



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

DEPARTAMENTO DE TERMOFLUIDODINÂMICA

LABORATÓRIO DE PROCESSOS TERMOFLUIDODINÂMICOS

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: ENGENHARIA DE PROCESSOS

**“CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E SECAGEM DO ÁCIDO 2-
HIDROXIBENZÓICO EM LEITO FLUIDIZADO AGITADO
MECANICAMENTE E EM LEITO FLUIDIZADO PULSADO
ROTATIVO”**

Autor: Miriam Carla Boniconro Ambrosio Ugri

Orientador: Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto

Tese de Doutorado apresentada à
Faculdade de Engenharia Química como
parte dos requisitos exigidos para a
obtenção do título de Doutor em
Engenharia Química.

Campinas – São Paulo

Junho/2003

UNIDADE	BE
Nº CHAMADA	Ug7c
V	EX
TOMBO BCI	55745
PROC.	16.124/03
C	<input type="checkbox"/>
D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$ 11,00
DATA	17/09/03
Nº CPD	

CM001B9067-9

bib rd 300920

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

Ug7c

Ugri, Miriam Carla Bonicontró Ambrosio
Caracterização física e secagem do ácido 2-
hidroxibenzóico em leito fluidizado agitado
mecanicamente e em leito fluidizado pulsado rotativo
/ Miriam Carla Bonicontró Ambrosio Ugri.--
Campinas, SP: [s.n.], 2003.

Orientador: Osvaldir Pereira Taranto.
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Química.

1. Secagem. 2. Fluidização. 3. Partículas. I.
Taranto, Osvaldir Pereira. II. Universidade Estadual
de Campinas. Faculdade de Engenharia Química. III.
Título.

Tese de Doutorado defendida por *Miriam Carla Bonicontró Ambrosio Ugri* e aprovada em 05 de Junho de 2003 pela banca examinadora constituída pelos doutores:



Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto
Orientador



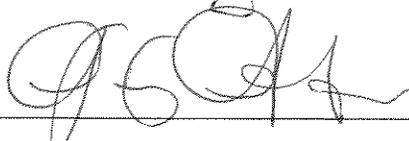
Prof. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha



Dra. Virgínia Aparecida da Silva Moris



Prof. Dra. Flôrencina Cecília Menegalli



Prof. Dr. Marcelino Luiz Gimenes

167022007

Este exemplar corresponde à versão final da Tese de Doutorado em Engenharia Química, defendida por Miriam Carla Bonicentro Ambrosio Ugri e aprovada pela banca examinadora em 5 de junho de 2003.



Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto
Orientador

ÍNDICE

Epígrafe	i
Dedicatória	ii
Agradecimentos	iii
Lista de figuras	v
Lista de tabelas	x
Nomenclatura	xi
Resumo	xvi
Abstract	Xviii
I - Introdução	1
II - Revisão Bibliográfica	5
2.1 - Ácido 2-hidroxibenzoico	5
2.2 - Classificação da Partícula	7
2.3 - Secagem e Secador de Leito Fluidizado	12
2.3.1 - <i>Secagem</i>	12
2.3.2 - <i>Secador de Leito Fluidizado</i>	25
2.4 - Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente	34
2.5 - Leito Fluidizado Pulsado Rotativo	38
2.5.1 - <i>Cinéticas de Secagem para o Leito Fluidizado Pulsado Rotativo</i>	45
2.6 - Fluidez de Materiais Sólidos	46
III - Material e Metodologia Experimental	53
3.1 - Material utilizado	53
3.2 - Etapas experimentais	54
3.3 - Caracterização física do sólido	55
3.3.1 - <i>Determinação da Massa Específica Através de Picnometria a Gás Hélio</i>	55
3.3.2 - <i>Determinação da Porosidade e do Tamanho dos Poros, utilizando a Técnica de Porosimetria por Intrusão de Mercúrio</i>	57

3.3.3. -	<i>Análise Termogravimétrica (TGA)</i>	58
3.3.4 -	<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i>	59
3.3.5 -	<i>Distribuição de Tamanho das Partículas</i>	59
3.4 -	Sistema experimental	60
3.4.1 -	<i>Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente (LFAM)</i>	60
3.4.2 -	<i>Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)</i>	64
3.5 -	Estudo fluidodinâmico do material seco no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)	68
3.6 -	Estudo da secagem do ácido 2-hidroxibenzóico	70
3.6.1 -	<i>Secagem no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente (LFAM)</i>	70
3.6.2 -	<i>Secagem no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)</i>	72
3.7 -	Determinação do conteúdo de umidade no equipamento “Karl-Fischer”	74
3.8 -	Construção das isotermas de dessorção de umidade do ácido 2-hidroxibenzóico	75
3.9 -	Análise de fluidez do sólido	77
IV -	Análise e Discussão dos Resultados Experimentais	79
4.1 -	Caracterização física do sólido	79
4.1.1 -	<i>Picnometria a gás Hélio</i>	79
4.1.2 -	<i>Porosimetria por Intrusão de Mercúrio</i>	80
4.1.3 -	<i>Análise térmica por TGA</i>	82
4.2 -	Estudo fluidodinâmico do Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)	83
4.2.1 -	<i>Comparação das Curvas Fluidodinâmicas entre Três Diferentes Sistemas de Fluidização</i>	93
4.3 -	Estudo da Secagem do ácido 2-hidroxibenzóico	95
4.3.1 -	<i>Secagem no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente (LFAM)</i>	95
4.3.2 -	<i>Secagem no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)</i>	100
4.3.3 -	<i>Comparação entre as curvas de secagem do ácido 2-hidroxibenzóico em LFAM e em LFPR</i>	109
4.4 -	Análise da Fluidez do Sólido Seco	111
4.4.1 -	<i>Análise de Fluidez do Ácido 2-hidroxibenzóico utilizando o Leito</i>	

	<i>Fluidizado Agitado Mecanicamente (LFAM)</i>	111
4.4.2 –	<i>Análise de Fluididez do Ácido 2-hidroxibenzóico utilizando o Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)</i>	112
4.4.3 –	<i>Análise de Fluididez do Ácido 2-hidroxibenzóico, comparação entre LFPR, LFAM e Tecnologia Comercial</i>	114
4.5 –	Isotermas de Dessorção	115
4.6 –	Análise Morfológica Utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	117
4.7 -	Análise da Distribuição Granulométrica dos Sólidos	120
V -	Conclusões e Sugestões para Trabalhos Futuros	125
5.1 -	Conclusões	125
5.2 -	Sugestões para Trabalhos Futuros	127
VI -	Referências Bibliográficas	129
Apêndice	Curvas de Secagem e da Taxa de Secagem do Ácido 2-Hidroxibenzóico seco em Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)	147

*“Não vês que o olho abraça a beleza do mundo inteiro? (...)
É janela do corpo humano, por onde a alma especula
e frui a beleza do mundo, aceitando a prisão do corpo que,
sem esse poder, seria um tormento (...)
Ó admirável necessidade! Quem acreditaria que um espaço
tão reduzido seria capaz de absorver as imagens do universo! (...)”*

Leonardo da Vinci

Ao meu marido com muito amor.

Aos meus pais pelo exemplo de vida.

AGRADECIMENTOS

Primeiro quero agradecer a Deus, pela Sua presença em minha vida, que sem Ele seria muito difícil ter conseguido vencer mais esta etapa.

Ao Professor Dr. Osvaldir Pereira Taranto que ao longo de todos estes anos de convivência mostrou-se muito competente, um grande orientador e um amigo nos momentos de necessidade.

Ao meu marido Thomaz, que mesmo distante, soube me dar força, apoio e coragem para vencer todas as dificuldades encontradas.

Aos meus pais, João Roberto e Antonia, que sem eles seria quase impossível alcançar meus objetivos. E aos meus irmãos, Wesley e Melissa, que sempre participaram e estiveram presentes durante mais esta jornada.

Ao CNPq pelo apoio financeiro para o desenvolvimento deste trabalho.

À Dra. Maria Inês Ré pelo empréstimo do seu laboratório no IPT e à técnica Shirley Dias que sempre se dispôs a me receber para a realização das análises.

À Prof. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha pelo empréstimo de seu laboratório para o desenvolvimento de algumas análises e, principalmente, pela troca de conhecimento e amizade demonstrada ao longo de todos estes anos.

À Prof. Dra. Maria Aparecida Silva pelo empréstimo do laboratório para a realização das análises de dessorção de água.

Aos amigos do laboratório, e aos amigos que já foram embora da UNCIAMP, pois juntos passamos por momentos ótimos e também momentos difíceis, mas cativamos uns aos outros e nos tornamos grandes amigos.

Ao Marcel que tanto me ajudou nas análises de dessorção, nas discussões de experimentos e resultados, entre outras coisas, só tenho que te dizer MUITO OBRIGADA!!!!!!

À minha amiga Wanda que participou de momentos importantes durante esta caminhada. Só tenho que agradecer a sua presença constante e a força que você tem me dado.

Ao Michael que me ajudou durante as análises no Karl-Fischer, que levavam horas, e que no decorrer do tempo mostrou ser um grande amigo e uma pessoa bastante especial. Não podemos nos esquecer das nossas idas e vindas ao IPT, quando você e a Virgínia iam analisar suas amostras e eu as minhas; temos muitas coisas boas para recordar. Obrigada pela ajuda e amizade!!!

Ao Seu Levi, que foi indispensável durante a montagem experimental e que sempre esteve presente dando sua opinião quando alguma coisa não estava certa. O meu muito obrigada pela sua amizade e dedicação!!!

A minha nova família, que ganhei no decorrer deste trabalho, Marlene e Guilherme Ugri. Vocês são pessoas muito importantes e que souberam compreender e me ajudar durante estes últimos anos. Muito obrigada!!!

Aos amigos que levo comigo dentro do coração, pois são pessoas lindas que apareceram no meio desta caminhada e que foram muito importantes, Wanda, Samira, Marcel, Angela, Sandra Helena, Jean, Daniela, Marcílio, Noeli Sellin, Mirla, Paulo, Mário Paulo, Virgínia, Márcio, Érica, Débora (IC), Josy, Patrícia, Elenise, Mário, Wesley Marinho. Enfim, a todos que guardarei sempre comigo **MUITO OBRIGADA!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!!**

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 –	Classificação de Geldart de partículas no ar nas condições ambiente; adaptado de Geldart (1973).....	8
Figura 2.2 –	Curvas (a) de secagem, e (b) da Taxa de Secagem.....	13
Figura 2.3 –	Zonas de secagem em um material secando.....	14
Figura 2.4 –	Curva da taxa da secagem em função do conteúdo de umidade do material.....	15
Figura 2.5 –	Efeito da temperatura na isoterma de sorção.....	18
Figura 2.6 –	Formas características das isotermas de sorção.....	20
Figura 2.7 –	Isoterma de sorção generalizada.....	21
Figura 2.8 -	Várias formas de contato de uma batelada de sólidos pelo fluido.....	28
Figura 2.9 –	Queda de pressão em função da velocidade do gás para um leito de partículas de areia com tamanho uniforme.....	30
Figura 2.10 –	Curva de fluidização.....	32
Figura 2.11 –	Curva de secagem do ácido 2-hidroxibenzoico utilizando o secador de leito fluidizado agitado mecanicamente.....	38
Figura 2.12 –	Faixa de aplicação do secador indicado pelas curvas de cinética de secagem e de temperatura.....	39
Figura 2.13 –	Diagrama de um equipamento de leito pulsofluidizado de três câmaras com deslocamento da corrente de gás.....	40
Figura 2.14 –	Estrutura do distribuidor de gás do leito pulsofluidizado de três câmaras com deslocamento da corrente de gás.....	41

Figura 2.15 –	Esquema do leito fluidizado pulsado rotativo.....	41
Figura 2.16 –	Curvas de fluidização para o leito fluidizado pulsado rotativo.....	44
Figura 2.17 –	Curvas de conteúdo de umidade e de temperatura <i>versus</i> tempo....	46
Figura 3.1 –	Montagem experimental do LFAM.....	61
Figura 3.2 –	Agitador utilizado no LFAM.....	62
Figura 3.3 –	Prato rotativo utilizado no sistema de alimentação de ar do Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR).....	64
Figura 3.4 –	Montagem experimental utilizada no estudo do Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR).....	67
Figura 3.5 –	Montagem experimental do LFPR.....	68
Figura 3.6 –	Curva de fluidização utilizando uma placa de orifício de 24,7mm. $f_{\text{rotação}} = 15\text{Hz}$ e $m = 400\text{g}$	69
Figura 3.7 –	Detalhe do amostrador.....	72
Figura 3.8 –	Equipamento de Karl-Fischer para determinação do conteúdo de umidade.....	75
Figura 3.9 –	Esquema de um sistema de DVS.....	76
Figura 3.10 –	Equipamento para obtenção de isotermas de sorção – DVS.....	77
Figura 4.1 –	Gráfico de porosimetria de mercúrio. Corrida 02, $t_{\text{equilíbrio}} = 10\text{s}$	81
Figura 4.2 –	Gráfico de porosimetria de mercúrio. Corrida 03, $t_{\text{equilíbrio}} = 30\text{s}$	81
Figura 4.3 –	Termograma para o ácido 2-hidroxibenzóico.....	82
Figura 4.4-	Queda de pressão em função da velocidade do ar. (a) curva crescente e decrescente para o LFPR; (b) decrescente para o LFPR. $f_{\text{rotação}} = 5\text{Hz}$, $m = 400\text{g}$	85
Figura 4.5-	Queda de pressão em função da velocidade do ar. (a) curva crescente e decrescente para o LFPR; (b) decrescente para o	86

	LFPR. $f_{\text{rotação}} = 5\text{Hz}$, $m = 900\text{g}$	
Figura 4.6-	Queda de pressão em função da velocidade do ar. (a) curva crescente e decrescente para o LFPR; (b) decrescente para o LFPR. $f_{\text{rotação}} = 15\text{Hz}$, $m = 400\text{g}$	87
Figura 4.7-	Queda de pressão em função da velocidade do ar. (a) curva crescente e decrescente para o LFPR; (b) decrescente para o LFPR. $f_{\text{rotação}} = 15\text{Hz}$, $m = 900\text{g}$	88
Figura 4.8 –	Queda de pressão em função da velocidade decrescente do ar. (a) $m = 400\text{g}$; (b) $m = 900\text{g}$	90
Figura 4.9 –	Índice de fluidização em função da velocidade do ar, para $m = 400\text{g}$	92
Figura 4.10 –	Índice de fluidização em função da velocidade do ar, para $m = 900\text{g}$	93
Figura 4.11 –	Queda de pressão em função da vazão do ar para diferentes sistemas de fluidização. LFC, LFAM e LFPR para várias frequências de pulsação do disco.....	94
Figura 4.12 –	(a) Curva de secagem para o Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida I.....	96
Figura 4.13 –	(a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida II.....	97
Figura 4.14 –	(a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida III.....	98
Figura 4.15 -	(a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida 3.....	102
Figura 4.16 -	(a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem, Corrida 5.....	103

Figura 4.17 –	Temperatura na saída do leito de partículas ao longo do tempo.....	104
Figura 4.18 –	Curvas de secagem do LFPR, variando o conteúdo inicial de umidade e mantendo constante os maiores valores de $T_{gás}$ e $f_{rotação}$	105
Figura 4.19 -	Curvas de secagem do LFPR, variando X_i e mantendo constante os menores valores de $T_{gás}$ e $f_{rotação}$	106
Figura 4.20 –	Curvas de secagem do LFPR, variando $f_{rotação}$, e mantendo constante $T_{gás}$ e X_i	107
Figura 4.21 –	Curvas de secagem do LFPR, variando $f_{rotação}$, e mantendo constante $T_{gás}$ e X_i	107
Figura 4.22 –	Curvas de secagem do LFPR, variando $T_{gás}$ e $f_{rotação}$ e X_i constante.....	108
Figura 4.23 -	Curvas de secagem do LFPR, variando $T_{gás}$ e $f_{rotação}$ e X_i constante.....	109
Figura 4.24 –	Comparação das curvas de secagem obtidas para o LFAM e o LFPR.....	110
Figura 4.25 -	Isotermas de Dessorção a $T = 25$ e $T = 35^{\circ}C$	116
Figura 4.26 –	Material seco em estufa à vácuo. Ampliação 150x.....	117
Figura 4.27 –	Sólido comercial seco em “flash” pneumático. Ampliação 150x.....	118
Figura 4.28 -	Amostra seca no LFPR a $65^{\circ}C$. Ampliação 150x.....	118
Figura 4.29 -	Amostra seca no LFPR a $85^{\circ}C$. Ampliação 150x.....	119
Figura 4.30 -	Amostra seca no LFAM. Ampliação 150x.....	119
Figura 4.31 -	Polígono de frequência – lote B e sólido comercial.....	122

Figura 4.33 -	Polígono de frequência – lote B e amostras secas no LFPR.....	122
Figura 4.34 –	Polígono de frequência – lote B e amostras secas no LFAM.....	123
Figura 4.35 –	Polígono de frequência – lote B e amostras secas no LFAM.....	124
Figura A.1 -	(a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida 1.....	147
Figura A.2 -	(a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida 2.....	148
Figura A.3 -	(a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida 4.....	149
Figura A.4 -	(a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida 6.....	150
Figura A.5 -	(a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida 7.....	151
Figura A.6 -	(a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida 8.....	152

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 –	Propriedades físicas do ácido 2-hidroxibenzóico.....	6
Tabela 2.2 –	Parâmetros que influenciam o comportamento da fluidização.....	26
Tabela 2.3 -	Tipos de Fluidização.....	27
Tabela 3.1 –	Intervalos das variáveis utilizadas no estudo fluidodinâmico.....	70
Tabela 4.1 –	Resultados experimentais obtidos na análise de Picnometria a gás Hélio.....	79
Tabela 4.2 –	Desvio entre a densidade teórica e as densidades experimentais obtidas.....	80
Tabela 4.3 –	Variação de v_{mfp} e ΔP_{mfp} em função da frequência de rotação do disco.	89
Tabela 4.4 –	Conteúdo de umidade que pode cessar a agitação mecânica no LFAM.	99
Tabela 4.5 –	Condições experimentais consideradas para os ensaios de secagem.....	101
Tabela 4.6 -	Resultados obtidos no Powder Characteristics Tester para o LFAM.....	111
Tabela 4.7 -	Resultados obtidos no Powder Characteristics Tester para o LFPR.....	113
Tabela 4.8 -	Resultados obtidos no Powder Characteristics Tester.....	115
Tabela 4.9 –	Diâmetro médio de Sauter para o lote B, para os sólidos secos em LFAM e LFPR e para a amostra comercial.....	121

NOMENCLATURA

a_1 –	área do tubo [cm ²]
a_2 –	área do orifício [cm ²]
a_w –	atividade de água [-]
A, A_t –	área da seção transversal [cm ²]
b –	pressão barométrica local [mmHg]
C –	constante [-]
d –	diâmetro do cilindro [mm]
$d_{\text{médio}}$ –	diâmetro médio dos poros [μm]
d_p –	diâmetro da partícula [μm]
\overline{d}_p –	diâmetro médio da partícula [μm]
D, d_{poro} –	diâmetro do poro [μm]
D_p –	diâmetro de abertura das peneiras [μm]
E.R.H. –	umidade relativa de equilíbrio [%]
$f_{\text{agitação}}$ –	freqüência de agitação da haste [Hz]
$f_{\text{rotação}}$ –	freqüência de rotação do disco [Hz]
FI –	índice de fluidização [-]
g –	aceleração da gravidade [m/s ²]
h –	altura do cilindro [mm]
H –	altura do leito [m]
H_{mf} –	altura do leito na mínima fluidização [m]
H_0 –	altura do leito fixo [m]
HR –	razão de Hausner [-]
Δh_p –	queda de pressão na placa de orifício [cmH ₂ O]

I_{Carr}	índice de Carr [%]
k, k_1	constantes [-]
m, m_s	massa de sólidos [g]
n	constante [-]
n_c	número de camadas da substância adsorvida [-]
N	intensidade da secagem [1/s]
p_f	pressão de vapor da água no sólido [N/m^2]
p_0	pressão de vapor da água pura [N/m^2]
P	pressão [Pa]
P_1	pressão estática na linha de ar [cmH ₂ O]
$\Delta P, \Delta P_{leito}$	queda de pressão no leito [Pa]
$\Delta P_{máx}$	queda de pressão máxima no leito [Pa]
ΔP_{mfp}	queda de pressão na mínima fluidização pulsada [Pa]
Q	vazão mássica do ar [kg/min]
Q_1	calor de sorção para a primeira camada [kcal/mol]
Q_s	calor de adsorção nos sítios homogêneos [kcal/mol]
r	raio do capilar cilíndrico [m]
R	constante dos gases ideais [J/mol.K]
t	tempo [min]
t_{agit}	tempo de agitação [min]
$T_{entrada}$	temperatura de entrada do gás no leito [°C]
$T, T_{gás}$	temperatura do gás [°C]
T_s	temperatura do material [°C]
$T_{sublimação}$	temperatura de sublimação do sólido [°C]
u, u_0	velocidade do gás [m/s]

u_{ar} –	velocidade do ar através da área da seção transversal [m/s]
u_{gt} –	velocidade de arraste [m/s]
u_{mb} –	velocidade de formação das bolhas [m/s]
u_{mf} –	velocidade de mínima fluidização [m/s]
u_x –	velocidade instantânea [m/s]
U.R. –	umidade relativa [%]
$UR_{entrada}$ –	umidade relativa na entrada do leito [%]
v –	volume adsorvido [$cm^3/g_{sólido}$]
$v_{gás}$ –	velocidade do gás [m/s]
v_m –	valor da extensão da monocamada [$cm^3/g_{sólido}$]
v_{mfp} –	velocidade de mínima fluidização pulsada [m/s]
V –	volume do leito [cm^3]
V -	volume de mercúrio [ml/g]
V_0 –	volume de umidade na forma líquida [m^3]
V_p –	volume do penetrômetro vazio [ml/g]
V_s –	volume da amostra [ml/g]
V_{sa} –	volume absoluto da amostra [ml/g]
V_{se} –	volume do penetrômetro menos o volume do mercúrio [ml/g]
X –	conteúdo de umidade do sólido em base seca [$g_{água} / g_{material\ seco}$]
X_{cr} –	conteúdo de umidade crítico em base seca [$g_{água} / g_{material\ seco}$]
X_e –	conteúdo de umidade de equilíbrio em base seca [$g_{água} / g_{material\ seco}$]
X_f –	conteúdo de umidade final em base seca [$g_{água} / g_{material\ seco}$]
X_i, X_0 –	conteúdo de umidade inicial em base seca [$g_{água} / g_{material\ seco}$]
w_D –	fluxo mássico de difusão na secagem (taxa de secagem) [$kg/m^2.s$]
w_{Dcr} –	fluxo mássico de difusão na secagem (taxa de secagem crítica) [$kg/m^2.s$]

W	–	massa total do penetrômetro cheio; massa da amostra [mg]
W_{Hg}	–	massa do mercúrio [mg]
W_p	–	massa do penetrômetro vazio [mg]
W_r	–	velocidade do gás [m/s]
W_s	–	massa da amostra [mg]
$-\left(\frac{dX}{dt}\right)$	–	taxa de secagem [$\text{g}_{\text{água}} / \text{g}_{\text{material seco}} \cdot \text{min}$]
$-\left(\frac{dX}{dt}\right)_{\text{constante}}$	–	taxa de secagem no período de taxa constante [$\text{g}_{\text{água}} / \text{g}_{\text{material seco}} \cdot \text{min}$]

Letras Gregas

α	–	coeficiente de descarga [-]
ε	–	porosidade do leito; fator de compressibilidade [-]
ε_{mb}	–	porosidade no mínimo borbulhamento [-]
ε_{mf}	–	porosidade na mínima fluidização [-]
ε_0	–	porosidade do leito fixo [-]
ϕ_s	–	esfericidade do sólido [-]
γ	–	tensão superficial do líquido [Pa]
μ	–	viscosidade dinâmica do gás [kg/m.s]
θ, φ	–	ângulo de contato do líquido nos poros [°]
ρ, ρ_g	–	densidade do gás [g/cm^3]
ρ_b	–	densidade aerada ou “bulk” [g/cm^3]
ρ_{Hg}	–	densidade do mercúrio [g/cm^3]

ρ_s –	densidade do sólido [g/cm ³]
ρ_{sa} –	densidade real ou absoluta [g/cm ³]
ρ_{se} –	densidade envelope [g/cm ³]
ρ_t –	densidade empacotada ou “tap” [g/cm ³]

Números Adimensionais

Número de Archimedes: $Ar = \frac{gd_p^3 \rho_g (\rho_s - \rho_g)}{\mu^2}$

Número de Reynolds na mínima fluidização: $Re_{mf} = \frac{u_{mf} \rho_g d_p}{\mu}$

Abreviações

LFAM –	leito fluidizado agitado mecanicamente
LFC –	leito fluidizado convencional
LFPR –	leito fluidizado pulsado rotativo

RESUMO

O ácido 2-hidroxibenzóico é muito utilizado na indústria farmacêutica devido às suas características analgésicas; sendo que o sólido comercial apresenta conteúdo de umidade em torno de 2000ppm, distribuição granulométrica variando entre 53 e 355 μm e densidade real de 1,443 g/cm^3 .

Este trabalho teve como objetivo estudar a viabilidade do uso de dois leitos fluidizados modificados, o leito fluidizado agitado mecanicamente (LFAM) e o leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR), na secagem do ácido 2-hidroxibenzóico. Foram feitas análises de caracterização física do sólido com o objetivo de auxiliar no estudo da secagem do material, devido às dificuldades de se encontrar estes dados na literatura.

Quando úmido este sólido apresenta dificuldades em fluidizar no leito convencional por ter característica coesiva. A fluidização pode ser atingida através da modificação do sistema convencional, para prevenir a formação de canais preferenciais do gás e melhorar a movimentação dos sólidos. Neste trabalho, duas diferentes modificações foram testadas, adição de agitador mecânico interno e pulsação da corrente gasosa.

Através da análise de porosimetria de mercúrio determinou-se que o sólido possui poros na faixa de mesoporos, e por isso a maior parte da umidade é superficial. As determinações de tamanho de poros e dos termogramas auxiliaram na escolha da temperatura do gás de secagem. Durante a secagem, como a umidade é superficial, a temperatura do sólido mantém-se próxima à temperatura bulbo úmido e começa a aumentar depois da evaporação da umidade, possibilitando o uso da temperatura do gás de secagem superior à temperatura de sublimação do sólido, 76°C.

Fez-se o estudo fluidodinâmico do sólido seco a partir das curvas de queda de pressão versus vazão do gás para o leito fluidizado convencional (LFC) e para o LFPR. Nas condições estudadas, e utilizando uma maior frequência de rotação para a pulsação do gás, ocorre uma suavização da curva fluidodinâmica do LFPR em comparação ao LFC. Este estudo apresentou reprodutibilidade com as curvas da literatura (ELENKOV e DJURKOV, 2000; DJURKOV, 2001).

O estudo da secagem utilizando o LFAM, iniciado anteriormente por AMBROSIO (1999), mostrou que o sistema de agitação pode ser interrompido quando o conteúdo de umidade do sólido está em torno de 0,7% b.s., e a partir disto o leito passa a fluidizar da maneira convencional. As curvas de secagem apresentaram os dois períodos, constante e decrescente, com valores de conteúdo de umidade em torno de 2000ppm. As curvas de secagem obtidas para o LFPR exibiram o mesmo comportamento.

Os estudos da secagem realizados para o LFAM e o LFPR mostraram que os dois equipamentos foram eficientes para a secagem do ácido 2-hidroxibenzóico. A distribuição granulométrica das partículas e as microfotografias do MEV foram usadas para comparar o sólido seco neste trabalho com o sólido comercial. O LFAM e o LFPR quebram menos os cristais do que o equipamento de secagem atualmente utilizado na indústria, o secador “flash” pneumático, produzindo sólidos maiores e com melhor fluidez. Os valores determinados do Índice de Carr e da Razão de Hausner comprovaram que os sólidos secos neste trabalho têm melhor fluidez.

ABSTRACT

This work has as primal objective the study of the viability of the use of two modified fluidized beds, the mechanically agitated fluidized bed and the rotated pulsed fluidized bed, in the drying of 2-hydroxybenzoic acid. Physical characterization analyses of the solid were conducted in order to provide useful information for the study of the drying process, since no such data was available in literature.

The 2-hydroxybenzoic acid is widely used in the pharmaceutical industry due to its analgesic properties. The solid acid commercially available presents moisture content around 2,000ppm, particle size in the 53 - 355 μm range and true density of 1.443 g/cm^3 .

The cohesive nature of the wet 2-hydroxybenzoic acid hampers its fluidization in the conventional system. Fluidization can be achieved by modifying the conventional system to prevent channeling of the bed and improve solid movement. In the present work two different modification strategies were tested, the addition of an internal mechanical agitator and the pulsation of the gaseous flow.

The solid has pores in the mesopore range as determined by mercury porosimetry, which means its moisture is primarily superficial. The determinations of pore diameter range and thermogravimetric curves assisted in the choice of the drying gas temperature. During the drying of the solid, since the moisture is superficial, its temperature remains close to the wet-bulb temperature and only begins to rise after the water has evaporated, allowing the use of a gas temperature higher than the solid sublimation temperature of 76°C.

The fluidization dynamics of the dry solid in both the conventional fluidized bed (LFC) and LFPR were analyzed determining the pressure drop *versus* gas flow curves. In the studied conditions, the LFPR fluidization curves were smoothed compared to the LFC as the rotation frequency increased. These results agreed with those published elsewhere (ELENKOV and DJURKOV, 2000; DJURKOV, 2001).

The study of the drying in the LFAM, initiated by AMBROSIO (1999), showed that, during the drying process, the agitation can be interrupted when the moisture content of the solid is about 0.7% d.b., after which point the conventional fluidization system suffices. The drying curves showed the existence of two distinct periods, a falling rate

period and a constant rate one, in the drying process, which ended with the solid reaching a moisture content of about 2,000ppm. The drying curves for the LFPR exhibited similar behavior.

Therefore, both the LFAM and the LFPR equipment were found to be efficient in the drying of the 2-hydroxibenzoic acid. Particle sized distributions and SEM microphotographs were used to compare the solid dried in this work with the commercially available solid. The LFAM and LFPR break the crystals to a lesser extent than the currently industrially employed drying equipment, the pneumatic flash dryer, producing solids with larger dimensions and therefore better fluidity. The determined values of the Carr's Index and the Hausner ratio verified the better fluidity of the dry solids from this work.

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

Nos dias atuais, diversos processos de secagem industrial são utilizados no tratamento de grande parte dos sólidos que servem de matérias – primas e bens de consumo, e têm o objetivo de garantir a qualidade durante a conservação, armazenamento, transporte e manuseio.

A secagem é uma operação que tem a finalidade de reduzir o conteúdo de umidade presente nos sólidos; reduzindo os custos com transporte e embalagens, e quando a secagem é empregada no processamento de pós e materiais particulados, ela previne seu empedramento.

Com o aumento da quantidade e da variedade de materiais particulados sendo produzidos na indústria química, começou a existir uma maior necessidade por informações a respeito das características de manuseio e processamento, especialmente para materiais particulados alimentícios, farmacêuticos e químicos. Pós ou materiais granulares são produzidos de maneiras diferentes e assim apresentam uma grande variedade de propriedades físicas, sendo que a medida destas propriedades é de grande importância para a definição das características de cada material e por afetarem intrinsecamente nas características de estocagem, manuseio e processamento.

O processo de fluidização é uma das tecnologias de secagem amplamente empregada na indústria, e tem como princípio básico a passagem de uma corrente de gás quente através de um leito de sólidos. A fluidização pode ser empregada no processamento de diversos materiais granulares como por exemplo: areia, minerais triturados, polímeros, produtos farmacêuticos, alimentícios e químicos, entre outros. Esta ampla aplicação do leito fluidizado deve-se ao fato de existir uma boa mistura dos sólidos no interior do leito, uma boa homogeneidade das partículas e altas taxas de transferência de calor e de massa.

Os secadores de leito fluidizado apresentam uma construção simples e podem ser facilmente automatizados. Geralmente, o processo de fluidização utiliza partículas com ampla distribuição de tamanho; sendo que a fluidização de sólidos granulares torna-se difícil quando existe uma grande força de coesão entre as partículas, como é o caso de materiais pastosos, aglomerantes e friáveis. Neste caso, para a obtenção de uma fluidização de qualidade pode-se aplicar vibração no leito (MUJUMDAR, 1982; MORIS, 2002), a agitação mecânica dos sólidos (REED e FENSKE, 1955; AMBROSIO, 1999), ou ainda proporcionar a pulsação da corrente gasosa (GAWRZYNSKI e GLASER, 1996; GAWRZYNSKI *et al.*, 1989), que promoverão a movimentação das partículas úmidas, evitando a formação de canais preferenciais.

O leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR) tem sido utilizado no processamento de um grande número de produtos alimentícios, químicos e biotecnológicos, como pode ser observado nos trabalhos de BLACHA-JURKIEWICZ *et al.* (1987), GAWRZYNSKI *et al.* (1989), GAWRZYNSKI *et al.* (1998), DJURKOV (1998), JINESCU *et al.* (2000), DJURKOV e ELENKOV (2000) e de DJURKOV (2001).

No trabalho de AMBROSIO (1999) foi estudado o processo de secagem do ácido 2-hidroxibenzóico utilizando o leito fluidizado agitado mecanicamente (LFAM). Através de testes preliminares, verificou-se que o ácido 2-hidroxibenzóico (pertencente ao grupo A de Geldart quando seco) apresentava características coesivas quando úmido, e devido a coesividade do sólido não era possível sua fluidização em um leito convencional, devido à formação dos canais preferenciais do gás, o que motivou a escolha deste tipo de equipamento. Neste trabalho, foi utilizada a agitação mecânica das partículas durante todo o processo de secagem, obtendo bons resultados no que diz respeito ao movimento dos sólidos, em relação ao conteúdo final de umidade e ao tamanho dos cristais secos, obtendo estes resultados através da comparação dos sólidos antes e depois do processo de secagem. Devido a falta de informações na literatura a respeito do comportamento deste sólido durante o processo de secagem, a temperatura do gás de secagem utilizada foi de 55 e 65°C, como garantia de que não haveria degradação do material.

O ácido 2-hidroxibenzóico é um material de grande importância na indústria farmacêutica, de cosméticos, de produtos agroquímicos, na indústria química de base, entre outras, requerendo um produto de alta qualidade. A secagem do produto é uma etapa importante durante a produção, porque ela determina a qualidade final do produto, com

relação ao conteúdo final de umidade e ao tamanho e forma das partículas. Na indústria química o ácido 2-hidroxibenzóico é seco em um secador “flash” pneumático, que causa quebras dos cristais na região de aceleração, produzindo um produto com distribuição de tamanho fora das especificações e resultando no empedramento do material após a embalagem e durante seu armazenamento.

Como o ácido 2-hidroxibenzóico úmido não pode ser fluidizado em um leito convencional, por apresentar características coesivas, no presente trabalho foi continuado o estudo iniciado por AMBROSIO (1999) no que se refere à secagem em leito fluidizado agitado mecanicamente (LFAM), avaliando uma faixa diferente para a temperatura do gás de secagem (85 e 100°C); determinando o conteúdo de umidade do sólido em que a agitação não é necessária para a continuidade do processo, e ainda objetivou-se determinar o comportamento de fluidez do sólido seco no leito fluidizado agitado mecanicamente para posterior comparação com o sólido comercial seco.

O leito fluidizado agitado mecanicamente (LFAM) mostrou-se muito eficaz em relação ao processamento do ácido 2-hidroxibenzóico (AMBROSIO, 1999); mas, como existem partes móveis em seu interior, que podem dificultar sua automatização, decidiu-se estudar um novo sistema de fluidização.

Mediante isto, este trabalho também se propõe a estudar uma outra alternativa para a secagem do ácido 2-hidroxibenzóico, além do LFAM, que é a utilização do leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR), em escala de laboratório.

As principais etapas deste trabalho podem ser resumidas em:

- determinar as características físicas do sólido através da Análise Termogravimétrica (TGA), Picnometria a Gás Hélio e Porosimetria por Intrusão de Mercúrio em amostras secas de maneira “branda”, em estufa à vácuo a 60°C por 24 horas;
- determinar as isotermas de dessorção de água utilizando o método dinâmico de análise (DVS);
- estudar a secagem do ácido 2-hidroxibenzóico em leito fluidizado agitado mecanicamente (LFAM), em escala de laboratório, avaliando a temperatura do gás e o conteúdo de umidade em que o leito de sólidos fluidiza sem agitação. Neste caso a velocidade do gás foi mantida fixa;

- efetuar as devidas modificações no sistema de distribuição de gás do LFAM e retirar o sistema de agitação mecânica, para a completa adequação e instalação do leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR);
- estudar a fluidodinâmica do LFPR utilizando ácido 2-hidroxibenzóico seco;
- estudar a secagem do ácido 2-hidroxibenzóico no LFPR;
- determinar a escoabilidade do material seco no LFAM, LFPR e do sólido seco comercial comparando os resultados de escoabilidade obtidos para os três processos de secagem;
- determinar a faixa de distribuição granulométrica através de peneiramento, e fazer microfotografias no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) do ácido 2-hidroxibenzóico seco no LFAM e no LFPR, comparando com o ácido 2-hidroxibenzóico comercial e com amostras do sólido seco de maneira “branda”.

Este trabalho focaliza a utilização de dois diferentes sistemas modificados de fluidização, o leito fluidizado agitado mecanicamente (LFAM) e o leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR), para a secagem do ácido 2-hidroxibenzóico proveniente da indústria, com o objetivo de viabilizar a secagem deste sólido através de tecnologias diferentes da utilizada industrialmente, e obter um produto final com boa qualidade.

CAPÍTULO II

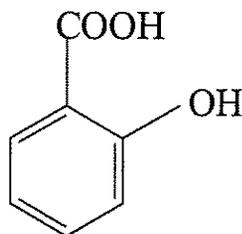
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 – Ácido 2-hidroxibenzóico

O ácido 2-hidroxibenzóico é um sólido bastante versátil, sendo amplamente utilizado na indústria farmacêutica, entrando na composição de diversos medicamentos, na formulação de pomadas dermatológicas devido a sua função fungicida, e usado como aroma para alimentos e essências de perfumes, entre outras aplicações.

O ácido 2-hidroxibenzóico e seus derivados também podem ser usados como intermediários na produção de tintas, produtos de perfumaria, agroquímicos, entre outros. O ácido 2-hidroxibenzóico de grau técnico também é um intermediário na indústria da manufatura de borracha e na manufatura de resinas fenólicas.

Este sólido também é conhecido como ácido *o*-hidróxibenzóico, e possui a seguinte estrutura (ULLMANN'S, vol. A23):



O ácido 2-hidroxibenzóico que apresenta Qualidade Técnica, e é produzido pelo processo de Kolbe-Schmitt, é extremamente puro. Por necessitar ser muito puro, sua composição deve obedecer às seguintes características (ULLMANN'S, vol. A23):

- ◆ 99,5% de ácido 2-hidroxibenzóico;

- ◆ 0,05 - 0,1% de fenol, ácido *p*-hidróxibenzóico ou ácido 4-hidróxiisoftálico, que são impurezas;
- ◆ cinzas < 0,1%;
- ◆ 0,2% de água.

O ácido 2-hidroxibenzóico de Qualidade USP (grau farmacêutico) obedece à norma de pureza estabelecida pela U.S. Pharmacopeia XX (ULLMANN'S, vol. A20), mostrada abaixo:

- ◆ ácido 2-hidroxibenzóico $\geq 99,5\%$ e não mais que 101,0% de $C_7H_6O_3$, em base seca;
- ◆ faixa de fusão: 158 - 161°C;
- ◆ cinzas < 0,05%;
- ◆ conteúdo de cloro < 140ppm;
- ◆ conteúdo de sulfato < 200ppm;
- ◆ conteúdo de metais pesados < 20ppm.

De uma forma geral, suas propriedades físicas estão apresentadas na Tabela 2.1 (ULLMANN'S, vol. A23):

Tabela 2.1 – Propriedades físicas do ácido 2-hidroxibenzóico.

fórmula molecular	$C_7H_6O_3$
peso molecular	138,12
temperatura de sublimação	76°C
flash point	157°C
calor de sublimação	81,8 kJ/mol
densidade real (d_4^{20})	1,443
solubilidade em água (20°C)	1,8g/l
Coloração dos cristais	branca
<ul style="list-style-type: none"> - cristaliza-se na forma de agulhas incolores na presença de água, e na forma de prismas monoclinicos na presença de etanol - descolore gradualmente na presença da luz solar 	

Algumas propriedades químicas do ácido 2-hidroxibenzóico estão descritas a seguir (ULLMANN'S, vol. A23):

- ◆ a dupla função da molécula do ácido 2-hidroxibenzóico combina as propriedades dos fenóis com as propriedades dos ácidos carboxílicos aromáticos;
- ◆ pode ocorrer quelação em contato com alguns íons metálicos, como, por exemplo, o Fe(III), deixando uma coloração violeta. Ele pode ser usado como indicador no EDTA para a determinação da presença de Fe(III) em algumas reações.

Na presença de ar, por se tratar de um sólido razoavelmente fino, pode ser considerado como combustível. A baixa energia de combustão indica um alto nível de sensibilidade à combustão, portanto deve-se adotar medidas para evitar fontes de ignição e de proteção contra severos efeitos explosivos. As características explosivas deste pó fino (partículas < 100µm) são as seguintes (ULLMANN'S, vol. A23):

- ◆ temperatura mínima de combustão: 490 °C;
- ◆ concentração mínima de combustão: 30 g/m³;
- ◆ energia mínima de combustão: < 5 mJ;
- ◆ pressão máxima produzida: 7,2 bar,
- ◆ taxa máxima de aumento de pressão: 216 bar/s.

2.2 – Classificação e Caracterização da Partícula Sólida

Muitos trabalhos de pesquisa têm sido realizados com a utilização de uma variedade bastante grande de materiais particulados. Sabe-se que o comportamento de sistemas fluidizados com borbulhamento de gás depende das propriedades das partículas sólidas, tamanho, massa específica, quantidade de finos e coesividade das partículas. Segundo o estudo de GELDART, HARNBY e WONG (1984), pequenas mudanças no tamanho da partícula e em outros parâmetros que possam afetar as forças interpartículas podem transformar um pó fino de escoamento livre em um pó coesivo. Partículas finas são

difíceis de fluidizar devido às suas propriedades coesivas. O termo “partícula fina” é um pouco vago, e por este motivo GELDART (1973) classificou as partículas em quatro grupos de acordo com seu comportamento de fluidização e caracterizado pela diferença de densidade ($\rho_s - \rho_g$) e pelo diâmetro médio da partícula (\bar{d}_p).

A Figura 2.1 mostra a classificação de Geldart para a fluidização com ar nas condições ambiente e para u_0 menor que cerca de $10 u_{mf}$. Para qualquer sólido de densidade conhecida (ρ_s) e diâmetro médio da partícula (\bar{d}_p), este gráfico mostra o tipo de fluidização a ser esperada (KUNII e LEVENSPIEL, 1991). Este diagrama pode ser aplicado para se verificar a classificação do sólido e estabelecer o modelo fluidodinâmico que levará à escolha adequada do tipo de equipamento a ser projetado (SOUZA, 1997).

As partículas do grupo C são coesivas ou muito finas e a fluidização “normal” destes sólidos é extremamente difícil, pois as forças interpartículas são maiores do que as forças que o fluido pode exercer sobre a partícula. As forças interpartículas atuam em partículas muito pequenas ($<20\mu\text{m}$), com fortes cargas eletrostáticas, alto conteúdo de umidade, em partículas com superfícies pegajosas e com forma irregular. A fluidização pode tornar-se possível ou melhorada com o uso de agitadores mecânicos ou vibradores que quebrem os canais preferenciais (GELDART *in* GELDART, 1986).

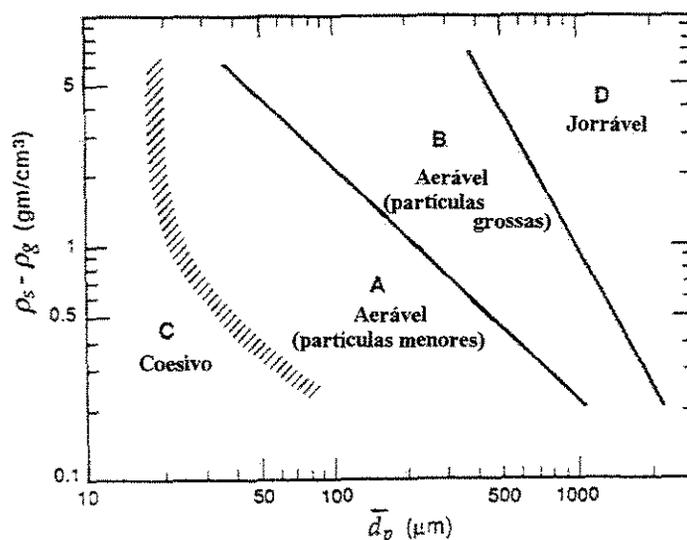


Figura 2.1 – Classificação de Geldart para partículas no ar nas condições ambiente; adaptado de Geldart (1973) (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

Os materiais particulados do grupo A são aeráveis ou têm partículas de tamanho médio pequeno e/ou baixa densidade da partícula (menor que $1,4 \text{ g/cm}^3$), e o leito destas partículas apresentam uma expansão considerável na fase densa entre a velocidade de mínima fluidização (u_{mf}) e a velocidade que inicia a formação de bolhas (u_{mb}), por isso os sólidos do grupo A podem ser considerados levemente coesivos. A fase densa assume uma porosidade estável entre ε_{mf} e ε_{mb} , e o aumento da velocidade do gás um pouco acima de $0,6 \text{ cm/s}$ proporciona um aumento na expansão do leito (GELDART *in* GELDART, 1986; GELDART, HARNBY e WONG, 1984). Os sólidos do grupo A apresentam escoamento livre e são fáceis de fluidizar (GELDART, HARNBY e WONG, 1984).

Para os materiais particulados do grupo B, que apresentam uma faixa de diâmetro $40 \mu\text{m} < \bar{d}_p < 500 \mu\text{m}$ e de massa específica $4 > \rho_s > 1,4 \text{ g/cm}^3$, as forças interpartículas são desprezíveis ocorrendo a formação de bolhas acima da velocidade de mínima fluidização (u_{mf}); o regime de fluidização desse grupo é chamado de fluidização borbulhante (KUNII e LEVENSPIEL, 1991; GELDART, 1973).

Os materiais particulados do grupo D são grandes e/ou são muito densos, geralmente $d_p > 1 \text{ mm}$; durante a fluidização convencional pode haver a formação de canais preferenciais, e por isso eles são facilmente jorráveis. As forças coesivas interpartículas são menores se comparadas com a força de arraste (KUNII e LEVENSPIEL, 1991; GELDART, 1973).

As forças interpartículas nos materiais particulados do Grupo A são pequenas se comparadas com as forças fluidodinâmicas que agem dentro do leito fluidizado, mas são benéficas por serem responsáveis pela fase densa expandida que limita o crescimento das bolhas; por essa razão os sólidos do Grupo A talvez possam ser chamados de “ligeiramente coesivos”. No Grupo C, as forças interpartículas são substancialmente maiores que as forças fluidodinâmicas, o gás não pode separar as partículas e então ocorre a formação dos canais preferenciais, proporcionando uma fluidização de má qualidade. A conclusão que se pode tirar é que o comportamento de fluidização de partículas finas ($d_p < 100 \mu\text{m}$) revelou algumas diferenças entre os dois grupos de sólidos em questão, Grupos A e C. Quando as taxas de expansão do leito e de elutriação são plotadas contra a velocidade do gás, e a altura de desaeração é plotada contra o tempo, os Grupos A e C exibem curvas características um pouco diferentes. Além disso, os sólidos do Grupo A podem se comportar como um sólido

do Grupo C quando é fluidizado com ar que tem umidade relativa variando entre 60 - 90% (GELDART, HARNBY e WONG, 1984).

A Figura 2.1 originalmente foi proposta para leitos em condições ambiente, mas novos estudos levaram a outras propostas. Por exemplo, foi proposta uma classificação AC para partículas na região da incerteza entre os sólidos A e os sólidos C de Geldart. Estes sólidos escoam bem quando fluidizados (influência do tipo A), mas permanentemente “desfluidizam” em qualquer superfície horizontal e então bloqueiam ou fecham tubos horizontais (influência tipo C). Outros estudos buscam localizar exatamente a fronteira entre as regiões A e C, isto não deve depender somente das densidades e do tamanho médio dos sólidos (Figura 2.1) mas também da razão u_0/u_{mf} , das propriedades do gás, e da distribuição de tamanho dos sólidos (KUNII e LEVENSPIEL, 1991). GELDART, HARNBY e WONG (1984) padronizaram medidas de densidade aerada e de densidade empacotada para determinar o grupo a que pertence qualquer tipo de material particulado. GELDART, HARNBY e YOUNG (1984) utilizaram um equipamento chamado Nauta-Hosokawa Powder Tester para as medidas das densidades e o conceito da Razão de Hausner (HR) para auxiliar na classificação dos sólidos. O conceito de fluidez está descrito de maneira mais detalhada no item 2.6.

A caracterização e a classificação da partícula têm sido interpretadas por alguns pesquisadores como sendo a medida do tamanho, forma, densidade, distribuição do tamanho de poro e análises térmicas (DAVIES, 1996). Contudo, a realização de análises de caracterização da partícula propriamente dita é de grande importância quando se trabalha com materiais particulados.

Segundo KUNII e LEVENSPIEL (1977), o tamanho das partículas esféricas pode ser medido sem grandes dificuldades, mas para partículas não - esféricas o tamanho pode ser definido de diversas formas. Partículas grandes (> 1mm) podem ser medidas por paquímetros se elas têm forma regular, ou pela pesagem de uma certa quantidade de sólidos quando se conhece sua densidade, ou ainda por picnometria líquida se o sólido não for poroso. Para estas medidas, primeiro deve-se calcular o diâmetro equivalente, que pode ser definido como:

d_p = diâmetro da esfera que tem o mesmo o volume da partícula (2.1)

e a esfericidade é definida como: $\phi_s = \left(\frac{\text{superfície da esfera}}{\text{superfície da partícula}} \right)_{\text{de mesmo volume}}$ (2.2)

Com essa definição temos que $\phi_s = 1$ para partículas esféricas e $0 < \phi_s < 1$ para todas as formas de partícula.

A porosidade do leito é a razão do volume dos espaços vazios entre as partículas pelo volume de todo o leito; que depende das propriedades do material, do agente de secagem e da velocidade de escoamento do agente de secagem. A porosidade do leito aumenta com o aumento do conteúdo de umidade do material, ocorrendo canais preferenciais e a não-uniformidade da estrutura do leito (STRUMILLO e KUDRA, 1986).

Para um equipamento de área constante, a porosidade do leito pode ser determinada com base no nível de expansão do leito, e pode ser dada pela seguinte equação (STRUMILLO e KUDRA, 1986):

$$\varepsilon = 1 - \frac{H_0}{H} (1 - \varepsilon_0) \quad (2.3)$$

em que H_0 é a altura do leito fixo, e ε_0 é a porosidade do leito fixo. A equação (2.3) representa um valor médio e despreza mudanças locais deste parâmetro.

Para a fluidização incipiente, a porosidade pode ser determinada pela equação proposta por Arai e Sugiyama (STRUMILLO e KUDRA, 1986):

$$\frac{1 - \varepsilon_{mf}}{\phi_s^2 \varepsilon_{mf}^3} = 11 \quad (2.4)$$

2.3 – Secagem e Secador de Leito Fluidizado

2.3.1 – *Secagem*

Segundo MUJUMDAR e MENON (1995) a secagem descreve o processo de remoção térmica das substâncias voláteis (umidade) com o objetivo de produzir um produto sólido seco. A umidade deve ser removida do material sob a forma de vapor, qualquer que seja o modo de aquecimento do gás, podendo ser por fonte externa, condução, convecção, radiação ou outros métodos (KEEY, 1992).

Geralmente, o calor é fornecido pelo gás (agente de secagem) que promove o arraste da umidade evaporada. Neste caso, a taxa global de secagem é controlada pela resistência à transferência de calor e de massa na fase gasosa ou pela resistência ao transporte na fase sólida (MEIRELLES, 1984).

A - Curvas de Secagem:

As cinéticas de secagem estão associadas às mudanças do conteúdo de umidade do material e às mudanças de temperatura com o tempo. A modificação no conteúdo de umidade e na temperatura do sólido geralmente é controlada pela transferência de calor e de massa entre a superfície do corpo, as vizinhanças e o interior do sólido que está sendo seco. A intensidade da secagem, que reflete na mudança do conteúdo de umidade com o tempo, é influenciada pelos parâmetros do processo de secagem, como a temperatura, a umidade, a velocidade relativa do ar ou a pressão total.

No processo de secagem tanto as condições externas quanto a estrutura interna do material a ser seco influenciam de diferentes maneiras nos dois períodos da secagem. No período de taxa de secagem constante, as taxas de transferência de calor e de massa dependem, principalmente, do mecanismo de transporte na camada limite; contudo, no período de taxa de secagem decrescente o fator controlador torna-se a resistência ao transporte dentro do material a ser seco (STRUMILLO e KUDRA, 1986).

Se uma certa quantidade de material particulado úmido for seco em um leito, e o conteúdo de umidade dos sólidos X (definido como sendo o peso de H_2O dividido pelo peso

do sólido seco) for determinado como função do tempo t , a curva resultante X versus t apresentará a forma típica mostrada na Figura 2.2(a).

A curva mostrada na Figura 2.2(a) é dividida em duas partes: a primeira é chamada de período de taxa constante e a segunda de período de taxa decrescente. O período de taxa constante é considerado como o correspondente à transferência de umidade da superfície das partículas; enquanto que o período de taxa decrescente corresponde à transferência de umidade interna. O conteúdo de umidade na transição entre os dois períodos é chamado de conteúdo de umidade crítico X_{cr} . Se a secagem continuar por um tempo longo o bastante, X será aproximado do conteúdo de umidade de equilíbrio X_e , correspondente a umidade relativa e à temperatura de entrada do ar. Em qualquer ponto na curva, a quantidade de umidade não removida ($X - X_e$) é chamada de conteúdo de umidade livre.

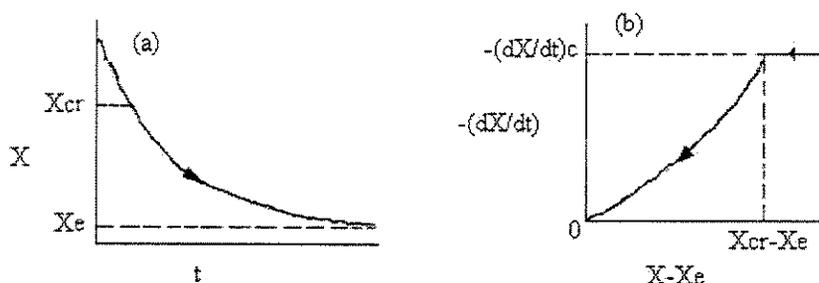


Figura 2.2 – Curvas (a) de secagem, e (b) da Taxa de Secagem (DAVIDSON *et al.*, 1985).

A taxa de secagem, $-dX/dt$, pode ser determinada em qualquer ponto por diferenciação na curva X versus t . O gráfico $-dX/dt$ versus $(X - X_e)$, que é o conteúdo de umidade livre, é uma maneira alternativa de representar as características de secagem de um material, como pode ser visto na Figura 2.2(b) (REAY e BAKER *in* DAVIDSON *et al.*, 1985).

A distribuição de umidade em um material submetido ao processo de secagem pode ser dividida em três diferentes zonas: seca, de evaporação e úmida; que podem ser observadas na Figura 2.3. Durante o período de taxa de secagem constante, a zona úmida ocupa todo o material e o processo de evaporação ocorre na superfície do sólido. As outras zonas aparecem subsequentemente durante o período de taxa decrescente. Na zona seca, a

umidade é transferida somente na forma de vapor; enquanto que na zona úmida a umidade líquida é transferida. Estes dois mecanismos de transferência ocorrem na zona de evaporação. A existência da zona de evaporação foi comprovada experimentalmente, através de análises de distribuição de temperatura ou medidas de fluxo de calor dentro do sólido (STRUMILLO e KUDRA, 1986).

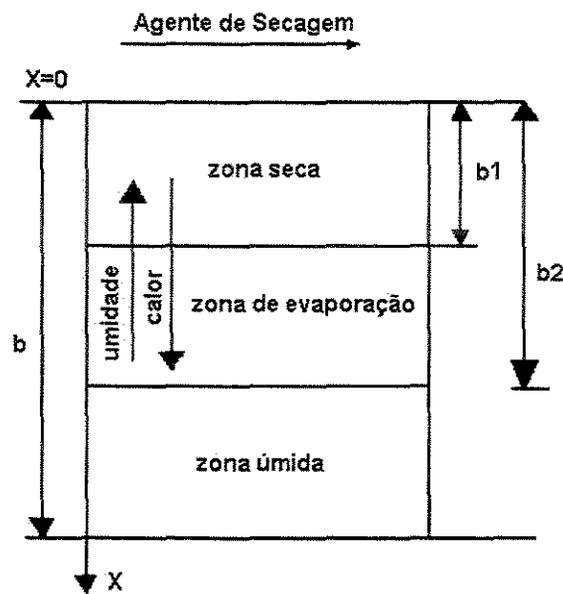


Figura 2.3 – Zonas de secagem em um material secando (STRUMILLO e KUDRA, 1986).

O diagrama da Figura 2.4 mostra a curva da taxa de secagem, $w_D = f(X)$, que é definida como a quantidade de água removida do material que está secando em uma unidade de tempo por unidade da superfície de secagem, através da equação:

$$w_D = -\frac{m}{A} \frac{dX}{dt} \quad \text{ou} \quad N = \frac{dX}{dt} \quad (2.5)$$

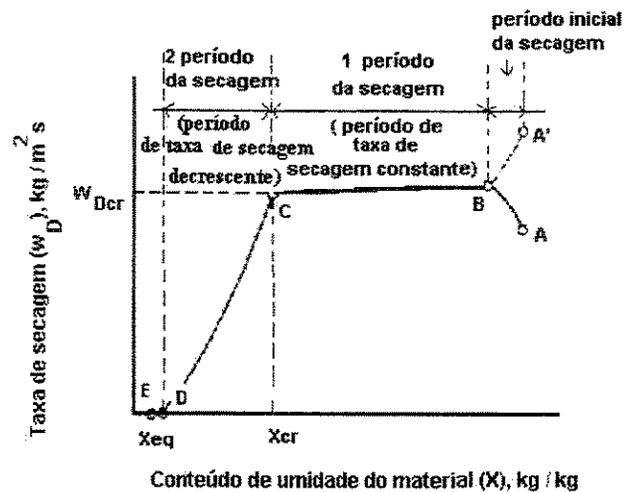


Figura 2.4 – Curva da taxa da secagem em função do conteúdo de umidade do material (STRUMILLO e KUDRA, 1986).

Na Figura 2.4 pode-se ver os dois períodos característicos da secagem. A explicação com relação à forma da curva de secagem está muito ligada à transferência de calor e de massa, e também porque a superfície do material está totalmente coberta por uma fina camada líquida que pode ser tratada como umidade não-ligada. O contato entre a superfície do material e o ar faz com que o líquido se evapore.

Considerando a resistência à transferência de massa, as condições externas e a camada de gás limitam a taxa de secagem. Como a evaporação da umidade requer que o calor seja igual ao calor latente de evaporação, a superfície líquida após algum tempo atingirá a temperatura de equilíbrio (período inicial de secagem), e a quantidade de calor transmitida do ar para a superfície será igual ao calor necessário para a mudança de fase. Se a umidade do ar não muda, a taxa de evaporação entre os pontos B e C (Figura 2.4) será constante e igual a w_{Dcr} (STRUMILLO e KUDRA, 1986).

No período inicial de secagem, o material a ser seco e sua superfície estão cobertos por uma camada líquida e têm a temperatura muito menor que a temperatura de equilíbrio (T_s), e como resultado a taxa de secagem entre os pontos A e B aumentará até a temperatura da superfície do material atingir o valor correspondente à linha BC. Raramente o secador é alimentado com material úmido em uma temperatura $T > T_s$. Então, o período inicial de secagem é representado pela linha pontilhada A'B'. Geralmente, o período inicial de

secagem é muito curto e na prática pode ser desprezado. Quando $X < X_{cr}$, a quantidade de umidade que chega na superfície do material começa a diminuir gradualmente. Então, a pressão de vapor acima da superfície do material também diminui e por isso a taxa de secagem também diminui; assim, tem-se o período de taxa de secagem decrescente (curva CD) (Figura 2.4). Neste período a taxa de secagem é controlada pelo transporte de umidade do material (condições internas) que depende do gradiente de concentração de umidade (STRUMILLO e KUDRA, 1986).

Se o conteúdo de umidade é maior que o conteúdo de umidade higroscópico, a região próxima da superfície está saturada de vapor d'água, e a temperatura da superfície do material (para a secagem convectiva) é igual à temperatura de bulbo úmido. A taxa de secagem é praticamente constante porque a intensidade da secagem é igual à intensidade de evaporação da superfície livre para o líquido (região de controle da camada limite) (STRUMILLO e KUDRA, 1986).

B – Umidade de Equilíbrio:

O conteúdo de umidade de equilíbrio de materiais higroscópicos é importante pela sua relação direta com os problemas de secagem, estocagem e de armazenamento. Seu valor aproximado para um produto seco é determinado pela umidade relativa e pela temperatura do ar de secagem (HENDERSON, 1952).

Segundo KEEY, 1992, um sólido terá seu conteúdo de umidade em equilíbrio com um gás vizinho quando o conteúdo de umidade do vapor corresponder à umidade relativa

$$\text{ou } \frac{P_f}{P_0}.$$

Segundo BROOKER *et al.* e ROA e ROSSI, *apud* CAVALCANTI MATA (1997), *teor de umidade de equilíbrio* como sendo o teor de umidade (massa de água por unidade de massa total, em base úmida, ou massa de água por unidade de massa seca, em base seca) que um produto atinge quando é mantido, por um tempo suficientemente longo, em condições controladas de temperatura (T) e umidade relativa do ar (UR); ou ainda, quando um grão está higroscopicamente em equilíbrio com o ar ambiente em que se encontra, quando a pressão de vapor de água for igual à pressão de vapor de água do ambiente, sendo

que para cada espécie e/ou variedade de grão a pressão de vapor interna tem um valor característico para cada temperatura.

O teor de umidade de equilíbrio de um material higroscópico, em uma dada condição de temperatura, umidade relativa de equilíbrio e pressão, depende do caminho usado para atingir o equilíbrio. Então para uma mesma umidade relativa pode haver duas isotermas, chamadas isotermas de sorção e dessorção. Os dois processos (sorção e dessorção) dependem do teor de umidade inicial em que cada processo começa (CAVALCANTI MATA, 1997).

A palavra equilíbrio refere-se ao fato de que, no ponto de equilíbrio, o produto não troca umidade com o ar que o envolve; isso ocorre quando as pressões de vapor de água na superfície do material e no ar são idênticas (CAVALCANTI MATA, 1997).

C - Isotermas de Sorção de Água:

A água é o componente dominante nos sistemas alimentícios, influenciando de maneira significativa nas variáveis do processo, nas características do produto e em sua estabilidade. Então, a consideração do fenômeno de sorção da umidade é essencial para um melhor entendimento do processo de secagem (McMINN e MAGEE, 1997).

A curva de umidade de equilíbrio é uma expressão gráfica da relação entre o conteúdo de umidade do material e a sua umidade relativa de equilíbrio. A temperatura afeta um pouco a isoterma, aumentando a temperatura ocorre uma leve redução no conteúdo de umidade do material em uma determinada umidade relativa de equilíbrio (HENDERSON, 1952). A construção experimental das isotermas de sorção em temperaturas diferentes deve mostrar uma diminuição na quantidade adsorvida com o aumento da temperatura, em uma atividade de água constante. Um exemplo deste fato está mostrado na Figura 2.5 (LABUZA, 1968).

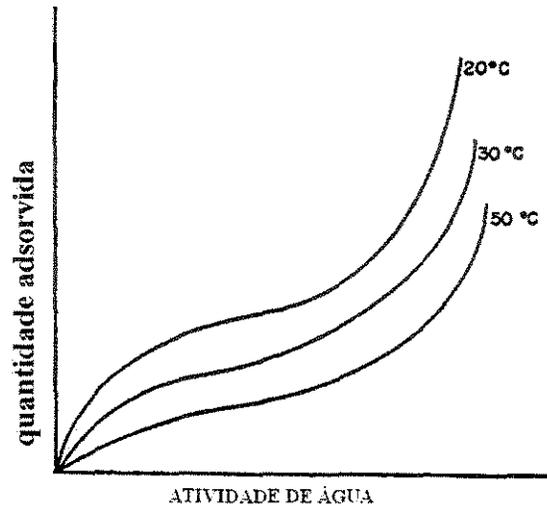


Figura 2.5 – Efeito da temperatura na isoterma de sorção (LABUZA, 1968).

Nos trabalhos de HUBBARD *et al.* (1957), LABUZA *et al.* (1985), McMINN e MAGEE (1997), e JOHNSON e BRENNAN (2000) foi observada e comprovada a influência da variação da temperatura sobre as isotermas de sorção de água.

A atividade de água denota a proporção entre a pressão de vapor da água de uma substância e a pressão de vapor da água livre, na mesma temperatura. Essa proporção também expressa a umidade relativa de um gás em equilíbrio com um material (LONCIN *et al.*, 1968); e pode ser definida como (LABUZA *in* DUCKWORTH, 1975; McLAUGHLIN e MAGEE, 1998):

$$a_w = \frac{p_f}{p_0} = \frac{E.R.H.}{100} \quad (2.6)$$

em que a_w – atividade da água

p_f – pressão de vapor da água no material (N/m^2)

p_0 – pressão de vapor da água pura (N/m^2)

$E.R.H.$ – umidade relativa de equilíbrio

As isotermas de sorção, que estabelecem a relação entre a atividade de água e o conteúdo de umidade de equilíbrio de sólidos em uma dada temperatura, caracterizam o estado da água. Do ponto de vista da secagem, essas isotermas são necessárias para definir o ponto final do processo de secagem (MASKAN e GÖGUS, 1998), e a determinação do ponto final da secagem assegura a viabilidade econômica e a segurança no armazenamento de diversos tipos de materiais sólidos (McLAUGHLIN e MAGEE, 1998).

A água pode interagir com os materiais de diversas maneiras, até mesmo ser adsorvida da atmosfera na superfície dos sólidos. Para a adsorção, somente poucas camadas de moléculas de água deveriam se formar na superfície do sólido, mesmo em umidade relativa alta, tanto que a mudança total de massa ao longo de toda a isoterma é pequena (geralmente muito menor que 1% peso/peso). A água total adsorvida está diretamente ligada com a área superficial da amostra então, por exemplo, uma cerâmica com grande área superficial pode adsorver muito mais água que um cristal grande não - poroso. As formas da isoterma de adsorção podem ser usadas para interpretar a natureza da superfície do sólido, ou seja, se a interação água - superfície é ou não favorável (BUCKTON, 2000).

As medidas das isotermas de sorção precisam (i) levar o material para um estado de equilíbrio que corresponde a um ponto na curva de sorção (pela adsorção ou dessorção); (ii) medir a atividade de água (a_w) quando o conteúdo de água (X) está fixado, ou medir X quando a_w está controlado. Nesses dois casos, o método envolve mudanças na quantidade total de água no produto estudado (BAUCOUR e DAUDIN, 2000).

A sorção da água pelos alimentos é classificada em três categorias principais (WOLF *et al.*, 1985):

- 1 – sorção sem mudanças estruturais do sorvente;
- 2 – sorção acompanhada pelas mudanças estruturais do sorvente, e
- 3 – formação da sorção de uma solução.

O modelo isotérmico de sorção mais popular é a aproximação de BET, de 1938, que estabeleceu uma classificação das isotermas de adsorção com base na adsorção de van der Waals dos gases, em vários materiais sólidos. As curvas experimentais foram classificadas por BRUNAUER, EMMETT e TELLER (1938). Cinco tipos de isotermas generalizadas podem ser observados na Figura 2.6 (LOWELL e SHIELDS, 1991).

Como pode ser visto na Figura 2.6, as isotermas são classificadas de acordo com os tipos descritos a seguir (LOWELL e SHIELDS, 1991).

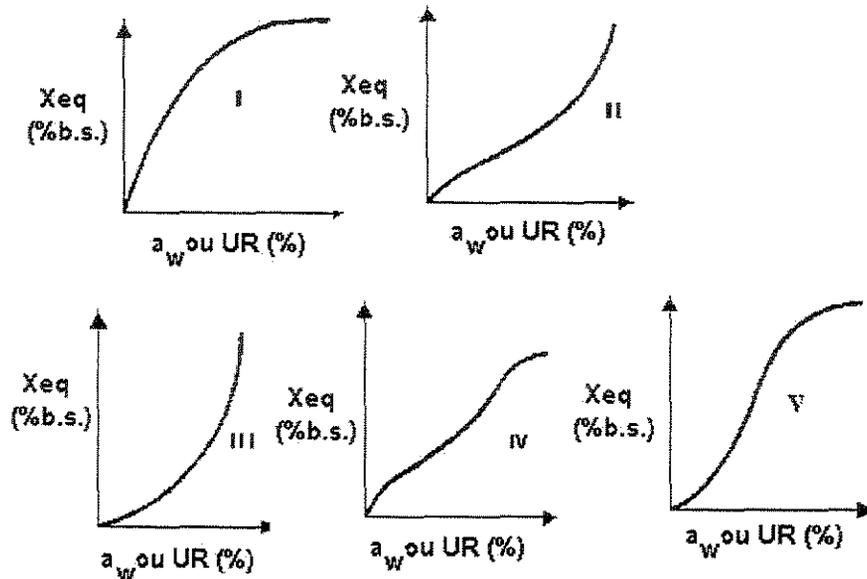


Figura 2.6 – Formas características das isotermas de sorção (LOWELL e SHIELDS, 1991).

Tipo I: isoterma tipo Langmuir que caracteriza uma adsorção pura na camada monomolecular. No caso da adsorção física, as isotermas do Tipo I são encontradas para materiais microporosos cujo tamanho de poro não excede alguns diâmetros moleculares do adsorbato.

Tipo II: isoterma de BET que é característica de formação de múltiplas camadas de moléculas de adsorbato sobre a superfície do sólido. Esta isoterma é freqüentemente encontrada quando a adsorção ocorre em materiais não porosos ou com diâmetro de poro maior que microporos. O ponto de inflexão, ou o joelho, da isoterma geralmente ocorre próximo do final da primeira monocamada adsorvida e com o aumento da pressão relativa, a segunda camada e as camadas superiores são completadas até que o número de camadas adsorvidas tenda a infinito.

Tipo III: embora similar à Isoterma do Tipo II, raramente são observadas em sólidos não-porosos. Seu formato sugere que a adsorção ocorra em camadas polimoleculares.

Tipo IV: este tipo de isoterma ocorre nos materiais com raio de poros de aproximadamente $15 - 1000 \text{ \AA}$. Como é verdade para as isotermas do Tipo II, o joelho na isoterma do Tipo IV geralmente ocorre perto do final da primeira monocamada.

Tipo V: estas isotermas surgem de pequenas interações adsorbato – adsorvente, similar às isotermas do Tipo III. Portanto, as isotermas do Tipo V também estão associadas com poros na mesma faixa das isotermas do Tipo IV.

Conforme ilustrado na Figura 2.7, uma isoterma pode ser dividida em três regiões, de acordo com o estado da água, descritas a seguir (LABUZA, 1968; LABUZA *in* DUCKWORTH, 1975; UBOLDI EIROA, 1981).

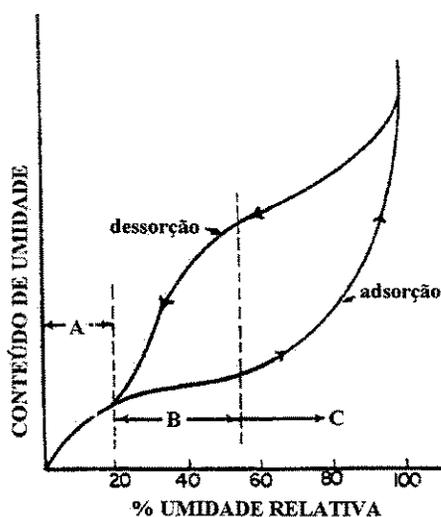


Figura 2.7 – Isoterma de sorção generalizada (LABUZA, 1968).

REGIÃO A: corresponde à adsorção de um filme monomolecular da água, que ocorre quando em cada ponto de ligação da macromolécula do sólido existe apenas uma molécula de água disponível. Nesta região, a água está fortemente ligada ao sólido;

REGIÃO B: corresponde à adsorção de camadas adicionais sobre essa monocamada. A inclinação da curva é tal que um pequeno gradiente de umidade corresponde a um rápido aumento da atividade de água. Neste momento, a superfície do sólido está coberta pela monocamada de água e começam a se formar as multicamadas,

REGIÃO C: corresponde ao início da condensação da água nos poros do material seguida pela dissolução do material solúvel presente. Ao contrário da REGIÃO B, pequenas variações na atividade de água correspondem a elevadas variações de umidade.

Grande parte dos materiais biológicos é classificada como isoterma do Tipo II, que é representada como uma curva sigmoidal não-linear. As exceções são os alimentos ricos em componentes solúveis, como açúcares, que apresentam um comportamento do Tipo III, baixo conteúdo de umidade em baixa atividade de água, e um brusco aumento no conteúdo de umidade em altas atividades de água (McMINN e MAGEE, 1997).

A isoterma de BET geralmente ocorre na faixa de atividade de água variando de 0,1 – 0,5 fornecendo dados suficientes que possibilitam o cálculo de uma monocamada coberta de água (LABUZA, 1968). O valor desta monocamada, que pode ser calculado pela equação de BET, caracteriza a faixa de atividade de água em que o material é mais estável, podendo ser utilizado para vários tipos de sólidos (WOLF *et al.*, 1985).

Na Figura 2.7 o efeito da histerese pode ser observado, através do experimento de adsorção *versus* dessorção. Segundo LABUZA *in* DUCKWORTH (1975), existe uma anomalia quando um material é seco até uma certa atividade de água (dessorção) se comparado quando o material é completamente seco e então reumidificado até a mesma atividade de água (adsorção). Nesta atividade de água determinada, o sistema de dessorção terá um conteúdo de umidade muito maior e este fenômeno é a chamada histerese. A histerese de dessorção geralmente termina na monocamada, mas em alguns casos ela é estendida até uma atividade de água igual a zero (LABUZA, 1968).

O fenômeno da histerese, mostrado na Figura 2.7, pode ser explicado através de algumas teorias baseadas no efeito da condensação capilar; portanto a histerese deveria ocorrer somente na REGIÃO C da Figura 2.7, mas o fenômeno também ocorre nas multicamadas da REGIÃO B e as razões para este fato ainda não estão bem esclarecidas (LABUZA, 1968). Uma das teorias chama-se teoria do “tinteiro” desenvolvida por Rao *apud* LABUZA (1968), que considera os capilares como corpos largos com prolongamentos estreitos. Na adsorção, o capilar está completamente cheio até que uma atividade de água correspondente ao seu maior raio seja alcançada. Durante a dessorção, o seu menor raio controla o esvaziamento do poro, de modo que a atividade de água é reduzida consideravelmente.

D – Obtenção Experimental das Isotermas de Sorção:

TEIXEIRA NETO *apud* FARIA (1998) dividiu os vários métodos analíticos de determinação das isotermas de sorção existentes na literatura segundo o método de medição, como: (a) métodos em que se mede a pressão parcial de vapor, ou a umidade relativa de equilíbrio, de amostras com teor de umidade previamente conhecido; e (b) métodos em que se mede o teor de umidade do produto em equilíbrio a diferentes umidades relativas. Este último é conhecido como método de aproximação gravimétrica, e sua medida pode ser estática ou dinâmica (GÁL *in* DUCKWORTH, 1975).

A primeira categoria de métodos serve principalmente para determinações rápidas da atividade de água no controle de processos e de qualidade. Nestes métodos a pressão de vapor do material é medida manometricamente, ou a umidade relativa de equilíbrio é medida diretamente por sensores, como higrômetros elétricos, higrômetros de ponto de orvalho, entre outros (GÁL *in* DUCKWORTH, 1975).

O princípio da segunda categoria de métodos de medição é a determinação das mudanças de peso das amostras em equilíbrio com diferentes pressões de vapor, geralmente, gravimetricamente (método estático) (GÁL *in* DUCKWORTH, 1975). Neste caso, os ambientes com umidade relativa para o equilíbrio com as amostras são preparados em frascos herméticos. Tais ambientes podem ser obtidos através de soluções salinas saturadas ou com ácido sulfúrico em diversas concentrações. A seguir, pequenas quantidades da amostra são colocadas dentro do frasco hermético em que a umidade relativa do ar e a temperatura estão constantes. Quando o equilíbrio entre a amostra e o ambiente é estabelecido, após um período de tempo que pode levar de alguns dias a alguns meses, a massa da amostra não sofre mais variações. Então, o conteúdo de umidade do material é determinado e um ponto da curva de sorção é obtido (HENDERSON, 1952). Através deste método a observação visual da amostra é direta e geralmente é possível detectar imediatamente mudanças físicas, como encolhimento, descoloração, perda das propriedades de escoamento livre, etc. (GÁL *in* DUCKWORTH, 1975).

Na literatura é possível encontrar diversos dados de umidade relativa em função da temperatura para diversas soluções salinas saturadas; entre estes trabalhos pode-se destacar GREENSPAN (1977), STOKES e ROBINSON (1949), YOUNG (1967), WINK e SEARS (1950), WEXLER e HASEGAWA (1954), CARR e HARRIS (1949) e KITIC *et al.* (1986).

No trabalho de JARDIM (1987) pode-se observar a maneira com que as amostras das soluções salinas saturadas e de ácido sulfúrico são preparadas.

Com o objetivo de diminuir o período de tempo que leva o ensaio, métodos dinâmicos de fluxo contínuo foram propostos. O método dinâmico possui uma corrente de ar circulante que é utilizada para a transferência do vapor de água entrando ou saindo da amostra. A grande vantagem deste método é que a amostra é pesada continuamente sem perder a precisão e sempre em uma mesma taxa de fluxo de ar (GÁL *in* DUCKWORTH, 1975). Estes equipamentos são apropriados para o estudo cinético, para simular os processos de secagem convectiva e para detectar pequenas mudanças estruturais na fase sorvente.

O mais interessante nestes equipamentos de medidas dinâmicas é que se pode programar e controlar a umidade relativa e automatizar a operação de pesagem. Uma maneira simples é ajustar manualmente as umidades relativas desejadas e depois o equilíbrio atingido é reconhecido pelo peso constante da amostra obtido. Usando um temporizador eletrônico e uma unidade de programação de umidade relativa ou temperatura, as isotermas de sorção podem ser determinadas automaticamente.

O método dinâmico para a obtenção de dados de sorção foi utilizado por MANTOVANI *et al.* (2000) para checar se o aumento de peso em um material polimérico em pó, neste caso glicolato de sódio proveniente do amido de batata, foi produzido apenas pela sorção de vapor. Através da curva *UR* em função da variação de massa de água, para a sorção e dessorção, observou-se pouca diferença entre as duas curvas e concluíram que o vapor de condensação entre as partículas poliméricas é quase desprezível.

STEENDAM *et al.* (2001) estudaram o comportamento de sorção de um pó polimérico, poly (DL-lactic acid), com diferentes pesos moleculares utilizando um equipamento de sorção de vapor dinâmico DVS-1000 (Surface Measurement Systems Ltd., London, UK) equipado com uma microbalança Cahn D200. Eles observaram que a taxa de sorção diminuiu com o aumento do peso molecular.

LANE e BUCKTON (2001) apresentaram a combinação de um equipamento de sorção de vapor dinâmico acoplado a uma microbalança (Dynamic Vapour Sorption - DVS, Surface Measurement Systems Ltd., London, UK) com um equipamento de espectroscopia próxima do infravermelho (Foss NIR Systems) para medir simultaneamente as mudanças

gravimétricas e espectroscópicas da lactose nas fases amorfa e cristalina. A utilização desta técnica combinada possibilitou a comprovação de que a lactose na fase amorfa perdeu pouca água antes da cristalização.

HOGAN e BUCKTON (2001) também utilizaram a combinação do DVS e da espectroscopia próxima do infravermelho para mostrar a transição da “reffinose” no estado amorfo seco em spray dryer para a forma cristalizada, sem a característica perda de massa.

2.3.2 – Secador de Leito Fluidizado

Segundo KUNII *et al.* (1977), a fluidização é a operação pela qual os sólidos finos são levados a um estado "quase líquido" através do contato com o gás ou com o líquido. Os leitos fluidizados, gás ou líquido, são chamados de *leito fluidizado de fase densa*.

Segundo STRUMILLO e KUDRA (1986), o método da secagem em leito fluidizado consiste na passagem do agente de secagem, o gás aquecido, através de um leito de material que está apoiado sobre o distribuidor. Se a velocidade do gás for maior que a velocidade de fluidização crítica (ou velocidade de fluidização incipiente), ocorre uma expansão progressiva do leito até que alcance um estado semelhante ao de um líquido borbulhante. Este fenômeno é chamado de *fluidização*.

A fluidização com ar quente é um método atraente para a secagem de muitos pós e produtos granulares úmidos. Essa técnica é utilizada industrialmente desde 1948, e hoje sua popularidade espalhou-se pela secagem de minerais triturados, fertilizantes, areia, produtos farmacêuticos, e muitos outros. As vantagens no uso da fluidização são o eficiente contato gás/sólido, ser brando com as partículas e não possuir partes móveis e, com isso, diminui o custo de operação (REAY *in* GELDART, 1986).

Os secadores de leito fluidizado podem ser batelada ou contínuos. Os secadores batelada são usados para produção em pequena escala, como por exemplo, na indústria farmacêutica e de pigmentos. Os secadores contínuos são usados em produções em maior escala, como por exemplo, na secagem de minerais triturados (REAY e BAKER *in* DAVIDSON *et al.*, 1985).

Em geral todas as propriedades das partículas e do gás são independentes, mas na prática uma delas pode ser limitada ao que é comercialmente válido, como mostrado na Tabela 2.2, e assim influenciar no processo de fluidização.

Tabela 2.2 – Parâmetros que influenciam o comportamento da fluidização (GELDART, HARNBY e WONG, 1984).

VARIÁVEIS INDEPENDENTES	
<u>PROPRIEDADES DA PARTÍCULA</u>	<u>PROPRIEDADES DO GÁS</u>
densidade, tamanho	densidade
distribuição de tamanho	viscosidade
forma, dureza	umidade relativa (%RH)
rugosidade da superfície	
porosidade	
pressão total	
temperatura	
VARIÁVEIS DEPENDENTES	
forças de van der Waals, forças capilares	
eletrostáticas, adsorção do gás	

Os materiais adequados para serem utilizados em um leito fluidizado devem estar de acordo com os seguintes critérios (HOVMAD *in* MUJUMDAR, 1995):

- ◆ a dimensão da partícula deve estar entre 20 μ m e 10mm para evitar canais preferenciais. As partículas finas tendem a aglomerar-se e apresentar uma fluidização de baixa qualidade, em um equipamento convencional,
- ◆ as partículas devem ter formas razoavelmente regulares, e a distribuição de tamanho da partícula deve ser limitada para não ocorrer arraste excessivo dos finos.

O processo de fluidização pode ser classificado em dois tipos, fluidização homogênea e fluidização heterogênea. A Tabela 2.3 descreve as principais diferenças entre os dois tipos de fluidização.

Tabela 2.3 - Tipos de Fluidização

FLUIDIZAÇÃO HOMOGÊNEA	FLUIDIZAÇÃO HETEROGÊNEA
Pequenas diferenças entre ρ_p e ρ_g	Grandes diferenças entre ρ_p e ρ_g
Não há formação de bolhas	Regimes de fluidização: Particulada, Bubbling, Slug, Turbulenta, Rápida
Velocidade de escoamento baixa	Altas velocidades de escoamento
Expansão uniforme do leito	Movimento irregular das partículas (aleatório).

Segundo STRUMILLO e KUDRA (1986), as principais vantagens do secador de leito fluidizado são:

- ◆ a fluidez do leito facilita a performance do equipamento, mesmo quando utilizado em grande escala;
- ◆ não existem partes móveis no interior do equipamento;
- ◆ boas condições para transferência de calor e de massa, devido ao contato;
- ◆ pode-se utilizar outras fontes de energia para o aquecimento, como radiadores, aquecedores internos, etc.; e,
- ◆ apresenta boa mistura do material no leito.

O processo de fluidização pode ser descrito como um fluido escoando através de um leito de partículas relativamente finas, como pode ser visto na Figura 2.8. Com uma baixa velocidade de escoamento, o fluido simplesmente penetra entre os poros das partículas estacionárias; como em um *leito fixo*.

Com um pequeno aumento na velocidade de escoamento, as partículas movem-se separadas e poucas são vistas vibradas e se movendo em algumas regiões restritas do leito, esse é o chamado *leito expandido*.

Em uma velocidade de escoamento um pouco mais alta, todas as partículas estão suspensas no escoamento do gás ou do líquido. Nesse ponto o atrito entre o fluido e a partícula compensa o peso da partícula, e a queda de pressão em qualquer seção do leito é

aproximadamente igual ao peso aparente das partículas. O leito está fluidizado e é chamado de *leito fluidizado incipiente* ou *leito na mínima fluidização*.

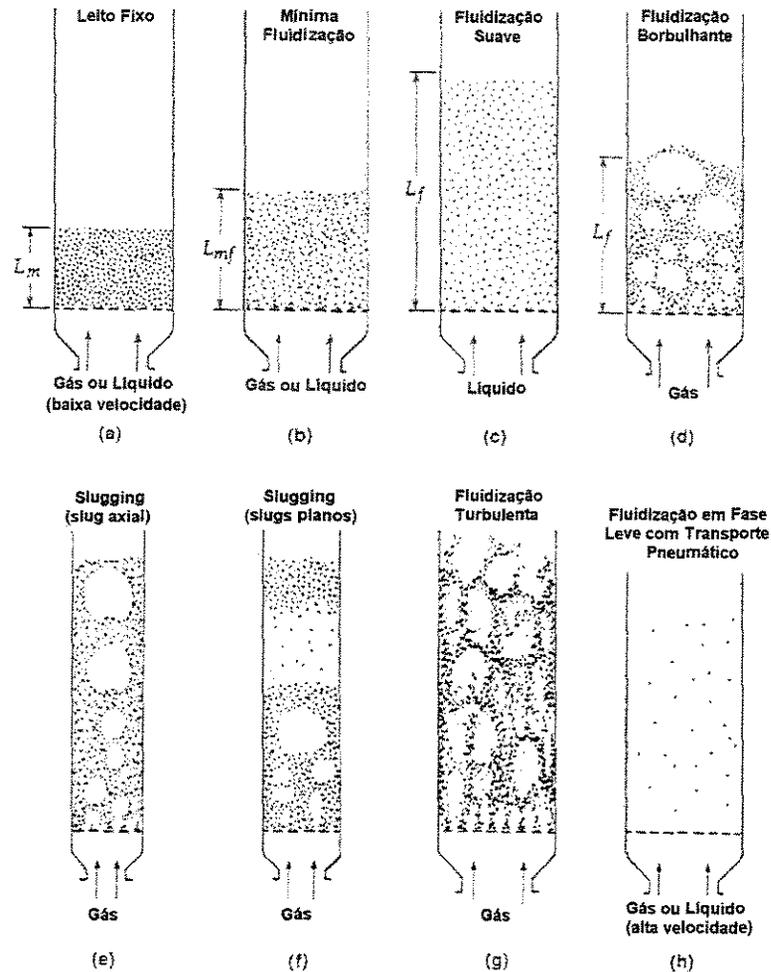


Figura 2.8 - Várias formas de contato de uma batelada de sólidos pelo fluido (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

Nos sistemas líquido - sólido, um aumento na velocidade de escoamento até um valor próximo da mínima fluidização resulta numa expansão suave e progressiva do leito, e é chamado de *leito líquido fluidizado*.

Os sistemas gás - sólido comportam-se de modo diferente. Aumentando a velocidade de escoamento além da mínima fluidização, pode-se observar a formação de borbulhamento e canalizações do gás. Com uma alta velocidade de escoamento, a agitação

e o movimento das partículas é mais vigoroso, que é o chamado *leito fluidizado agregativo*, *leito fluidizado borbulhante* ou, simplesmente, *leito gás fluidizado*.

Aumentando ainda mais a velocidade do gás, o leito deixa o clássico regime borbulhante e entra no regime de *fluidização turbulenta*, *fluidização rápida* e finalmente, *transporte pneumático em fase diluída*; esses regimes são caracterizados pelo arraste de um número significativo de partículas até o topo do leito. A operação em estado estacionário é mantida pela separação dos sólidos elutriados em ciclones e pela sua reinjeção no fundo do leito. Os leitos fluidizados com alta velocidade do gás apresentam uma separação entre a região concentrada no fundo do leito e a região diluída no topo, que é pouco nítida, e dá origem a uma região de transição relativamente longa entre as duas outras regiões. Em velocidades características do transporte pneumático, as regiões densa inferior e de transição desaparecem, restando o escoamento em fase diluída. Numa taxa de escoamento suficientemente alta, a velocidade terminal das partículas é excedida e a superfície livre acima do leito desaparece, então as partículas são arrastadas para fora do leito com a corrente de gás, que é o chamado *leito fluidizado disperso com o transporte pneumático dos sólidos* (PÉCORÁ, 1995).

Nos secadores “flash” pneumático, os materiais processados estão no estado físico de sólidos particulados. Estes sólidos, quando injetados no fluxo de gás que fornece energia para o transporte e para a troca de calor, podem ser secos, aquecidos ou resfriados dependendo da temperatura inicial do gás e das partículas. O termo “flash” infere que o tempo de duração do tratamento térmico é muito curto, reduzido a alguns segundos ou décimos de segundos, e a altas temperaturas (SALVADOR e PONS, 2000).

O secador “flash” pneumático pode ser usado na secagem de materiais que apresentam alto conteúdo de umidade, sensíveis à temperatura e apresentando uma alta eficiência térmica. A umidade é “flasheada” com ar quente a altas velocidades, enquanto o produto permanece a uma temperatura baixa, na faixa de 60 a 120°C, com um tempo de residência curto. Este secador é usado para produtos alimentícios, fibras de madeira, detergentes e produtos químicos orgânicos (CHEMICAL ONLINE, 2003).

No leito fluidizado, o estado de suspensão das partículas é obtido pela passagem da corrente de gás, numa certa velocidade, através do leito de partículas de diâmetro d_p ; o leito formado dessa maneira é caracterizado por sua porosidade (ϵ). Para cada tipo de

secador existe uma faixa de variação dos parâmetros chamada de faixa de performance do equipamento.

O diagrama ΔP versus u_0 é muito útil para se ter uma indicação da qualidade da fluidização, especialmente quando não é possível se fazer observações visuais. A Figura 2.9 apresenta o comportamento fluidodinâmico de um leito de areia com distribuição de tamanho uniforme ($160\mu\text{m}$), sendo típico em sistemas com distribuição uniforme de tamanho e para partículas não tão pequenas.

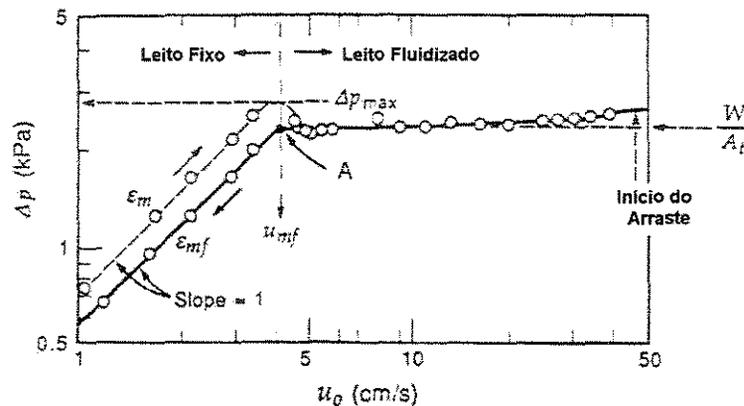


Figura 2.9– Queda de pressão em função da velocidade do gás para um leito de partículas de areia com tamanho uniforme (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

Para velocidades de escoamento (u_0) relativamente baixas em leito fixo, a queda de pressão é aproximadamente proporcional à velocidade do gás e geralmente atinge um valor de queda de pressão máxima ($\Delta P_{\text{máx}}$), um pouco maior que a pressão estática no leito. A equação 2.7 apresenta esta relação, considerando que para baixos valores de u_0 , o primeiro termo da equação é predominante.

$$\frac{\Delta P}{H_0} g_c = 150 \frac{(1 - \varepsilon_0)^2}{\varepsilon_{0m}^3} \frac{u_0 \mu}{(\phi_s d_p)^2} + 1,75 \frac{1 - \varepsilon_0}{\varepsilon_{0m}^3} \frac{\rho_g u_0^2}{\phi_s d_p} \quad (2.7)$$

em que d_p – diâmetro da partícula (μm)

H_0 – altura de leito fixo (m)

u_0 – velocidade superficial do gás através do leito de partículas sólidas (m/s)

ε_0 – porosidade do leito fixo

μ - viscosidade do gás (kg/m.s)

ϕ_s – esfericidade da partícula

ρ - densidade do gás (kg/m³)

Com um novo aumento na velocidade do gás, a porosidade aumenta de ε_0 para ε_{mf} , resultando na diminuição da queda de pressão para a pressão estática do leito, dada pela equação 2.8, na condição de mínima fluidização.

$$\frac{\Delta P}{H_{mf}} = (1 - \varepsilon_{mf}) (\rho_s - \rho_g) \frac{g}{g_c} \quad (2.8)$$

em que g - aceleração da gravidade (m/s²)

H_{mf} – altura do leito de partículas na mínima fluidização (m)

ε_{mf} – porosidade do leito na mínima fluidização

Com a velocidade do gás próxima da mínima fluidização, ocorre a expansão do leito e pode-se observar bolhas de gás presente, resultando numa não-homogeneidade. Apesar deste aumento na velocidade do gás, a queda de pressão permanece praticamente constante (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

Quando a velocidade do gás diminui, as partículas fluidizadas mostradas na Figura 2.9 estabelecem uma forma próxima do leito fixo de porosidade ε_{mf} . Fechando o fluxo de gás, uma leve vibração do leito reduzirá sua porosidade para o valor inicial ε_0 . Geralmente, u_{mf} é considerada como sendo a interseção da linha ΔP versus u_0 para o leito fixo de porosidade ε_{mf} , com a linha horizontal correspondente à W/A_t (ponto A) (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

Considerando o diagrama ΔP versus u_0 para partículas com ampla distribuição de tamanho, apresentado na Figura 2.10, quando a velocidade do gás (u_0) é aumentada através

do leito de sólidos, as partículas menores estão aptas a ocupar os espaços vazios entre as partículas maiores e fluidizar, enquanto as partículas maiores permanecem paradas. Então, ocorre uma fluidização parcial, fornecendo um valor de ΔP intermediário. Aumentando a velocidade do gás, ΔP se aproxima de $\frac{W}{A_t}$, mostrando que todos os sólidos fluidizam. A Figura 2.10, típica para estes casos, mostra que a histerese é desprezível (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

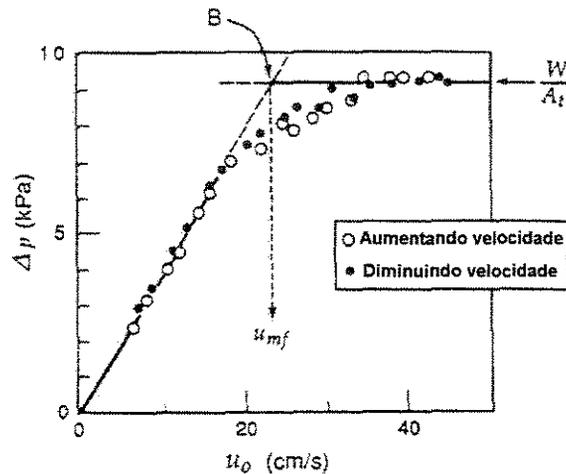


Figura 2.10 – Curva de fluidização (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

Para misturas contendo partículas grandes ($d_p > 1\text{mm}$), pode ocorrer segregação e acomodação das partículas, fornecendo um aumento em ΔP e a histerese na curva ΔP versus u_0 . No entanto, esta histerese pode desaparecer quando o leito contém uma fração suficientemente grande de finos. Nos sistemas com mistura de partículas u_{mf} é definida, por convenção, pela interseção da linha Δp versus u_0 para leito fixo com a linha $\frac{W}{A_t}$ (ponto B na Figura 2.10) (KUNII e LEVENSPIEL, 1991). Entretanto, para operar o leito em regime de fluidização completa, u_0 é maior que a velocidade de mínima fluidização completa.

A velocidade do gás que caracteriza a transição do leito fixo para o leito fluidizado é chamada velocidade de mínima fluidização (u_{mf}). No início da fluidização a porosidade é um pouco maior que em um leito empacotado. Então u_{mf} para leitos com ampla

distribuição de tamanho das partículas, é determinada pela combinação das equações (2.7) e (2.8), que em geral é uma equação quadrática (KUNII e LEVENSPIEL, 1977):

$$\frac{1,75}{\phi_s \cdot \varepsilon_{mf}^3} \left(\frac{d_p \cdot u_{mf} \cdot \rho}{\mu} \right)^2 + \frac{150 \cdot (1 - \varepsilon_{mf})}{\phi_s^2 \cdot \varepsilon_{mf}^3} \cdot \left(\frac{d_p \cdot u_{mf} \cdot \rho}{\mu} \right) = \frac{d_p^3 \rho \cdot (\rho_s - \rho) \cdot g}{\mu^2} \quad (2.9)$$

ou

$$\frac{1,75}{\varepsilon_{mf}^3 \phi_s} Re_{p,mf}^2 + \frac{150 \cdot (1 - \varepsilon_{mf})}{\varepsilon_{mf}^3 \phi_s} Re_{p,mf} = Ar \quad (2.10)$$

em que $Re_{p,mf}$ é o número de Reynolds da partícula na mínima fluidização.

A velocidade de arraste (u_{gt}) corresponde à velocidade em que as partículas serão arrastadas para fora do equipamento. Assim, a velocidade de fluidização deverá estar na faixa entre a velocidade de mínima fluidização (u_{mf}) e a velocidade de arraste (u_{gt}) (STRUMILLO e KUDRA, 1986).

No caso em que as partículas são muito pequenas, a equação (2.9) é simplificada para (KUNII e LEVENSPIEL, 1991):

$$u_{mf} = \frac{d_p^2 (\rho_s - \rho) \cdot g}{150 \mu} \frac{\varepsilon_{mf}^3 \phi_s^2}{1 - \varepsilon_{mf}}, \quad Re_{p,mf} < 20 \quad (2.11)$$

Para partículas muito grandes,

$$u_{mf}^2 = \frac{d_p (\rho_s - \rho) \cdot g}{1,75 \rho} \varepsilon_{mf}^3 \phi_s, \quad Re_{p,mf} > 1000 \quad (2.12)$$

Outra equação bastante utilizada é a equação de Wen e Yu (STRUMILLO e KUDRA, 1986) mostrada a seguir:

$$u_{mf} = \left[(33,7^2 + 0,0408 \cdot Ar)^{1/2} - 33,7 \right] \rho \cdot \bar{d}_p \quad (2.13)$$

para $Re < 20$:

$$u_{mf} = \frac{\bar{d}_p^2 (\rho_p - \rho) \cdot g}{1650 \mu} \quad (2.14)$$

para $Re > 1000$:

$$u_{mf}^2 = \frac{\bar{d}_p (\rho_p - \rho) \cdot g}{24,5 \rho} \quad (2.15)$$

Se as informações de ε_{mf} e de ϕ_s estão disponíveis, as equações (2.9), (2.10), (2.11) ou (2.12) devem ser usadas, porque se espera que elas forneçam predições mais confiáveis de u_{mf} (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

A facilidade com que as partículas fluidizam e as condições de operação da fluidização variam muito nos sistemas gás-sólido. Um fator importante na fluidização é o tamanho e a distribuição de tamanho das partículas. Se as partículas são finas e/ou tendem a se aglomerar quando úmidas, uma agitação ou vibração do leito de partículas se faz necessária para que a fluidização seja mantida (KUNII e LEVENSPIEL, 1977).

2.4 – Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente

O movimento de materiais granulares em um secador, seja de leito fluidizado ou um outro qualquer, pode ser obtido através da movimentação mecânica do equipamento (como por exemplo: secador rotativo, secador de leito fluidizado vibrado) ou pela agitação do leito de partículas dentro do equipamento através de um agitador mecânico. O processo de agitação do material no leito tem sido estudado para materiais difíceis de fluidizar ou para materiais sujeitos à formação de canais preferenciais.

Em 1955, REED e FENSKE estudaram os efeitos da agitação mecânica na fluidização de sólidos e concluíram, entre outras coisas, que a ação dos agitadores auxilia

no movimento de materiais particulados dentro do leito. Concluíram que a agitação, quando usada, melhora a fluidização em todo o leito e, tem a vantagem de aumentar a taxa de transferência de calor entre o agente de secagem (ar) e as superfícies que estão em contato com o leito fluidizado de pequena escala.

No trabalho realizado por BREKKEN *et al.* (1970) para farinha de trigo úmida, na faixa de tamanho de $10\mu\text{m} < d_p < 39\mu\text{m}$, foi verificada a característica coesiva do material devido à aglomeração do material e à formação de caminhos preferenciais do gás, acarretando na ausência do regime de fluidização se utilizado um leito fluidizado convencional. Eles utilizaram um agitador mecânico com baixa rotação localizado logo acima do prato distribuidor (aproximadamente 0,48cm acima). Com os resultados obtidos, foi verificado que a coesividade do material, além de dificultar a fluidização, interfere nas características fluidodinâmicas do leito, aumentando a velocidade de mínima fluidização, proporcionando uma perda de carga adimensional muito menor que 1 e assim, prejudicando a circulação e a movimentação dos sólidos no interior do leito, interferindo na taxa de transferência de calor e de massa. Também concluíram que a principal vantagem no uso do agitador é prevenir a formação dos canais preferenciais do gás. A perda de carga adimensional é definida como sendo o Índice de Fluidização (FI), que é a razão entre a queda de pressão no leito pelo peso das partículas por unidade de área da seção transversal do leito; e se $FI \ll 1$ ocorre a formação dos canais preferenciais.

KUIPERS *et al.* (1996) utilizaram um outro tipo de leito fluidizado chamado *leito fluidizado agito-vibrado*; e que foi utilizado para fécula de batata classificada como pertencente ao grupo C, segundo a classificação de Geldart. Para a fécula de batata com 13% de umidade em base seca, a formação de canais preferenciais é eliminada somente com o uso da agitação mecânica. Somente com a vibração do distribuidor de gás, pode-se eliminar os canais na parte inferior do leito e também pode-se destruir as aglomerações na parte superior. Eles concluíram que, com a combinação da agitação e da vibração é possível eliminar os canais preferenciais e as aglomerações da fécula de batata, possibilitando uma fluidização homogênea.

O uso de agitação mecânica em leito fluidizado também tem sido estudado para outros tipos de materiais que não sejam coesivos como grãos de sorgo, areia, magnetita, pérolas de vidro, resinas de nylon ou acrílicas. BEECKMANS e YU (1992) avaliaram a separação contínua de partículas por um leito mecanicamente fluidizado usando sistemas de

dois (areia e magnetita) e três componentes (areia, pérolas de vidro e resina de nylon ou acrílica); e concluíram que, em condições favoráveis, a separação era completa para o sistema de três componentes, mas foi relativamente pobre para o sistema areia e magnetita, que em leitos convencionais apresenta forte segregação. BRUNELLO e NASCIMENTO (1992) estudaram a secagem de grãos de sorgo em um leito raso agitado mecanicamente, variando a temperatura e a velocidade do ar e a massa de sólidos; obtiveram uma correlação geral baseada na solução em série da lei de Fick, supondo que a difusividade da água no interior do sólido é função da temperatura.

MALHOTRA *et al.* (1988) estudaram a transferência de calor parede - partícula na operação de secagem de um material granular, neste caso utilizou-se esferas de vidro, em um vaso bidimensional agitado por pás móveis. Os efeitos da altura da pá e da sua velocidade, e da altura do leito foram observados; e os pesquisadores encontraram que a razão altura do leito / altura da pá era muito importante, se comparado com a velocidade da pá, pois influenciava no movimento das partículas no interior do leito.

MALHOTRA *et al.* (1990) avaliaram o coeficiente de transferência de calor superfície - leito em um secador de leito agitado; também foram discutidos os efeitos da velocidade de rotação, o número de pás, a forma, o tamanho e a distribuição das partículas, a superfície pegajosa da partícula e a distância entre a pá e a parede.

As principais conclusões do estudo de MALHOTRA *et al.* (1990) foram que:

- a presença de umidade superficial pode inibir a mistura de sólidos no leito;
- o torque necessário para agitar o leito é menor para partículas esféricas secas se comparado às úmidas;
- o torque necessário para agitação é menor para pás perfuradas se comparado com as não perfuradas em um leito de partículas secas de escoamento livre. Em leitos de partículas pegajosas ou úmidas, a redução do torque acima de 35% é atingida com pás perfuradas para partículas esféricas e não esféricas, sem afetar a qualidade da mistura,
- as partículas que se deslocam na região aberta entre a pá e a parede do leito são fortemente afetadas pela natureza das partículas; a região aberta é muito pequena para partículas esféricas com escoamento livre e muito grande para partículas de arroz não esféricas e rugosas.

DENCS (1996) estudou a velocidade local das partículas em um leito fluidizado agitado, utilizando uma sonda de fibra ótica. Esse estudo foi realizado para uma comparação entre o movimento das partículas num leito fluidizado convencional e um leito fluidizado agitado mecanicamente. A velocidade local foi estudada ao longo da altura e do diâmetro do leito, e como função da velocidade de fluidização do gás e do número de rotações do agitador. Concluiu-se, principalmente, que a velocidade média está próxima de uma correlação com a fração de vazios de um leito fluidizado denso, e depende da altura do leito, do número de rotações do agitador e, depende principalmente da velocidade de fluidização do gás. Com o uso do agitador, a velocidade média das partículas torna-se maior e seu movimento torna-se mais uniforme.

AMBROSIO (1999) estudou a secagem de um ácido orgânico cristalino, o ácido 2-hidroxibenzóico proveniente úmido da indústria, em leito fluidizado agitado mecanicamente (LFAM). A temperatura do gás de secagem e a velocidade do gás, que foi mantida constante, foram determinadas experimentalmente através da realização de testes preliminares. Através da análise de distribuição granulométrica do sólido úmido, utilizando o Malvern Master Sizer de Difração Laser, o autor determinou que o diâmetro médio (d_p) das partículas era de 80 μ m. Quando seco, este sólido pertence ao grupo A segundo a classificação de Geldart; mas, através de testes preliminares, determinou-se que quando o sólido está úmido não é capaz de fluidizar em um leito convencional porque ocorre a formação de aglomerados e de canais preferenciais do agente de secagem.

Os resultados obtidos por AMBROSIO (1999), e também apresentados nos trabalhos de AMBROSIO, TARANTO e LEISTNER (2000) e de AMBROSIO e TARANTO (2001), com relação às curvas de secagem obtidas utilizando o secador de leito fluidizado agitado mecanicamente podem ser observados através da Figura 2.11.

Através da Figura 2.11 os autores observaram que a secagem do ácido 2-hidroxibenzóico ocorre principalmente no período de taxa constante; e concluíram que a utilização da agitação mecânica no interior do leito quebra os aglomerados das partículas e evita a formação dos canais preferenciais do gás, distribuindo de maneira uniforme o gás e melhorando a circulação e a secagem do sólido.

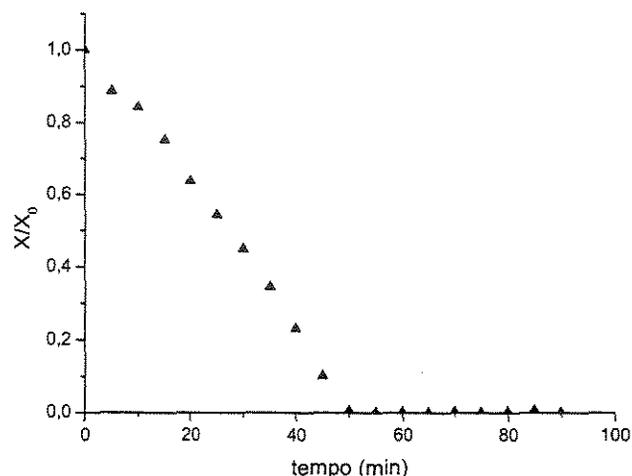


Figura 2.11 – Curva de secagem do ácido 2-hidroxibenzóico utilizando o secador de leito fluidizado agitado mecanicamente. $T = 65^{\circ}\text{C}$, $X_i \approx 15\% \text{b.s.}$, $X_f = 64,55 \text{ppm}$

2.5 – Leito Fluidizado Pulsado Rotativo

Há muitos anos, na engenharia química, existe um grande interesse em utilizar vários tipos de vibração para melhorar as transferências de momento, calor e massa. Esta tendência tem sido demonstrada no processo de secagem que utiliza a vibração do distribuidor de gás (leito vibrofluidizado) e também pela pulsação da corrente de gás (leito fluidizado pulsado) (STRUMILLO e KUDRA, 1986).

A Figura 2.12 apresenta uma comparação entre a operação do secador de leito fluidizado e os secadores vibrados e pulsados.

O princípio de funcionamento do leito fluidizado pulsado é o deslocamento cíclico da corrente de gás; e este equipamento cria novas perspectivas para a secagem de materiais granulares de diferentes tipos, como polipropileno reciclado em pó, “thiohexame sugar” (acelerador de borracha), produtos farmacêuticos granulares (cálcio glucônico, pentaeritritol e acenol), extrato de frutas (*Cynosbaty fructus*), sal marinho, açúcar granulado (BLACHA-JURKIEWICZ *et al.*, 1987; GAWRZYNSKI *et al.*, 1989; GAWRZYNSKI *et al.*, 1998; GAWRZYNSKI *et al.*, 1996; JINESCU *et al.*, 2000).

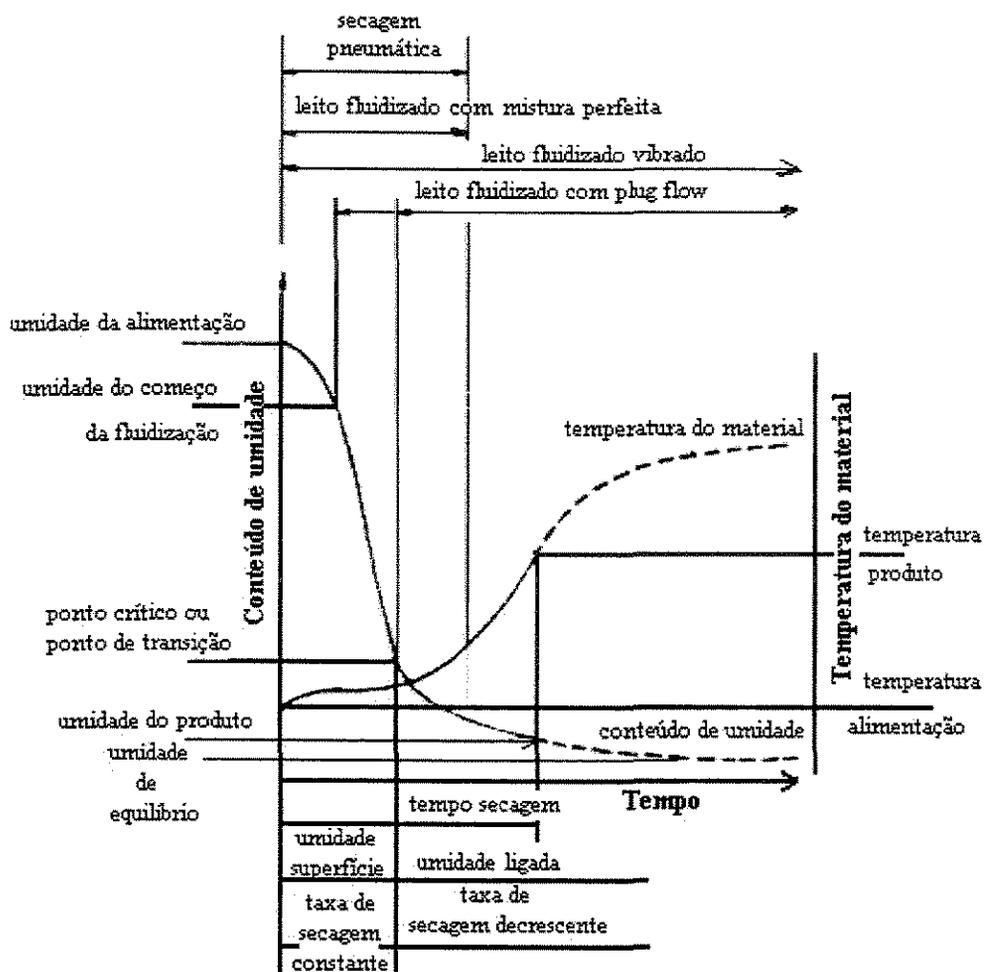


Figura 2.12 – Faixa de aplicação do secador indicado pelas curvas de cinética de secagem e de temperatura (STRUMILLO e KUDRA, 1986).

No leito fluidizado pulsado, o ar com vazão constante é direcionado para o interior do leito através de um distribuidor, que garante o deslocamento cíclico do gás na câmara plena do equipamento. O gás permeia através do prato perfurado, localizado acima da câmara plena suportando o leito de partículas, e entre as partículas causando sua pulsação. As Figuras 2.13 e 2.14 apresentam dois exemplos de um leito fluidizado pulsado (BLACHA-JURKIEWICZ *et al.*, 1987; GAWRZYNSKI *et al.*, 1989).

O leito fluidizado pulsado pode ser multicâmara, com um deslocamento cíclico de uma corrente do gás; em que o ar com vazão constante é fornecido ao leito através de um distribuidor, que garante o deslocamento cíclico do gás através das câmaras individuais do leito para ocorrer a fluidização. O sólido é apoiado sobre uma tela, e a corrente de gás

deslocada permeia através da tela e da camada de material, causando sua pulsação (BLACHA-JURKIEWICZ *et al.*, 1987; GAWRZYNSKI *et al.*, 1989). A Figura 2.13 apresenta um diagrama de um leito pulsofluidizado de três câmaras.

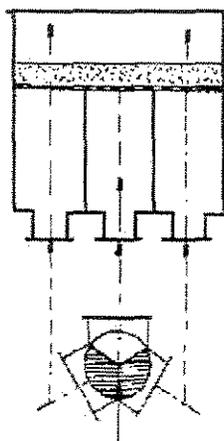


Figura 2.13 – Diagrama de um equipamento de leito pulsofluidizado de três câmaras com deslocamento da corrente de gás (GAWRZYNSKI *et al.*, 1989).

A “pulsação” da corrente de gás fornece certas vantagens em relação ao leito fluidizado convencional, especialmente uma redução apreciável na vazão de gás. Estudos realizados em escala industrial também mostraram uma economia de energia de cerca de 50%, uma vez que não ocorre a perda de energia mecânica durante o processo, utilizando esse tipo de equipamento (JEZOWSKA, 1993). Em 1996, GAWRZYNSKI *et al.* observaram que as pulsações do ar quente, utilizado na secagem de açúcar granulado, promovem a fluidização do leito, proporcionando uma mistura intensa e a área interfacial desenvolvida melhora o desempenho do processo de secagem.

O distribuidor de gás é parte integrante do leito fluidizado pulsado com deslocamento cíclico da corrente de gás. A Figura 2.14 apresenta um modelo de distribuidor de gás para um leito com três câmaras (BLACHA-JURKIEWICZ *et al.*, 1987; GAWRZYNSKI *et al.*, 1989).

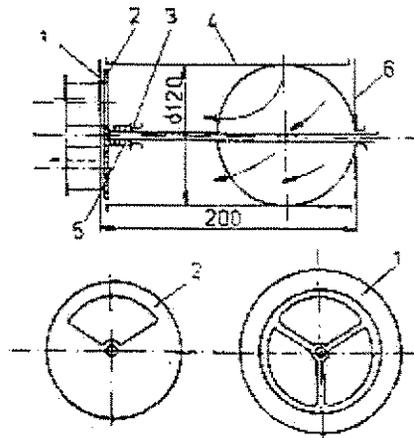


Figura 2.14 – Estrutura do distribuidor de gás do leito pulsofluidizado de três câmaras com deslocamento da corrente de gás. 1- caixa com 3 saídas de gás, 2- disco direcionador do gás para as câmaras individuais, 3- junta, 4- estrutura com as saídas dos tubos, 5- mola de compressão, 6- disco com junta (GAWRZYNSKI *et al.*, 1989).

Um outro tipo de equipamento que está sendo estudado é o leito fluidizado pulsado rotativo. Neste leito, o distribuidor multi-orifícios está dividido em dois elementos: o prato perfurado que serve de suporte para o leito de partículas e para distribuir o gás, e o disco rotativo plano que periodicamente distribui o gás em toda a área da seção do prato perfurado. A Figura 2.15 mostra esquematicamente este sistema (ELENKOV e DJURKOV, 1992).

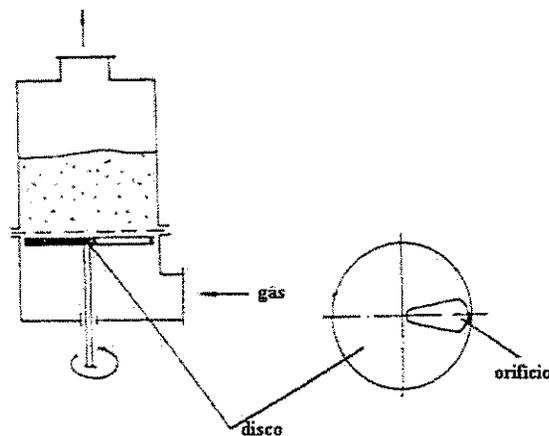


Figura 2.15 – Esquema do leito fluidizado pulsado rotativo (ELENKOV e DJURKOV, 1992).

Quando o disco está fixo, formam-se alguns jorros dependendo do número de orifícios presentes, e por isso o processo comporta-se como um leito de jorro. Quando a velocidade de rotação do disco é baixa, os jorros giram e entre eles existem áreas de leito fixo. Quando a velocidade de rotação do disco é alta, todo o leito de partículas é fluidizado como um leito fluidizado convencional. A principal vantagem deste método, comparando com o leito de jorro e o leito fluidizado convencional, é que em toda a área do leito formam-se altas velocidades do gás nos orifícios da placa perfurada, e por isso não existem áreas com baixa percolação do gás através do leito. Uma alta velocidade de rotação do disco leva a um movimento uniforme das partículas dentro do leito. O estabelecimento do movimento das partículas é influenciado pelo diâmetro do leito, pela abertura e pela configuração da placa perfurada e do disco rotativo e por sua frequência de rotação (ELENKOV e DJURKOV, 1992).

Segundo ELENKOV e DJURKOV (1992), nos estudos utilizando partículas de teflon (forma cúbica de 4x4x4mm e cilíndrica com $d=5\text{mm}$ e $h=5\text{mm}$) e partículas esféricas ($d=9\text{mm}$) e sob uma frequência aproximadamente fixa e maior que 2Hz, a transição de leito fixo para leito fluidizado e a queda de pressão do leito eram independentes da forma e do tamanho da partícula e da frequência de rotação do disco.

O leito fluidizado pulsado rotativo tem sido muito bem aplicado na secagem de produtos cristalinos que têm a capacidade de se agregar ou grudar, como o açúcar cristal, o sal marinho, etc., bem como na secagem de produtos biológicos que possuem alto conteúdo de umidade, como sementes de girassol, entre outras (DJURKOV, 1998; GAWRZYNSKI e GLASER, 1996; ELENKOV e DJURKOV, 1992).

DJURKOV (1998) fez um estudo para formular um modelo físico do movimento das fases sólida e gasosa utilizando o leito fluidizado pulsado rotativo e com este modelo foi possível deduzir um modelo matemático para o cálculo da queda de pressão no leito. Este modelo foi aplicado na dedução de equações que descrevem a queda de pressão de um leito de material composto por esferas de vidro (diâmetros de 4 e 6mm), de cilindros de Teflon ($d=5\text{mm}$ e $h=5\text{mm}$) e cubos de Teflon (4 x 4 x 4mm). O modelo obtido para a queda de pressão do leito foi:

$$\Delta P = H \left[1 - \left(\frac{u}{u_{mf}} \right)^2 \right] \quad (2.16)$$

$$\text{em que: } H = \frac{mg}{A} \left(1 - \frac{\rho}{\rho_s} \right) \quad (2.17)$$

A – área da seção transversal (m^2)

g – aceleração da gravidade (m/s^2)

m – massa de sólido (kg)

ΔP – queda de pressão (Pa)

u – velocidade do gás (m/s)

u_{mf} – velocidade mínima de fluidização (m/s)

ρ – densidade do gás (g/cm^3)

ρ_s – densidade do sólido (g/cm^3)

JINESCU *et al.* (2000) estudaram o processo de secagem de biomateriais em pó através da intensificação do processo de fluidização. Tal intensificação da fluidização foi feita de três maneiras: pela adição de partículas inertes, através de fluidização com um agitador mecânico e com a fluidização pulsada. Em relação à adição de inertes, foram estabelecidos o diâmetro e a porcentagem ótima de adição do inerte para garantir uma menor velocidade de mínima fluidização. Em relação a fluidização com agitador mecânico, verificou-se que a velocidade de mínima fluidização diminui com o aumento da frequência do agitador. Para a fluidização pulsada, foi observada uma diminuição da queda de pressão mínima e da velocidade mínima de fluidização com o aumento da frequência de pulsação.

Segundo ELENKOV e DJURKOV (2000), DJURKOV (2001), o leito fluidizado pulsado rotativo apresenta curvas de fluidização similares às curvas do leito fluidizado convencional, como pode ser observado na Figura 2.16 que mostra alguns dos resultados obtidos. Nesta figura pode-se notar que a queda de pressão do leito muda gradualmente com a passagem de leito fixo para leito fluidizado, e que a razão m/A (massa de material/área da seção transversal da grade) tem grande influência sobre a queda de pressão do leito.

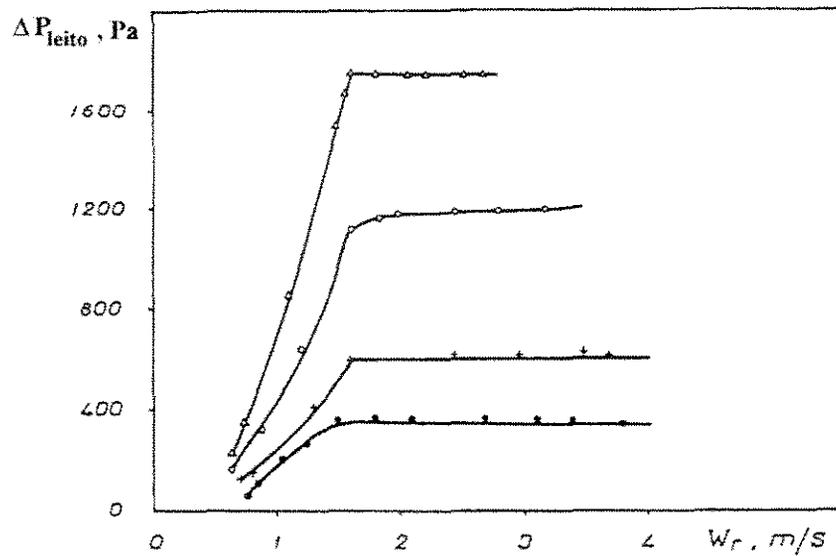


Figura 2.16 – Curvas de fluidização para o leito fluidizado pulsado rotativo (ELENKOV e DJURKOV, 2000; DJURKOV, 2001).

$$f_{rotação} = 3,33\text{Hz}$$

“ \bullet ” $m/F = 64 \text{ kg/m}^2$; “ $+$ ” $m/F = 96 \text{ kg/m}^2$; “ \circ ” $m/F = 159 \text{ kg/m}^2$; “ Δ ” $m/F = 222 \text{ kg/m}^2$

Na Figura 2.16 tem-se que ΔP_{leito} é a queda de pressão no leito (Pa); W_r é a velocidade do gás (m/s) e $f_{rotação}$ é a frequência de rotação do disco(Hz).

Dando continuidade a este trabalho, ELENKOV e DJURKOV (2000) e DJURKOV (2001) encontraram uma relação que pode ser usada para calcular a queda de pressão do leito, a queda de pressão da grade suporte e a queda de pressão total (leito + grade), que pode ser expressa pela equação:

$$\Delta P = k \cdot u_{ar}^n \quad (2.18)$$

em que ΔP – queda de pressão total, do leito ou da grade (Pa);

k e n – coeficientes da regressão,

u_{ar} – velocidade do ar através da área da seção transversal (m/s)

Com relação ao cálculo da velocidade mínima de fluidização, ELENKOV e DJURKOV (1992), ELENKOV e DJURKOV (2000) DJURKOV (2001) recomendam a seguinte equação:

$$Re_{mf} = a \cdot Ar^b \quad (2.19)$$

em que: a e b são os coeficientes da regressão;

$$Re_{mf} = \frac{u_{mf} \cdot \rho_g \cdot d_p}{\mu}$$

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

d_p – diâmetro equivalente da partícula (m)

2.5.1 – Cinéticas de Secagem para o Leito Fluidizado Pulsado Rotativo

Nos estudos de BLACHA-JURKIEWICZ *et al.* (1987) e GAWRZYNSKI *et al.* (1989) mostrou-se que a secagem num secador de leito pulsofluidizado em batelada é caracterizada por uma considerável uniformidade da distribuição de umidade em toda a massa do material que está a secar. Este processo ocorre com alta intensidade, comparado à intensidade do leito fluidizado convencional, e com uma considerável redução no consumo de gás.

No segundo período de secagem, a taxa de secagem e o conteúdo de umidade instantâneo no material são limitados pelo transporte interno da umidade; por esta razão, a influência da velocidade da fase gasosa é muito pequena. Além disso, deve-se fixar que os valores das velocidades no leito fluidizado pulsado, similar àquelas do leito fluidizado convencional, dependem das condições fluidodinâmicas do equipamento. Para um material sólido ser seco no período de taxa decrescente, estas velocidades geralmente são muito maiores que o valores requeridos pelas cinéticas de transferência de massa (BLACHA-JURKIEWICZ *et al.*, 1987; GAWRZYNSKI *et al.*, 1989).

No trabalho de GAWRZYNSKI *et al.* (1998), em que foram utilizadas partículas de polipropileno e um leito fluidizado pulsado de três câmaras, os dados de cinética de secagem foram interpretados em função das curvas de secagem e das curvas de temperatura, obtidos para diferentes velocidades do ar, alturas do leito fixo e temperaturas do ar, apresentados na Figura 2.17.

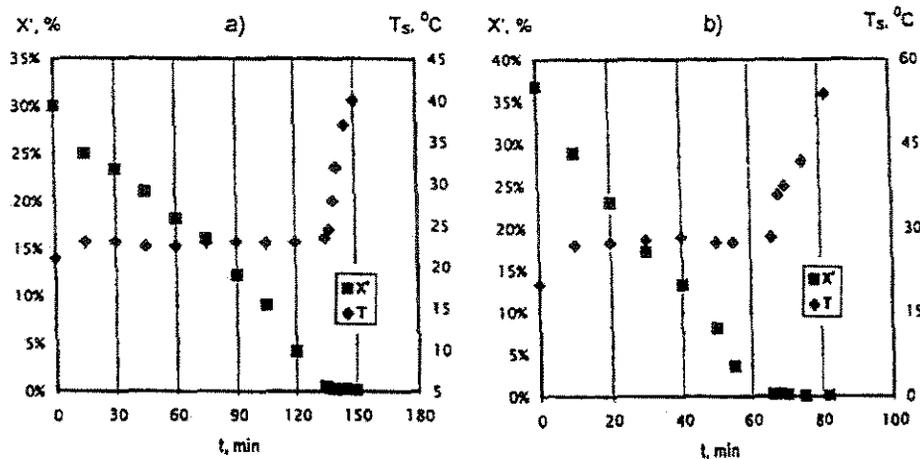


Figura 2.17 – Curvas de conteúdo de umidade e de temperatura *versus* tempo (GAWRZYNSKI *et al.*, 1998):

- (a) $X_i \sim 30\%$, $u = 0,23\text{m/s}$, $T = 50^\circ\text{C}$, $H_0 = 0,2\text{m}$;
 (b) $X_i \sim 35\%$, $u = 0,21\text{m/s}$, $T = 70^\circ\text{C}$, $H_0 = 0,1\text{m}$

As curvas representativas destes resultados, apresentadas na Figura 2.17, mostram a diminuição do conteúdo de umidade do material ao longo da secagem, que coincide com a temperatura constante do material igual a temperatura de bulbo úmido, para o período de taxa de secagem constante.

2.6 – Fluidez de Materiais Sólidos

A fluidez de um produto sólido é difícil de ser definida com precisão pois é muito susceptível às propriedades das partículas sólidas. As propriedades de escoamento de um

sólido devem ser determinadas para o controle de qualidade das matérias-primas com o objetivo de manter a uniformidade do produto e também evitar situações em que possam acarretar problemas no processo.

A escoabilidade de sólidos e seu comportamento sob pressão, temperatura e umidade são importantes nas operações de manuseio e processamento, tais como a estocagem em silos, transporte, formulação e mistura, compressão e empacotamento (TEUNOU *et al.*, 1999).

Uma partícula sólida apresenta características próprias como ângulo de repouso, ângulo de queda, capacidade de empacotamento que exercem influência no seu comportamento, de escoabilidade ou aglomeração, durante o manuseio, transporte ou armazenamento. Tais características dependem das propriedades das partículas como o tamanho médio, a distribuição de tamanho e de suas características morfológicas. As propriedades de escoamento de sólidos são influenciadas por qualquer fator que tenha efeito sobre as interações partícula – partícula (DELEUIL *et al.*, 1994).

As medidas de densidade aparente têm sido usadas como indicação da escoabilidade de partículas sólidas. As densidades aparentes são classificadas como:

- densidade aerada ou “bulk” (ρ_b): é obtida pelo derramamento de uma massa de amostra, a partir de uma altura fixa, em um recipiente de volume conhecido;
- densidade empacotada ou “tap” (ρ_t): é obtida pelo derramamento de uma massa de amostra, a partir de uma altura fixa, em um recipiente de volume conhecido, aplicando no recipiente um determinado número de batidas de mesma intensidade.

A razão entre a densidade empacotada e a densidade aerada é chamada de Razão de Hausner (*HR*), foi assim chamada por GREY e BEDDOW (1968), e é bastante útil para medir a coesão de partículas sólidas (ABDULLAH e GELDART, 1999). A coesividade, por sua vez, traduz a tendência do material de aglomerar pela ação de forças de atração exercidas entre as partículas (forças de van der Waals, forças eletrostáticas, pontes sólidas ou líquidas) (DIAS e RÉ, 2001). A Razão de Hausner tem sido bastante utilizada industrialmente como uma propriedade de caracterização de partículas sólidas.

O termo Razão de Hausner foi retirado do trabalho desenvolvido por Hausner em 1967, no qual foram medidas as densidades aerada e empacotada de três amostras de cobre

com distribuição de tamanho da partícula similar, mas de formas diferentes (esférica, irregular e flocos). Hausner concluiu que as partículas menos esféricas têm a maior razão entre a densidade empacotada e a densidade aerada, para o sólido estudado. Outros testes com tungstênio em pó mostraram que a razão entre as densidades diminuiu com o aumento do tamanho da partícula. As condições de fricção entre as partículas podem ser alteradas através de mudanças na superfície da partícula, com a adição de lubrificantes, e mudanças no meio que circunda as partículas. Hausner ainda fez testes com dois tipos de pó de ferro eletrostático, ou seja, uma amostra oxidada (*in natura*) e a outra amostra com a superfície limpa (reduzida), e os resultados confirmaram que o material oxidado possui uma densidade aerada maior, o que indica uma fricção menor quando comparado com o material de superfície limpa (HAUSNER, 1967, *apud* ABDULLAH e GELDART, 1999).

GELDART, HARNBY e WONG (1984) sugeriram que a Razão de Hausner (*HR*) facilita a distinção entre partículas de boa escoabilidade (partículas do grupo A) e partículas coesivas de difícil escoabilidade (partículas do grupo C). Eles ainda classificaram que sólidos que apresentam $HR > 1,40$ pertencem ao grupo C; sólidos com $HR < 1,25$ são do grupo A, B ou D; e os sólidos na faixa $1,25 < HR < 1,40$ são do grupo de transição AC, que possuem características de ambos os grupos, A e C.

ABDULLAH e GELDART (1999) usaram dois equipamentos para medir a densidade “bulk” de sólidos com a intenção de avaliar a escoabilidade de sólidos porosos e não-porosos, em que a mudança do tamanho da partícula controla a porcentagem de finos na mistura. A Razão de Hausner confirmou que a coesividade do material diminui com o aumento do tamanho da partícula, e este resultado foi obtido para a mistura de ambos os sólidos estudados. Entre os equipamentos utilizados, o Hosokawa Powder Tester, que mede as densidades aerada e empacotada, forneceu medidas precisas das densidades “bulk” porque utiliza um volume fixo de amostra e então sua massa pode ser medida precisamente. O outro equipamento utilizado chama-se Copley Tap Density Volumeter, que considera uma determinada massa de amostra, e forneceu medidas imprecisas das densidades “bulk” devido à dificuldade de leitura do volume no cilindro graduado.

SIROLA *et al.* (1997) estudaram o efeito do tamanho e da forma da partícula na densidade “bulk” do ácido 5-aminosalicílico. Foi escolhido um produto farmacêutico porque a densidade “bulk” é uma característica importante para os pós farmacêuticos, que influencia diretamente na preparação de diferentes produtos farmacêuticos tais como

suspensões, cápsulas, comprimidos, etc. Neste trabalho pode-se concluir que com a diminuição do tamanho do cristal, a densidade “bulk” aumenta, mas o efeito do tamanho do cristal sobre a densidade não é tão importante quanto a forma do cristal. Com o aumento do tamanho do cristal, a Razão de Hausner diminui melhorando a escoabilidade do ácido 5-aminosalicílico.

GREY e BEDDOW (1968) determinaram a Razão de Hausner, o tempo de escoamento e o ângulo de repouso para três tipos de sólidos secos e para dois tipos de cobre em pó com a adição de óleo. Aumentando a quantidade de óleo adicionada ao pó de cobre foi observado um efeito pouco significativo sobre a razão de Hausner. Estes resultados mostraram que a Razão de Hausner é uma característica exclusiva para cada tipo de sólido, e não é um substituto de outras propriedades como o ângulo de repouso e o tempo de escoamento.

A compressibilidade, também conhecida como Índice de Carr (I_{Carr}), é uma outra medida de fluidez do sólido, que está relacionada com a Razão de Hausner (HR). CARR (1965) avaliou as propriedades coesivas interpartículas através das medidas do ângulo de repouso e estudou os efeitos da geometria de empacotamento dos sólidos utilizando as medidas das densidades “bulk” aerada e empacotada. Carr concluiu que a densidade de um sólido depende do empacotamento da partícula e que ela muda com a consolidação do sólido. O conceito de compressibilidade é muito empregado industrialmente porque fornece uma indicação da capacidade de empacotamento nas operações de dosagem de sólidos (HOFFMANN *et al.*, 1996). A compressibilidade (CARR, 1965) é determinada através da seguinte equação:

$$I_{carr}(\%) = 100 \cdot \frac{\rho_t - \rho_b}{\rho_t} \quad (2.20)$$

em que: I_{carr} – compressibilidade ou Índice de Carr;

ρ_t – densidade “tap” ou densidade compactada,

ρ_b – densidade “bulk” ou densidade aerada.

Relacionando diretamente o Índice de Carr (I_{carr}) e a Razão de Hausner (HR) tem-se:

$$I_{carr} = 1 - \frac{1}{HR} \quad (2.21)$$

Segundo CARR (1965), quanto mais compressível é o material, menor sua escoabilidade e, portanto, quanto menor sua compressibilidade maior sua escoabilidade. O limite entre o escoamento livre e o não-livre é a compressibilidade variando de 20 a 21%.

No trabalho de LEE *et al.* (2000) pode-se observar que o Índice de Carr classifica os sólidos da seguinte forma: $I_{Carr} < 20\%$ são sólidos de escoamento livre; $20 < I_{Carr} < 25\%$ são sólidos de escoamento fraco; $25 < I_{Carr} < 30\%$ são sólidos de escoamento pobre e, $I_{Carr} > 30\%$ são sólidos de escoamento muito pobre.

ÖZYAZICI *et al.* (1996) estudaram o efeito do processo de microencapsulação na compressibilidade e na capacidade de compactação de drogas farmacêuticas cristalinas e partículas poliméricas. Eles estudaram o volume e o peso aerado, o volume e o peso empacotado, a fluidez, o ângulo de repouso, a distribuição de tamanho da partícula, a densidade e a porosidade de microcápsulas de drogas farmacêuticas. Concluíram que a escoabilidade das microcápsulas é excelente de acordo com o Índice de Carr e boa de acordo com a Razão de Hausner. Portanto, através do processo de microencapsulação, o tamanho da partícula da droga farmacêutica aumentou e a forma da partícula da microcápsula tornou-se mais esférica que as partículas da droga farmacêutica, tanto que a escoabilidade das microcápsulas é muito maior que a escoabilidade das partículas da droga farmacêutica.

Outra característica individual de cada partícula sólida é o ângulo de repouso. Tal medida é feita para medir a fluidez de um material particulado em estado de leito fixo aerado, fornecendo uma indicação indireta da fluidez potencial de um certo material. A medida do ângulo de repouso é muito usada no controle de qualidade de produtos sólidos (JONG e FINKERS, 1999). Quanto menor o ângulo de repouso (menor que 40°) de um material seco, melhor a escoabilidade deste material (CARR, 1965).

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

Na literatura não foram encontrados dados de caracterização física do ácido 2-hidroxibenzóico, e em relação à secagem em leito fluidizado pulsado rotativo foram encontrados poucos trabalhos relacionando a secagem de partículas pequenas, menores que 1mm, que é o enfoque do trabalho.

CAPÍTULO III

MATERIAL E METODOLOGIA EXPERIMENTAL

3.1 – Material utilizado

O material escolhido para ser utilizado neste trabalho foi um ácido orgânico de estrutura cristalina utilizado principalmente na indústria farmacêutica e denominado ácido 2-hidroxibenzóico, sendo formado por cristais brancos, inodoros e com formato de agulhas finas. As amostras do ácido 2-hidroxibenzóico úmido utilizadas nos testes experimentais realizados neste trabalho, e no trabalho de AMBROSIO (1999), foram retiradas num ponto anterior à entrada do secador industrial, e a amostra seca é a mesma comercializada pela indústria.

O ácido 2-hidroxibenzóico apresenta-se como um particulado fino, sendo que o produto comercial seco apresenta um diâmetro médio de Sauter de $148,2\mu\text{m}$, e segundo a classificação de Geldart (GELDART, 1986) pertence ao grupo A de sólidos secos, apesar de apresentar características coesivas quando úmido.

A escolha do ácido 2-hidroxibenzóico baseou-se, principalmente, no fato de que este material tem grande importância para o setor farmacêutico; um outro motivo que influenciou em sua escolha foi o fato de que industrialmente, utiliza-se o secador “flash” pneumático no processo de secagem e os sólidos secos apresentam dificuldades de escoamento e fluidez devido, principalmente, à sua distribuição de tamanho após a secagem, que prejudica a qualidade final do produto devido ao empedramento do produto embalado.

O processo de secagem de sólidos é uma etapa bastante importante, pois este determina a qualidade final do produto, com relação ao conteúdo final de umidade, à

distribuição de tamanho e à forma das partículas. No caso do ácido 2-hidroxibenzóico o valor aceitável comercialmente de umidade final encontra-se em torno de 2000 ppm.

3.2 – Etapas experimentais

A primeira etapa desse trabalho trata da caracterização física do sólido seco, desenvolvida no Laboratório de Caracterização e Planta Piloto (LCPP) do Departamento de Termofluidodinâmica e no Laboratório de Recursos Analíticos e de Calibração, ambos da Faculdade de Engenharia Química da UNICAMP.

As etapas seguintes, realizadas no Laboratório de Processos Termofluidodinâmicos (LPTF) na Faculdade de Engenharia Química da UNICAMP, foram estudar no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente o ponto em que não era mais necessário o uso da agitação, ou seja, com qual conteúdo de umidade o sólido perdia a característica coesiva e passava a fluidizar com boa qualidade durante o processo de secagem. Com o sólido seco no LFAM foram feitas análises de escoabilidade através do Hosokawa Powder Tester, no IPT/SP.

Após o término do estudo no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente, retirou-se o sistema de agitação mecânica e, junto à placa distribuidora de gás foi acoplado um disco rotativo que formou o conjunto distribuidor do gás do Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e em seguida foi feito o estudo da fluidodinâmica e do processo de secagem deste equipamento. As curvas de secagem obtidas no LFPR, apesar das condições experimentais não serem exatamente iguais, foram comparadas com aquelas obtidas no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente (LFAM), bem como os testes de escoabilidade, de distribuição de tamanho de partícula e de microfotografias para o sólido seco.

As análises de escoabilidade, de distribuição de tamanho de partícula e de microfotografias também foram feitas para o sólido comercial, e em seguida os resultados obtidos foram comparados com os resultados experimentais encontrados para os leitos fluidizados agitado mecanicamente e pulsado rotativo.

Todos os resultados que foram obtidos empregando as metodologias mostradas neste capítulo estão apresentados e discutidos no Capítulo IV.

3.3 – Caracterização física do sólido

A caracterização física de um sólido é uma etapa bastante importante para que se conheça de maneira mais completa a estrutura e o comportamento do material em diversas etapas do processo e posterior estocagem, transporte, etc. Por esse motivo, neste trabalho, foram feitas análises de caracterização do ácido 2-hidroxibenzóico antes de se iniciar o estudo fluidodinâmico e de secagem. Com os sólidos secos nos equipamentos estudados (LFAM e LFPR) foram feitas fotografias no MEV e a análise de distribuição de tamanho de partículas através de peneiramento.

As análises de caracterização física realizadas durante o desenvolvimento deste trabalho foram as seguintes: (a) Picnometria de Gás Hélio, onde se determina a densidade real do sólido; (b) Porosimetria por Intrusão de Mercúrio, que apresenta a distribuição de tamanho dos poros e com isso pode-se determinar o tipo de porosidade do sólido; (c) Análise Térmica com o uso do TGA, onde se pode determinar mudanças de fase na amostra; (d) Análise Morfológica através de fotografias feitas no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), e (e) determinação da distribuição de tamanho das partículas através de peneiramento.

3.3.1 – *Determinação da Massa Específica Através de Picnometria a Gás Hélio*

O equipamento utilizado nesta etapa do trabalho foi o Picnômetro a Gás Hélio, Modelo AccuPyc 1330 (Micromeritics), pertencente ao Laboratório de Calibração e Planta Piloto (LCPP) do Departamento de Termofluidodinâmica, da Faculdade de Engenharia Química, UNICAMP.

As amostras, úmidas e provenientes da indústria, utilizadas foram secas em estufa a vácuo, a 60°C por 24 horas, e acondicionadas em dessecador até o momento da análise. Tais cuidados foram tomados, pois um dos requisitos do equipamento era que a amostra estivesse isenta de umidade.

Para a realização dos ensaios experimentais alguns parâmetros tiveram que ser levados em consideração; e tais parâmetros foram:

- Número de purgas: a purga retira qualquer impureza existente nas câmaras de amostra e de expansão antes do início da análise. Quanto maior for o número de purgas, mais limpa a amostra estará quando for analisada. Trabalhou-se com 10, 30 e 50 purgas e verificou-se que 10 purgas não satisfaziam as condições de análise, entretanto 50 purgas eram desnecessárias, pois não influenciavam mais no resultado da análise e apenas aumentavam o tempo do experimento. Portanto, adotou-se um número igual a 30 purgas como sendo a quantidade necessária para limpar a amostra e obter resultados satisfatórios.
- Massa da amostra: para uma maior precisão da análise, segundo AccuPyc 1330 USER'S MANUAL (1997), a amostra deve ocupar pelo menos $\frac{2}{3}$ do volume do porta-amostra. Através dos testes preliminares observou-se que a massa de sólidos utilizada deveria estar entre 3 a 4,5 g de sólido.
- Taxa de equilíbrio: uma taxa alta produz resultados mais rapidamente, mas menos precisos. Porém taxas muito baixas podem causar erros quando materiais orgânicos são analisados. Nos testes preliminares, concluiu-se que uma taxa de equilíbrio igual a 0,0010 psig/min é a conveniente para efetuar as análises, proporcionando bons resultados em um tempo de análise relativamente rápido.

Para a aceitação dos resultados foi observado se o sistema atingiu ou não o equilíbrio térmico. A observação de pequenos valores do desvio padrão, tanto do volume como da densidade, apresentados no Relatório de Análise fornecido pelo equipamento no final de cada experimento é que determina se o equilíbrio térmico foi ou não atingido.

Os resultados obtidos nesta análise estão apresentados no Capítulo IV.

3.3.2 - Determinação da Porosidade e do Tamanho dos Poros, utilizando a Técnica de Porosimetria por Intrusão de Mercúrio

O equipamento utilizado nesta etapa do trabalho foi o Porosímetro por Intrusão de Mercúrio, Modelo AutoPore III (Micromeritics), pertencente ao Laboratório de Calibração e Planta Piloto (LCP) do Departamento de Termofluidodinâmica, da Faculdade de Engenharia Química, UNICAMP.

As amostras utilizadas, assim como na análise apresentada anteriormente, foram secas em estufa a vácuo, a 60°C, e acondicionadas em dessecador até o momento da análise. Como o equipamento exige que a amostra esteja isenta de umidade, foi necessário tomar estes cuidados.

Nesta etapa do trabalho, foram feitas corridas preliminares para a determinação dos melhores parâmetros, que conduzirão a resultados mais precisos. Com as análises preliminares determinou-se que o penetrômetro utilizado foi o de tamanho 08 (específico para materiais particulados) e o restante do trabalho consistiu-se em variar o tempo de equilíbrio. Este tempo de equilíbrio é o tempo onde o sistema gerador de pressão a mantém constante.

As informações resultantes da análise de porosimetria por intrusão de mercúrio, apresentadas no relatório do equipamento, são as seguintes:

- volume de intrusão (*total intrusion volume*): volume de poros por grama de material;
- área total de poros (*total pore area*): área superficial dos poros por grama de material, considerando todos os poros como cilindros retos nos quais a área superficial é igual a quatro vezes seu volume dividido por seu diâmetro;
- diâmetro mediano de poros por volume (*median pore diameter-volume*): é o diâmetro de poro correspondente a 50% do volume total de intrusão;
- diâmetro mediano de poros por área (*median pore diameter-area*): é o diâmetro de poro correspondente a 50% da área total de intrusão;
- diâmetro médio de poros (*average pore diameter*): é determinado segundo a seguinte equação:

$$d_{\text{médio}} = \frac{4 \cdot \text{Volume total de intrusão}}{\text{Área de poro}} \quad (3.1)$$

- densidade efetiva (*bulk density*): o volume medido inclui o volume de poros abertos;
- densidade aparente (*apparent, skeletal density*): o volume medido inclui apenas os poros fechados;
- porosidade (*porosity*): razão entre o volume de poros abertos e o volume real da amostra;
- gráfico de volume incremental de intrusão em função do diâmetro de poro: indica a quantidade de mercúrio intrudido a cada aumento de pressão. Os picos desta curva representam a porosidade da amostra; e
- gráfico da distribuição volumétrica dos poros em função do raio do poro: apresenta a distribuição volumétrica dos poros, que é calculada, segundo LOWELL e SHIELDS (1991), por:

$$D_v(r) = \frac{P}{r} \left(\frac{dV}{dP} \right) \quad (3.2)$$

A equação (3.2) representa a mudança da curva de volume incremental de intrusão para uma curva de distribuição que fornece o volume de poro por unidade de raio.

Os resultados obtidos por esta análise estão apresentados e discutidos no Capítulo IV.

3.3.3 - Análise Termogravimétrica (TGA)

O equipamento usado nesta análise foi um Shimadzu modelo *TGA-50/50H*, que pertence ao Laboratório de Calibração e Planta Piloto (LCPP) do Departamento de Termofluidodinâmica da Faculdade de Engenharia Química, UNICAMP.

Para a realização da análise colocou-se 17,61mg do sólido úmido em um porta-amostra de platina, e fixou-se uma taxa de aquecimento de 1°C/min até 75°C. A temperatura de 75°C foi mantida constante por 30min, e em seguida a amostra voltou a ser aquecida até 250°C, em que verificou-se que não havia mais amostra no porta-amostra. O desaparecimento da amostra ocorreu devido à sublimação do sólido, uma vez que toda a água foi evaporada, aumentando a temperatura do sólido até atingir sua temperatura de sublimação, que é igual a 76°C.

Os resultado obtido está apresentado e discutido no Capítulo IV.

3.3.4 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) de alto vácuo, modelo LEO 440i, usado para a análise morfológica do ácido 2-hidroxibenzóico pertence ao Laboratório de Recursos Analíticos e de Calibração da Faculdade de Engenharia Química, UNICAMP.

As amostras analisadas foram retiradas no final do processo de secagem no LFAM e no LFPR; também foi analisada uma amostra do sólido seco em condições “brandas” na estufa a vácuo, a 60°C por 24 horas, e uma amostra do sólido comercial, que é isento de umidade. Estas microfotografias foram feitas com o objetivo de se fazer uma comparação morfológica entre os cristais secos em diferentes processos de secagem.

As amostras foram metalizadas com ouro, e em seguida fotografadas no MEV. As fotografias estão apresentadas e discutidas no Capítulo IV.

3.3.5 – Distribuição de Tamanho das Partículas

Em alguns casos pode-se assumir que algumas partículas apresentam formas regulares, entretanto, em muitos casos elas se apresentam muito irregulares, e muitas medidas de tamanho das partículas são baseadas no chamado diâmetro esférico equivalente (LOWELL e SHIELDS, 1991). Portanto, um conjunto de partículas, principalmente aqueles de forma irregular, apresenta uma distribuição de tamanho, ou seja, partículas de diversos

tamanhos (WEBB e ORR, 1997). Na medida de tamanho da partícula duas decisões importantes devem ser consideradas antes da seleção de um método de medida; que estão relacionados com duas variáveis que devem ser medidas: a definição do tamanho da partícula e a quantidade pela qual a distribuição de tamanho é representada (pelo volume, pela área projetada equivalente, pela dimensão mínima, entre outras) (SVAROVSKY in RHODES, 1995).

A distribuição granulométrica das várias amostras analisadas através do método de peneiramento encontrou-se na faixa de 53 a 355 μm , e foi determinado o diâmetro médio de Sauter para cada amostra analisada. As partículas foram separadas com o auxílio de 5 peneiras e um vibrador mecânico, por 15 minutos.

3.4 – Sistema experimental

3.4.1 – *Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente (LFAM)*

A Figura 3.1 apresenta o sistema experimental de Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente utilizado em uma parte deste trabalho e que já foi estudado na dissertação de mestrado de AMBROSIO (1999). No presente trabalho, o sistema de LFAM foi utilizado para a determinação do instante em que o uso da agitação mecânica não era mais necessário, ou seja, qual o valor do conteúdo de umidade em que o sólido perdia sua característica coesiva e passava a fluidizar. A determinação deste valor do conteúdo de umidade é importante para que ocorra uma redução no consumo de energia necessária para o funcionamento do sistema de agitação mecânica. Com o sólido seco no equipamento foi determinada a escoabilidade do material utilizando o Hosokawa Powder Tester que pertence ao IPT/SP (metodologia apresentada no item 3.9), para posterior comparação com o sólido comercial e com o sólido seco no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR).

A Figura 3.1 mostra a foto do sistema experimental utilizado.

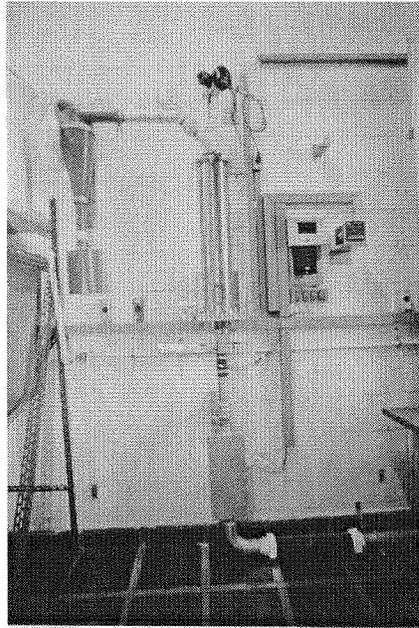


Figura 3.1 – Montagem experimental do LFAM.

O leito foi confeccionado em chapas de aço inox de 1,5mm de espessura, 70cm de altura na parte cilíndrica e 14,3cm de diâmetro interno. Conectado à seção cilíndrica havia duas seções cônicas, uma com ângulo externo de 45° e 5,2cm de altura, e a outra com ângulo externo de 60° e 8,9cm de altura. Acoplado na base da seção cilíndrica existia um prato distribuidor perfurado feito em aço inox, com 2,77% de área livre e arranjo triangular, sendo que o diâmetro de cada furo igual a 1mm, que promovia a distribuição do gás de secagem.

Com o acionamento do soprador (1) o ar era insuflado a temperatura ambiente, tendo sua vazão controlada por uma válvula globo (2). A seguir, o ar passava através de um resfriador (3) que foi usado quando necessário nos experimentos de fluidodinâmica, um ponto de tomada de pressão estática na linha (4) acoplado a um manômetro (6) diferencial de tubo em "U", e uma placa de orifício (5) acoplada a um outro manômetro (6) diferencial de tubo em "U", neste caso um manômetro de mercúrio; as duas tomadas de pressão mencionadas tinham a função de fornecer dados para a calibração da placa de orifício. Após a placa de orifício existia um leito acrílico de sílica gel (7) e um aquecedor elétrico (8) com quatro resistências elétricas, utilizado nos experimentos de secagem.

O leito fluidizado agitado (11) bem como o equipamento de agitação mecânica (13) encontrava-se logo após o aquecedor elétrico e, finalmente, o ciclone (14) foi colocado após a saída do leito fluidizado para a retenção dos finos. Na parte inferior do leito fluidizado, antes da placa distribuidora, foi instalado o psicrômetro (9) e em um outro ponto, na mesma direção, encontrava-se um ponto de tomada de pressão e de temperatura (16). Na parte superior do leito havia outro ponto de tomada de pressão e de temperatura. Estas tomadas de pressão estavam acopladas a um terceiro manômetro (6) diferencial de tubo em "U" para as medidas de pressão total do sistema; e as tomadas de temperatura foram feitas com termopares do tipo T, que estavam ligados a um indicador de temperatura (15).

O sistema de agitação mecânica foi constituído por um motor com potência de 80W de potência, uma haste e por um conjunto de pás em forma de âncora, mostrado na Figura 3.2, os dois últimos sendo em aço inox, localizados logo acima do prato distribuidor de gás.

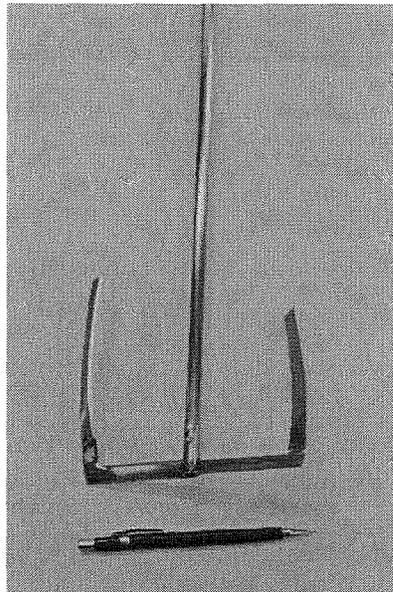


Figura 3.2 – Agitador utilizado no LFAM.

As medidas de vazão foram obtidas através de um medidor de placa de orifício, que consistia de uma fina placa presa entre dois flanges na tubulação de ar, com um orifício

coaxial ao tubo. Para os testes experimentais utilizou-se uma placa de orifício com diâmetro de orifício de 24,7mm, sendo a mesma placa utilizada no trabalho de AMBROSIO (1999).

A metodologia utilizada para o cálculo da vazão do ar de secagem (OWER e PANKHURST, 1977) resultou na seguinte equação geral para a placa de orifício:

$$Q = k\varepsilon \cdot \alpha \cdot a_2 \sqrt{\frac{1}{1-m^2} \left(\frac{\Delta h_p}{k_1 + T} \right) \frac{b}{k_1 + T}} \quad (3.3)$$

em que Q – vazão mássica (kg/min)

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

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

b - pressão barométrica local (mmHg)

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

$$\alpha = 0,5959 + 0,0312 \cdot m^{1,05} - 0,184 \cdot m^4 \quad (\text{coeficiente de descarga})$$

$$m = \frac{a_2}{a_1}$$

$$a_1 = \frac{\pi D^2}{4} \quad (\text{área do tubo, em cm}^2)$$

$$a_2 = \frac{\pi d^2}{4} \quad (\text{área do orifício, em cm}^2)$$

Δh_p – queda de pressão na placa de orifício (cmH₂O)

T – temperatura do ar na entrada do leito (°C)

Se a temperatura e a altura barométrica forem dados em °C e em mmHg, os valores de k e k_1 eram, respectivamente, 0,0573 e 273.

De acordo com estes procedimentos, a equação resultante que fornece a vazão de ar na tubulação para uma placa com diâmetro de orifício igual a 24,7mm, e que foi a mesma utilizada no trabalho de AMBROSIO (1999) é:

$$Q = 4,8136 \cdot \frac{(\Delta h_p)^{1/2}}{(273 + T)^{1/2}} - 1,5060 \cdot \left(\frac{(\Delta h_p)^{1/2}}{(P_1 + b) \cdot (273 + T)^{1/2}} \right) \quad (3.4)$$

3.4.2 – Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)

Após os testes de secagem terem sido realizados no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente, o sistema de agitação mecânica foi retirado e a parte inferior do leito passou por uma modificação no sistema de distribuição de gás para adequar o equipamento e poder ser adaptado totalmente como um Leito Fluidizado Pulsado Rotativo.

Com a modificação, o sistema de distribuição de gás ficou constituído por duas partes: uma formada pela mesma placa distribuidora de gás utilizado anteriormente no LFAM, para suportar o leito de partículas e distribuir uniformemente o gás, e a outra parte era formada por um disco rotativo com uma abertura de 60°, que distribui de maneira cíclica o gás sob a placa distribuidora do gás.

A Figura 3.3 apresenta o disco rotativo que foi acoplado sob a placa distribuidora de gás, que formaram o conjunto de distribuição pulsada do gás.

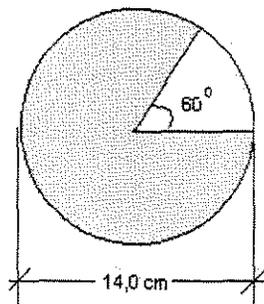


Figura 3.3 – Disco rotativo utilizado no sistema de alimentação de ar do Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)

Para o estudo fluidodinâmico e para o estudo da secagem do ácido 2-hidroxibenzóico foi utilizado o mesmo sistema experimental, com a diferença de que no estudo fluidodinâmico o gás utilizado estava na temperatura ambiente.

A Figura 3.4 apresenta um esquema geral da montagem experimental, onde o ar foi fornecido por um compressor com 7,5 cv (1), com deslocamento de $8\text{m}^3/\text{min}$ e pressão máxima de 3700 mmca. A tubulação utilizada para a alimentação do leito foi de aço galvanizado com diâmetro interno de 2". A vazão do gás foi controlada por uma válvula globo (12) e, em seguida, para se trabalhar com temperatura ambiente o gás passava por um resfriador (2) existente na linha, em que o fluido refrigerante foi a água. Em (13) e (14) encontra-se uma tomada de pressão na placa de orifício e na linha.

Através do painel de manômetros de tubo em "U" (9) pode-se acompanhar a perda de carga no leito de partícula, na placa de orifício e na linha. Para o cálculo da vazão utilizava-se as medidas de temperatura do gás na entrada do leito, da perda de carga na placa de orifício e pressão na linha (OWER e PANKHURST, 1977). Em seguida, o gás passava através de um leito de sílica gel (3) e após no aquecedor. O leito de sílica constituía-se de uma coluna em acrílico cilíndrica de 4mm de espessura, com 41cm de comprimento e com diâmetro interno de 7,1cm, e nas partes inferior e superior do cilindro foram colocadas telas para possibilitar a passagem do ar e evitar que a sílica entrasse na linha de alimentação de gás. O aquecedor elétrico (4), com quatro resistências, e que se encontrava logo após o leito de sílica, foi utilizado apenas durante os experimentos de secagem.

Após ser aquecido, o ar entrava no leito (7) através da sua parte inferior e passava através do conjunto de distribuição de gás (disco rotativo e placa distribuidora), ambos em aço inox. A placa distribuidora de gás foi a mesma utilizada no LFAM. No motor elétrico (5) estava acoplado o eixo do prato rotativo (6), no qual estava fixo o conjunto de distribuição do gás e proporcionava a pulsação do gás no interior do leito. Próximo a base do leito localizava-se o sistema de amostragem dos sólidos (10), e o ciclone (11) para a retenção de finos estava localizado na saída do leito.

As medidas de vazão foram obtidas através de um medidor de placa de orifício (13), que consistia em uma fina placa presa entre dois flanges na tubulação de ar com um orifício coaxial ao tubo. Duas tomadas de pressão diferencial foram instaladas, uma antes e

a outra imediatamente depois da placa, sendo que a leitura foi feita por um manômetro de tubo em U (queda de pressão na placa de orifício). O sistema de placa de orifício era o mesmo utilizado no leito fluidizado agitado mecanicamente (LFAM), sendo que a única diferença foi o diâmetro de orifício, 24,7mm para o LFAM e 18mm para o LFPR.

Através de testes preliminares, utilizando o sólido seco em condições brandas na estufa à vácuo, realizados para a determinação do diâmetro da placa de orifício verificou-se que a placa utilizada no LFAM, com diâmetro de 24,7mm, não proporcionava uma boa movimentação das partículas dentro do leito. Portanto, a partir de testes preliminares que utilizou placas de diversos tamanhos, determinou-se que a placa de orifício ideal para ser utilizada no LFPR deveria ter um diâmetro de orifício de 18mm. A calibração da placa de orifício permitiu a obtenção da vazão do ar em função da queda de pressão na placa de orifício.

De acordo com este procedimento, a equação resultante que fornece a vazão de ar na tubulação, utilizando uma placa de 18mm de diâmetro de orifício, é a seguinte:

$$Q = 0,0879 \frac{(\Delta h_p)^{1/2} \cdot b^{1/2}}{(273 + T)^{1/2}} - 0,0276 \frac{(\Delta h_p)^{3/2} \cdot b^{1/2}}{P_1 \cdot (273 + T)^{1/2}} \quad (3.5)$$

em que b – pressão barométrica local, que é a pressão atmosférica (mmHg)

P_1 – pressão estática na linha de ar, que é a pressão absoluta (cmH₂O)

Q – vazão mássica (kg/min)

T – temperatura do ar (°C)

Δh_p – queda de pressão na placa de orifício (cmH₂O)

A Figura 3.5 mostra o leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR) utilizado no trabalho.

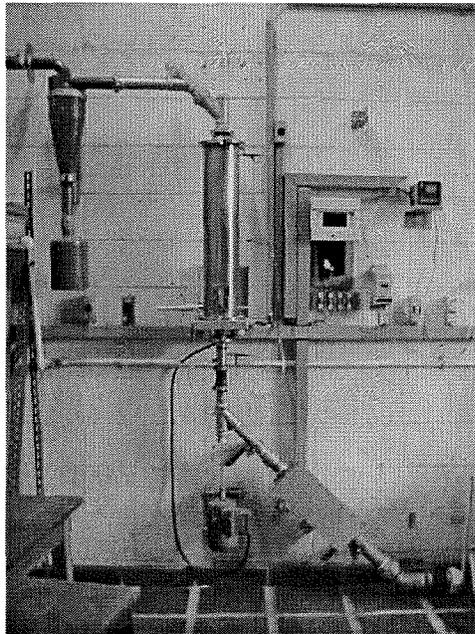


Figura 3.5 – Montagem experimental do LFPR.

3.5 – Estudo fluidodinâmico do material seco no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)

Para a realização do estudo fluidodinâmico do LFPR foram feitos testes preliminares utilizando o sólido comercial, que é seco em um secador “flash” pneumático. Os resultados obtidos não foram satisfatórios porque o sólido comercial não apresentava uma boa qualidade de fluidização, verificado visualmente e através das curvas ΔP versus Q_{ar} levantadas. A Figura 3.6 ilustra esta situação para um experimento realizado utilizando a placa perfurada com 24,7mm, uma $f_{rotação}$ de 15Hz e uma massa de sólidos de 400g.

Porém, um melhor comportamento fluidodinâmico foi obtido quando foram feitos experimentos com o sólido úmido proveniente da indústria e seco em condições “brandas” em estufa a vácuo, a 60°C por 24 horas.

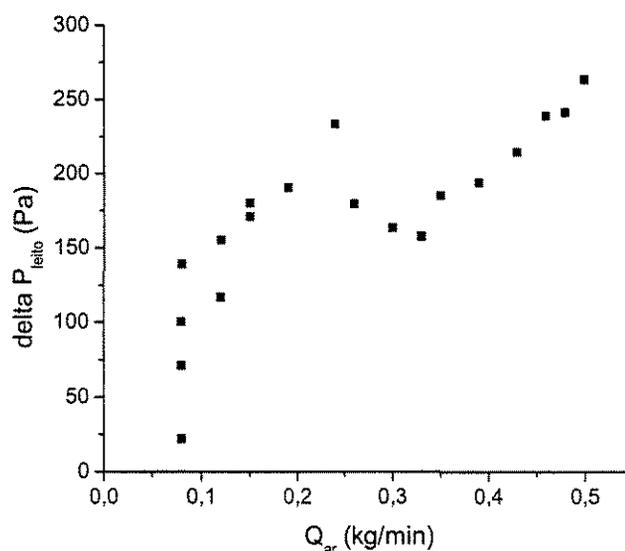


Figura 3.6 – Curva de fluidização utilizando uma placa de orifício de 24,7mm.

$$F_{rotação} = 15\text{Hz e } m = 400\text{g}$$

Após estes teste preliminares, ficou estabelecido para a realização do estudo fluidodinâmico do LFPR deveria ser utilizado o sólido úmido, proveniente da indústria, e seco em estufa à vácuo sob condições brandas (a 60°C por 24 horas). Assim, como dito anteriormente, ficou estabelecido qual o sólido que deveria ser utilizado para a realização dos testes fluidodinâmicos no LFPR.

Após a determinação de qual sólido deveria ser utilizado nos testes fluidodinâmicos do LFPR, foram feitos novos testes preliminares para a determinação da massa de sólidos a ser utilizada. Verificou-se que com massas superiores a 900g, devido às limitações do equipamento, a fluidização apresentava uma qualidade ruim. Este comportamento foi verificado visualmente e através das curvas fluidodinâmicas. Para massas menores que 400g, verificou-se visualmente que havia a expansão inicial do leito e logo em seguida sua fluidização não era de boa qualidade, resultado também observado pelas curvas fluidodinâmicas obtidas.

As frequências de rotação do disco também foram determinadas a partir de testes preliminares, sendo que 15Hz foi o maior valor que o motor trabalhava com segurança e, para frequências menores que 5Hz a rotação era muito lenta e não auxiliava na movimentação das partículas.

Portanto, os testes fluidodinâmicos foram realizados variando a massa de sólidos (400 e 900g) e a frequência de rotação (5 e 15Hz) do disco, com o objetivo de avaliar o comportamento fluidodinâmico do sólido seco no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR), para em seguida estudar a secagem do ácido 2-hidroxibenzóico, que apresentava dificuldades de fluidizar em leitos fluidizados convencionais quando úmido.

Em cada experimento de fluidodinâmica foram obtidos dados de queda de pressão em função da velocidade do ar, crescente e decrescente. Os intervalos das variáveis estudadas, determinados através dos testes preliminares e considerando o valor médio como sendo a média entre os limites superior e inferior, podem ser observados na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Intervalos das variáveis utilizadas no estudo fluidodinâmico

Parâmetros	Mínimo	Máximo
Massa de sólidos (g)	400	900
Frequência de rotação (Hz)	5	15

Os resultados obtidos no estudo fluidodinâmico do LFPR estão apresentados e discutidos no Capítulo IV, no item 4.2.

3.6 – Estudo da secagem do ácido 2-hidroxibenzóico

Os experimentos de secagem, tanto em LFAM como em LFPR, foram feitos em sistema batelada porque os equipamentos utilizados eram de pequena escala e não foram projetados para trabalharem de maneira contínua.

3.6.1 – *Secagem no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente (LFAM)*

Dando continuidade ao estudo já iniciado por AMBROSIO, 1999, que utilizou o sistema de agitação durante todo o processo de secagem, neste trabalho foi avaliado se em algum momento durante o processo a agitação pode ser interrompida sem prejudicar o movimento das partículas no interior do leito. As condições experimentais foram as mesmas utilizadas em AMBROSIO, 1999.

A umidade inicial do ácido 2-hidroxibenzóico úmido, proveniente da indústria, a ser alimentado no leito foi determinada em torno de 8,5% b.s. Pesou-se uma massa de 1055g de sólidos, a mesma massa utilizada nos experimentos de AMBROSIO (1999), e em seguida acondicionada em dessecador até o início do experimento.

Após o soprador ter sido ligado, regulou-se a vazão do gás (0,27 kg/min ou 1,81 m/s), aproximadamente igual à vazão determinada por AMBROSIO (1999), através da válvula e então o aquecedor elétrico foi ligado e ajustado para atingir a temperatura desejada. O sistema de aquecimento permanecia ligado, sem os sólidos, até que fosse estabelecido o regime térmico. As temperaturas usadas na secagem com LFAM foram de 55, 85 e 100°C. Como a secagem deste material ocorre praticamente no período de taxa de secagem constante, pode-se utilizar temperaturas do agente de secagem superiores à temperatura de sublimação do sólido (76°C).

Em seguida, a vazão de ar e o sistema de aquecimento eram desligados e o leito alimentado rapidamente com o material já pesado e acondicionado em dessecador. Novamente o aquecimento e a velocidade do gás eram acionados e, então, o sistema de agitação mecânica ligado. A velocidade do gás (em torno de 1,81 m/s) e a frequência de agitação da haste ($f_{agitação} = 1,5$ Hz) foram mantidas constante para as três temperaturas estudadas.

Durante os 20 primeiros minutos do experimento, a cada 2 minutos desligava-se o agitador e visualmente o leito era observado e avaliado se havia ou não fluidização dos sólidos sem a agitação mecânica. No instante em que foi detectado o ponto que o leito fluidizava sem agitação, coletou-se uma amostra do material para a determinação do conteúdo de umidade, e assim o experimento continuava sem que houvesse agitação mecânica.

Ao longo do experimento foram coletadas amostras, a cada 2 minutos até os primeiros 20 minutos e a cada 5 minutos até o final do processo, que em seguida foram

aconditionadas em dessecador para posterior determinação do conteúdo de umidade. Nesta etapa do trabalho, a umidade do sólido foi determinada utilizando o método gravimétrico em estufa a 60°C, por 24 horas. A massa inicial da amostra utilizada foi de 1055g, e a massa das amostras coletadas foi aproximadamente de 45g, ou seja, retirou-se do leito menos de 5% da massa total, não havendo comprometimento da qualidade do regime de fluidização.

O sistema de amostragem que foi utilizado no LFAM, e também no LFPR, foi constituído por um pescador, em PVC e com uma abertura em forma de concha, acoplado bem próximo à base do leito e, manualmente, quando necessário era inserido no interior do leito para a coleta da amostra. A Figura 3.7 apresenta uma foto do amostrador utilizado.

Com os dados de conteúdo de umidade em função do tempo de secagem, para cada temperatura do gás de secagem, plotou-se as curvas de secagem apresentadas no Capítulo IV, item 4.3.1.

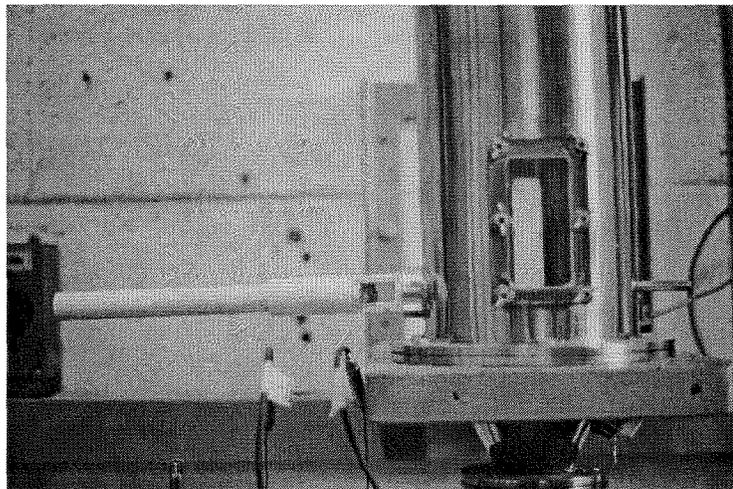


Figura 3.7 – Detalhe do amostrador.

3.6.2 – Secagem no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)

A secagem do ácido 2-hidroxibenzóico no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo foi realizada utilizando a vazão do gás de secagem definida a partir do estudo fluidodinâmico para a partícula seca, através dos gráficos de ΔP_{leito} versus $v_{gás}$. A velocidade do gás

utilizada nos experimentos de secagem foi aproximadamente 3 vezes a velocidade de mínima fluidização pulsada (v_{mfp}), determinada com base nos testes fluidodinâmicos realizados. O valor adotado para a velocidade do gás ($v_{gás} \approx 3.v_{mfp}$) garante que todas as partículas estão fluidizando, desde as menores até as maiores. A velocidade de mínima fluidização pulsada (v_{mfp}) é determinada da mesma maneira que a velocidade de mínima fluidização (v_{mf}) em leitos fluidizados convencionais.

A seguinte metodologia foi seguida durante a realização dos experimentos de secagem:

- pesou-se 900g de sólidos, então acondicionada em dessecador até o momento de alimentar o leito. Devido às limitações do equipamento, como explicado no item 3.5, a massa de sólidos utilizada no estudo da secagem em LFPR foi diferente da massa utilizada no estudo da secagem em LFAM; e a massa de 900g foi definida a partir dos resultados obtidos no estudo fluidodinâmico;
- após o soprador ter sido ligado, a vazão do ar foi regulada através da válvula globo e o aquecedor elétrico foi ligado para atingir a temperatura desejada (65 ou 85°C) e o sistema atingir o equilíbrio térmico;
- desligou-se o aquecedor e, em seguida, a válvula globo foi fechada;
- em seguida, o leito foi alimentado com o material que estava acondicionado no dessecador. A alimentação do leito era feita pela parte superior com o auxílio de um funil e uma espátula;
- o sistema de rotação do disco foi ligado e ajustado na frequência desejada (5 ou 15Hz), a velocidade do gás (em torno de 0,21 kg/min) foi novamente ajustada e o sistema de aquecimento religado;
- dado o início de cada experimento, amostras do material (com aproximadamente 1,00g cada) foram retiradas a cada 2 minutos no início da secagem, e a cada 5 minutos a partir dos primeiros 15 minutos até o final do experimento. Cada amostra foi colocada em um pesa-filtro e em seguida acondicionada em dessecador para a determinação do conteúdo de umidade utilizando o equipamento de Karl-Fischer. A determinação do conteúdo de umidade foi feita no final de cada experimento;

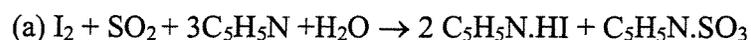
- com os dados de conteúdo de umidade em função do tempo, para cada condição estudada, foram feitas as curvas de secagem (X/X_0 versus t);
- a umidade relativa do gás na entrada do leito foi acompanhada por um higrômetro, e a temperatura de saída do gás foi acompanhada através de um termopar localizado a 10cm acima do leito de partículas. O acompanhamento da umidade relativa do gás de entrada foi feito para saber se, mesmo em dias mais úmidos, o leito de sílica mantinha a umidade relativa baixa, garantindo que o gás de secagem estivesse o mais seco possível.

Os resultados obtidos neste estudo de secagem estão apresentados e discutidos no Capítulo IV, item 4.3.2.

Com as amostras dos sólidos secos nos dois leitos fluidizados estudados foi analisada a forma dos cristais em microscópio eletrônico de varredura (MEV), e os resultados estão apresentados no Capítulo IV, item 4.6, e também se determinou a escoabilidade destes sólidos, com os resultados analisados no item 4.4.

3.7 – Determinação do conteúdo de umidade no equipamento de “Karl-Fischer”

O conteúdo de umidade pode ser determinado diretamente por titulação de Karl – Fischer, que é um método baseado na reação da água com o iodo e o dióxido de enxofre na presença de metanol anidro (em excesso) e piridina. O ponto final da titulação corresponde ao aparecimento do primeiro excesso de iodo, que pode ser detectado visualmente ou por meio elétrico. A reação de Karl-Fischer em dois estágios ocorre da seguinte maneira (KHOPKAR, 1984; SMYTH, 1992):



Com o objetivo de impedir a reabsorção de umidade proveniente do ambiente, as amostras recolhidas eram imediatamente colocadas em pesa-filtro e em dessecador até a

análise de umidade. Cada amostra foi submetida a medidas no equipamento de Karl-Fischer (modelo 758 KFD Titrine) em triplicata, sendo considerada a média dos valores.

A Figura 3.8 apresenta o equipamento de Karl-Fischer utilizado neste trabalho, localizado no Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem da Faculdade de Engenharia Química, da UNICAMP.

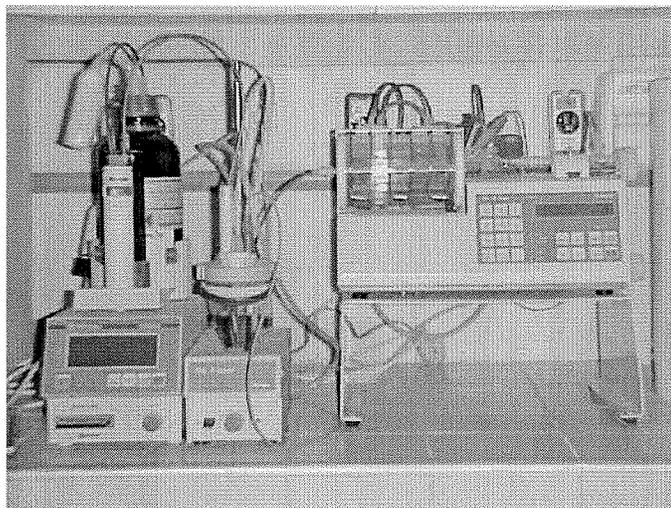


Figura 3.8 – Equipamento de Karl-Fischer para determinação do conteúdo de umidade.

3.8 – Construção das isotermas de dessorção de umidade do ácido 2-hidroxibenzoico

As isotermas de dessorção são muito importantes para o processo de secagem, e sua determinação tem como objetivo determinar os conteúdos mínimos de umidade de equilíbrio para uma certa condição ambiente a que o material é submetido.

As isotermas de dessorção de umidade do ácido 2-hidroxibenzoico foram construídas às temperaturas de 25 e 35°C, utilizando o método dinâmico de análise. A câmara de esterilização, dentro da qual a microbalança se localiza, tem um valor máximo de temperatura de trabalho (55°C), que limita a faixa de temperatura superior para a determinação das isotermas. Neste trabalho também foram testadas as temperaturas de 15 e 45°C, mas os resultados obtidos não foram satisfatórios devido a alterações ocorridas no

material, como mudança de coloração e o aparecimento de uma cobertura pegajosa sobre a amostra.

Para a obtenção das isotermas de dessorção foi utilizado o DVS 2/2000 (Dynamic Vapour Sorption), da SMS – Surface Measurement Systems, apresentado de maneira esquemática pela Figura 3.9.

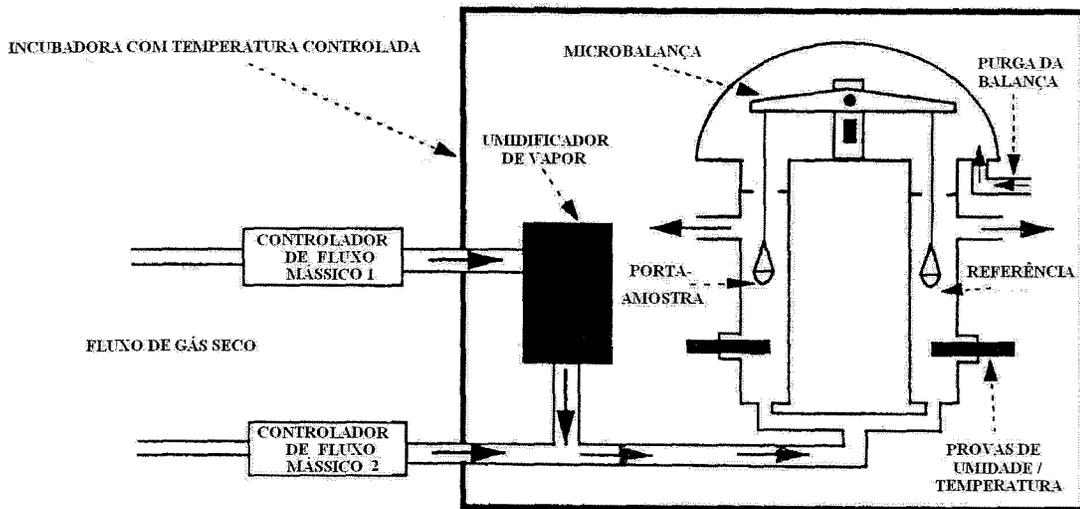


Figura 3.9 –Esquema de um sistema de DVS (DVS USER GUIDE/MANUAL, [2000]).

O componente principal do DVS é a microbalança, bastante sensível e capaz de medir mudanças de massa de até 1 parte em 10 milhões. Outro detalhe importante deste equipamento está relacionado com a umidade relativa desejada, gerada através da mistura de correntes de gás seco e saturado, em proporções adequadas, usando controladores de fluxo mássico (DVS USER GUIDE/MANUAL, [2000]).

A Figura 3.10 mostra o DVS utilizado no trabalho para a determinação das isotermas de dessorção, localizado no Laboratório de Processo Sólido-Fluido da Faculdade de Engenharia Química, da UNICAMP.

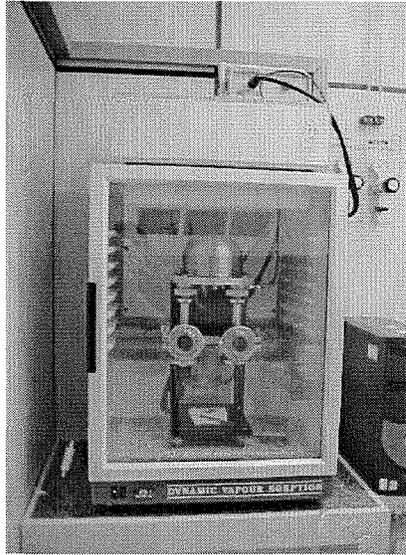


Figura 3.10 – Equipamento para obtenção de isotermas de sorção – DVS.

As isotermas obtidas para as temperaturas estudadas, 25 e 35°C, estão apresentadas no Capítulo IV, item 4.5.

3.9 - Análise de fluidez do sólido

Seguindo o método desenvolvido por CARR (1965), e utilizando o equipamento Powder Characteristics Tester modelo PT-N, da marca Hosokawa Microns, com as análises sendo realizadas no IPT/SP, foram medidas a densidade “bulk” aerada, densidade “tap” e o ângulo de repouso. Todas as medidas foram feitas em triplicata. Com estas propriedades determinadas foram calculados o Índice de Carr e a Razão de Hausner.

Abaixo estão definidas as propriedades medidas pelo equipamento:

- densidade “bulk” aerada (ρ_b): é obtida através do derramamento de uma massa de amostra através de uma peneira vibratória em um recipiente de volume conhecido. O excesso de material era retirado do topo do recipiente com uma régua sem alterar o empacotamento.

- densidade “tap” (ρ_t): coloca-se uma extensão no recipiente que já continha o material e um excesso era adicionado. Após 180 batidas retirava-se a extensão, e o excesso do material era novamente retirado sem perturbar o empacotamento.

- ângulo de repouso: é o ângulo entre o plano horizontal e a inclinação de uma pilha de material obtida pelo derramamento através de uma peneira vibratória e a partir de uma altura fixa.

O Índice de Carr, ou a compressibilidade dos sólidos, foi determinado utilizando as medidas de ρ_b e de ρ_t , fornecidas pelo Hosokawa Powder Characteristics Tester, e calculado utilizando a equação (2.38) apresentada no Capítulo II.

A Razão de Hausner foi calculada pela equação (2.39), apresentada no Capítulo II, e utilizando as medidas de ρ_b e de ρ_t determinadas pelo Hosokawa Powder Characteristics Tester. A Razão de Hausner é uma medida que fornece a magnitude da escoabilidade de pós.

Nesta análise foram utilizadas amostras secas no LFAM e no LFPR, além da amostra do sólido comercial, também seca. Os resultados para a escoabilidade do ácido 2-hidroxibenzóico estão apresentados no Capítulo IV, item 4.4.

CAPÍTULO IV

ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS EXPERIMENTAIS

4.1 - Caracterização física do sólido

Os procedimentos adotados para cada uma das análises de caracterização física do ácido 2-hidroxibenzóico estão detalhados no Capítulo III e, também, os princípios de cada análise estão descritos no Anexo A.

4.1.1 – *Picnometria a gás Hélio*

Segundo a metodologia apresentada no Capítulo III, a Tabela 4.1 fornece os melhores resultados obtidos através da análise de picnometria utilizando o Picnômetro a Gás Hélio feita para o ácido 2-hidroxibenzóico. Tais corridas mostraram os melhores resultados porque utilizaram uma maior quantidade de amostra, número de purgas igual a 30, taxa de equilíbrio de 0,0010 psig/min e um pequeno desvio padrão.

Tabela 4.1 – Resultados experimentais obtidos na análise de Picnometria a gás Hélio.

Corrida	Massa (g)	Purgas	Taxa de Equilíbrio (psig/min)	Densidade absoluta (g/cm³)	Desvio padrão (g/cm³)
1	4,4420	30	0,0010	1,4310	0,0004
2	3,9450	30	0,0010	1,4305	0,0002
3	4,2168	30	0,0010	1,4343	0,0002

Os valores de densidade real (ou absoluta) obtidos para as corridas 1, 2 e 3 apresentaram valores bem próximos da densidade real (ou absoluta) encontrado na literatura, que é igual a $1,443\text{g/cm}^3$ (KIRK-OTHMER, 1982).

Na Tabela 4.2 pode-se observar os valores dos desvios encontrados entre o valor teórico e o experimental da densidade real. Como os desvios obtidos estavam abaixo de 1%, pode-se afirmar que a análise de Picnometria a Gás Hélio fornece dados precisos e confiáveis. Portanto, neste trabalho adotou-se o valor médio, igual a $1,4319\text{ g/cm}^3$ para a densidade real do ácido 2-hidroxibenzóico.

Tabela 4.2 – Desvio entre a densidade teórica e as densidades experimentais obtidas.

Corrida	$\rho_{\text{experimental}} (\text{g/cm}^3)$	desvio (%)
1	1,4310	0,8940
2	1,4305	0,8662
3	1,4343	0,6029

4.1.2 – Porosimetria por Intrusão de Mercúrio

As Figuras 4.1 e 4.2 apresentam os resultados obtidos referentes às duas análises realizadas, utilizando a técnica de Porosimetria por Intrusão de Mercúrio, para o ácido 2-hidroxibenzóico.

Analisando a Figura 4.1, em relação à curva de intrusão do mercúrio, observa-se que o sólido analisado apresenta grande parte dos seus poros na região de mesoporos, que variam de $2\text{nm} < d_{\text{poro}} < 50\text{nm}$ segundo LOWELL e SHIELDS (1991), com a distribuição de poros na faixa de $0,2\ \mu\text{m}$ a $0,008\ \mu\text{m}$.

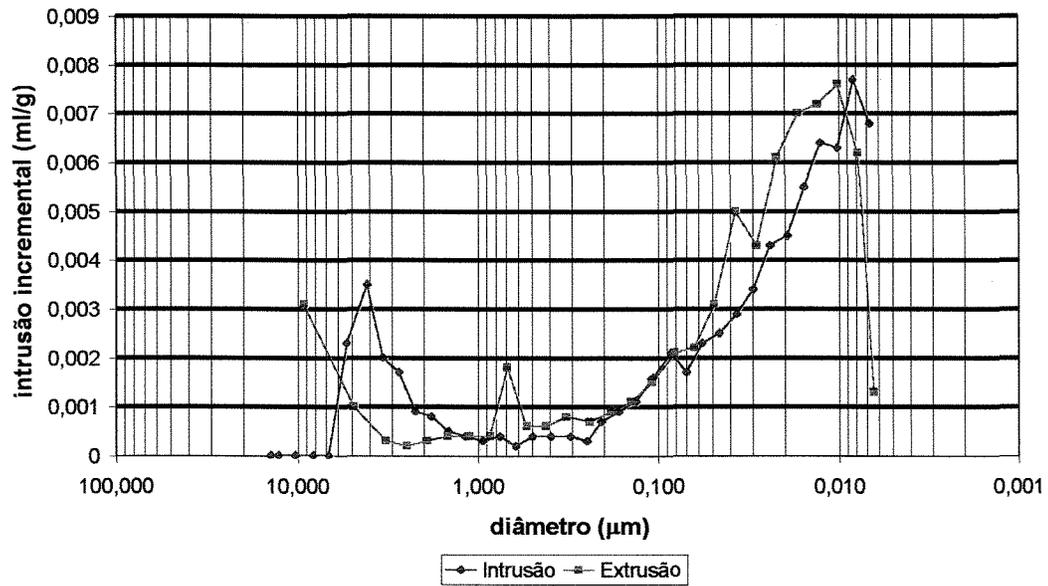


Figura 4.1 – Gráfico de porosimetria de mercúrio. Corrida 02, $t_{\text{equilíbrio}} = 10\text{s}$.

A curva de intrusão de mercúrio apresentada na Figura 4.2 mostra que a amostra analisada apresenta a maior parte dos seus poros na faixa de diâmetro entre 0,008 μm e 0,07 μm classificando o ácido 2-hidroxibenzóico como um sólido mesoporoso, corroborando com o resultado apresentado na Figura 4.1.

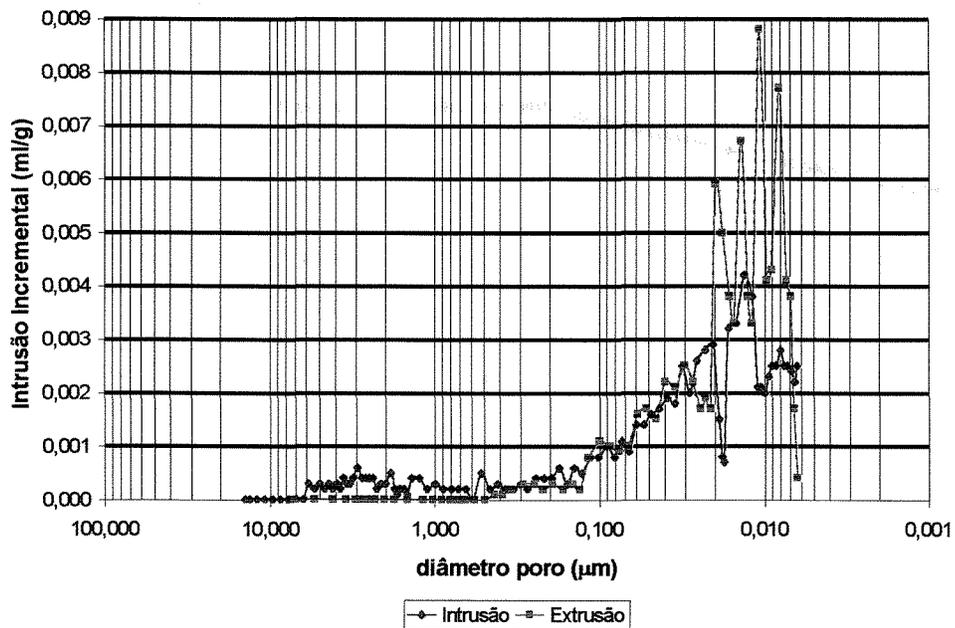


Figura 4.2 – Gráfico de porosimetria de mercúrio. Corrida 03, $t_{\text{equilíbrio}} = 30\text{s}$.

Para a faixa de mesoporos, este material apresenta poros de diâmetro entre $0,2 \mu\text{m}$ e $0,008 \mu\text{m}$. Não é possível afirmar sobre a existência ou não de microporos, já que devido às limitações do equipamento, a intrusão do mercúrio não os atinge.

4.1.3 – Análise térmica por TGA

A Figura 4.3 apresenta o termograma obtido no estudo da variação da massa da amostra, com 10% b.s. de conteúdo de umidade, em relação ao aumento da temperatura. O objetivo desta análise foi determinar a faixa de temperatura em que o sólido perde toda a água e começa a sublimar, uma vez que a $T_{\text{sublimação}}$ da partícula seca é igual a 76°C (KIRK-OTHMER, 1982).

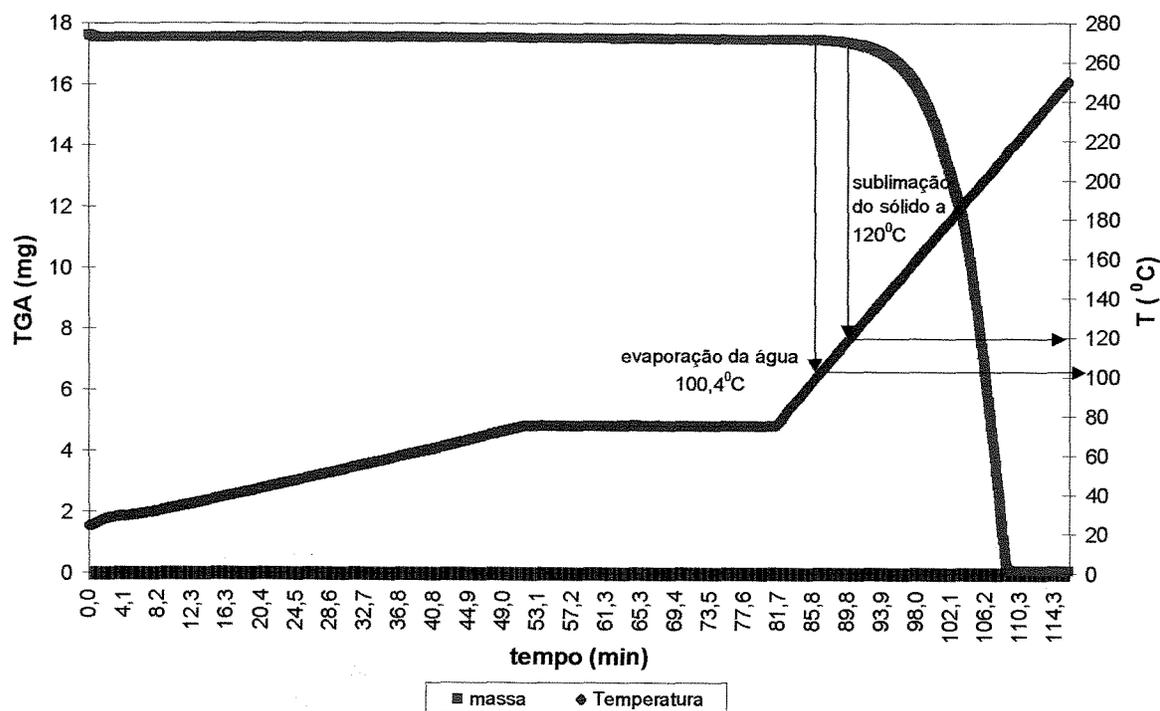


Figura 4.3 – Termograma para o ácido 2-hidroxibenzóico.

Através da Figura 4.3 pode-se observar o início da diminuição de massa da amostra juntamente com o início da evaporação da água presente na superfície do material, que ocorre em torno de 100,4°C.

A análise de porosimetria determinou que o ácido 2-hidroxibenzóico apresenta poros na faixa de mesoporos e, por isso a maior parte da água presente no sólido está em sua superfície como água livre. A característica de sólido mesoporoso permite que a temperatura da superfície do sólido seja próxima da temperatura de bulbo úmido enquanto existir água livre em sua superfície. Com a evaporação da água na superfície do material, a temperatura do sólido começa a subir até iniciar sua sublimação, também indicado na Figura 4.3, detectada pelo início de uma diminuição brusca da massa que ocorreu em torno de 120°C.

O resultado obtido pela análise de TGA, juntamente com os resultados fornecidos pela análise de Porosimetria por Intrusão de Mercúrio, auxiliou e possibilitou definir que o estudo da secagem do ácido 2-hidroxibenzóico fosse realizado a temperaturas superiores à $T_{sublimação}$ do sólido, como poderá ser visto no item 4.4, pois ficou bem estabelecido que até 100°C a temperatura do sólido úmido fica abaixo de sua temperatura de sublimação; o que pode ser observado claramente na Figura 4.3, uma vez que a temperatura da superfície do sólido começa a aumentar quando toda a água presente na superfície já evaporou.

4.2 – Estudo fluidodinâmico do Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)

O estudo fluidodinâmico do ácido 2-hidroxibenzóico seco em leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR) foi feito com o objetivo de se determinar as características fluidodinâmicas, comparar o comportamento com o leito fluidizado convencional (LFC) e com o leito fluidizado agitado mecanicamente (LFAM) e, posteriormente, utilizar o LFPR no processo de secagem deste sólido, que tem características coesivas quando úmido, e, por este motivo apresenta dificuldades de fluidizar no leito fluidizado convencional.

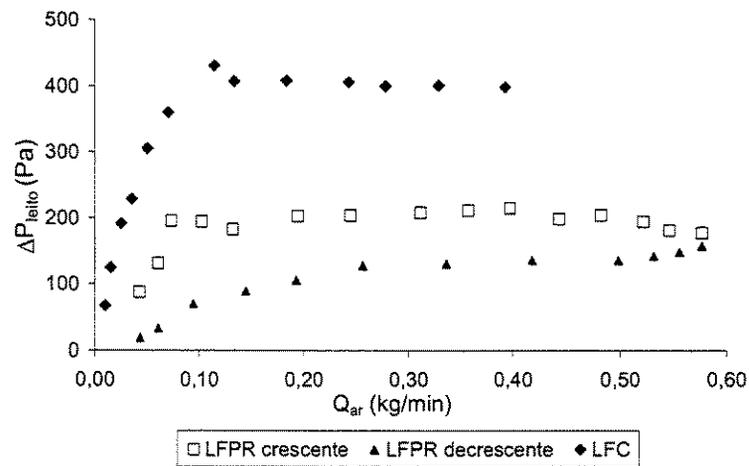
Para a realização dos experimentos fluidodinâmicos, com ar a temperatura ambiente, secou-se uma amostra do sólido em condições brandas em estufa a vácuo, a 60°C por 24 horas.

Os gráficos da queda de pressão em função da velocidade do ar (crescente e decrescente) foram obtidos em função da carga de partículas (400 e 900g) e da frequência de rotação do disco rotativo (5 e 15Hz). A determinação das faixas estudadas está justificada no Capítulo III, item 3.5.

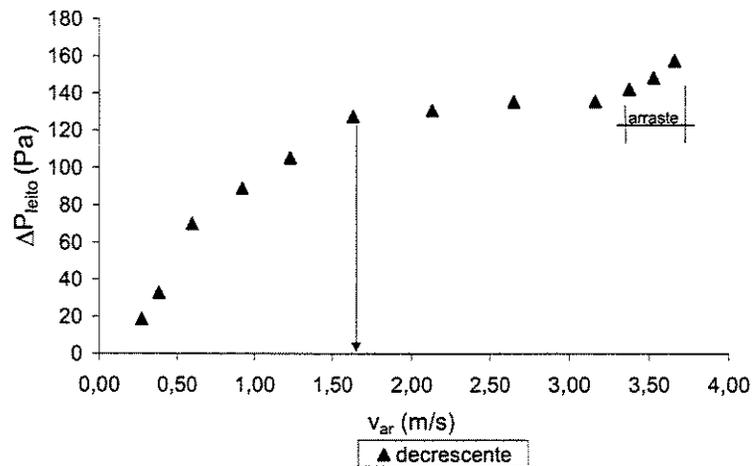
A velocidade na condição de mínima fluidização pulsada (v_{mfp}) foi determinada, através das curvas fluidodinâmicas, como sendo a velocidade de fluidização completa que garante que todas as partículas, desde as menores até as maiores, estejam suspensas no leito pelo fluido. A velocidade de mínima fluidização pulsada foi determinada através do gráfico ΔP_{leito} versus $v_{gás}$, no ponto em que se observou a estabilização da queda de pressão, garantindo a fluidização completa.

As Figuras 4.4 a 4.7 apresentam as curvas obtidas nas condições de trabalho já mencionadas, comparando as curvas do LFPR e do LFC. Observando o comportamento fluidodinâmico apresentado pode-se notar que ocorre uma suavização na curva, não aparecendo o pico de queda de pressão típico na fluidização convencional, quando é imposta a rotação do disco, que favorece o movimento dos sólidos através da pulsação da corrente gasosa. Tal suavização da curva fluidodinâmica foi obtida para todo o intervalo de frequência de rotação estudado, bem como para as duas cargas de sólido.

Comparando as Figuras 4.4. a 4.7 com a Figura 2.17, observa-se que os resultados mostrados apresentam o mesmo comportamento fluidodinâmico mostrado nos trabalhos de ELENKOV e DJURKOV (2000) e de DJURKOV (2001), para diferentes partículas estudadas. A partir destes resultados, pode-se concluir que a curva fluidodinâmica para o LFPR apresenta uma suavização, comparando com o leito fluidizado convencional, em relação à queda de pressão devido a ausência do pico de queda de pressão e devido à imposição da pulsação do gás através do disco distribuidor.



(a)



(b)

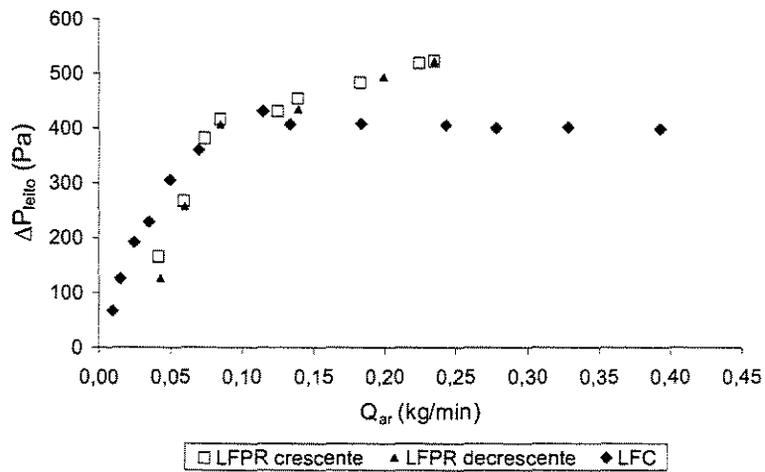
Figura 4.4- Queda de pressão em função da velocidade do ar. (a) curva crescente e decrescente para o LFPR; (b) decrescente para o LFPR.

$$f_{rotação} = 5\text{Hz}, m = 400\text{g}$$

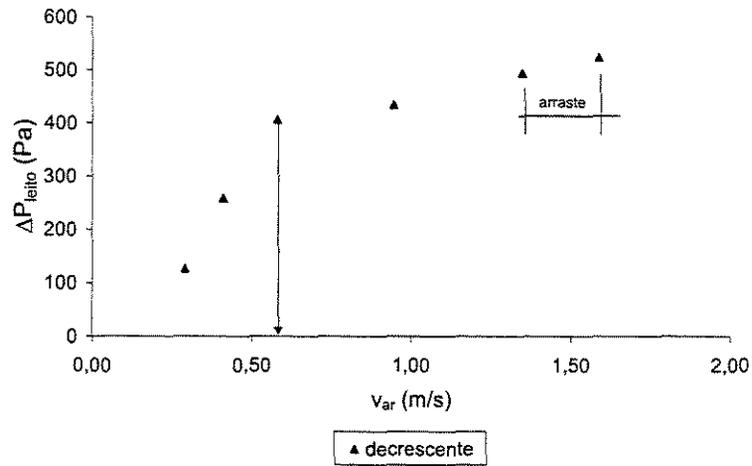
A Figura 4.4 (b) apresenta os valores obtidos para queda de pressão e velocidade do ar, na condição de mínima fluidização pulsada, que garante a fluidização de todas as partículas. Os valores obtidos estão apresentados a seguir:

$$\Delta P_{mfp} = 127,63\text{Pa}$$

$$v_{mfp} = 1,63\text{m/s}$$



(a)



(b)

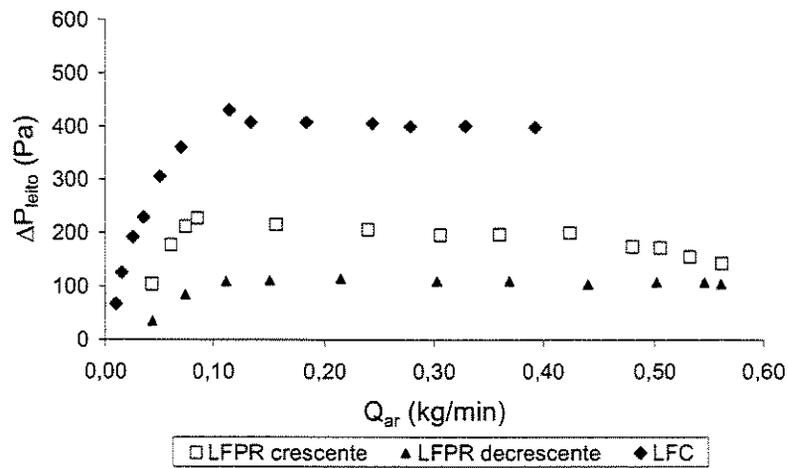
Figura 4.5 - Queda de pressão em função da velocidade do ar. (a) curva crescente e decrescente para o LFPR; (b) decrescente para o LFPR.

$$f_{rotação} = 5\text{Hz}, m = 900\text{g}$$

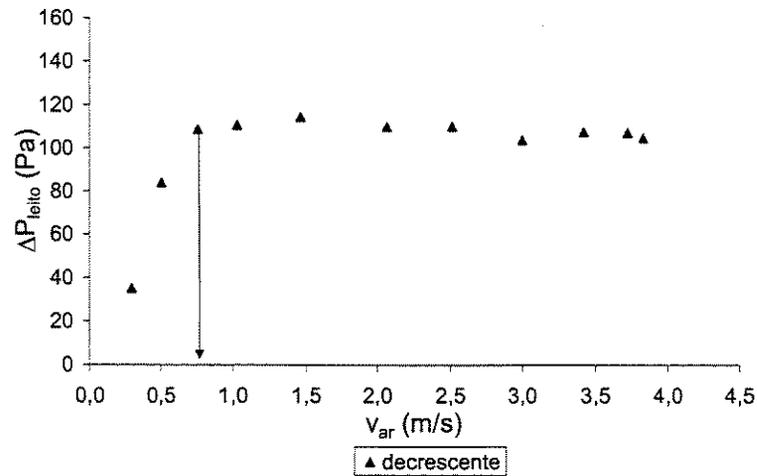
A Figura 4.5 (b) apresenta os valores obtidos para queda de pressão e velocidade do ar, na condição de mínima fluidização pulsada, que garante a fluidização de todas as partículas. Os valores obtidos estão apresentados a seguir:

$$\Delta P_{mfp} = 406,59\text{Pa}$$

$$v_{mfp} = 0,51\text{m/s}$$



(a)



(b)

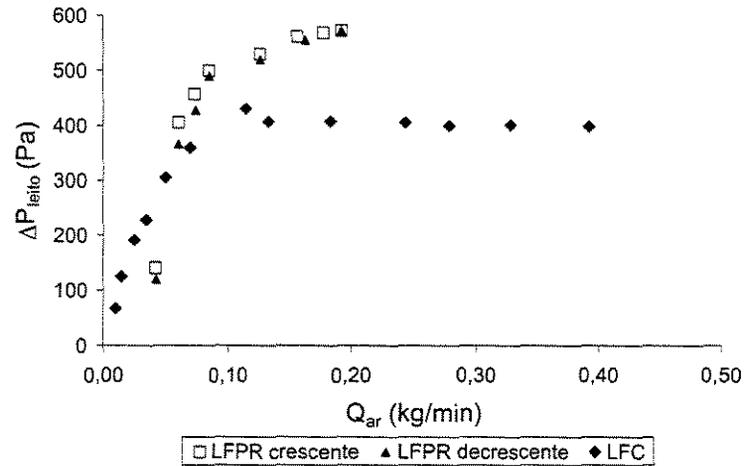
Figura 4.6 - Queda de pressão em função da velocidade do ar. (a) curva crescente e decrescente para o LFPR; (b) decrescente para o LFPR.

$$f_{rotação} = 15\text{Hz}, m = 400\text{g}$$

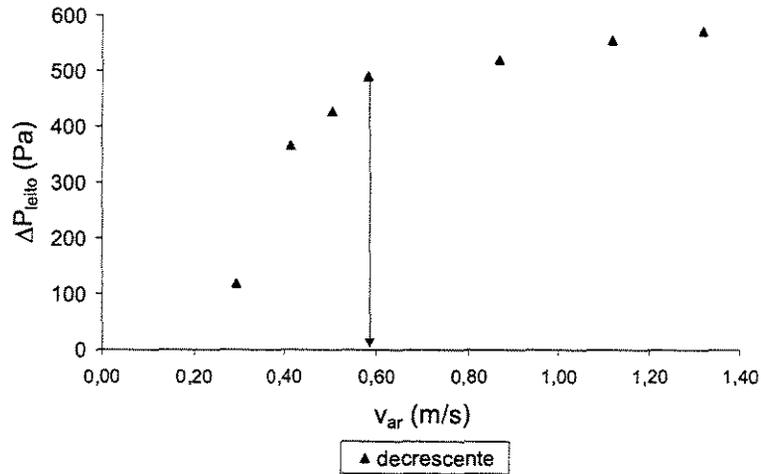
A Figura 4.6 (b) apresenta os valores obtidos para queda de pressão e velocidade do ar, na condição de mínima fluidização pulsada, que garante a fluidização de todas as partículas. Os valores obtidos estão apresentados a seguir:

$$\Delta P_{mfp} = 108,66\text{Pa}$$

$$v_{mfp} = 0,76\text{m/s}$$



(a)



(b)

Figura 4.7 - Queda de pressão em função da velocidade do ar. (a) curva crescente e decrescente para o LFPR; (b) decrescente para o LFPR.

$$f_{rotação} = 15\text{Hz}, m = 900\text{g}$$

A Figura 4.7 (b) apresenta os valores obtidos para queda de pressão e velocidade do ar, na condição de mínima fluidização pulsada, que garante a fluidização de todas as partículas. Os valores obtidos estão apresentados a seguir:

$$\Delta P_{mfp} = 490,34\text{Pa}$$

$$v_{mfp} = 0,58\text{m/s}$$

A Tabela 4.3 apresenta os valores de ΔP_{mfp} e de v_{mfp} , obtidos a partir das Figuras 4.4(b) a 4.7(b).

Tabela 4.3 – Variação de v_{mfp} e ΔP_{mfp} em função da frequência de rotação do disco.

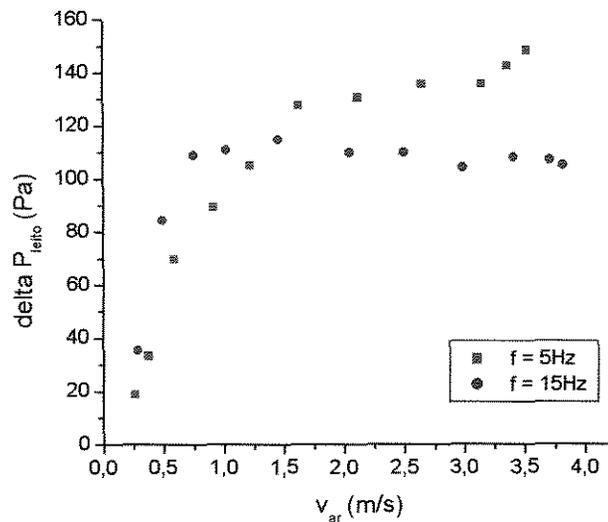
	Frequência de rotação			
	5Hz		15Hz	
	400g	900g	400g	900g
v_{mfp} (m/s)	1,63	0,51	0,76	0,58
ΔP_{mfp} (Pa)	127,63	406,59	108,66	490,34

Através da Tabela 4.3 pode-se observar que:

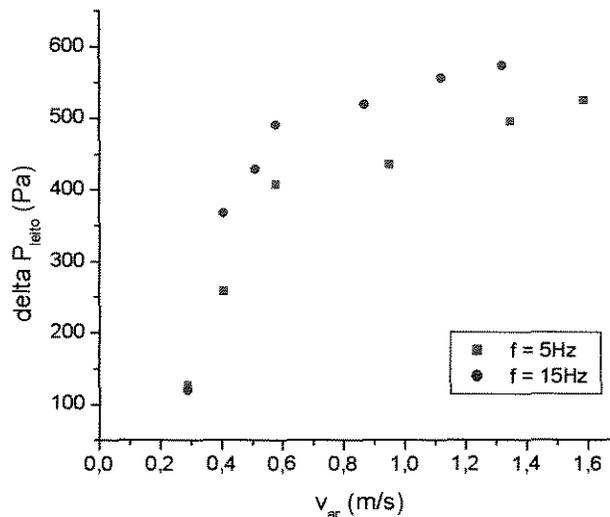
- considerando a massa de sólidos igual a 400g, observa-se que houve uma diminuição significativa na v_{mfp} , de aproximadamente 50%, quando a frequência de rotação do disco aumentou de 5 para 15Hz, sem alterar muito o valor de ΔP_{mfp} ; e
- para a massa de 900g de sólidos, aumentando a frequência de rotação do disco de 5 para 15Hz, o valor de v_{mfp} permaneceu praticamente constante, e o valor de ΔP_{mfp} sofreu um ligeiro aumento.

Novos experimentos fluidodinâmicos foram feitos utilizando as duas frequências de rotação (5 e 15Hz) e as duas massas de sólido (400 e 900g) estudadas. Com os resultados obtidos, apresentados na Figura 4.8, foram feitas as combinações das curvas ΔP_{leito} versus $v_{gás}$ decrescente, considerando a mesma massa de sólidos e diferentes frequências de rotação do disco.

A Figura 4.8 (a), para massa constante e igual a 400g, mostra que para a frequência de rotação igual a 15Hz ocorre uma ligeira diminuição na queda de pressão do leite e, também, a diminuição da velocidade do gás na condição de mínima fluidização pulsada (v_{mfp}), comparando com a frequência de 5Hz. Com este resultado conclui-se que uma pequena massa de sólidos fluidiza com menor queda de pressão no leite.



(a)



(b)

Figura 4.8 – Queda de pressão em função da velocidade decrescente do ar.

(a) $m = 400g$; (b) $m = 900g$

Na Figura 4.8 (b), para a massa constante e igual a 900g, observa-se que a frequência de 15Hz proporciona ao leito um maior valor para a queda de pressão, com a velocidade do gás praticamente constante, na condição de mínima fluidização pulsada. Este comportamento para $f_{rotação} = 15Hz$ deve-se ao fato de que quanto maior a velocidade de pulsação da corrente gasosa, melhor é o movimento das partículas no interior do leito.

Como a carga de sólidos utilizada era relativamente grande (900g), comparando com uma massa de 400g (para $f_{rotação} = 15Hz$) a queda de pressão no leito aumenta

significativamente, de 109Pa (400g) para 409Pa (900g), mas devido à facilidade de movimentação do sólido pelo fato da rotação ser alta (15Hz), a velocidade de mínima fluidização pulsada (v_{mfp}) apresentou uma diminuição, de 0,76m/s (400g) para 0,58m/s (900g).

Os resultados apresentados na Figura 4.8 mostram que a melhor condição de fluidização no leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR), nas condições de processo estudadas ao usar uma carga de sólidos igual a 900g, é a frequência de rotação de 15Hz, devido aos menores valores de v_{mfp} e, principalmente, porque visualmente esta condição apresentou uma melhor movimentação dos sólidos.

O contato gás-sólido e a maneira com que as partículas estão suportadas pela corrente do gás de fluidização são medidas da “qualidade” da fluidização. Uma indicação disto é dada pela queda de pressão sobre o leito. Se a fluidização é de qualidade, a queda de pressão sobre o leito é aproximadamente igual ao peso do leito por unidade de área da seção transversal do leito. Quando as forças interpartículas no leito causam a formação de canais preferenciais do gás, a queda de pressão sobre o leito será muito baixa indicando uma fluidização pobre (MARRING *et al.*, 1994).

Para tanto, adota-se um índice adimensional para a fluidização chamado de Índice de Fluidização (FI). FI é definido como sendo a razão entre a queda de pressão no leito pelo peso das partículas por unidade de área da seção transversal (SANTANA *et al.*, 1999):

$$FI = \frac{\Delta P_{leito} \cdot A_t}{m \cdot g} \quad (4.1)$$

em que m é a massa de partículas no leito (kg), ΔP_{leito} é a queda de pressão no leito (Pa), g é a aceleração da gravidade (m/s^2) e A_t é a área da seção transversal do leito (m^2).

Segundo GINZBURG e RIEZCZIKOW (1969) *apud* GAWRZYNSKI e PIECZABA (2000), o Índice de Fluidização é um método que pode ser utilizado para a determinação da estrutura de um sistema gás - sólidos finos em leitos fluidizados pulsados.

As Figuras 4.9, 4.10 mostram as curvas de FI *versus* $v_{gás}$, e apresentam a comparação entre as duas frequências de rotação, considerando a massa de sólidos constante.

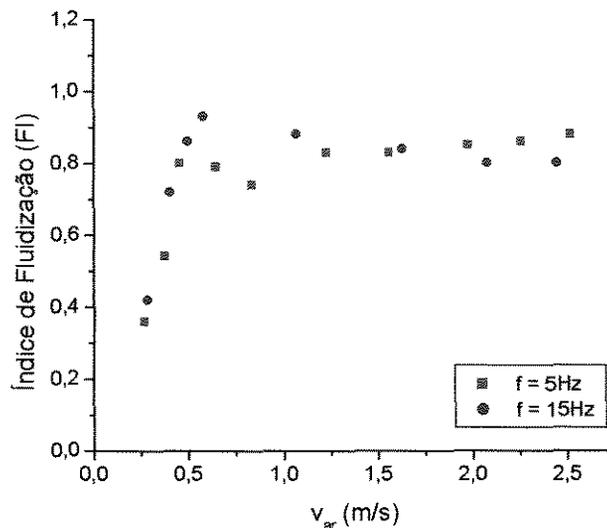


Figura 4.9 – Índice de fluidização em função da velocidade do ar, para $m = 400g$.

Na Figura 4.9 pode-se verificar que no regime de fluidização pulsada para uma massa de 400g, independente da $f_{rotação}$, os valores para o índice de fluidização (FI) se encontram abaixo da unidade. Os valores de FI (índice de fluidização) abaixo da unidade mostram que nem todas as partículas estão suspensas na corrente gasosa ascendente, por isso a fluidização não apresenta uma boa qualidade, este comportamento é válido tanto para leitos fluidizados convencionais como para leitos fluidizados modificados, como foi observado no trabalho de SANTANA *et al.* (1999).

Na Figura 4.10, para uma massa de sólidos de 900g, pode-se observar que aumentando a frequência de rotação do disco, o índice de fluidização (FI) encontra-se mais próximo da unidade. Portanto, utilizando os parâmetros de processo iguais a 900g de sólidos e $f_{rotação}$ igual a 15Hz, o peso das partículas encontra-se próximo ao valor da queda de pressão no leito e por isso o efeito da frequência de rotação domina as forças existentes entre as partículas proporcionando uma melhor qualidade de movimentação dos sólidos.

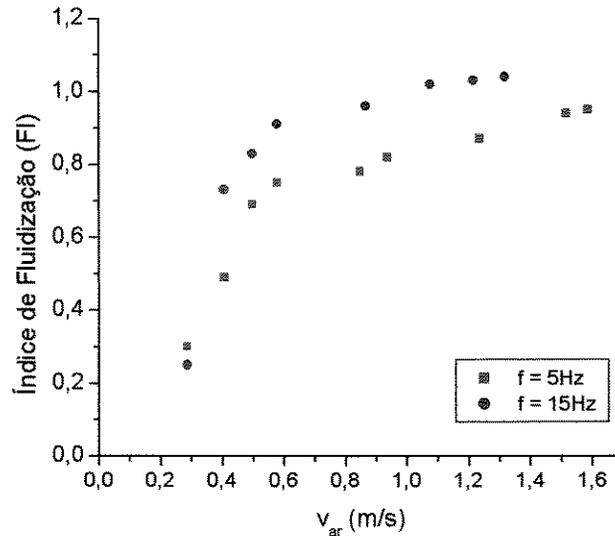


Figura 4.10 – Índice de fluidização em função da velocidade do ar, para $m = 900g$.

Comparando os resultados apresentados na Figura 4.8(b) com a Figura 4.10 e com as condições observadas visualmente durante a condução de cada experimento, pode-se concluir que os melhores parâmetros de processo obtidos para a fluidização do ácido 2-hidróxibenzóico em LFPR são 900g de sólidos e $f_{rotação}$ igual a 15Hz.

4.2.1 – Comparação das Curvas Fluidodinâmicas entre Três Diferentes Sistemas de Fluidização

Ainda com relação ao estudo fluidodinâmico do leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR), foram feitas algumas comparações entre três diferentes sistemas de fluidização. Comparou-se o LFPR e o LFC (leito fluidizado convencional) e também o LFPR e o LFAM, que já foi estudado mais detalhadamente por AMBROSIO (1999).

As curvas do leito fluidizado convencional (LFC) e do leito fluidizado agitado mecanicamente (LFAM) foram feitas com uma massa de sólidos igual a 1055g. Devido às limitações do leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR), já explicadas no Capítulo III, item 3.5, a massa de sólidos utilizada nos experimentos apresentados na Figura 4.11 foi de 900g.

A Figura 4.11 apresenta a comparação entre as curvas fluidodinâmicas obtidas para o LFC, o LFAM e o LFPR, nas três frequências de rotação estudadas. Nesta figura

pode-se notar que ocorre a suavização da curva de fluidização tanto para o LFPR quanto para o LFAM, se tais curvas forem comparadas com o LFC.

Esta suavização da curva fluidodinâmica foi obtida para os dois leitos fluidizados modificados, que ocorreu devido ao fornecimento da pulsação do gás, no caso do LFPR, e devido ao movimento dos sólidos facilitado pelo agitador mecânico colocado dentro do leito, no caso do LFAM. Estes movimentos provocados pela adição de algum dispositivo no leito fluidizado convencional facilitam o início do movimento das partículas e, portanto, o gás não precisa vencer o pico de queda de pressão. Tal pico de queda de pressão é apresentado quando o leito fluidizado convencional precisa vencer o regime de leito fixo e iniciar a fluidização incipiente, em seguida diminuindo a queda de pressão no leito devido ao aumento da porosidade no leito expandido.

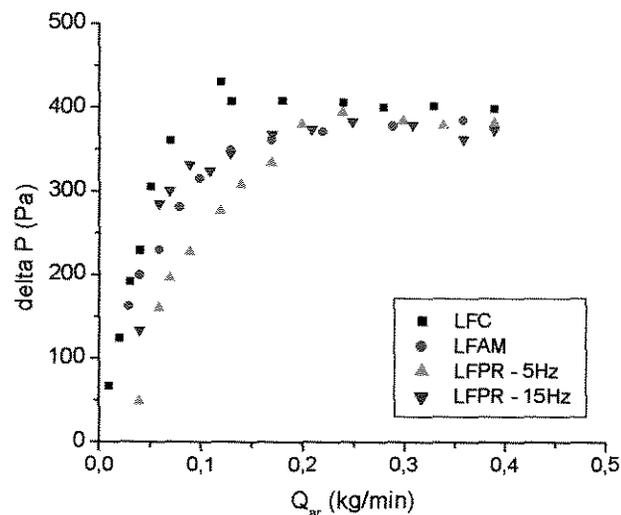


Figura 4.11 – Queda de pressão em função da vazão do ar para diferentes sistemas de fluidização. LFC, LFAM e LFPR para várias frequências de pulsação do disco.

Comparando as curvas do LFPR e do LFAM apresentadas na Figura 4.11, observa-se que os dois equipamentos apresentam a mesma faixa de queda de pressão de fluidização. O movimento das partículas foi favorecido por uma modificação no leito fluidizado, utilizando pulsação do gás ou agitação mecânica, que diminuiu a vazão de gás necessária para a fluidização e suavizou a curva fluidodinâmica devido à redução da queda de pressão no leito, principalmente da região de leito fixo.

4.3 – Estudo da Secagem do ácido 2-hidroxibenzóico

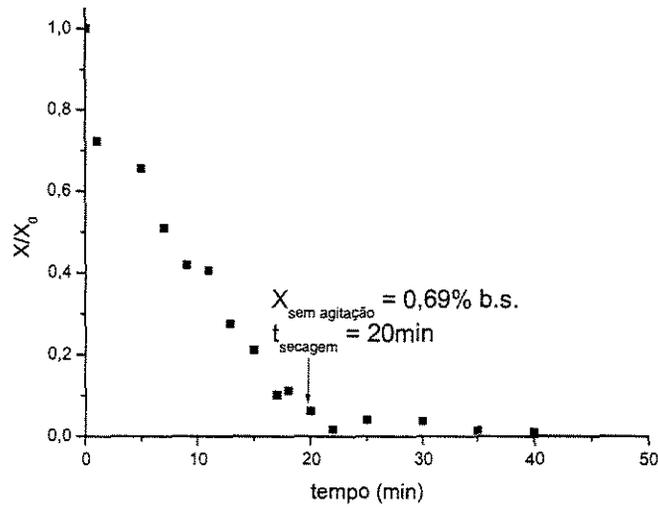
4.3.1 – *Secagem no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente (LFAM)*

A partir da metodologia apresentada no Capítulo III, item 3.5.1, foram obtidas as curvas experimentais de secagem (X/X_0 versus t), indicando o ponto em que a agitação mecânica não é mais necessária para que o leito continue no processo de fluidização.

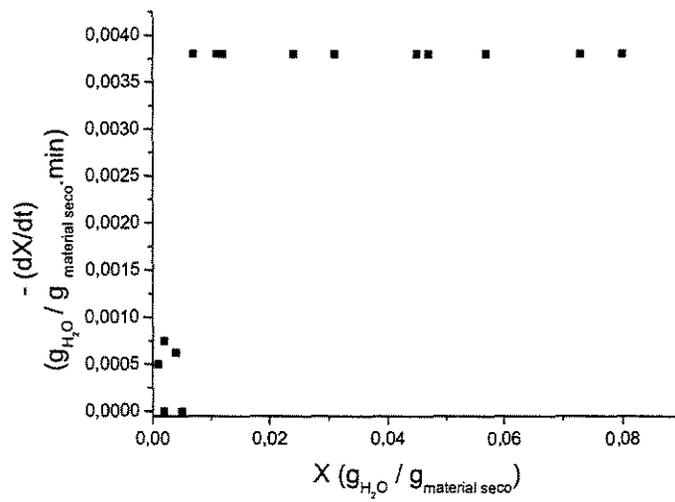
As Figuras 4.12 a 4.14 representam os ensaios experimentais realizados no leito fluidizado agitado mecanicamente, utilizando o método da estufa para a obtenção dos valores do conteúdo de umidade do sólido ao longo de cada experimento. As figuras (a) referem-se às curvas de secagem, enquanto que as (b) referem-se às curvas de taxa de secagem, nas condições experimentais estudadas.

Através da análise das Figuras 4.12(a) a 4.14(a) pode-se observar que a secagem do ácido 2-hidroxibenzóico apresenta os dois períodos de secagem (constante e decrescente), mas a secagem ocorre principalmente no período de taxa constante, como já foi apresentado em AMBROSIO (1999). Com a secagem ocorrendo principalmente a taxa constante sabe-se que grande parte do conteúdo de umidade do sólido encontra-se em sua superfície como água não-ligada, com pequena quantidade da umidade ligada ao sólido.

A curva da taxa de secagem $-(dX/dt)$ versus X está apresentada nas Figuras 4.12(b) a 4.14(b), podendo ser obtida em qualquer ponto através da diferenciação da curva X versus t . A taxa de secagem constante é obtida através da diferenciação da regressão linear do tipo $y = ax+b$, em que $a = -(dX/dt)$; e as taxas de secagem decrescente são obtidas pela diferenciação das curvas onde o ajuste linear não foi satisfatório.



(a)

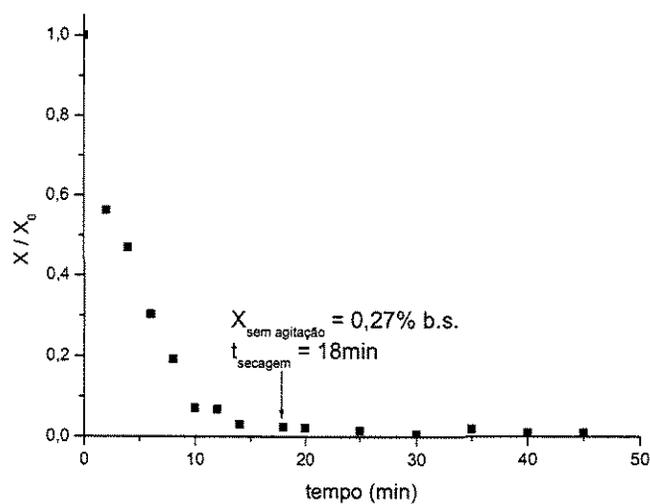


(b)

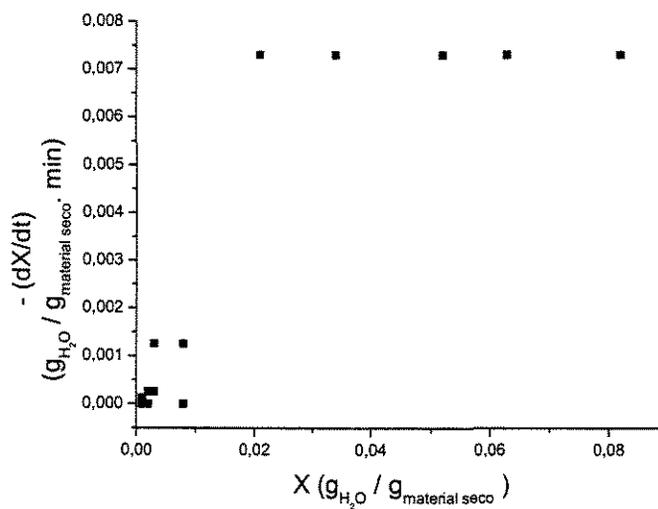
Figura 4.12 – (a) Curva de secagem para o Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida I

Condições experimentais: $T = 55^\circ\text{C}$, $f_{\text{agitação}} = 1,5\text{Hz}$, $v_{\text{gás}} = 1,83\text{m/s}$, $m = 1055\text{g}$,

$X_i = 7,3\% \text{ b.s.}$, $X_f = 0,10\% \text{ b.s.}$



(a)

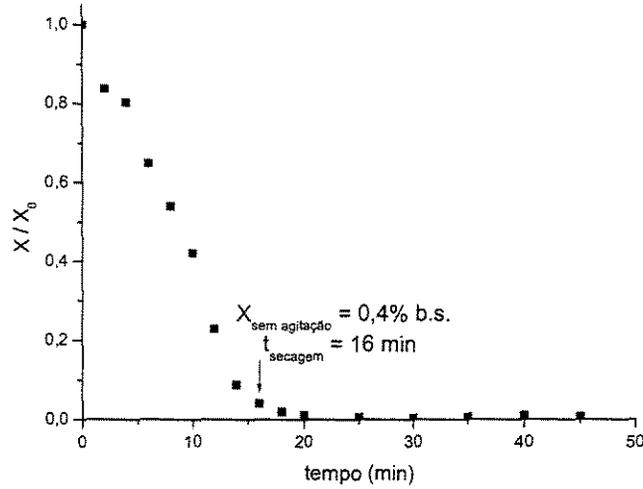


(b)

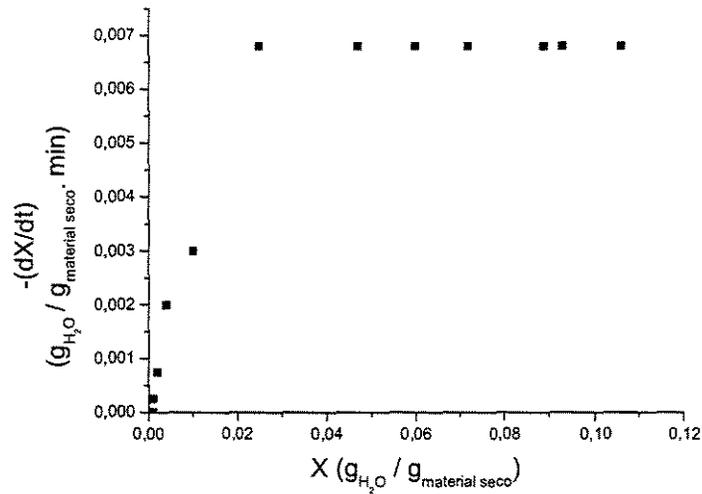
Figura 4.13 – (a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida II

Condições experimentais: $T = 85^\circ\text{C}$, $f_{\text{agitação}} = 1,5\text{Hz}$, $v_{\text{gás}} = 1,89\text{m/s}$, $m = 1055\text{g}$,

$$X_i = 8,2\% \text{ b.s.}, X_f = 0,11\% \text{ b.s.}$$



(a)



(b)

Figura 4.14 – (a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida III

Condições experimentais: $T = 100^\circ\text{C}$, $f_{\text{agitação}} = 1,5\text{Hz}$, $v_{\text{gás}} = 1,71\text{m/s}$, $m = 1055\text{g}$,

$X_i = 10,6\% \text{ b.s.}$, $X_f = 0,10\% \text{ b.s.}$

Com relação à determinação do conteúdo de umidade em que a agitação mecânica não era mais necessária para a fluidização convencional do leito, os resultados obtidos experimentalmente estão apresentados na Tabela 4.4. Deve-se destacar que o instante em que a agitação foi parada foi determinado visualmente.

Tabela 4.4 – Conteúdo de umidade que pode cessar a agitação mecânica no LFAM.

$T_{gás}$ (°C)	t (min)	X_i (%) b.s.	$X_{sem\ agitação}$ (%) b.s.	X_f (%) b.s.
55	20	7,3	0,69	0,10
85	18	8,2	0,27	0,11
100	16	10,6	0,40	0,10

Na Tabela 4.4 pode-se observar que no experimento utilizando a menor temperatura do gás (55°C) foi preciso que o tempo de secagem fosse um pouco maior (20min) para que o conteúdo de umidade diminuísse até o instante em que a agitação não era mais necessária e o leito continuasse a fluidizar. Aumentando a temperatura do gás para 85 e 100°C, o tempo de utilização da agitação mecânica diminuiu para 18 e 16 min, respectivamente. Este comportamento já era esperado pelo fato de que quanto maior a temperatura do gás, mais rápida é a secagem do sólido no início do processo e assim o conteúdo de umidade diminui mais rapidamente.

A Tabela 4.4 apresenta os valores de $X_{sem\ agitação}$ determinados visualmente, na qual observa-se que quando o conteúdo de umidade do sólido está abaixo de 0,7% b.s. a agitação do leito pode ser interrompida.

Comparando os valores de $X_{sem\ agitação}$ (Tabela 4.4) com os resultados mostrados nas Figuras 4.12 a 4.14, verifica-se que a interrupção da agitação coincide com o término do período de taxa de secagem constante, ou seja, quando a água superficial evapora totalmente, os mecanismos de transferência internos passam a dominar o processo de migração da umidade e as forças de coesão interpartículas diminuem significativamente possibilitando que o leito de sólidos fluidize sem o auxílio da agitação mecânica.

Desta forma, o ácido 2-hidroxibenzóico pode ser processado em um leito fluidizado convencional (LFC) quando não existir água livre na superfície dos cristais, existindo apenas água interna, ou seja, $X_{\text{sem agitação}} = X_{\text{crítico}}$ indicando a condição de eliminação da agitação mecânica. Enquanto houver umidade superficial ainda existe força de coesão entre as partículas, possivelmente do tipo pontes líquidas, e por isso não é possível que o sólido fluidize em um leito convencional. O valor do conteúdo final de umidade foi obtido abaixo do valor aceito no mercado (2000 ppm), mostrando que o LFAM é um bom processo de secagem mesmo retirando a agitação mecânica durante o processo de secagem.

4.3.2 – Secagem no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)

Seguindo a metodologia descrita no Capítulo III, item 3.5.2, foram obtidas as curvas experimentais de secagem (X/X_0) versus t , utilizando o leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR).

Para a realização dos experimentos foram utilizados dois lotes diferentes de amostra, em que cada um apresentava uma determinada faixa de conteúdo de umidade; sendo denominados lote A (3,5 a 5,5% b.s.) e lote B (6,5 a 10% b.s.). Por isso os valores de X_i , para cada corrida experimental, ficaram limitados pelos dois lotes A e B.

A velocidade do gás foi determinada a partir do estudo fluidodinâmico realizado para o sólido seco que determinou a v_{mfp} , e assim $v_{gás} \approx 3.v_{mfp}$. Os valores da frequência de rotação do disco também foram determinados através do estudo fluidodinâmico, utilizando nos ensaios de secagem 5 e 15Hz. A temperatura do gás de secagem foi determinada a partir de ensaios preliminares e a partir de dados apresentados por AMBROSIO (1999).

Foram realizados oito ensaios de secagem variando as condições experimentais, mostradas na Tabela 4.5.

Tabela 4.5 – Condições experimentais consideradas para os ensaios de secagem.

	X_i (%b.s.)	$v_{gás}$ (m/s)	$f_{rotação}$ (Hz)	$T_{gás}$ (°C)	$UR_{entrada}$ (%)	$t_{corrida}$ (min)	X_f (%b.s.)
Corrida 1	3,72	1,32	15	85	8	80	0,23
Corrida 2	6,55	1,30	15	65	8	80	0,27
Corrida 3	9,61	1,47	5	85	6	80	0,19
Corrida 4	5,31	1,52	5	65	8	80	0,16
Corrida 5	4,99	1,52	15	65	8	80	0,20
Corrida 6	10,0	1,44	15	85	6	80	0,22
Corrida 7	8,59	1,42	5	65	5	80	0,22
Corrida 8	4,52	1,36	5	85	6	80	0,19

As Figuras 4.15 e 4.16 são representativas das curvas de secagem obtidas para os oito experimentos realizados, que apresentaram os dois períodos da secagem: a taxa constante e a taxa decrescente, para os ensaios realizados nas condições experimentais apresentadas na Tabela 4.5.

As Figuras 4.15 e 4.16 apresentam valores de conteúdo final de umidade (X_f) em torno de 2000ppm, que é o padrão aceito no mercado mundial, mostrando que o processo de secagem utilizando o LFPR é eficiente para a secagem do ácido 2-hidroxibenzoico.

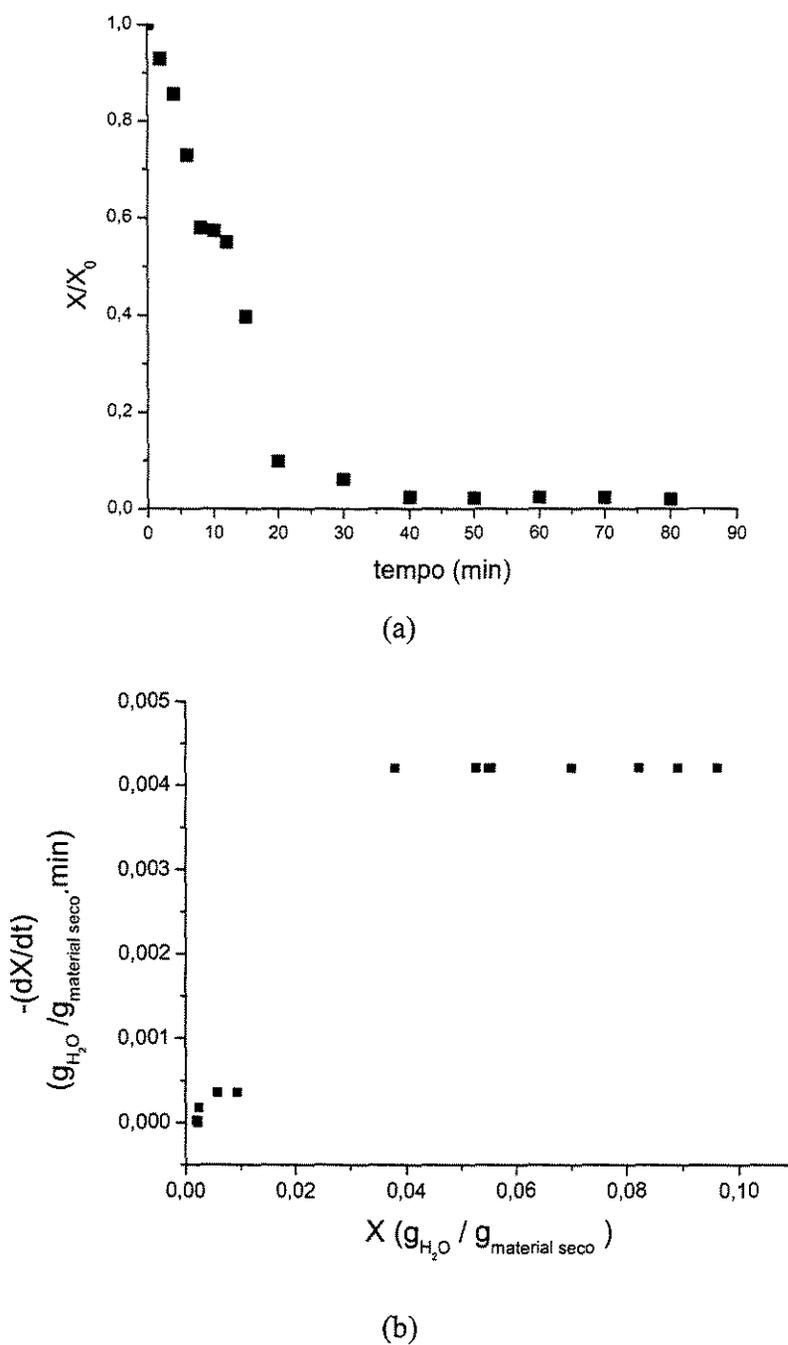
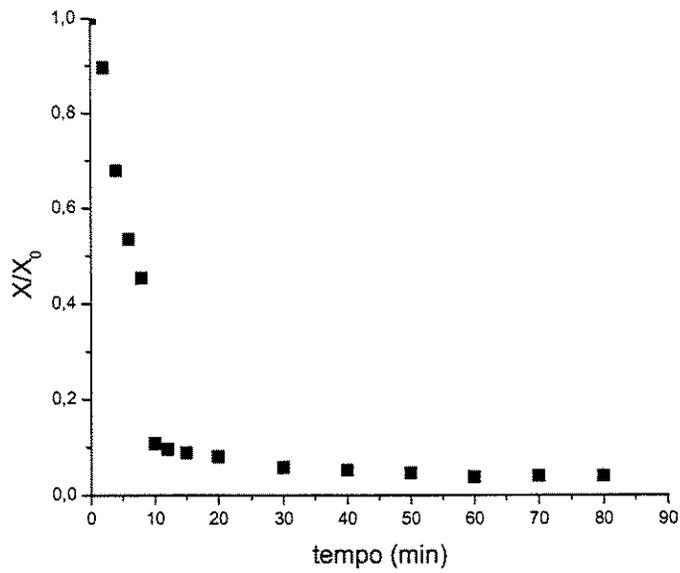


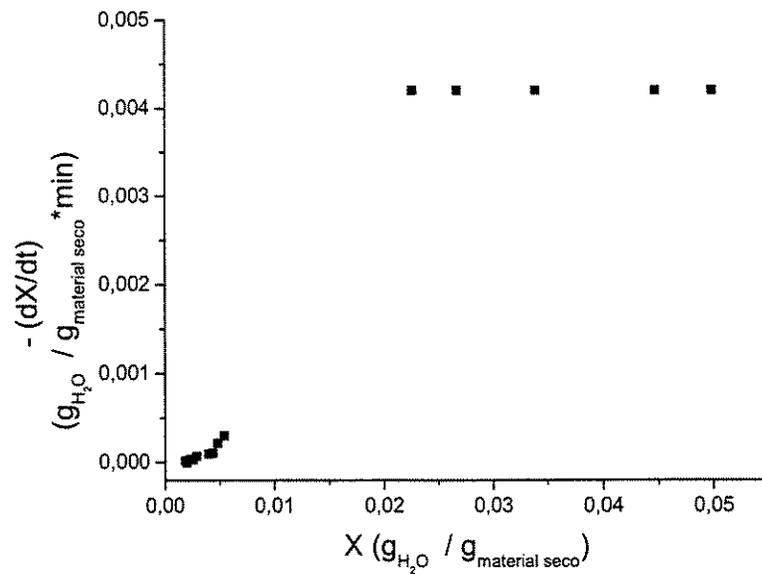
Figura 4.15 - (a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e

(b) Curva da taxa de secagem.

Corrida 3, $X_i = 9,61\%$ b.s., $T = 85^\circ\text{C}$, $f_{rotação} = 5\text{Hz}$, $X_f = 0,19\%$ b.s.



(a)



(b)

Figura 4.16 - (a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e

(b) Curva da taxa de secagem.

Corrida 5, $X_i = 4,99\%$ b.s., $T = 65^\circ\text{C}$, $f_{\text{rotação}} = 15\text{Hz}$, $X_f = 0,20\%$ b.s.

A temperatura do gás saindo do leito de partículas é acompanhada, em função do tempo, utilizando um termopar localizado a 10cm acima do leito de partículas, sendo repetido para os 8 experimentos.

A Figura 4.17 apresenta os dados de temperatura do gás na saída do leito de partículas em função do tempo, ao longo do processo de secagem, obtido para os experimentos realizados com $f_{rotação} = 5\text{Hz}$ e $T_{entrada}$ de 65 e 85°C. Pode-se observar que aumentando o tempo do processo de secagem a temperatura na saída do leito também aumenta, mas tende ao equilíbrio para tempos longos. Este comportamento ocorre porque nos processos de secagem sabe-se que a temperatura de entrada do gás é superior à temperatura de saída do gás; este fato ocorre porque o ar quente em contato com as partículas úmidas perde calor para promover o aquecimento do sólido e iniciar o processo de evaporação da água que levará à secagem deste. Assim, a medida em que a umidade é retirada, a temperatura do gás de saída é aumentada. Considerando o equipamento em estudo, além das perdas para o leito de partículas o gás também apresenta perda de energia para o ambiente uma vez que o leito não está isolado termicamente.

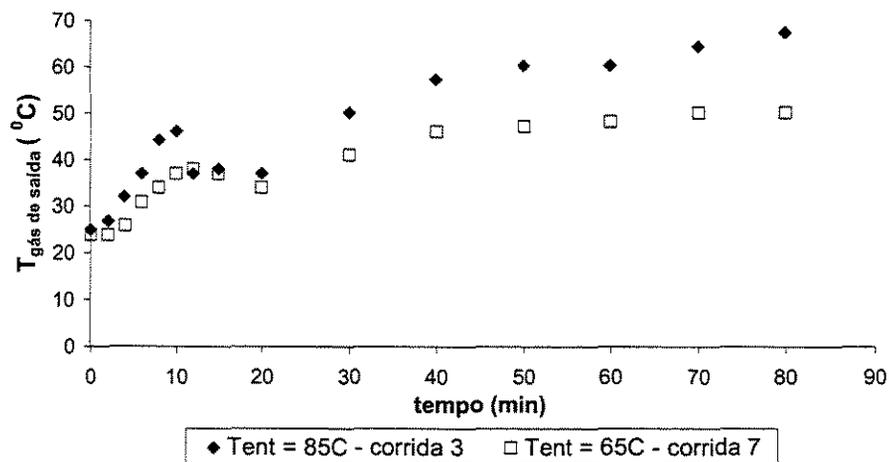


Figura 4.17 – Temperatura na saída do leito de partículas ao longo do tempo.

As Figuras 4.18 e 4.19 apresentam as curvas de secagem variando o conteúdo inicial de umidade (X_i) e mantendo constante $T_{gás}$, $f_{rotação}$ e $v_{gás}$.

Na Figura 4.18, nas condições do processo descritas, pode-se notar que o valor do conteúdo de umidade inicial apresenta uma forte influência no processo de secagem do

sólido. A influência de X_i sobre o tempo de secagem fica evidenciada pelo fato de que para a corrida 6 (com maior X_i) o período de taxa de secagem constante foi mais longo, cerca de 15 minutos. No entanto, X_i não teve influência sobre os valores da taxa de secagem no período constante para os dois experimentos avaliados.

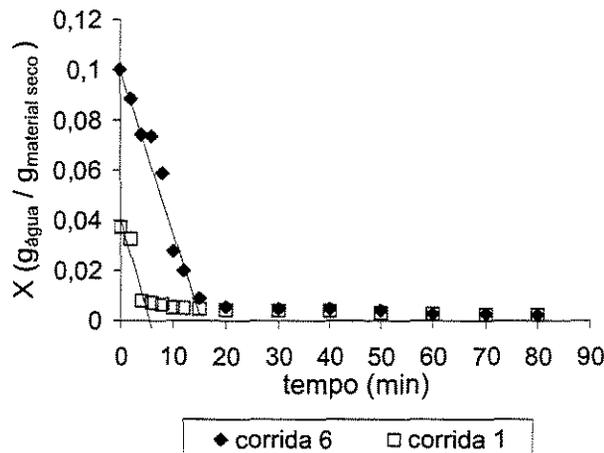


Figura 4.18 – Curvas de secagem do LFPR, variando o conteúdo inicial de umidade e mantendo constante os maiores valores de $T_{gás}$ e $f_{rotação}$.

corrida 1 – $X_i = 3,72\%$ b.s., $f_{rotação} = 15\text{Hz}$, $T_{gás} = 85^\circ\text{C}$, $X_f = 0,23\%$ b.s.,

$$-(dX/dt)_{constante} = 0,0071 \text{ (g}_{\text{água}} / \text{g}_{\text{material seco}} \cdot \text{min)}$$

corrida 6 – $X_i = 10\%$ b.s., $f_{rotação} = 15\text{Hz}$, $T_{gás} = 85^\circ\text{C}$, $X_f = 0,22\%$ b.s.,

$$-(dX/dt)_{constante} = 0,0065 \text{ (g}_{\text{água}} / \text{g}_{\text{material seco}} \cdot \text{min)}$$

As Figuras 4.18 e 4.19 mostram que, nas condições estudadas, o período de taxa constante para a corrida 7 (que possui maior X_i) é mais longo (30 minutos) se comparado com a corrida 4, e os valores das taxas de secagem no período constante para os dois experimentos estão muito próximos.

Comparando os resultados apresentados nas Figuras 4.18 e 4.19 pode-se concluir que a variação do valor de X_i , mantendo as condições externas constantes ($T_{gás}$, $f_{rotação}$ e $v_{gás}$), tem grande influência apenas sobre o tempo de secagem no período de taxa constante, pois quanto maior a umidade inicial do ácido 2-hidroxibenzóico mais longo é o período de taxa de secagem constante. Os valores obtidos para a taxa constante estão muito próximos, independente de X_i , porque como a secagem ocorre principalmente no período de taxa constante as condições externas que interferem nas transferências por convecção controlam o processo.

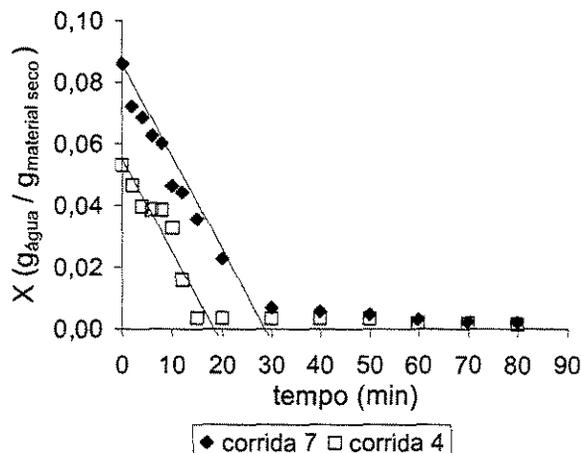


Figura 4.19 - Curvas de secagem do LFPR, variando X_i e mantendo constante os menores valores de $T_{gás}$ e $f_{rotação}$.

corrida 4 - $X_i = 5,31\%$ b.s., $f_{rotação} = 5\text{Hz}$, $T_{gás} = 65^\circ\text{C}$, $X_f = 0,16\%$ b.s.,

$$-(dX/dt)_{constante} = 0,0030 \text{ (g}_{\text{água}} / \text{g}_{\text{material seco}} \cdot \text{min)}$$

corrida 7 - $X_i = 8,59\%$ b.s., $f_{rotação} = 5\text{Hz}$, $T_{gás} = 65^\circ\text{C}$, $X_f = 0,22\%$ b.s.,

$$-(dX/dt)_{constante} = 0,0030 \text{ (g}_{\text{água}} / \text{g}_{\text{material seco}} \cdot \text{min)}$$

As Figuras 4.20 e 4.21 apresentam o estudo da influência de $f_{rotação}$ nas curvas de secagem, mantendo constante os valores da $T_{gás}$, de X_i e $v_{gás}$.

A Figura 4.20 mostra que os perfis das curvas de secagem estão muito próximos quando X_i é mantido aproximadamente constante, $T_{gás}$ constante e igual a 65°C e $f_{rotação}$ variando, e que o término do período de taxa de secagem constante para $f_{rotação}$ de 15Hz ocorre um pouco antes do experimento realizado para $f_{rotação}$ de 5Hz . O valor da taxa de secagem no período constante para a corrida 5 é maior comparado ao valor da corrida 4, que ocorre porque uma maior frequência de rotação facilita o movimento das partículas e melhora a troca de calor e massa durante a secagem.

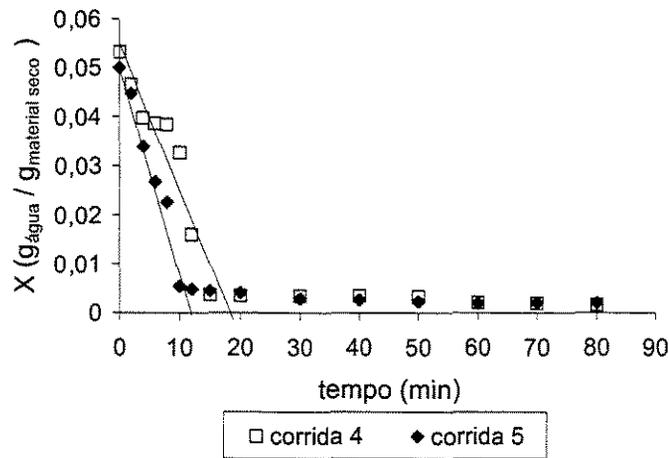


Figura 4.20 – Curvas de secagem do LFPR, variando $f_{rotação}$, e mantendo constante $T_{gás}$ e X_i .

corrida 4 – $f_{rotação} = 5\text{Hz}$, $X_i = 5,31\%$ b.s., $T_{gás} = 65^\circ\text{C}$, $X_f = 0,16\%$ b.s.,

$$-(dX/dt)_{constante} = 0,0030 \text{ (g água / g material seco.min)}$$

corrida 5 – $f_{rotação} = 15\text{Hz}$, $X_i = 4,99\%$ b.s., $T_{gás} = 65^\circ\text{C}$, $X_f = 0,20\%$ b.s.,

$$-(dX/dt)_{constante} = 0,0042 \text{ (g água / g material seco.min)}$$

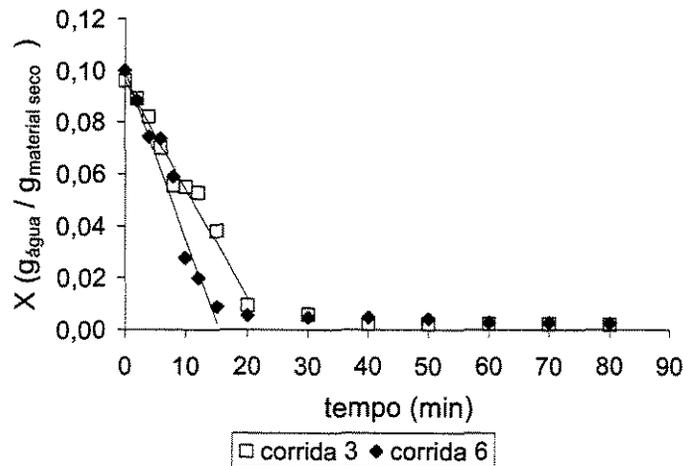


Figura 4.21 – Curvas de secagem do LFPR, variando $f_{rotação}$, e mantendo constante $T_{gás}$ e X_i .

corrida 3 – $f_{rotação} = 5\text{Hz}$, $X_i = 9,61\%$ b.s., $T_{gás} = 85^\circ\text{C}$, $X_f = 0,19\%$ b.s.,

$$-(dX/dt)_{constante} = 0,0042 \text{ (g água / g material seco.min)}$$

corrida 6 – $f_{rotação} = 15\text{Hz}$, $X_i = 10,0\%$ b.s., $T_{gás} = 85^\circ\text{C}$, $X_f = 0,22\%$ b.s.,

$$-(dX/dt)_{constante} = 0,0065 \text{ (g água / g material seco.min)}$$

A Figura 4.21 apresenta o mesmo comportamento da Figura 4.20, em que as curvas de secagem estão muito próximas quando X_i é mantido aproximadamente constante e $f_{rotação}$ varia. Também se pode observar que o término do período de taxa de secagem constante para $f_{rotação}$ de 15 Hz foi um pouco antes do experimento a 5 Hz. Comparando o valor da taxa constante para a corrida 6 (Figura 4.21) com o valor da taxa constante para a corrida 5 (Figura 4.20) pode-se concluir que, para a mesma frequência (15 Hz), quanto maior a temperatura do gás maior é o valor da taxa de secagem, mesmo para X_i mais elevado (corrida 6, Figura 4.21).

As Figuras 4.22 e 4.23 apresentam a influência da $T_{gás}$ nas curvas de secagem, considerando $f_{rotação}$ constante e X_i próximos.

A Figura 4.22 mostra que aumentando a temperatura do gás, e com altas frequências de rotação, o período de taxa de secagem constante termina mais rapidamente; este resultado pode não estar somente relacionado com a alta temperatura do gás mas também devido à diferença entre os valores de X_i , pois não foi possível conseguir pontos mais próximos. O valor da taxa constante obtido para a corrida 1 é maior do que o obtido para a corrida 5 porque a 85°C a velocidade de remoção da umidade é maior que a 65°C.

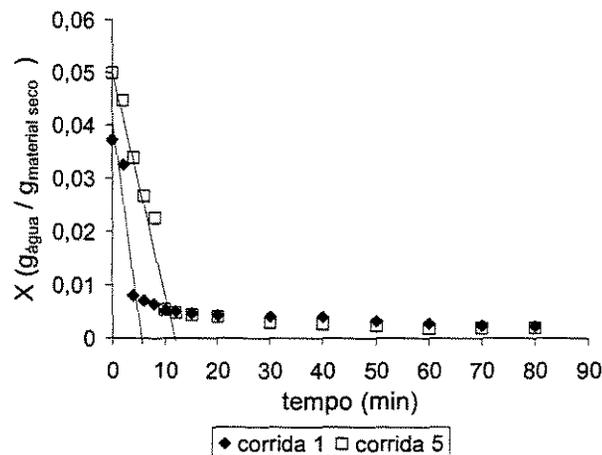


Figura 4.22 – Curvas de secagem do LFPR, variando $T_{gás}$ e $f_{rotação}$ e X_i constante.

corrida 1 – $T_{gás} = 85^{\circ}\text{C}$, $X_i = 3,72\%$ b.s., $f_{rotação} = 15\text{Hz}$, $X_f = 0,23\%$ b.s.,

$$-(dX/dt)_{constante} = 0,0071 \text{ (g}_{\text{água}} / \text{g}_{\text{material seco}} \cdot \text{min)}$$

corrida 5 – $T_{gás} = 65^{\circ}\text{C}$, $X_i = 4,99\%$ b.s., $f_{rotação} = 15\text{Hz}$, $X_f = 0,20\%$ b.s.,

$$-(dX/dt)_{constante} = 0,0042 \text{ (g}_{\text{água}} / \text{g}_{\text{material seco}} \cdot \text{min)}$$

Na Figura 4.23, como na Figura 4.22, observa-se o mesmo perfil das curvas de secagem entre os dois experimentos estudados, sendo que na corrida 8 o período de taxa de secagem constante termina um pouco antes do mesmo período para a corrida 4. Comparando os valores para as taxas de secagem constante para os dois experimentos pode-se observar que eles estão muito próximos, e que nestas condições a variação da temperatura do gás, e baixa frequência de rotação, não teve uma grande influência sobre a taxa, apenas sobre o tempo de secagem.

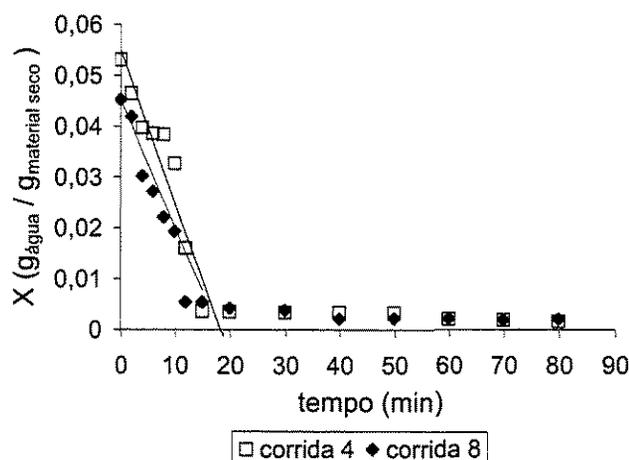


Figura 4.23 – Curvas de secagem do LFPR, variando $T_{gás}$ e $f_{rotação}$ e X_i constante.

corrida 4 – $T_{gás} = 65^{\circ}\text{C}$, $X_i = 5,31\%$ b.s., $f_{rotação} = 5\text{Hz}$, $X_f = 0,16\%$ b.s.,

$$-(dX/dt)_{constante} = 0,0030 \text{ (g água / g material seco.min)}$$

corrida 8 – $T_{gás} = 85^{\circ}\text{C}$, $X_i = 4,52\%$ b.s., $f_{rotação} = 5\text{Hz}$, $X_f = 0,19\%$ b.s.,

$$-(dX/dt)_{constante} = 0,0025 \text{ (g água / g material seco.min)}$$

Através dos estudos apresentados através das Figuras 4.18 a 4.23 pode-se concluir que X_i exerce influência na diminuição do tempo de secagem durante o período de taxa constante, assim como a utilização de um maior valor de $f_{rotação}$ (15Hz) e de $T_{gás}$ (85°C), dentro das faixas estudadas para cada parâmetro do processo de secagem.

4.3.3 – Comparação entre as curvas de secagem do ácido 2-hidroxibenzóico em LFAM e em LFPR

A Figura 4.24 mostra as curvas de secagem do LFAM e LFPR, nas quais observa-se que a secagem, nos dois equipamentos, apresentou dois períodos (constante e decrescente) sendo o período de taxa constante predominante no processo.

As curvas de secagem mostradas na Figura 4.24 sugerem que, nas condições experimentais estudadas, o LFAM apresentou um valor da taxa de secagem no período constante superior ao apresentado pelo LFPR no mesmo período, tendo como consequência um menor tempo de secagem. Estes resultados podem ser atribuídos a uma melhor movimentação dos sólidos no LFAM e, conseqüentemente, maiores coeficientes de transferência de calor e massa durante o processo de secagem.

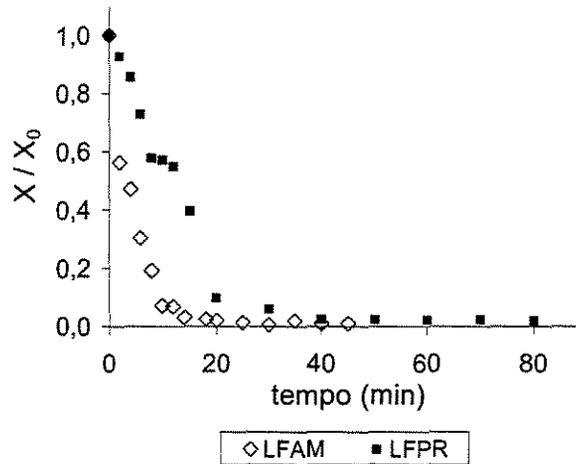


Figura 4.24 – Comparação das curvas de secagem obtidas para o LFAM e o LFPR.

LFAM – $m_{\text{sólidos}} = 1055 \text{ g}$, $T_{\text{gás}} = 85 \text{ °C}$, $f_{\text{agitação}} = 1,5 \text{ Hz}$, $v_{\text{gás}} = 1,89 \text{ m/s}$, $X_i = 8,2 \text{ \%b.s.}$,

$$X_f = 0,11 \text{ \%b.s.}, -(dX/dt)_{\text{constante}} = 0,0073 \text{ g}_{\text{água}}/\text{g}_{\text{material seco}} \cdot \text{min}$$

LFPR - $m_{\text{sólidos}} = 900 \text{ g}$, $T_{\text{gás}} = 85 \text{ °C}$, $f_{\text{rotação}} = 5 \text{ Hz}$, $v_{\text{gás}} = 1,47 \text{ m/s}$, $X_i = 9,61 \text{ \%b.s.}$,

$$X_f = 0,19 \text{ \%b.s.}, -(dX/dt)_{\text{constante}} = 0,0042 \text{ g}_{\text{água}}/\text{g}_{\text{material seco}} \cdot \text{min}$$

Devido às condições operacionais inerentes a cada equipamento, conforme explicado no item 3.5, não foi possível conduzir os experimentos exatamente nas mesmas condições de processo, principalmente com relação à frequência e velocidade do gás. Portanto, as curvas de secagem mostradas na Figura 4.24 têm como finalidade indicar o comportamento dos diferentes sistemas de fluidização utilizados.

4.4 – Análise da Fluidez do Sólido Seco

4.4.1 – Análise de Fluidez do Ácido 2-hidroxibenzoico utilizando o Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente (LFAM)

O objetivo da análise de fluidez das amostras retiradas em dois diferentes pontos do processo é avaliar a evolução da fluidez do material ao longo da secagem.

Neste teste utiliza-se uma amostra retirada no ponto onde a agitação era interrompida para a continuidade do processo de secagem, indicado na Figura 4.15 (a), realizada no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente. Para efeito de comparação entre dois processos diferentes de secagem, também é analisada uma amostra de sólido comercial que foi seca em secador “flash”, porque diferentes secadores produzem sólidos com diferentes características de escoamento, como pode ser observado nos resultados apresentados na Tabela 4.6.

A Tabela 4.6 apresenta os resultados da análise de escoabilidade obtidos no equipamento Powder Characteristics Tester. Com os valores das densidades “bulk” e “tap” calcula-se a Razão de Hausner, que também é indicativo do comportamento de fluidez para sólidos particulados.

Tabela 4.6 - Resultados obtidos no Powder Characteristics Tester para o LFAM

Propriedades medidas	Amostra Experimental		Amostra Comercial (Seca)
	Intermediária (X = 0,27% b.s.)	Seca (X = 0,11% b.s.)	
densidade “bulk” (ρ_b) (g/cm ³)	0,519	0,558	0,445
densidade “tap” (ρ_t) (g/cm ³)	0,681	0,674	0,684
ângulo de repouso (°)	42,9	42,9	44,4
Índice de Carr (I_{carr}) (%)	23,8	17,2	34,9
Razão de Hausner (RH)	1,31	1,21	1,54

Os valores de ângulo de repouso obtidos através da Análise do Hosokawa, maiores que 40°, indicam que o material tem uma escoabilidade ruim, pois segundo CARR (1965) quanto menor o ângulo de repouso melhor a escoabilidade do material. Para confirmar estes resultados os valores do Índice de Carr e da razão de Hausner estão analisados a seguir.

Através dos valores encontrados para o Índice de Carr (compressibilidade) apresentados na Tabela 4.6, e de acordo com CARR (1965), pode-se observar que:

- comparando a amostra experimental intermediária e a amostra seca, existe uma melhoria no índice de compressibilidade do sólido ao longo da secagem, ou seja, existe uma diminuição do I_{carr} de 23,8% para 17,2% classificando o sólido como de escoamento livre;
- comparando a amostra experimental e a amostra comercial, vemos que o I_{carr} experimental é 17,2% e I_{carr} comercial é 34,9%, isto mostra que a amostra experimental tem escoamento livre, e a amostra comercial não.

Com relação à Razão de Hausner e observando os valores da Tabela 4.6 tem-se que:

- comparando a amostra experimental intermediária e a amostra seca, e de acordo com GELDART *et al.* (1984), nota-se que a amostra intermediária com $HR = 1,31$ apresenta características de um grupo de transição AC, enquanto que a amostra seca apresenta $HR = 1,21$, que está na faixa dos materiais de escoamento livre pertencente ao grupo A. O grupo AC apresenta características dos grupos A e C;
- HR experimental é 1,21 para materiais de escoamento livre do grupo A, e o HR comercial é 1,54 para materiais coesivos do grupo C. Os valores de HR implicam em afirmar que o sólido experimental tem melhor fluidez que o sólido comercial analisado.

Tais valores para I_{carr} e para a Razão de Hausner mostram que o ácido 2-hidroxibenzóico seco no Leito Fluidizado Agitado Mecanicamente é menos compressível e tem melhor escoabilidade que o sólido comercial aqui analisado.

4.4.2 – Análise de Fluidez do Ácido 2-hidroxibenzóico utilizando o Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)

Nesta etapa de análise são utilizadas amostras retiradas no final dos experimentos de secagem feitos no LFPR. A Tabela 4.7 apresenta os resultados obtidos para as corridas 2, 3 e 7, apresentados anteriormente na Tabela 4.5, além de comparar com os resultados obtidos para a amostra do sólido comercial já apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.7 - Resultados obtidos no Powder Characteristics Tester para o LFPR

Propriedades medidas	Amostra Experimental			Amostra Comercial
	corrida 2	corrida 3	corrida 7	
densidade “bulk” (ρ_b) (g/cm ³)	0,541	0,515	0,501	0,445
densidade “tap” (ρ_t) (g/cm ³)	0,665	0,637	0,632	0,684
ângulo de repouso (°)	41,4	38,2	45,3	44,4
Índice de Carr (I_{Carr}) (%)	18,6	19,1	20,7	34,9
Razão de Hausner (RH)	1,23	1,24	1,26	1,54

Os valores de ângulo de repouso obtidos através da Análise do Hosokawa e mostrados da Tabela 4.7, em torno de 40°, indicam que o material não apresenta boa escoabilidade, pois segundo CARR (1965) quanto menor o ângulo de repouso melhor a escoabilidade do material. Para confirmar estes resultados, os valores do Índice de Carr e da razão de Hausner também estão sendo analisados.

Através dos valores encontrados para o Índice de Carr (compressibilidade) apresentados na Tabela 4.7, e de acordo com CARR (1965), observa-se que:

- as amostras experimentais das corridas 2 e 3 apresentam um valor para I_{Carr} dentro da faixa de pós que apresentam escoamento livre, ou seja, $I_{Carr} \leq 20\%$. A amostra do experimento 7 apresenta $I_{Carr} = 20,7$ que é bastante próximo do limite de pós com escoamento livre e próximo aos valores encontrados para as corridas 2 e 3. Portanto, os três experimentos realizados no LFPR apresentam comportamento de pós com escoamento livre;

- comparando a amostra experimental e a amostra comercial observa-se que os valores para o I_{Carr} são muito diferentes, sendo que para a amostra comercial $I_{Carr} = 34,9$. Tal valor indica que o sólido comercial tem uma escoabilidade muito pobre.

Com relação à Razão de Hausner e observando a Tabela 4.7 tem-se que:

- as amostras experimentais das corridas 2 e 3 apresentaram um valor para HR bastante próximos e abaixo de 1,25 que, de acordo com GELDART *et al.* (1984), estas amostras apresentaram características do grupo A, com escoamento livre. Já a amostra 7 apresentou $HR = 1,26$, próximo dos valores obtidos para as corridas 2 e 3, e por isso também indica o comportamento do grupo A;
- para o sólido comercial $HR = 1,54$, característico para materiais coesivos do grupo C, enquanto que as amostras experimentais apresentam HR para materiais do grupo A. Este valor para HR do sólido comercial mostra que este sólido não apresenta boa fluidez.

Estes valores encontrados para o I_{Carr} e para a Razão de Hausner mostram que o ácido 2-hidroxibenzóico seco no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo é menos compressível e tem melhor escoabilidade que o mesmo sólido comercial analisado.

4.4.3 – Análise de Fluidez do Ácido 2-hidroxibenzóico, comparação entre LFPR, LFAM e Tecnologia Comercial

As condições de secagem utilizadas no leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR), para a corrida 2, foram: $T_{gás} = 65^{\circ}\text{C}$, $v_{gás} = 1,30\text{m/s}$, $f_{rotação} = 15\text{Hz}$, $X_i = 6,55\%$ b.s. e $X_f = 0,27\%$ b.s. As condições de secagem no processo em leito fluidizado agitado mecanicamente (LFAM) foram: $T_{gás} = 85^{\circ}\text{C}$, $v_{gás} = 1,89\text{m/s}$, $f_{agitação} = 1,5\text{Hz}$, $X_i = 8,2\%$ b.s. e $X_f = 0,11\%$ b.s. O sólido comercial isento de umidade foi seco industrialmente em um secador “flash” pneumático, e as condições de processo não são conhecidas, como a $T_{gás}$ e o conteúdo de umidade inicial.

A Tabela 4.8 apresenta resultados obtidos para a análise de fluidez de sólidos secos através de processos de secagem diferentes.

Como pode ser observado na Tabela 4.8, os dois processos de secagem estudados neste trabalho (LFAM e LFPR) apresentam comportamento de fluidez semelhante, mesmo usando condições de operação ligeiramente diferentes, e o comportamento dos sólidos de escoamento livre do grupo A, segundo a classificação de Geldart.

Tabela 4.8 - Resultados obtidos no Powder Characteristics Tester

Propriedades medidas	Amostra LFPR (corrida 2)	Amostra LFAM	Amostra Comercial
densidade “bulk” (ρ_b) (g/cm³)	0,541	0,558	0,445
densidade “tap” (ρ_t) (g/cm³)	0,665	0,674	0,684
ângulo de repouso (°)	41,4	42,9	44,4
Índice de Carr (I_{Carr}) (%)	18,6	17,2	34,9
Razão de Hausner (RH)	1,23	1,21	1,54

Comparando estas duas tecnologias com a tecnologia comercial conclui-se que o leite fluidizado faz com que os sólidos nele secos apresentem um comportamento de fluidez bem melhor que o obtido para o sólido seco no secador comercial.

4.5 – Isotermas de Dessorção

Uma das maiores importâncias de se conhecer as isotermas de sorção de um material é que as isotermas fornecem os teores mínimos de umidade que cada material pode atingir quando armazenado em um ambiente com umidade relativa controlada.

As temperaturas utilizadas para a determinação das isotermas de dessorção devem estar próximas das temperaturas dos locais em que, provavelmente, o material estudado possa vir a ser armazenado. Tais temperaturas estudadas foram 15, 25, 35 e 45°C. Tentou-se avaliar tais isotermas para as temperaturas de 15 e de 45°C, mas por problemas no decorrer das análises seus valores não foram coerentes com o esperado, e por isso não estão

colocadas neste trabalho. As isotermas de dessorção não foram feitas nas temperaturas dos experimentos de secagem devido à limitação da estufa incubadora, onde o equipamento de análise está inserido, que trabalha numa temperatura máxima de 50°C.

A Figura 4.25 apresenta as isotermas de dessorção obtidas para as temperaturas de 25 e 35°C, através da utilização do Método Dinâmico de determinação de isotermas com o uso do equipamento DVS 2/2000 (SMS), segundo a metodologia descrita no Capítulo III.

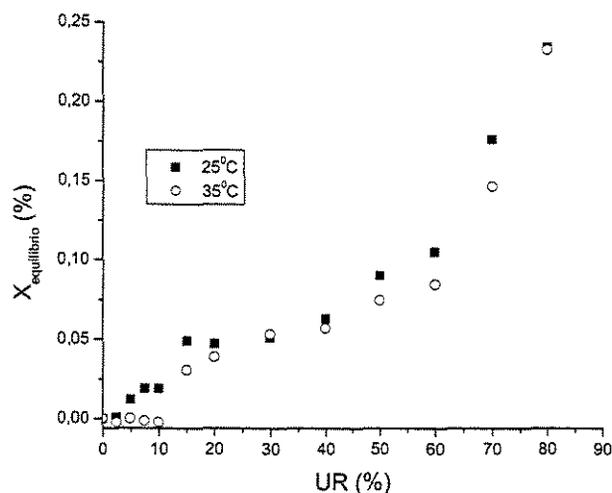


Figura 4.25 - Isotermas de Dessorção a $T = 25^{\circ}\text{C}$ e $T = 35^{\circ}\text{C}$.

Na Figura 4.25 observa-se que a forma obtida para a isoterma de dessorção de água é aproximada para uma isoterma do Tipo II, ou isoterma de BET (WEBB e ORR, 1997); e que os valores de $X_{equilíbrio}$ diminuem com o aumento da temperatura.

A isoterma do Tipo II é típica para sólidos que apresentam diâmetro de poros maior que microporos, ou seja, materiais que apresentam distribuição de tamanho de poros na faixa de mesoporos e/ou macroporos, concordando e corroborando com os resultados apresentados através da análise de Porosimetria por Intrusão de Mercúrio, mostrados nas Figuras 4.1 e 4.2.

Na Figura 4.25 ainda pode-se observar que para valores de umidade relativa (UR) maiores que 40% há um crescimento exponencial de $X_{equilíbrio}$, indicando que este é um valor limitante para o ambiente de armazenamento do ácido 2-hidroxibenzóico.

4.6 – Análise Morfológica Utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

O microscópio eletrônico de varredura (MEV) é utilizado com o objetivo de se fazer uma análise morfológica dos cristais, verificando possíveis alterações nos cristais devido aos diferentes sistemas de secagem empregados. Para tanto, utiliza-se uma amostra seca em condições brandas, em estufa a vácuo a 60°C por 24 horas, uma amostra do sólido comercial que é seco em secador “flash” pneumático, uma amostra seca em LFAM, e amostras secas em diferentes condições no secador LFPR.

As Figuras 4.26 a 4.30 apresentam as micrografias obtidas no MEV para as amostras estudadas. Tais micrografias foram ampliadas em 150x e as amostras tiveram tratamento de superfície com ouro.

A Figura 4.26 mostra o material *in natura*, ou seja, o material ainda não sofreu nenhum processo de secagem, apenas sendo seco em condições brandas para poder ser analisado no MEV, uma vez que este equipamento não permite que amostras úmidas sejam fotografadas.

Comparando as Figuras 4.26 e 4.27 pode-se perceber que após o sólido ter sido seco no secador “flash” pneumático, os cristais sofreram quebras significativas devido ao processo de secagem empregado e, conseqüentemente, ocorre a diminuição de tamanho e um aumento na geração de finos.

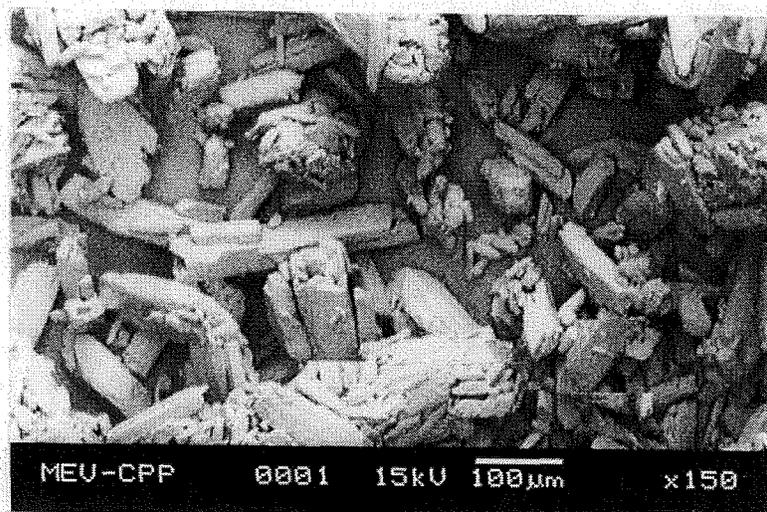


Figura 4.26 – Material seco em estufa a vácuo. Ampliação 150x.

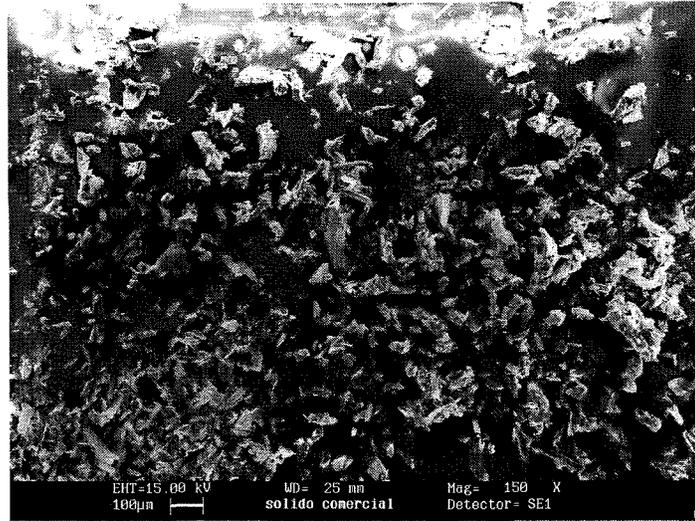


Figura 4.27 – Sólido comercial seco em “flash” pneumático. Ampliação 150x.

Comparando as Figuras 4.26, 4.28 e 4.29, sendo as duas últimas secas no secador LFPR a diferentes temperaturas, nota-se que o tamanho dos cristais estão bastante próximos, significando que o secador de LFPR não danifica o sólido durante o processo de secagem na faixa de temperatura estudada (65 e 85°C), se comparar com a Figura 4.27 que mostra o sólido comercial.

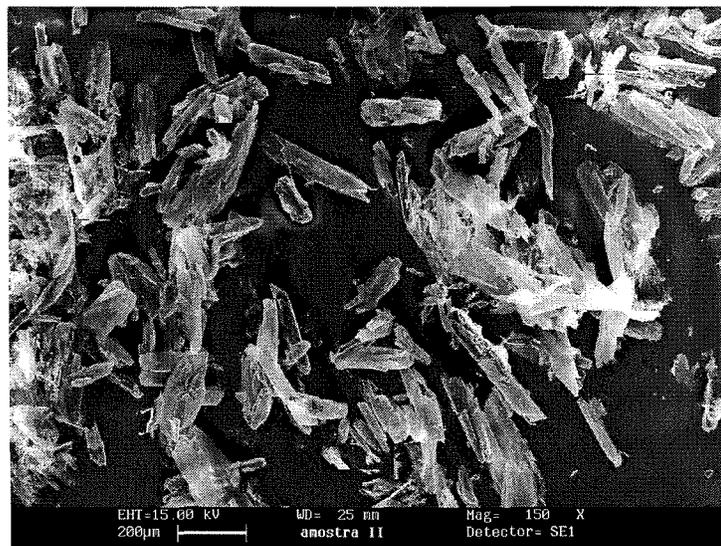


Figura 4.28 – Amostra seca no LFPR a 65°C. Ampliação 150x.

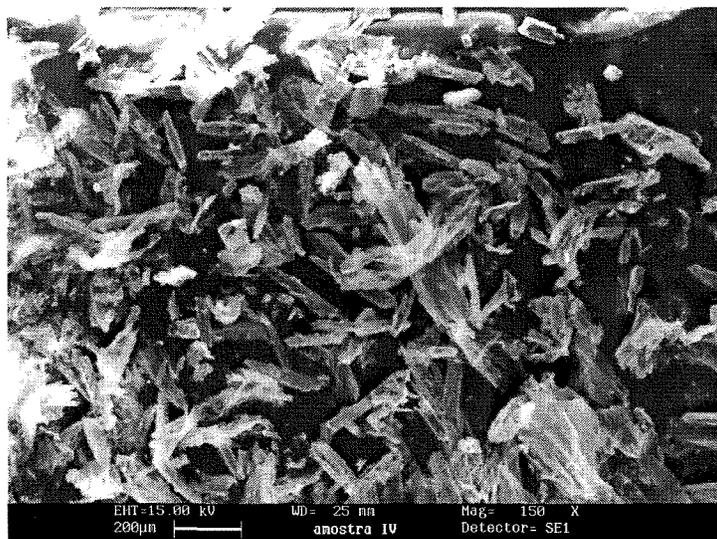


Figura 4.29 – Amostra seca no LFPR a 85°C. Ampliação 150x.

Comparando as Figuras 4.27, 4.28 e 4.29 observou-se que o LFPR produz cristais secos maiores do que os cristais da amostra comercial. Com relação ao tamanho da partícula, o LFPR, nas condições de processo avaliadas, é um processo de secagem mais brando e por isso danifica em menor intensidade os cristais produzidos, se comparado com o sólido comercial em estudo.

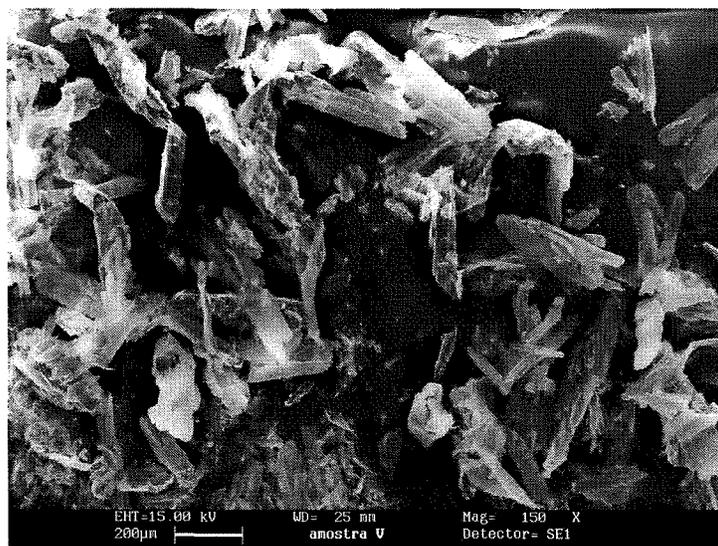


Figura 4.30 – Amostra seca no LFAM a 85°C. Ampliação 150x.

Observando as Figuras 4.28 a 4.30 é possível notar que nas microfotografias quase não existe a presença de finos; isto porque durante os experimentos de secagem foi observado o arraste de finos do leito para o ciclone localizado em sua saída. O importante a ser observado nestas figuras é que as agulhas apresentadas não foram quebradas durante o processo de secagem realizado tanto no LFAM quanto no LFPR, mantendo sua forma de agulhas originárias do processo de cristalização.

Analisando as Figuras 4.28, 4.29 e 4.30 pode-se perceber que os cristais que foram secos no LFPR e no LFAM apresentam tamanho e forma bastante semelhantes. Portanto, os dois processos avaliados, LFAM e o LFPR, não danificam os cristais durante a secagem e o sólido no final da secagem tem boa fluidez, com um conteúdo final de umidade abaixo de 2000 ppm, que é o valor aceito no mercado mundial.

4.7 – Análise da Distribuição Granulométrica dos Sólidos

Como dito anteriormente, o material úmido proveniente da indústria e utilizado neste trabalho estava dividido em dois lotes chamados de lote A (menos úmido) e lote B (mais úmido). Devido a problemas com a quantidade de amostras retiradas no final do processo de secagem para os experimentos realizados com o lote A não foi possível a determinação da distribuição granulométrica destas amostras; portanto, foram apresentados apenas os resultados obtidos para os experimentos realizados utilizando amostras retiradas do lote B. Amostras do lote B foram secas em estufa a 60°C por 24 horas com o objetivo de comparar o material seco em condições brandas com as amostras submetidas ao processo de secagem em LFAM, LFPR e com o sólido comercial seco em um “flash” pneumático.

A Tabela 4.9 apresenta os resultados para o diâmetro médio de Sauter obtidos para o lote B, para as amostras das corridas 1,3 e 7 secas em LFPR, com as condições operacionais apresentadas na Tabela 4.5, para as amostras das corridas secas em LFAM.

Observando os valores apresentados para o diâmetro médio de Sauter, considerando todas as situações de processo, é difícil tirar alguma conclusão através de uma análise simples e direta. Baseado nos trabalhos de SILVA-MORIS e ROCHA (2002) e de

MORIS (2002), em que estudaram a distribuição granulométrica do ácido adípico, foram construídos polígonos de frequência para as condições experimentais mostradas na Tabela 4.9.

Tabela 4.9 – Diâmetro médio de Sauter para o lote B, para os sólidos secos em LFAM e LFPR, e para a amostra comercial.

	Método de secagem	d_p (μm)
lote B	estufa – 60°C	258,7
corrida 2	LFPR - 65°C, 1,3m/s, $f_{\text{rotação}} = 15\text{Hz}$	208,1
corrida 3	LFPR - 85°C, 1,47m/s, $f_{\text{rotação}} = 5\text{Hz}$	192,0
corrida 7	LFPR - 65°C, 1,42m/s, $f_{\text{rotação}} = 5\text{Hz}$	215,1
corrida I	LFAM / LFC - 55°C, 1,89m/s, $t_{\text{agit}} = 18\text{min}$	262,7
corrida II	LFAM / LFC - 85°C, 1,83m/s, $t_{\text{agit}} = 20\text{min}$	200,0
amostra comercial	“flash” pneumático	148,2

As Figuras 4.31 a 4.34 mostram as distribuições granulométricas através dos polígonos de frequência, que representam a percentagem retida em cada peneira em função do diâmetro de abertura de cada peneira (MORIS, 2002), que foram obtidos através da análise granulométrica do lote B e das amostras secas no leito fluidizado agitado mecanicamente (LFAM), no leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR), e da amostra do sólido comercial.

A Figura 4.31 mostra o polígono de frequência para o lote B, que é um lote de material úmido que foi amostrado na indústria em um ponto anterior à entrada do secador “flash” pneumático, comparando com o sólido comercial seco, onde se pode observar uma distribuição monomodal. A distribuição granulométrica comprovou realmente que o sólido comercial seco no “flash” pneumático possui um diâmetro médio muito menor após a secagem.

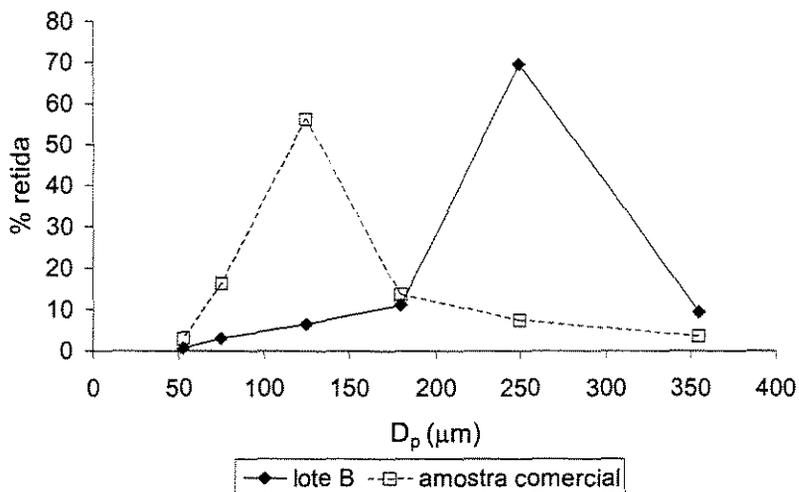


Figura 4.31 – Polígono de frequência – lote B e sólido comercial.

A figura 4.32 apresenta as corridas 3 e 7, que foram secas no leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR) e submetidas a diferentes temperaturas do gás de secagem (65 e 85°C), mesma velocidade do gás e $f_{rotação}$. Nesta figura pode-se notar que o polígono de frequência da corrida 3 foi mais amplo se comparado ao lote B e à corrida 7, conseqüentemente o diâmetro médio de Sauter obtido para esta amostra foi um pouco menor.

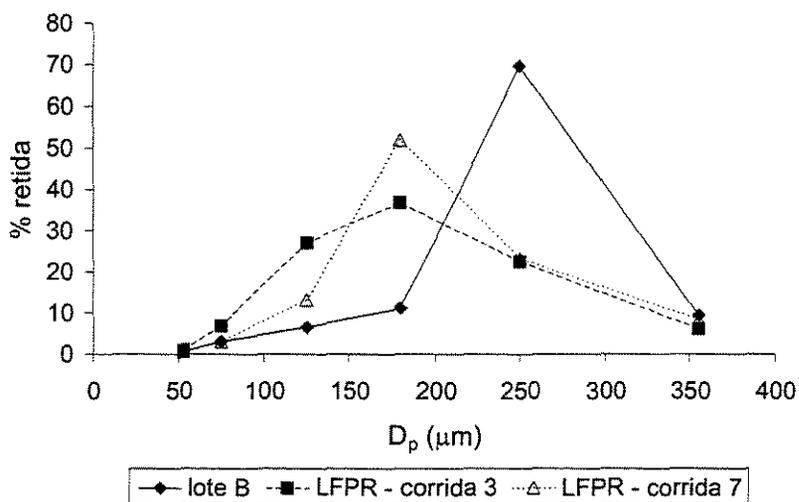


Figura 4.32 – Polígono de frequência – lote B e amostras secas no LFPR.

A Figura 4.33 apresenta o polígono de frequência para as amostras que foram secas no leito fluidizado agitado mecanicamente (LFAM), para diferentes temperaturas do gás de secagem (55 e 85°C) e mesma velocidade do gás e $f_{agitação}$. A corrida II, que foi realizada a 85°C, apresentou um polígono de frequência com uma distribuição mais ampla e monomodal, comparado com a corrida I, que foi realizada a 55°C, que apresentou duas regiões mais concentradas, mostrando que durante o processo de secagem houve quebra dos cristais em tamanhos diferentes.

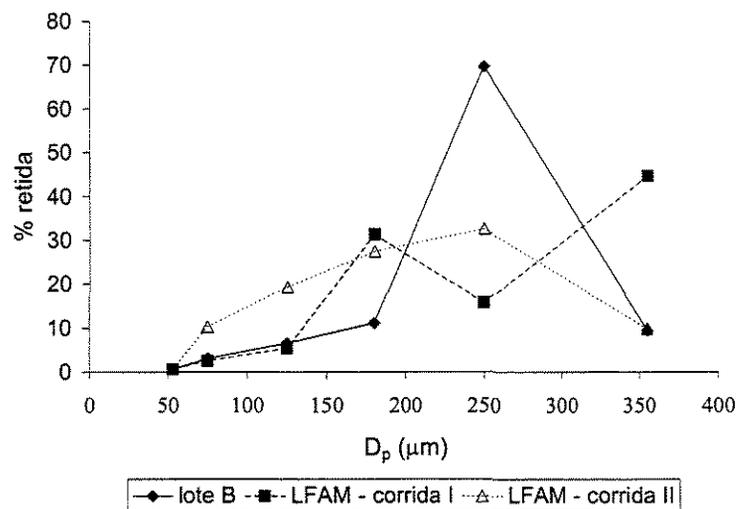


Figura 4.33 – Polígono de frequência – lote B e amostras secas no LFAM.

A Figura 4.34 apresenta os polígonos de frequência construídos para a comparação entre a amostra seca no LFAM, a amostra seca no LFPR ambas a 85°C, mas com $f_{agitação}$ (1,5Hz) \neq $f_{rotação}$ (5Hz) devido às limitações de cada processo, a amostra do sólido comercial seco no “flash” pneumático e o lote B.

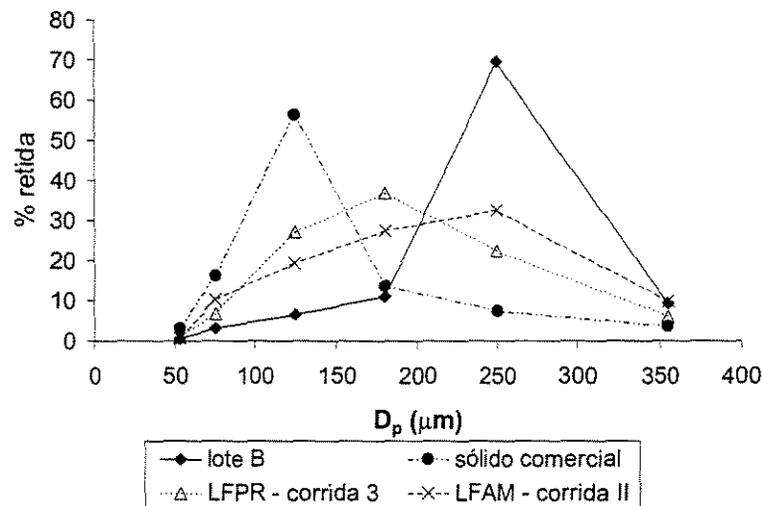


Figura 4.34 – Polígono de frequência – lote B e amostras secas no LFAM.

Na Figura 4.34 nota-se uma distribuição monomodal para as três tecnologias de secagem comparadas, sendo mais ampla para as amostras do LFAM e LFPR. O sólido comercial apresentou um diâmetro médio de Sauter menor comparado com as amostras do LFPR e do LFAM, mostrando que as tecnologias de fluidização modificadas, nas condições estudadas, foram menos destrutivas e quebraram menos os cristais durante o processo de secagem. Comparando o LFPR e o LFAM observou-se que os diâmetros médios de Sauter para as partículas secas foram bastante próximos, considerando a mesma temperatura de secagem, mas em frequências diferentes, mostrando que tanto o LFAM quanto o LFPR não provocaram quebras significativas no cristal durante o processo de secagem.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

5.1 – Conclusões

Neste trabalho foram avaliados dois diferentes sistemas de fluidização, o leito fluidizado agitado mecanicamente - LFAM, dando continuidade ao estudo iniciado por AMBROSIO (1999), e o leito fluidizado pulsado rotativo – LFPR, que foram estudados para avaliar uma tecnologia alternativa para o processamento de sólidos que não fluidizam em leitos fluidizados convencionais.

As principais conclusões obtidas neste trabalho podem ser observadas a seguir.

- Através das análises de caracterização física do ácido 2-hidróxibenzóico foi determinado que é um sólido mesoporoso, através da Porosimetria por Intrusão de Mercúrio e também pelas Isotermas de Dessorção de Água e, portanto grande parte da umidade está localizada em sua superfície. A análise de TGA determinou o comportamento da secagem do sólido até a total sublimação da amostra, mostrando que a sublimação do sólido ocorre apenas após a evaporação de toda a água presente no sólido.
- Com relação ao estudo da secagem em LFAM foi determinado visualmente o momento de interrupção da agitação e, através dos resultados obtidos pelas curvas de secagem observou-se que o momento de interrupção ($X_{sem\ agitação} = 0,7\%b.s.$) coincide com o final do período de taxa de secagem constante. Após a interrupção da agitação, o leito passou a fluidizar da maneira convencional até o final do processo de secagem.

- Foi realizado o estudo fluidodinâmico do leito fluidizado pulsado rotativo (LFPR), e que apresentou o mesmo comportamento obtido nos trabalhos de ELENKOV e DJURKOV (2000) e DJURKOV (2001). Comparando as curvas fluidodinâmicas do LFPR com o leito fluidizado convencional, realizadas para o sólido seco, observou-se a ausência do pico de queda de pressão, ou seja, uma suavização da curva, quando foi imposta a pulsação da corrente de gás. Utilizando uma massa de sólidos de 900g e a frequência de rotação de 15Hz foi a melhor condição fluidodinâmica observada visualmente e obtida através dos resultados experimentais.

- Fazendo uma comparação entre as curvas fluidodinâmicas do LFC, LFAM e LFPR, observou-se uma melhora na movimentação dos sólidos no interior do leito com a modificação do leito, através da adição do sistema de agitação das partículas ou do sistema de pulsação do gás, pois evitou a formação de caminhos preferenciais e reduziu a queda de pressão no leito.

- O estudo da secagem em LFPR, como também para o LFAM, mostrou a existência dos dois períodos de secagem (constante e decrescente), sendo o período constante predominante na maior parte do processo. Os valores obtidos para o conteúdo final de umidade foram abaixo de 2000ppm, dentro da faixa especificada para o produto comercial.

- Foi feita a determinação da fluidez dos sólidos secos em LFAM, LFPR e comparada com a fluidez do sólido comercial seco. O resultado desta análise mostrou que os sólidos secos em LFAM e LFPR apresentam fluidez semelhante e com características de escoamento livre do grupo A de Geldart; e o sólido comercial seco apresentou uma fluidez característica de materiais do grupo C de Geldart, que apresentam uma fluidez pobre.

- Através da análise de distribuição granulométrica dos sólidos secos em LFAM e LFPR, comparadas com a análise do sólido comercial seco, determinou-se que o diâmetro dos sólidos secos nos dois equipamentos experimentais estudados é maior que o diâmetro do sólido comercial seco no secador “flash” pneumático. Resultado semelhante pode ser observado através das microfotografias realizadas no MEV.

Tendo em vista os objetivos propostos e os resultados obtidos, as principais contribuições ligadas a este trabalho foram:

- a obtenção das características físicas do ácido 2-hidroxibenzóico, uma vez que não foi encontrado dados relacionados a este sólido na literatura disponível;
- a reavaliação do leito fluidizado agitado mecanicamente utilizado na secagem deste material, determinando o momento de interrupção da agitação mecânica;
- o desenvolvimento do leito fluidizado pulsado rotativo para a realização do estudo fluidodinâmico e de secagem utilizando um sólido difícil de se trabalhar, o ácido 2-hidroxibenzóico, devido às suas características;
- a comparação e a avaliação entre duas tecnologias diferentes de fluidização, em uma delas inserindo um sistema de agitação mecânica das partículas e na outra a pulsação da corrente de gás através do conjunto distribuidor de gás para promover a movimentação dos sólidos,
- a validação dos dois equipamentos estudados (LFAM e LFPR) para o processamento de sólidos finos e que não podem ser processados em leitos convencionais devido às características da partícula.

5.2 – Sugestões para Trabalhos Futuros

Utilizando o sistema experimental desenvolvido para o leito fluidizado pulsado rotativo, são apresentadas algumas sugestões para a realização de alguns trabalhos futuros:

- realizar a quantificação da quantidade de finos elutriados com a variação dos parâmetros de fluidização pulsada rotativa;
- estudar diferentes discos rotativos e analisar sua influência no comportamento da fluidodinâmica do LFPR;

- estudar a fluidodinâmica do ácido 2-hidroxibenzóico úmido variando as massas de sólido e frequência de rotação do disco;
- avaliar a influência da variação da velocidade do gás na secagem do LFPR;
- realizar um estudo fluidodinâmico do LFPR para partículas diferentes da estudada,
- quantificar o gasto energético no LFPR.

CAPÍTULO VI

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDULLAH, E.C.; GELDART, D. The Use of Bulk Density Measurements as Flowability Indicators Powder Technology, 102, 1999, p. 151-165.

ACCUPYC 1330 USER'S MANUAL Micromeritics Instrument Corporation, USA: Micromeritics Instrument Co., 1997.

ALLEN, T. Particle Size Measurement – Surface Area and Pore Determination – vol.2 5ª Edição, 1997, Chapman & Hall Ltd., pp.140 – 151

AMBROSIO, M.C.B. Secagem de particulado coesivo em secador de leito fluidizado agitado Campinas: FEQ, UNICAMP, 1999. Dissertação de Mestrado – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1999. 133p.

AMBROSIO, M.C.B., TARANTO, O.P., LEISTNER, M. Drying a cohesive particulate material in mechanically stirred fluidized bed Proceedings of the 12th International Drying Symposium IDS 2000 Paper no. 386, 2000.

AMBROSIO, M.C.B., TARANTO, O.P. Secagem em leito fluidizado agitado mecanicamente e caracterização física de um ácido orgânico cristalino Anais do XXIX Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados - ENEMP 2001 em CD-ROM, 2001.

ASSUMPÇÃO, R.T. Caracterização de defeitos em semicondutores através de microscopia eletrônica de varredura Campinas,: FEC, UNICAMP, 1988. Dissertação de Doutorado – Faculdade de Engenharia de Campinas, Universidade Estadual de Campinas, 1988. p.12 – 14, 18 - 20.

AUTOPORE III USER'S MANUAL. Micromeritics Instrument Corporation, USA: Micromeritics Instrument Co., 1997.

BAUCOUR, P.; DAUDIN, J.D. Development of a new method for fast measurement of water sorption isotherms in the high humidity range. Validation in gelatine gel Journal of Food Engineering v.44, p.97-107, 2000.

BEECKMANS, J.M., YU, Z. Continuous separation of solids in a mechanically fluidized bed Powder Technology v.70, p.77-81, 1992.

BERL, W.G. Physical Methods in Chemical Analysis - II Academic Press Inc. Publishers, New York, 1951.

BLACHA-JURKIEWICZ, J.; GAWRZYNSKI, Z.; GLASER,R. Drying of granular material in pulsofluidized bed Drying'87 p.109-114, 1987.

BLAZEK, A. Thermal Analysis 2ª Edição, 1973, Prague: Van Nostrand Reinhold Company Ltd., pp.10, 19 – 22, 152 – 154, 272.

BREKKEN, R. A, LANCASTER, E. B., WHEELOCK, T. D. Fluidization of flour in a stirred aerated bed: part I. General fluidization characteristics. Chemical Engineering Progress Symposium Series. v.66, n.101, p.81-90, 1970.

- BROWN, M. E. Introduction to thermal analysis *apud* NASSU, R.J. Estudo do comportamento térmico de óleos e gorduras por calorimetria de varredura diferencial (DSC). Campinas: FEA, UNICAMP, 1994. Dissertação de Mestrado - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 1994, p. 1-8.
- BRUNAUER, S., EMMETT, P.H., TELLER, E. Adsorption of Gases in Multimolecular Layers Journal of the American Chemical Society v.60, 1938, p.309-319.
- BRUNELLO, G., NASCIMENTO, C.A.O. The kinetics of sorghum grains drying in a mechanically stirred bed dryer Revista Brasileira de Engenharia – Caderno de Engenharia Química v.9, n.4, p.139-146, 1992.
- BUCKTON, G. Isothermal microcalorimetry water sorption experiments: calibration issues Thermochemica Acta v.347, 2000, p.63-71.
- CARR, R.L. Evaluating flow properties of solids Chemical Engineering, 18, 1965, p.163-168.
- CARR, D.S., HARRIS, B.L. Solutions for maintaining constant relative humidity Industrial and Engineering Chemistry v.41, n.II, 1949, p.2014-2015.
- CAVALCANTI MATA, M.E.R.M. Efeitos da secagem em altas temperaturas por curtos períodos de tempo, em camada estacionária, sobre a armazenabilidade de sementes de feijão (*Phaseolus vulgaris* L.), variedade “carioca”: Avaliação experimental, modelagem e simulação. Tese de Doutorado, Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas - S.P., 1997, p.9 – 47.
- CHEMICAL ONLINE Disponível em: <http://www.chemicalonline.com...> Acesso em 19 de março de 2003, 2p.

- CHIKAZAWA, M., TAKEI, T. Specific surface area In: GOTOH, K., MASUDA, H., HIGASHITAMI, K. Powder Technology Handbook 2ª Edição, 1997, New York: Marcel Dekker Inc., pp. 337 – 341.
- COUDERC, J.-P. Incipient fluidization and particulate systems. In: DAVIDSON, J. F., CLIFT, R., HARRISON, D. Fluidization. 2ed. London: Academic Press, 1985, cap.1, p. 39-41.
- DAVIDSON, J. F., CLIFT, R., HARRISON, D. Fluidization. 2^{ed}. London: Academic Press, 1985. Cap.16, p. 529-533.
- DAVIES, R. Summary of the particle characterization session Powder Technology vol.88, p.191-196, 1996.
- DELEUIL, M., CHULIA, D. and POURCELOT, Y. “Particle and powder dynamics” In: DELEUIL, M., CHULIA, D. and POURCELOT, Y. Handbook of Powder Technology – vol.9 – Powder Technology and Pharmaceutical Processes Elsevier Science, 1994, p.115-163.
- DENCS, B. Local particle velocity and hydrodynamic features measurements in mechanically agitated fluidised beds. Hungarian Journal of Industrial Chemistry. v.24, p.235-240, 1996.
- DIAS, S.T., RÉ, M.I. Características de empacotamento de misturas binárias de partículas sólidas XXIX Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados – enemp 2001, em CD-Rom, 2001.

- DJURKOV, T.G. Modeling of bed pressure drops in rotation-pulsed fluidized bed dryer. Drying'98 – Proceedings of the 11th International Drying Symposium vol.A, p.160-167, 1998.
- DJURKOV, T.G., ELENKOV, V.R. Investigation on kinetics of Sesame drying and roasting in rotation-pulsed fluidized bed apparatus. Thermal Science v. 4, n. 1, p. 75-87, 2000.
- DJURKOV, T.G. Rotation-pulsed fluid bed salt dryer. The3rd International Symposium for South-east European Countries (SEEC) on Fluidized Beds in Energy Production, Chemical and Process Engineering and Ecology Sinaia, Romania; Proceedings, pp. 153 –157, 2001.
- DODD, J. W., TONGE, K. H. Thermal methods *apud* NASSU, R.J. Estudo do comportamento térmico de óleos e gorduras por calorimetria de varredura diferencial (DSC). Campinas: FEA, UNICAMP, 1994. Dissertação de Mestrado - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 1994, p. 1-8.
- DVS User Guide / Manual V.9.0, Surface Measurement Systems, SMS Ltd. 1997-2000, 18p.
- ELENKOV, V.R., DJURKOV, T.G. Rotating-pulsed fluidized bed dryer for high-moisture content bioproducts Drying'92 p.1636-1641, 1992.
- ELENKOV, V.R., DJURKOV, T.G. A fluidized bed with a jet-pulsed agitation of fluidization 1st South East European Symposium - Fluidized Bed in Energy Production, Chemical and Process Engineering and Ecology p.105-116, 2001.

FARIA, L.J.G. Análise Experimental do Processo de Secagem de Urucum (*Bexia orellana* L.) em Leito Fixo Campinas, FEQ, UNICAMP, 1998. Tese de Doutorado - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1998.

GÁL, S. Recent advances in techniques for the determination of sorption isotherms In: DUCKWORTH, R.B. Water Relations of Foods London: Academic Press Inc. Ltd., 1975, p. 139-154.

GAWRZYNSKI, Z.; GLASER, R.; KUDRA, T. Drying of powdery materials in a pulsed fluid bed dryer Drying'98 – Proceedings of the 11th International Drying Symposium v.A, p.472-479, 1998.

GAWRZYNSKI, Z.; GLASER, R. Drying in a pulsed-fluid bed with relocated gas stream Drying Technology v.14, n. 5, p.1121-1172, 1996.

GAWRZYNSKI, Z.; GLASER, R.; ZGORZALEWICZ, J.; PELECH, Z.; STANISLAWSKI, J.; ROGULA, G.; PIECZABA, B. Operational tests of a pulsed fluid bed dryer / cooler for granulated sugar Drying'96 – Proceedings of the 10th International Drying Symposium v.B, p.771-777, 1996.

GAWRZYNSKI, Z.; GLASER, R.; ZGORZALEWICZ, J. Drying of granular material in pulsofluidized bed Hungarian Journal of Industrial Chemistry v.17, p.245-255, 1989.

GAWRZYNSKI, Z., PIECZABA, B. Pulsed-fluid bed dryer with zoned lengthwise pulsation Proceedings of the 12th International Drying Symposium IDS 2000 Paper no. 353, 2000.

- GELDART, D. Introduction In: GELDART, D. Gas Fluidization Technology. Chinchester: John Wiley & Sons, 1986, p. 1-3.
- GELDART, D. Characterization of fluidized powders. In: GELDART, D. Gas Fluidization Technology. Chinchester: John Wiley & Sons, 1986, p. 33-51.
- GELDART, D.; HARNBY, N.; WONG, A.C. Fluidization of cohesive powders Powder Technology v.37, p.25-37, 1984.
- GELDART, D. Types of gas fluidization. Powder Technology. v.7, p. 285-292, 1973.
- GINZBURG, A.S., RIEZCZIKOW, W.A. Drying of food products in fluid bed (in Polish) 1969 *apud* GAWRZYNSKI, Z., PIECZABA, B. Pulsed-fluid bed dryer with zoned lengthwise pulsation Proceedings of the 12th International Drying Symposium IDS 2000 Paper no. 353, 2000.
- GOTOH, K., MASUDA, H., HIGASHITAMI, K. Powder Technology Handbook 2^a Edição, 1997, New York: Marcel Dekker Inc., pp. 57 - 59.
- GREENSPAN, L. Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions Journal of Research of the National Bureau of Standards – A. Physics and Chemistry v.81A, n.1, 1977, p.89-96.
- GREY, R.O., BEDDOW, J.K. On the Hausner Ratio and its Relationship to Some Properties of Metal Powders Powder Technology v.2, p.323-326, 1968.
- HAYASHI, A. M. Estudo dos parâmetros físicos e químicos de adsorvente sólido no processo de adsorção de SO₂ em calcário Campinas,: FEQ, UNICAMP, 1996.

Dissertação de Mestrado – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1996. p.109 - 111.

HENDERSON, S.M. A basic concept of equilibrium moisture Agricultural Engineering n.1, v.33, 1952, p.29 – 32.

HOFFMANN, A.C.; FINKERS, H.J.; SEEGER, J.A. Relationships Between Particle Properties and Bulk Behaviour for some Industrial Powders Part. Part. Syst. Charact., 13, 1996, p.354-361.

HOGAN, S.E., BUCKTON, G. Water sorption / desorption – near IR and calorimetric study of crystalline and amorphous raffinose International Journal of Pharmaceutics v.227, 2001, p. 57-69.

HOVMAD, S. Fluidized bed drying. In: MUJUMDAR, A. S. Handbook of Industrial Drying. 2ed. New York: Marcel Dekker, 1995. v. 1, cap.7, p. 195.

HUBBARD, J.E., EARLE, F.R., SENTI, F.R. Moisture relations in wheat and corn Cereal Chemistry v.34, n.6, 1957, p.422-433.

JARDIM, D.C.P. Valores de referência In: I Seminário sobre Atividade de água em Alimentos 1987, Campinas. Anais...Campinas: ITAL, 1987.

JEZOWSKA, A. Kinetics of drying in cyclically shifted spouted bed Drying Technology v.11, n.2, p.319-337, 1993.

- JINESCU, G., VASILESCU, P., ISOPENCU, G., PETRESCU, M. Aspects concerning the intensification of drying process of powdery biomaterials Proceedings of the 12th International Drying Symposium IDS2000 Paper No.243, 2000.
- JOHNSON, P-N.T., BRENNAN, J.G. Moisture sorption isotherm characteristics of plantain (*Musam*, AAB) Journal of Food Engineering v.44, 2000, p.79-84.
- JONG, J.A.H.; FINKERS, J. Properly Determine Powder Flowability to Maximize Plant Output Chemical Engineering Progress – Powder Flowability, 1999, April.
- KEEY, R. B. Drying of Loose and Particulate Materials. New York: Hemisphere Publ., 1992. p.1-2, 29-35 e 44-46.
- KEEY, R.B. Drying: Principles and Practice Pergamon Press, 1975, p.19-33.
- KIRK-OTHMER ENCYCLOPEDIA OF CHEMICAL TECHNOLOGY, John Wiley & Sons., 3^a Edição, vol 20, p.501, 1982.
- KITIC, D., JARDIM, D.C.P., FAVETTO, G.J., RESNIK, S.L., CHIRIFE, J. Theoretical prediction of the water activity of standard saturated salt solutions at various temperatures Journal of Food Science v.51, n.4, 1986, p.1037-1041.
- KOUSAKA, Y., ENDO, Y. Particle density In: GOTOH, K., MASUDA, H., HIGASHITAMI, K. Powder Technology Handbook 2^a Edição, 1997, New York: Marcel Dekker Inc., pp.57 - 59.
- KUIPERS, N. J. M., STAMHUIS, E. J., BEENACKERS, A. A. C. M. Fluidization of potato starch in a stirred vibrating fluidized bed. Chemical Engineering Science. v.51, n.11, p. 2727-2732, 1996.

KUNII, D., LEVENSPIEL, O. Fluidization Engineering. Malabar: Robert E. Krieger Publ., 1977. p. 1-3, 64-90.

KUNII, D., LEVENSPIEL, O. Fluidization Engineering. 2nd Edition, USA: Butterworth - Heinemann, 1991. p.68-79.

LABUZA, T.P., KAAANANE, A., CHEN, J.Y. Effect of temperature on the moisture sorption isotherms and water activity shift of two dehydrated foods Journal of Food Science v.50, n.2, 1985, p.385-391.

LABUZA, T.P. Interpretation of sorption data in relation to the state of constituent water
In: DUCKWORTH, R.B. Water Relations of Foods London: Academic Press Inc. Ltd., 1975, p.155-172.

LABUZA, T. P. Sorption phenomena in foods Food Technology, v.22, n.3, p.263-272, 1968.

LANE, R.A., BUCKTON, G. The novel combination of dynamic vapour sorption gravimetric analysis and near infra-red spectroscopy as a hyphenated technique International Journal of Pharmaceutics v.207, 2001, p. 49-56.

LAWES, G. Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis 1987, London: John Wiley & Sons, pp.1-2.

LEE, Y.S.L.; POYNTER, R.; PODCZECK, F.; NEWTON, J.M. Development of a Dual Approach to Assess Powder Flow from Avalanching Behavior AAPS PharmSciTech, 2000, 1 (3) article 21 (<http://www.pharmscitech.com/>).

- LONCIN, M.; BIMBENET, J.J.; LENGES, J. Influence of the activity of water on the spoilage of foodstuffs Journal of Food Technology v.13, n.2, p.131-142, 1968.
- LOWELL, S., SHIELDS, J.E. Powder Surface Area and Porosity 3th Edition, 1991, Great Britain: Chapman & Hall Ltd., p.11-13, 17-23, 35-36, 59, 61, 227-230.
- MALHOTRA, K., MUJUMDAR, A. S., IMAKOMA, I., OKAZAKI, M. Fundamental particle mixing studies in an agitated bed of granular materials in a cylindrical vessel. Powder Technology. v.55, n.4, p. 107 - 114, 1988.
- MALHOTRA, K., MUJUMDAR, A. S., OKAZAKI, M. Particle flow patterns in a mechanically stirred two-dimensional cylindrical vessel. Powder Technology. v.60, n.2, p. 179-189, 1990.
- MANTOVANI, F., GRASSI, M., COLOMBO, I., LAPASIN, R. A combination of vapor sorption and dynamic laser light scattering methods for the determination of the Flory parameter χ and the crosslink density of a powdered polymeric gel Fluid Phase Equilibria v.167, 2000, p.63-81.
- MARRING, E., HOFFMANN, A.C., JANSSEN, L.P.B.M. The effect of vibration on the fluidization behaviour of some cohesive powders Powder Technology v.79, 1994, p.1-10.
- MASKAN, M.; GÖGUS, F. Sorption isotherms and drying characteristics of mulberry (*Morus alba*) Journal of Food Engineering vol.37, p. 437-449, 1998.

- McLAUGHLIN, C.P.; MAGEE, T.R.A. The determination of sorption isotherm and the isosteric heats of sorption for potatoes Journal of Food Engineering v. 35, p.267 – 280, 1998.
- McMINN, W.A.M; MAGEE, T.R.A. Moisture sorption characteristics of starch materials Drying Technology v.15, n.5, p.1527-1551, 1997.
- MEIRELLES, A. J. A. Secagem de bagaço de cana em leito fluidizado. Campinas: FEA, UNICAMP, 1984. Dissertação de Mestrado - Faculdade de Engenharia de Alimentos e Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, 1984, p. 9-10 e 13-18.
- MORIS, V.A.S. Fluidodinâmica e secagem do ácido adípico em leito vibrofluidizado Campinas: FEQ, UNICAMP, 2002. Tese de Doutorado – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 2002, p. 168-176.
- MUJUMDAR, A.S. Aerodynamics, heat transfer and drying in vibrated fluid beds. Latin American Heat and Mass Transfer Conference Argentina, p.373-379, 1982.
- MUJUMDAR, A. S., MENON, A. S. Drying of solids: principles, classification, and selection of dryers. In: MUJUMDAR, A. S. Handbook of Industrial Drying. 2ed. New York: Marcel Dekker Inc., 1995. v. 1, cap.1, p. 1-2, 20-23.
- NARAYAN, S.B.; MUJUMDAR, A.S. Fire and explosion hazards in drying plants In: MUJUMDAR, A.S. Handbook of Industrial Drying New York: Marcel Dekker Inc., 1987, p. 863 – 878.
- NASSU, R.J. Estudo do comportamento térmico de óleos e gorduras por calorimetria de varredura diferencial (DSC). Campinas: FEA, UNICAMP, 1994. Dissertação de

- Mestrado - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 1994, p. 1-8.
- ÖZYAZICI, M., SEVGI, F., ERTAN, G. Micromeritic studies on nicardipine hydrochloride microcapsules International Journal of Pharmaceutics 138, p.25-35, 1996.
- PALMER, K.N. Evaluation of explosion and fire properties of powders and dusts In: BEDDOW, J.K. Particle Characterization in Technology – vol. I USA: CRC Pres Inc., 4th Edition, 1988, p.135-155.
- PÉCORA, A. A. B. Estudo da fluidodinâmica de leitos fluidizados circulantes com injeção de ar secundário. Campinas: FEM, UNICAMP, 1995. Tese de Doutorado - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 1995. p. 3-4.
- PINCHBECK, P. H., POPPER, F. Chemical Engineering Science v.6, p.57, 1956 *apud* STRUMILLO, C., KUDRA, T. Drying: Principles, Applications and Design. London: Gordon and Breach Science Publ., 1986. Cap. 8, p. 269.
- RAO, K.S. Journal of Physical Chemistry v.45, 1941, p.522 *apud* LABUZA, T. P. Sorption phenomena in foods Food Technology, v.22, n.3, p.263-272, 1968.
- REAY, D., BAKER, C. G. J. Drying. In: DAVIDSON, J. F., CLIFT, R., HARRISON, D. Fluidization. 2^{ed}. London: Academic Press, 1985. Cap.16, p. 529-533.
- REAY, D. Fluid bed drying In : GELDART, D. Gas Fluidization Technology. John Wiley & Sons, 1986. Cap. 10, p. 259, 267-271.

- REED, T. M., FENSKE, R. Effects of agitation on gas fluidization of solids. Engineering, Design, and Process Development. v. 47, n.2, p. 275-282, 1955.
- RHODES, M.J. Principles of powder Technology England: John Wiley & Sons., 1995, p. 59-60.
- SANTANA, D., RODRÍGUEZ, J.M., MACÍAS-MACHÍN, A. Modelling fluidized bed elutriation of fine particles. Powder Technology v.106, p.110-118, 1999.
- SALVADOR, S., PONS, O. A semi-mobile flash dryer/clciner unit to manufacture pozzolana from raw material clay solids – application to soil stabilisation Construction and Building Materials n.14, 2000, p.109-117.
- Shimadzu Corporation Instructon Manual – DSC 50 Differential Scanning Calorimeter
- Shimadzu Corporation Instruction Manual - TGA-50 Thermogravimetric Analyzer
- SILVA-MORIS, V.A., ROCHA, S.C.S Análise da distribuição granulométrica do ácido adípico após a secagem em leito vibrofluidizado Anais do ENEMP 2002 (CD-Rom), 2002.
- SIROLA, I., LUKSIC, J., SIMUNIC, B., KUJUNDZIC, N. Effect of crystal size and shape on bulk density of pharmaceutical powders Journal of Crystal Growth 181, p.403-409, 1997.
- SKOOG, D.A., LEARY, J.J. Thermal methods *apud* NASSU, R.J. Estudo do comportamento térmico de óleos e gorduras por calorimetria de varredura diferencial

- (DSC). Campinas: FEA, UNICAMP, 1994. Dissertação de Mestrado - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 1994, p. 1-8.
- SOUZA, C. A. G. Análise de um processo de recobrimento de comprimidos em um sistema vibro - jorrado bidimensional. Campinas: FEQ, UNICAMP, 1997. Tese de Doutorado - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1997. p.15.
- STEENDAM, R., van STEENBERGEN, M.J., HENNINK, W.E., FRIJLINK, H.W., LERK, C.F. Effect of molecular weight and glass transition on relaxation and release behaviour of poly(DL-lactic acid) tablets Journal of Controlled Release v.70, 2001, p.71-82.
- STOKES, R.H., ROBINSON, R.A. Standard solutions for humidity control at 25°C. Industrial and Engineering Chemistry v.41, n.II, 1949, p. 2013.
- STRUMILLO, C., KUDRA, T. Drying: Principles, Applications and Design. London: Gordon and Breach Science Publ., 1986, 448p.
- SVAROVSKY, L. Characterization of powders In: RHODES, M.J. Principles of powder Technology England: John Wiley & Sons., 1995, p. 59-60.
- TANAKA, T. Spontaneous ignition and dust explosion In: GOTOH, K.; MASUDA, H.; HIGASHITAMI, K. Powder Technology Handbook New York: Marcel Dekker Inc., 3^d Edition, 1997, p. 899-934.
- TEIXEIRA NETO, R.O. Levantamento e aplicação de isotermas. I Seminário sobre Atividade de Água em Alimentos Campinas: ITAL, 1987. In FARIA, L.J.G.

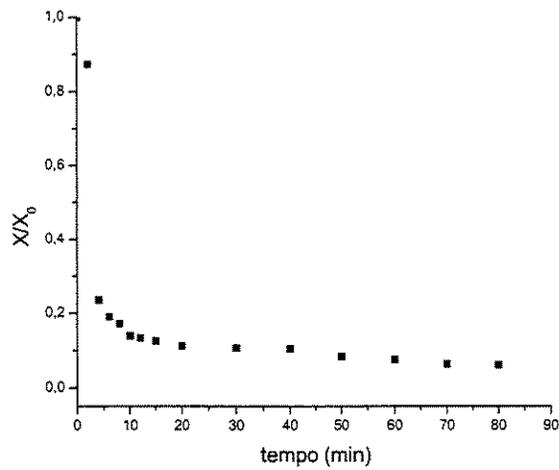
- Análise Experimental do Processo de Secagem de Urucum (*Bexia orellana L.*) em Leito Fixo Campinas, FEQ, UNICAMP, 1998. Tese de Doutorado - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, 1998.
- TEUNOU, E., FITZPATRICK, J.J., SYNNOTT, E.C. Characterisation of Food Powder Flowability Journal of Food Engineering v.39, p.31-37, 1999.
- UBOLDI EIROA, M.N. Atividade de água: Influência sobre o desenvolvimento de microrganismos e métodos de determinação em alimentos Boletim do Instituto de Tecnologia de Alimentos v.18, n.3, p.353-383, 1981.
- ULLMANN'S Encyclopedia of Industrial Chemistry. 5^{ed}. Weinheim: VCH, 1993. V.A23, p. 477-480.
- WEBB, P. A., ORR, C. Analytical Methods in Fine Particle Technology. Norcross: Micromeritics Instrument Co., 1997, Capítulos 1,4 e 5.
- WENDLANDT, W.W. Thermal Analysis. 3^{ed}. USA: Wiley & Sons, Inc., 1986. pp. 4, 137-138, 803.
- WEXLER, A., HASEGAWA, S. Relative humidity-temperature relationships of some saturated salt solutions in the temperature range 0° to 50°C. Journal of Research of the National Bureau of Standards v.53, n.1, 1954, p. 19-26.
- WINK, W.A., SEARS, G.R. Instrumentation studies LVII. Equilibrium relative humidities above saturated salt solutions at various temperatures. TAPPI v.33, n.9, 1950, p.96A-99A.

WOLF, W.; SPIESS, W.E.L.; JUNG, G. Sorption Isotherms and Water Activity of Food Materials New York: Elsevier, 1985, p.1-4.

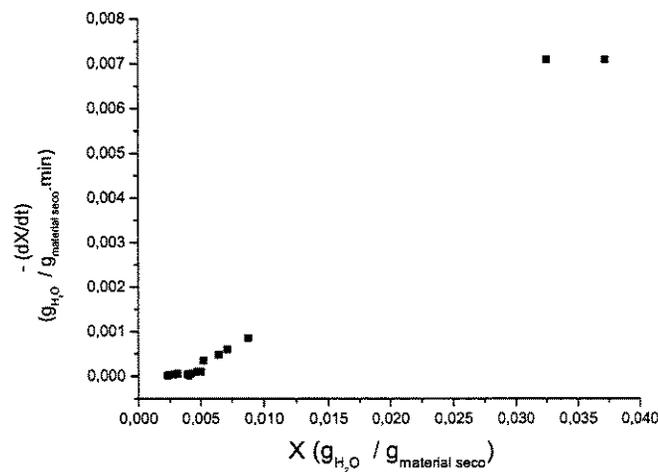
YOUNG, J.F. Humidity control in the laboratory using salt solutions – A review Journal of Applied Chemistry of the USSR v.17, n.9, 1967, p.241-245.

APÊNDICE

Curvas de Secagem e da Taxa de Secagem do Ácido 2-hidroxibenzóico seco em Leito Fluidizado Pulsado Rotativo (LFPR)



(a)



(b)

Figura A.1 - (a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida 1, $T = 85^{\circ}\text{C}$, $f_{\text{rota\c{c}ao}} = 15\text{Hz}$, $X_f = 0,23\%\text{b.s.}$

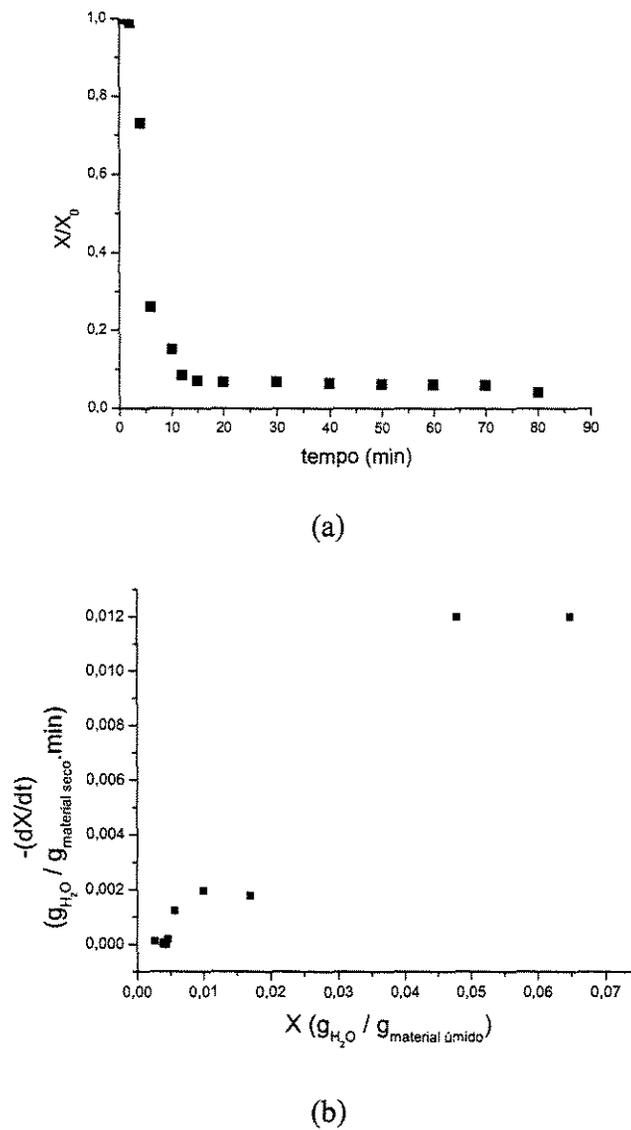
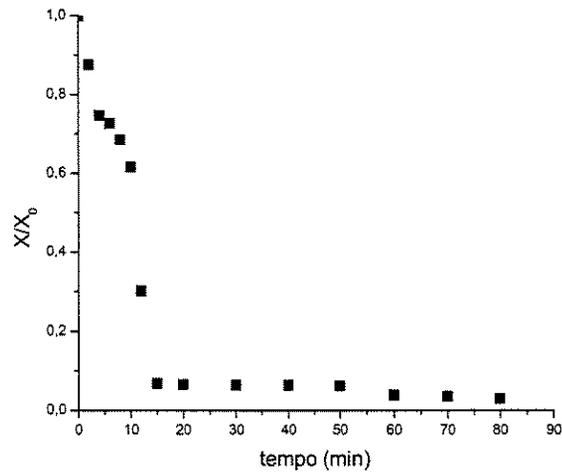
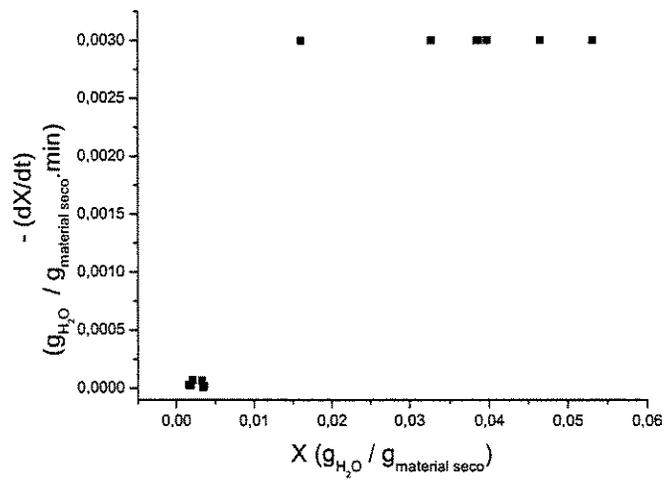


Figura A.2 - (a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida 2, $T = 65^{\circ}C$, $f_{rotação} = 15Hz$, $X_f = 0,27\%b.s.$



(a)



(b)

Figura A.3 - (a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida 4, $T = 65^{\circ}C$, $f_{rota\c{c}ao} = 5Hz$, $X_f = 0,16\%b.s.$

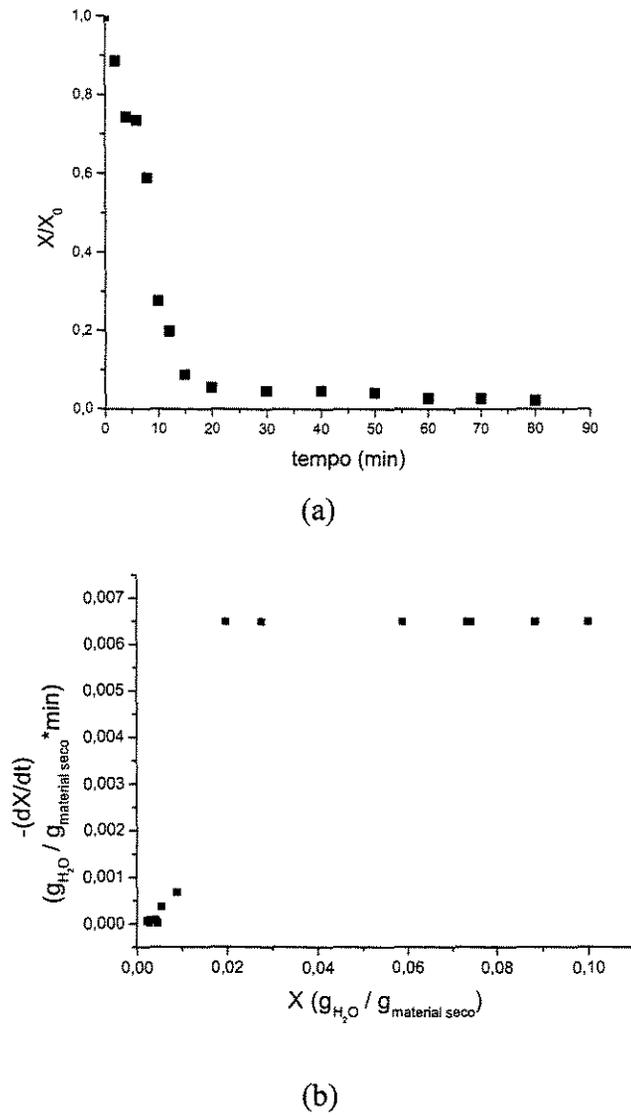
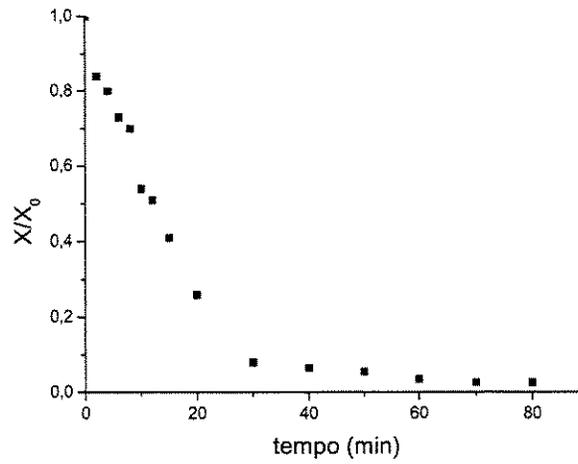
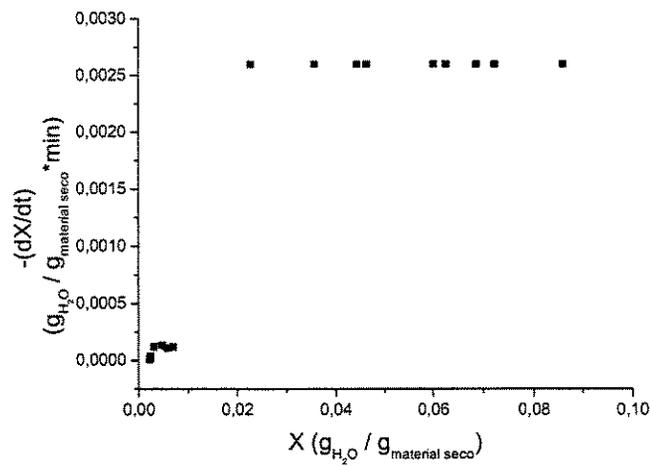


Figura A.4 - (a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida 6, $T = 85^{\circ}C$, $f_{rotação} = 15Hz$, $X_f = 0,22\%b.s.$

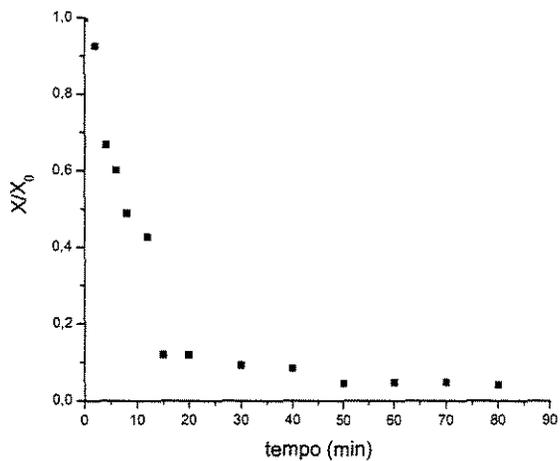


(a)

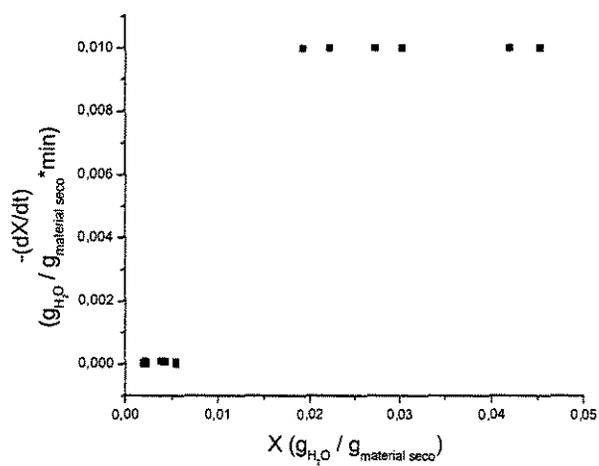


(b)

Figura A.5 - (a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida 7, $T = 65^{\circ}\text{C}$, $f_{\text{rotação}} = 5\text{Hz}$, $X_f = 0,22\%\text{b.s.}$



(a)



(b)

Figura A.6 - (a) Curva de secagem obtida no Leito Fluidizado Pulsado Rotativo, e (b) Curva da taxa de secagem. Corrida 8, $T = 85^{\circ}\text{C}$, $f_{\text{rotação}} = 5\text{Hz}$, $X_f = 0,19\% \text{b.s.}$