foi usada a seguinte definição:

$$\phi = \left(\frac{\text{área da superfície da partícula}}{\text{área da esfera}} \right)_{\text{ambas de mesmo volume}} \quad (26)$$

Os valores de d_p e ϕ obtidos estão dispostos na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Dimensões das Partículas Utilizadas

Partícula	d_p (cm)	ϕ
1	0,649	0,8567
2	0,747	0,7700

Foi calculado ainda um valor para a massa específica aparente em função do empacotamento das partículas, ou da porosidade. A porosidade do leito expandido, ε , foi calculada da seguinte forma:

$$\varepsilon = \frac{(\text{volume total}) - (\text{volume de sólidos})}{(\text{volume total})} \quad (27)$$

Dada uma massa m , o volume total é dado pelo volume que esta

ocupa num recipiente. O volume de sólidos é obtido diretamente em função da massa específica. O cálculo da massa específica aparente é então dado por:

$$\rho_b = (1 - \epsilon)(\rho_s - \rho_g) \quad (28)$$

Fazendo-se os cálculos acima citados, obteve-se os resultados indicados na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 - Características do Leito de Partículas

Partícula	ϵ	ρ_b
1	0,44	0,76
2	0,45	0,75

3.2.2 - Formulação da Solução de Recobrimento

Como solução de recobrimento, a idéia inicial era utilizar as soluções Eudragit, um produto de fácil manuseio, disponível comercialmente no Brasil, bastando ser dissolvido em água ou solvente orgânico para que seja obtida a solução de polímero para recobrimento. Entretanto, o custo desse produto é extremamente elevado, sendo inviável a sua utilização em nossos estudos. Assim, o passo seguinte, foi o desenvolvimento de uma formulação para a solução de recobrimento que pudesse ser obtida facilmente e com custo acessível.

A partir de dados da literatura e de muitas tentativas, chegou-se a uma solução que pôde ser usada com resultados adequados.

Nessa solução utilizou-se um polímero produzido pela Union Carbide, QP - 300h, devido a algumas propriedades: fácil dissolução em solventes orgânicos e água e formação de um filme uniforme de recobrimento.

Como solventes foi usada uma mistura de água, etanol e

acetona. O uso de solventes orgânicos foi escolhido devido à sua fácil volatilidade, o que facilita o processo de secagem durante a operação de recobrimento.

Além do polímero e solventes, foram utilizados o Tween-80 que age como plastificante externo, auxiliando na adesão do polímero ao comprimido, e o TiO_2 que funciona como opacificante da solução. Foi usado também o alaranjado de metila como corante. A seguir tem-se a formulação da solução de recobrimento utilizada:

Reagente	% em peso
Cellocize 300H	2,4 %
Água destilada	44 %
Álcool	24 %
Acetona	24 %
Tween-80	4,6 %
TiO_2	1,0 %
+ corante	

Os passos para a preparação da solução são: - dissolução do polímero na mistura de solventes; essa operação é feita em aproximadamente 5 horas sob agitação mecânica. A dissolução desse tipo de polímero é mais fácil e rápida num meio básico, portanto foram utilizadas algumas gotas de NH_4OH para esse fim. Em seguida foi feita a adição do plastificante, do opacificante, e finalmente a adição do corante.

3.3 - Obtenção dos Dados Experimentais

A parte experimental foi desenvolvida com o objetivo de estudar a fluidodinâmica do leito de jorro bi-dimensional sem e também com recobrimento.

3.3.1 - Estudo da Fluidodinâmica Sem Recobrimento

Para o estudo da fluidodinâmica do leito de jorro bi-dimensional foram construídos gráficos de queda de pressão do

leito versus vazão do gás passando pelo leito, para posterior comparação com os gráficos presentes na literatura sobre leito de jorro e estudo do movimento das partículas.

Para a construção dos gráficos foram obtidos dados de queda de pressão e vazão de ar. A queda de pressão no leito foi obtida através do transdutor de pressão diferencial que fornecia valores em milivolts, os quais foram transformados em centímetros de coluna de água através da equação de calibração:

$$\Delta P(\text{cmH}_2\text{O}) = 1,1012 \text{ V(mv)} - 0,8672 \quad (29)$$

O método de calibração do transdutor se encontra no Anexo 1.

Para obter a vazão de ar que passa pelo leito foram medidas a queda de pressão na placa de orifício, e também o valor da pressão estática na linha de circulação de ar. As equações (30) e (31) representam as calibrações dos transdutores de pressão instalados para a medição dessas variáveis.

$$\Delta P(\text{cmH}_2\text{O}) = 1,1310 \text{ V(mv)} - 0,2710 \quad (30)$$

$$P(\text{cmH}_2\text{O}) = 18,9798 \text{ V(mv)} - 1028,6261 \quad (31)$$

Ainda para o cálculo da vazão foi utilizado o valor da temperatura do ar fornecido por um termopar instalado na linha de circulação de ar. Os valores para as vazões foram obtidos pela equação (24).

Para uma determinada carga de partículas e partindo-se da vazão nula, iniciava-se a movimentação do ar. Aumentando-se pouco a pouco a vazão, tomava-se os valores de queda de pressão no leito, na placa de orifício, pressão estática e temperatura. Continuava-se nesse procedimento, observando-se as transformações do leito. No início o leito se mantinha estático, até que com um pequeno incremento na vazão, uma pequena cavidade junto à entrada de ar começava a se formar. Aumentando-se mais a vazão essa cavidade ia aumentando, e notava-se nesse intermeio, pelos valores fornecidos pelos transdutores, que se havia atingido o valor de queda de pressão máxima no leito. Aumentando-se mais ainda a

vazão formava-se então um jorro interno. Com o aumento sucessivo de vazão, o jorro interno aumentava até romper a superfície do leito de comprimidos. Aumentando-se um pouco mais a vazão, notava-se que a queda de pressão não mais variava: instalava-se então o jorro estável. Em seguida iniciava-se a operação inversa, começando-se a diminuir a vazão ponto a ponto. Depois de tomados alguns pontos, notava-se o colapso do jorro, tendo-se nesse ponto o valor da vazão de jorro mínimo. Continuava-se a diminuir a vazão até zero. No total foram realizadas 29 corridas, conforme o seguinte:

Partícula 1	{	inclinação 60° ----- 8 corridas
		inclinação 45° ----- 8 corridas
		inclinação 30° ----- 7 corridas

Partícula 2	{	Inclinação 60° ----- 2 corridas
		inclinação 45° ----- 4 corridas

A Tabela 3.3 é um exemplo de tomada de dados durante uma corrida; e a Figura 3.14 é um exemplo de gráfico obtido a partir dos dados experimentais.

3.3.2 - Fluidodinâmica com Recobrimento

Para o estudo da fluidodinâmica com recobrimento, parte-se do leito com jorro estável, ou seja, com vazão acima da vazão de jorro mínimo. Então começa-se o jateamento da solução com vazões de solução de recobrimento e de ar comprimido constantes. A vazão de solução de recobrimento foi mantida na faixa de 9 - 15 ml/min e a vazão de ar comprimido na faixa de 0,03 a 0,05 kg/min. Depois de transcorridos cerca de 10 minutos de recobrimento, começava-se a diminuir a vazão de gás, pouco a pouco, até se atingir o jorro mínimo, anotando-se os valores de queda de pressão no leito e placa de orifício, pressão estática na linha e temperatura do ar.

A Tabela 3.4 é um exemplo de Tabela de obtenção de dados. A Figura 3.15 ilustra um gráfico do procedimento acima.

No total foram realizadas 11 corridas com recobrimento dispostas da seguinte forma:

Partícula 1	{	inclinação 60° ----- 1 corridas
		inclinação 45° ----- 4 corridas
		inclinação 30° ----- 3 corridas

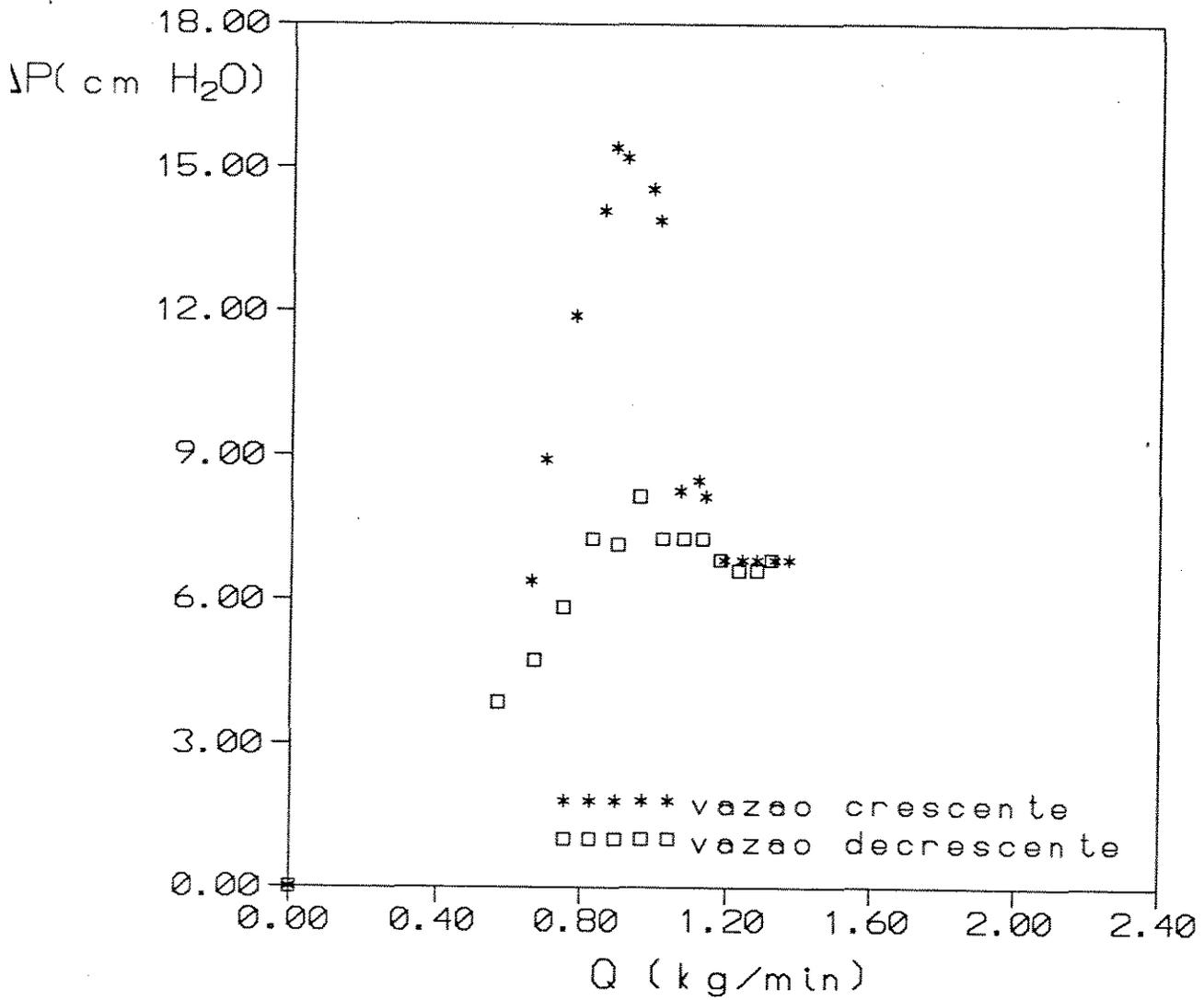
Partícula 2	{	inclinação 60° -----1 corridas
		inclinação 45° -----2 corridas

Tabela 3.3 - Tomada de dados durante uma corrida sem recobrimento

Ponto n ^o	P1 (cm H ₂ O)	ΔP_L (cm H ₂ O)	ΔP_P (cm H ₂ O)	t (°C)	Q (kg/min)
1	-3,72	0,01	0,18	22,4	0,33
2	-3,72	1,23	0,30	22,6	0,43
3	0,08	1,41	0,41	22,9	0,50
4	3,88	7,50	0,52	22,9	0,56
5	1,98	6,40	0,63	24,6	0,62
6	3,88	5,19	0,86	24,2	0,72
7	1,98	3,76	0,97	27,0	0,76
8	3,88	4,20	1,09	28,3	0,80
9	3,88	3,98	1,20	30,0	0,84
10	3,88	4,09	1,31	32,8	0,88

ΔP_L - Queda de Pressão no Leito

ΔP_P - Queda de Pressão na Placa



Carga 1200 g - Partícula 1
 Inclinação - 30°

Figura 3.14 - Gráfico obtido a partir de dados experimentais de uma corrida sem recobrimento

Tabela 3.4 - Tomada de dados durante uma corrida com recobrimento

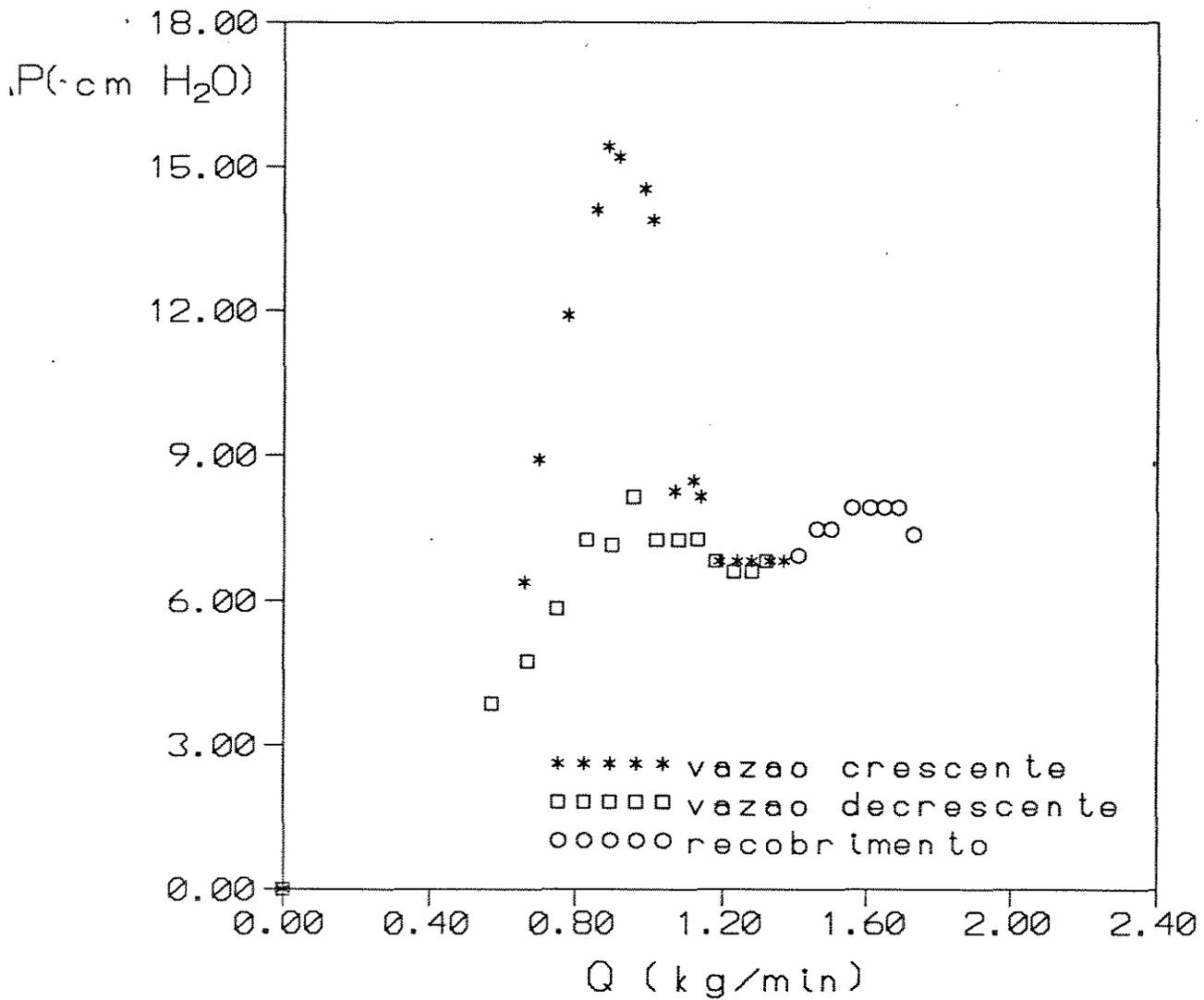
Ponto n°	P1 cm H ₂ O	ΔP_L SR cm H ₂ O	ΔP_L CR cm H ₂ O	ΔP_F cm H ₂ O	t (°C)	Q kg/min
1	11,47	7,90	7,94	2,56	64	1,17
2	11,47	8,00	8,05	2,33	66	1,11
3	11,47	8,00	8,05	2,22	70	1,08
4	11,47	8,00	8,05	1,99	75	1,01
5	11,47	8,69	8,71	1,77	79	0,95

ΔP_L - Queda de Pressão no Leito

ΔP_F - Queda de Pressão na Placa

C.R. - com Recobrimento

S.R. - sem Recobrimento



Carga 1200 g - Partícula 1
 Inclinação - 30°

Figura 3.15 - Gráfico obtido a partir de dados experimentais de uma corrida com recobrimento

CAPÍTULO 4

APRESENTAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS

4.1 - Processo sem Recobrimento

Com o equipamento descrito no capítulo anterior, foram obtidos os dados de ΔP_{\max} (queda de pressão máxima), Q_{jm} (vazão de jorro mínimo e H_o (altura do leito) para o leito sem recobrimento, constantes das Tabelas 4.1 a 4.5.

Para cada uma dessas corridas foi construída a curva Queda de Pressão no leito - Vazão de ar, a partir das quais foram obtidos os valores de Q_{jm} , vazão de jorro mínimo das tabelas abaixo.

Tabela 4.1 - Leito com ângulo de 60° - Partícula 1

Corrida	H_o (cm)	ΔP_{\max} (cm H_2O)	Q_{jm} (kg/min)
1	8,0	7,17	0,65
2	12,5	11,80	0,84
3	15,0	14,77	0,92
4	16,7	18,18	0,99
5	20,0	22,61	1,23
6	23,0	29,20	1,61
7	25,0	34,70	1,64
8	27,4	34,92	1,67

Tabela 4.2 - Leito com ângulo de 45° - Partícula 1

Corrida	H ₀ (cm)	ΔP_{\max} (cm H ₂ O)	Q _{Jm} (kg/min)
9	5,5	5,41	0,70
10	7,5	7,28	0,80
11	9,0	10,2	0,98
12	12,4	13,56	1,12
13	13,0	17,08	1,37
14	16,0	20,08	1,46
15	17,8	22,92	1,53
16	18,7	24,79	1,58

Tabela 4.3 - Leito com ângulo de 30° - Partícula 1

Corrida	H ₀ (cm)	ΔP_{\max} (cm H ₂ O)	Q _{Jm} (kg/min)
17	10,14	8,49	1,12
18	12,04	12,68	1,26
19	12,84	16,42	1,05
20	13,75	22,48	1,24
21	14,63	15,43	1,18
22	15,53	14,77	1,38
23	17,32	18,07	1,51

Tabela 4.4 - Leito com ângulo de 60° - Partícula 2

Corrida	H _o (cm)	ΔP _{max} (cm H ₂ O)	Q _{jm} (kg/min)
24	12	12,90	1,03
25	16,5	23,80	1,42

Tabela 4.5 - Leito com ângulo de 45° - Partícula 2

Corrida	H _o (cm)	ΔP _{max} (cm H ₂ O)	Q _{jm} (kg/min)
26	7,5	7,50	0,88
27	10,0	10,92	1,13
28	23,0	19,84	1,48
29	27,0	21,82	1,65

As Figuras 4.1 a 4.5 mostram as curvas citadas. Para todas as corridas foi obtido o mesmo comportamento típico de leito de jorro, indicando que a circulação de sólidos foi adequada, confirmando a observação visual. No Anexo 2 estão dispostas as Figuras para cada corrida realizada.

Os parâmetros dinâmicos de importância para o projeto de leito de jorro são principalmente: a queda de pressão máxima, visto que este é o pico de pressão a ser vencido pelo compressor; a vazão de jorro mínimo, que fornece o valor da vazão a ser utilizada durante a operação - 1,5 a 2,0 Q_{jm}; a altura máxima de jorro estável para se garantir que haverá uma circulação de sólidos adequada; e a queda de pressão de jorro, que vai ser mantida durante a operação.

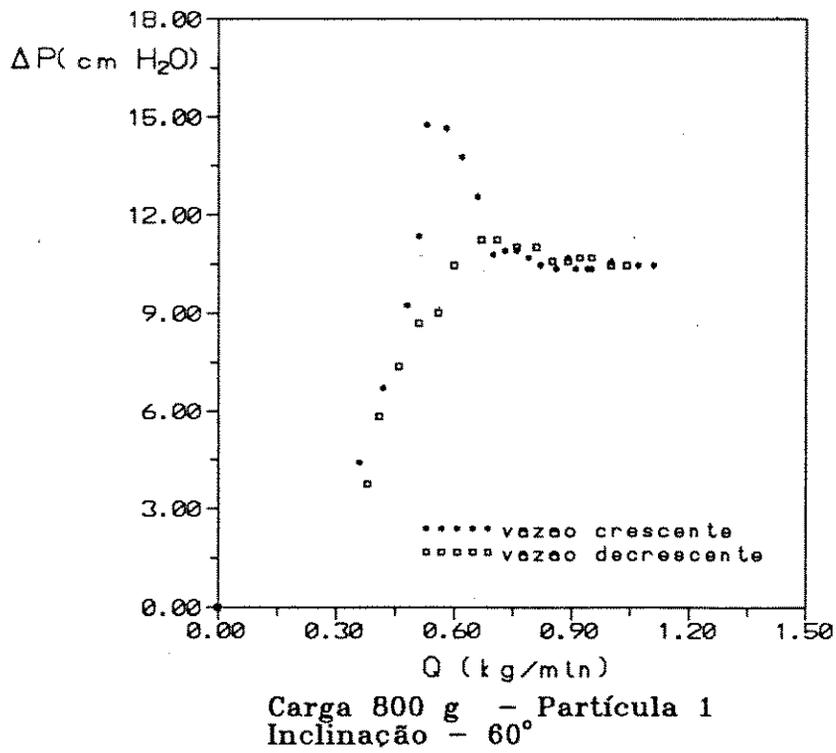


Figura 4.1 - Curva típica - ΔP - Q

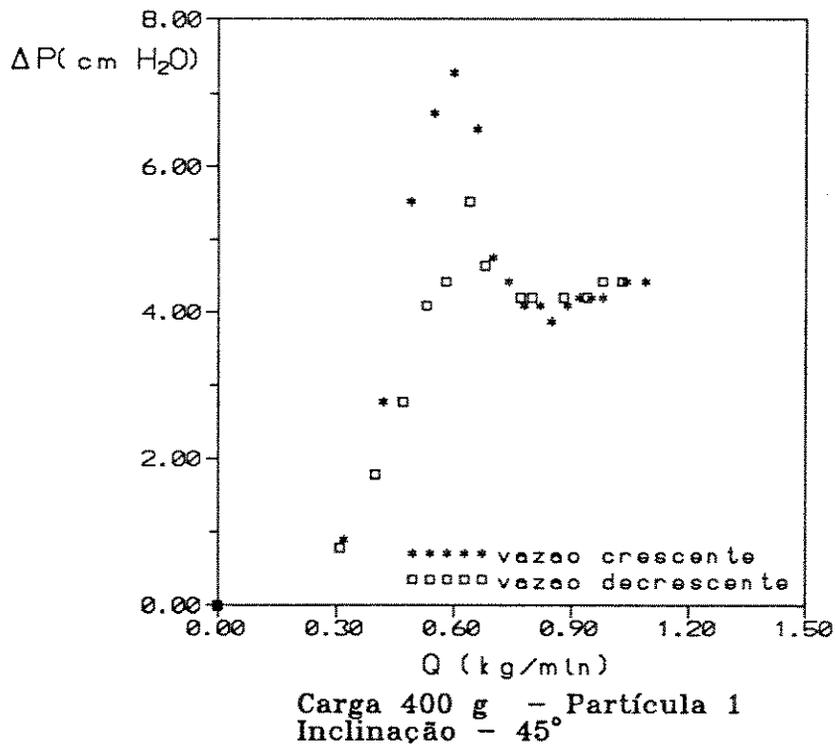


Figura 4.2 - Curva típica - ΔP - Q

Leito com ângulo de 45° e Partícula 1

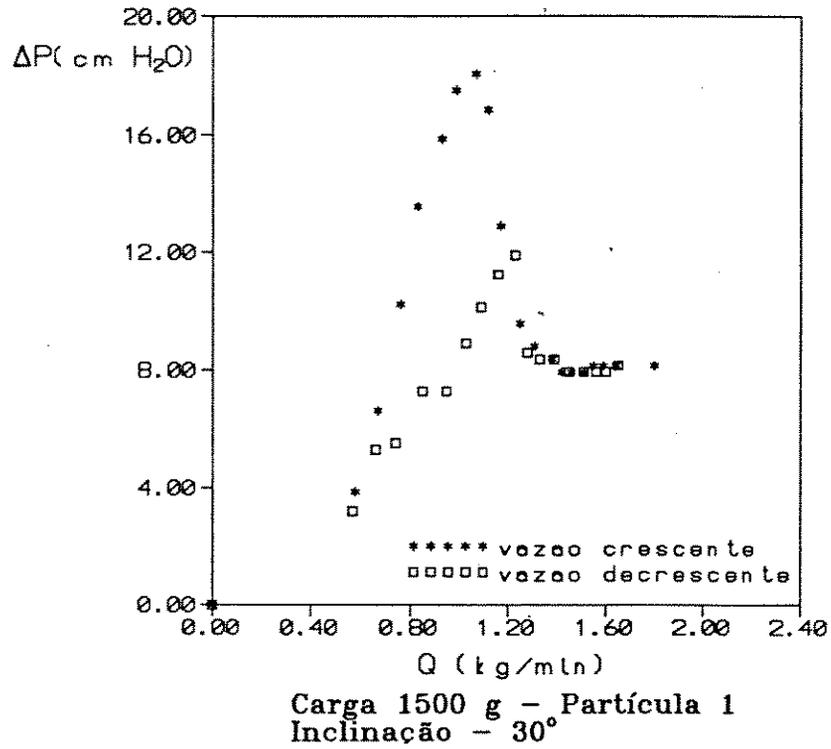


Figura 4.3 - Curva típica - ΔP - Q

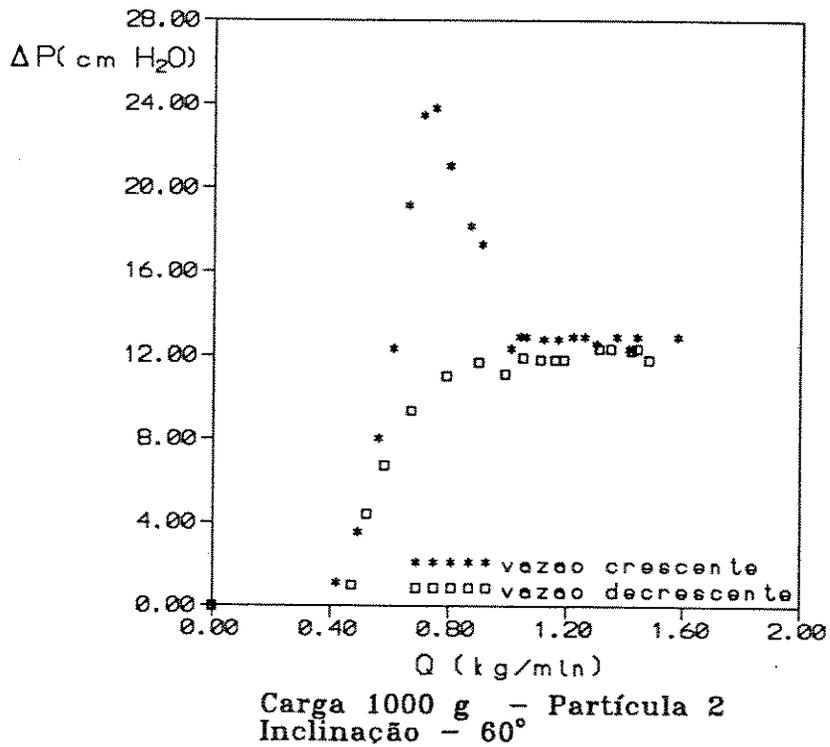


Figura 4.4 - Curva típica - ΔP - Q

Leito com ângulo de 60° e Partícula 2

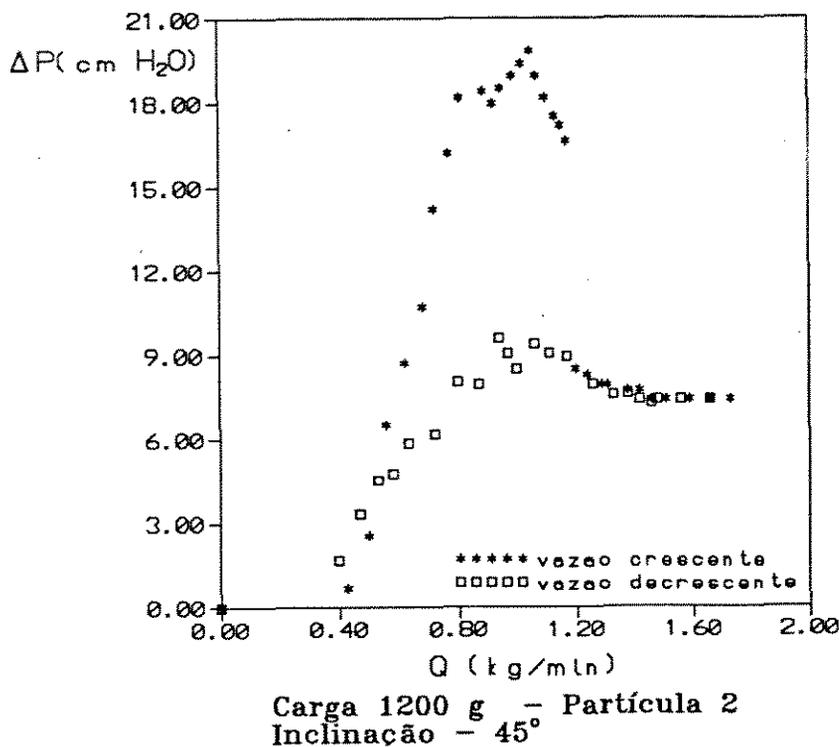


Figura 4.5 - Curva típica - ΔP - Q

Leito com ângulo de 45° e Partícula 2

Dentre as equações propostas para calcular esses parâmetros dinâmicos alguns foram citados no Capítulo 2, desenvolvidas para leitos cônicos e cone-cilíndricos, dos quais as equações (19) e (22) foram verificadas para o cálculo da queda de pressão e vazão de jorro mínimo em recobrimento em leito cone-cilíndrico (22), fornecendo resultados satisfatórios. Como as partículas utilizadas no trabalho de Santana et al. (1991) e neste trabalho são as mesmas, essas equações foram tomadas como um ponto inicial para previsões de ΔP_{max} e Q_{jm} para o leito bi-dimensional, introduzindo a definição de diâmetro equivalente, equação (32), para a entrada de ar e limite do leito, respectivamente, $(D_i)_{eq}$ e $(D_c)_{eq}$.

$$D_{eq} = 4Rh \tag{32}$$

onde

$$Rh = \frac{\text{área de escoamento}}{\text{perímetro molhado}}$$

Dessa forma, as equações para a queda de pressão máxima e vazão de jorro mínimo adaptadas para a geometria bi-dimensional ficam:

$$\frac{\Delta P_{\max}}{H_0 \rho_b g} = 1 + 6,65 \left(\frac{(D_c)_{\text{eq}}}{(D_i)_{\text{eq}}} \right)^{2,54} \left(\frac{(D_c)_{\text{eq}}}{(D_i)_{\text{eq}}} - 1 \right) \left(\text{tg}(\gamma/2) \right)^{-0,18} \quad (33)$$

$$U_{\text{jm}} = \left(\frac{d_p}{(D_c)_{\text{eq}}} \right) \left(\frac{(D_i)_{\text{eq}}}{(D_c)_{\text{eq}}} \right)^{1/3} \left(2 g H_0 (\rho_s - \rho_g) / \rho_g \right)^{1/2} \quad (34)$$

Os resultados obtidos a partir dessas equações são comparados através de gráficos, mostrados nas Figuras 4.6 e 4.7. Com relação a queda de pressão máxima a expressão (33) fornece um desvio médio absoluto de 21,4% e um desvio máximo de 40,0% em relação aos dados experimentais. A expressão (34) para vazão de jorro mínimo fornece um desvio médio absoluto de 41,3% e desvio máximo de 65,8%.

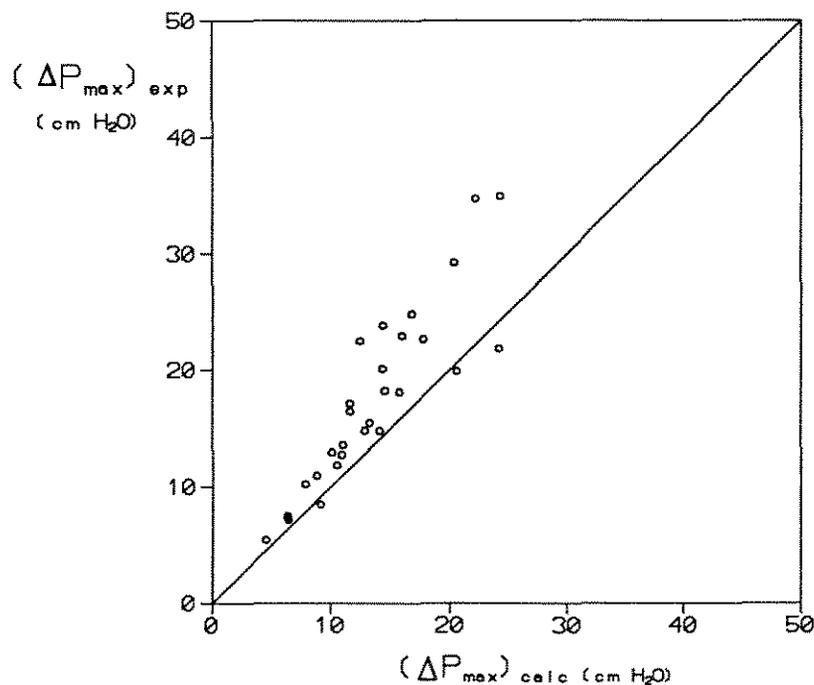


Figura 4.6 - Comparação dos dados experimentais com os calculados pela equação (33)

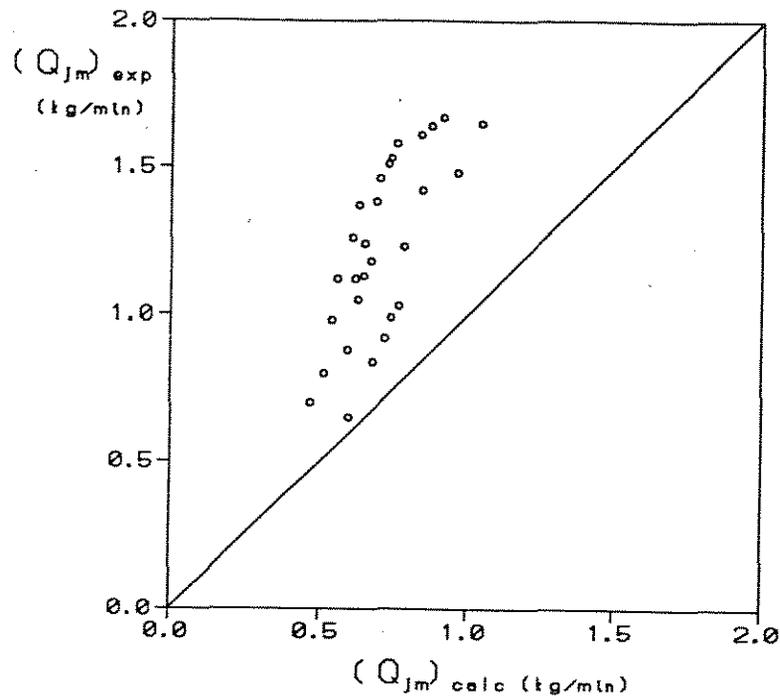


Figura 4.7 - Comparação dos dados experimentais com os calculados pela equação (34)

Os resultados são considerados satisfatórios pela complexidade do fenômeno e pela não esfericidade das partículas utilizadas para a estimativa dos parâmetros. Entretanto, eles podem ser melhorados se utilizarmos os dados obtidos no leito bi-dimensional para uma análise empírica própria. Utilizando os dados das Tabelas 4.1 a 4.5, foram construídos os gráficos das Figuras 4.8 a 4.17 que mostram a influência das variáveis isoladas na queda de pressão máxima e vazão de jorro mínimo. A partir das Figuras citadas verifica-se o aumento da queda de pressão no leito com o aumento da altura do leito, H_0 ; com o aumento no valor de D_c ; com o aumento no valor do grupo $d_p/\phi D_c$ e com a diminuição do ângulo da base. A vazão de jorro mínimo sofre as mesmas influências citadas acima para a queda de pressão. Através da análise dessas variáveis na dinâmica do leito de jorro bi-dimensional, foram propostas correlações na forma exponencial, utilizando os seguintes grupos adimensionais

$$\operatorname{tg}(\gamma/2), \left(\frac{d_p}{\phi (D_c)_{eq}} \right), \left(\frac{(D_c)_{eq}}{(D_i)_{eq}} \right), \left(\frac{(D_c)_{eq}}{(D_i)_{eq}} - 1 \right) \text{ e } \left(\frac{(D_i)_{eq}}{(D_c)_{eq}} \right),$$

tendo em conta a equação (33) para ΔP_{\max} e (34) para Q_{jm} , e a não esfericidade das partículas. Dessa maneira,

$$\frac{\Delta P_{\max}}{H_o \rho_b g} = 1 + A \left(\frac{(D_c)_{eq}}{(D_i)_{eq}} \right)^B \left(\frac{d_p}{\phi (D_c)_{eq}} - 1 \right)^C \left(\operatorname{tg}(\gamma/2) \right)^D \quad (35)$$

$$Q_{jm} = E \left(\frac{d_p}{\phi (D_c)_{eq}} \right)^F \left(\frac{(D_i)_{eq}}{(D_c)_{eq}} \right)^G \left(\operatorname{tg}(\gamma/2) \right)^H \left(2 g H_o (\rho_s - \rho_g) / \rho_g \right)^{1/2}$$

Os ajustes das correlações representadas pelas equações (35) e (36) foram obtidos pelo método dos mínimos quadrados obtendo-se as correlações (37) e (38) e o sistema obtido resolvido pelo método de eliminação de Gauss. As tabelas 4.6 e 4.7 mostram os valores calculados pela (37) para ΔP_{\max} e pela equação (38) para Q_{jm} , respectivamente. As Tabelas também fornecem os desvios médios absoluto e padrão e coeficiente de correlação para cada equação. As Figuras 4.18 e 4.19 mostram os gráficos dos resultados experimentais em relação aos calculados. Os desvios obtidos mostram que há um bom acordo dos dados com o ajuste, que é evidenciado pelas Figuras 4.18 e 4.19. Os dados dos 29 experimentos foram utilizados na obtenção das equações.

$$\frac{\Delta P_{\max}}{H_o \rho_b g} = 1 + 0,0006 \left(\frac{(D_c)_{eq}}{(D_i)_{eq}} \right)^{5,04} \left(\frac{d_p}{\phi (D_c)_{eq}} - 1 \right)^{-1,92} \times \left(\operatorname{tg}(\gamma/2) \right)^{0,70} \quad (37)$$

$$Q_{jm} = 5,92 \times 10^{-5} \left(\frac{d_p}{\phi (D_c)_{eq}} \right)^{0,05} \left(\frac{(D_i)_{eq}}{(D_c)_{eq}} \right)^{-2,6} \left(\operatorname{tg}(\gamma/2) \right)^0$$

$$x \left(2 g H_0 (\rho_s - \rho_g) / \rho_g \right)^{1/2} \quad (38)$$

As equações (37) e (38) foram determinadas para a seguinte faixa de valores : $\gamma = 30^\circ - 60^\circ$, $d_p = 0,649 - 0,747 \text{ cm.}$, $D_c = 5 - 8,57 \text{ cm.}$, $H_0 = 5.41 - 28 \text{ cm.}$

Saliente-se que a equação para o cálculo de Q_{jm} é dimensional e a utilização da constante e as variáveis no sistema c.g.s. de unidades fornece a vazão de jorro mínimo em kg/min.

Com relação à Queda de Pressão de Jorro estável, verificou-se a aplicação da Equação (6) para os dados experimentais obtidos. Foram verificados os pontos para as cargas relativas à altura máxima de jorro estável. Os resultados são apresentados na Tabela 4.8.

Para a utilização da Equação (5a), além do valor de H_{ma} também é necessário o valor de ϵ_{mf} . Por indisponibilidade de valor exato de ϵ_{mf} , foi utilizado o valor da porosidade do leito expandido, Tabela 3.2. Esse fator poderia explicar parte dos desvios altos obtidos da Tabela 4.8.

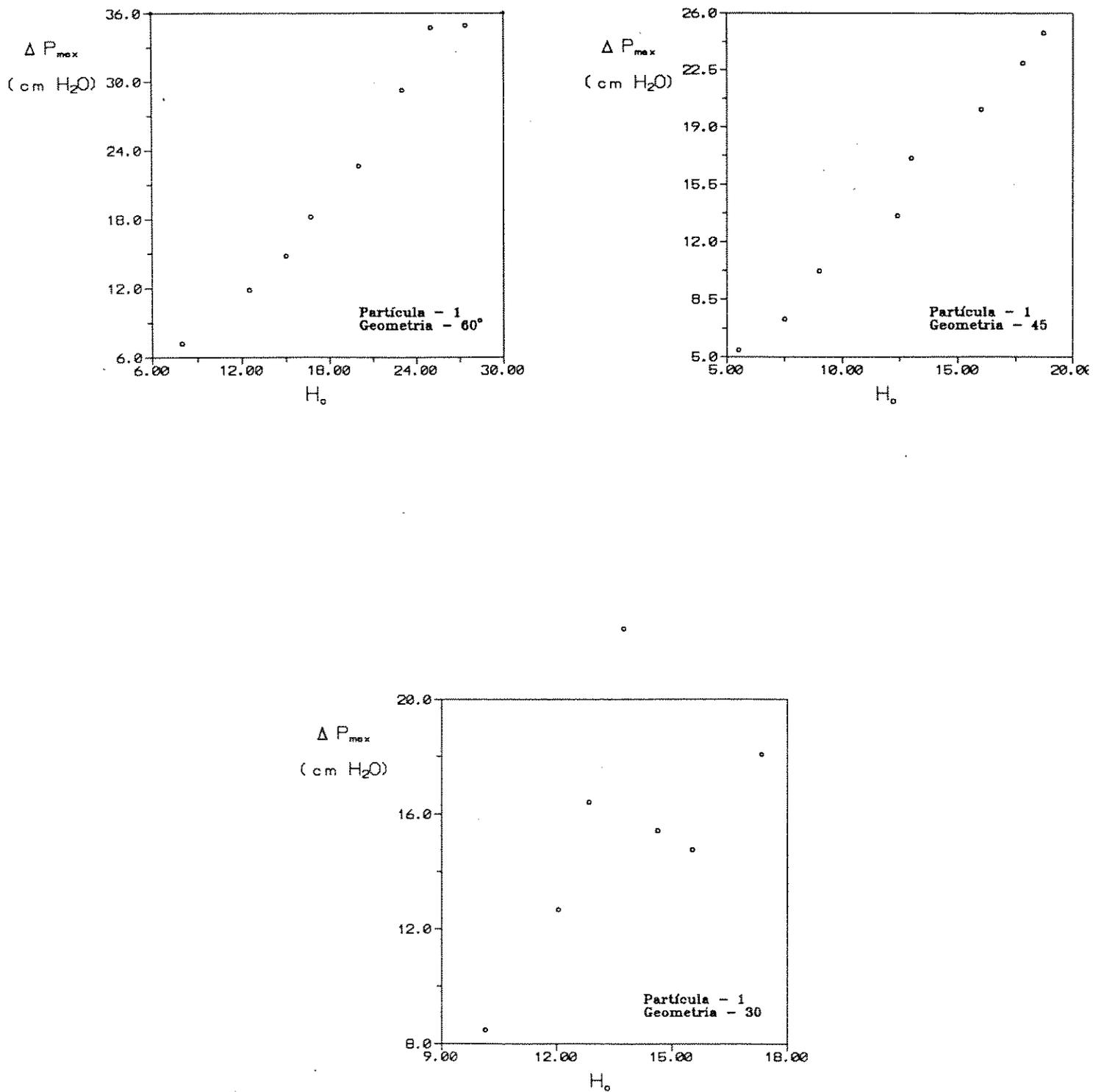


Figura 4.8 - Influência da Altura do Leito na Queda de Pressão Máxima.

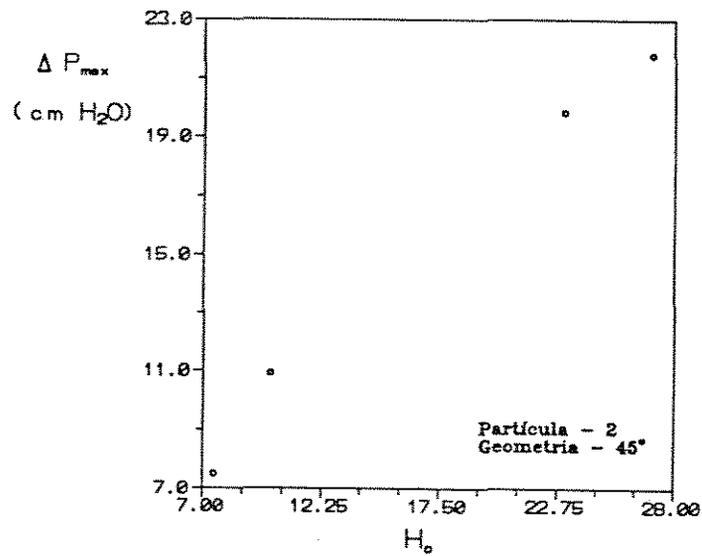
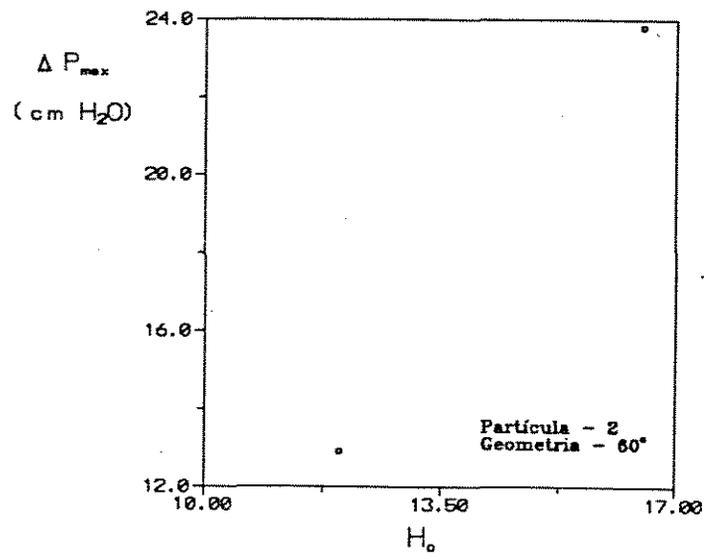


Figura 4.9 - Influência da Altura do Leito na Queda de Pressão Máxima.

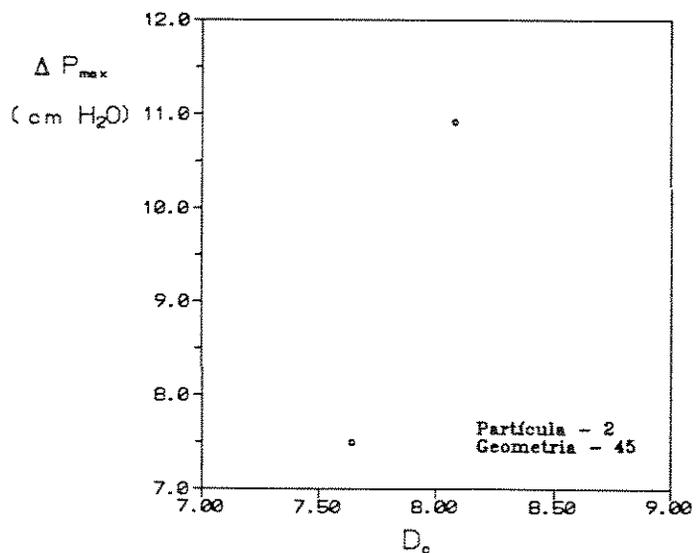
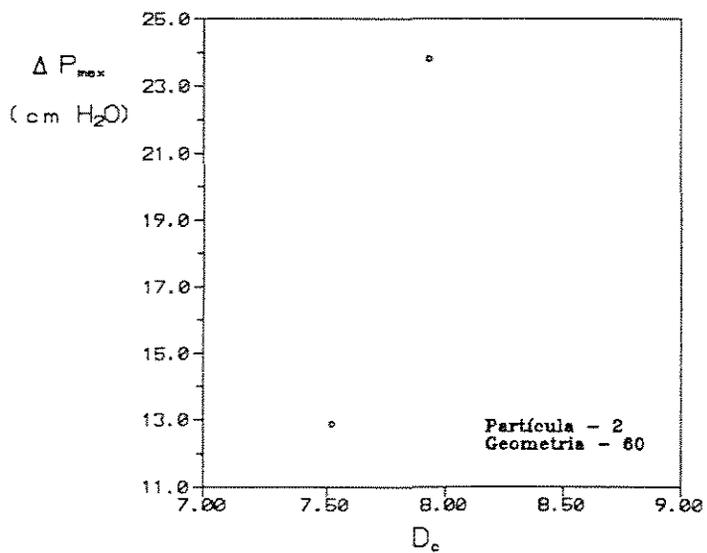
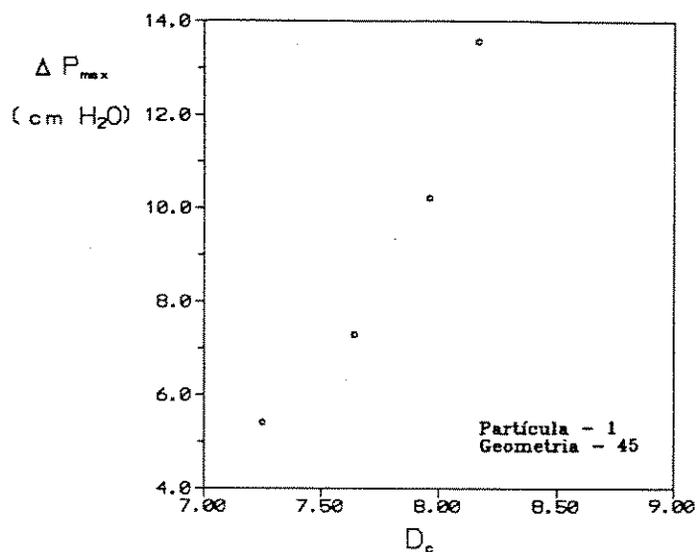
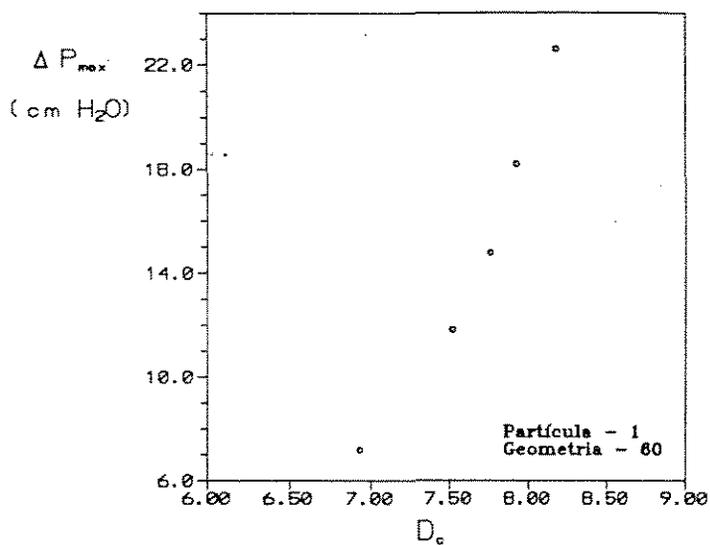


Figura 4.10 - Influência do Diâmetro Equivalente do Leito na Queda de Pressão Máxima.

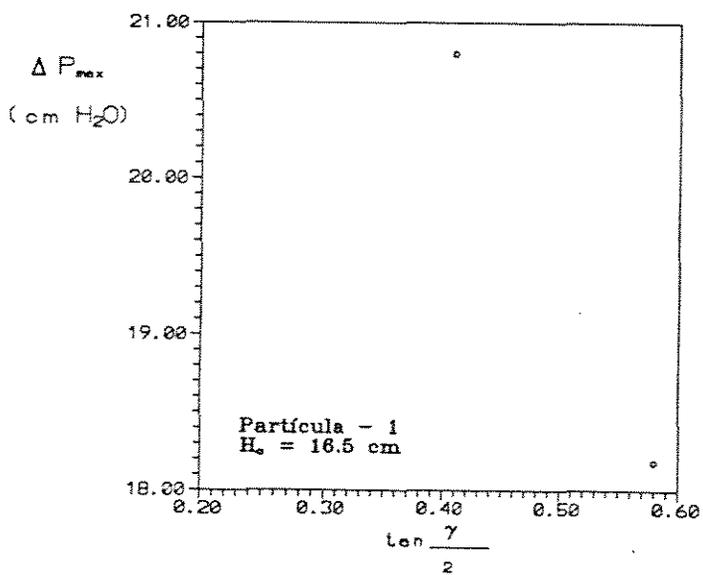
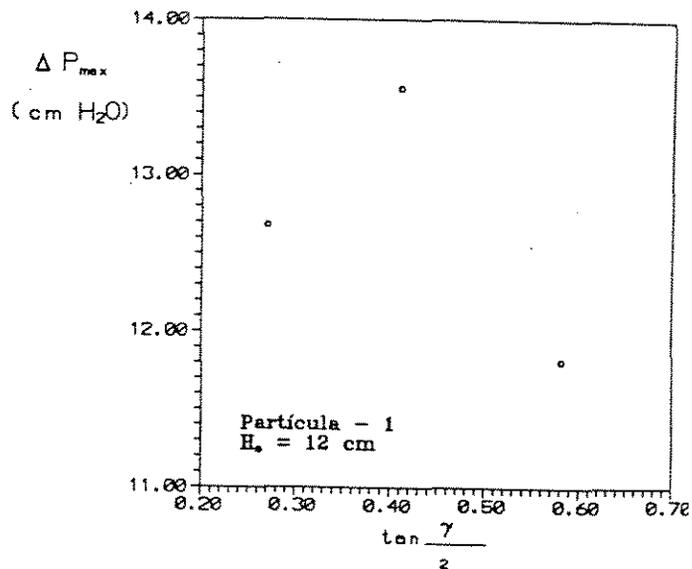
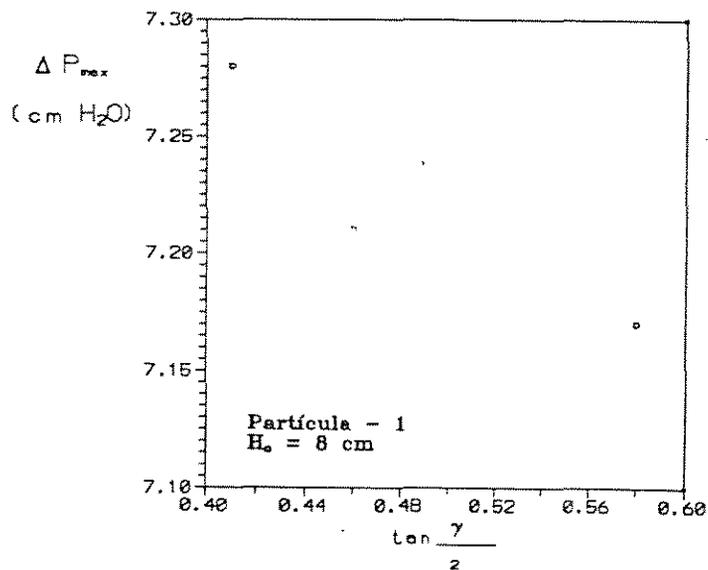


Figura 4.11 - Influência do Ângulo da Base na Queda de Pressão Máxima.

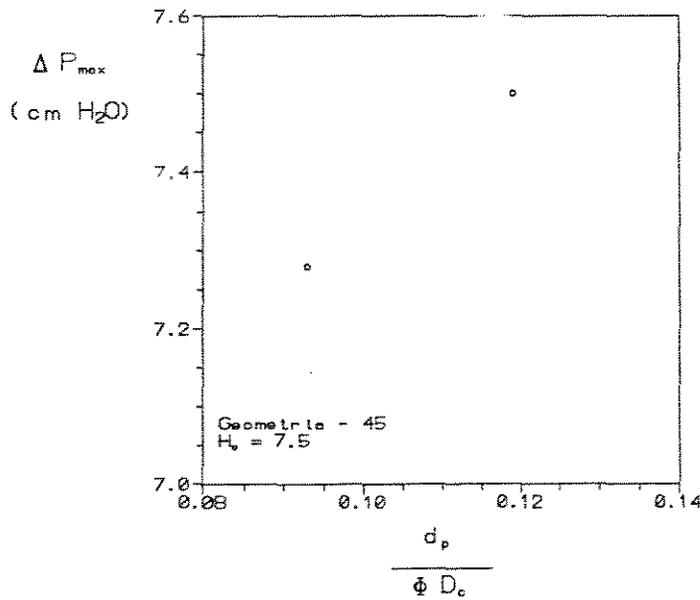
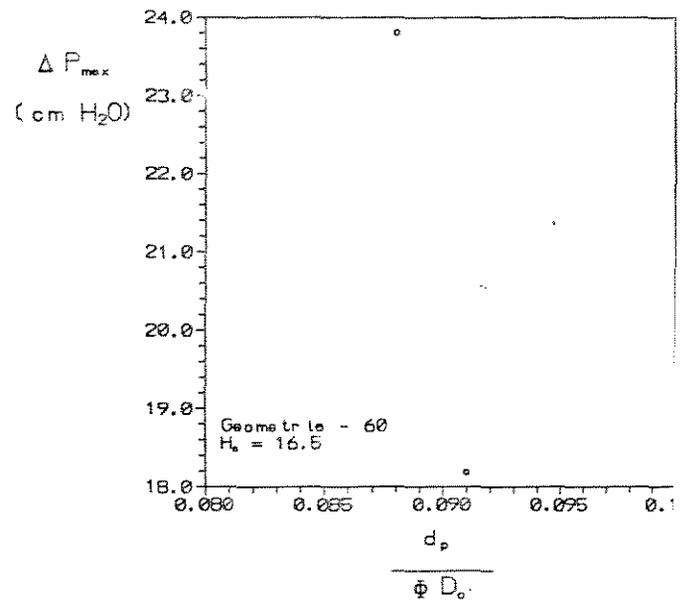
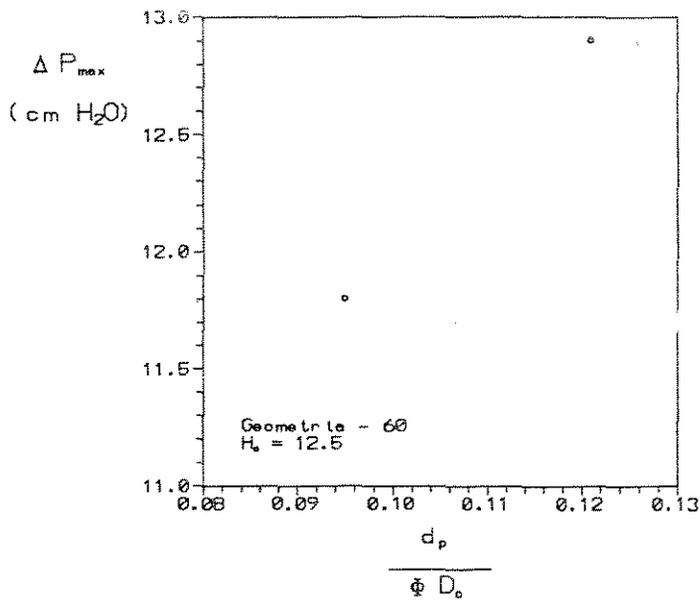


Figura 4.12 - Influência do Tamanho e Forma da Partícula na Queda de Pressão Máxima.

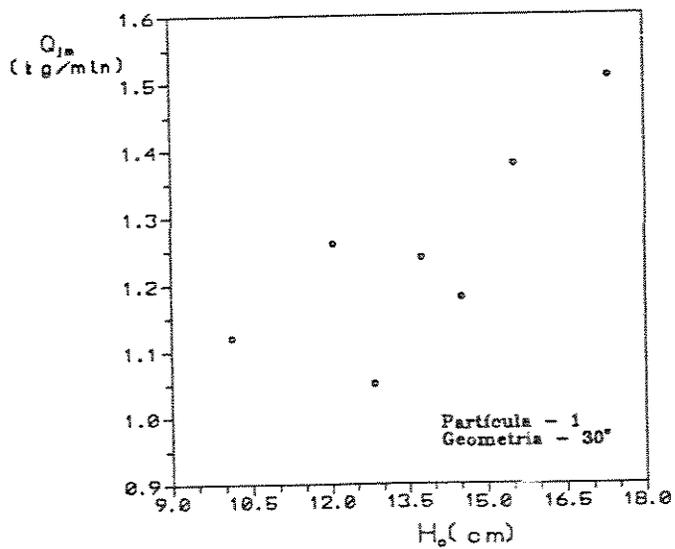
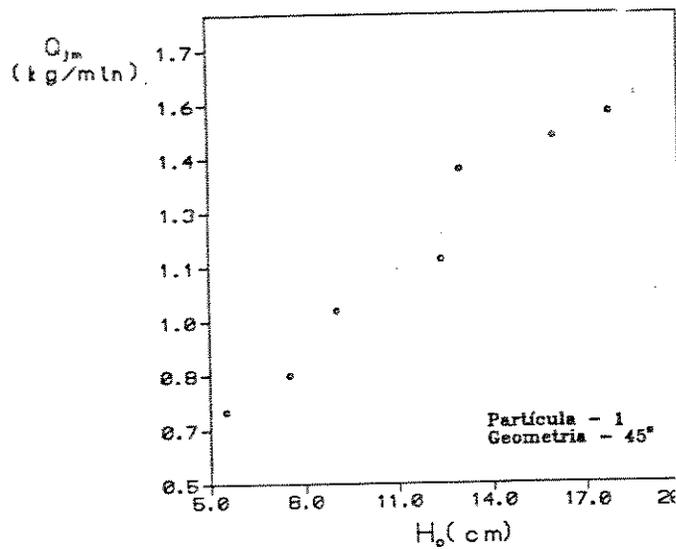
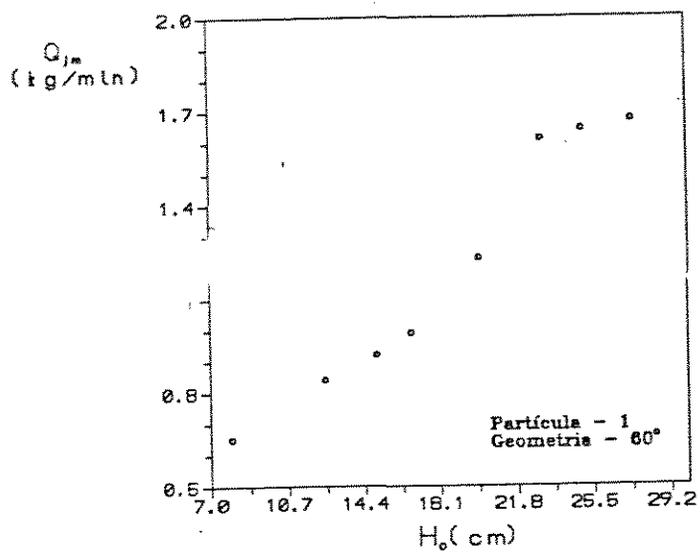


Figura 4.13 - Influência da Altura do Leito na Vazão de Jorro Mínimo.

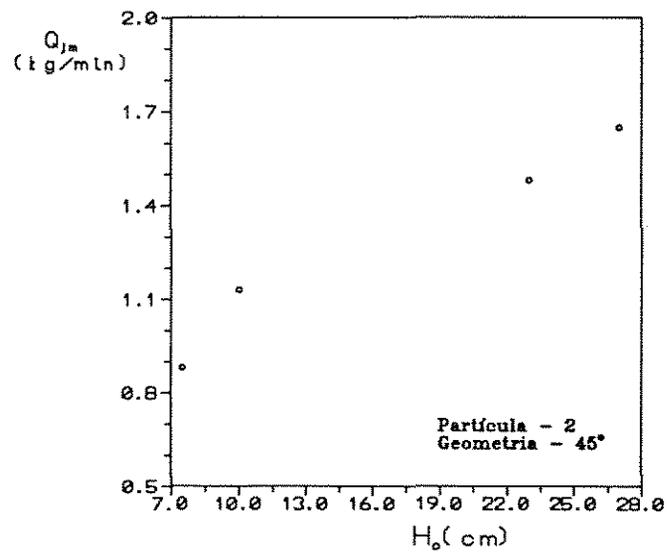
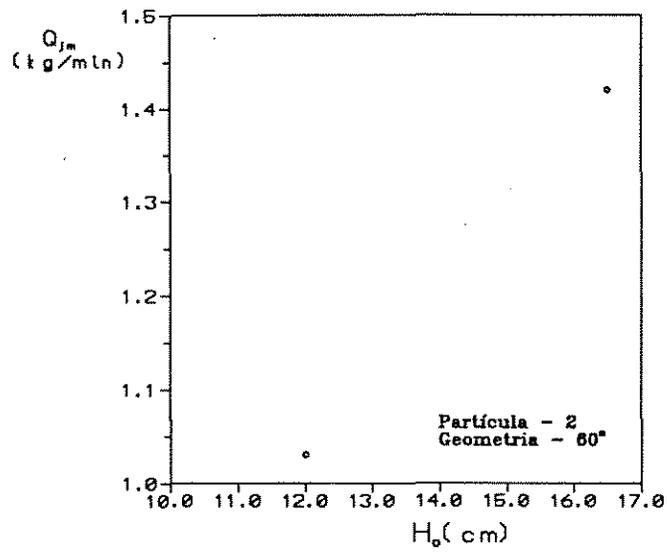


Figura 4.14 - Influência da Altura do Leito na Vazão de Jorro Mínimo.

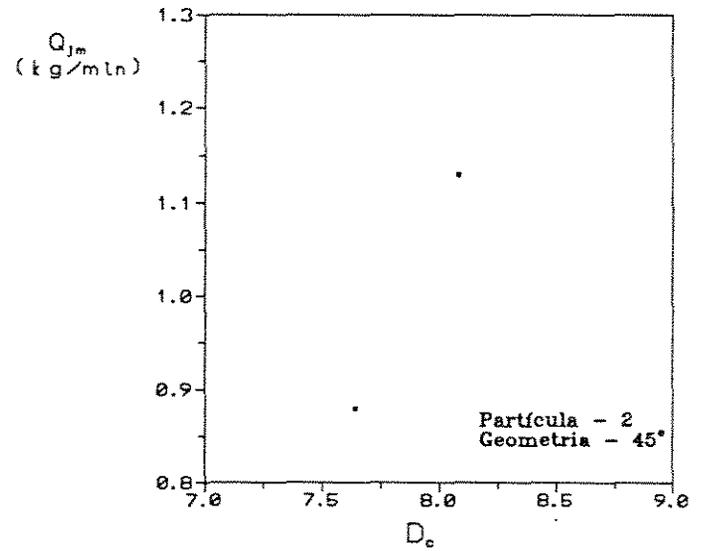
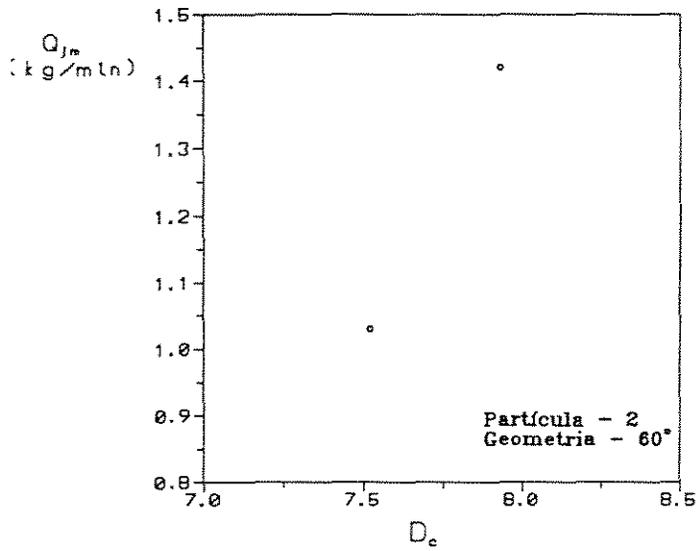
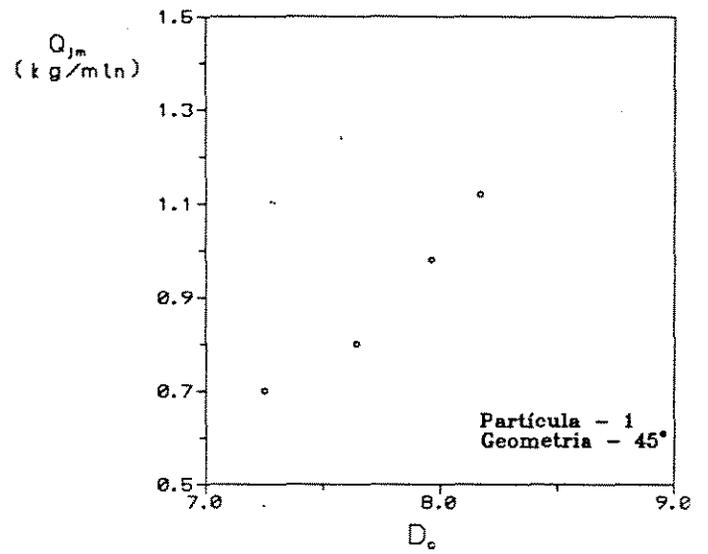
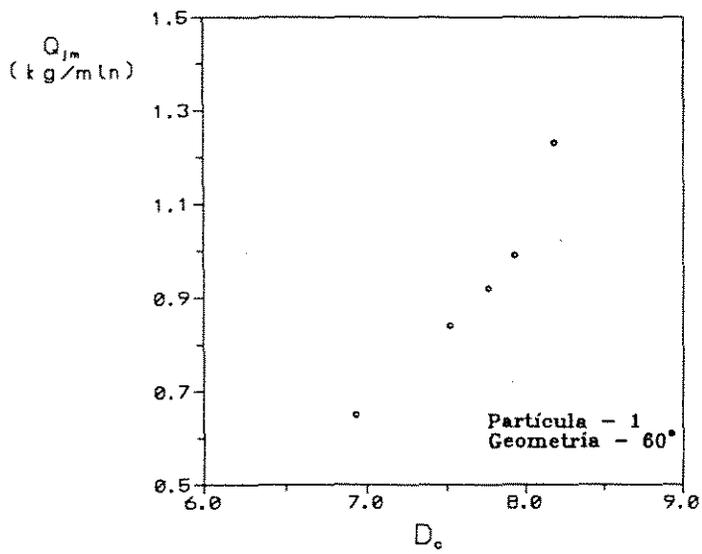


Figura 4.15 - Influência do Diâmetro Equivalente do Leito na Vazão de Jorro Mínimo.

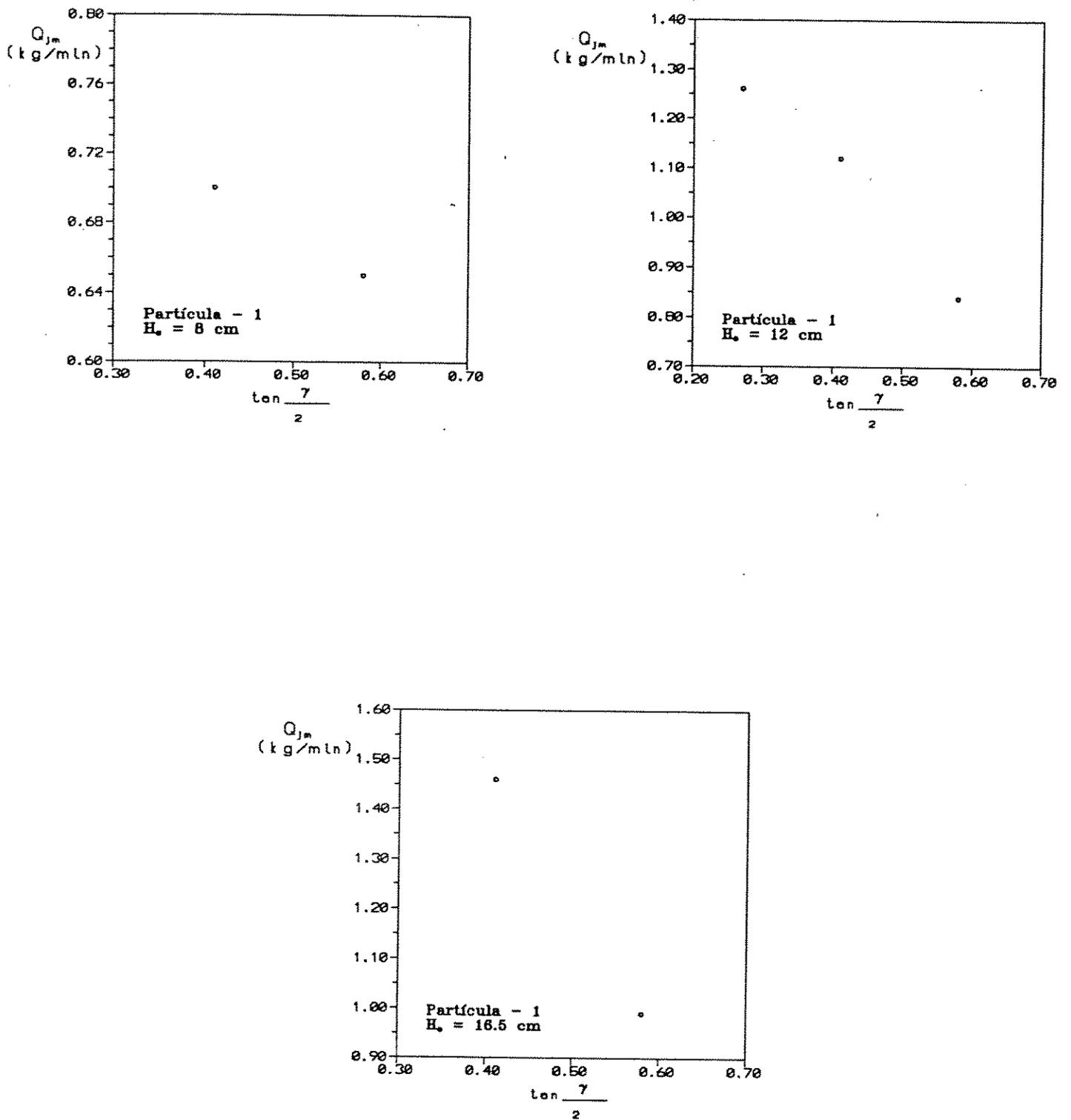


Figura 4.16 - Influência do Ângulo da Base na Vazão de Jorro Mínimo.

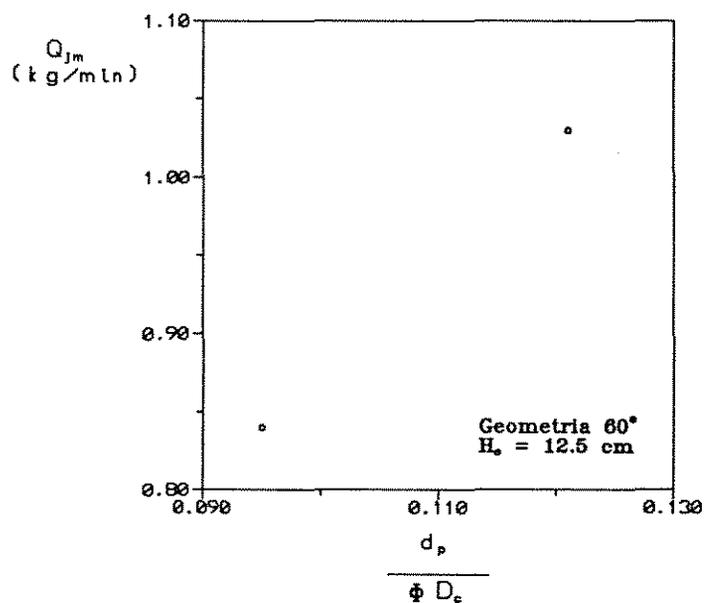
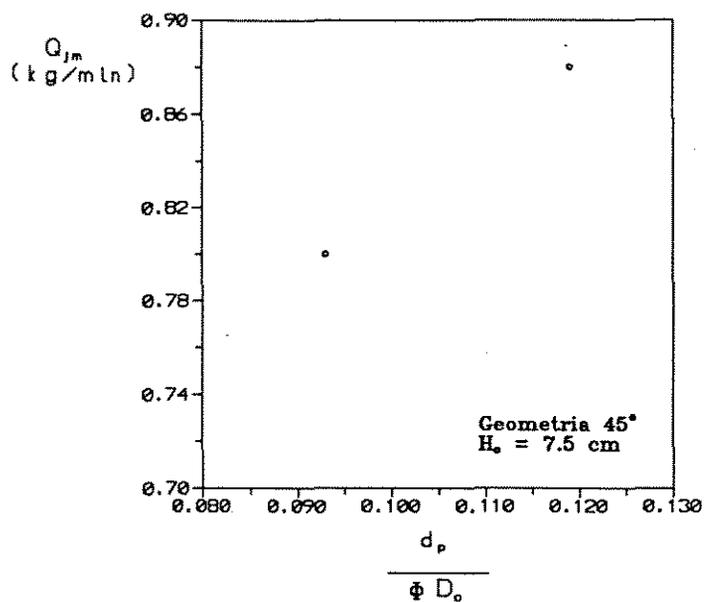


Figura 4.17 - Influência do Tamanho e Forma da Partícula na Vazão de Jorro Mínimo.

Tabela 4.6 - Comparação dos dados experimentais com os calculados pela equação (37)

COR	γ (°)	CARGA (g)	$(\Delta P_{max})_{ex}$ (cm H ₂ O)	$(\Delta P_{max})_{ca}$ (cm H ₂ O)	DESVIO (%)
1	60	300	7,17	7,39	3,1
2	60	600	11,80	13,03	10,4
3	60	800	14,77	16,52	11,8
4	60	1000	18,18	19,21	5,6
5	60	1400	22,61	24,55	8,6
6	60	1800	29,20	28,25	-3,2
7	60	2100	34,70	30,71	-11,5
8	60	2300	34,92	33,66	-3,6
9	45	250	5,41	5,13	-5,2
10	45	400	7,28	7,52	3,3
11	45	600	10,20	9,65	-5,4
12	45	800	13,56	13,95	2,9
13	45	1100	17,08	14,66	-14,2
14	45	1400	20,08	18,04	-10,1
15	45	1600	22,92	20,07	-12,4
16	45	1800	24,79	21,09	-14,9
17	30	700	8,49	10,41	22,6
18	30	912	12,68	12,36	-2,5
19	30	1000	16,42	13,18	-19,7
20	30	1100	22,48	14,11	-37,3
21	30	1200	15,43	15,02	-2,7
22	30	1300	14,77	15,94	7,9
23	30	1500	18,07	17,78	-1,6

continuação da Tabela 4.6

#	24	#	45	#	400	#	7,50	#	6,79	#	-9,4	#
#	25	#	45	#	700	#	10,92	#	9,67	#	-11,4	#
#	26	#	45	#	1200	#	19,84	#	22,64	#	14,1	#
#	27	#	45	#	1800	#	21,82	#	26,57	#	21,8	#
#	28	#	60	#	600	#	12,90	#	11,17	#	-13,4	#
#	29	#	60	#	1000	#	23,80	#	16,47	#	-30,8	#
#	DESVIO MEDIO ABSOLUTO (%)										11,1	#
#	DESVIO PADRAO (%)										0,136	#
#	COEFICIENTE DE CORRELAÇÃO										0,8940	#
#####												

Tabela 4.7 - Comparação dos dados experimentais com os calculados pela equação (38)

#	COR	#	γ (°)	#	CARGA (g)	#	$(Q_{jm})_{ex}$ (kg/min)	#	$(Q_{jm})_{ca}$ (kg/min)	#	DESVIO (%)	#
#	1	#	60	#	300	#	0,65	#	0,65	#	-0,1	#
#	2	#	60	#	600	#	0,84	#	0,99	#	17,8	#
#	3	#	60	#	800	#	0,92	#	1,16	#	26,5	#
#	4	#	60	#	1000	#	0,99	#	1,29	#	30,5	#
#	5	#	60	#	1400	#	1,23	#	1,51	#	23,2	#
#	6	#	60	#	1800	#	1,61	#	1,63	#	1,0	#
#	7	#	60	#	2100	#	1,64	#	1,69	#	3,3	#
#	8	#	60	#	2300	#	1,67	#	1,77	#	6,2	#
#	9	#	45	#	250	#	0,70	#	0,60	#	-14,2	#
#	10	#	45	#	400	#	0,80	#	0,79	#	-0,6	#
#	11	#	45	#	600	#	0,98	#	0,96	#	-2,4	#

continuação da Tabela 4.7

# 12	# 45	# 800	# 1,12	# 1,19	# 6,3	#
# 13	# 45	# 1100	# 1,37	# 1,22	# -10,8	#
# 14	# 45	# 1400	# 1,46	# 1,36	# -7,1	#
# 15	# 45	# 1600	# 1,53	# 1,43	# -6,5	#
# 16	# 45	# 1800	# 1,58	# 1,47	# -7,2	#
# 17	# 30	# 700	# 1,12	# 1,08	# -3,6	#
# 18	# 30	# 912	# 1,26	# 1,18	# -6,7	#
# 19	# 30	# 1000	# 1,05	# 1,21	# 15,7	#
# 20	# 30	# 1100	# 1,24	# 1,26	# 1,3	#
# 21	# 30	# 1200	# 1,18	# 1,30	# 9,9	#
# 22	# 30	# 1300	# 1,38	# 1,34	# -3,2	#
# 23	# 30	# 1500	# 1,51	# 1,41	# -6,6	#
# 24	# 45	# 400	# 0,88	# 0,80	# -8,9	#
# 25	# 45	# 700	# 1,13	# 1,05	# -7,1	#
# 26	# 45	# 1200	# 1,48	# 1,64	# 10,8	#
# 27	# 45	# 1800	# 1,65	# 1,78	# 7,7	#
# 28	# 60	# 600	# 1,03	# 0,98	# -5,0	#
# 29	# 60	# 1000	# 1,42	# 1,30	# -8,8	#
# DESVIO MEDIO ABSOLUTO (%)					8,9	#
# DESVIO PADRAO (%)					0,114	#
# COEFICIENTE DE CORRELAÇÃO					0,9302	#
#####						

Tabela 4.8 - Queda de Pressão de Jorro Estável

Cor.	γ (°)	Partíc.	H _{max} (cm)	$\Delta P_{j\text{exp}}$ (cm H ₂ O)	$\Delta P_{j\text{cal}}$ (cm H ₂ O)	Desvio (%)
8	60	1	27,4	23,80	15,25	36,20
16	45	1	17,8	9,92	10,41	-4,90
23	30	1	17,3	8,16	9,64	-18,12
27	45	2	27,0	10,37	15,24	46,92
29	60	2	16,5	11,80	9,31	21,09

4.2 - Processo com Recobrimento

Como mostrado no Capítulo 3, foram realizadas 11 corridas com recobrimento, analisando-se a Queda de Pressão - Vazão de gás na faixa de operação de jorro estável. Dos resultados obtidos foram construídos gráficos $\Delta P - Q$ para o processo com e sem recobrimento, conjuntos para fins de comparação. Todos os gráficos da dinâmica com recobrimento estão disponíveis no Anexo 2.

A análise dos gráficos permite observar que a queda de pressão manteve-se constante durante o recobrimento e durante a diminuição da vazão. O gráfico ainda mostra que a queda de pressão durante o recobrimento apresentou os mesmos valores que o processo sem recobrimento. Esse resultado está de acordo com o observado por Kurschanski e Kmiéc (06) em leito cônico, que indicou as mesmas correlações para o processo com e sem recobrimento.

Utilizou-se nesse trabalho durante o recobrimento uma vazão de solução na faixa de 7 a 15 ml/min e ar comprimido na faixa de 0,03 a 0,05 kg/min. A pressão do ar de atomização foi mantida em 12 psi. Nessas condições não se verificou, visualmente, a elutriação da solução seca e não houve influência na dinâmica do processo. A queda de pressão de jorro estável permaneceu a mesma e houve uma boa circulação de sólidos.

Algumas conclusões foram obtidas por observação experimental:

e análise do produto final recoberto. Para temperaturas do ar entre 70°C e 75°C, a secagem é praticamente instantânea. Através da amostragem das partículas do leite não foi possível verificar mudança no peso das amostras antes e após a permanência em estufa por períodos de 10 horas a 80°C. A utilização de solventes orgânicos facilitou a secagem da solução sobre o núcleo. Portanto, as temperaturas de ar utilizadas, entre 70°C e 75°C, as quais foram obtidas pelo próprio aquecimento do ar pela compressão, foram suficientes para secar rapidamente a solução sobre o núcleo evitando encharcamento e aglomeração de partículas no leite. Não houve penetração do recobrimento no comprimido, o que pode ser verificado colocando-se a partícula partida em observação em microscópio. A qualidade do produto obtido, quanto à degradação, foi considerada adequada, permanecendo as amostras inalteradas após um período de 1 mês em presença de luz e aberto ao ambiente, o qual contém umidade. Em ambiente fechado não foi observada alteração por um período de 6 meses. Portanto, em condições de embalagem e ausência de luz, não ocorre a degradação da película de recobrimento em curto período de tempo. Não houve quebra de partículas durante o processo e a uniformidade foi verificada apenas por observação visual, sendo considerada satisfatória.

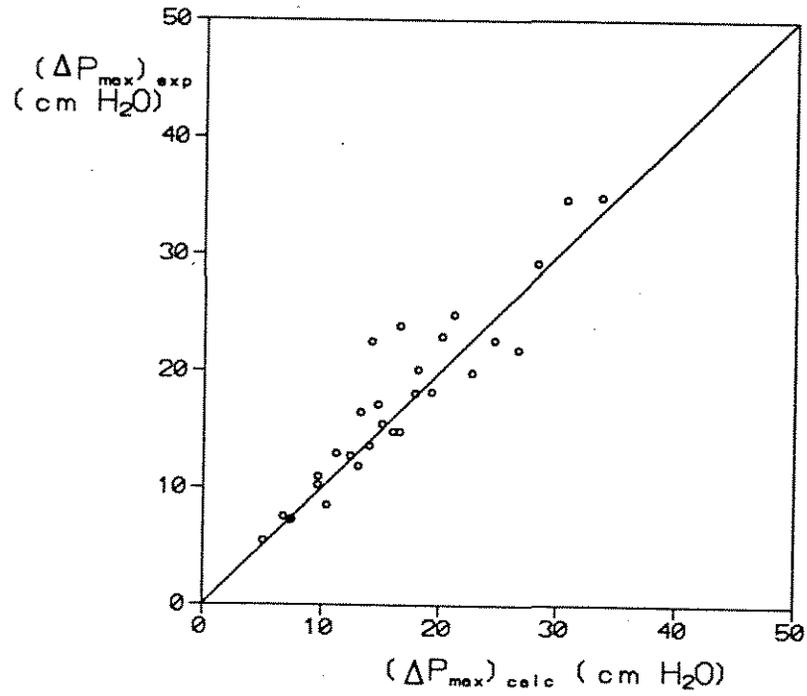


Figura 4.18 - Comparação dos dados experimentais com os calculados pela equação (37)

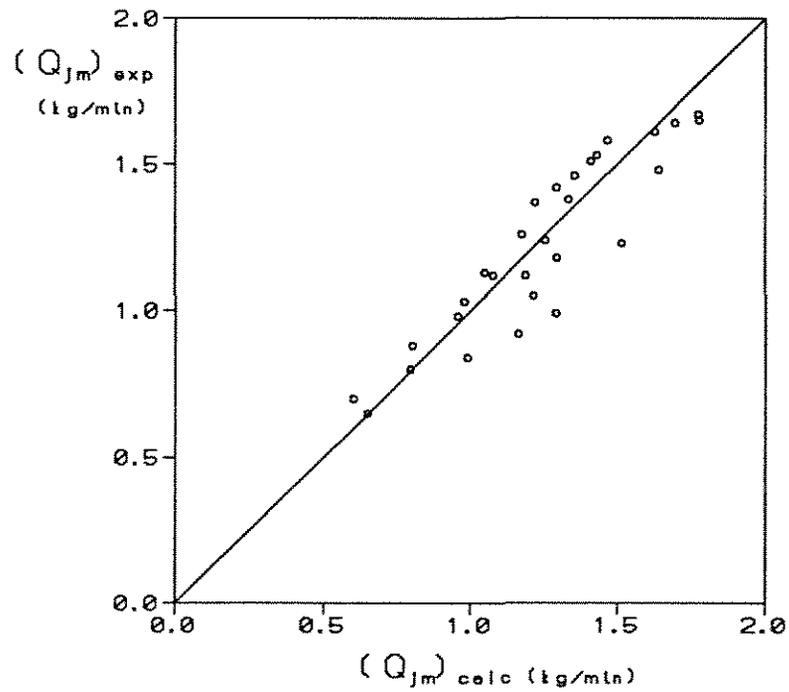


Figura 4.19 - Comparação dos dados experimentais com os calculados pela equação (38)

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

5.1 - Conclusões

Neste trabalho foi efetuada a construção de um sistema experimental de leito de jorro bi-dimensional, adequadamente instrumentado para recobrimento de partículas não esféricas. Apesar do formato desfavorável das partículas conseguiu-se uma boa circulação dos sólidos, que são comprimidos padrões.

Esse sistema experimental permitiu a obtenção das seguintes medidas experimentais:

- vazão de ar;
- pressão estática na linha de circulação de ar;
- queda de pressão no leito;
- temperatura do ar na linha de circulação de ar e no leito;
- vazão de solução de recobrimento;
- vazão de ar comprimido para bico atomizador;
- pressão estática na linha de circulação de ar comprimido.

Foram verificadas algumas correlações da literatura desenvolvidas para leitos convencionais, para o cálculo da queda de pressão máxima e para a vazão de jorro mínimo. Essas equações foram adaptadas ao leito bi-dimensional utilizando a definição de diâmetro equivalente.

Diante dos resultados obtidos, pretendeu-se melhorar as correlações para ΔP_{max} e Q_{jm} . Foram, então efetuados ajustes próprios pelo método dos mínimos quadrados e obtidas as equações (37) e (38). As seguintes faixas de variáveis foram utilizadas no desenvolvimento das equações:

ΔP - de 0 a 40 cm. de H₂O

Q - de 0 a 2,5 kg/min de ar

d_p - de 0,649 cm. a 0,747 cm.

ϕ - de 0,77 a 0,8567

D_c - de 5 cm. a 8,7 cm.

H_o - de 5,41 cm. a 28 cm.

γ - de 30° a 60°

Foram obtidos valores experimentais para H_{max} para os 3 ângulos utilizados e os 2 tamanhos de partículas. Entretanto, os dados são ainda insuficientes para um bom correlacionamento.

Verificou-se que das inclinações utilizadas, conseguiu-se melhor movimentação de sólidos, tanto sem recobrimento como com recobrimento, com ângulo da base em 45° .

Para o recobrimento foram obtidos dados de ΔP_j e Q para o leito em jorro. Verificou-se a não influência da atomização da solução no processo, o que pode ser visto nas figuras I.30 a I.40. Portanto para vazão de solução até 15 ml/min e pressão de atomização 12 psi não ocorre modificação na queda de pressão do leito..

Não houve quebra do núcleo inerte, nem se verificou atrito no leito. Concluiu-se que a composição do placebo e pressão de compressão foram adequadas.

A utilização do leito bidimensional é geralmente feita com placas internas "(draft plates)", para se obter um valor menor de queda de pressão no leito e para a obtenção de um movimento adequado de jorro. NO nosso caso foi obtido esse movimento de jorro adequado pela colocação de um retificador de fluxo, o qual serviu ainda como distribuidor de ar.

Concluiu-se ainda, por esse estudo preliminar, viabilidade de utilização do leito de jorro bi-dimensional para recobrimento de comprimidos.

5.2 - Sugestões para Trabalhos Futuros

O mesmo equipamento pode ser instrumentado para se estudar a transferência de calor e eficiência de recobrimento. Pode-se ampliar o estudo utilizando outros tamanhos e formas de placebos.

Seria de interesse a verificação das correlações propostas para outros tamanhos de leito.

O trabalho feito com comprimidos e a análise do recobrimento

através de testes de dissolução da droga serão importantes para corroborar a adequação da formulação da solução e do processo de recobrimento.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 01 - Becker, H.A. - AN INVESTIGATION OF LAWS GOVERNING THE SPOUTING OF COARSE PARTICLES , Chem. Eng. Sci. 13, 245 (1965).
- 02 - Brudney, N. e P.Y. Tompin, Canadian Pharm. J. 24, pp 18 (1961)
- 03 - Gelperin, N.I. ; Ainshtein, V.G. ; Gelperin E.N. ; e L'vova, S.D. - HYDRODYNAMICS PROPERTIES OF FLUIDIZED GRANULAR MATERIALS IN CONICAL AND CONICAL-CYLINDRICAL SETS , Khim Tekhnol. Top. Masel 5, No 8.51 (1960).
- 04 - Kalwar, M.I. ; Raghavan, G.S.V. ; Mujumdar A.s. e Fanous, M.A. - AERODYNAMICS OF GRAINS IN A LARGE SCALE TWO-DIMENSIONAL SPOUTED BED WITH DRAFT PLATES , Notas particulares, (1990).
- 05 - Kudra, T. ; Mujumdar, A.S. ; Raghavan, G.S.V. - GAS-TO-PARTICLE HEAT TRANSFER IN TWO-DIMENSIONAL SPOUTED BEDS , Can. J. Chem. Heat and Mass Transfer Vol. 16 , Pags. 730-741, (1989).
- 06 - Kmiéc, A. e J. Kurcharski - HYDRODYNAMICS HEAT AND MASS TRANSFER DURING COATING OF TABLETS IN A SPOUTED BED , Can. J. Chem. Eng., 61, pp. 435-439 (1983).
- 07 - Kmiéc, A. e J. Kurcharski - THE EFFECT OF PROCESS PARAMETERS ON MASS DISTRIBUTIONS AND EFFICIENCY OF TABLET COATING IN A SPOUTED BED , Anais do 6th IDS'88, Versailles, France, pp. PA27-31 (1988).
- 08 - Kmiéc, A. e J. Kurcharski - HEAT AND MASS TRANSFER DURING COATING OF TABLETS IN SPOUTED BED , Apresentado no 3rd International Symposium in Spouted Beds, Vancouver, Canada (1991).
- 09 - Jeffrey, G.A.; Davidson, J.F. - THE MECHANISM OF SPOUTED BEDS , Trans. inst. Chem. Eng. 47, T 120 (1969).
- 10 - Malek, M.A. e Lu, B.C.Y - PRESSURE DROP AND SPOUTABLE BED HEIGHT IN SPOUTED BEDS , Ind. Eng. Chem. Process Des.

- Devol., 4, pp. 123-128 (1965).
- 11 - Mamuro, t. e Hattori, H. - FLOW PATTERN OF FLUID IN SPOUTED BEDS , J. Chem. Eng. Jap. 1, (1968).
 - 12 - Mathur, K.B. e Epstein, N. - SPOUTED BEDS , Academic Press (1974).
 - 13 - Mathur, K.B. e Gishler, P.E. - A TECHNIQUE FOR CONTACTING GASES WITH COARSE SOLID PARTICLES , AIChE J., 1 pp. 157-164 (1965).
 - 14 - Mujumdar, A.S. - DRYING '84 , Ed. A.S. Mujumdar, 151 (1984)
 - 15 - Muklenov, J.P. e Gorshtein - INVESTIGATION OF A SPOUTED BED , Khim. Prom. (Moscow), 41, pp. 443 (1965).
 - 16 - Ower, E. e Pankhurst, R.C. - THE PLATE ORIFICE, SHAPED NOZZLE, AND VENTURI TUBE , The Measurement of Air Flow, 5th edition , Pergamon Press (1977).
 - 17 - Nikolaev, A.M. e Gobulev, L.G. - BASIC HYDRODYNAMICS CHARACTERISTICS OF THE SPOUTING BED , Izv. Vyssh. Zaved. Khim Tekhnol , 7, 855 (1964).
 - 18 - Pallai, I. e Nemeth, J. - ANALYSIS OF FLOW FORMS IN A SPOUTED BED APPARATUS BY SO-CALLED PHASE DIAGRAM , Int. Cong. Chem. Eng , (CHISA), 3rd, Prague paper C2.4 (1969).
 - 19 - Passos, M.L.A. - FLOW CHARACTERISTICS OF TWO-DIMENSIONAL SPOUTED AND SPOUT-FLUIDIZED BEDS OF PARTICLES , Ph. D. Thesis, MCGILL University, Montreal, Canada (1991).
 - 20 - Ritschel, W.A., PHARM IND , pp. 415 (1962).
 - 21 - Romankov, P.G. e Rashkovskaya - DRYING IN A SUSPENDED STATE , 2nd ed., in Russian, Chem. Publ. House, Leningrad Branch (1968).
 - 22 - Santana, C.C.; Rocha, S.C.S; Cremasco M.A. e Ataíde, C.H. - RECOBRIMENTO DE COMPRIMIDOS EM LEITO DE JORRO: ESTUDOS PRELIMINARES , Apresentado no XIX Encontro sobre Escoamento em Meios Porosos. Campinas, Outubro (1991).
 - 23 - Seitz, J.A.; Mehta, S.P. e Yeager, J.L. - TABLET COATING , The Theory and Practice of Industrial Pharmacy.
 - 24 - Singiser, R.E.; Heiser, A.L. e Prillig, E.B.- AIR-SUSPENSION TABLET COATING , Chem. Eng. Progress, 62, No 4 , pp. 107-111 (1966).
 - 25 - Thorley, B.; Saunby, J.B.; Mathur, K.B. e Osberg, G.L. - AN

- ANALYSIS OF AIR AND SOLID FLOW IN A SPOUTED WHEAT BED ,
Can. J. Chem. Eng. 37-184 (1959).
- 26 - Tsvik, M.Z.; Nabiev, M.M.; Rizaev, K.V.; Vyzgo, THE VELOCITY
FOR EXTERNAL SPOUTING IN THE COMBINED PROCESS FOR
PRODUCTION OF COMPLEX GRANULATED FERTILIZER , Uzb. Khim.
Zh., 11, No 5, pp. 69 (1967).
- 27 - Wurster, D.E., U.S. Patent, 2, 648, 609 (1963).

ANEXO I

I.1 - Calibração da Placa de Orifício da Linha de Circulação de Ar

Uma placa de orifício consiste simplesmente de uma placa fina, colocada entre duas flanges numa linha de tubulação, que possui um orifício coaxial em relação ao tubo. A Figura I.1 mostra o esquema da placa de orifício montada. As tomadas de pressão foram feitas junto a placa, segundo as normas DIN.

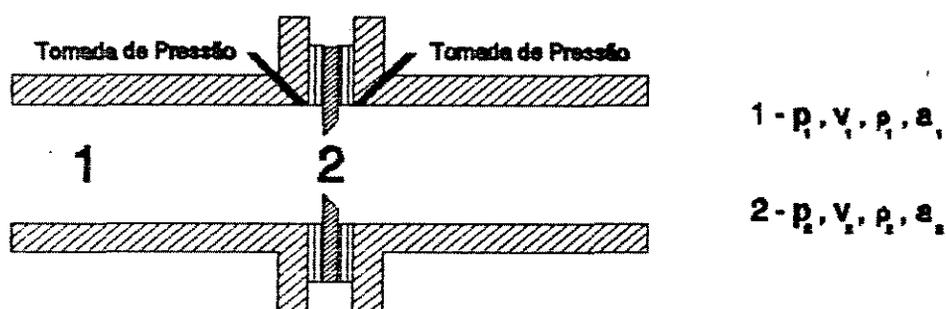


Figura I.1 - Esquema da Placa de Orifício

Observando a Figura I.1, faça p_1 , v_1 , ρ_1 e a_1 serem, respectivamente, a pressão estática, a velocidade média, a massa específica do ar e área seccional do tubo; e faça p_2 , v_2 , ρ_2 e a_2 serem as quantidades correspondentes para a área do orifício da placa.

Usando a equação geral de Bernoulli tem-se:

$$\frac{v_2^2}{2} + \int \frac{dp}{\rho} = \text{constante} \quad (39)$$

aplicando ao caso da placa,

$$\frac{v_2^2 - v_1^2}{2} = \int_{p_2}^{p_1} \frac{dp}{\rho} \quad (40)$$

e α a partir de

$$\alpha = 0,5959 + 0,0312 m^{1,05} - 0,184 m^4 \quad (48)$$

Ainda, de acordo com os autores, a equação (45) pode ser modificada para:

$$Q = R E \alpha a_2 \left(\frac{1}{(1 - m^2)} (h_1 - h_2) \frac{b}{(273 + t)} \right)^{1/2} \quad (49)$$

tendo a_2 em cm^2 , $(h_2 - h_1)$ como a queda de pressão em cm. de coluna de água, t como temperatura do ar em $^{\circ}C$, b a altura barométrica em mm.Hg e $R = 0,0573$. Com esses valores obtém-se Q em kg/min.

Ajustando a equação para o sistema experimental utilizado tem-se:

$$Q = 13,3887 \left(\frac{h_1 - h_2}{(t + 273)} \right)^{1/2} - 5,1548 \left(\frac{(h_1 - h_2)^{3/2}}{(p_1 + 1000)(t + 273)^{1/2}} \right) \quad (50)$$

que é a equação de calibração da placa.

I.2 - Calibração da Placa de Orifício de Ar Comprimido

O procedimento para a calibração da placa de orifício para a linha de ar comprimido foi o mesmo utilizado para a placa de orifício instalada na linha de circulação de ar. Depois de ajustada a equação de calibração obtida foi a seguinte:

$$Q_{ac} = 0,015419 \left(h_1 - h_2 \right)^{1/2} \quad (51)$$

onde h_1 e h_2 são dados em cm. de coluna de água e Q_{ac} em kg/min.

I.3 - Calibração dos Transdutores de Pressão

Os transdutores de pressão utilizados são fabricados pela Cole-Parmer Instrument Company série J-7352, com limite máximo

e α a partir de

$$\alpha = 0,5959 + 0,0312 m^{1,05} - 0,184 m^4 \quad (48)$$

Ainda, de acordo com os autores, a equação (45) pode ser modi para:

$$Q = R E \alpha a_2 \left(\frac{1}{(1 - m^2)} (h_1 - h_2) \frac{b}{(273 + t)} \right)^{1/2} \quad (49)$$

tendo a_2 em cm^2 , $(h_2 - h_1)$ como a queda de pressão em cm. de coluna de água, t como temperatura do ar em $^{\circ}C$, b a altura barométrica em mm.Hg e $R = 0,0573$. Com esses valores obtém-se Q em kg/min.

Ajustando a equação para o sistema experimental utilizado tem-se:

$$Q = 13,3887 \left(\frac{h_1 - h_2}{(t + 273)} \right)^{1/2} - 5,1548 \left(\frac{(h_1 - h_2)^{3/2}}{(p_1 + 1000)(t + 273)^{1/2}} \right) \quad (50)$$

que é a equação de calibração da placa.

I.2 - Calibração da Placa de Orifício de Ar Comprimido

O procedimento para a calibração da placa de orifício para a linha de ar comprimido foi o mesmo utilizado para a placa de ori instalada na linha de circulação de ar. Depois de ajustada a equação de calibração obtida foi a seguinte:

$$Q_{ac} = 0,015419 \left(h_1 - h_2 \right)^{1/2} \quad (51)$$

onde h_1 e h_2 são dados em cm. de coluna de água e Q_{ac} em kg/min.

I.3 - Calibração dos Transdutores de Pressão

Os transdutores de pressão utilizados são fabricados pela Cole-Parmer Instrument Company série J-7352, com limite máximo de

pressão de 15 psi.

Para a calibração, os transdutores foram ligados em série com um tubo em U à uma linha de circulação de ar. Assim foram tomados 10 pontos dentro da faixa de utilização do equipamento, lendo-se a queda de pressão no manômetro em U e o valor em milivolts no registrador digital do transdutor, simultaneamente. A partir desses dados foi ajustada uma curva para cada transdutor sendo:

-curva para o transdutor de leitura de pressão estática na linha de circulação de ar,

$$H(\text{cm.H}_2\text{O}) = 18,9798 \text{ V(mV.)} - 1028,6261 \quad (52)$$

-curva para o transdutor de leitura da queda de pressão na placa de orifíciada linha de circulação de ar,

$$\Delta h(\text{cm.H}_2\text{O}) = 1,1310 \text{ V(mV.)} - 0,2701 \quad (53)$$

Curva para o transdutor de leitura da queda de pressão no leito,

$$\Delta h(\text{cm.H}_2\text{O}) = 1,1012 \text{ V(mV.)} - 0,8672 \quad (54)$$

ANEXO 2

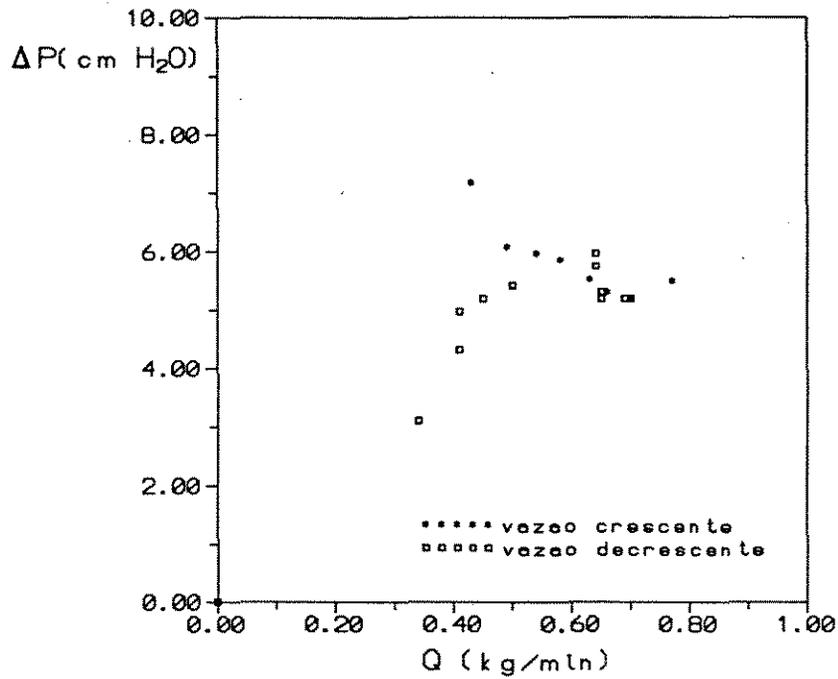


Figura A2.1 - Carga 300 g - Partícula 1
Inclinação - 60°

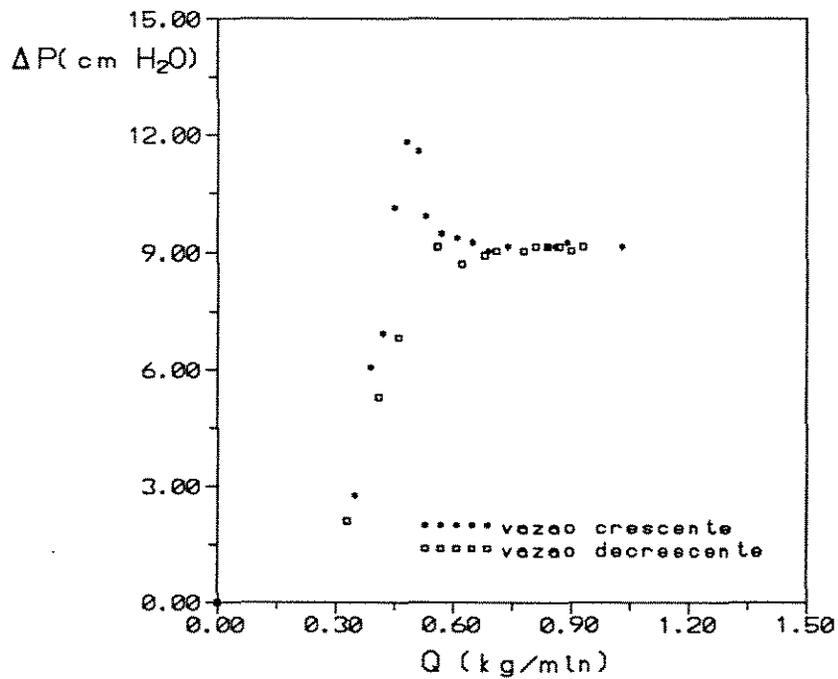


Figura A2.2 - Carga 600 g - Partícula 1
Inclinação - 60°

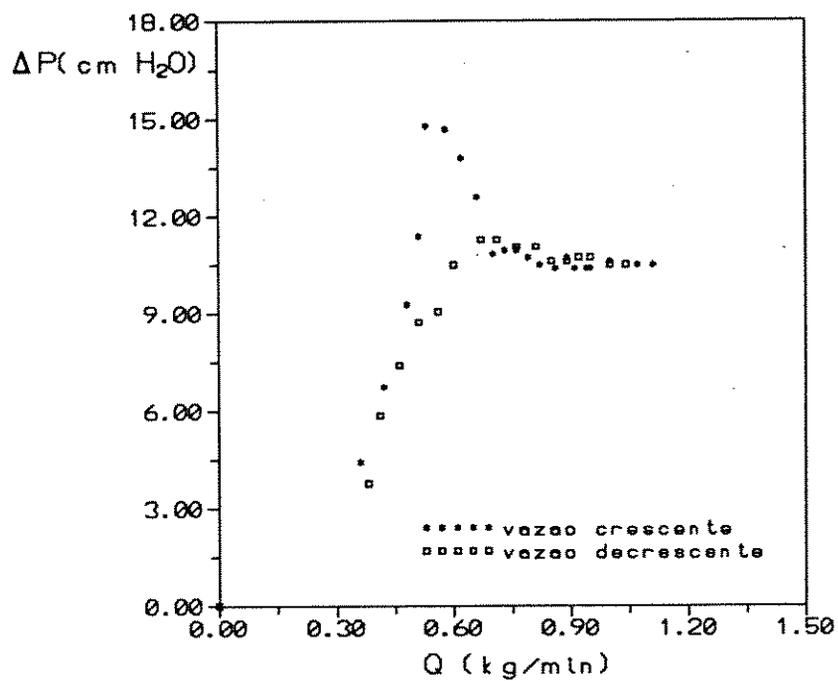


Figura A2.3 - Carga 800 g - Partícula 1
Inclinação - 60°

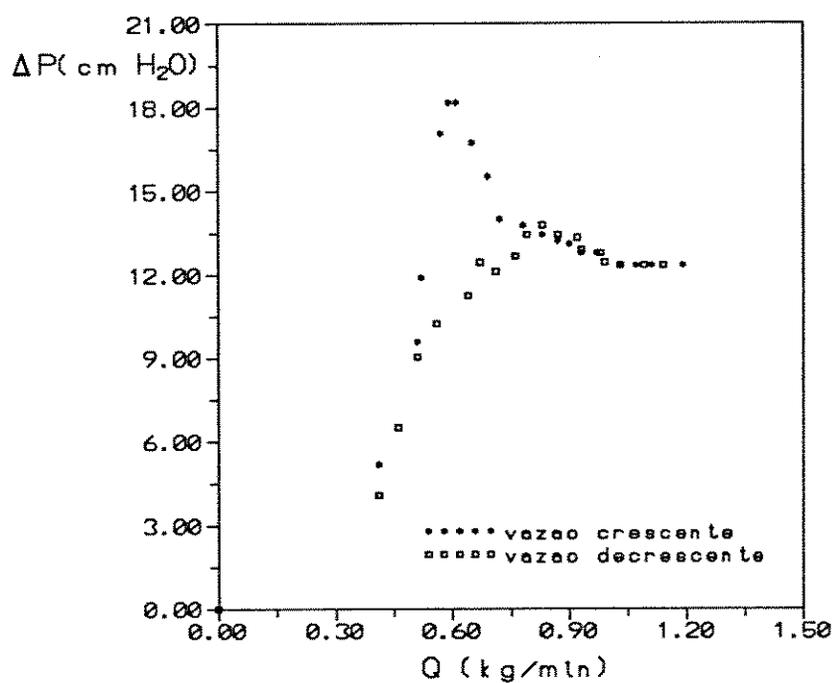


Figura A2.4 - Carga 1000 g - Partícula 1
Inclinação - 60°

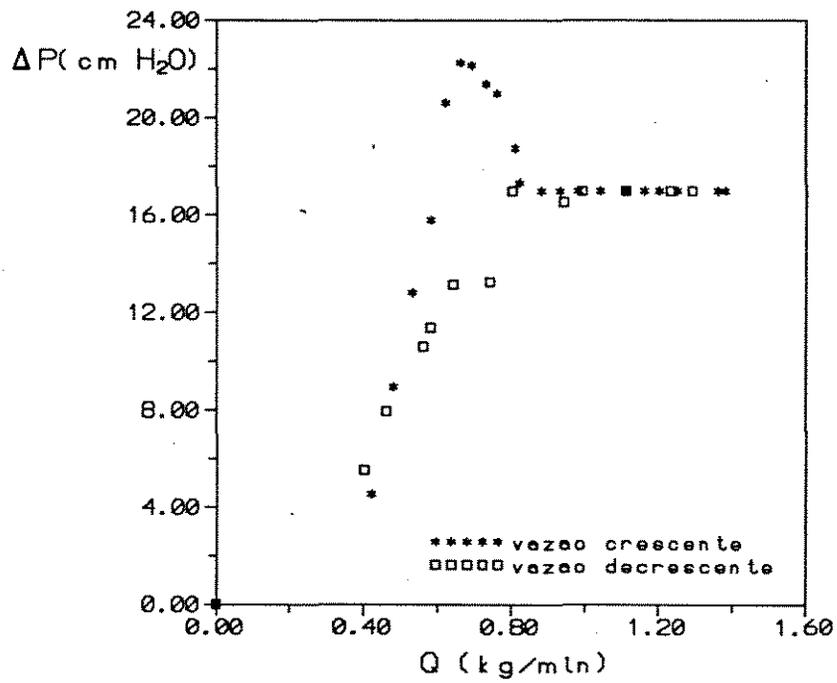


Figura A2.5 - Carga 1400 g - Partícula 1
 Inclinação - 60°

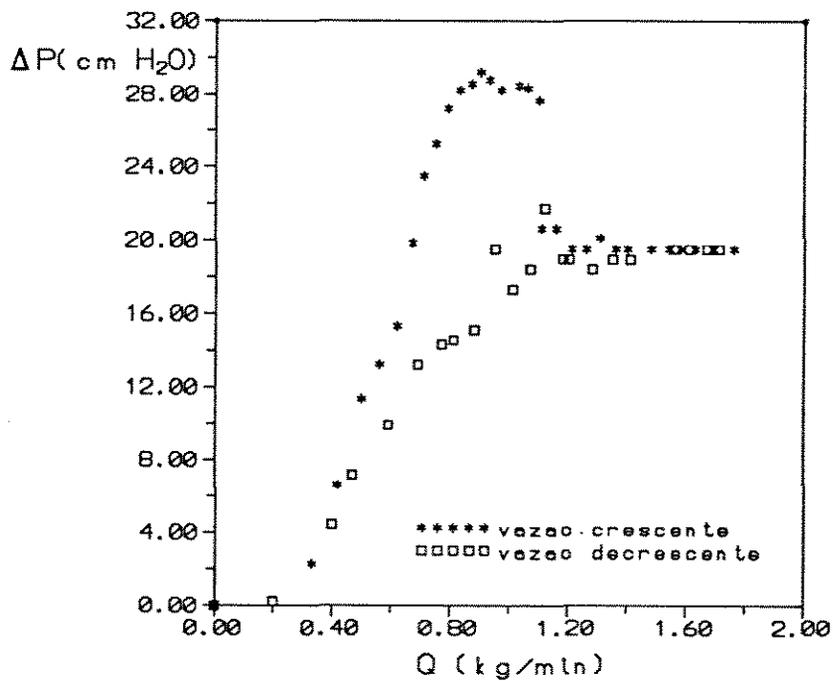


Figura A2.6 - Carga 1800 g - Partícula 1
 Inclinação - 60°

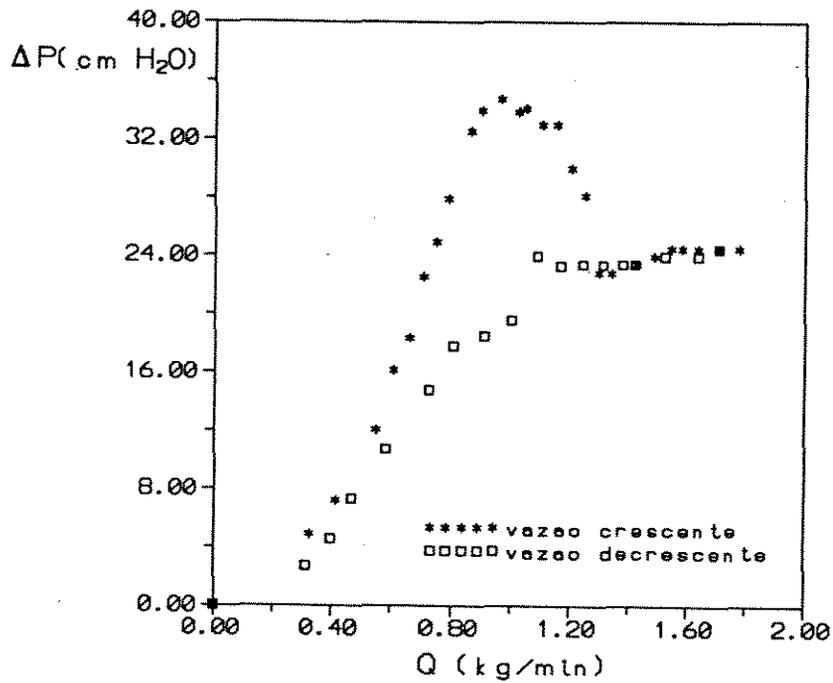


Figura A2.7 - Carga 2100 g - Partícula 1
Inclinação - 60°

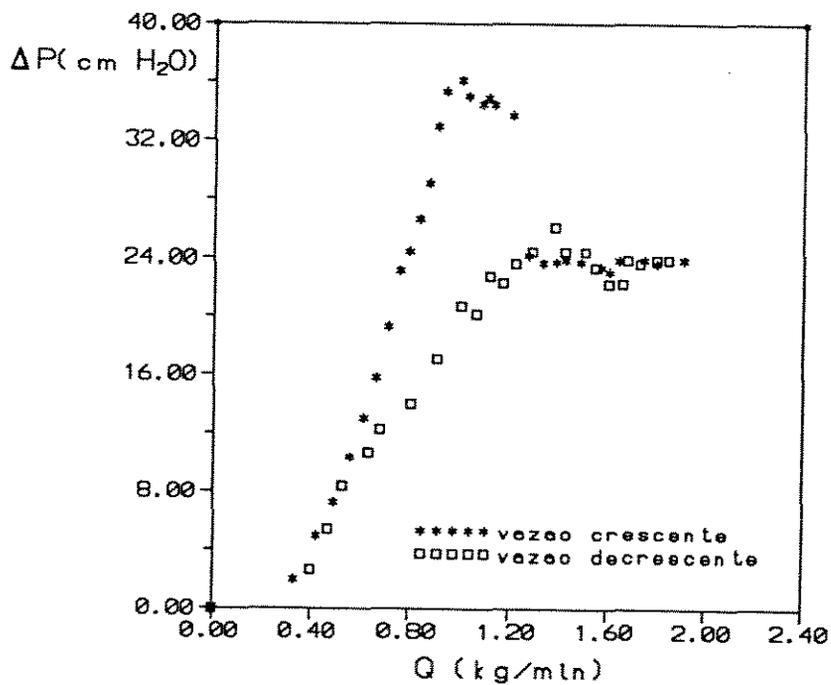


Figura A2.8 - Carga 2300 g - Partícula 1
Inclinação - 60°

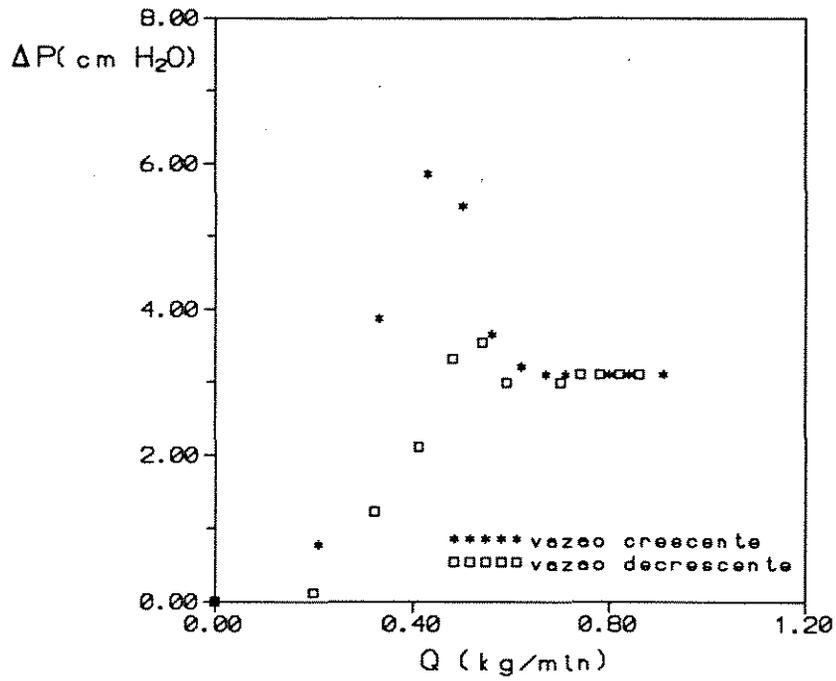


Figura A2.9 - Carga 250 g - Partícula 1
Inclinação - 45°

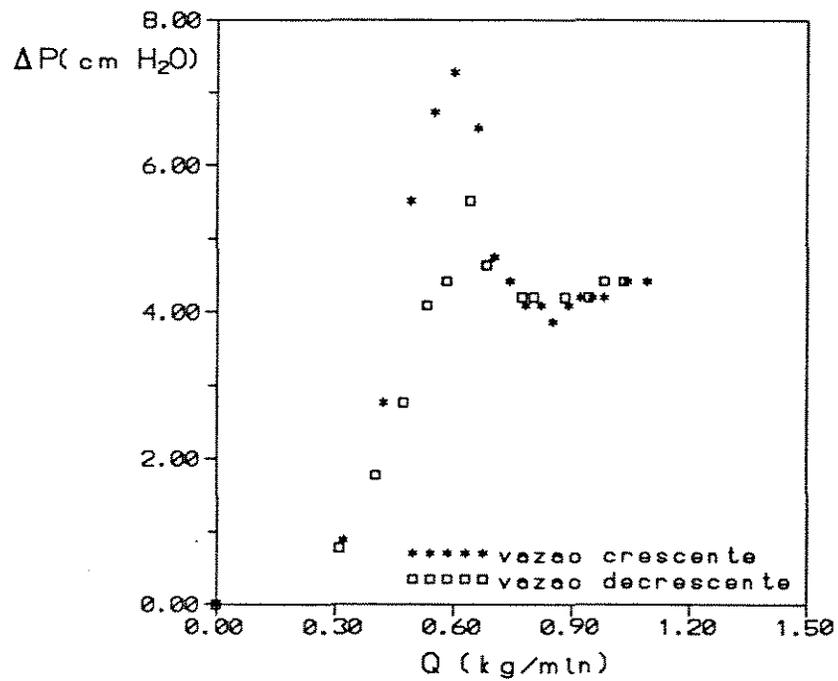


Figura A2.10 - Carga 400 g - Partícula 1
Inclinação - 45°

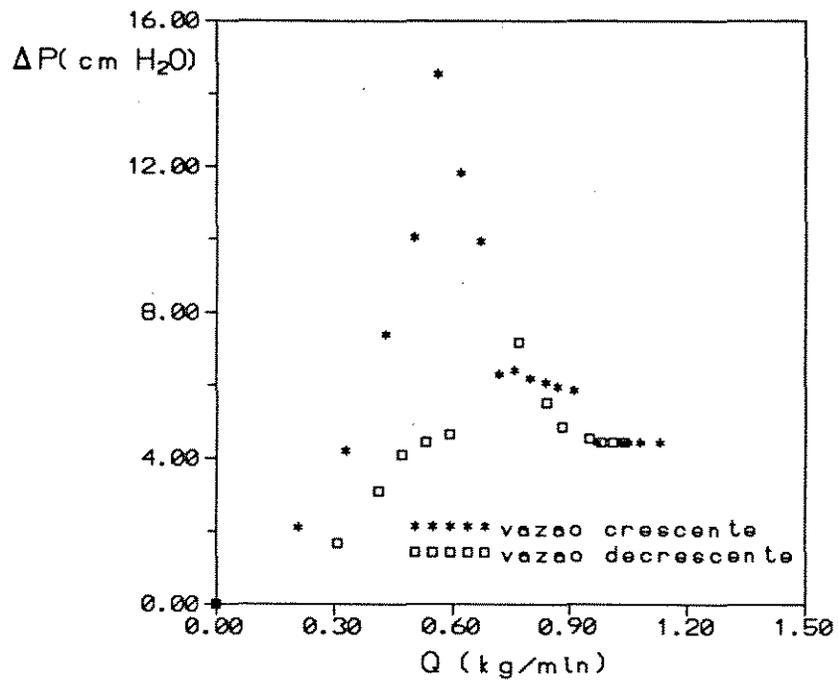


Figura A2.11 - Carga 600 g - Partícula 1
Inclinação - 45°

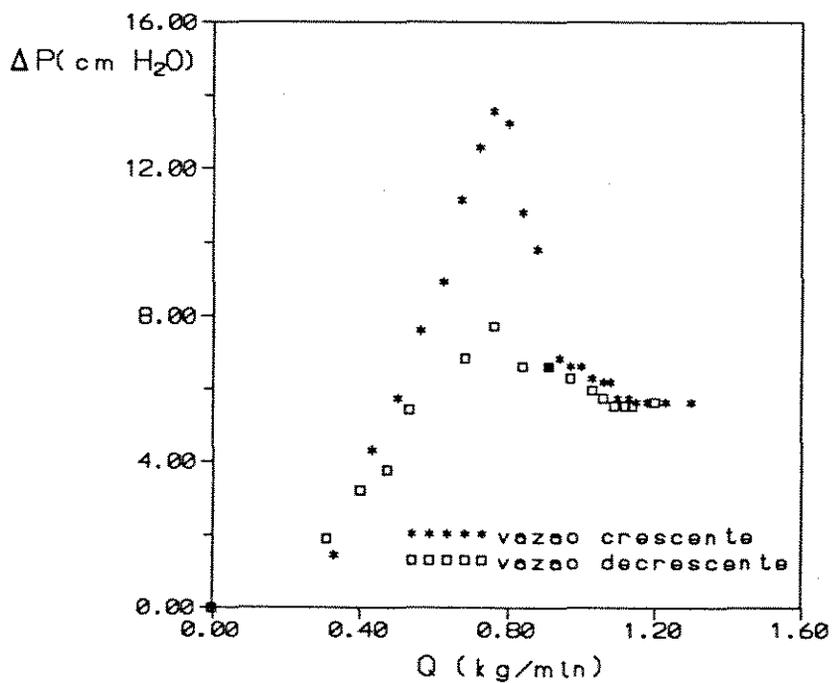


Figura A2.12 - Carga 800 g - Partícula 1
Inclinação - 45°

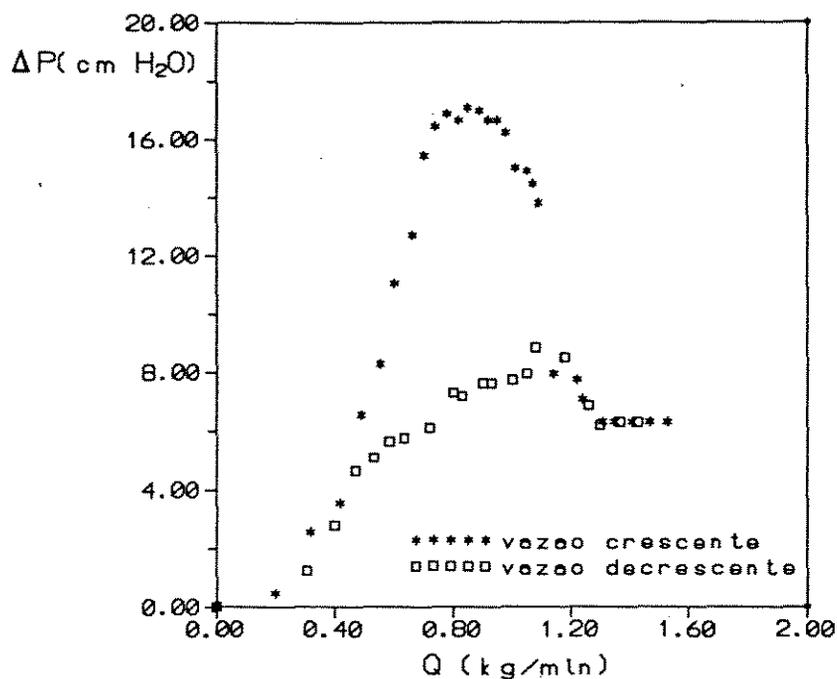


Figura A2.13 - Carga 1100 g - Partícula 1
Inclinação - 45°

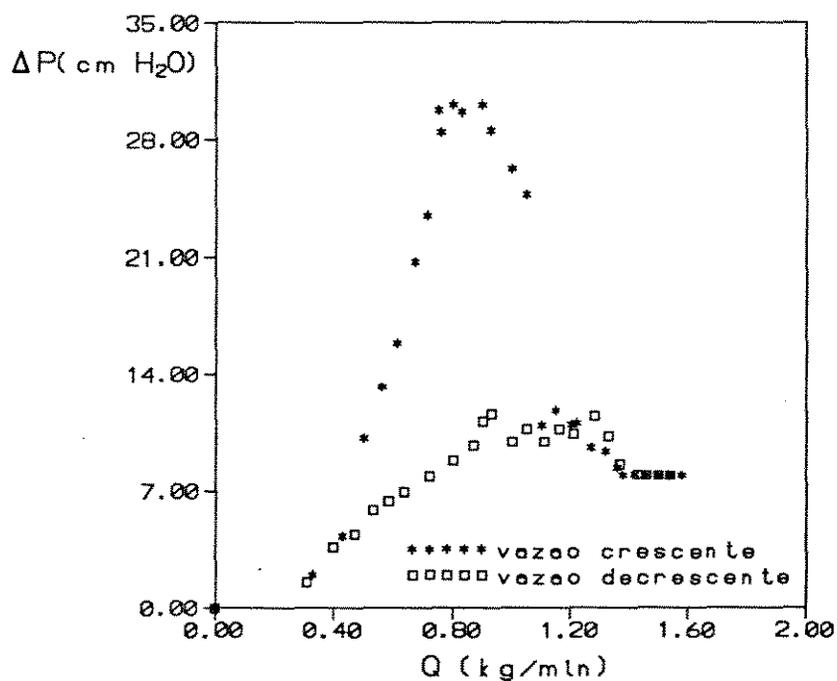


Figura A2.14 - Carga 1400 g - Partícula 1
Inclinação - 45°

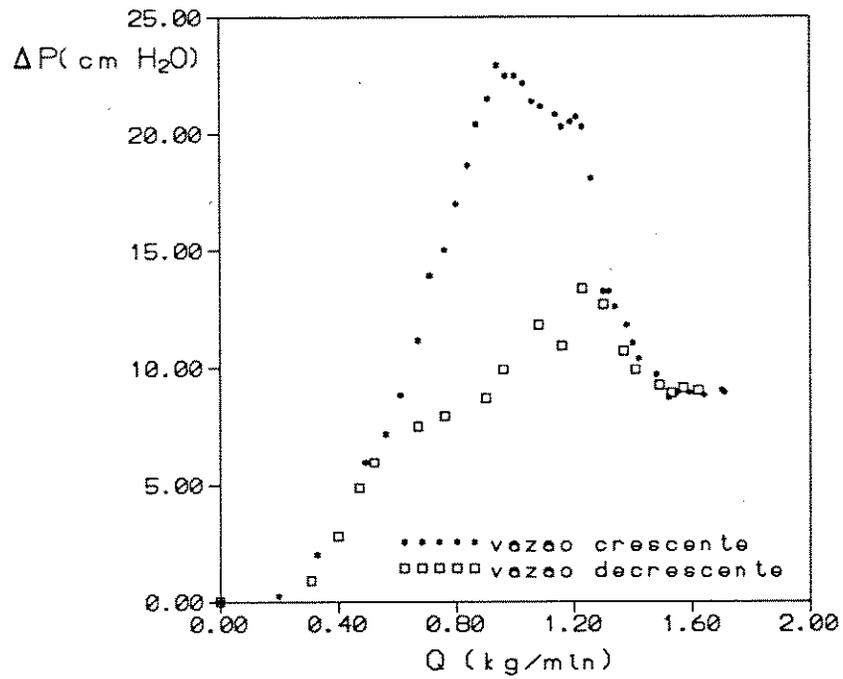


Figura A2.15 - Carga 1600 g - Partícula 1
Inclinação - 45°

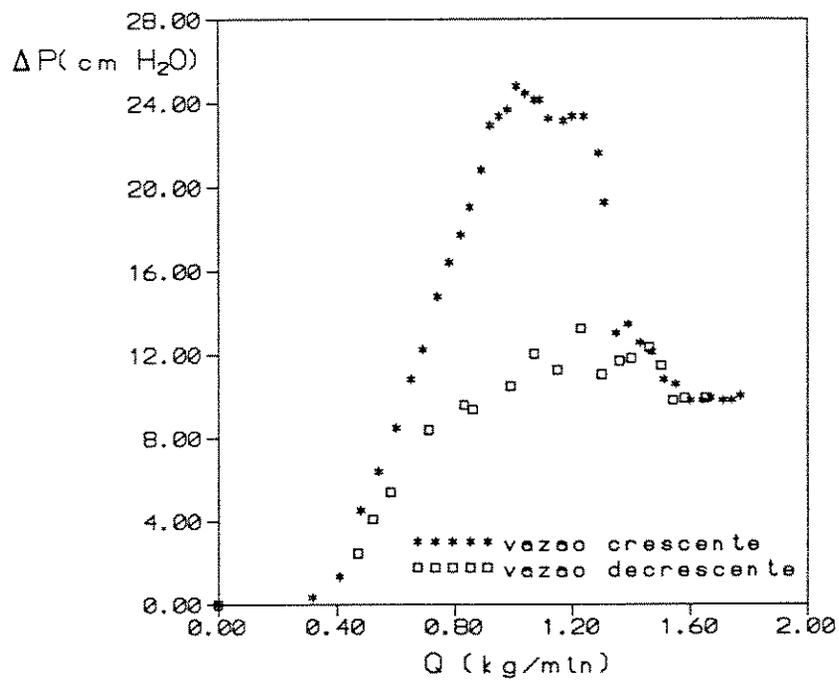


Figura A2.16 - Carga 1800 g - Partícula 1
Inclinação - 45°

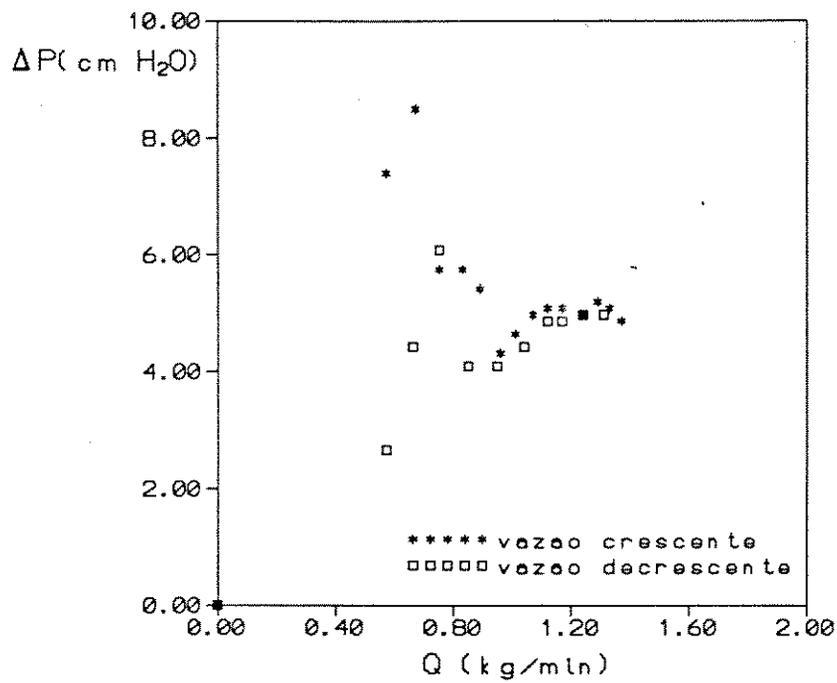


Figura A2.17 - Carga 700 g - Partícula 1
 Inclinação - 30°

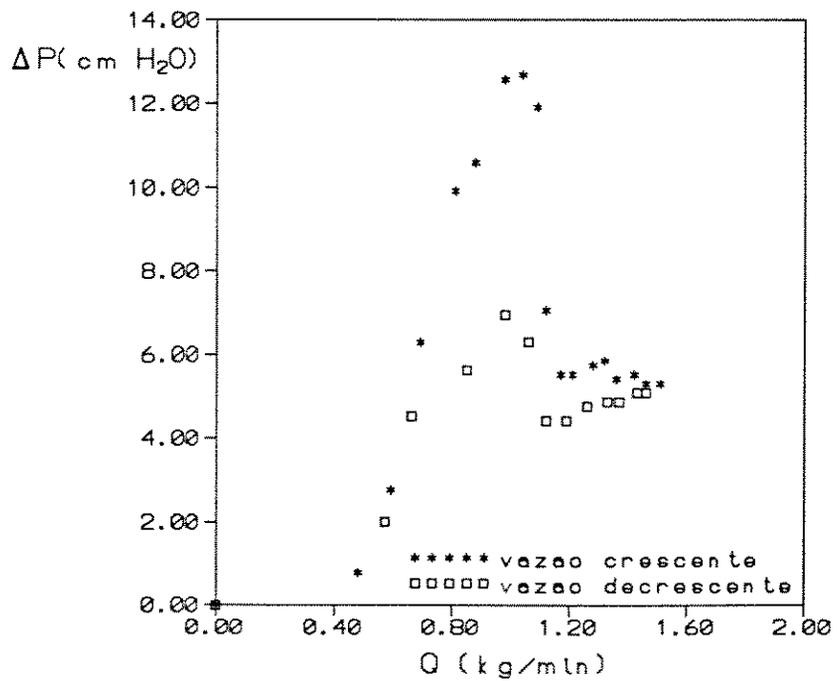


Figura A2.18 - Carga 912 g - Partícula 1
 Inclinação - 30°

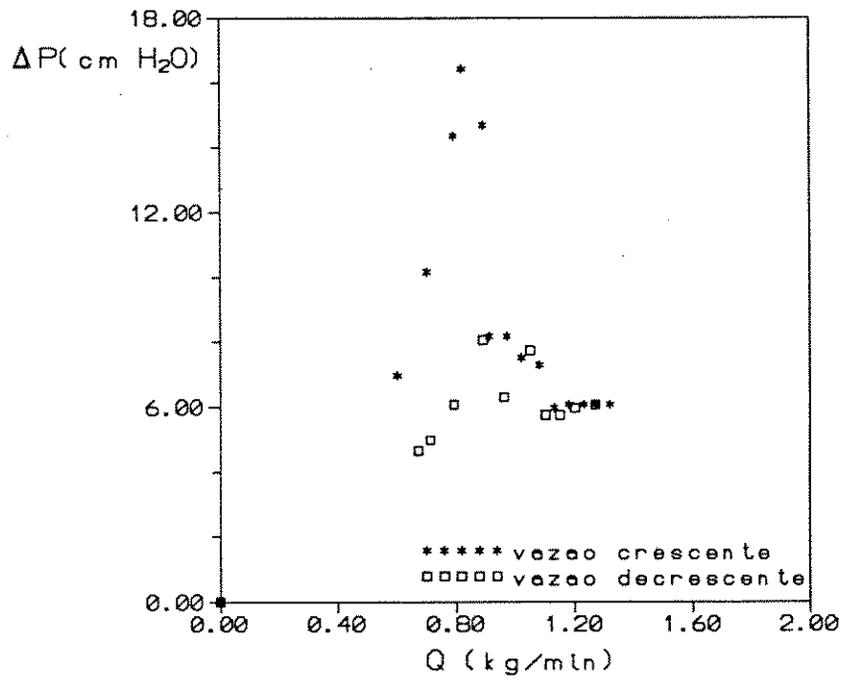


Figura A2.19 - Carga 1000 g - Partícula 1
Inclinação - 30°

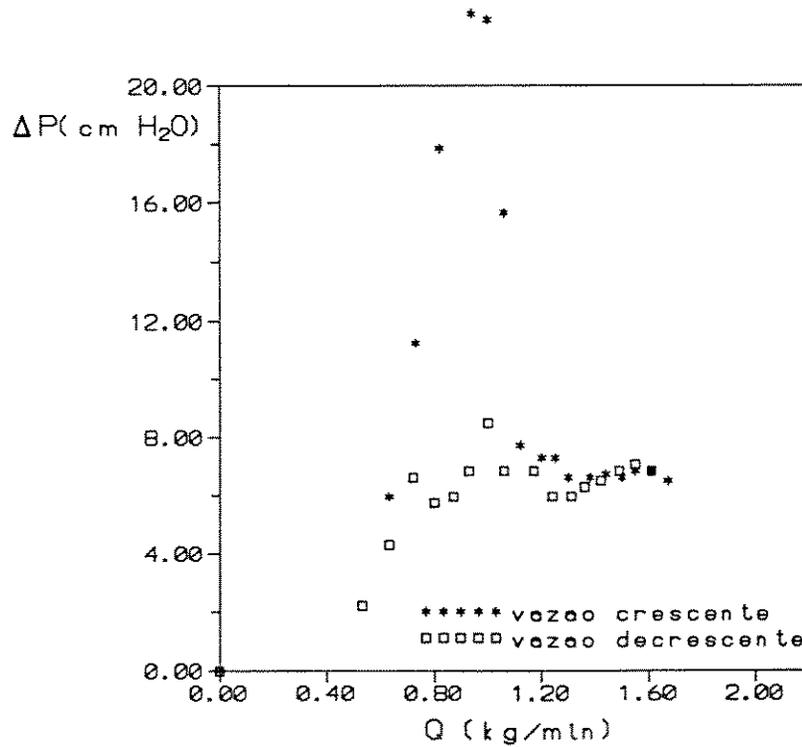


Figura A2.20 - Carga 1100 g - Partícula 1
Inclinação - 30°

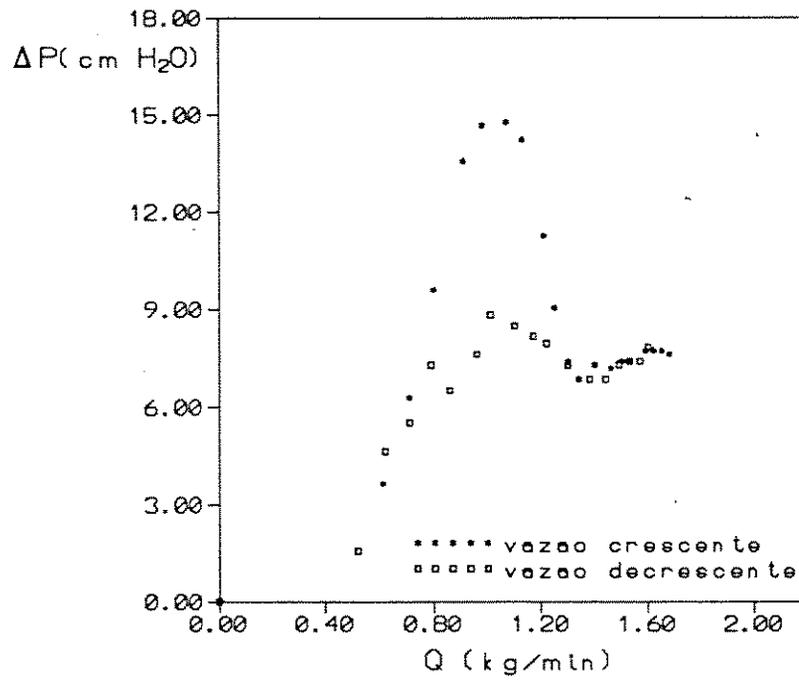


Figura A2.21 - Carga 1200 g - Partícula 1
Inclinação - 30°

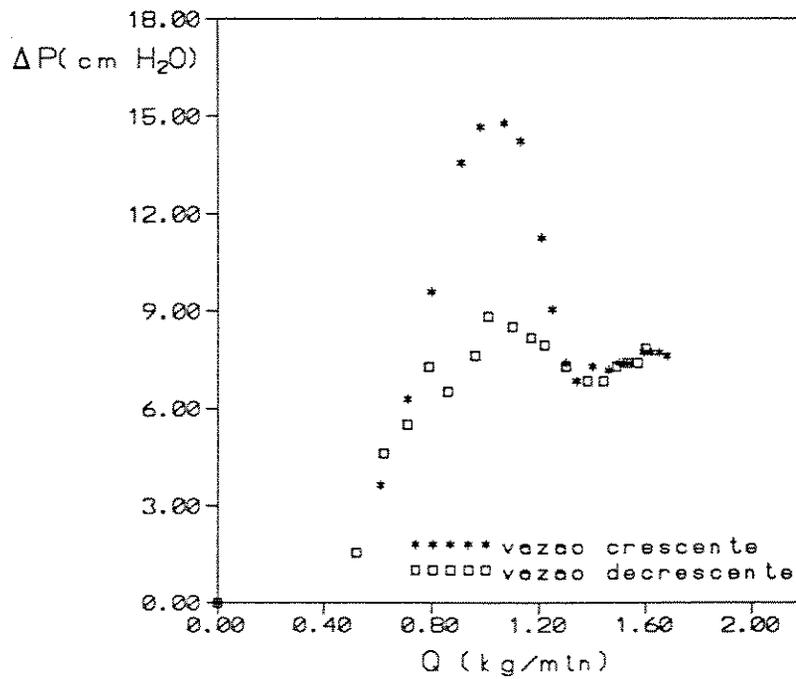


Figura A2.22 - Carga 1300 g - Partícula 1
Inclinação - 30°

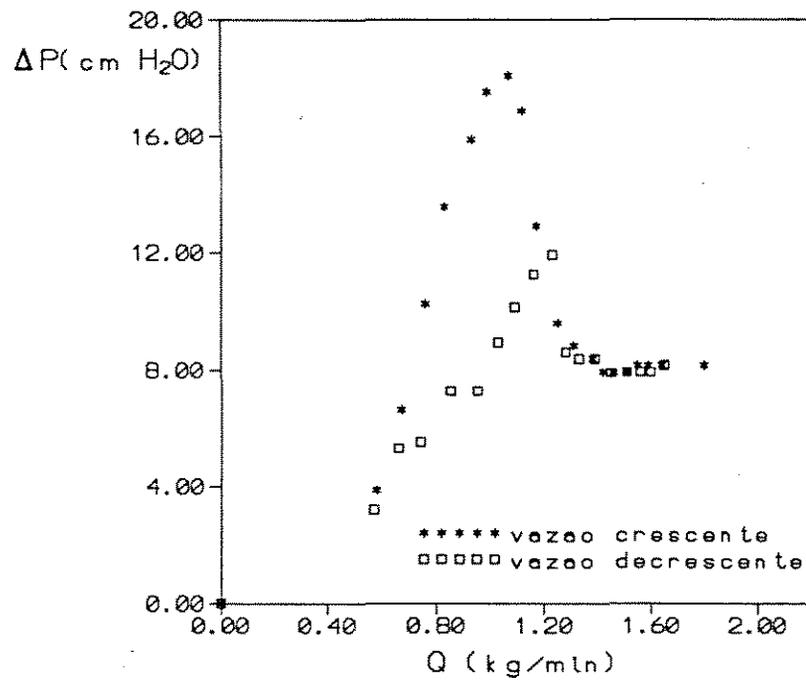


Figura A2.23 - Carga 1500 g - Partícula 1
Inclinação - 30°

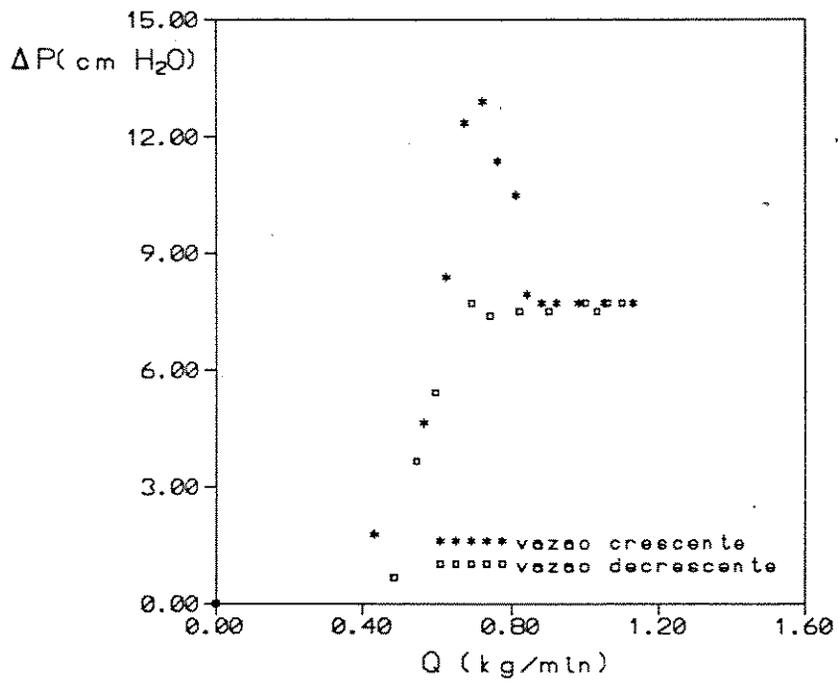


Figura A2.24- Carga 600 g - Partícula 2
Inclinação - 60°

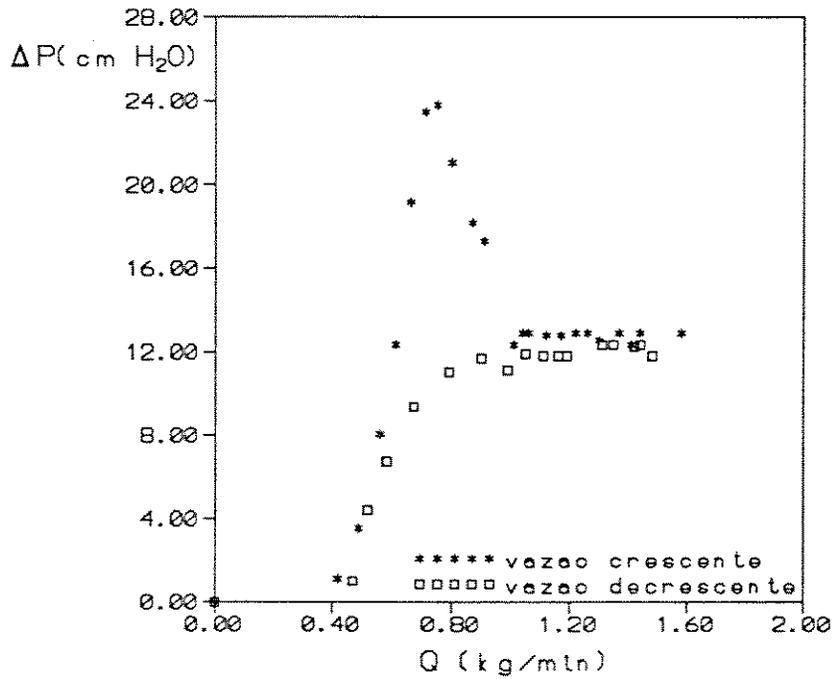


Figura A2.25- Carga 1000 g - Partícula 2
Inclinação - 60°

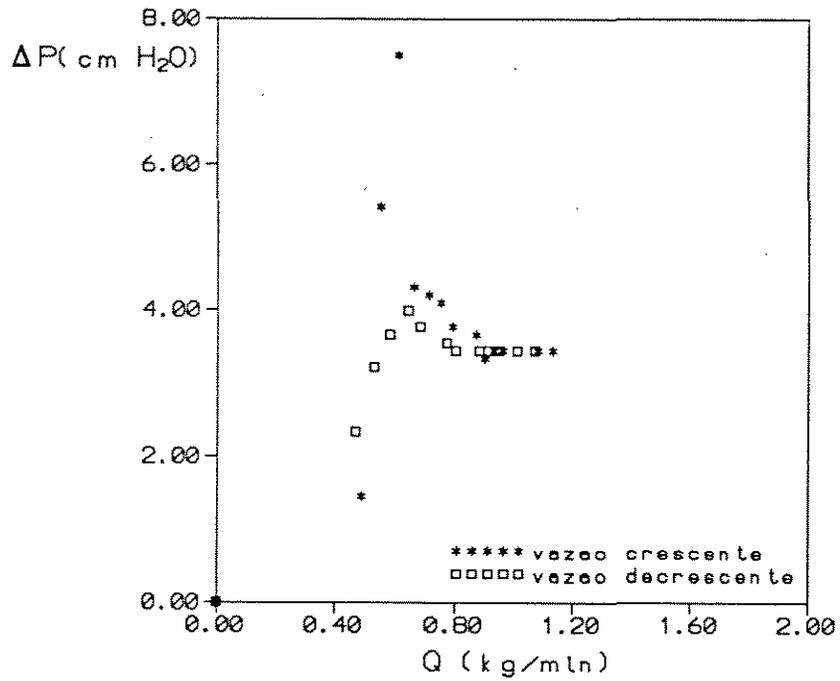


Figura A2.26- Carga 400 g - Partícula 2
Inclinação - 45°

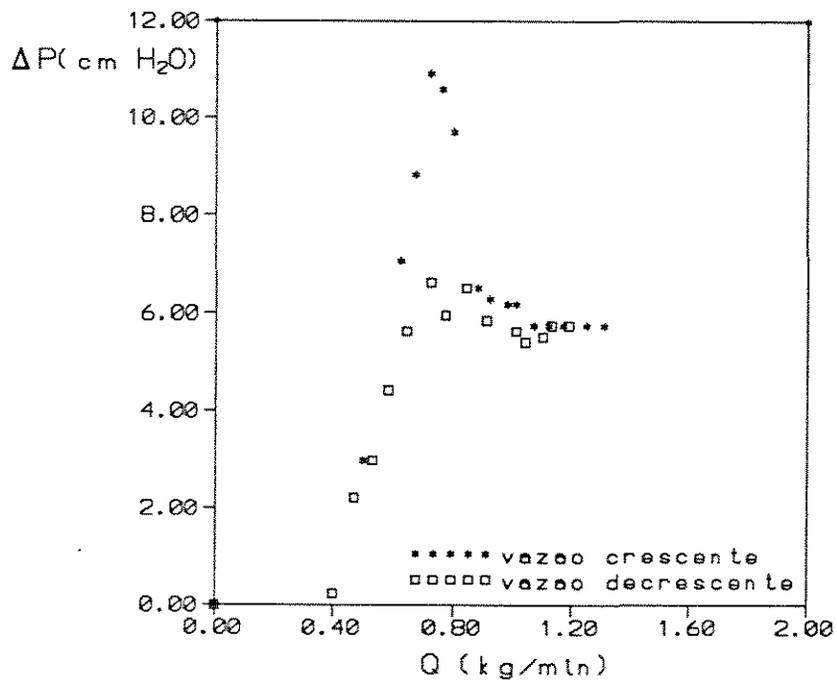


Figura A2.27- Carga 700 g - Partícula 2
Inclinação - 45°

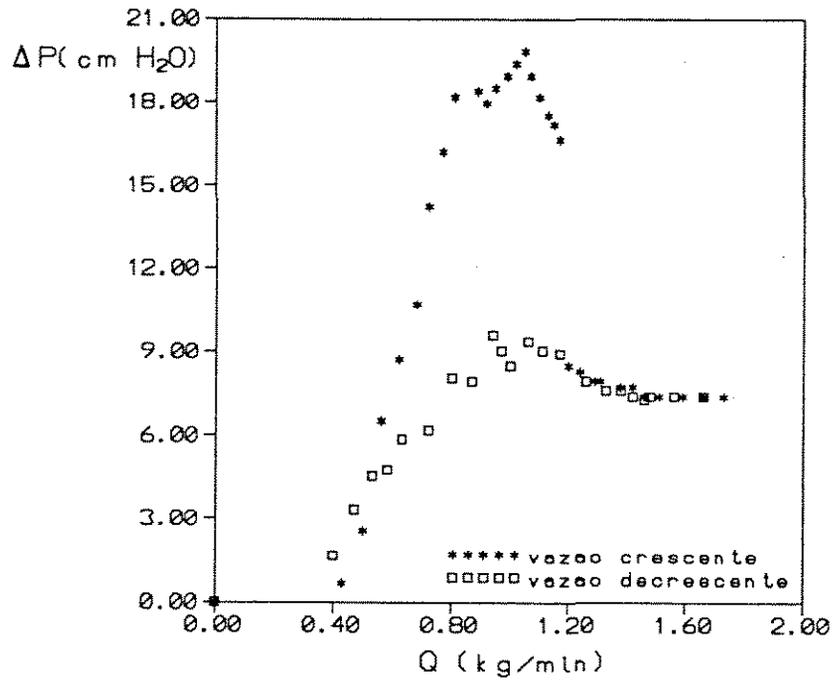


Figura A2.28- Carga 1200 g - Partícula 2
Inclinação - 45°

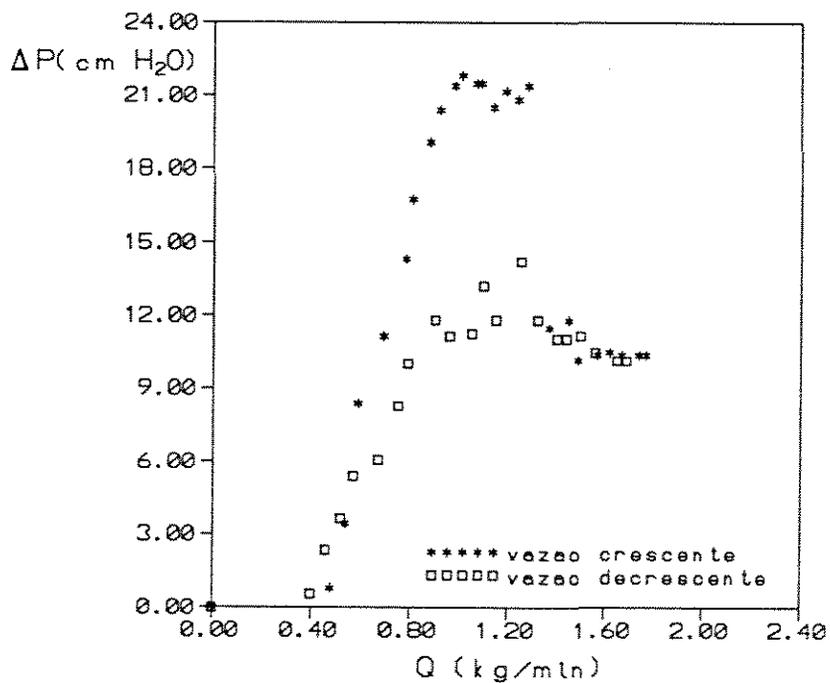


Figura A2.29- Carga 1800 g - Partícula 2
Inclinação - 45°

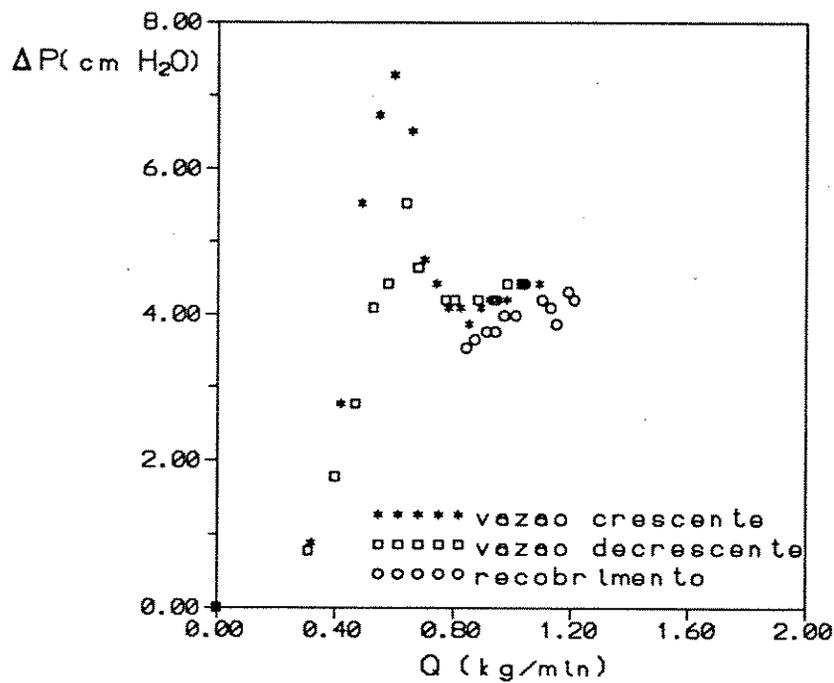


Figura A2.30 - Carga 400 g - Partícula 1
Inclinação - 45° - Com Recobrimento

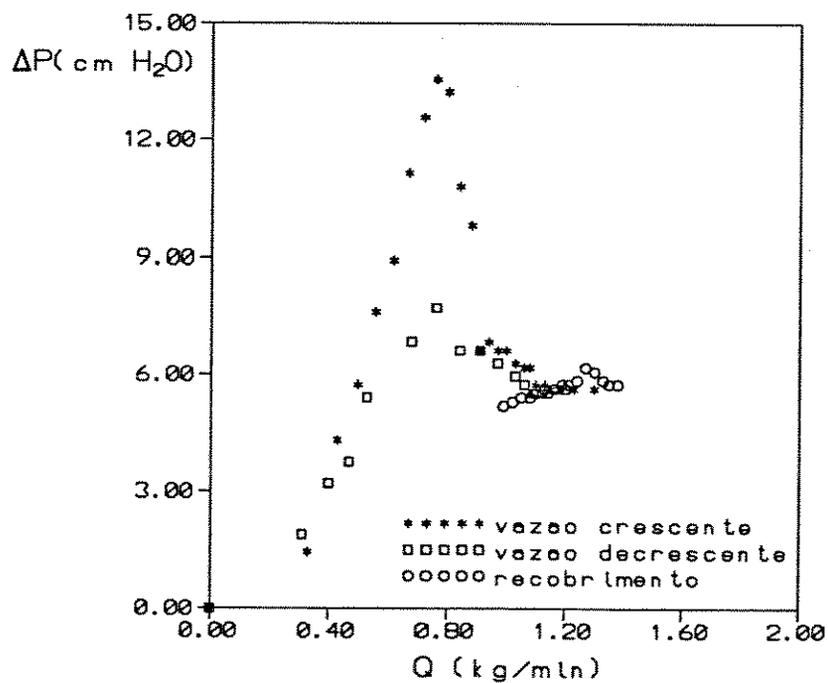


Figura A2.31 - Carga 800 g - Partícula 1
Inclinação - 45° - Com Recobrimento

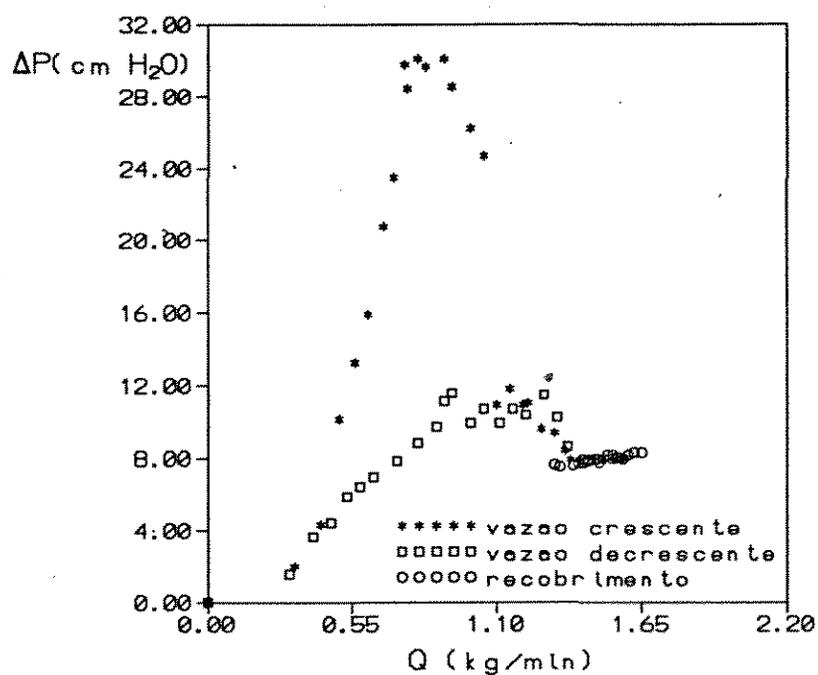


Figura A2.32 - Carga 1400 g - Partícula 1
Inclinação - 45° - Com Recobrimento

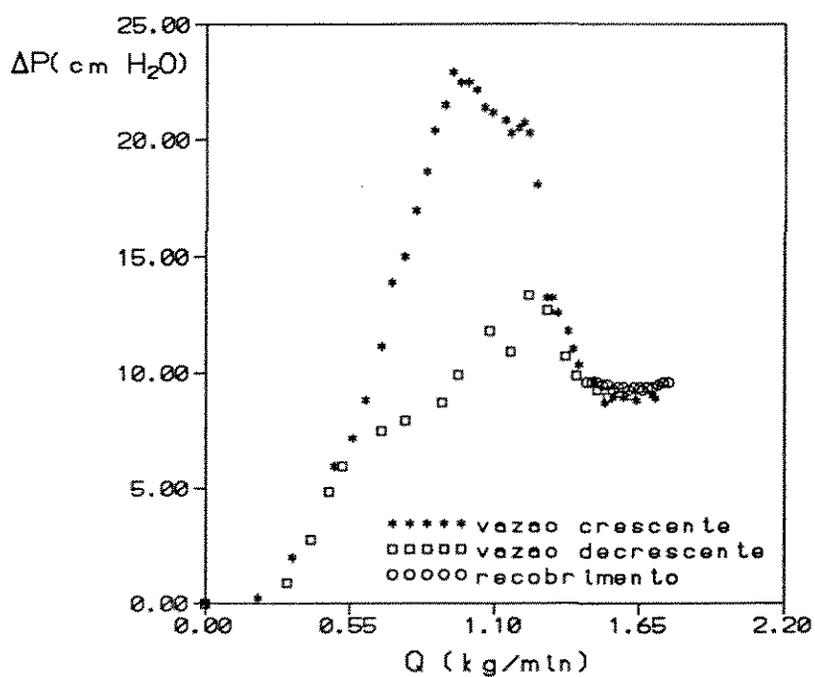


Figura A2.33 - Carga 1600 g - Partícula 1
Inclinação - 45° - Com Recobrimento

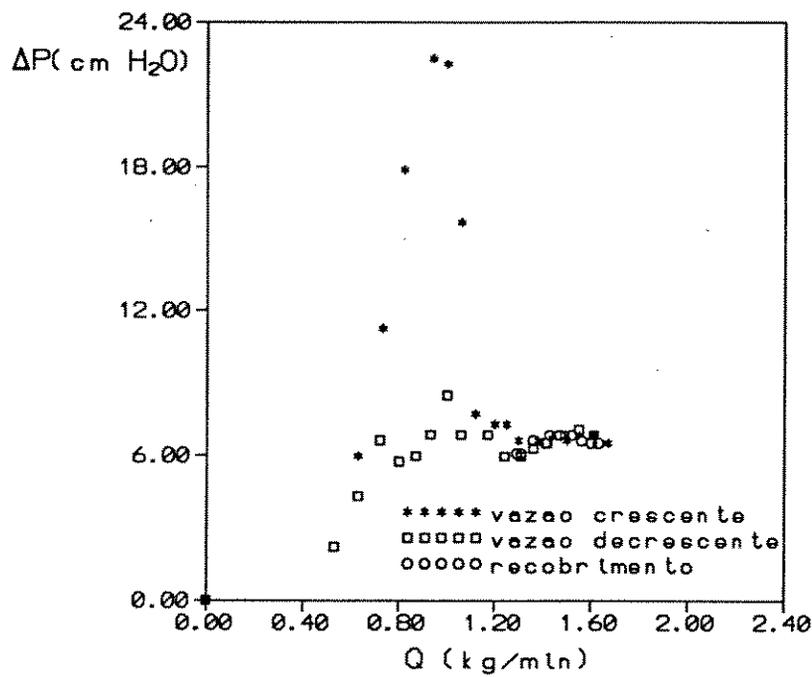


Figura A2.34 - Carga 1100 g - Partícula 1
Inclinação - 30° - Com Recobrimento

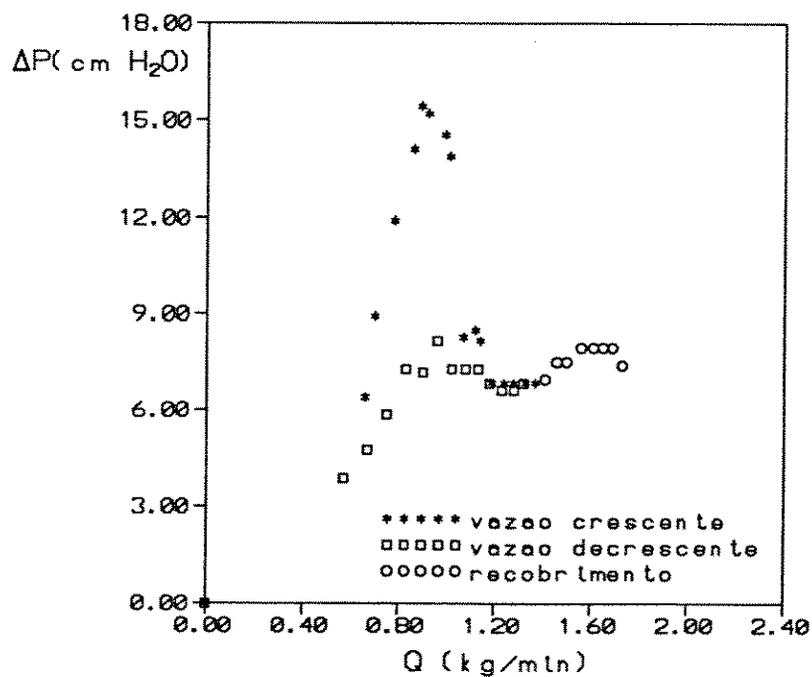


Figura A2.35 - Carga 1200 g - Partícula 1
Inclinação - 30° - Com Recobrimento

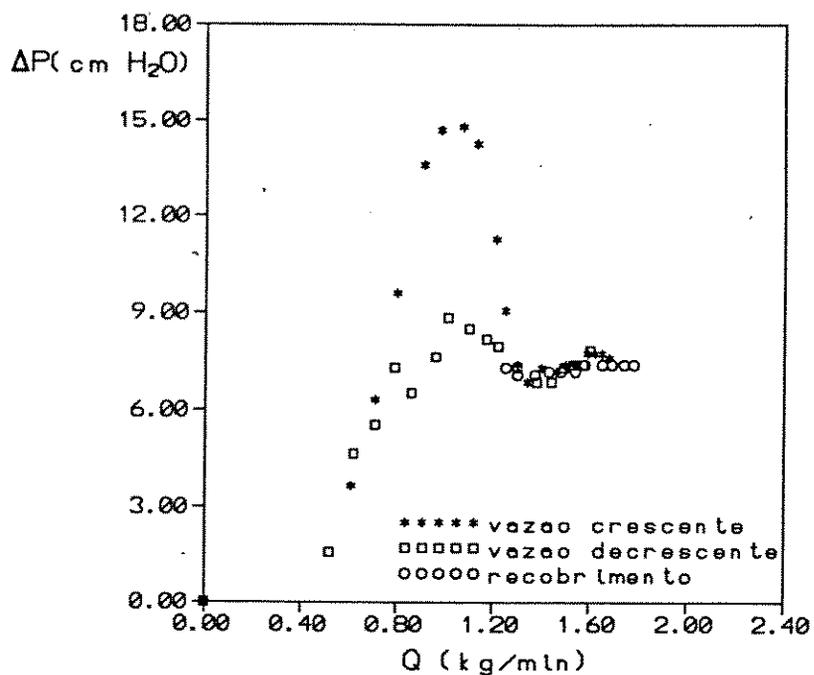


Figura A2.36 - Carga 1300 g - Partícula 1
Inclinação - 30° - Com Recobrimento

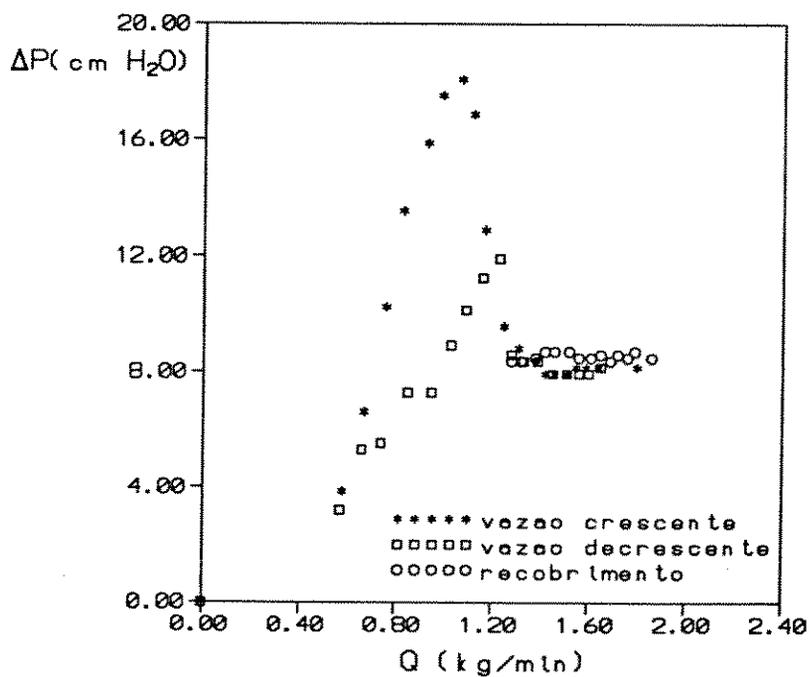


Figura A2.37 - Carga 1500 g - Partícula 1
Inclinação - 30° - Com Recobrimento

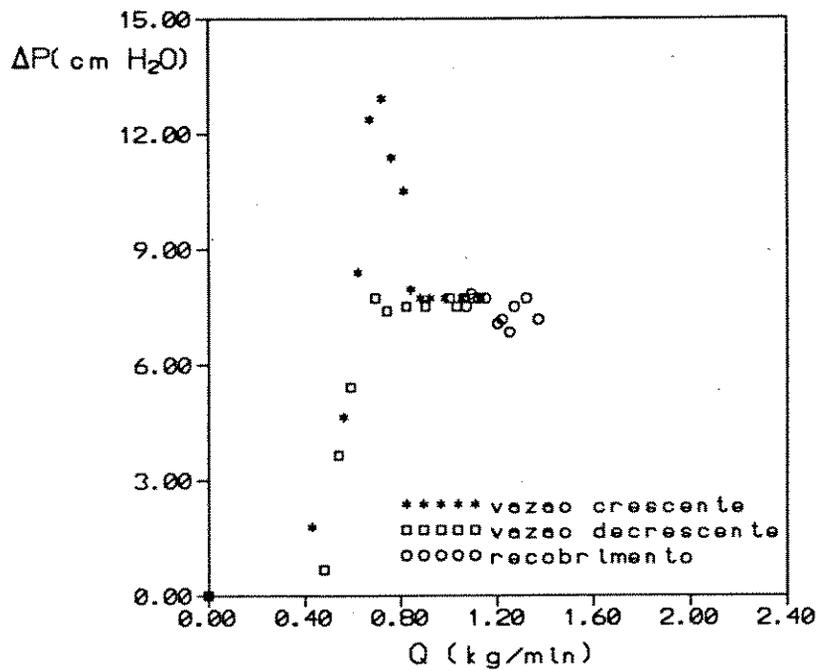


Figura A2.38 - Carga 600 g - Partícula 2
Inclinação - 60° - Com Recobrimento

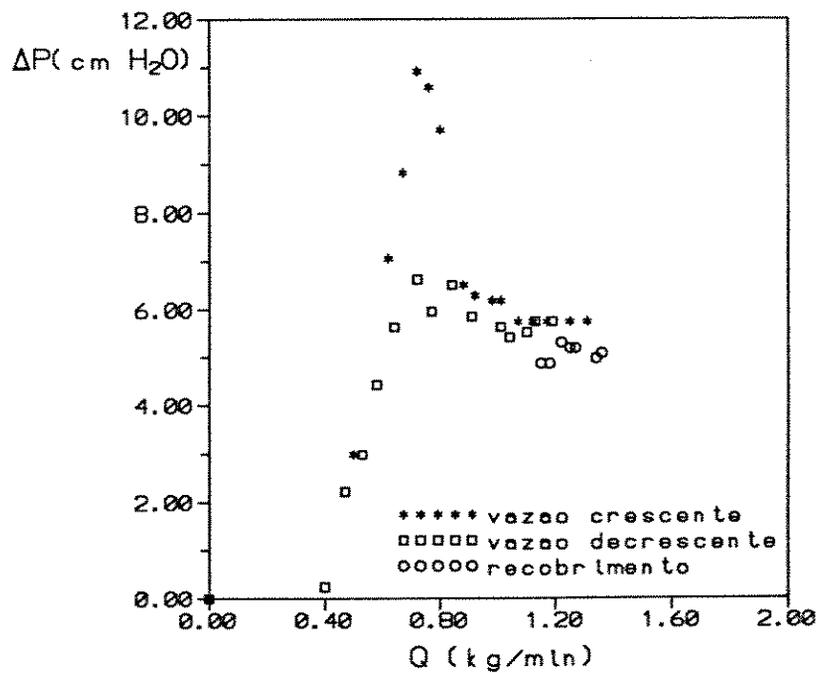


Figura A2.39 - Carga 700 g - Partícula 2
Inclinação - 45° - Com Recobrimento

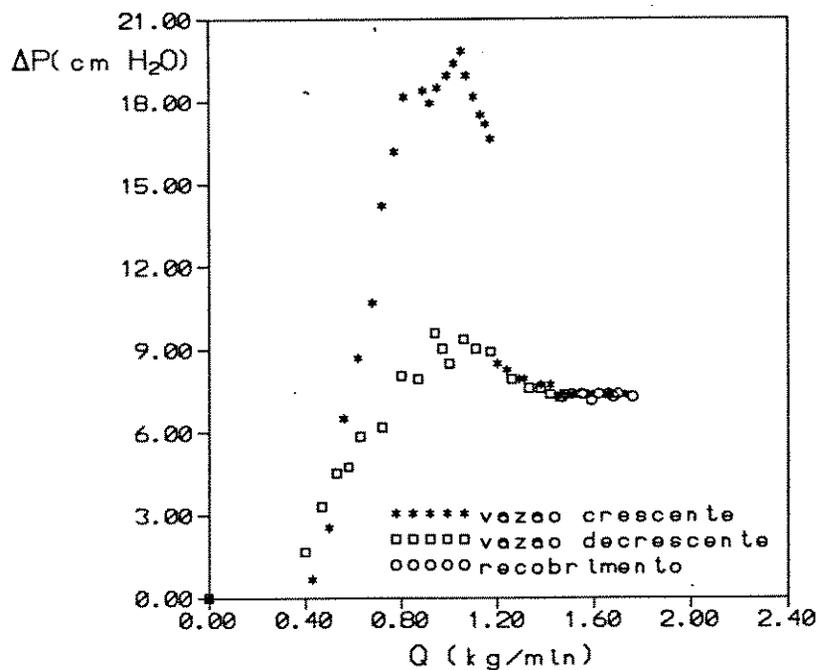


Figura A2.40 - Carga 1200 g - Partícula 2
Inclinação - 45° - Com Recobrimento