

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

**ÁREA DE CONCENTRAÇÃO:
ENGENHARIA DE PROCESSO**

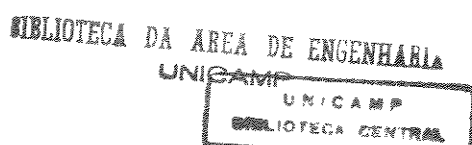
**ANÁLISE DO RECOBRIMENTO DE COMPRIMIDOS EM LEITO
DE JORRO BIDIMENSIONAL
PARA TRÊS POSIÇÕES DE ATOMIZAÇÃO DE SUSPENSÃO**

Autor: Antonio Vilanova Queiroz Filho

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Sandra Cristina dos Santos Rocha 

Campinas

Fevereiro de 1997



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ENGENHARIA QUÍMICA

Área de Concentração: Engenharia de Processos

**ANÁLISE DO RECOBRIMENTO DE COMPRIMIDOS EM LEITO
DE JORRO BIDIMENSIONAL
PARA TRÊS POSIÇÕES DE ATOMIZAÇÃO DE SUSPENSÃO**

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

Autor: Antonio Vilanova Queiroz Filho

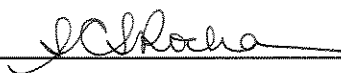
Orientadora: Prof^a. Dr^a. Sandra Cristina dos Santos Rocha

Campinas
Fevereiro de 1997

1997

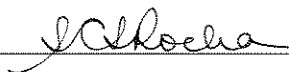
Esta versão corresponde à redação final da Tese de Mestrado
defendida pelo Engenheiro Antonio Vilanova Queiroz Filho
e aprovada pela Comissão Julgadora em 28/02/97.

Orientadora:

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'S. C. Rocha', is written over a horizontal line.

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

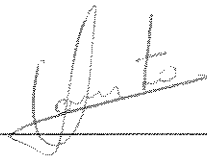
Dissertação defendida e aprovada, em 28 de fevereiro de 1997, pela banca examinadora constituída pelos professores:



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



Prof. Dr. Theo Guenter Kieckbusch



Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto

AGRADECIMENTOS

- À Prof^a Dr^a Sandra Cristina dos Santos Rocha pela orientação deste trabalho.
- Aos meus pais, Antonio Queiroz e Necimar pelo apoio, incentivo e amizade.
- Aos meus irmãos, Adriana, Purcina e Rilton pela amizade.
- À aluna de iniciação científica, Sandra Valéria Piccolo pela colaboração e amizade.
- Ao amigo Gamel pelas dicas que contribuíram para o enriquecimento deste trabalho.
- Aos amigos, Alessandro Dibb, Edna e Everaldo pela consideração.
- À técnica Cleusa, do LMBT, pelas medidas de espessura dos comprimidos.
- Ao CNPq pelo apoio financeiro.
- A todos que tiveram participação direta ou indireta para a realização deste trabalho.

ÍNDICE

	Pág.
Resumo	iii
Abstract	iv
1. Introdução	1
2. Revisão Bibliográfica	3
2.1 Leito de Jorro	3
2.2 Descrição do Mecanismo Fluidodinâmica do Leito de Jorro	5
2.2.1 Alguns Requisitos Necessário para o Jorro.....	8
2.3 Recobrimento de Particulados	9
2.4 Recobrimento de Comprimidos	10
2.4.1 Processo de Recobrimento de Comprimidos	10
2.4.2 Processos de Recobrimento de Comprimidos em Drageadeira Giratória	11
2.4.3 Processo de Recobrimento de Comprimidos em Leitos Móvel	13
2.5 Processo de Recobrimento de Comprimidos em Leito de Jorro	16
2.6 Sistemas de Atomização	29
2.6.1 Tipos de Bicos Atomizadores	29
2.6.2 Posição do Atomizador em Relação ao Leito de Partículas	30
2.7 Características dos Comprimidos	31
2.8 Soluções Usadas no Revestimento de Comprimidos	32
Nomenclatura	34
3. Materiais, Equipamentos e Métodos Experimentais	37
3.1 Materiais	37
3.2 Equipamento Experimental	40
3.2.1 Leito de Jorro	40

3.2.2 Bico Atomizador	44
3.2.3 Sistemas de Alimentação	44
3.2.3.1 Sistema de Alimentação do Ar de Jorro	44
3.2.3.2 Sistema de Alimentação da Suspensão de Recobrimento ..	45
3.2.4 Sistema de Controle e Medida da Vazão de Alimentação do Ar de Jorro e de Atomização	45
3.2.5 Descrição do Sistema Experimental	47
3.3 Método Experimental	49
3.3.1 Operação do Processo de Recobrimento	49
3.3.2 Condições de Processo	50
3.4 Planejamento Fatorial	50
Nomenclatura	52
 4. Resultados Obtidos e Discussão	 53
4.1 Ensaio Preliminares do Leito de Jorro	53
4.2 Análise das Diferentes Posições de Atomização	55
4.2.1 Atomização Base Angulada do Leito	55
4.2.2 Atomização no Topo do Leito	61
4.2.3 Atomização Fundo do Leito	66
4.3 Comparação entre as Posições de Atomização	70
4.4 Análise da Superfície Recoberta	76
 5. Conclusões	 77
 6. Sugestões para Próximos Trabalhos	 79
 Referências Bibliográficas	 80
 ANEXOS	 84
 Anexo A - Planejamento Fatorial	 85
 Anexo B - Ilustrações da Montagem Experimental	 101

RESUMO

Este trabalho teve como objetivo o estudo do recobrimento de comprimidos com filme polimérico em leito de jorro bidimensional, utilizando três posições distintas de atomização de suspensão. A escolha por uma ou outra posição de atomização é normalmente feita por razões de simplicidade de construção e pelas características de cada posição de atomização. Optou-se pela localização do bico atomizador no topo, na base angulada e no fundo do leito.

Antes de iniciar um estudo comparativo do recobrimento entre as três posições de atomização, realizou-se alguns ensaios preliminares para estabelecer as condições de processo, tais como: vazão de ar de jorro (W_g), vazão da suspensão de recobrimento (W_s), pressão de ar de atomização (P_{ar}), carga por batelada (M_o) e ângulo da base angulada do leito (θ).

Os dados experimentais da cinética de recobrimento, em função das variáveis do processo, foram obtidos para cada posição de atomização. Como a massa aderida aos comprimidos apresentou um crescimento linear, utilizou-se a inclinação das retas para analisar o comportamento do crescimento da película para diferentes valores das variáveis do processo.

A fim de quantificar a influência das variáveis envolvidas no recobrimento, fez-se o uso de um planejamento fatorial 2^3 . Verificou-se que a variável que mais contribuiu para o crescimento da película foi a vazão de suspensão.

Os resultados experimentais mostraram que para as três posições de atomização não houve diferença significativa no crescimento da massa adicionada aos comprimidos para a faixa em que as variáveis W_s , W_g e P_{ar} foram estudadas.

ABSTRACT

The subject of this work is the study of tablets coating with a polymeric film in a two-dimensional spouted bed using three different positions for the suspension atomization.

The choice of the position is normally made in order to simplify the design of the apparatus and taking in account the characteristics of each atomization point. The chosen positions for the localization of the air atomizing nozzles in this work were the top, the slanted base and the bottom of the bed.

Preliminary experiments were made before the comparative study. They were made in order to establish process conditions, such as air spouting flowrate (W_g), flowrate of coat suspension (W_s), air pressure of atomization (P_{ar}), batch load (M_o) and angle of the slanted base (θ) of the bed.

The experimental data of the coating kinetics as a function of the process variables were obtained for the three positions of atomization. The mass covering the tablets presented a linear growth of the film, therefore the slope of the straight lines fitting of the experimental data could be used to analyse the behavior of the growth of the film for different values of the process variables.

To quantify the influence of the variables on the coating process a factorial planning 2^3 was used. The suspension flowrate was the variable that showed the greatest influence on the thickening of the film.

The experimental results showed no significative differences in the growth of the mass adhered to the tablets for the three atomization positions, in the ranges of the variables W_s , W_g , P_{ar} studied in this work.

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

O recobrimento de partículas encontra inúmeras aplicações nas indústrias químicas, farmacêuticas e agrícolas. Particularmente, na indústria farmacêutica, há um grande interesse no recobrimento de comprimidos.

Dentre as funções do recobrimento de comprimidos, podemos destacar: melhorar seu aspecto, mascarar sabor e odor desagradável, facilitar a ingestão, isolar substâncias incompatíveis (núcleo - revestimento), controlar a dosagem e o tempo de liberação da droga, entre outras.

A operação de recobrimento de partículas usando o leito de jorro, baseia-se na circulação das partículas no leito e um contínuo jateamento de solução sobre as partículas. Neste processo, uma pequena quantidade de material é adicionado às partículas, não afetando seu tamanho e suas propriedades.

A maioria dos trabalhos com leito de jorro, descritos na literatura trata de leitos cilíndricos, cônicos ou cone-cilíndricos. A grande dificuldade de se trabalhar com tais geometrias é a ampliação de escala. O problema de ampliação de escala foi contornado pelo surgimento do leito com geometria retangular e base inclinada. Este tipo de leito é denominado bidimensional. Há poucas pesquisas a respeito do leito de jorro bidimensional, podendo-se citar alguns trabalhos, como os realizados por Taranto e Ayub. Taranto (1992) realizou um estudo sobre a fluidodinâmica do escoamento de partículas não esféricas, com formato padrão de comprimidos em leito de jorro bidimensional, sem e com recobrimento. Em 1993, Ayub estudou a taxa de crescimento da partícula e a eficiência de adesão, no recobrimento de comprimidos.

O objetivo deste trabalho é a análise do recobrimento de comprimidos com filme polimérico em leito de jorro bidimensional, envolvendo três diferentes posições de atomização da suspensão sobre o leito das partículas. Optou-se por trabalhar com um bico atomizador de duplo fluido localizado no topo, no fundo e na parte angulada da região anular do leito, posições estas já utilizadas na literatura. A escolha por uma ou outra posição da atomização é normalmente feita por razões de simplicidade de construção do equipamento e existe uma lacuna na literatura de estudos que analisem o processo em função do posicionamento do atomizador. Neste trabalho foi realizada uma

montagem experimental e obtidos dados da cinética do recobrimento de comprimidos inertes em função das seguintes variáveis do processo: vazão da suspensão de recobrimento (W_s), vazão de ar de jorro (W_g) e pressão do ar de atomização (P_{ar}). Os dados experimentais da cinética do recobrimento em função das variáveis de processo foram obtidos para cada um dos três posicionamentos do bico atomizador. Foi feito um planejamento fatorial 2^3 e os resultados foram analisados em termos do coeficiente de crescimento (K) da película, para cada posição de atomização. Foram também observadas as diferenças na qualidade da superfície do comprimido recoberto em função da posição da atomização.

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Leito de Jorro

O termo leito de jorro foi criado por Gishler e Mathur (1954). O desenvolvimento dessa técnica visava inicialmente a secagem de trigo, mas mostrou ser bastante eficiente na secagem de uma grande variedade de partículas sólidas. A primeira unidade comercial a usar o leito de jorro foi instalada em 1962 no Canadá, para a secagem de ervilhas e lentilhas. A partir de então, várias outras unidades foram surgindo e sendo empregadas em uma grande variedade de processos, tais como: cristalização evaporativa, mistura de sólidos, resfriamento, craqueamento de petróleo, granulação e revestimento de partículas.

O leito de jorro consiste de um recipiente aberto no topo, cheio com partículas sólidas relativamente grandes e com uma injeção de fluido pelo orifício que encontra-se localizado na base desse recipiente. Aumentando a taxa de injeção de fluido forma-se um fluxo de partículas e, conseqüentemente, um canal dentro do leito, sendo as partículas transportadas para o topo do leito, caindo na região anular, que fica entre o canal central e a parede do recipiente. Na região anular as partículas descem lentamente até reencontrar o canal central, e recomeçarem um novo ciclo. Um movimento cíclico e sistemático de sólidos fica assim estabelecido, dando origem a uma fluidodinâmica formada por três regiões distintas: região central, fonte e região anular, conforme mostra a Figura 2.1.

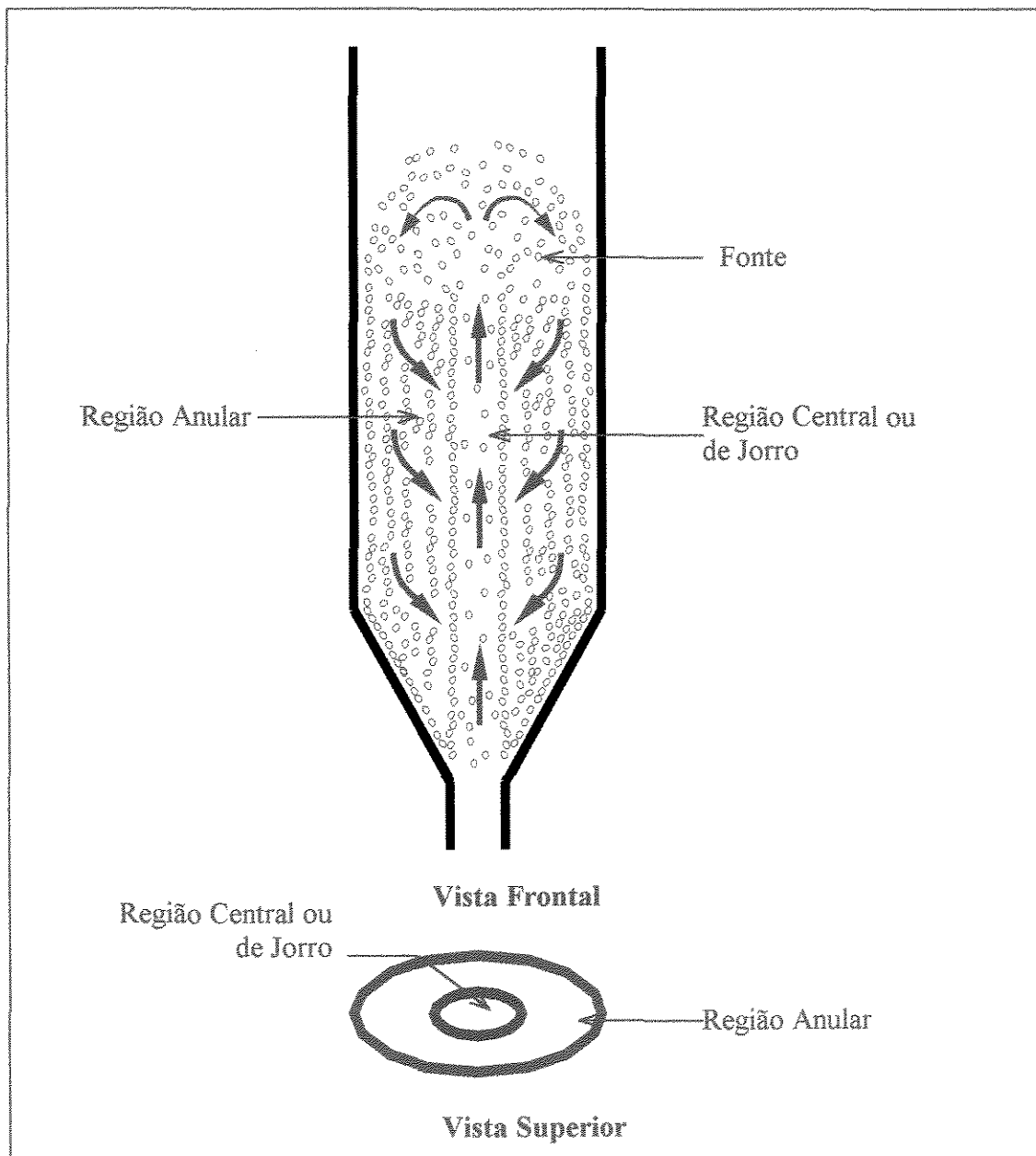


Figura 2.1 - Regiões de Jorro

Na região central ou de jorro, ocorre o transporte pneumático das partículas devido à grande velocidade do gás, sendo uma região diluída, ou seja, de alta porosidade, em torno de 0,90. Nessa região as partículas movimentam-se no mesmo sentido do fluxo de gás.

Na região da fonte as partículas movimentam-se em regime desacelerado caindo no ânulo.

Na região anular ou deslizante, as partículas se movimentam em contracorrente com o fluxo de gás. É uma região densa, com porosidade na faixa de 0,40.

O leito de jorro é classificado pelo manual de engenharia química (Perry e Chilton, 1973) como um leito móvel, pois a região anular contém a maior parte das partículas, assemelhando-se a um leito móvel descendente, em contracorrente ao fluxo de gás.

As principais características do leito de jorro são:

- movimento cíclico e razoavelmente ordenado das partículas;
- intensa mistura das partículas;
- alto grau de contato gás-partícula;
- utilização de partículas com diâmetro superior a 1,0 mm;
- vazão de gás é definida mais pela obtenção do regime de jorro, do que pelas necessidades de transferência de calor e massa.

2.2 Descrição do Mecanismo Fluidodinâmico do Leito de Jorro.

O mecanismo de transição de um leito estático para condição de jorro é descrito graficando a queda de pressão no leito *versus* a velocidade superficial do ar na entrada do leito. Mathur e Epstein (1974) descrevem esta sequência de eventos, que mostra a transição para o leito de jorro, sendo ilustradas pelas Figuras 2.2 e 2.3.

- a baixa vazões, o gás simplesmente atravessa o leito de partículas sem perturbá-las, a queda de pressão aumenta com o acréscimo do fluxo de gás, ao longo da linha AB;
- para um dado valor da vazão de gás, o jato torna-se suficientemente alto para empurrar as partículas na vizinhança da entrada de ar, causando a formação de uma cavidade imediatamente acima da entrada de ar, formando um arco compactado que oferece grande resistência ao fluxo de gás; a queda de pressão continua a aumentar;
- com um leve aumento do fluxo de gás, a cavidade alonga-se, formando um jorro interno, o arco de sólidos ainda permanece acima do jorro interno, de forma que a queda de pressão no leito aumente até um valor máximo ($\Delta P_{\max}$) no ponto B, cuja velocidade superficial correspondente é chamada de velocidade de mínima fluidização, u_{fm} ;

por quê?
Energia requerida para pelo gás para romper o leito compactado.

- quando a vazão é aumentada além do ponto B, a altura da cavidade interna torna-se grande em comparação com os sólidos empacotados acima do jorro, fazendo com que a queda de pressão diminua ao longo de BC;
- aproximando-se do ponto C, que é denominado de jorro incipiente, uma quantidade de partículas são deslocadas causando uma alternada expansão e contração do jorro interno;
- com um pequeno aumento da vazão além do ponto C, ocorre o afloramento do jorro, causando uma queda de pressão brusca até o ponto D, onde o leito torna-se móvel e o jorro estável se instala. A partir desse momento a queda pressão (ΔP_j) permanece constante, sendo o caminho de menor resistência;

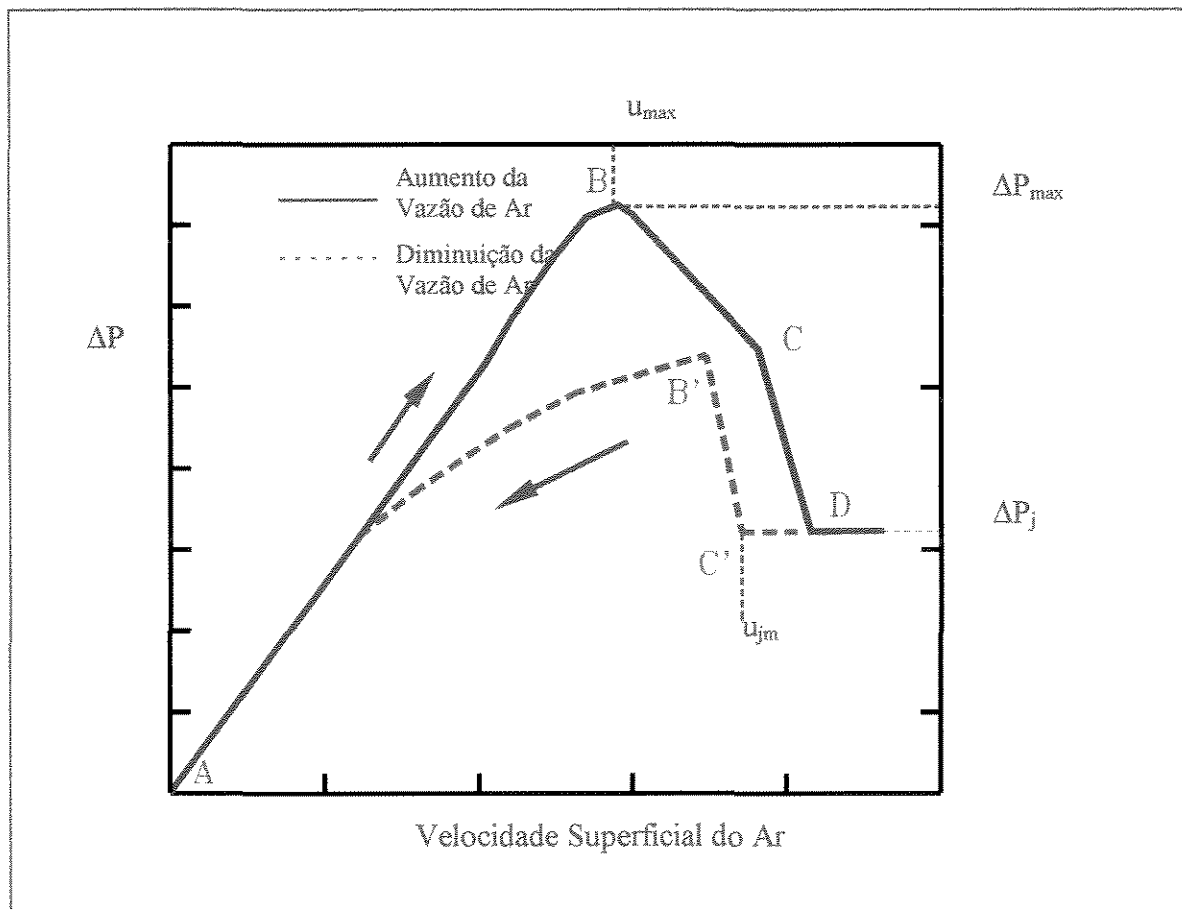


Figura 2.2 - Curva Típica de Queda de Pressão *versus* Vazão de Ar

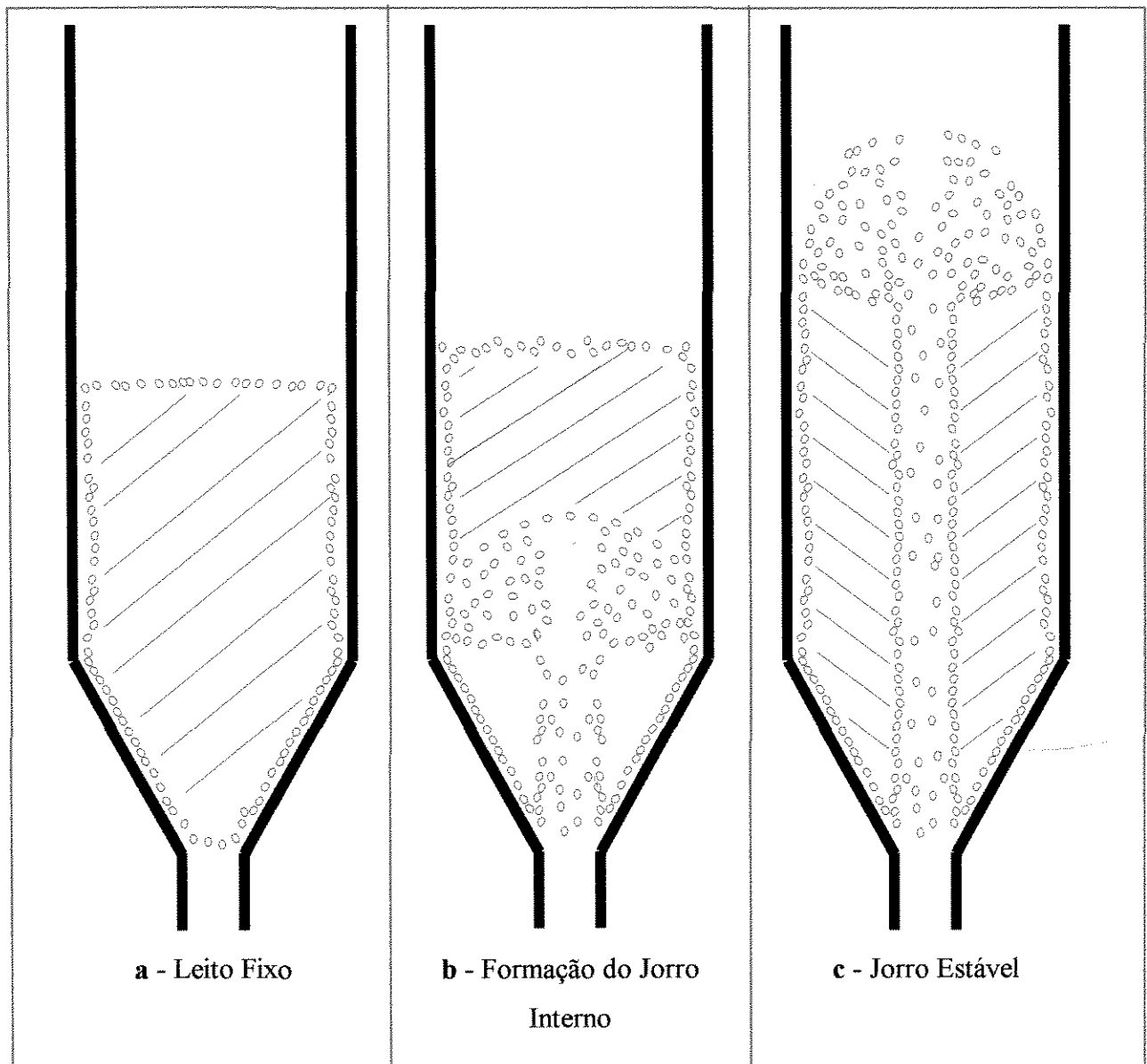


Figura 2.3 - Fases de Estabelecimento do Jorro

Os valores da velocidade de jorro incipiente (C) e início de jorro (D) não são exatamente reprodutíveis. A maneira que melhor reproduz a velocidade mínima de jorro (u_{jm}), é obtida por uma diminuição lenta do fluxo de gás até alcançar o limite que o leito ainda jorre, representado pelo ponto C'. Prosseguindo com a redução do fluxo de gás, o jorro entra em colapso e a queda de pressão aumenta repentinamente para o ponto B'. Continuando com a redução do fluxo de gás, a queda de pressão decresce ao longo de B'A, até o leito de partículas ficar estático. Esse leito estático fica arrumado de maneira frouxa, de modo que, fazendo passar um fluxo de gás por ele, o jorro será mais facilmente alcançado, ou seja, a queda de pressão será menor.

2.2.1 Alguns Requisitos Necessários para o Jorro

O jorro ocorre para uma determinada velocidade do gás, que está relacionada com o tipo de partícula, com a altura do leito e com a geometria do vaso (Mathur e Epstein, 1974):

- A velocidade do gás (velocidade mínima de jorro - u_{jm}) deve ser suficiente para vencer a resistência que o leito de partículas oferece;
- Cada equipamento tem uma altura máxima do leito de partículas (H_m) em que o jorro é estável, ultrapassando esta altura o jorro não será alcançado mesmo aumentando a vazão do fluxo de gás, ocorrendo a formação de um leito borbulhante ("bubbling") ou leito pistonado ("slugging").
- O ângulo do cone facilita o movimento das partículas da região anular para a região de jorro. O ângulo depende da característica de atrito das partículas e, para a maioria das partículas, seu valor fica em torno de 40° a 60°.
- A relação entre o diâmetro da coluna (d_c) e do orifício (d_i), para uma determinada coluna, influencia a altura máxima de jorro estável (H_m). Se o diâmetro da coluna for aumentado sem um correspondente aumento do diâmetro do orifício, a ação do jorro ficará confinada perto da base do vaso. "H_m" diminui com o aumento do diâmetro do orifício até um certo limite. A partir deste ponto não há formação de jorro. Com dados de experimentos de vários materiais em uma coluna cone-cilíndrica, Becker (1961) sugeriu a relação $\left(\frac{d_i}{d_c}\right) = 0,35$.
- Tamanhos de partículas, a partir de 1 mm tem sido usada como leito. Ghosh (1965) sugeriu que pode haver jorro para partículas finas, desde que o diâmetro de entrada de gás não ultrapasse 30 vezes o diâmetro das partículas. Malek e Lu (1965), que trabalharam com trigo (1,2 a 3,7 mm) em uma coluna de 15 cm de diâmetro, verificaram que a altura máxima de jorro estável (H_m) decresce com o aumento do tamanho das partículas.

incluindo

O leito de jorro possui três geometrias clássicas: leito de jorro cônico, cilíndrico e cone-cilíndrico, que tem mostrado ser bastante eficiente como sistema de contato gás-sólido, porém apresentam problemas de ampliação de escala, ou seja, tem-se obtido um jorro estável apenas para uma faixa pequena de dimensão do equipamento. Tentando solucionar esse o problema, Mujumdar (1984) propôs a geometria retangular com base inclinada, denominada de leito de jorro bidimensional. Segundo Kudra et alii (1989), essa geometria é uma das mais promissoras modificações dos leitos convencionais, pois permite uma melhor circulação das partículas, evitando a formação de zonas mortas.

As relações geométricas do leito de jorro bidimensional foram propostas por Kalwar et alii (1990), sendo que a espessura do orifício de entrada de ar deve ser igual à espessura do corpo do leito e a largura do orifício deve ficar compreendida entre 1/6 a 1/20 da largura do leito. Segundo os autores, essas relações geométricas garantem uma adequada circulação de sólidos.

2.3 Recobrimento de Particulados

Os processos de revestimento de partículas sólidas são usados em uma grande variedade de produtos, principalmente para proteção das partículas contra a ação do meio ambiente ou para a liberação controlada de determinados compostos que se encontram nas partículas (Goodwin, 1974). O revestimento de particulados é bastante usado pelas indústrias farmacêutica e alimentícia. Nos últimos anos tem-se investigado a aplicação do revestimento de particulados na área agrícola, principalmente no revestimento de sementes com o objetivo de retardar a germinação (Porter, 1978) e para controlar a taxa de liberação de fertilizantes e pesticidas (Cardarelli, 1976 e Doane, 1977). Uma das mais promissoras técnicas de revestimento de particulados, inclusive para o recobrimento de comprimidos farmacêuticos, é o emprego do equipamento chamado de leito de jorro.

2.4 Recobrimento de Comprimidos

A tecnologia de recobrimento de medicamentos sólidos na área farmacêutica já é bem antiga. Publicações francesas do século XVII descrevem o recobrimento como uma maneira de mascarar o sabor das pílulas. Com o passar do tempo, a técnica e o objetivo do recobrimento de sólidos farmacêuticos foram modificando-se, as pílulas foram substituídas por comprimidos, as soluções de recobrimento à base de açúcar deram lugar às soluções poliméricas. Atualmente as finalidades do recobrimento de comprimidos são:

- proteger a droga contra a ação de agentes ambientais, em particular contra a umidade, luminosidade e calor excessivo;
- facilitar a manipulação, onde o recobrimento reduz a possibilidade de contaminação da droga;
- mascarar sabor e odor desagradáveis;
- aumentar a resistência mecânica do produto;
- reduzir a taxa de dissolução de substância química;
- incorporar outra substância na fórmula através do recobrimento para evitar incompatibilidades químicas ou garantir dissolução sequencial;
- controlar o tempo e o local de dissolução da droga;
- melhorar a estética do produto.

2.4.1 Processo de Recobrimento de Comprimidos

A indústria farmacêutica normalmente utiliza duas técnicas distintas para recobrir os comprimidos. A técnica tradicional para recobrimento de comprimidos é através das chamadas painelas giratórias ou drageadeiras, e a técnica alternativa teve o seu desenvolvimento no início da década de 50 e foi denominada processo de suspensão em ar ou processo Wurster (1953). Este processo foi modificado por Singiser (1961), através da adaptação de uma parte inferior cônica à câmara de recobrimento, sendo que o movimento obtido é similar ao de um leito de jorro. Mais recentemente passou-se a pesquisar o leito de jorro para o recobrimento de comprimidos.

O processo de recobrimento de comprimidos é relativamente simples. O processo consiste na aplicação da solução ou suspensão de recobrimento sobre um leito de comprimidos em movimento, de modo que a solução se distribua por todo o leito. Insufla-se uma corrente de ar aquecido dentro do equipamento, para facilitar a evaporação do solvente e a secagem dos comprimidos revestidos.

2.4.2 Processos de Recobrimento de Comprimidos em Drageadeira Giratória

Os tipos de equipamentos convencionais para o recobrimento de comprimidos, baseiam-se em modificações do modelo da panela giratória padrão. Costuma-se dividir esses equipamentos em duas classes: panelas giratórias padrão e panelas perfuradas (Rocha, 1992).

As panelas giratórias padrão ou drageadeiras consistem de um tambor metálico, que giram em torno de um eixo levemente inclinado. O processo de recobrimento dos comprimidos é feito em batelada. Através de uma abertura que há na face frontal da drageadeira, faz-se o carregamento do material a ser recoberto. A solução de recobrimento pode ser aplicada manualmente ou por meio de atomizadores. O jateamento da solução por meio de atomizadores produz um recobrimento mais uniforme, evitando encharcamento e aglomeração dos comprimidos. Uma corrente de ar aquecido é direcionado sobre a superfície dos comprimidos para acelerar a evaporação do solvente e a secagem do material recoberto; a exaustão é feita por meio de um duto posicionado na parte frontal da drageadeira. Existem várias modificações feitas em relação ao modelo padrão, visando aumentar a eficiência do processo, como por exemplo, inclusão de chicanas ou a adaptação de um difusor que distribui uniformemente o ar de secagem sobre os comprimidos. A Figura 2.4 mostra uma panela giratória padrão.

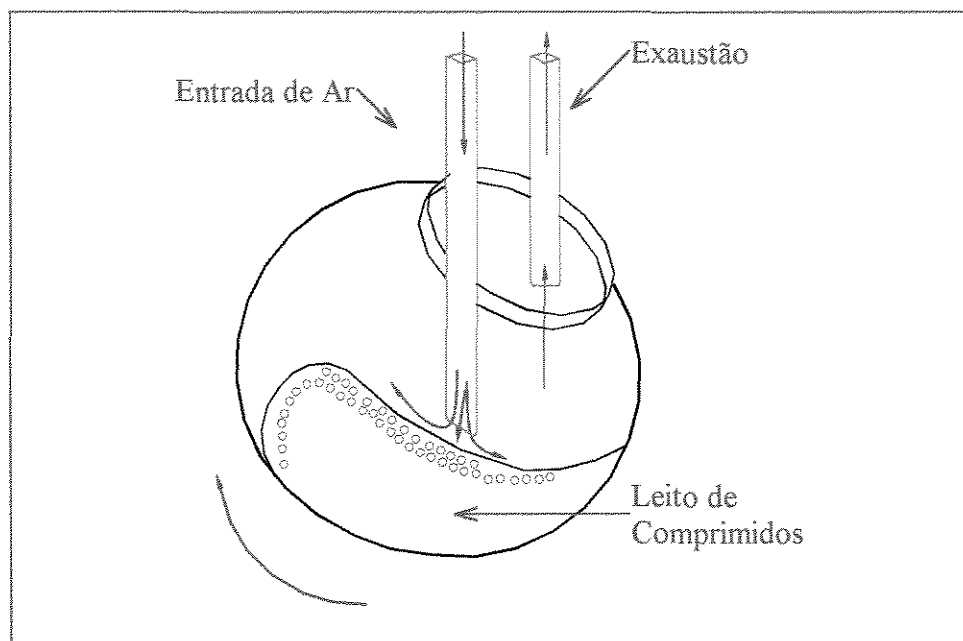


Figura 2.4 - Panela Giratória Padrão

As painelas perfuradas consistem de um tambor parcialmente perfurado que gira em torno de um eixo horizontal ou levemente inclinado. O ar de secagem é introduzido diretamente no tambor, passa pelo leito de comprimidos e sai pelas perfurações do tambor. O sistema de alimentação e atomização é igual ao da panela padrão. As drageadeiras perfuradas apresentam melhor eficiência de secagem comparadas com o equipamento padrão. A Figura 2.5 exemplifica uma panela giratória perfurada.

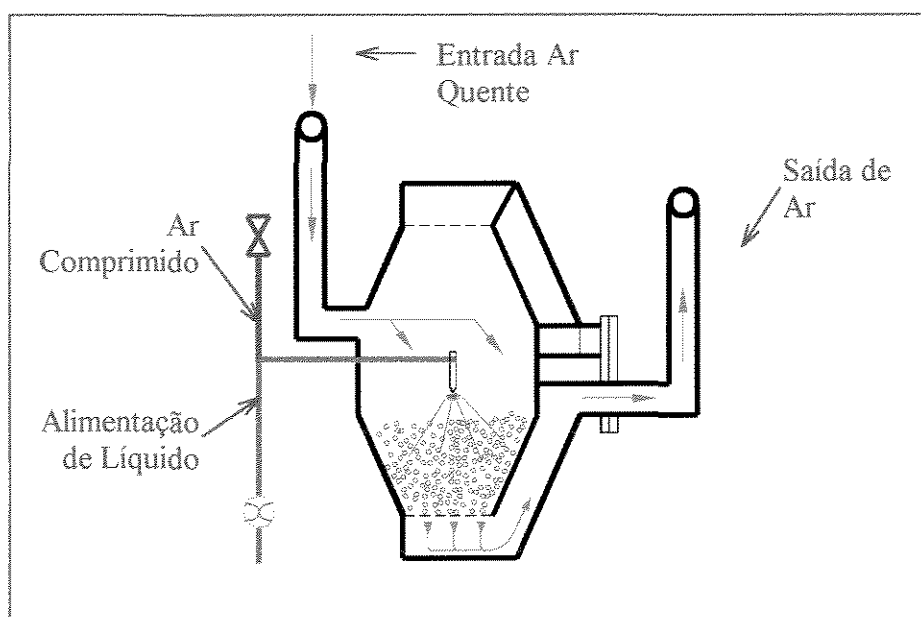


Figura 2.5 - Panela Giratória Perfurada

2.4.3 Processo de Recobrimento de Comprimidos em Leito Móvel

O processo de suspensão em ar ou processo Wurster (Wurster, 1953), consiste de uma coluna cilíndrica, onde se encontra um duto interno e uma placa perfurada. Os comprimidos são colocados dentro desta coluna, onde uma corrente de ar aquecido é introduzida pela parte do fundo da coluna, atravessando a placa perfurada que distribui o ar, movimentando de maneira cíclica os comprimidos, ou seja, o leito móvel de comprimidos ascende continuamente pela coluna até uma certa altura e cai em uma fase densa de sólidos que, ciclicamente, move-se até uma certa altura e em seguida direciona-se para a base do equipamento. As relações geométricas da coluna, interna e externa, são tais que permitem um fluxo contínuo de comprimidos na região de atomização, ou seja, na parte do fundo do equipamento. Os comprimidos, ao passarem nesta região recebem uma quantidade de material de recobrimento. Este processo é ilustrado na Figura 2.6.

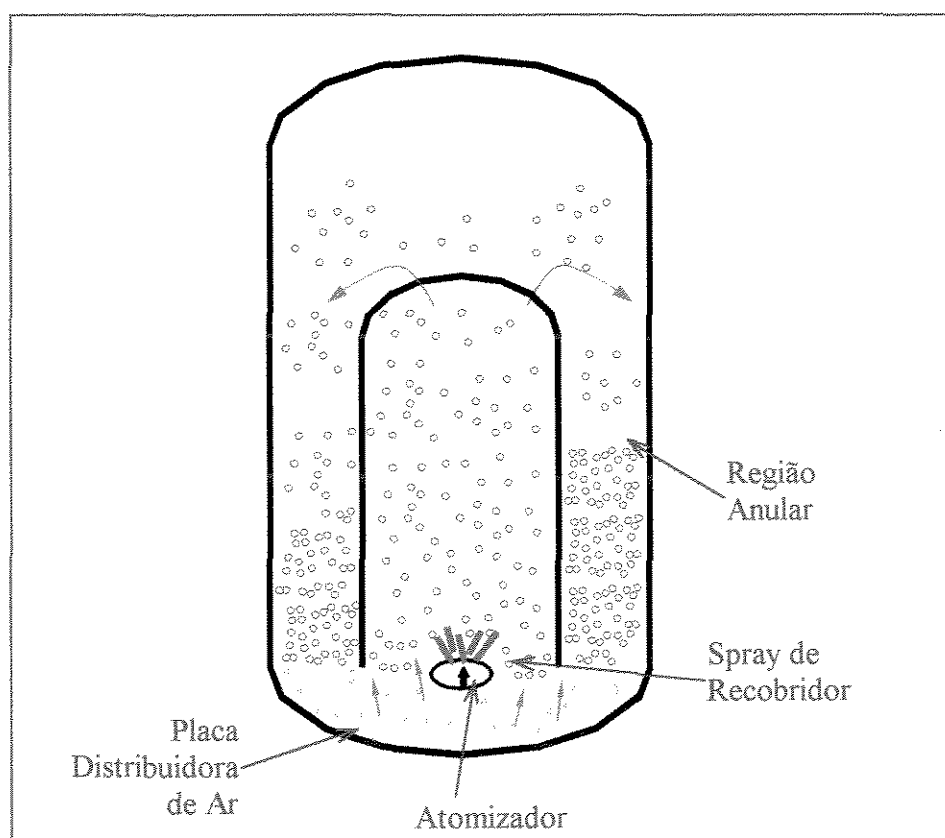


Figura 2.6 - Processo Wurster

Os equipamentos do processo Wurster, em escala de laboratório possuem o diâmetro da coluna cilíndrica entre 15 cm ou 20 cm, enquanto que modelos industriais podem ter coluna de 45 cm. Quando se amplia a escala do equipamento e mantém-se apenas um atomizador, pode ocorrer que alguns comprimidos ao passarem na região onde se encontra o bico atomizador não recebam solução de recobrimento. Por essa razão, os equipamentos de grande porte que possuem alta capacidade de carga de comprimidos, são múltiplos dos modelos de 45 cm, indicando-se um maior número de dutos internos e também de bicos de atomização.

O processo Wurster sofreu algumas modificações. Singiser (1961) idealizou uma coluna com base cônica, conforme a Figura 2.7.

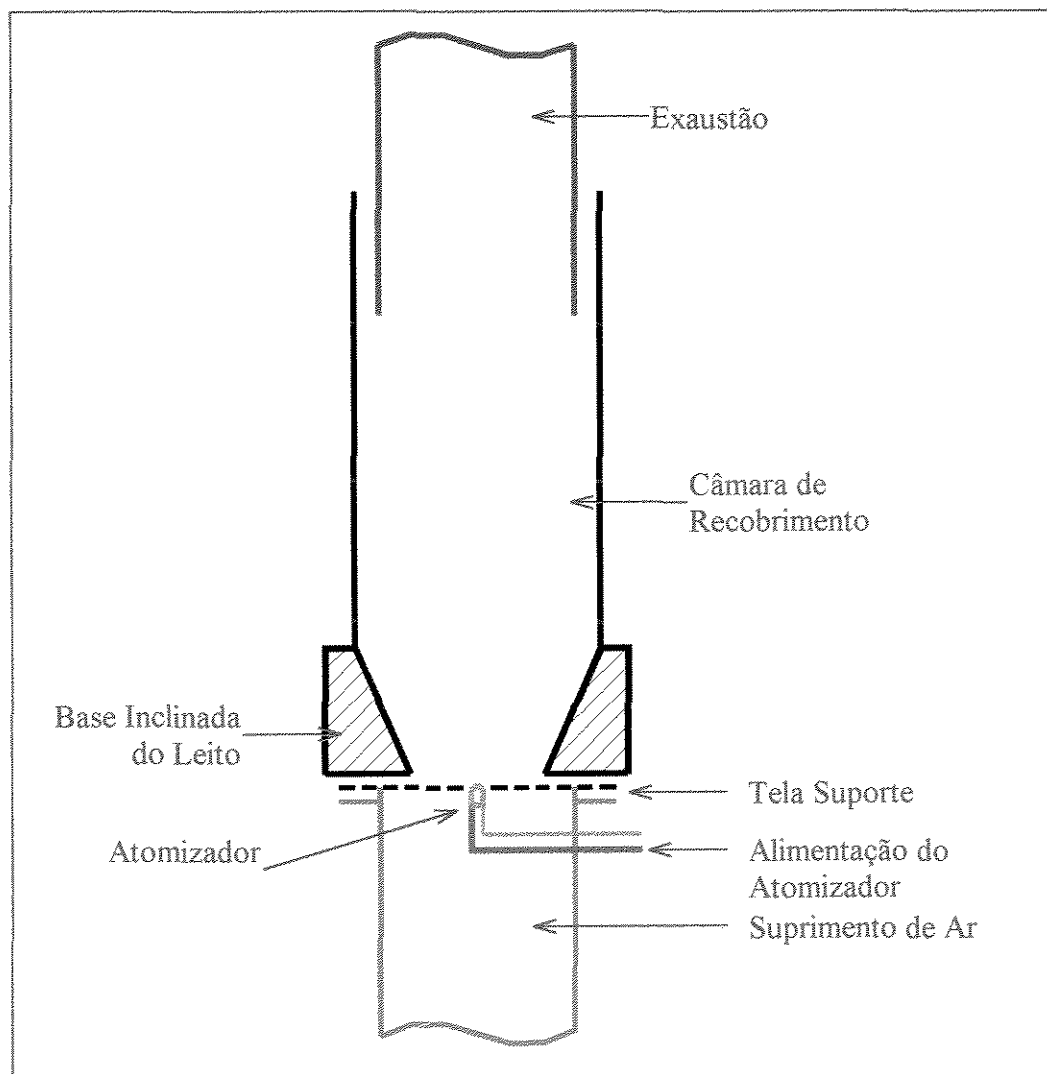


Figura 2.7 - Processo Wurster Modificado por Singiser

Essa modificação deu origem a novos equipamentos que são constituídos basicamente de duas seções. A seção inferior, de forma cônica, possuindo fundo perfurado para admissão do ar e para sustentação dos comprimidos e uma seção cilíndrica. A Figura 2.8 ilustra um leito móvel da marca Glatt®. Este equipamento consiste de uma base cônica, acima da qual há uma coluna cilíndrica, com o sistema de atomização de solução de recobrimento localizado logo acima do leito de partículas. O material de recobrimento não aderido é recolhido por um sistema filtrante que se encontra acima da coluna cilíndrica. Uma variação deste equipamento consiste na colocação dos atomizadores na parede da coluna, direcionados angularmente para baixo, ou na base da coluna.

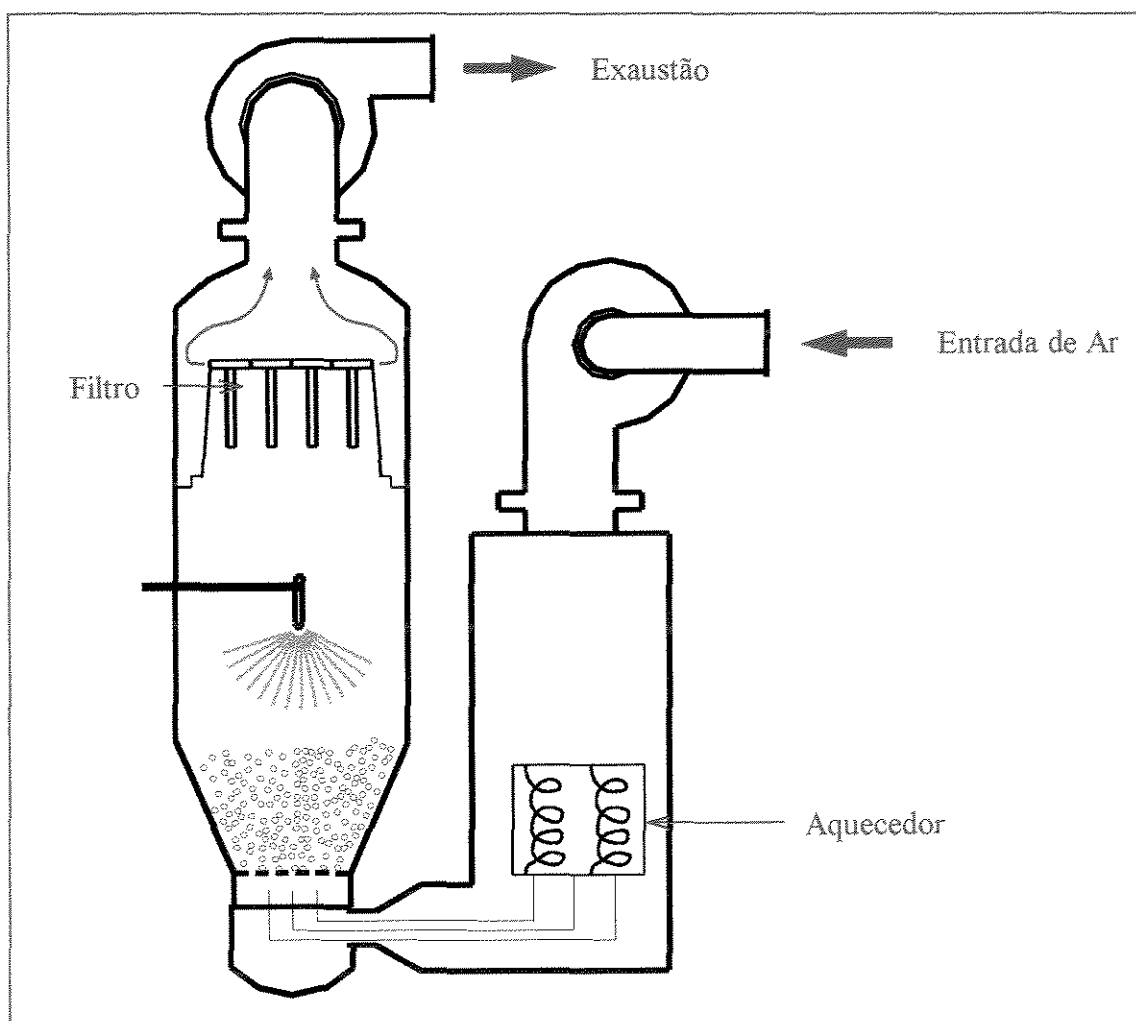


Figura 2.8 - Modificação do Processo Wurster - Leito Fluidizado

O processo de recobrimento em leito móvel apresenta uma taxa de secagem maior que a panela giratória e conseqüentemente, o tempo de batelada se torna menor.

2.5 Processo de Recobrimento de Comprimidos em Leito de Jorro

Mann (1983) recobriu partículas utilizando um leito de jorro com tubo interno e bico atomizador localizado na região central do fundo do leito, operando em batelada. A análise do desempenho do recobrimento foi baseada na descrição da história das partículas dentro do leito, assumindo que o sistema está em estado estacionário, ou seja, a circulação e o fluxo das partículas mantêm-se constante e as propriedades das partículas não mudam durante a operação de recobrimento. A quantidade da cobertura de revestimento formada sobre as partículas foi relatada em termos da distribuição do tempo dos ciclos e da distribuição de massa aderida às partículas. A distribuição do tempo dos ciclos depende do diâmetro do leito, largura do ânulo, vazão do ar de alimentação de jorro e da característica da partícula, enquanto a distribuição da massa aderida às partículas depende do tipo de atomizador, da vazão de alimentação do ar de jorro.

Segundo este pesquisador, os parâmetros que afetam o processo de recobrimento podem ser divididos em três categorias: parâmetros das partículas e da solução de recobrimento, parâmetros do equipamento e parâmetros operacionais.

Os parâmetros das partículas, tais como tamanho e forma e as propriedades da solução de recobrimento têm pouca influência no processo de recobrimento. Mas eles impõem restrições às condições operacionais, tais como: temperatura do ar de secagem e controle do fluxo de ar do jorro para evitar atrito excessivo entre as partículas.

No caso do equipamento, os principais parâmetros de projetos são: as dimensões e a configuração do leito de jorro; tipo e tamanho do bico atomizador e a capacidade de carga das partículas por batelada. Estes são definidos de acordo com o objetivo que se quer alcançar. Estes parâmetros não podem ser ajustados durante a corrida, mas podem ser modificados dentro de certo limite de uma corrida para outra.

Os parâmetros operacionais taxa de vazão de ar de jorro, taxa da vazão da solução de recobrimento, tempo do processo, podem ser ajustados durante o processo.

Singiser et alii (1966) observaram que o problema do atrito entre os comprimidos devido ao seu intenso movimento circular é uma desvantagem causada pela utilização de leito móvel no processo de recobrimento. Uma maneira de evitar o desgaste dos comprimidos é a utilização de comprimido mais resistente a esforços mecânicos ou utilização de um pré-revestimento dos comprimidos em panela giratória antes do

recobrimento em leito de jorro. A falta de polimento dos comprimidos recobertos em leito de jorro é mencionado como uma outra desvantagem desta técnica, pois em alguns casos, dependendo da especificação do produto que se deseja obter, é necessário um polimento deste produto em panela giratória. As vantagens do recobrimento de comprimido em leito de jorro são tempo de processo relativamente curto em relação ao processo tradicional das panelas giratórias e boa taxa de secagem.

Kurcharski e Kmiéc têm trabalhos bastante relevantes sobre o processo de recobrimento de comprimidos. Em suas pesquisas, utilizaram o leito de jorro, com o atomizador localizado junto à placa distribuidora de ar.

No trabalho inicial de Kurcharski e Kmiéc (1983), foram realizados estudos da fluidodinâmica, transferência de calor e massa durante o processo de recobrimento de comprimidos em leito de jorro cônico com 30 cm diâmetro e com orifício de entrada de ar possuindo 8,2 cm de diâmetro. Os ensaios fluidodinâmicos foram realizados com e sem atomização de suspensão de recobrimento, mas os testes relativos aos fenômenos de transferência de massa e calor foram feitos com atomização de uma suspensão à base de açúcar. Esse trabalho indicou que as correlações desenvolvidas para o leito cônico sem recobrimento podem ser usadas para estimativas da queda de pressão máxima e dos números de Nusselt e Sherwood quando há atomização da suspensão sobre os comprimidos.

Kurcharski e Kmiéc (1986), analisaram o processo simultâneo de recobrimento e secagem de comprimidos em leito de jorro cônico e propuseram um modelo matemático tendo como base a existência de duas regiões distintas do leito de jorro: região central e ânulo. Na região central acontece o recobrimento e a secagem dos comprimidos, e nela foi considerada a existência de três fases sólidas: a fase inerte, a camada de recobrimento e a fase sólida atomizada. Na região anular, foi considerada a presença de duas fases, a inerte e a camada de recobrimento. Nessa região, também ocorre a secagem da umidade que ainda permanece na camada formada sobre os comprimidos e o transporte dos núcleos até a região de atomização. O modelo fornece as distribuições da temperatura do ar e das fases sólidas consideradas, da umidade das fases sólidas e a variação do diâmetro das partículas durante o processo de recobrimento. Também, a partir desse modelo, pode-se investigar a geometria do leito, altura do leito estático e as vazões de suspensão e de ar de jorro.

Kurcharski e Kmiéc (1988) estudaram as influências dos parâmetros na distribuição da massa aderida aos comprimidos e no coeficiente de granulação do processo de recobrimento. O coeficiente de granulação foi definido como a razão entre a massa sólida aderida aos comprimidos e a massa total adicionada no leito. A partir da análise adimensional e tratamento dos dados experimentais foi proposta uma correlação para estimativa do coeficiente de granulação em função dos parâmetros do processo, como pode-se ver pela equação (2.2). Esta correlação leva em conta a eficiência de fixação das gotas da suspensão de recobrimento sobre a superfície dos comprimidos.

Os autores concluíram que a distribuição de massa nos comprimidos segue o modelo log-normal, sendo função das variáveis envolvidas no processos. As variáveis são:

- ângulo da base cônica;
- diâmetro da coluna;
- diâmetro do orifício de entrada de ar;
- diâmetro médio de Sauter da partícula;
- fator de forma;
- massa média da partícula;
- porosidade da partícula;
- altura estática do leito;
- concentração da suspensão de recobrimento;
- pressão do ar de atomização;
- temperatura de entrada do ar;
- vazão mássica de ar alimentação do jorro;
- vazão mássica da suspensão de recobrimento;
- vazão mássica do ar de atomização, e
- tempo de processo.

$$\frac{\eta}{\eta_{in}} = 0,3253 \operatorname{Re}_p^{1,0887} \left(\frac{H_o}{d_{ps}^t} \right)^{-0,0646} \left(\frac{W_s}{W_g} \right)^{0,0393} (1 - C_s)^{1,0074} \phi^{-5,5280} \quad (2.2)$$

Estudos referentes à cinética de crescimento dos comprimidos foram realizados por Kurcharski e Kmiéc (1989), tendo como base os resultados da simulação do modelo matemático desenvolvido por eles em 1986, que permite mostrar o efeito da velocidade média do ar de jorro, diâmetro médio dos comprimidos e altura do leito estático, nos parâmetros estáticos e dinâmicos do leito de jorro.

Neste último trabalho foi verificado que, durante o processo de recobrimento, ocorre aumento da massa aderida sobre os núcleos, provocando um aumento na altura estática do leito, diâmetro e densidade dos comprimidos e uma expansão do leito. Isto leva a uma variação desfavorável no tempo de residência dos comprimidos na região de atomização, tendo como consequência uma irregularidade da cobertura formada sobre a superfície dos núcleos. Portanto, tempo de processo grande reduz a uniformidade do produto. Também neste trabalho foi proposto um modelo para estimar o diâmetro médio dos comprimidos revestidos, como pode-se ver na equação (2.3). Este modelo geral da cinética de crescimento leva em conta:

- as propriedades físicas do leito:

$$\bar{d}_{pS}^t, \bar{d}^t, H_o, \rho_p^t, \varepsilon, \phi$$

- propriedades da solução:

$$W_s, C_s, \rho^S, \rho_s^S, X_o^S, \bar{d}_{pS}^S$$

- dinâmica do fluxo de gás.

$$u_{g,cc}, \rho_{g,cc}, \mu_{g,cc}, W_g$$

$$\bar{d}_2^{gr} = \bar{d}_1^t \left[1 + \frac{\eta W_s t_{pr}}{\bar{m}_{b,l}^{gr}} \frac{\rho_p^t}{\rho_{p,red}} \right]^{1/3} \quad (2.3)$$

Taranto (1992) estudou a fluidodinâmica do leito de jorro bidimensional aplicado ao recobrimento de comprimidos. O leito usado em seus experimentos foi construído em acrílico, tendo as seguintes dimensões: 60 cm de altura, 30 cm de largura e 6 cm de espessura, com a possibilidade de variação do ângulo da base inclinada para 30°, 45° e 60°. As partículas utilizadas foram núcleos inertes com formato lenticular, com diâmetros de 0,649 e 0,747 cm e esfericidades de 0,8567 e 0,77, respectivamente. Ele utilizou uma solução polimérica à base de Cellosize QP 300H e como solvente, uma mistura de água, acetona e etanol.

O autor analisou a fluidodinâmica sem e com recobrimento das partículas, estudando a queda de pressão máxima no leito, a vazão de jorro mínimo e a altura máxima de jorro estável. Verificou que a queda de pressão no leito e a vazão de jorro mínimo dependem da altura e diâmetro do leito, das características das partículas e do ângulo da base inclinada do leito. Também observou que a atomização da solução não influenciou os dados de queda de pressão e vazão de ar. Através dos dados experimentais e do ajuste dos mesmos pelo método dos mínimos quadrados foram propostas as seguintes correlações empíricas, utilizando a definição de diâmetro equivalente para a entrada de ar e para a coluna do leito, respectivamente $(d_i)_{eq}$ e $(d_c)_{eq}$. Essas correlações são válidas para o leito bidimensional dentro das seguintes faixas: $250 < M_o < 2650 \text{ g}$; $30^\circ < \gamma < 60^\circ$; $5,41 < H_o < 28 \text{ cm}$; $5 < D_c < 8,5 \text{ cm}$ e $0,649 < d_p < 0,747$.

$$\frac{\Delta P_{\max}}{H_o \rho_b g} = 1 + 0,0006 \left[\frac{(d_c)_{eq}}{(d_i)_{eq}} \right]^{5,04} \left[\frac{\bar{d}_p}{\phi(d_c)_{eq}} - 1 \right]^{-1,92} \left[\operatorname{tg}\left(\frac{\gamma}{2}\right) \right]^{0,70} \quad (2.4)$$

$$W_{jm} = 5,92 \times 10^{-5} \left[\frac{\bar{d}_p}{\phi(d_c)_{eq}} \right]^{0,05} \left[\frac{(d_i)_{eq}}{(d_c)_{eq}} \right]^{-2,6} \left[\operatorname{tg}\left(\frac{\gamma}{2}\right) \right]^{0,06} \left[\frac{2gH(\rho_s - \rho_g)}{\rho_g} \right]^{1/2} \quad (2.5)$$

Oliveira (1992) utilizou um leito de jorro cônico-cilíndrico para recobrir partículas de alumina, com forma de elipsóide de revolução, sendo a solução de recobrimento à base de sacarose. O leito de jorro usado possui as seguintes dimensões: ângulo da base de 60° , acoplada a uma coluna cilíndrica de 14 cm de diâmetro e 40 cm da altura e diâmetro do orifício de entrada de ar igual a 3,9 cm. Para estudar o efeito das variáveis no processo de recobrimento, Oliveira realizou um planejamento fatorial 3^3 completo, com as variáveis sendo a temperatura de entrada do ar de jorro, T_g , a razão de ar de jorro pela vazão de ar na condição de jorro mínimo, W_g/W_{jm} ; e a relação da vazão mássica de suspensão fornecida ao leito pela vazão mássica total de ar, W_s/W_g . A Tabela 2.1 mostra os valores das variáveis utilizadas nos ensaios. As respostas de interesse foram: a taxa de aumento de massa, K , o coeficiente de adesão, η , e a cinética de crescimento das partículas. Foi desenvolvido um modelo baseado no balanço de massa do leito, para avaliar a cinética de crescimento da massa aderida sobre as partículas, como pode-se ver nas equações (2.6) e (2.7).

Com os resultados do planejamento fatorial desenvolveu uma correlação para estimar K e outra para estimar η .

$$\frac{\overline{m}_{p,i}}{\overline{m}_{p,o}} = 1 + Kt_i \quad (2.6)$$

$$\frac{\overline{d}_p}{\overline{d}_{p,o}^t} = \left(1 + \frac{\rho_p^t}{\rho^S} Kt \right)^{1/3} \quad (2.7)$$

Tabela 2.1 - Condições Operacionais Utilizadas nos Ensaios (Oliveira, 1992)

W_g/W_{jm}	W_s/W_g	T_g (°C)
1,5	2,63	67
1,6	3,67	75
1,7	4,71	83

Com base em seus resultados experimentais, Oliveira concluiu, para as condições estudadas: a temperatura não apresentou influência em K e η ; a taxa de crescimento de massa aumentou com W_s/W_g e com W_g/W_{jm} ; o coeficiente de adesão aumenta com W_s/W_g e tende a diminuir com W_g/W_{jm} ; o produto obtido apresentou distribuição de massa log-normal, e K e η podem ser estimados pelas seguintes correlações, como pode-se observar pelas equações (2.8) e (2.9).

$$K = \frac{\left(-4,18 + 1,66 \frac{W_s}{W_g} + 2,17 \frac{W_g}{W_{jm}} \right)}{1000} \quad (2.8)$$

$$\eta = -334,0 + 9,4 \frac{W_s}{W_g} + 515,4 \frac{W_g}{W_{jm}} - 1,58 \left(\frac{W_s}{W_g} \right)^2 - 171,3 \left(\frac{W_g}{W_{jm}} \right)^2 + 4,1 \left(\frac{W_s}{W_g} \right) \left(\frac{W_g}{W_{jm}} \right) \quad (2.9)$$

Ayub (1993) estudou a taxa de crescimento da partícula, K , e a eficiência de adesão, η , no recobrimento de comprimidos em leito de jorro bidimensional. Os seus experimentos foram realizados com ângulo da base do leito possuindo os seguintes valores: 30°, 45° e 60°; temperatura do ar de jorro na faixa de 70 °C e 85 °C e vazões de solução de recobrimento na faixa de 7,0 ml/min e 13 ml/min. O atomizador de duplo fluido foi localizado no topo do leito.

Ayub utilizou uma metodologia para analisar o recobrimento de comprimidos, baseada nos estudos de Kurcharski e Kmiéc (1988 e 1989) e Oliveira (1992), com o objetivo de estudar as influências das variáveis do processo no crescimento das partículas e na eficiência de adesão da solução de recobrimento sobre a superfície dos comprimidos. As variáveis estudadas foram: temperatura do ar de jorro (T_g); razão entre a vazão de ar de jorro e vazão de ar na condição de jorro mínimo (W_g/W_{jm}); razão entre a vazão mássica de solução e a vazão mássica total de ar (W_s/W_g).

O procedimento utilizado para o desenvolvimento dessa metodologia consistiu em colocar no leito uma carga M_o de comprimido a serem recobertos. Conhecendo-se a massa média unitária de cada comprimido, $\bar{m}_{po}$, calcula-se o número de comprimidos que existentes no leito, n_p , pela equação (2.10).

$$n_p = \frac{M_o}{\bar{m}_{po}} \quad (2.10)$$

Durante o processo de recobrimento, retiram-se amostras em intervalos de tempo pré-determinados, sendo a primeira coleta no início do processo. As amostras são pesadas e determina-se a massa média do comprimido, $\bar{m}_{pi}$, para o tempo de processo i correspondente, como mostra a equação (2.11).

$$\bar{m}_{pi} = \frac{m_{pi}}{n_{pi}} \quad (2.11)$$

Realizando um balanço de massa no leito, desenvolveu-se um modelo para o crescimento dos comprimidos em função do tempo de processo. Também a partir desse modelo pode verificar-se a taxa de aumento de massa, K , e coeficiente de adesão, η . Para o desenvolvimento do modelo considera-se que: a eficiência do processo permaneça constante, não ocorra quebra dos comprimidos e que o número de comprimidos no leito permaneça constante para cada batelada.

Procedimento para o desenvolvimento do modelo:

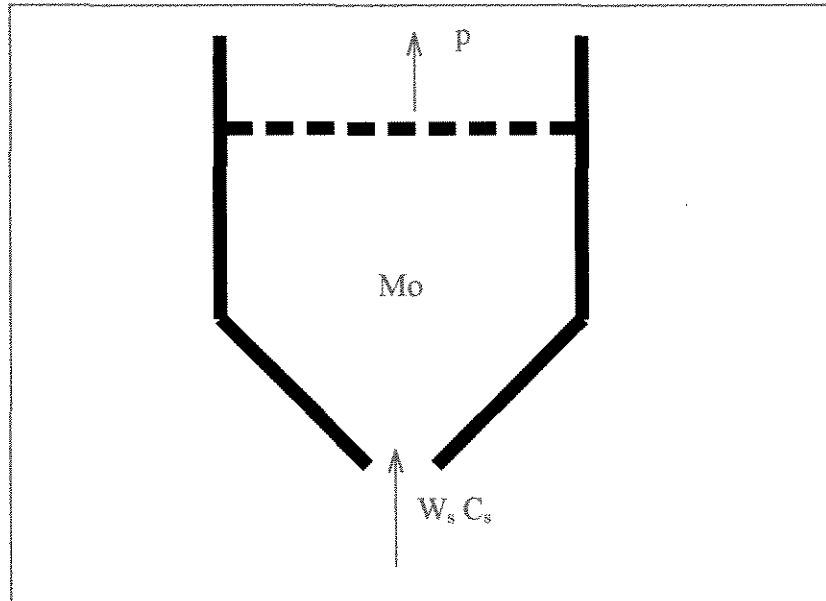


Figura 2.9 - Esquema do Processo - Balanço de Massa no Leito

De acordo com a Figura 2.9, pode-se escrever o seguinte balanço de massa:

$$M_f = M_o + W_s C_s t - p t \quad (2.12)$$

$$M_f - M_o = (W_s C_s - p) t \quad (2.13)$$

- Definição do coeficiente de adesão;

$$\eta = \frac{\text{massa de sólidos aderida aos comprimidos}}{\text{massa total de sólidos adicionada ao leito}} \quad (2.14)$$

$$\eta = \left(\frac{M_f - M_o}{W_s C_s t} \right) = \frac{W_s C_s - p}{W_s C_s} \quad (2.15)$$

- Escrevendo o balanço de massa em termos do coeficiente de adesão, temos:

$$M_f = M_o + \eta W_s C_s t \quad (2.16)$$

- Dividindo a equação (2.16) pelo número de comprimidos que se encontram no leite e pela massa inicial de cada comprimido, obtém-se o modelo que relaciona o incremento de massa dos comprimidos com os parâmetros do processo.

$$\frac{\bar{m}_{pi}}{\bar{m}_{po}} = 1 + \frac{\eta W_s C_s t}{n_p \bar{m}_{po}} \quad (2.17)$$

- Sendo;

$$K = \frac{\eta W_s C_s}{n_p \bar{m}_{po}} \quad (2.18)$$

$$\eta = \frac{K n_p \bar{m}_{po}}{W_s C_s} \quad (2.19)$$

Logo:

$$\frac{\bar{m}_{pi}}{\bar{m}_{po}} = 1 + K t_i \quad (2.20)$$

Através do modelo, verifica-se que a massa aderida sobre os comprimidos tem um crescimento linear, sendo K o coeficiente angular do crescimento linear. A partir de K encontra o coeficiente de adesão η .

Com base nos resultados de seus experimentos Ayub observou que:

- O ângulo de 30° não apresentou boa circulação dos comprimidos, levando a utilização de altas vazões de ar, o que implica numa maior perda de solução de recobrimento por elutriação, vindo a diminuir a taxa de crescimento, a eficiência de adesão e a uniformidade da cobertura formada sobre os comprimidos;
- O ângulo de 45° apresentou boa circulação dos comprimidos, levando a um recobrimento mais uniforme e altas taxas de crescimentos e eficiência de adesão;

- Para o ângulo de 60° os comprimidos apresentaram um boa circulação, porém houve um maior desgaste e quebra, causado pelo atrito entre eles e a parede do leito;
- Há uma relação linear de crescimento dos comprimidos com o tempo, e que o coeficiente angular, K, é função de W_s/W_g ;
- Nas condições estudadas a temperatura não apresentou influência sobre a taxa de crescimento, K, e nem no coeficiente de adesão, η ;
- O coeficiente de adesão, η , é função de W_s/W_g e W_g/W_{jm} . Para W_s/W_g alto, maior é η , e quando W_g/W_{jm} aumenta, η diminui.

Ataíde (1996) estudou a cinética de crescimento de comprimidos durante a operação simultânea de recobrimento e secagem do filme depositado sobre a superfície das partículas. O equipamento usado para fazer o recobrimento foi um leito de jorro cônico-cilíndrico construído em vidro Pyrex® equipado com um sistema de injeção auxiliar de ar junto a parte cônica, fazendo com que a fluidodinâmica seja denominada de leito de jorro-fluidizado. O objetivo principal dessa pesquisa foi o estudo comparativo entre o recobrimento feito no leito de jorro e no leito de jorro-fluidizado. Neste trabalho fez-se a caracterização fluidodinâmica do sistema, tanto para o leito de jorro e leito de jorro-fluidizado. Também estudou-se o efeito da injeção de ar na taxa de circulação dos comprimidos para as condições de operação empregadas. Durante o processo de recobrimento foram avaliados os efeitos da altura estática do leito e vazão de suspensão de recobrimento sobre a taxa de crescimento dos comprimidos, para as duas condições hidrodinâmicas estudadas.

Foi definida uma expressão teórica para a estimativa do incremento médio de massa seca da partícula, para a geometria cone-cilíndrica, levando em consideração a eficiência do processo de recobrimento. A equação (2.21) mostra esta expressão.

$$\Delta m_p^{gr} = \frac{\eta W_s (t_2 - t_1) (d_{pv}^{gr})^{1/3}}{\left\{ (1 - \varepsilon_o) \frac{1}{4} \frac{(d_{cc}^3 - d_i^3)}{\operatorname{tg}\left(\frac{\gamma}{2}\right)} + \frac{3}{2} d_c^2 \left[H_o - \frac{(d_{cc} - d_i)}{2 \operatorname{tg}\left(\frac{\gamma}{2}\right)} \right] \right\}} \quad (2.21)$$

A partir de um estudo dimensional do processo de recobrimento, considerando os parâmetros operacionais investigados, obteve-se uma correlação para estimativa da eficiência do processo de recobrimento, como indica a equação (2.22).

$$\eta = Re_p^a Stk^b \left(\frac{d_{ps}^s}{\phi d_{pv}^t} \right)^c \left(\frac{W_s}{W_{gc}} \right)^d \left(\frac{H_o}{H_{con}} \right)^e \quad (2.22)$$

Para a determinação dos parâmetros dessa correlação utilizou-se um algoritmo de regressão não linear, denominado Método da Máxima Verossimilhança. A Tabela 2.2 mostra os valores dessas constantes.

Tabela 2.2 - Valores dos Parâmetros da Correlação (Ataíde, 1996)

a	b	c	d	e
0,18154	-0,08379	-0,57667	0,06827	-0,09184

A qualidade do produto final foi avaliada em termos de sua homogeneidade, através da análise da distribuição de frequência de massa do comprimido recoberto, em relação à matéria prima original.

O processo de recobrimento utilizando o leito de jorro-fluidizado apresentou-se mais eficiente. O motivo desse melhor desempenho deve-se a uma maior taxa de circulação de sólidos na zona anular do leito, de modo que os comprimidos atingem a região de recobrimento, que fica no topo do leito, com maior frequência. O outro fator dessa maior eficiência é que a fluidodinâmica do leito de jorro propicia um maior arraste das gotículas pulverizadas e uma secagem mais intensa das partículas, visto que o fluxo de ar para expansão do leito e secagem das partículas é mais forte, enquanto no jorro-fluidizado, este problema é minimizado, pois uma parte do fluxo central de ar é desviado para fluidizar o leito de comprimidos.

O leito de jorro-fluidizado confere ao processo de recobrimento de comprimidos uma maior flexibilidade operacional, pois pode-se manipular as duas correntes de ar. Através do controle de suas vazões alcança-se uma fluidodinâmica intermediária, muitas vezes interessante para partículas de dimensões medianas, visto que o leito de jorro tradicional é adequado para partículas grandes e o leito fluidizado convencional é empregado para partículas pequenas.

A influência dos parâmetros investigados sobre a cinética de crescimento das partículas foram as seguintes:

- para vazão de suspensão mais elevada, maior é o crescimento da partícula e
- quando aumenta-se a altura estática, conservando a vazão de suspensão constante, a taxa de crescimento das partículas diminui.

Os histogramas da matéria-prima e dos comprimidos revestidos apresentaram basicamente a mesma forma. Logo, pode-se dizer que o recobrimento foi bem distribuído e não provocou alterações significativas na massa inicial dos comprimidos.

Kage et alii (1996) usaram um leito de jorro cone-cilíndrico para recobrir esferas de vidro através da atomização de uma suspensão contendo partículas de sílica ou nilo, sendo o bico de atomização localizado na parte de cima do leito. Em seus ensaios, eles variaram a taxa de alimentação da suspensão, a concentração e o tipo de partícula da suspensão. A umidade e a temperatura do ar de fluidização também foram variadas.

Para a atomização da suspensão contendo pó de nylon, distinguem-se dois estágios de crescimento da camada formada sobre as esferas de vidro. No primeiro estágio, a suspensão de recobrimento adere somente em poucos pontos da superfície das partículas, havendo um crescimento lento. O segundo estágio ocorre quando já existe uma primeira camada aderida à superfície das esferas. A partir deste momento, as próximas camadas formadas sobre a primeira têm um crescimento mais rápido. A diferença de crescimento entre o primeiro e o segundo estágio é função do número de pontos de contatos sobre as esferas e da diferença da força de adesão que há entre as esferas de vidro e o nylon. Quando se utiliza a sílica como partículas sólidas da suspensão de recobrimento, não há diferença na taxa de crescimento, pois a força de adesão entre as esferas de vidro e a sílica é a mesma.

Kage et alii observaram que a eficiência do recobrimento está relacionada com a umidade contida na camada formada sobre as partículas. A umidade da cobertura de revestimento permanece constante durante o processo de recobrimento, para uma determinada temperatura e umidade do ar de fluidização e vazão de suspensão. Logo, conclui-se que a eficiência do recobrimento é função do conteúdo de umidade que há na cobertura formada sobre as esferas de vidro, sendo afetada diretamente pelas variáveis do processo.

Abe et alii (1986) recobriram areia e argila utilizando um leito fluidizado pulsante com disco rotatório. Esses pesquisadores analisaram a eficiência de seu processo através

de um índice R_w , que reflete as condições de secagem dentro do leito, assumido que o ar de fluidização é umidificado adiabaticamente durante processo de recobrimento.

Como mostra a Figura 2.10, o ar de fluidização sofre um aquecimento antes de entrar no leito. Isto ocorre ao longo da linha AB. Subseqüentemente, o ar é resfriado e umidificado pela suspensão atomizada sobre o leito de partículas. Esta etapa ocorre ao longo da linha BC.

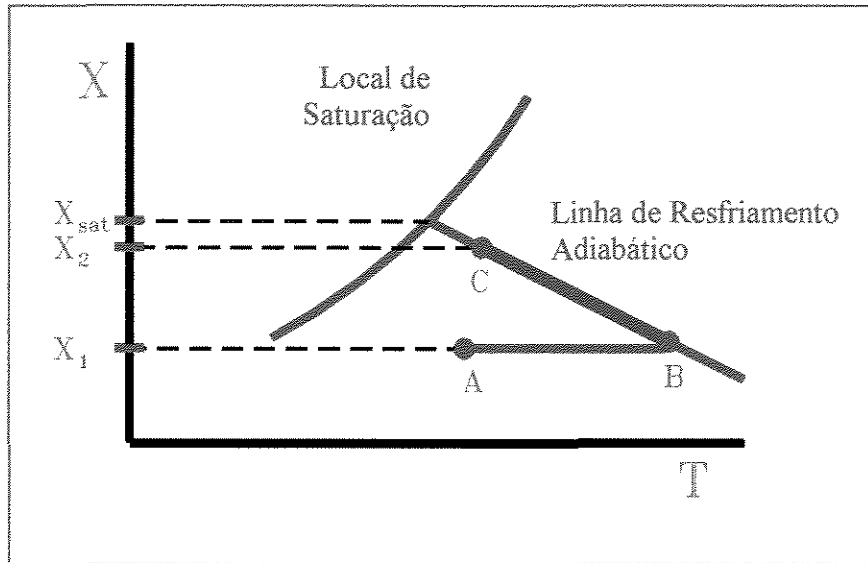


Figura 2.10 - Umidificação Adiabática do Gás de Fluidização (Kage et alii, 1986)

Kage et alii utilizaram a consideração de Abe et alii e propuseram um índice R para avaliar quantitativamente a eficiência do recobrimento das partículas. O índice R foi definido sendo a relação entre a umidade do ar de fluidização e a umidade do ar saturado adiabaticamente. A equação (2.23) fornece a definição de R .

$$R = \frac{X_{g,0}}{X_{g,1}} \quad (2.23)$$

A eficiência do recobrimento apresentou melhores resultados quando a camada aderida sobre as partículas tem uma umidade alta, Isto ocorre, para uma baixa temperatura, e alta umidade do ar de jorro e uma alta taxa de alimentação de suspensão.

2.6 Sistema de Atomização

2.6.1 Tipos de Bicos Atomizadores

A escolha do bico de atomização está relacionada com a dimensão e geometria do leito, e com as características do spray, ou seja, formação do spray, tamanho médio das gotículas, energia requerida para formar o jato de gotículas (Seitz et alii).

Há dois tipos básicos de atomizadores usados para pulverizar a solução ou suspensão de recobrimento sobre as partículas: atomizador de alta pressão e atomizador de baixa pressão.

No atomizador de alta pressão, o líquido é bombeado com a pressão na faixa de 250 a 3000 psi, atravessando um pequeno orifício do bico atomizador, o que resulta na formação de um jato de gotículas finamente divididas. O grau de atomização é controlado pelo tamanho do orifício, pressão e viscosidade do líquido. A Figura 2.11 exemplifica este tipo de atomizador.

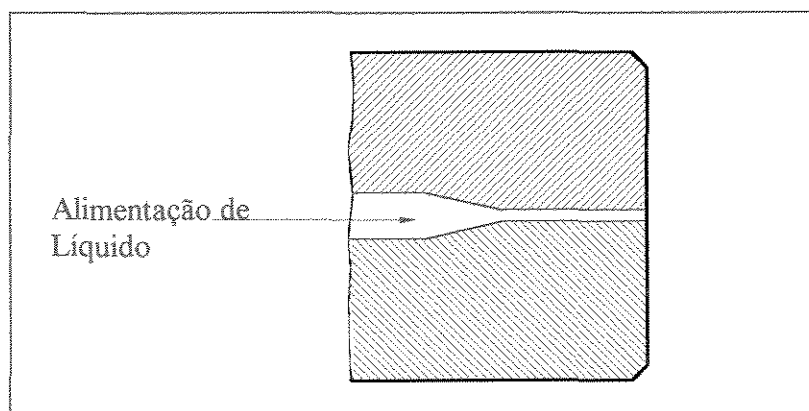


Figura 2.11 - Bico Atomizador de Alta Pressão

No atomizador de baixa pressão ou duplo fluido, o líquido é bombeado a baixa pressão (5 a 50 psi) atravessando um orifício. Ao entrar em contato com uma corrente de ar (10 a 100 psi), forma-se um jato de gotículas. A Figura 2.12 ilustra o atomizador de baixa pressão.

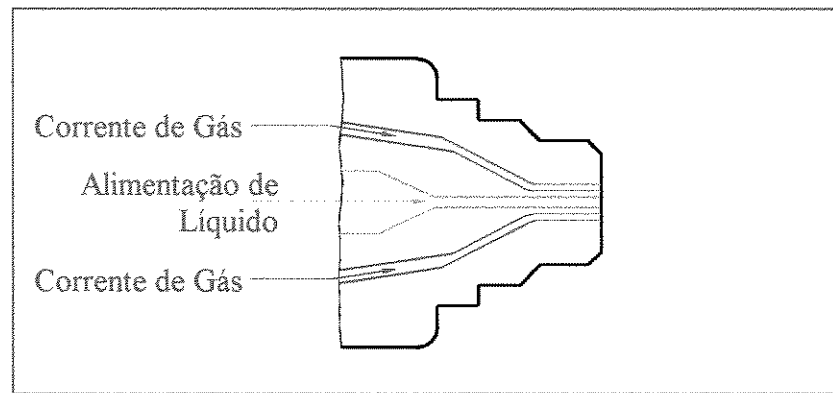


Figura 2.12 - Bico Atomizador de Baixa Pressão

2.6.2 Posição do Atomizador em Relação ao Leito de Partículas

Nos processos de recobrimento de partículas em leitos móveis, a escolha da posição do atomizador em relação ao leito de sólidos assume um papel importante. As principais posições em que o bico atomizador se localiza são: topo, fundo e na parede do leito.

Características da atomização no topo do leito:

- acesso fácil ao bico de atomização, facilitando a manutenção após o processo de recobrimento;
- ajuste da altura do atomizador em relação ao leito de partículas. Para evitar problemas de arraste das gotículas pulverizadas, aproxima-se o atomizador para perto das partículas. Porém, deve-se levar em conta os problemas operacionais que podem surgir aproximando demasiadamente o atomizador do leito de partículas, como o contato excessivo das partículas com o atomizador que pode provocar alterações na fluidodinâmica do jorro;
- indicado para operar com grande carga de sólidos.

Características da atomização no fundo do leito:

- jateamento pode levar ao encharcamento e aglomeração das partículas, caso a vazão da solução ou movimento de jorro não sejam adequados;
- indicado para operar com cargas moderadas de partículas;
- boa uniformidade do produto e excelente reprodutibilidade das características do filme;
- montagem lenta e complicada;
- acesso mais difícil ao bico atomizador;
- hidrodinâmica desfavorável para partículas pequenas.

Características da atomização tangencial na base do leito:

- montagem simples;
- fácil acesso ao bico atomizador;
- excelente para recobrimento por película.

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

2.7 Características dos Comprimidos

Segundo o catálogo da empresa Röhm Pharma, os comprimidos devem apresentar uma forma geométrica arredondada, sendo que sua superfície deve ser lisa e pouco porosa. Desigualdades visíveis não são niveladas pela película de recobrimento, e sim reproduzidas. Formas oblongas são mais difíceis de revestir e requerem em geral a aplicação de maior quantidade de solução de recobrimento. A massa de cada comprimido não deve ultrapassar 1g, ao menos no processo de leito móvel. A friabilidade deve ficar abaixo de 1%.

Os comprimidos devem ser levemente abaulados e ter uma resistência à ruptura de pelo menos 20 N, para os processos tradicionais de panelas giratória. Nos processos de leito móvel, esta resistência deve ser em torno de 50 N.

2.8 Soluções Usadas no Revestimento de Comprimidos:

Há dois tipos de soluções usadas no recobrimento de comprimidos: solução de açúcar e soluções poliméricas.

A solução de açúcar dá uma boa aparência aos comprimidos, porém o processo é lento pois envolve várias etapas: selamento, sub-recobrimento, alisamento, coloração, acabamento e polimento (Porter, 1987 e Schroeter, 1977). O recobrimento com solução de açúcar apresenta vários problemas, como tempo de processo longo, quebra dos comprimidos frágeis, não uniformidade dos comprimidos revestidos em relação a forma e a cor, além do grande aumento do volume do comprimido, chegando a ser 50% superior ao volume original. A aparência do produto final, contudo é satisfatória.

As soluções poliméricas são classificadas em função da solubilidade que apresentam em relação ao suco gástrico (Seitz et alii). São divididas em dois grupos:

- as que promovem película resistente ao meio ácido do estômago, conhecidas como revestimento entérico,
- cujo revestimento dissolve-se no suco gástrico, sendo chamado de não entérico.

Uma solução polimérica ideal deve ter as seguintes características:

- ser solúvel ao solvente da solução;
- ser incolor, inodora e insípida;
- ter compatibilidade com os outros aditivos da solução;
- ser atóxica;
- conservar suas características com o passar do tempo;
- formar um filme contínuo;
- não difundir para o interior do comprimido, e
- produzir filme de boa aparência estética.

As soluções poliméricas são constituídas principalmente por um polímero, um plastificante, pigmentos corantes e um solvente.

Os principais polímeros utilizados são derivados de celulose, tais como: acetato ftálico-celulose, hidroxipropilmetilcelulose, etilcelulose. Também podem ser usados polímeros sintéticos como por exemplo: um copolímero acrílico do ácido metacrílico, o metacrilato de metila.

O solvente tem a função de dissolver ou dispersar o polímero e outros aditivos na superfície do comprimido. Os solventes mais usados são álcoois, cetonas, éteres, hidrocarbonetos clorados ou água.

O plastificante tem a finalidade de dar flexibilidade à película, para que suporte melhor as tensões mecânicas. Os principais tipos de plastificantes usados são: glicerina, polietileno glicol, polissorbatos (tween), ésteres de citratos e alguns ésteres de ftalato, como o ftalato de dietila.

Os corantes são usados para proporcionar cor e boa aparência ao comprimido. O corante deve ser solúvel na solução ou ficar em suspensão como um pó insolúvel. Os principais tipos de corantes são: a laca de alumínio, os óxidos de ferro, carotenóides e clorofila.

Outras substâncias também entram na formulação da solução ou suspensão de recobrimento, tais como: talco e estearato de magnésio, tendo a função de agente de separação e alisamento. Eles reduzem a aglutinação das películas ao secarem e produzem uma película com superfície lisa. O estereato de magnésio é fácil de dispersar, sedimentando apenas lentamente, retardando a sedimentação da suspensão de pigmentos.

O dióxido de titânio é um opacificante, emprestando ao revestimento uma coloração uniforme. Tal uniformidade da coloração é ajustada pelo fato das partículas de pigmento tornarem opaca a película, impedindo que a superfície do núcleo seja visualizada.

No processo de recobrimento com película polimérica, o produto final obtido apresenta pequena variação de peso, em torno de 2% a 4% em relação ao volume original; tempo de processamento curto; cobertura mais resistente e uniforme; flexibilidade da formulação da solução; maior eficiência e rendimento do processo.

NOMENCLATURA

C_s	fração mássica de sólidos em solução (kg/kg)
d	diâmetro (m)
d_c	Diâmetro do leito (cm)
d_i	Diâmetro da entrada de ar (cm)
d_{pv}	Diâmetro de partícula de volume equivalente (m)
g	aceleração da gravidade (cm/s^2)
H_o	Altura estática do leito (m)
H_{con}	Altura do tronco do cone da coluna (m)
K	Taxa de aumento de massa (min^{-1})
m	massa (kg)
M_o	Massa total de partículas no leito (g)
M_f	Massa total de partículas no leito, final (kg)
n_p	número de partículas (--)
p	perdas (--)
R	Índice definido pela equação (2.1) (--)
Re_p	Número de Reynolds da partícula (--)
t	tempo (s)
tg	tangente (--)
T	temperatura ($^{\circ}\text{C}$)
u	velocidade (m/s)
W_g	vazão mássica de gás (kg/min)
W_{gc}	vazão mássica de gás de atomização (kg/min)
W_{jm}	vazão mássica de gás na condição de jorro mínimo (kg/min)
W_s	vazão mássica de suspensão de recobrimento (kg/min)
X	Umidade do material (kg/kg)

Letras Gregas

Δm	incremento de massa do leito ou da partícula (g)
$\Delta P_{\max}$	Queda de pressão máxima no leito (bar/cm ²)
ε	Porosidade do leito (m ³ /m ³)
ε_0	Porosidade do leito fixo (m ³ /m ³)
ϕ	Esfericidade (--)
γ	Ângulo da base inclinada (graus)
η	Coefficiente de adesão (--)
η_{in}	Eficiência de fixação inercial das gotas de líquido (--)
μ	viscosidade dinâmica (kg/m.s)
ρ	Massa específica (kg/m ³)
ρ_b	Massa específica do leito expandido (kg/m ³)

Subscritos

1, 2	entrada, saída
b	leito
cc	parte cilíndrica da coluna
eq	equivalente
fm	mínima fluidização
g	gás
i	índice
j	jorro
jm	jorro mínimo
max	máximo
o	inicial
p	partícula
pr	processo
pS	Sauter
red	reduzida
s	sólido
sat	saturado

Sobrescritos

—	valor médio
gr	grânulo
S	suspensão ou solução de recobrimento
t	inerte

CAPÍTULO 3

MATERIAIS, EQUIPAMENTOS E MÉTODOS
EXPERIMENTAIS

3.1 Materiais

Ver

Os núcleos inertes de comprimidos, os quais são denominados placebos, utilizados nos processos de recobrimento, foram fornecidos por uma empresa que trabalha na área de medicamentos sólidos, a Almapal S.A, de São Paulo. A composição dos placebos é basicamente lactose e estearato de magnésio. A forma geométrica dos comprimidos é lenticular, sendo ilustrada na Figura 3.1.

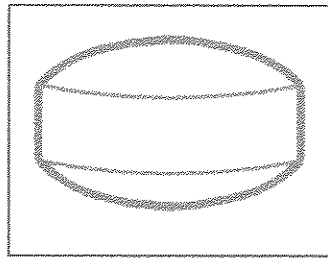


Figura 3.1 - Formato dos Placebos Utilizados.

As características físicas, como massa média, massa específica, diâmetro e esfericidade para uma partida de placebos utilizada, são mostradas na Tabela 3.1. Essa tabela mostra as características dos placebos usados na maioria dos ensaios de recobrimento, porém nem todas as corridas puderam ser realizadas com o mesmo lote de placebos. Outro lote de placebos utilizado apresentou massa média de $0,243 \pm 0,007$ g.

Tabela 3.1 - Características dos Placebos

$\bar{m}_{po}$ (g)	ρ_p (kg/m ³)	$\bar{d}_p$ (m)	ϕ
$0,263 \pm 0,004$	1280,59	$7,24 \times 10^{-3}$	0,87

O procedimento para determinação das características dos placebos foram as seguintes:

- Para a determinação da massa média dos placebos, pesou-se uma amostra de 100 placebos e dividiu-se a massa total pelo número de placebos que a formava, como mostra a equação (3.1).

$$\bar{m}_p = \frac{M_a}{n_p} \quad (3.1)$$

- Para se determinar a massa específica, é necessário o conhecimento do volume dos placebos que compõem a amostra. Os placebos têm uma forma lenticular, ou seja, possuem uma parte cilíndrica e duas partes parabólicas, como mostra a Figura 3.1; logo, a soma do volume dessas duas geometrias fornece o volume do placebo, como indica a equação (3.2).

$$V_p = V_c + 2V_{pa} \quad (3.2)$$

O volume médio dos placebos é calculado pela equação (3.3).

$$\bar{V}_p = \frac{\sum_i^n V_{p_i}}{n_p} \quad (3.3)$$

A massa específica é a razão entre a massa média e o volume médio dos placebos, como mostra a equação (3.4).

$$\rho_p = \frac{\bar{m}_p}{\bar{V}_p} \quad (3.4)$$

- O diâmetro médio dos placebos é encontrado considerando-se que o volume médio dos placebos é igual ao volume de uma esfera. Então, a partir da equação (3.5) pode-se calcular o diâmetro médio dos placebos.

$$\bar{d}_p = \sqrt[3]{\frac{6\bar{V}_p}{\pi}} \quad (3.5)$$

- A relação entre a área superficial da esfera de mesmo volume que o placebo e a área superficial do placebo fornece a esfericidade do placebo, como ilustra a equação (3.6).

$$\phi = \frac{A_e}{A_p} \quad (3.6)$$

A área do placebo é igual a soma das áreas parabólicas e cilíndricas, como mostra a equação (3.7).

$$A_p = 2A_{pa} + A_c \quad (3.7)$$

A suspensão de recobrimento utilizada no processo foi uma suspensão polimérica solúvel em água. A sua composição é mostrada na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 - Composição da Suspensão de Recobrimento

Reagentes	% em peso
Cellosize QP 09H®	3,10
Dióxido de titânio	0,97
Tween	0,85
Talco neutro	1,16
Polietileno glicol 6000	0,54
Corante	0,20
Água	93,18

Essa composição foi baseada na composição utilizada por Ayub (1993) e modificada de acordo com resultados preliminares de revestimentos obtidos. Adicionou-se "tween", com a função de conferir maior plasticidade à solução e retirou-se o estearato de magnésio, pois este apresentava problemas de precipitação obstrução do bico atomizador.

O procedimento de preparação da suspensão é dividido em duas partes. A primeira etapa é a preparação da suspensão polimérica de hidroetilcelulose (Cellosize QP 09H®). A segunda envolve a preparação da suspensão de pigmentos, composta por: talco neutro, dióxido de titânio, polietileno glicol 6000, tween e corante de laca de alumínio. Estas duas suspensões são misturadas e submetidas à agitação mecânica durante todo o processo.

As características da suspensão utilizada são apresentadas na Tabela 3.3. A massa específica foi determinada através de picnometria, e a concentração de sólidos em peso foi encontrada pela secagem da suspensão em uma estufa..

Tabela 3.3 - Características da Suspensão de Recobrimento

ρ_s (g/cm ³)	Cs (% em massa seca)
1,0244	6 %

3.2 Equipamento Experimental

3.2.1 Leito de Jorro

O leito de jorro utilizado nos experimentos é do tipo retangular, com base angulada, sendo esta geometria denominada bidimensional. A Figura 3.2 ilustra a geometria do leito usado. Sendo confeccionado em acrílico, as peças de seu corpo são intercambiáveis. As partes principais são: duas bases com ângulos diferentes, 50° e 55° e o corpo de seção retangular. A Figura 3.2 ainda mostra as dimensões do leito de jorro utilizado no processo de recobrimento. Essas dimensões estão dentro dos limites especificados na literatura (Kalwar et alii, 1989), que permitem a instalação do regime de

jorro estável com adequada taxa de circulação das partículas. O Anexo B mostra as figuras do sistema experimental utilizado.

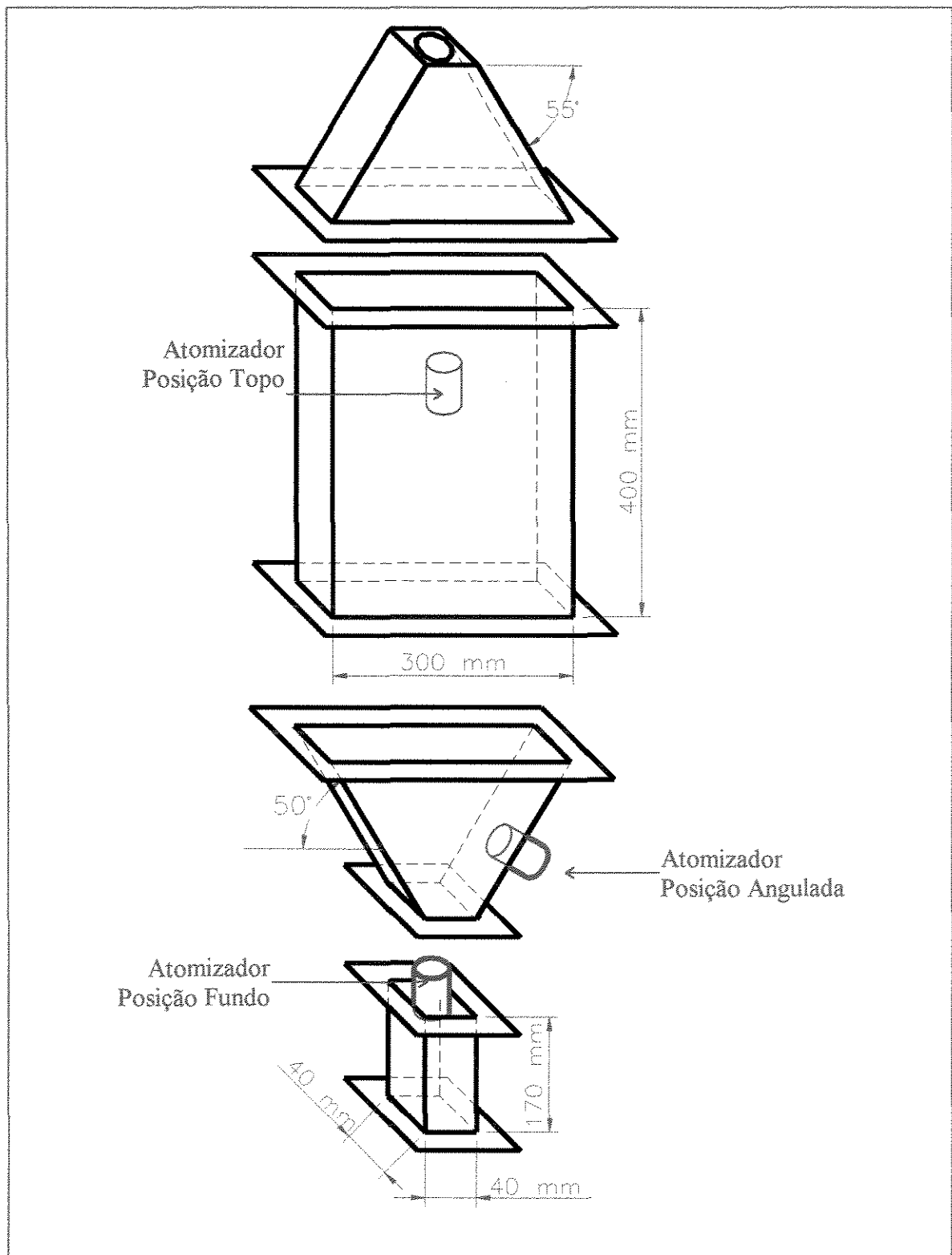


Figura 3.2 - Leito de Jorro Bidimensional

A base angulada do leito de jorro oferece duas opções para adaptação do bico atomizador: uma localizada na metade da base angulada e a outra no início da base angulada, como se pode ver na Figura 3.3.

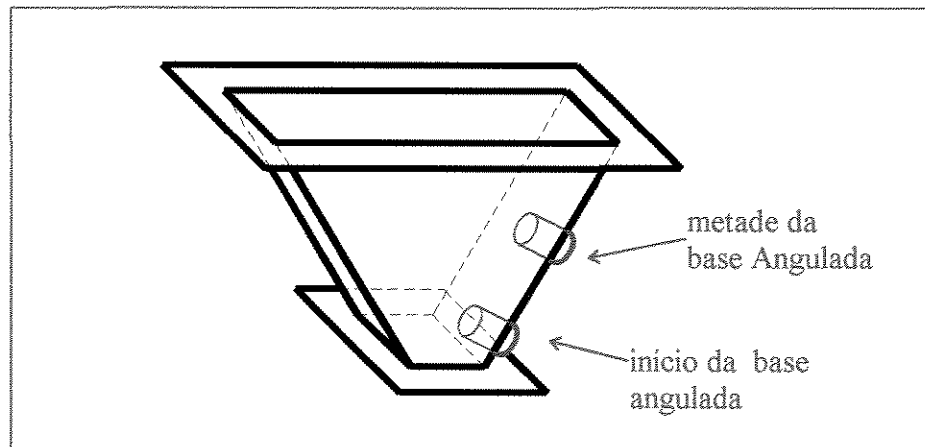


Figura 3.3 - Detalhe da Base Angulada

Este leito permite a coleta de amostras de partículas em dois pontos diferentes: na região angulada e na retangular, como mostra a Figura 3.4.

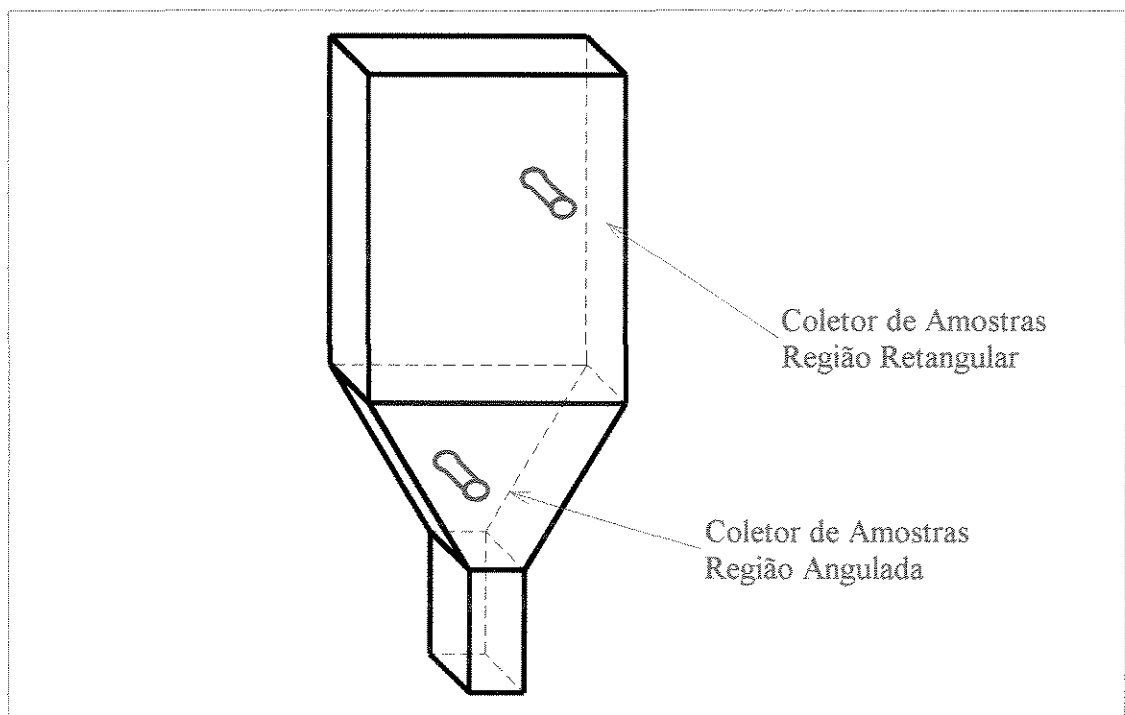


Figura 3.4 - Posições dos Coletores de Amostra no Leito de Jorro.

3.2.2 Bico Atomizador

O bico atomizador é de duplo fluido, conforme a Figura 3.7, alimentado com uma linha de ar comprimido e outra de suspensão, com mistura interna, trabalhando com baixa pressão de ar, na faixa de 16,2 a 92,6 psi. O atomizador utilizado no processo de recobrimento de placebos é da marca Spraying Systems, modelo Sun23. O modelo do atomizador escolhido é adequado à geometria do leito. O jato obtido é retangular e em forma de leque, fazendo com que seja minimizada a atomização da suspensão diretamente na parede do leito.

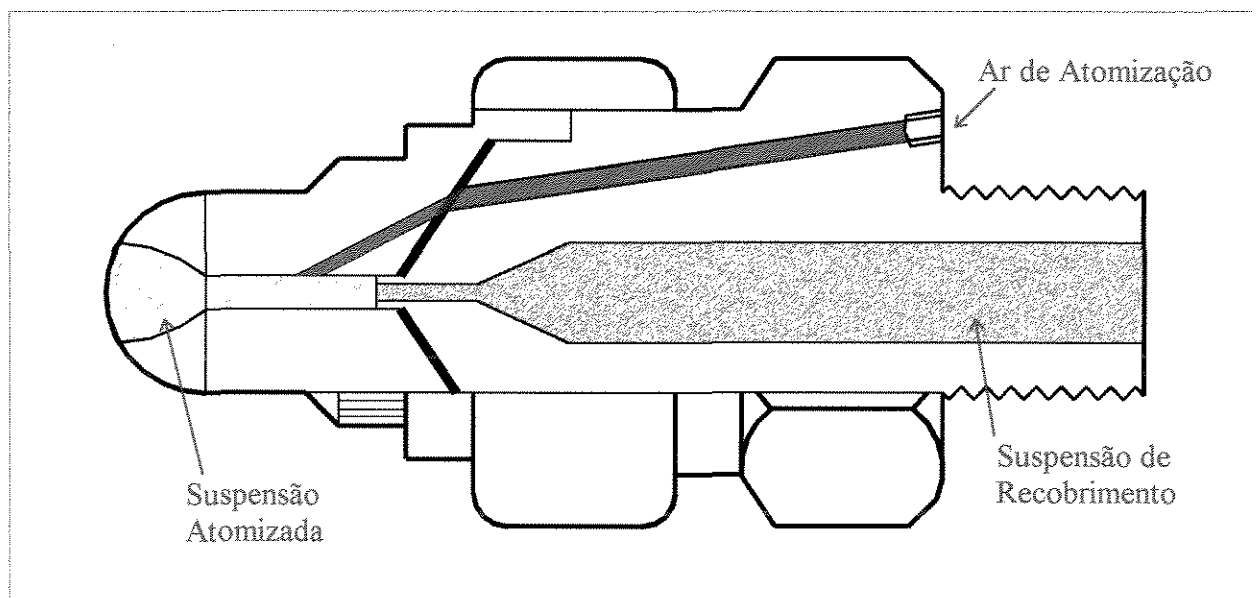


Figura 3.7 - Bico Atomizador

3.2.3 Sistemas de Alimentação

3.2.3.1 Sistema de Alimentação do Ar de Jorro

O ar necessário para fazer a movimentação dos placebos em jorro estável é fornecido por um compressor radial da marca Ibram, modelo CR-8, que possui a seguinte especificação: 7,5 cv com deslocamento de 8 m³/min e pressão máxima de 3700 mmH₂O.

Na saída do compressor, há um sistema de aquecimento do ar, composto por três resistências.

O compressor é conectado ao leito por uma tubulação de duas polegadas de diâmetro, com isolamento térmico de lã de vidro.

3.2.3.2 Sistema de Alimentação da Suspensão de Recobrimento

A suspensão de recobrimento é armazenada em um recipiente de plástico e submetida a uma agitação mecânica. O bombeamento da suspensão para o bico atomizador se dá por meio de uma bomba peristáltica, modelo Masterflex L/S 7523-20, que trabalha com a faixa de vazão de 0,6 a 2300 ml/min.

O bico atomizador, como já dito anteriormente é de duplo fluido, há uma linha de ar e outra de suspensão. A suspensão ao entrar em contato com a corrente de ar, é atomizada, produzindo um spray de gotículas finamente divididas. O grau de atomização é controlado através da vazão e viscosidade da suspensão, pressão do ar e características de projeto do bico atomizador. Nos experimentos realizados neste trabalho, mantiveram-se constantes a viscosidade da suspensão e o modelo do bico atomizador. Variou-se a vazão da suspensão, bem como a pressão do ar de atomização.

O ar de atomização é fornecido por um compressor de 10 cv, deslocamento de $1,1\text{m}^3/\text{min}$ e pressão máxima de $12,3\text{ kg/cm}^2$. A linha que vai do compressor ao bico atomizador tem diâmetro de uma polegada.

3.2.4 Sistema de Controle e Medida da Vazão de Alimentação do Ar de Jorro e de Atomização

O controle da vazão na linha de ar de alimentação do jorro é realizada por uma válvula globo situada próxima à saída do compressor. Há uma placa de orifício nesta linha, onde a tomada de pressão diferencial é feita nos cantos da placa, sendo a leitura realizada por um manômetro de tubo em U. Através da equação de calibração da placa de orifício, tem-se a vazão do ar que passa pela placa, que é função da pressão diferencial. No sistema de alimentação do atomizador, o processo de controle e medida de vazão é o mesmo: válvula globo e placa de orifício.

A equação geral de calibração da placa de orifício é fornecida pela literatura apropriada (Ower e Pankhurst, 1977), sendo a vazão calculada pela seguinte equação.

$$W = \kappa \epsilon \alpha a_2 \sqrt{\frac{1}{1-m^2} (h_1 - h_2) \frac{b}{C+T}} \quad (3.8)$$

W : vazão mássica (kg/min).

$(h_1 - h_2)$: queda de pressão na placa (cmH₂O).

a_2 : área do orifício (cm²).

a_1 : área do tubo (cm²).

$$m = \frac{a_2}{a_1} \quad (--)$$

T : temperatura do ar (°C).

b : pressão barométrica local (mmHg).

α : coeficiente de descarga para a placa de orifício.

ϵ : fator de compressibilidade para a placa de orifício.

P_1 : pressão estática a montante da placa de orifício.

$$\epsilon = 1 - \beta \frac{(h_1 - h_2)}{P_1}$$

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

Para este sistema de unidades têm-se as seguintes constantes:

$$\kappa = 0,0573$$

$$C = 273,15$$

De acordo com este procedimento, obteve-se:

$$- \text{ Para a linha de ar de jorro: } W_g = 13,4255 \frac{(h_1 - h_2)^{1/2}}{(273,15 + T)^{1/2}} - \frac{5,1781}{P_1} \frac{(h_1 - h_2)^{3/2}}{(273,15 + T)^{1/2}}$$

– Para a linha de ar de atomização:
$$W_{ar} = 0,2652 \frac{(h_1 - h_2)^{1/2}}{(273,15 + T)^{1/2}}$$

3.2.5 Descrição do Sistema Experimental

O esquema da Figura 3.8 descreve todo o sistema experimental. O ar de jorro é fornecido por um compressor (1) e aquecido por um conjunto de três resistências (2); a temperatura do ar é controlada por um relê, liga-e-desliga (3) acoplado a um termopar (4); a vazão do ar é controlada por uma válvula globo (5) e medida por uma placa de orifício (6) acoplada a um manômetro de tubo em U (7); essa linha ainda possui um ponto de tomada de pressão estática (8) acoplada a um manômetro de tubo em U (9); o ar chega então a entrada do leito (10); na entrada e saída do leito há tomada de pressão (11) acoplada a um manômetro de tubo em U (12), para medir a queda pressão no seu interior; também há termopares (13) na entrada e saída do leito ligados a um mostrador digital de temperatura (14), que verifica a variação de temperatura no interior do leito; um agitador mecânico (15) mantém a suspensão de recobrimento agitada, que se encontra armazenada em um recipiente (16); a suspensão de recobrimento é transportada por uma bomba peristáltica (17) até o bico atomizador (18), sendo que este pode ser conectado no topo (19), no fundo (20) e na lateral da parte angulada do leito (21); um compressor (22) fornece ar ao bico atomizador, sendo a vazão controlada por uma válvula que possui um manômetro de Bourdon (23) e medida por uma placa de orifício (24), ligada ao manômetro de tubo em U (25); no decorrer do processo são retiradas amostras por um coletor tipo seringa (26), que se encontra no corpo do leito; na saída do leito existe uma tubulação (27) que permite a passagem do ar para o ambiente; no final do processo as partículas são descarregadas por um orifício (21) que se encontra na base angulada do leito.

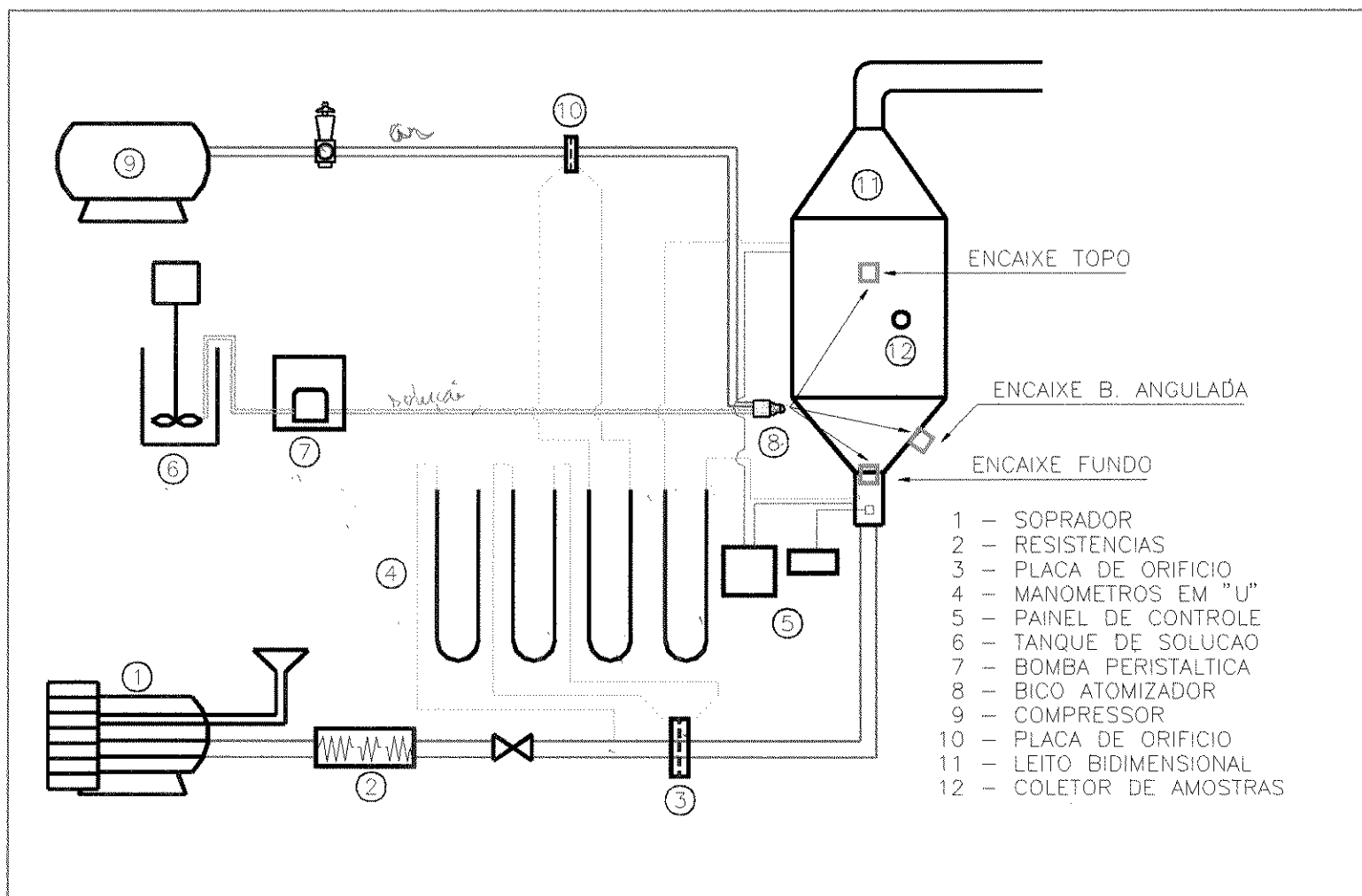


Figura 3.8 - Esquema do Sistema Experimental

3.3 Método Experimental

3.3.1 Operação do Processo de Recobrimento

Na etapa de montagem do equipamento escolhe-se a posição do bico atomizador com a qual se quer trabalhar, como mostrado na Figura 3.2.

O processo inicia-se com o fornecimento de ar de jorro através de um compressor, para o equipamento vazio; este ar é aquecido por um conjunto de resistências que se encontra na linha de alimentação de ar do equipamento. O aquecimento ocorre até que a temperatura atinja o valor de 70°C, o que leva aproximadamente 15 minutos.

Após este período, fecha-se a válvula da linha de alimentação de ar de jorro, para que se possa carregar o equipamento com uma massa de placebos previamente pesada. A partir deste momento, abre-se a válvula e ajusta-se uma vazão de trabalho pré-estabelecida, que permite alcançar o jorro estável.

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

Durante o processo de recobrimento dos placebos, são retiradas amostras em intervalos de tempo constantes de 10 minutos. As amostras são coletadas através de um amostrador que se encontra na parte retangular do equipamento, sendo os placebos coletados da fonte do jorro. As amostras recolhidas são pesadas em uma balança analítica, para verificar-se a sua cinética de crescimento.

O processo de recobrimento dos placebos tem uma duração de 70 e 90 minutos, tempo que depende da vazão de alimentação da suspensão de recobrimento. Após este período, desliga-se o sistema de atomização da suspensão e deixa-se o leito de placebos jorrando por aproximadamente 5 minutos. Em seguida, desliga-se o sistema de alimentação do ar de jorro e se faz a descarga dos placebos, por meio de um orifício que se encontra na base angulada do equipamento.

3.3.2 Condições do Processo

As condições de operação, para que se obtivessem processos de recobrimento bem sucedidos, foram determinadas experimentalmente, ao longo de vários ensaios preliminares, verificando-se os valores mínimo e máximo, para as três variáveis a serem estudadas durante o processo de recobrimento.

As condições de operação são apresentadas na Tabela 3.3.

Tabela 3.3 - Condições de Processo

Variáveis	Condições de Processo
T_g (°C)	70
M_o (g)	1800
θ	50°
W_s (ml/min)	10 e 15
P_{ar} (psi)	20 e 25
W_g (kg/min)	1,77 e 1,91

3.4 Planejamento Fatorial

Os dados experimentais da cinética de crescimento da película sobre os placebos, foram obtidos para cada uma das três posições de adaptação do bico atomizador ao leito. O número total de experimentos realizados foi 24, sendo 8 experimentos para cada posição de atomização. Os dados experimentais obtidos foram a massa das amostras coletadas em função do tempo do processo. Graficando $\bar{m}_p \times t$ verificou-se que a massa adicionada aos placebos cresce de maneira linear; decidiu-se, então, usar a inclinação do ajuste dos pontos experimentais para analisar o comportamento da cinética de crescimento da película, para os diferentes valores das variáveis do processo

A fim de quantificar a influência das variáveis no processo de recobrimento, recorreremos à Estatística, utilizando a técnica do planejamento fatorial, de acordo com Barros Neto, Scarminio e Bruns, (1995) (ver Anexo A). Para este tratamento estatístico, as variáveis que influenciam no processo são denominadas de fatores e a quantificação da

influência de um fator é denominado de efeito. Para executar o planejamento fatorial, definem-se os níveis em que cada fator será estudado, ou seja, um nível mínimo ou inferior e um nível máximo ou superior para cada fator. Os níveis superior e inferior adotados para os fatores P_{ar} , W_s e W_g estão na Tabela 3.4, onde mostram-se os valores dos fatores e o seu nível correspondente.

Tabela 3.4 - Valores dos Fatores Utilizados no Planejamento Fatorial e seus Níveis Superior e Inferior

Fatores	Níveis	
	Superior (+)	Inferior (-)
Pressão de ar de atomização (psi)		
P_{ar}	25	20
Vazão da suspensão (ml/min)		
W_s	15	10
Vazão do ar de jorro(kg/min)		
W_g	1,91	1,77

Os experimentos foram realizados sem repetição, admitindo-se que os efeitos principais dos fatores P_{ar} , W_s e W_g são suficientes para descrever adequadamente a resposta, ou seja, como K está variando em função destes fatores. Dessa maneira, para fazer a estimativa do erro experimental, foram utilizadas as interações de dois e três fatores. Como o planejamento é 2^3 , há três interações de dois fatores e uma de três. Estas interações fornecem um erro experimental com quatro graus de liberdade. Com a finalidade de saber se os efeitos dos fatores são significativamente diferentes de zero, empregou-se o teste t de Student no nível de 95% de confiança e determinaram-se os intervalos de confiança para os fatores principais.

NOMENCLATURA

A	Área superficial (m^2)
C_s	Concentração de sólidos na suspensão (% em peso)
d	Diâmetro (m)
m	Massa (g)
M_a	Massa de amostra (g)
M_o	Carga de Placebo Utilizado no processo (g)
n	Número de partículas (--)
P	Pressão (psi)
W_{ar}	Vazão de ar de atomização (Kg/min)
W_g	Vazão do ar de jorro (kg/min)
W_s	Vazão da suspensão de recobrimento (ml/min)
T	Temperatura ($^{\circ}C$)
V	Volume (m^3)

Letras Gregas

η	Eficiência de adesão (--)
θ	Ângulo da base angulada do leito (--)
ρ	Massa específica (kg/m^3)

Subscritos

ar	ar de atomização
c	parte cilíndrica do placebo
e	esfera
g	ar de jorro
p	placebo
pa	parte parabólica do placebo
s	suspensão de recobrimento
-	média

CAPÍTULO 4

RESULTADOS OBTIDOS E DISCUSSÃO

4.1 Ensaios Preliminares do Leito de Jorro

resumido

Antes dos ensaios para recobrimento dos placebos, foram feitos testes com o leito de jorro para caracterizar a sua fluidodinâmica. Os testes foram realizados para a base angulada com dois ângulos diferentes, de 50° e 55°. As Figuras 4.1 e 4.2 mostram a queda de pressão no leito (ΔP_1) *versus* a vazão de alimentação do ar de jorro (W_g). Os testes com a base angulada de 50° foram os que forneceram melhores resultados, em termos da estabilidade do leito e do atrito entre os placebos, pois com o ângulo de 50° os placebos têm uma taxa de circulação adequada e não há muito desgaste e quebra dos placebos, devido ao atrito entre si e com a parede do equipamento. Logo, o processo de revestimento foi realizado com a base de ângulo 50°.

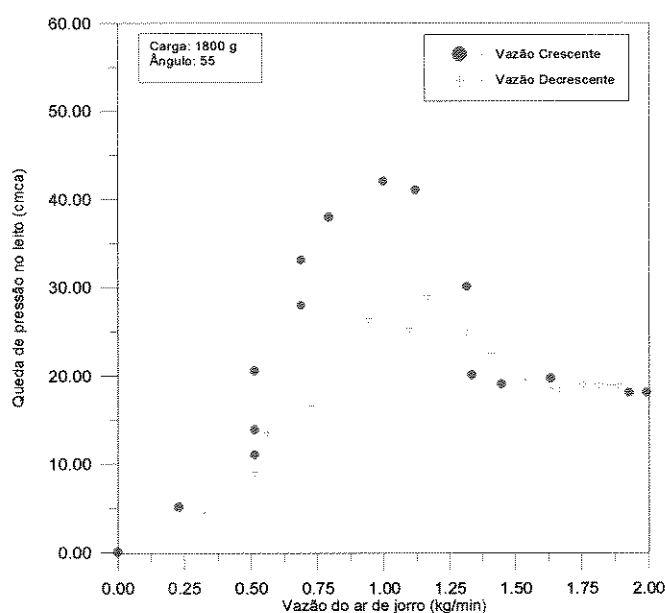


Figura 4.1 - Fluidodinâmica do Leito de Jorro com Base Angulada de 55°

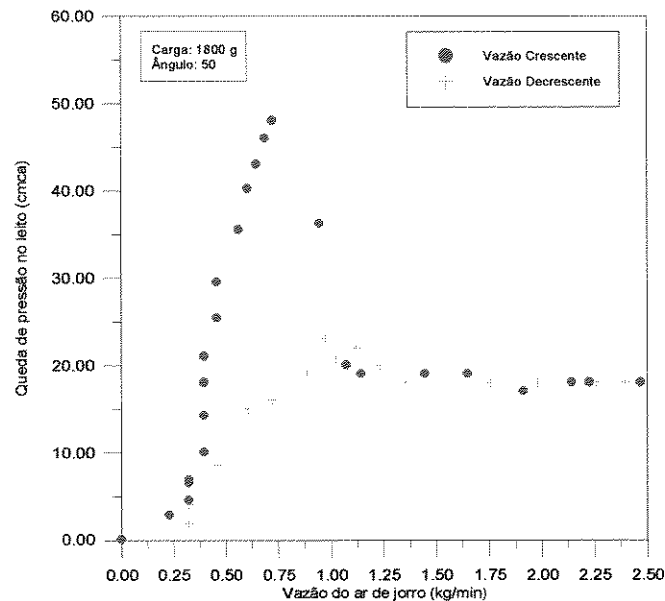


Figura 4.2 - Fluidodinâmica do Leito de Jorro com Base Angulada de 50°

Também foi feita a caracterização da fluidodinâmica do leito de jorro quando o bico atomizador de suspensão encontrava-se na entrada do ar de alimentação do jorro, ou seja, no fundo do leito. Constatou-se que a presença do bico atomizador no fundo do leito não altera a sua fluidodinâmica, obtendo-se o regime de jorro estável, como pode-se observar na Figura 4.3.

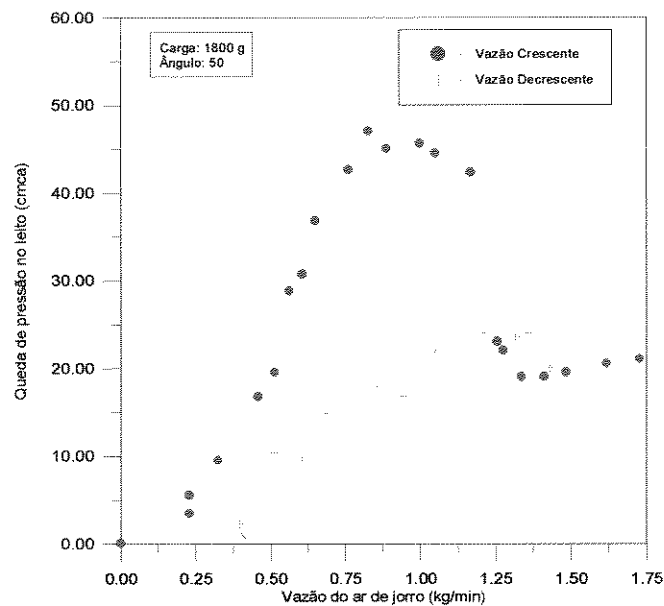


Figura 4.3 - Fluidodinâmica do Leito de Jorro com Base Angulada de 50° e Bico Atomizador no Fundo

Com relação à localização do bico atomizador na base angulada, decidiu-se realizar os ensaios de recobrimento dos placebos posicionando-o na metade da parte inclinada da base angulada, pois quando ele encontra-se localizado no início da parte inclinada da base angulada, ou seja, nas proximidades da entrada do ar de jorro, a dinâmica e a estabilidade do jorro são afetadas, principalmente quando se trabalha com uma pressão de ar de atomização mais elevada. Com o bico atomizador localizado na metade da base angulada, não foram verificadas alterações na fluidodinâmica do leito.

A análise da fluidodinâmica para o atomizador acima do leito mostrou resultados satisfatórios, tendo-se obtidos o regime de jorro estável para a faixa de valores das variáveis de processo utilizada neste trabalho.

4.2 Análise das Diferentes Posições de Atomização

4.2.1 Atomização Base Angulada do Leito

Na atomização da suspensão feita pela a base angulada do leito, a cinética de crescimento da massa aderida aos placebos é mostrada nas Figuras 4.4 a 4.9, sendo função das variáveis do processo. Observando essas figuras, nota-se que não há grande diferença no crescimento da película adicionada aos placebos, quando se utilizou os dois valores extremos das variáveis W_g e P_{ar} . Porém a variável W_s mostrou que há uma diferença de massa aderida aos placebos bastante significativa, quando se usam os valores máximo e mínimo de W_s , sendo obtida uma significativa alteração no crescimento maior da película para W_s máximo.

Os gráficos da cinética de crescimento dos placebos contêm os dados experimentais após 20 minutos de processo, momento em que já se formou uma finíssima camada de película em torno dos placebos, sendo um crescimento regular e linear.

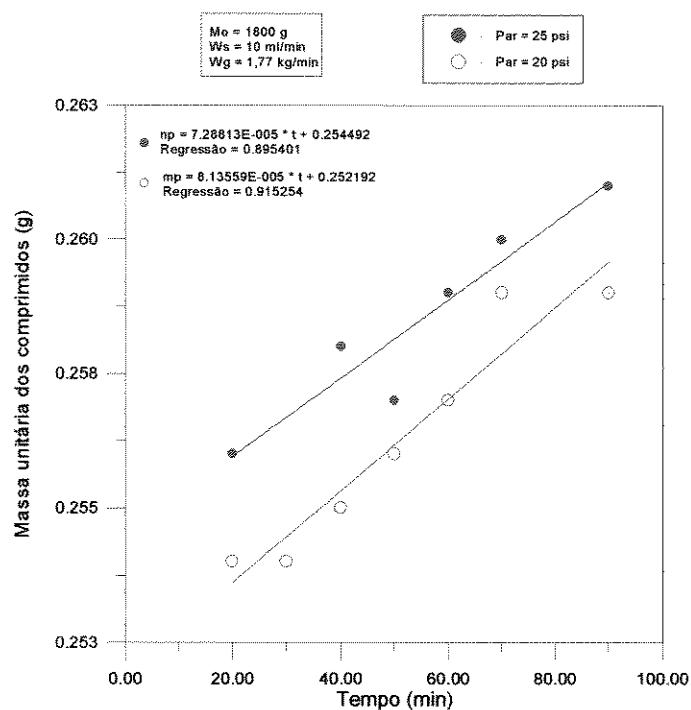


Figura 4.4 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Efeito da Pressão do Ar de Atomização

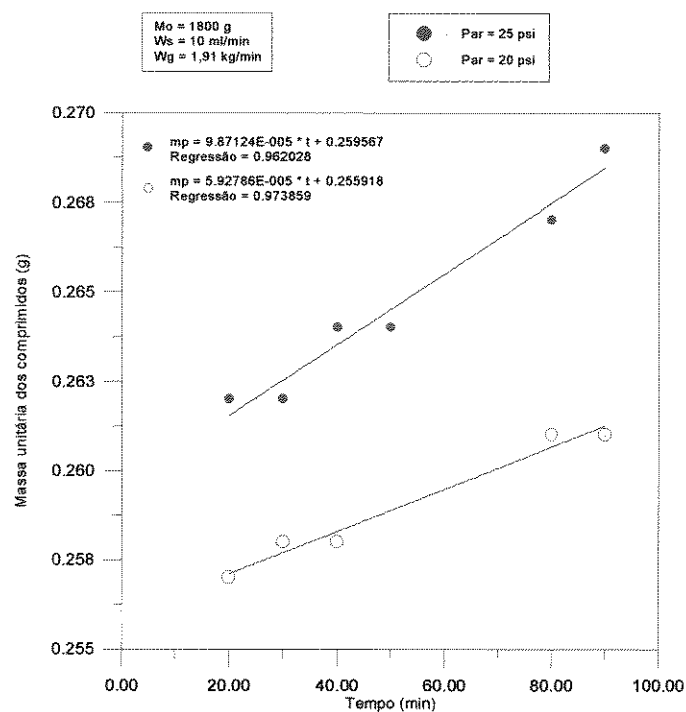


Figura 4.5 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Efeito da Pressão do Ar de Atomização

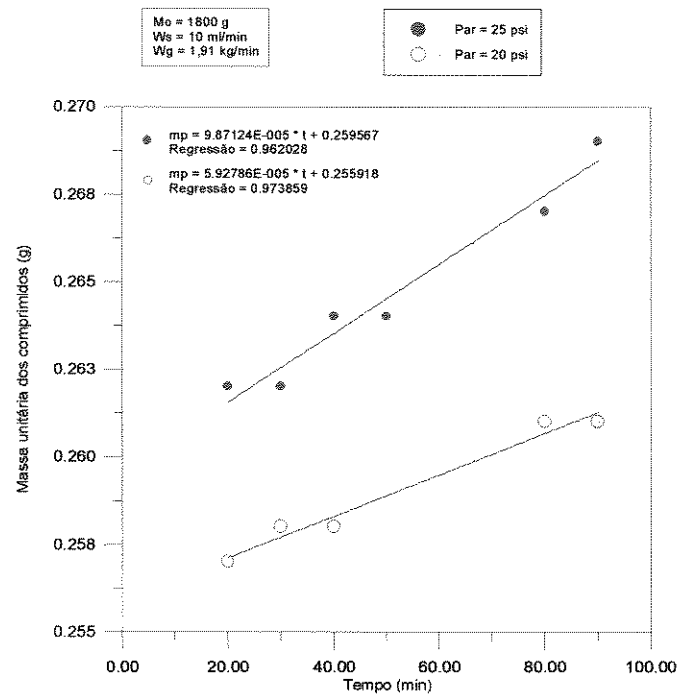


Figura 4.6 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Efeito da Vazão de Solução

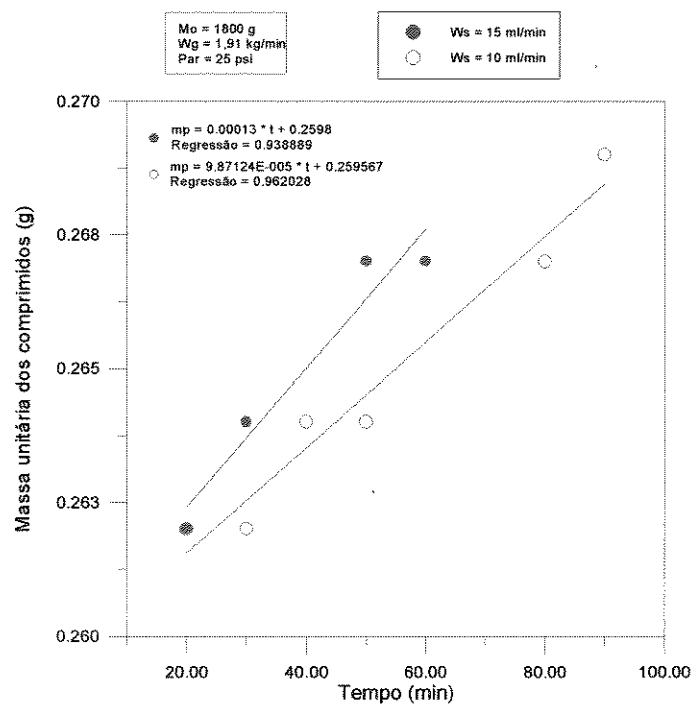


Figura 4.7 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Efeito da Vazão de Solução

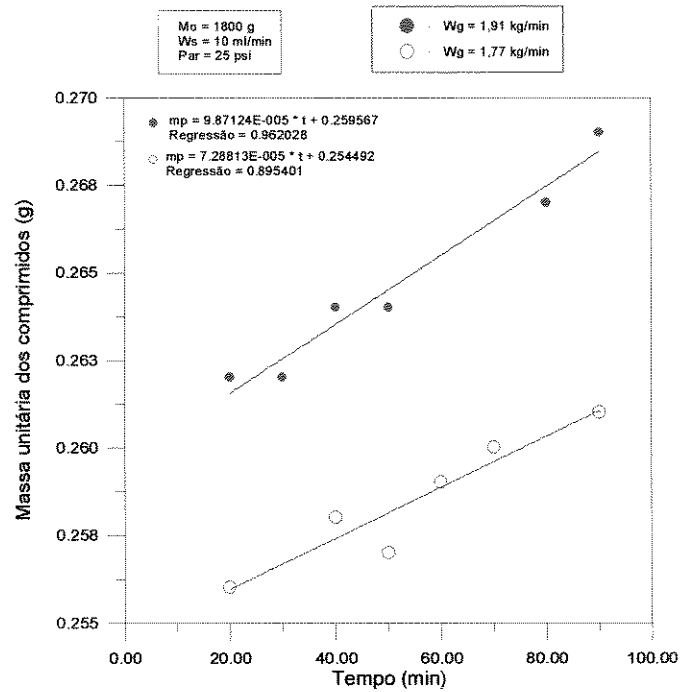


Figura 4.8 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Influência da Vazão do Ar de Jorro

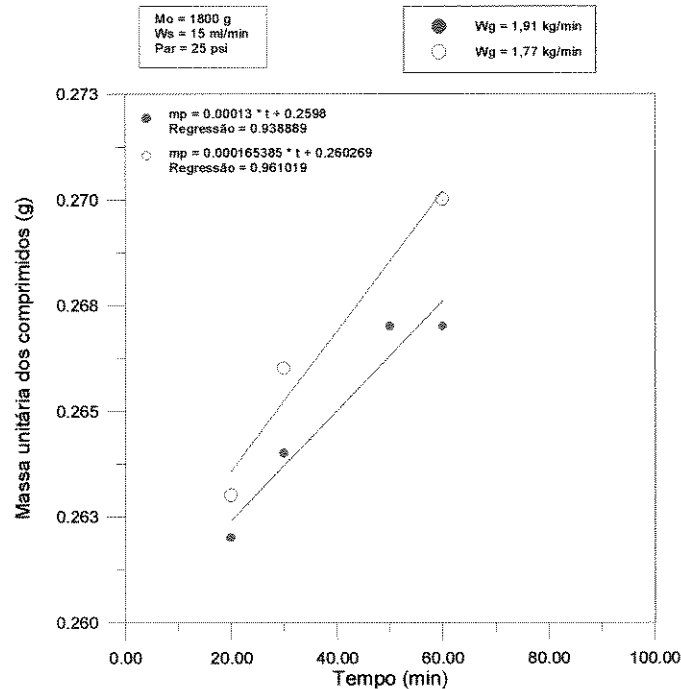


Figura 4.9 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Influência da Vazão do Ar de Jorro

Para essa posição de atomização, foi executado um planejamento fatorial que é analisado a seguir. O sinal positivo do efeito de P_{ar} indica que, quando P_{ar} está em seu nível superior, maior é o coeficiente de crescimento, K . Este resultado é verificado na Tabela 4.1. Isto provavelmente ocorre devido a região onde encontra-se o bico atomizador ser de baixa porosidade, ou seja, bem compacta. Logo, quando se está trabalhando com o valor de P_{ar} mais elevado, há um aumento da porosidade em torno do bico atomizador, e os placebos adquirem um movimento mais aleatório e rápido nesta região, o que permite um melhor recobrimento com maior crescimento. Visualmente, observou-se também uma melhor qualidade superficial da película formada sobre os placebos para maiores P_{ar} .

Os placebos passam um maior número de vezes na região onde se encontra o bico atomizador, quando W_g tem um valor mais elevado, recebendo uma quantidade maior de suspensão de recobrimento. Desta maneira, espera-se que para uma maior taxa de circulação ocorre um crescimento mais acentuado da película. Porém, o valor do efeito para o fator W_g indica que, quando W_g está no seu nível superior, menor é o coeficiente angular de crescimento da película durante o processo. A Tabela 4.1 mostra o valor do efeito negativo para a variável W_g . Portanto, conclui-se que para altos valores de W_g deve acontecer um atrito mais intenso entre os placebos, causando desgaste mais acentuado na superfície da película aderida aos placebos, levando a uma diminuição de K .

O efeito do fator W_s no recobrimento dos placebos mostrou que o coeficiente angular K é maior quando W_s está em seu nível superior. Logo, à medida que mais adiciona-se suspensão de recobrimento sobre os placebos, maior o crescimento da película. Esse comportamento é o esperado, já que se está adicionando uma maior quantidade de solução por unidade de tempo.

Na Tabela 4.1 estão colocadas as condições em que os experimentos foram realizados e as respostas geradas, ou seja, o coeficiente de crescimento K . São apresentados, também, os efeitos dos fatores e seus intervalos de confiança, além da estimativa do erro experimental com quatro graus de liberdade. Verifica-se, através dos intervalos de confiança, que o único fator ou variável significativa para o processo de recobrimento é a vazão da suspensão. Isto não quer dizer que as outras variáveis não influenciam o processo, mas que têm um grau de influência muito menor em relação à vazão de suspensão, para as condições estudadas. Através dos valores dos efeitos, pode-

se verificar a grande diferença entre esses valores, demonstrando a importância da variável W_s .

Tabela 4.1 - Coeficientes de Crescimento e os Efeitos dos Fatores para Atomização na Base Angulada

P_{ar}	W_s	W_g	$K \times 10^5$	Fatores	Efeito $\times 10^5$	Intervalo de confiança	
-	-	-	8,52	P_{ar}	[+] 0,17	(-2,63 ; 4,05)	NS
+	-	-	7,29	W_s	[+] 6,70	(3,37 ; 10,04)	S
-	+	-	14,57	W_g	[-] 0,64	(-4,16;25,13)	NS
+	+	-	16,29	$P_{ar}W_s$	[-] 0,82	—	
-	-	+	5,93	$P_{ar}W_g$	[+] 0,47	—	
+	-	+	9,87	W_sW_g	[-] 0,82	—	
-	+	+	14,57	$P_{ar}W_sW_g$	[-] 2,12	—	
+	+	+	13,00				
$\bar{K} \times 10^5$						11,26	
Erro Experimental $\times 10^5$						$\pm 3,34$	

[+ ou -] = sinal do efeito; NS = não significativo; S = significativo

A análise dos gráficos da cinética de recobrimento mostra o mesmo resultado obtido da análise estatística, apesar dessa análise indicar a tendência do aumento de K quando as variáveis W_g , P_{ar} e W_s estão com valores elevados. Portanto, trabalhando com atomização na base angulada, o crescimento da película é maior para altos valores de vazão da suspensão, desde que não ocorra encharcamento e aglomeração. O valor de W_g não deve ser muito acima do jorro mínimo para não provocar desgaste excessivo do revestimento. A pressão do ar de atomização deve ser elevada, também dentro dos níveis em que não alteram a fluidodinâmica do leito. Maiores P_{ar} provocam melhor espalhamento das gotas atomizadas, aumentando a área de exposição dos placebos à atomização.

4.2.2 Atomização no Topo do Leito

Na atomização da suspensão de recobrimento no topo do leito, o bico atomizador fica localizado um pouco acima da fonte do jorro. Esta região é de alta porosidade; logo, os placebos têm um movimento rotacional e bastante aleatório. Devido a isso, espera-se que o revestimento seja uniforme. Para a alimentação do ar de jorro com uma vazão alta, há uma maior probabilidade de que as gotículas da suspensão atomizadas sequem antes mesmo de atingir os placebos e sejam arrastadas pelo ar para fora do equipamento. Assim, valores muito altos de W_g favoreceriam a elutriação.

As Figuras 4.10 a 4.15 ilustram os dados experimentais do crescimento da película em função das variáveis do processo. Como se observa através desses gráficos, o crescimento da película praticamente não é afetado pelos valores das variáveis W_g e P_{ar} . A variável W_s foi a que mais influenciou o crescimento de massa dos placebos.

Foi verificado aqui também a formação da película aderida aos placebos, após 20 minutos de processo tem um crescimento regular e linear.

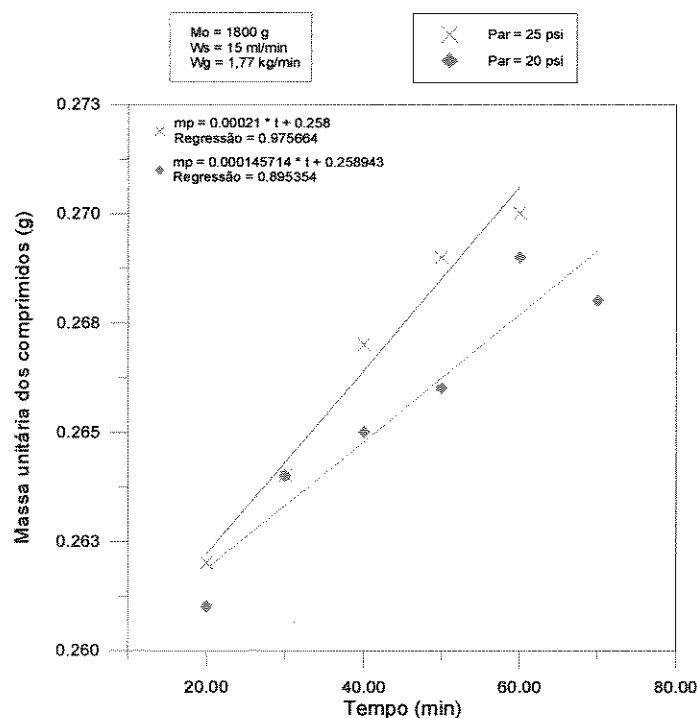


Figura 4.10 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Influência da Pressão de Atomização

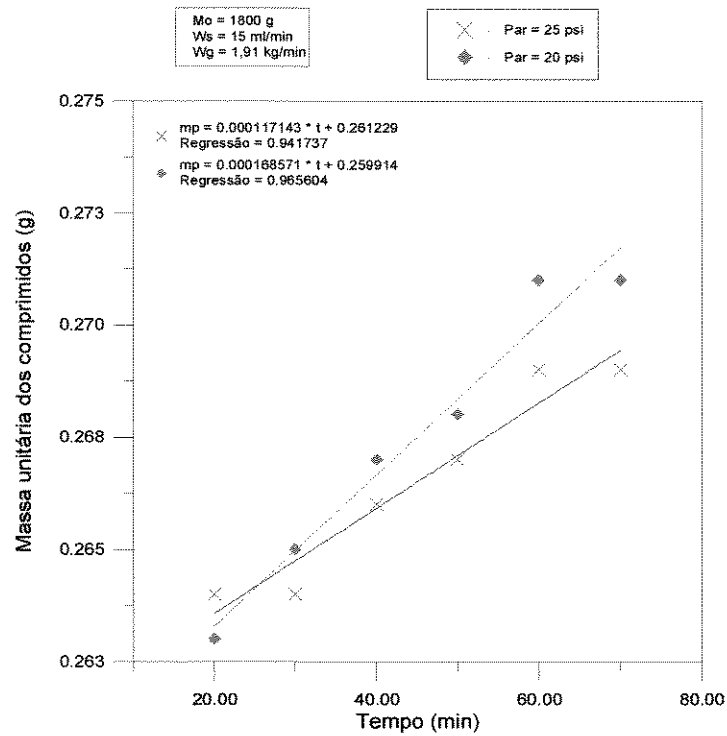


Figura 4.11 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Influência da Pressão de Atomização

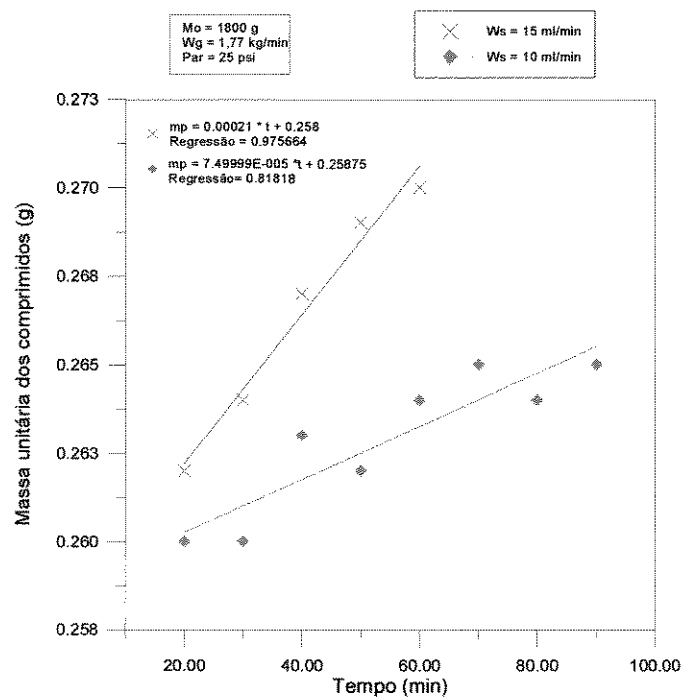


Figura 4.12 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Influência da Vazão de Solução

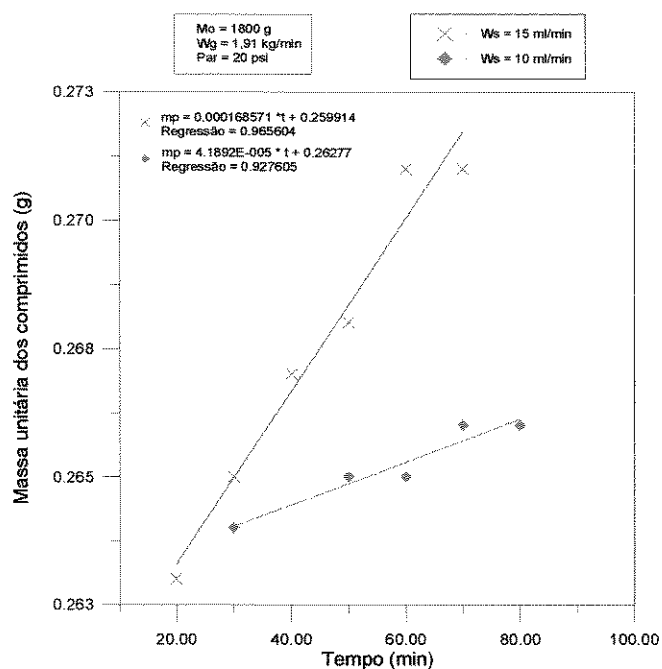


Figura 4.13 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Influência da Vazão de Solução

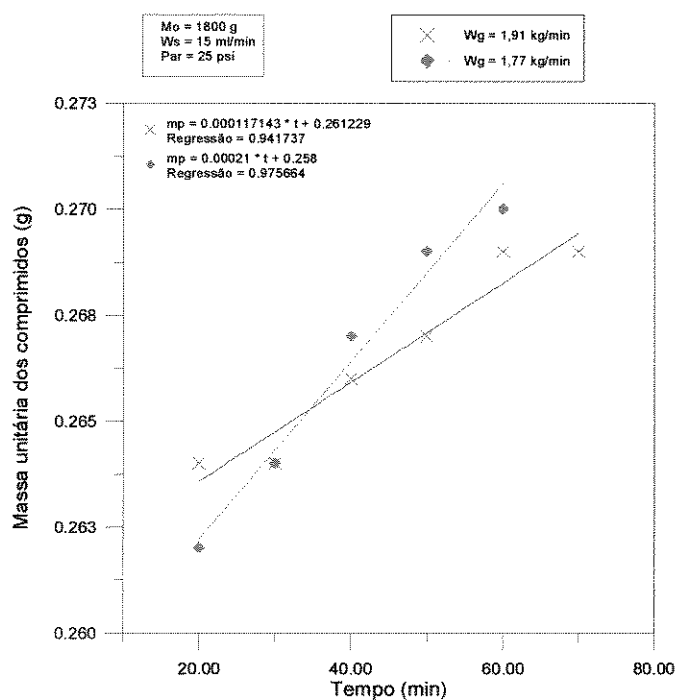


Figura 4.14 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Influência da Vazão do Ar de Jorro

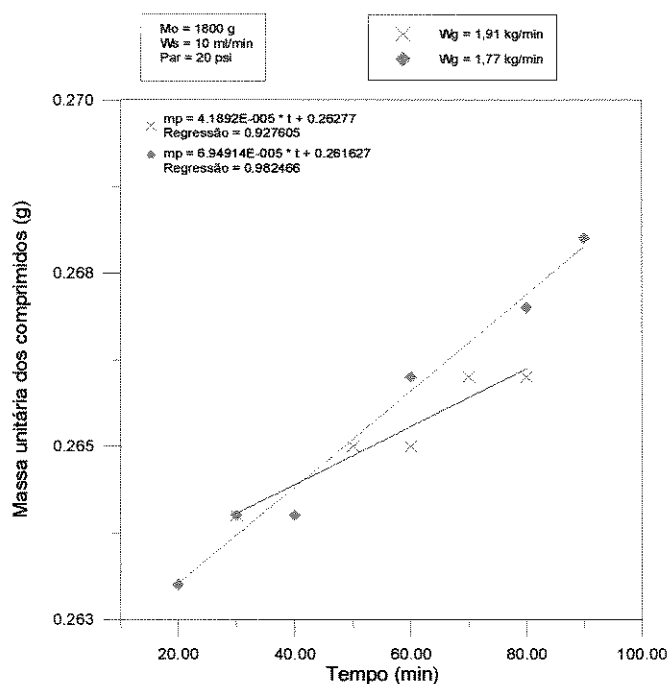


Figura 4.15 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Influência da Vazão do Ar de Jorro

Para as condições deste trabalho, os sinais dos efeitos de W_s , W_g e P_{ar} apresentaram o mesmo comportamento da atomização na base angulada.

O cálculo dos efeitos dos fatores ou variáveis do processo, mostram que o valores de K é mais elevado quando W_s está em seu nível superior, e os efeitos de P_{ar} e W_g não são significativos em comparação ao efeito de W_s . A Tabela 4.2 apresenta as condições nas quais os experimentos foram realizados, as resposta geradas, os efeitos dos fatores e os intervalos de confiança.

Tabela 4.2 - Coeficientes de Crescimento e os Efeitos dos Fatores para Atomização
Topo

P_{ar}	W_s	W_g	$K \times 10^5$	Fatores	Efeito $\times 10^5$	Intervalo de confiança	
-	-	-	6,94	P_{ar}	[+] 2,53	(-5,46 ; 10,53)	NS
+	-	-	7,50	W_s	[+] 8,25	(0,26 ; 16,25)	S
-	+	-	14,57	W_g	[-] 1,89	(-9,19;6,81)	NS
+	+	-	21,00	$P_{ar}W_s$	[-] 1,19	—	
-	-	+	4,19	$P_{ar}W_g$	[-] 0,95	—	
+	-	+	12,50	W_sW_g	[-] 2,31	—	
-	+	+	16,86	$P_{ar}W_sW_g$	[-] 4,83	—	
+	+	+	11,71			—	
			$\bar{K} \times 10^5$			11,91	
Erro Experimental $\times 10^5$						$\pm 8,00$	

[+ ou -] = sinal do efeito; NS = não significativo; S = significativo

A análise dos gráficos da cinética de recobrimento mostra o mesmo resultado obtido da análise estatística, apesar dessa análise indicar a tendência do aumento de K quando as variáveis W_g , P_{ar} e W_s estão com valores elevados. Logo para a atomização no topo do leito, o crescimento da massa aderida aos placebos é maior para W_s elevado, porém dentro de certos limites, para que não ocorra encharcamento e aglomeração do leito. O valor de W_g não deve ser muito acima da vazão de jorro mínimo, para não causar desgaste excessivo do revestimento e perda de suspensão por arraste e elutriação. A pressão do ar de atomização deve ser suficientemente alta para produzir um jateamento que atinja um maior número de placebos, mas tem que tomar o cuidado para não exceder-se no valor de P_{ar} , evitando assim que suspensão se perda por adesão à parede.

4.2.3 Atomização no Fundo do Leito

Na atomização da suspensão de recobrimento feita pelo fundo do leito, as Figuras 4.16 a 4.21 mostram os dados experimentais do crescimento da película em função das variáveis do processo. Essas figuras indicam que não há grande diferença no crescimento da película, quando as variáveis P_{ar} e W_g estão com valores altos ou baixos. Porém houve uma diferença significativa no crescimento quando usou-se W_s com valores pequenos e grandes. Os gráficos da cinética de crescimento da película, mostram os dados experimentais a partir de 20 minutos de processo, onde a película passa a ter um crescimento mais regular e uniforme.

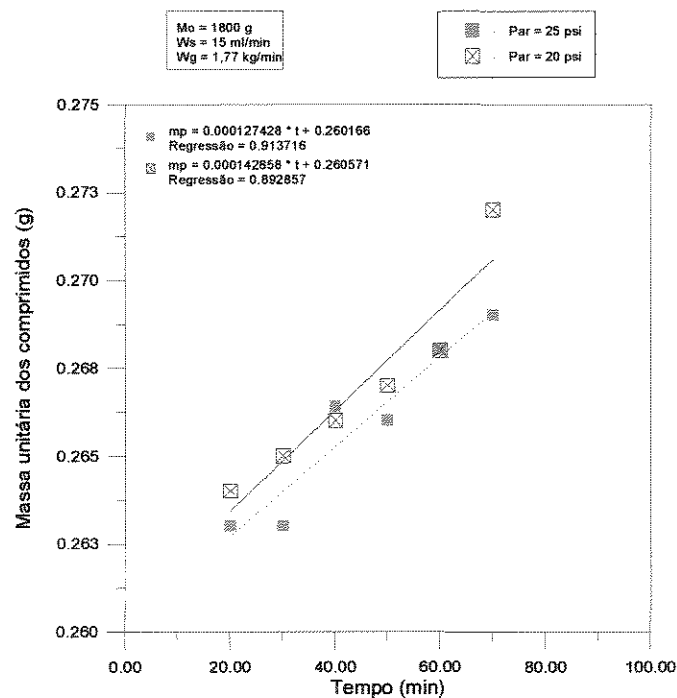


Figura 4.16 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Influência da Pressão do Ar de Atomização

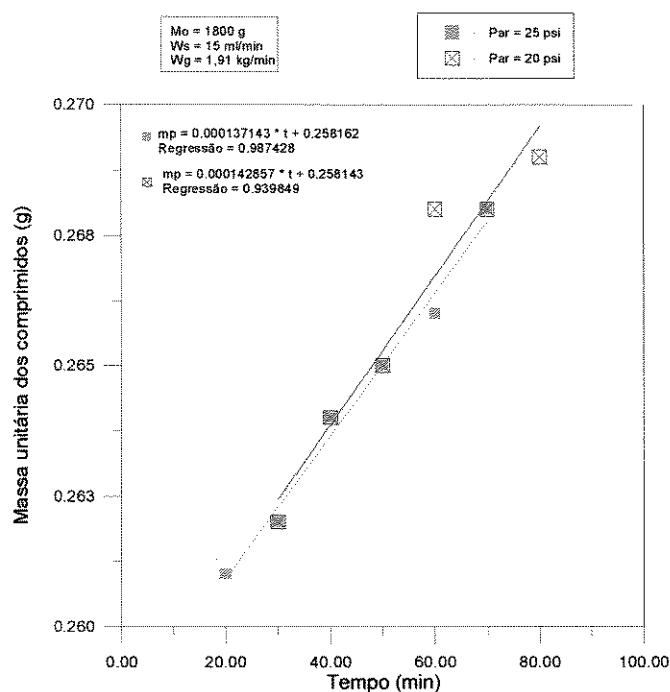


Figura 4.17 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Influência da Pressão do Ar de Atomização

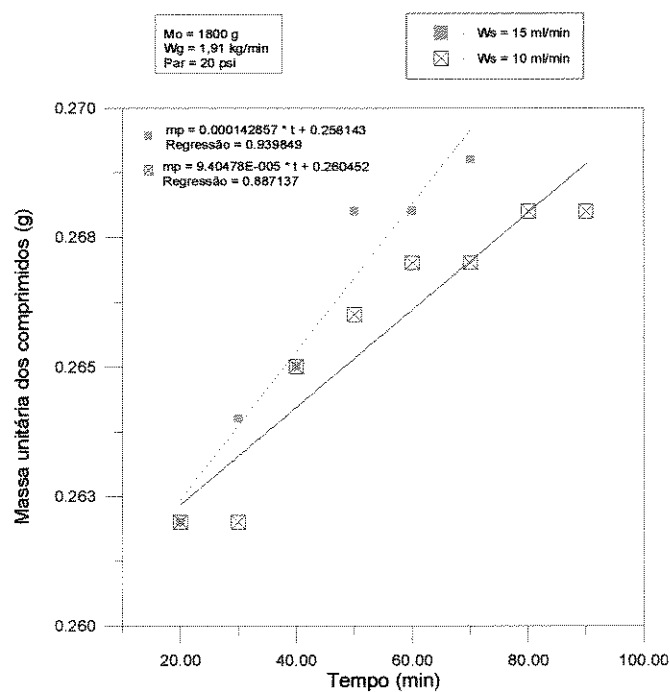


Figura 4.18 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Influência da Vazão de Solução

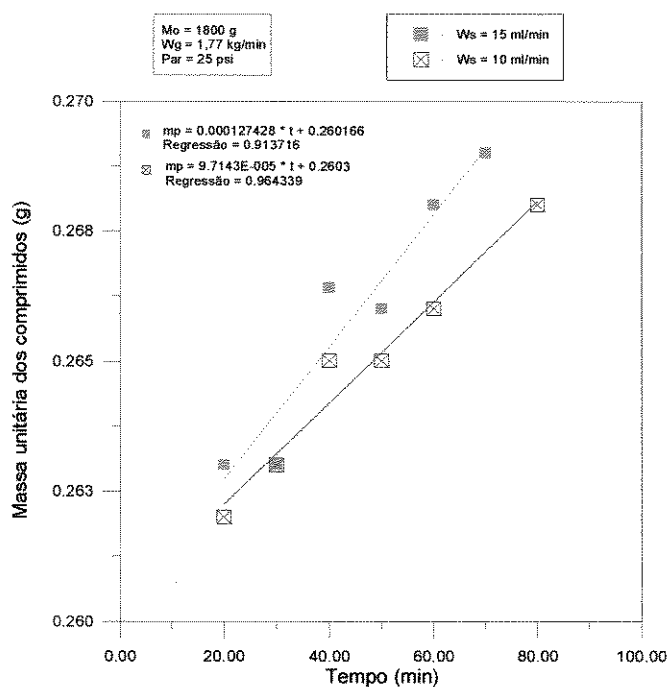


Figura 4.19 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Influência da Vazão de Solução

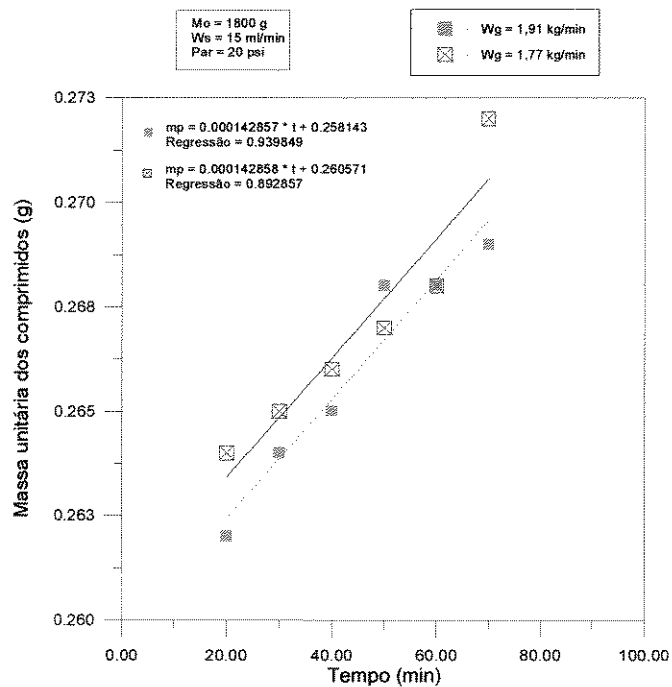


Figura 4.20 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo
Influência da Vazão do Ar de Jorro

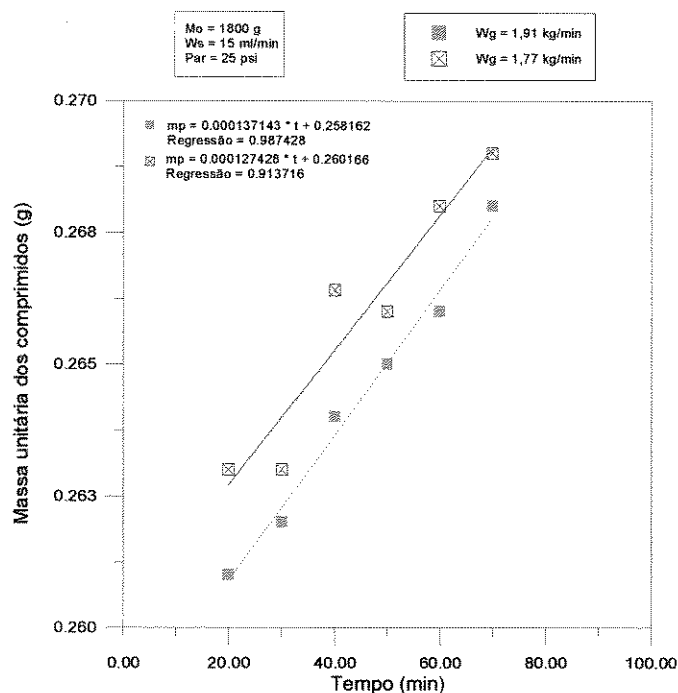


Figura 4.21 - Variação da Massa dos Placebos com o Tempo de Processo

Influência da Vazão do Ar de Jorro

Os sinais dos efeitos das variáveis W_s e W_g apresentaram o mesmo comportamento observado na atomização feita através da base angulada e pelo topo do leito. Somente a variável P_{ar} apresentou comportamento contrário aos demais casos. Neste caso, a utilização de P_{ar} com um valor elevado, leva a um menor crescimento da película sobre os placebos. A Tabela 4.3 mostra o sinal negativo o efeito de P_{ar} . Provavelmente, o motivo desta observação seja que, P_{ar} elevado produza um jateamento com gotículas de tamanho bem pequeno, logo maior a rapidez com que as gotículas da suspensão de recobrimento se solidifiquem, antes de atingir a superfície dos placebos. Como complemento, a suspensão de recobrimento entra em contato com a corrente do ar de jorro logo na entrada do leito, onde a temperatura do ar é mais alta, facilitando ainda mais a secagem das gotículas da suspensão antes de aderir aos placebos.

Na Tabela 4.3 estão as condições em que os experimentos foram realizados e as respostas geradas; os efeitos dos fatores e seus intervalos de confiança e a estimativa do erro experimental com quatro graus de liberdade.

Tabela 4.3 - Coeficientes de Crescimento e os Efeitos dos Fatores para Atomização no Fundo

P_{ar}	W_s	W_g	$K \times 10^5$	Fatores	Efeito $\times 10^5$	Intervalo de confiança	
-	-	-	6,17	P_{ar}	[-] 0,35	(-3,98 ; 3,29)	NS
+	-	-	9,71	W_s	[+] 5,54	(1,90 ; 9,17)	S
-	+	-	14,29	W_g	[-] 0,96	(-3,36 ; 3,90)	NS
+	+	-	12,74	$P_{ar}W_s$	[+] 0,27	—	
-	-	+	9,40	$P_{ar}W_g$	[-] 1,35	—	
+	-	+	7,09	W_sW_g	[-] 0,04	—	
-	+	+	14,29	$P_{ar}W_sW_g$	[+] 1,58	—	
+	+	+	13,70				
$\bar{K} \times 10^5$						10,86	
Erro Experimental $\times 10^5$						$\pm 3,63$	

[+ ou -] = sinal do efeito; NS = não significativo; S = significativo

4.3 Comparação entre as Posições de Atomização

só tabela final

As Figuras 4.22 a 4.29 mostram que os coeficientes de crescimento K da película formada sobre os placebos não apresentam variação significativa para as diferentes posições de atomização da suspensão de recobrimento, para determinada condição de processo. A Tabela 4.4 mostra os coeficientes de crescimento, K , obtidos para as três posições de atomização.

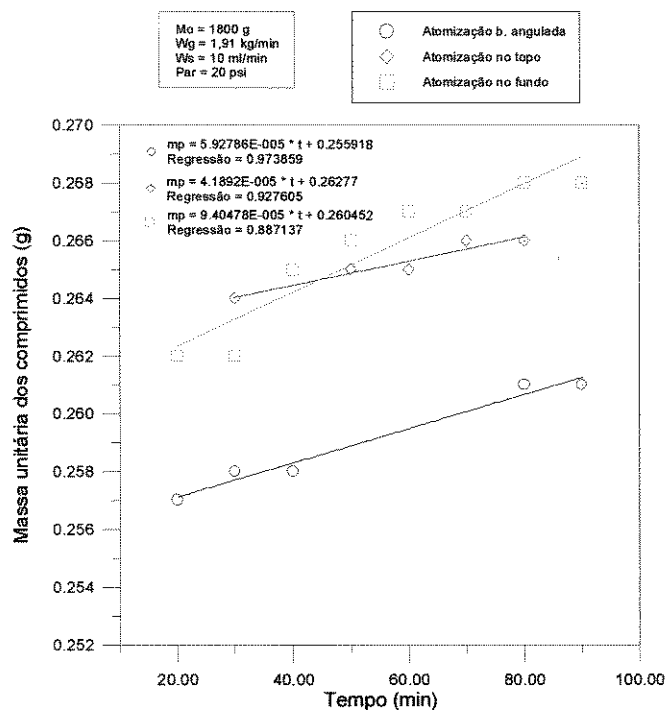


Figura 4.22 - Massa Média dos Placebos no Decorrer do Tempo de Recobrimento
Comparação entre as Diferentes Posições de Atomização

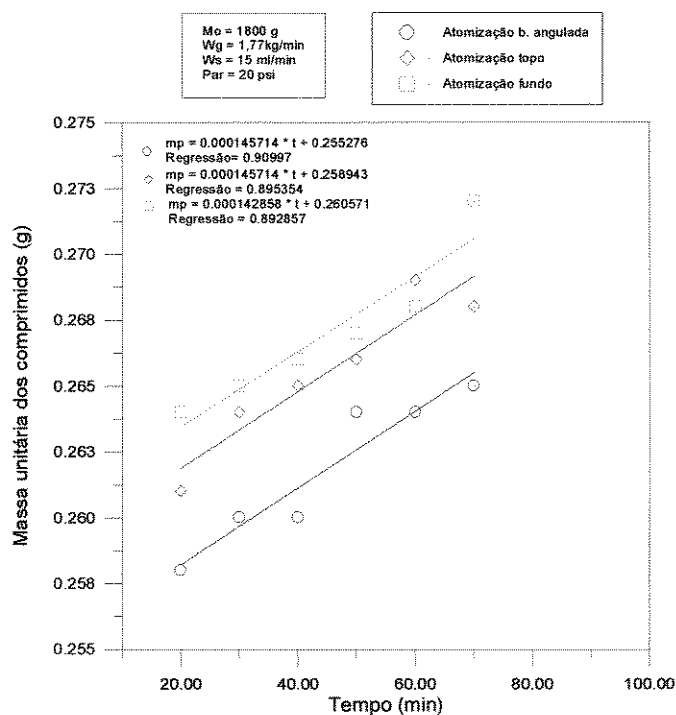


Figura 4.23 - Massa Média dos Placebos no Decorrer do Tempo de Recobrimento
Comparação entre as Diferentes Posições de Atomização

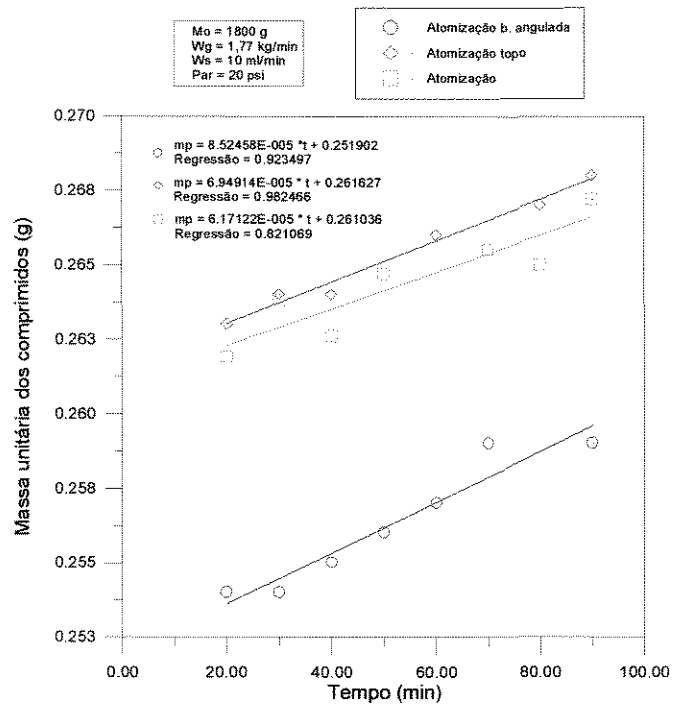


Figura 4.24 - Massa Média dos Placebos no Decorrer do Tempo de Recobrimento
Comparação entre as Diferentes Posições de Atomização

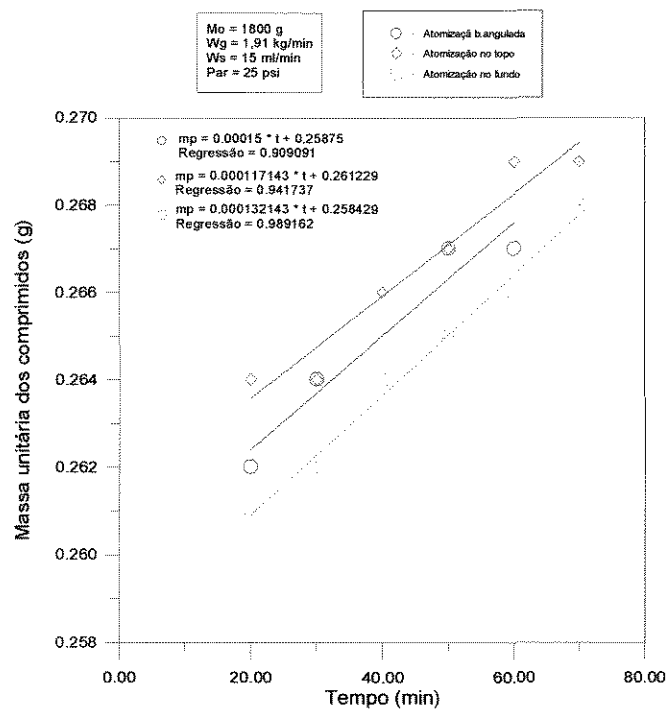


Figura 4.25 - Massa Média dos Placebos no Decorrer do Tempo de Recobrimento
Comparação entre as Diferentes Posições de Atomização

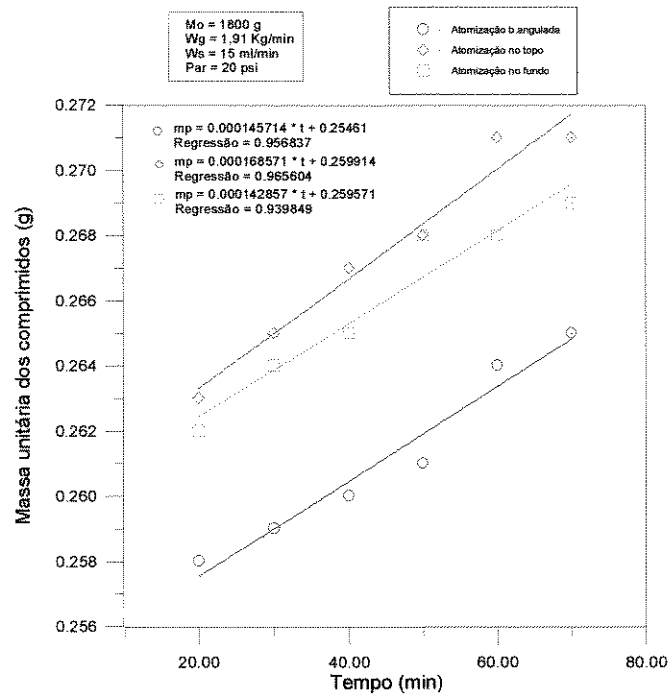


Figura 4.26 - Massa Média dos Placebos no Decorrer do Tempo de Recobrimento
Comparação entre as Diferentes Posições de Atomização

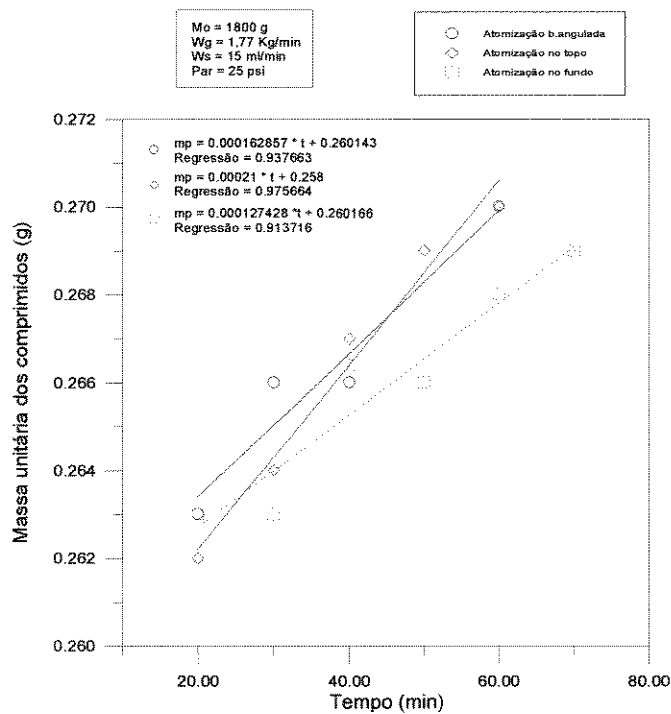


Figura 4.27 - Massa Média dos Placebos no Decorrer do Tempo de Recobrimento
Comparação entre as Diferentes Posições de Atomização

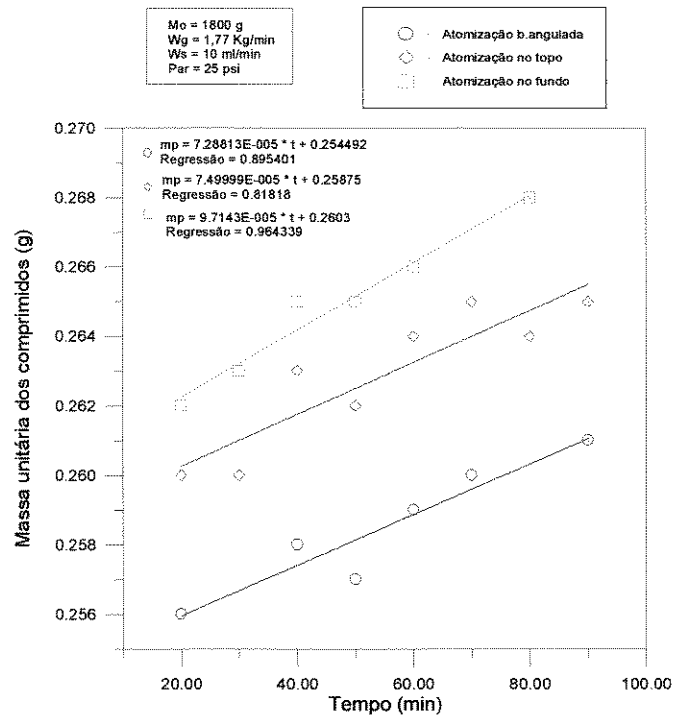


Figura 4.28 - Massa Média dos Placebos no Decorrer do Tempo de Recobrimento
Comparação entre as Diferentes Posições de Atomização

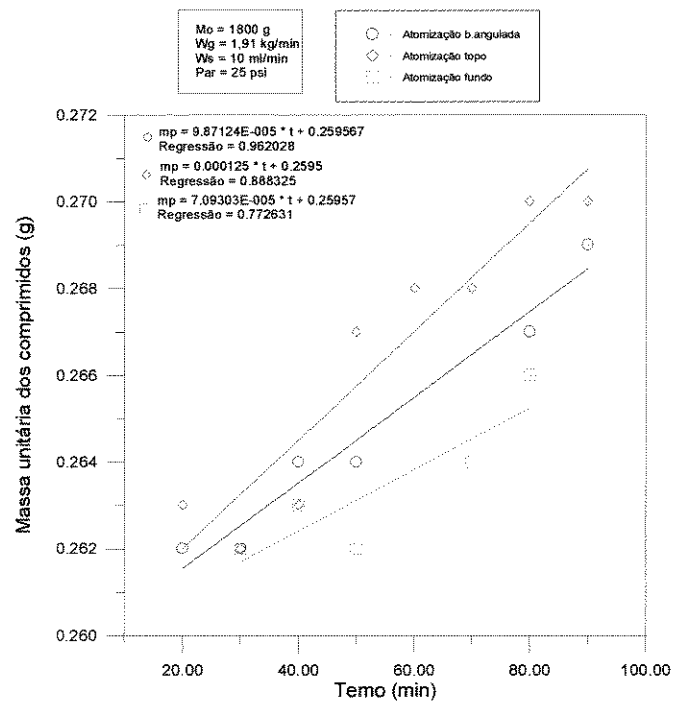


Figura 4.29 - Massa Média dos Placebos no Decorrer do Tempo de Recobrimento
Comparação entre as Diferentes Posições de Atomização

Tabela 4.4 - Coeficientes de Crescimento da Película Aderida aos Placebos

Posição do bico	P _{ar} (psi)	W _s (ml/min)	W _g (kg/min)	K (g/min)
Base angulada	20	10	1,91	5,93x10 ⁻⁵
Base angulada	20	10	1,77	8,52x10 ⁻⁵
Base angulada	25	10	1,91	9,87x10 ⁻⁵
Base angulada	25	10	1,77	7,29x10 ⁻⁵
Base angulada	20	15	1,77	1,46x10 ⁻⁴
Base angulada	20	15	1,91	1,46x10 ⁻⁴
Base angulada	25	15	1,91	1,30x10 ⁻⁴
Base angulada	25	15	1,77	1,63x10 ⁻⁴
Topo	20	10	1,91	4,19x10 ⁻⁵
Topo	20	10	1,77	6,95x10 ⁻⁵
Topo	25	10	1,91	1,25x10 ⁻⁴
Topo	25	10	1,77	7,50x10 ⁻⁵
Topo	20	15	1,91	1,69x10 ⁻⁴
Topo	20	15	1,77	1,46x10 ⁻⁴
Topo	25	15	1,91	1,17x10 ⁻⁴
Topo	25	15	1,77	2,10x10 ⁻⁴
Fundo	20	10	1,77	6,17x10 ⁻⁵
Fundo	25	10	1,91	7,09x10 ⁻⁵
Fundo	20	10	1,91	9,40x10 ⁻⁵
Fundo	25	10	1,77	9,71x10 ⁻⁵
Fundo	25	15	1,91	1,37x10 ⁻⁴
Fundo	20	15	1,91	1,43x10 ⁻⁴
Fundo	20	15	1,77	1,43x10 ⁻⁴
Fundo	25	15	1,77	1,27x10 ⁻⁴

Os resultados semelhantes obtidos para as posições de atomização mostram que, para as condições de processo utilizadas, características do bico atomizador, geometria e dimensões do leito, o posicionamento do atomizador não teve influência significativa no crescimento da película.

4.4 Análise da Superfície Recoberta

Através de observação visual, verificou-se que os placebos recobertos apresentaram uma superfície bem uniforme e lisa, quando a atomização foi realizada pelo fundo e pelo topo do leito. No caso da atomização na base angulada, a cobertura dos placebos apresentou uma rugosidade maior. Para analisar não apenas visualmente a qualidade do revestimento, foram realizadas medidas da espessura da película formada sobre os placebos, para um tempo de processo igual a 70 minutos, em microscópio óptico. Os valores das espessuras encontrados não são significativamente diferente para os mesmos valores de W_s , sendo a maior diferença 5 μm para a menor vazão e 10 μm para a maior vazão de suspensão. Observou-se através microscópio que em nenhum experimento houve penetração da suspensão no núcleo do placebo, sendo bastante visível e distinta a interface placebo-revestimento. Na Tabela 4.5 estão as espessuras médias das películas para $W_s = 10 \text{ ml/min}$ e $W_s = 15 \text{ ml/min}$. Verificou-se que, para a atomização na base angulada, a espessura da película não se distribuiu uniformemente em torno do placebo. Provavelmente, o motivo deste fato seja que o movimento dos placebos na região onde encontra-se o bico atomizador, não ser rotativo. A porosidade baixa faz com que os placebos tenham movimento descendente lento e passem empilhados na região de atomização.

Tabela 4.5 - Espessura da Película

Posição do Atomizador	Vazão de solução (ml/min)	Espessura da película (μm)
Base Angulada	10	20
Base Angulada	15	30
Topo	10	20
Topo	15	35
Fundo	10	25
Fundo	15	40

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES

A análise preliminar do equipamento mostrou que o ângulo de 50° forneceu bons resultados, em termos da estabilidade do leito e do atrito entre os placebos e a parede do equipamento. Como consequência, o processo de revestimento foi realizado com este ângulo da base do leito.

A presença do bico atomizador no fundo do leito não alterou a sua fluidodinâmica, para as condições de processo estudadas.

Para o bico atomizador localizado no início da parte angulada do leito, o jateamento da suspensão afetou a fluidodinâmica do leito, pois houve formação de uma grande zona de vazio nesta região, alterando a estabilidade do jorro, principalmente para o valor mais alto de P_{ar} . Utilizou-se, então, a posição de encaixe que fica na metade da base angulada, onde não ocorreu o problema de alterar a fluidodinâmica do jorro.

Através da análise estatística, que gerou os valores dos efeitos das variáveis conclui-se que:

- Para a atomização na base angulada e no topo do leito, os efeitos de P_{ar} e W_s são positivos, isto é, para essas variáveis em seu nível superior, ocorre um maior crescimento da película aderida aos placebos. Já para o efeito de W_g o valor foi negativo, indica que para W_g em seu nível superior, o crescimento da película diminui.
- Na atomização pelo fundo do leito, o crescimento da película diminui quando o valor de P_{ar} está em seu nível superior, mas com respeito aos efeitos das variáveis W_g e W_s , o crescimento da película apresentou o mesmo comportamento da atomização base angulada e topo do leito.

A vazão da suspensão de recobrimento (W_s) foi a variável que mais influenciou o processo de recobrimento para as três posições de atomização, sendo a única variável a demonstrar efeito significativo para o processo de recobrimento nas condições aqui estudadas.

Obteve-se uma relação linear de crescimento da massa aderida aos placebos com o tempo, sendo o coeficiente de crescimento (K) função das variáveis de processo, e

principalmente da vazão de suspensão (W_s). A película formada sobre os placebos passou a ter um crescimento regular e uniforme a partir de 20 minutos de processo.

Quando a atomização ocorreu no topo e fundo do leito, a película formada sobre os placebos apresentou uma superfície lisa e uniforme. Enquanto que, para a atomização na base angulada, a película ficou com uma aparência rugosa. Também, para esta posição, a espessura da película não se distribuiu uniformemente em torno dos placebos.

Os resultados experimentais mostraram também que, para as três posições de atomização, não houve uma diferença acentuada do crescimento da massa adicionada aos placebos para a faixa em que as variáveis W_s , W_g e P_{ar} foram estudadas.

Através desse estudo concluímos que para as condições de operação adequadas, e valores de W_s , W_g e P_{ar} que permitam a manutenção do regime fluidodinâmico, as três posições de atomização estudadas forneceram resultados satisfatórios de cinética de crescimento e qualidade da película no recobrimento.

CAPÍTULO 6

SUGESTÕES PARA PRÓXIMOS TRABALHOS

No decorrer da realização deste trabalho de tese e em função da literatura, foram verificados alguns aspectos que podem contribuir para o melhoramento do processo de recobrimento. Logo para trabalhos futuros sugere-se:

- Utilizar na base angulada de um leito de jorro dois atomizadores, para melhorar a distribuição de massa adicionada às partículas, e tornar o processo de recobrimento mais rápido.
- Colocar um sistema de arrefecimento na entrada do ar de alimentação do equipamento, para que possa-se trabalhar em condição mais branda de temperatura, e verificar o efeito dessa variável no processo de recobrimento.
- Utilização de psicrômetro para verificação da umidade do ar de entrada e saída do leito, a fim de estudar a influência da condição de secagem na eficiência do processo.
- Adaptar um filtro na saída do leito, para coleta da solução de recobrimento elutriada e pó formado pelo atrito entre as partículas. Isto é necessário para que possa-se quantificar o que está se perdendo durante o processo de recobrimento.
- Utilizar um sistema que faça o monitoramento dos ciclos das partículas no leito. A importância desse monitoramento é estimar o tempo do processo necessário para atingir uma determinada quantidade de massa sobre as partículas.
- Há possibilidade de que a massa média inicial das partículas colocada no equipamento sofra alteração, causada pela secagem e desgaste das partículas antes de iniciar o recobrimento. Para saber-se a verdadeira massa média das partículas é conveniente coletar uma amostra antes de iniciar a atomização da suspensão
- Trabalhar com faixas mais amplas das condições de operação.
- Verificar o resultado para escalas de processo maiores.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Abe, E.; Hirose, H. *Proc. 3rd World Congr. Chemical Engineering*, Tokyo, Japan, p.57, 1986.
- Ataide, C. H. *Estudo do Recobrimento de Comprimidos em Leitos de Jorro e Jorro-Fluidizado*. Campinas, FEQ-DTF/UNICAMP, 1996. (Tese de Doutorado), FEQ/UNICAMP. 188 p.
- Ayub, G. E. *Recobrimento de Comprimidos em Leito de Jorro Bidimensional: Análise do Crescimento e Transferência de Calor Gás-Partícula*. Campinas, FEQ-DTF/UNICAMP, 1993. (Tese de Mestrado), FEQ/UNICAMP. 119 p.
- Barros Neto, B.; Scarminio, I.S.; Bruns, R.E. *Otimização e Planejamento de Experimentos - Uma Introdução à Quimiometria*. Campinas, Editora da Unicamp, 1995. 299 p.
- Becker, H.A. An Investigation of Laws Governing the Spouting of Coarse Particles. *Chem. Eng. Sci.* **13**: 245-262, 1961.
- Box, G.E.; Hunter, W.G.; Hunter, J.S. *Statistics for Experimenters*. New York, John Wiley, 1978. 653 p.
- Cardarelli, N. *Controlled Release Pesticide Formulations*. Cleveland, CRC Press, 1976. 210 p.
- Doane, W.M.; Sharsha, B.S.; Russel, C.R. Encapsulation of Pesticides within Starch Matrix in Controlled Released Pesticides *Sher N.B Ed., ACS Symposium Series n. 53 American Society*, Washington, DC, p. 74, 1974.

- Eudragit® E Emprego na Produção de Medicamentos. *Prospecto Röhm Pharma* Info E-1/p). Almapal S/A, São Paulo, 1984. 7 p.
- Ghosh, B. A Study on the Spouted Bed - A Theoretical Analysis. In: Mathur, K. B.; Epstein, N. *Spouted Beds*, New York, Academic Press, 1974. p. 116.
- Gishler, P.E.; Mathur, K.B. Method of Contacting Solids Particles with Fluids. U.S. Patent No. 2,786,280 to Nat. Res. Council of Can., 1957. Brit. Patent No. 801,315.
- Goodwin, J.T.; Somerville, G.R. Microencapsulation by Physical Methods *CHEMTECH*, 4(10): p. 623-626, 1974.
- Kage, H. et alii Coating Efficiency of Seed Particles in a Fluidized Bed by Atomization of Powder Suspension. *Powder Technology*, 86: p. 243-250, 1996.
- Kalwar, M.I.; Raghavan, G.S.V.; Mujumdar, A.S.; Fanous, M.A. Aerodynamics of Grains in a large Scale Two-Dimensional Spouted Bed with Draft Plates. *Notas Particulares*, 1990.
- Kudra, T.; Mujumdar, A.S.; Raghavan, G.S.V. Gas-to-Particle Heat Transfer in Two-Dimensional Spouted Beds. *Can. J. Chem. Heat and Mass Transfer*, 16: p. 730-741, 1989.
- Kurcharski, J.; Kmiéc, A. Hydrodynamics, Heat and Mass Transfer During Coating of Tablets in a Spouted Beds. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 61: p. 435-441, 1983.
- Kurcharski, J.; Kmiéc, A. Analysis of Simultaneous Drying and Coating of Tablets in a Spouted Bed. *Proc. 5th International Symposium Drying - IDS'86*, Cambridge, Ma, 13-16 August, Paper N° II 1178, p. 204-217, 1986.

- Kurcharski, J.; Kmiéc, A. The Effect of Process Parametes on Mass Distributions and the Efficiency of Tablet Coating in a Spouted Bed. *Proc. 6th International Symposium Drying - IDS'88*, Versailles, France, 5-8 September, Paper N^o II, p. PA27-PA31, 1988.
- Kurcharski, J.; Kmiéc, A. Kinetics of Granulation Process During Coating of Tablets in a Spouted Beds. *Chemical Engineering Science*, 44(8): p. 1627-1636, 1989.
- Malek, M.A. & Lu, B.C.Y. Pressure Drop and Spoutable Bed Height in Spouted Beds. In: Mathur, K. B.; Epstein, N. *Spouted Beds*, New York, Academic Press, 1974. p. 116.
- Mann, U. Analysis of Spouted-Bed Coating and Granulation 1. Bath Operation. *Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev.*, 22: p. 288-292, 1983.
- Mathur, K. B.; Epstein, N. *Spouted Beds*, New York, Academic Press, 1974. 303 p.
- Mujumdar, A.S., Developments in Drying. *Drying '84*, 1(1): p. 151-157, 1984.
- Oliveira, W. P. de *Recobrimento de Partículas em Leito de Jorro*. São Carlos, PPG-EQ/UFSCar, 1992. (Tese de Mestrado), PPG-EQ/UFSCar. 97 p.
- Ower, E.; Pankhurst, R.C. *The Measurement of Air Flow*, 5th Edition, Pergamon Press, 1977. p. 148-183.
- Perry, R.H. e Chilton, C.H. *The Chemical Engineers' Handbook*, 5th Edition, New York, McGraw-Hill Book Company, 1973. p. 51-54.
- Porter, F.E. Coat Seeds with Polymers. *CHEMTECH*, 8(5): p. 284-287, 1978.
- Porter, S.C. Cobertura de Formas Posológicas Farmacêuticas. In: *Remington Pharmaceutical Science*, 17th; *The Philadelphia College of Pharmaceutical and Science*, March Publishing Co - Easton, Pennsylvania, p. 1681-1698, 1987.

- Rocha, S.C.S Recobrimento de Comprimidos. Tópicos Especiais de Secagem, São Carlos, UFSCar, 1992, p. 295-330.
- Schroeter, L.C. Coating of Tablets, Capsules and Pills. In: *Remington Pharmaceutical Science, 14th; The Philadelphia College of Pharmaceutical and Science, March Publishing Co - Easton, Pennsylvania*, p. 2223-2239, 1970.
- Seitz, J.A.; Shashi, P.M.; Yeager, J.L. *The Theory and Practice of Industrial Pharmacy*. p.346-373.
- Singiser, R.E. & Lowenthal, W. Enteric Filmcoats by the Air-Suspension Coating Technique. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 50(2): p. 168-170, 1961.
- Singiser, R.E; Heiser, A.L.; Prilling, E.B. Air-Suspension Tablet Coating. *Chemical Engineering Process*, 62: p. 107-111, 1966.
- Taranto, O. P. *Estudo Experimental da Dinâmica em um Leito de Jorro Bidimensional: Aplicação em Recobrimento de Comprimidos*. Campinas, FEQ-DTF/UNICAMP , 1992. (Tese de Mestrado), FEQ/UNICAMP. 114 p.
- Wurster, D.E. Method of Applying Coating to Tablets or the Like. *US Patent 2,648,609*. Agosto 1953.

ANEXOS

ANEXO A

PLANEJAMENTO FATORIAL

Quando se deseja realizar o estudo de um ou mais parâmetros em um experimento os métodos estatísticos mais eficientes de análise são, em geral, os planejamentos fatoriais (Box, Hunter e Hunter, 1978; Barros Neto, Scarminio e Bruns, 1995).

A primeira coisa a fazer, no planejamento de um experimento, é determinar quais são os fatores e as respostas de interesse para o sistema que se deseja estudar. Os fatores, isto é, as variáveis controladas pelo pesquisador, tanto podem ser qualitativos, como quantitativos. Dependendo do problema, pode haver mais de uma resposta de interesse. A quantificação da influência de um certo fator é denominado de efeito.

Um planejamento fatorial requer a execução de experimentos para todas as possíveis combinações dos níveis dos fatores. Cada um desses experimentos, em que o sistema é submetido a um conjunto de níveis definidos, é um ensaio experimental. Em geral, se houver n_1 níveis do fator 1, n_2 níveis do fator 2, ..., e n_k do fator k, o planejamento será um fatorial $n_1 \times n_2 \times \dots \times n_k$. Isto não significa obrigatoriamente que serão realizados apenas $n_1 \times n_2 \times \dots \times n_k$ experimentos. Este é um número mínimo para se ter um planejamento fatorial completo. Pode-se repetir esses ensaios para se ter uma estimativa do erro experimental.

Para estudar o efeito de qualquer fator sobre a resposta é preciso fazê-lo variar e observar o resultado dessa variação. Isto obviamente implica na realização de ensaios em pelo menos dois níveis desse fator. Um planejamento fatorial em que todas as variáveis são estudadas em apenas dois níveis é, portanto, o mais simples de todos eles. Havendo k fatores, isto é, k variáveis controladas pelo pesquisador, o planejamento de dois níveis irá requerer a realização de $2 \times 2 \times \dots \times 2 = 2^k$ ensaios diferentes, sendo chamado por isto de planejamento fatorial 2^k .

Quando os ensaios não são realizados em replicata, a estimativa do erro experimental é encontrada considerando que a importância de uma interação decresça com o número de fatores envolvidos na sua definição. Por exemplo, um planejamento 2^4 contém quatro efeitos principais, seis interações de dois fatores, quatro interações de três

fatores e uma interações de quatro fatores, podendo considerar-se que as interações de três ou mais fatores como flutuações aleatórias, ou seja, ruído embutido nos valores das respostas. Porém este procedimento exige muita cautela e senso crítico por parte do pesquisador.

A análise por meio de gráficos normais é uma técnica alternativa para se tentar distinguir o que é realmente efeito do que é apenas ruído nos resultados de um planejamento experimental. Essa técnica, a priori, considera que nenhum dos efeitos calculados pelo planejamento fatorial exista, isto é, que o verdadeiro valor de cada efeito seja zero e, portanto, os seus valores numéricos reflitam apenas erros aleatórios das medidas dos experimentos. Essa consideração é chamada de hipótese nula. Os gráficos normais servirão para avaliar a veracidade dessa hipótese. Os valores dos efeitos são considerados provenientes de uma amostra aleatória retirada de uma distribuição aproximadamente normal, com média populacional zero.

Traçando o gráfico dos efeitos em um papel de probabilidade normal, testa-se a hipótese de que os efeitos não existem. Onde cada efeito é associado a um valor de probabilidade acumulada. Os pontos centrais desse gráfico, que ajustam-se muito bem a uma reta, cuja interseção com a probabilidade acumulada de 50 % ocorre praticamente sobre o ponto zero do eixo das abscissas, onde encontram-se os valores dos efeitos, confirmando que faz sentido considerar esses pontos como vindos de uma população normal de média zero. Em outras palavras, esses pontos representam "efeitos" sem qualquer significado físico.

O mesmo já não pode-se dizer dos outros valores, que estão identificados de acordo com o efeito que representam. Dificilmente esses pontos tão afastados da reta sejam provenientes da mesma distribuição de onde vieram os pontos centrais. Eles devem ser interpretados como efeitos realmente significativos, e tanto mais significativos quanto mais afastados estiverem da região central, seja para esquerda ou para direita.

A Figura A.1 mostra um exemplo de um gráfico normal, onde os pontos A, B, C e AB são considerados significativos. Os outros pontos sobre a reta são efeitos não significativos.

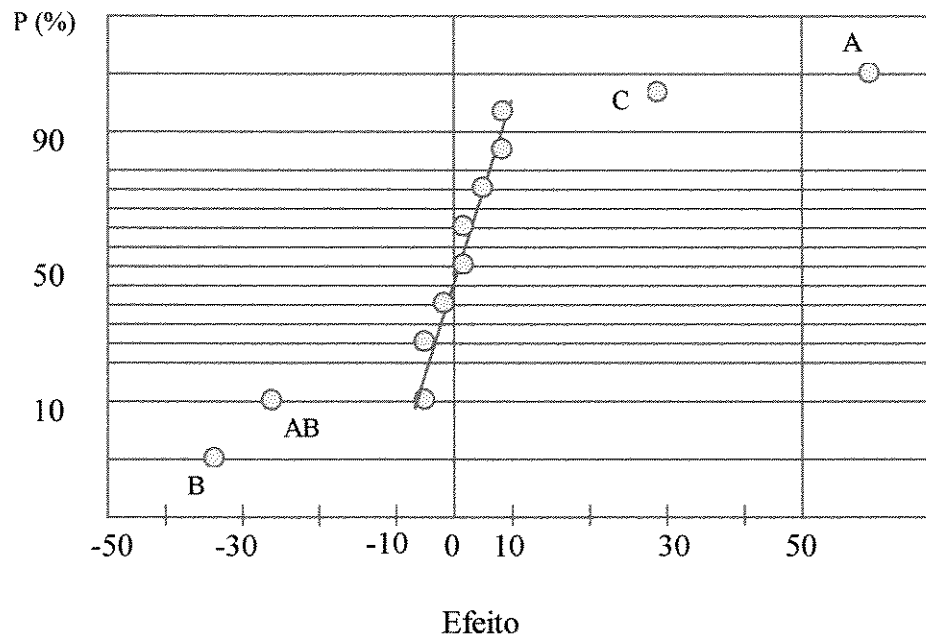


Figura A.1 - Gráfico Normal de Probabilidade

Os gráficos normais também podem ajudar a avaliar o grau de ajuste de um modelo qualquer, relacionado ou não com um planejamento fatorial. Um modelo bem ajustado aos fatos, qualquer que seja a sua natureza, deve ser capaz de representar toda a informação sistemática contida nos dados, deixando para os resíduos apenas a parte aleatória, ou seja, ao ruído embutido nas medições. Um gráfico normal desses resíduos deve então ser compatível com o aspecto que teria uma amostra aleatória extraída de uma distribuição normal de média zero.

A análise dos resultados de um planejamento fatorial fica muito mais fácil quando se tem um programa computacional para fazer os cálculos necessários. Barros Neto, Scarminio e Bruns (1995) desenvolveram um aplicativo computacional que executa os cálculos necessários para a análise de um planejamento fatorial. Este aplicativo calcula a média global e todos os efeitos principais e de interação, faz gráficos normais, semi-normais e constroem modelos aproximados que descrevem o sistema.

O gráfico normal e semi-normal executado por este programa, mostra no eixo das ordenadas os valores em termos da variável normal padronizada, ou seja, tem o mesmo significado de probabilidade acumulada, e na abscissa exibe os valores dos efeitos divididos por dois. Para que o modelo aproximado seja considerado satisfatório o gráfico dos resíduos contra as respostas, deve ter uma aparência aleatória, da mesma forma, o gráfico normal dos resíduos deve ter um comportamento mais ou menos retilíneo.

A seguir apresentam-se as listagens do programa para cada uma das posições de atomização estudadas. Note-se que a ordem de grandeza dos valores de K e dos efeitos é de 10^{-5} .

ATOMIZAÇÃO BASE ANGULADA

*** VALORES DAS RESPOSTAS PARA OS ENSAIOS ESPECIFICADOS.....:

(1)	=	8.5246
a	=	7.2881
b	=	14.571
ab	=	16.286
c	=	5.9279
ac	=	9.8712
bc	=	14.571
abc	=	13.000

ESTIMATIVA DOS EFEITOS:

I	=	11.2550
A	=	.7127
B	=	6.7041
AB	=	-.6407
C	=	-.8249
AC	=	.4734
BC	=	-.8181
ABC	=	-2.1165

GRAFICO NORMAL DAS ESTIMATIVAS

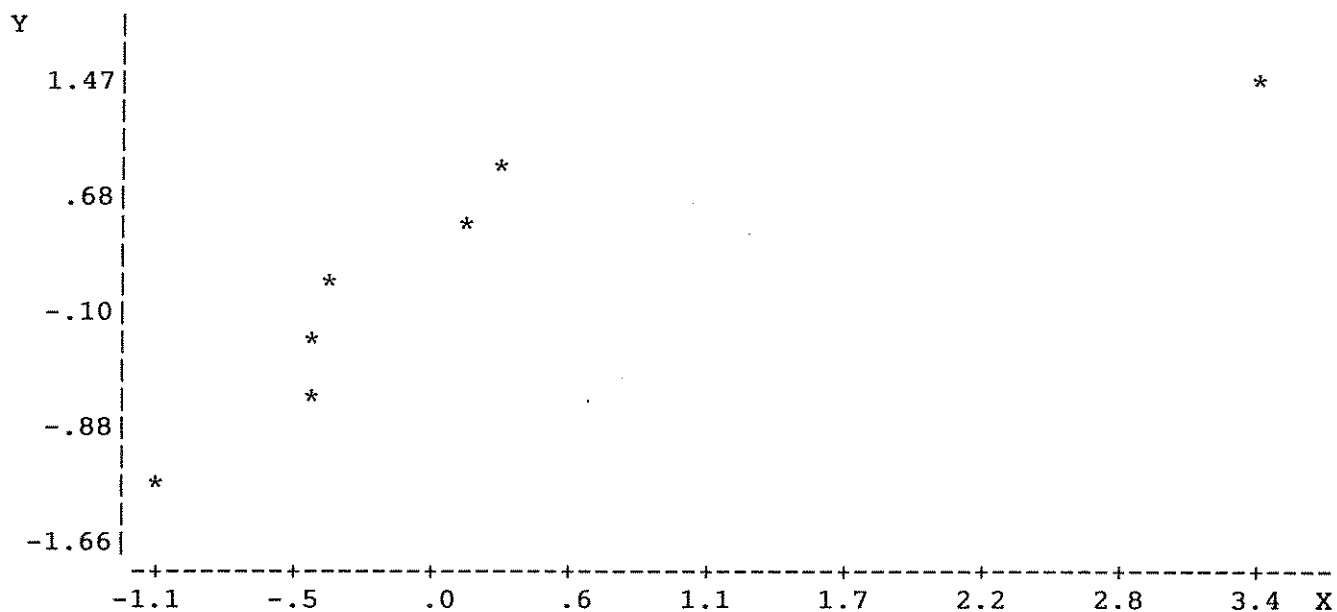
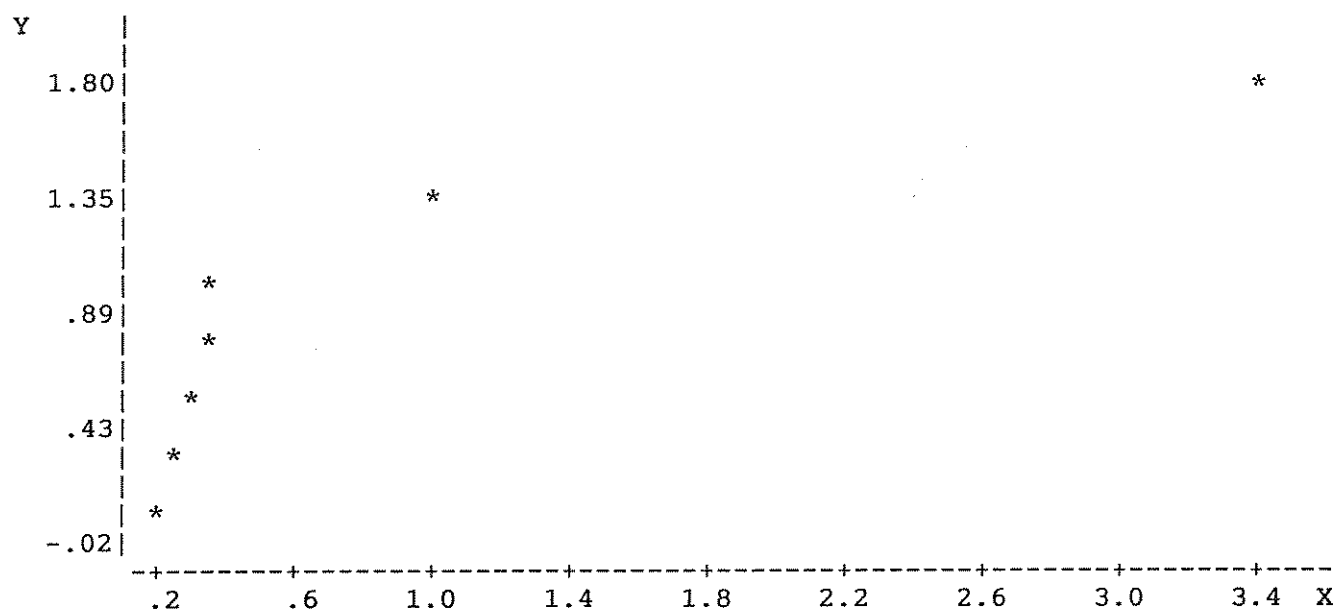


GRAFICO SEMI-NORMAL DOS VALORES ABSOLUTOS DAS ESTIMATIVAS



*** ESPECIFIQUE OS EFEITOS QUE DEVEM SER INCLUIDOS NA MODELAGEM DA RESPOSTA:

ESTIMATIVA DOS EFEITOS:

I	=	11.2550	ZERAR ?	[S/N]	n
A	=	.7127	ZERAR ?	[S/N]	s
B	=	6.7041	ZERAR ?	[S/N]	n
AB	=	-.6407	ZERAR ?	[S/N]	s
C	=	-.8249	ZERAR ?	[S/N]	s
AC	=	.4734	ZERAR ?	[S/N]	s
BC	=	-.8181	ZERAR ?	[S/N]	s
ABC	=	-2.1165	ZERAR ?	[S/N]	s

VALORES DOS EFEITOS QUE SERAO INCLUIDOS NA MODELAGEM:

I	=	11.2550
A	=	.0000
B	=	3.3520
AB	=	.0000
C	=	.0000
AC	=	.0000
BC	=	.0000
ABC	=	.0000

RESULTADOS DA MODELAGEM

ENSAIO	RESPOSTA	RESPOSTA PREVISTA	RESIDUO
(1)	8.5246	7.9029	.6217
a	7.2881	7.9029	-.6148
b	14.5710	14.6070	-.0360
ab	16.2860	14.6070	1.6790
c	5.9279	7.9029	-1.9750
ac	9.8712	7.9029	1.9683
bc	14.5710	14.6070	-.0360
abc	13.0000	14.6070	-1.6070

GRAFICO DOS RESIDUOS CONTRA AS RESPOSTAS PREVISTAS

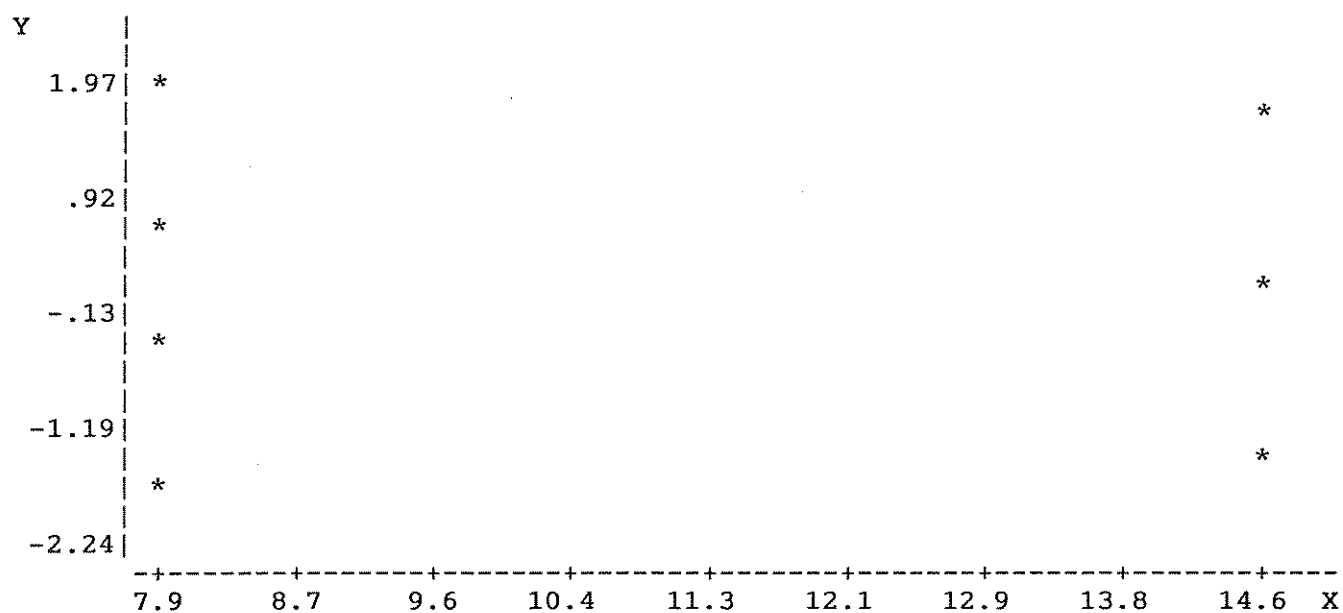
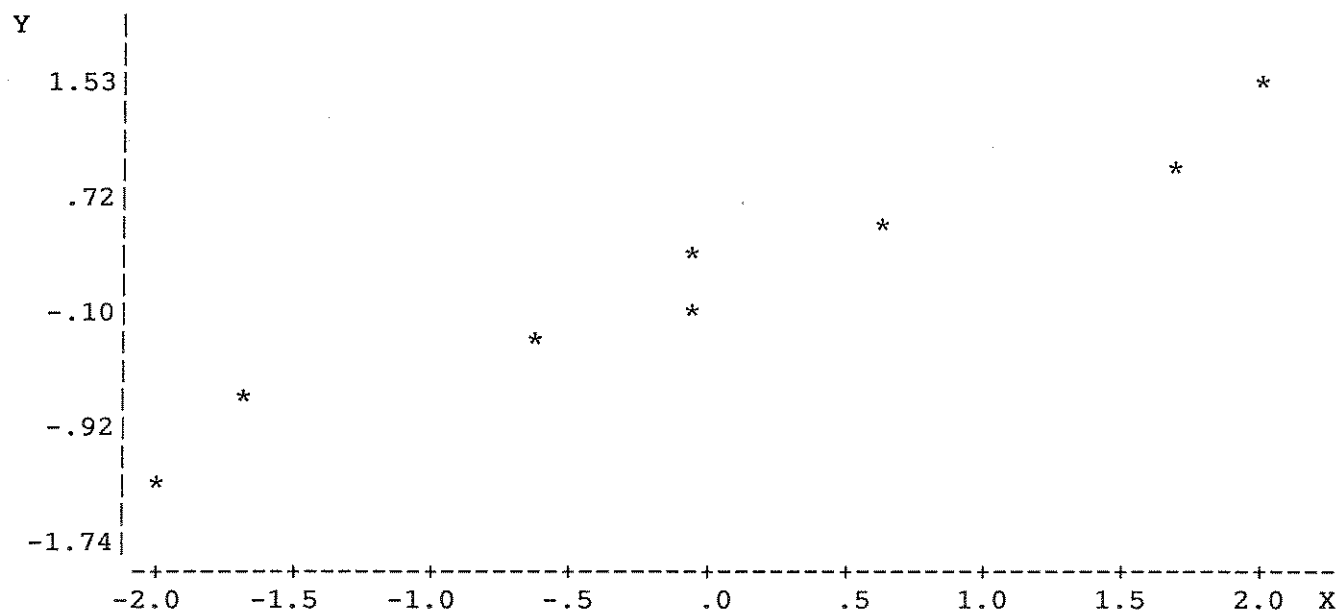


GRAFICO NORMAL DOS RESIDUOS



ATOMIZAÇÃO TOPO

*** VALORES DAS RESPOSTAS PARA OS ENSAIOS ESPECIFICADOS.....:

(1)	=	6.9491
a	=	7.4999
b	=	14.571
ab	=	21.000
c	=	4.1892
ac	=	12.500
bc	=	16.857
abc	=	11.714

ESTIMATIVA DOS EFEITOS:

I	=	11.9100
A	=	2.5369
B	=	8.2510
AB	=	-1.8939
C	=	-1.1900
AC	=	-.9530
BC	=	-2.3101
ABC	=	-4.8330

GRAFICO NORMAL DAS ESTIMATIVAS

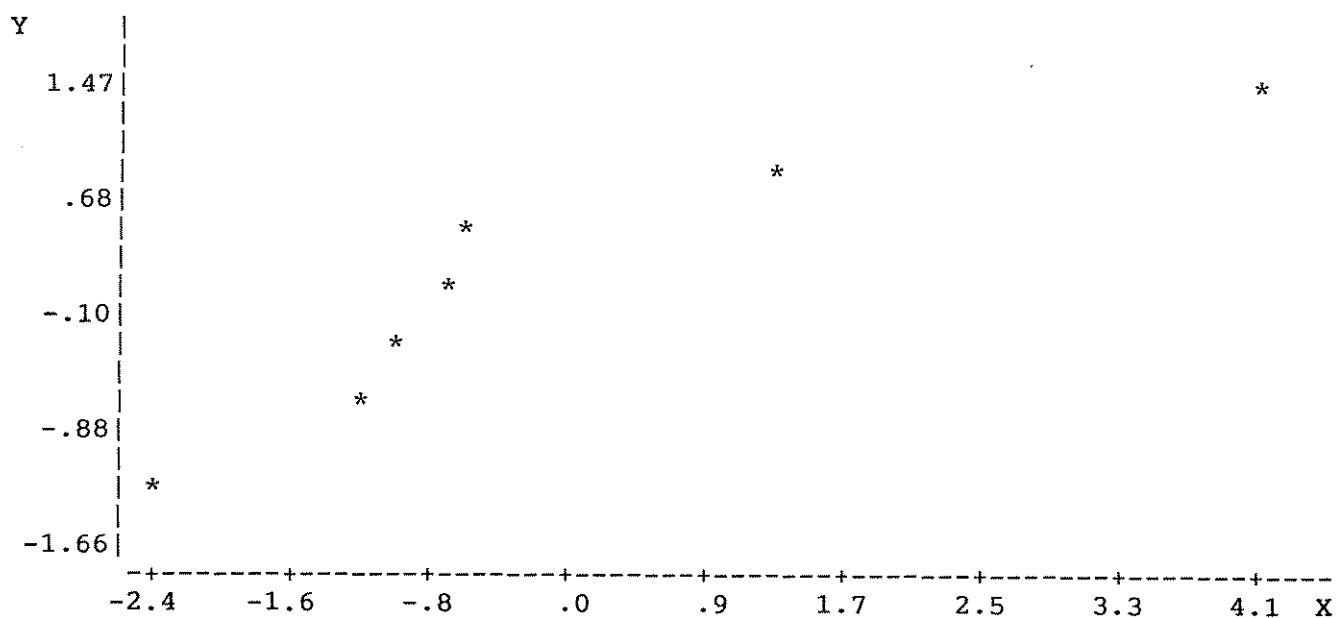
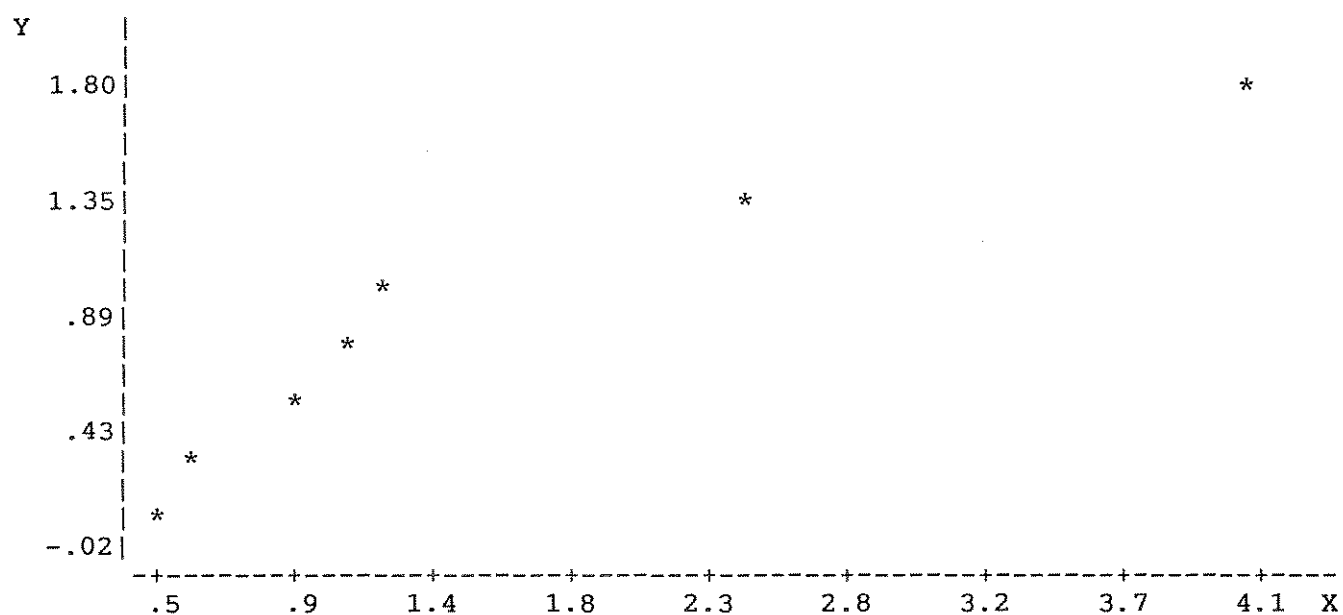


GRAFICO SEMI-NORMAL DOS VALORES ABSOLUTOS DAS ESTIMATIVAS



*** ESPECIFIQUE OS EFEITOS QUE DEVEM SER INCLUIDOS NA MODELAGEM DA RESPOSTA:

ESTIMATIVA DOS EFEITOS:

I	=	11.9100	ZERAR ?	[S/N]	n
A	=	1.2685	ZERAR ?	[S/N]	n
B	=	4.1255	ZERAR ?	[S/N]	n
AB	=	-.9470	ZERAR ?	[S/N]	n
C	=	-.5950	ZERAR ?	[S/N]	s
AC	=	-.4765	ZERAR ?	[S/N]	s
BC	=	-1.1550	ZERAR ?	[S/N]	n
ABC	=	-2.4165	ZERAR ?	[S/N]	n

VALORES DOS EFEITOS QUE SERAO INCLUIDOS NA MODELAGEM:

I	=	11.9100
A	=	1.2685
B	=	4.1255
AB	=	-.9470
C	=	.0000
AC	=	.0000
BC	=	-1.1550
ABC	=	-2.4165

RESULTADOS DA MODELAGEM

ENSAIO	RESPOSTA	RESPOSTA PREVISTA	RESIDUO
(1)	6.9491	6.8306	.1185
a	7.4999	6.4284	1.0715
b	14.5710	14.4525	.1185
ab	21.0000	19.9285	1.0715
c	4.1892	4.3077	-.1185
ac	12.5000	13.5715	-1.0715
bc	16.8570	16.9755	-.1185
abc	11.7140	12.7855	-1.0715

GRAFICO DOS RESIDUOS CONTRA AS RESPOSTAS PREVISTAS

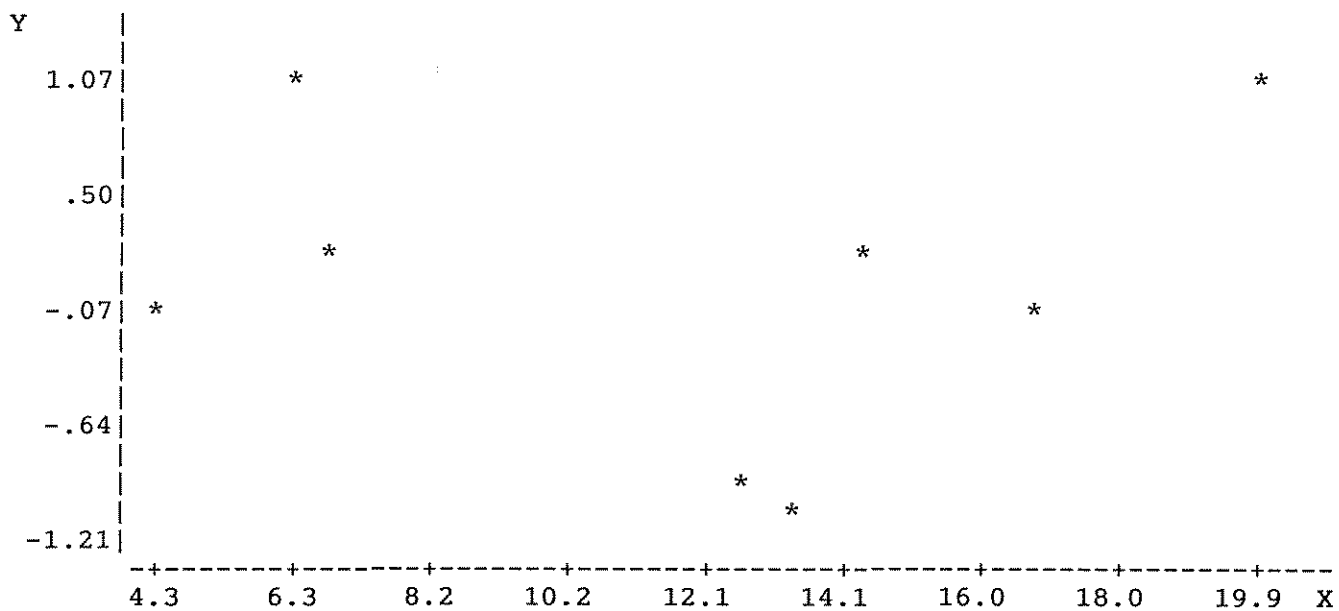
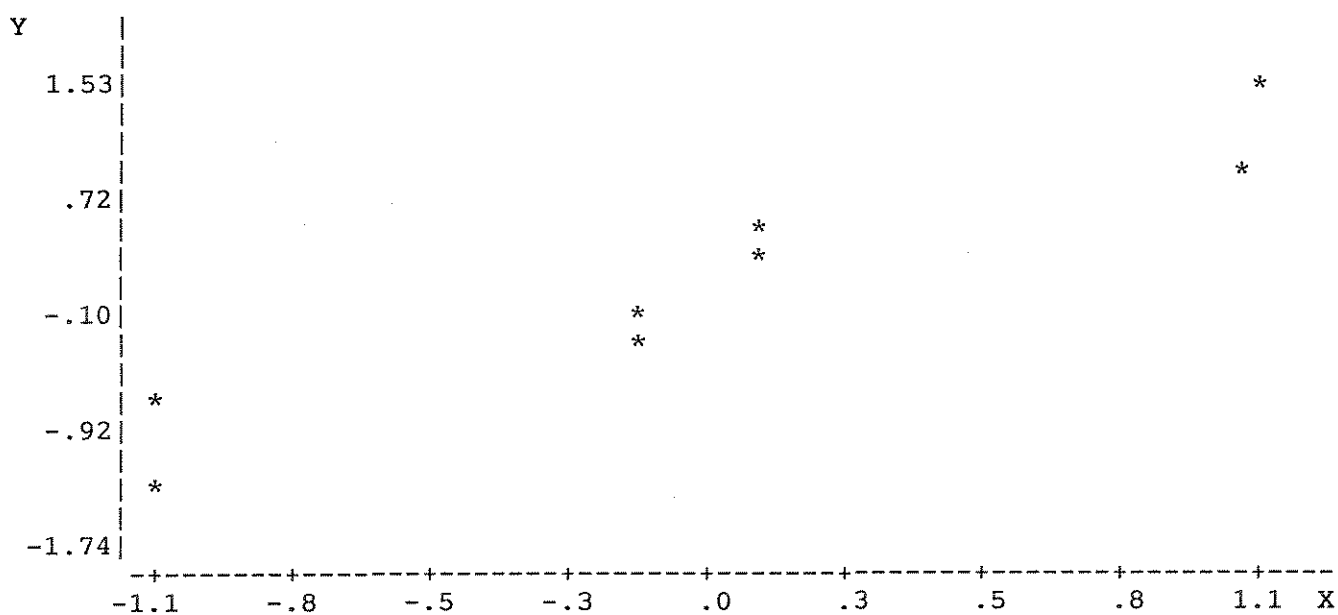


GRAFICO NORMAL DOS RESIDUOS



ATOMIZAÇÃO FUNDO

*** VALORES DAS RESPOSTAS PARA OS ENSAIOS ESPECIFICADOS.....:

(1)	=	6.1712
a	=	9.7143
b	=	14.286
ab	=	12.743
c	=	9.4048
ac	=	7.0930
bc	=	14.286
abc	=	13.700

ESTIMATIVA DOS EFEITOS:

I	=	10.9248
A	=	-.2244
B	=	5.6579
AB	=	-.8401
C	=	.3923
AC	=	-1.2245
BC	=	.0862
ABC	=	1.7030

GRAFICO NORMAL DAS ESTIMATIVAS

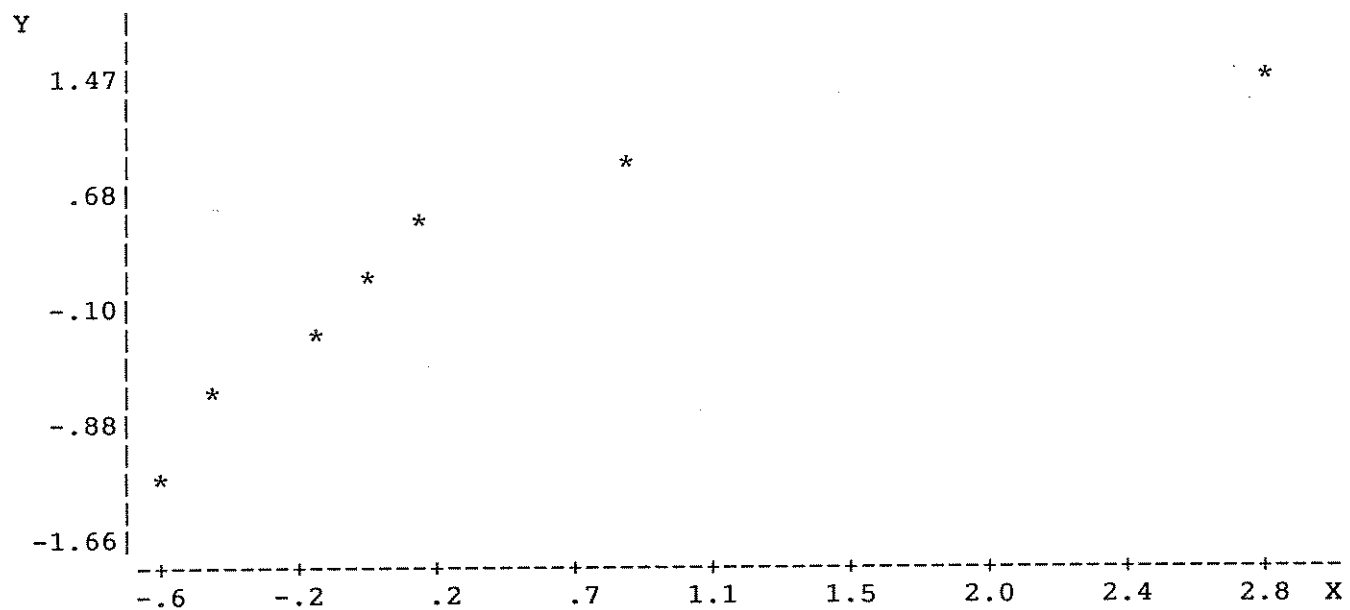
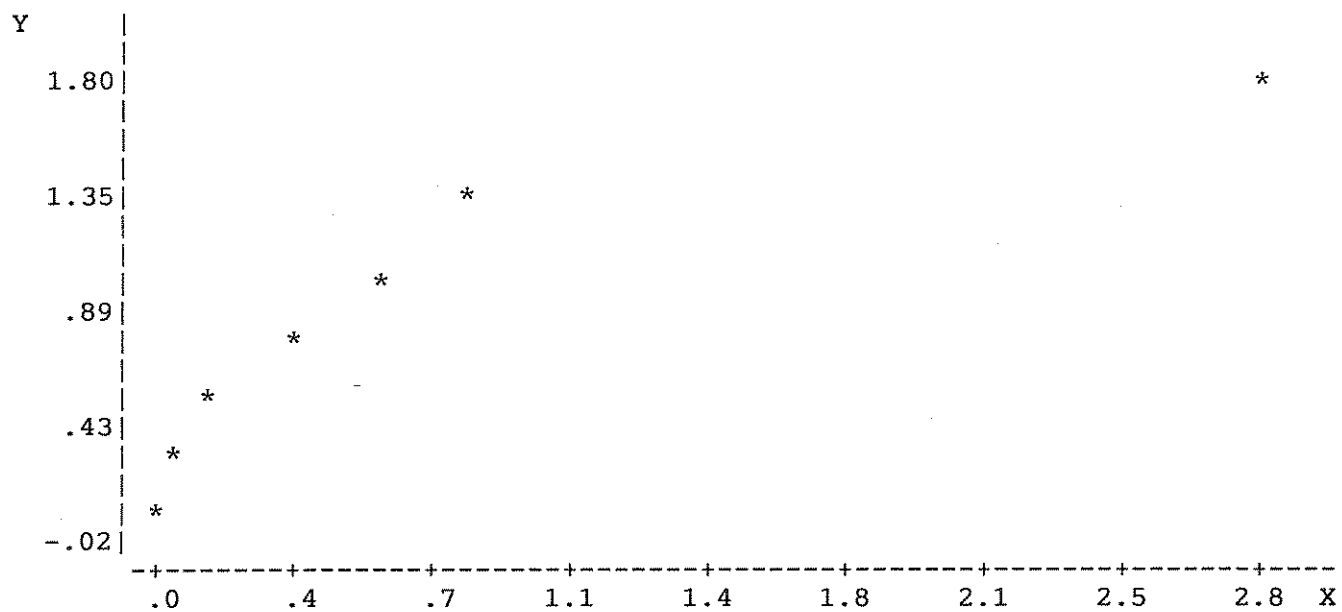


GRAFICO SEMI-NORMAL DOS VALORES ABSOLUTOS DAS ESTIMATIVAS



*** ESPECIFIQUE OS EFEITOS QUE DEVEM SER INCLUIDOS NA MODELAGEM DA RESPOSTA:

ESTIMATIVA DOS EFEITOS:

I	=	10.9248	ZERAR ?	[S/N]	n
A	=	-.1122	ZERAR ?	[S/N]	s
B	=	2.8290	ZERAR ?	[S/N]	n
AB	=	-.4200	ZERAR ?	[S/N]	s
C	=	.1962	ZERAR ?	[S/N]	s
AC	=	-.6122	ZERAR ?	[S/N]	s
BC	=	.0431	ZERAR ?	[S/N]	s
ABC	=	.8515	ZERAR ?	[S/N]	s

VALORES DOS EFEITOS QUE SERAO INCLUIDOS NA MODELAGEM:

I	=	10.9248
A	=	.0000
B	=	2.8290
AB	=	.0000
C	=	.0000
AC	=	.0000
BC	=	.0000
ABC	=	.0000

RESULTADOS DA MODELAGEM

ENSAIO	RESPOSTA	RESPOSTA PREVISTA	RESIDUO
(1)	6.1712	8.0958	-1.9246
a	9.7143	8.0958	1.6185
b	14.286	13.7538	.5322
ab	12.743	13.7538	-1.0108
c	9.4048	8.0958	1.3090
ac	7.0930	8.0958	-1.0028
bc	14.286	13.7538	.5322
abc	13.700	13.7538	-.0538

GRAFICO NORMAL DOS RESIDUOS

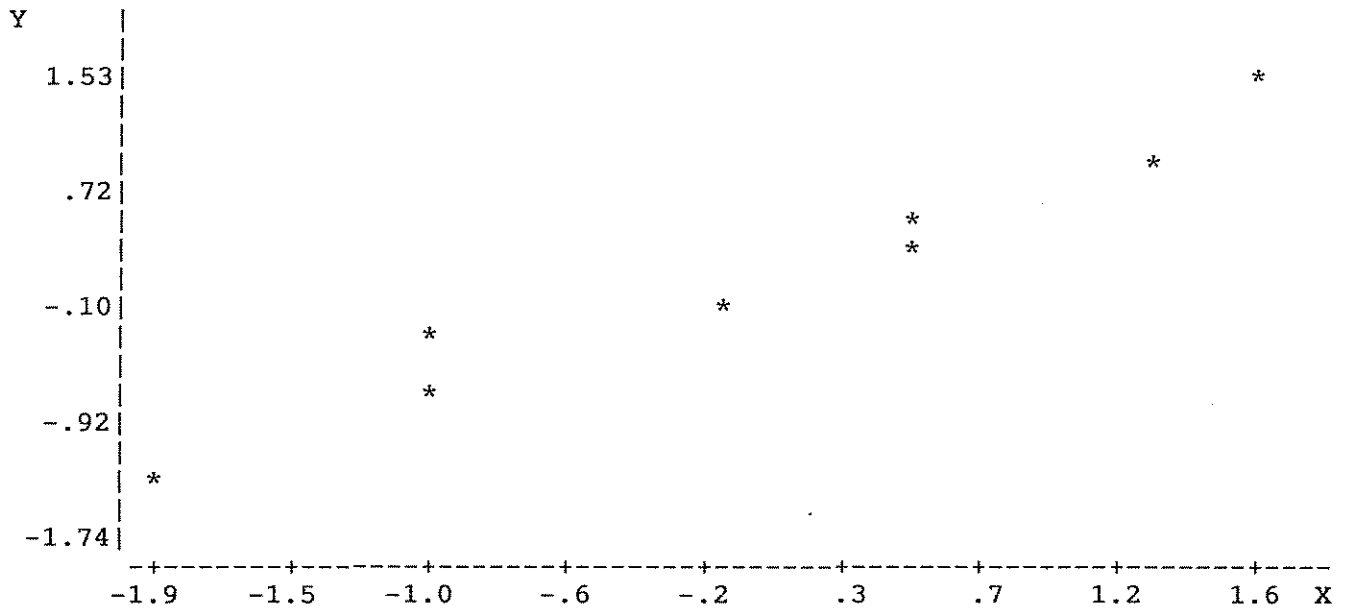
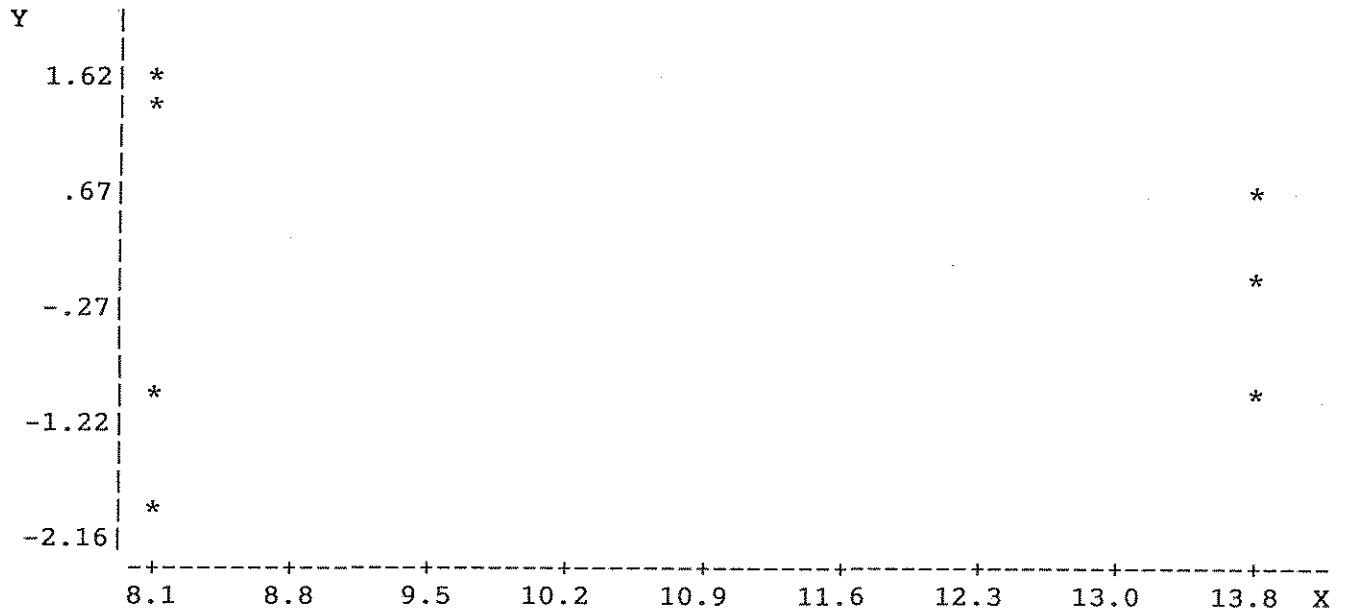


GRAFICO DOS RESIDUOS CONTRA AS RESPOSTAS PREVISTAS



ANEXO B

ILUSTRAÇÕES DA MONTAGEM EXPERIMENTAL



Figura B.1 - Bico Atomizador Tipo Duplo Fluido

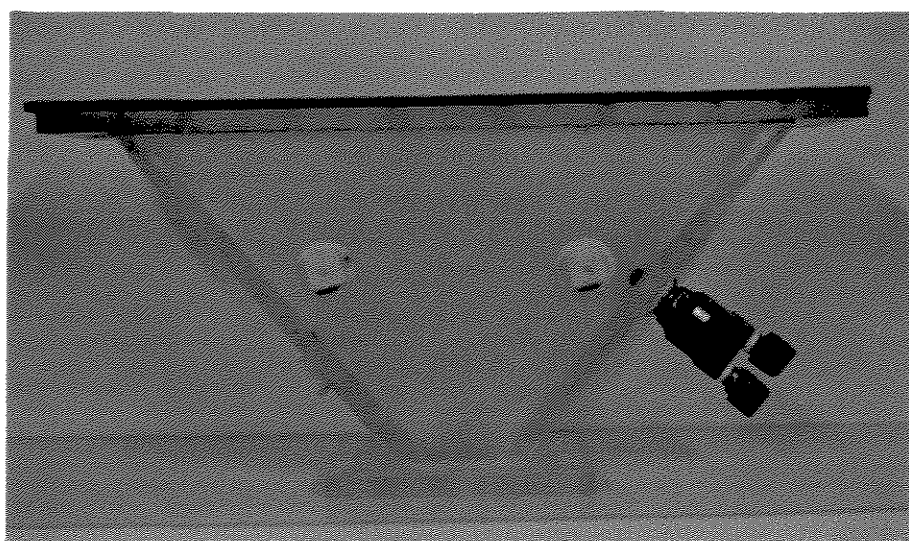


Figura B.2 - Atomizador na Posição Base Angulada
Vista Frontal

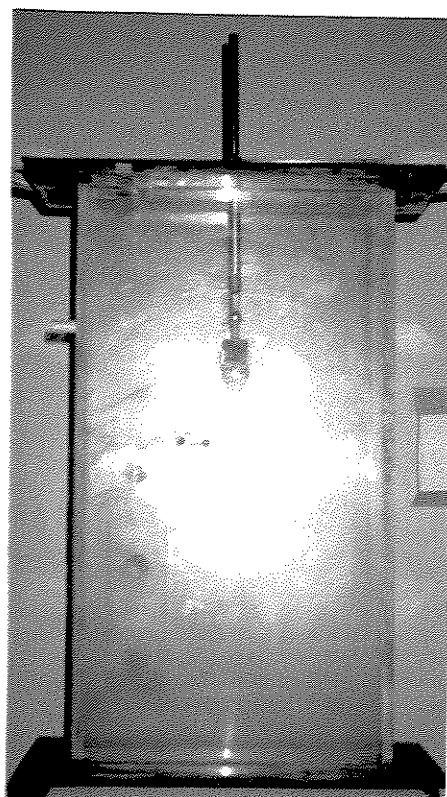


Figura B.3 - Atomizador na Posição Topo
Vista Frontal

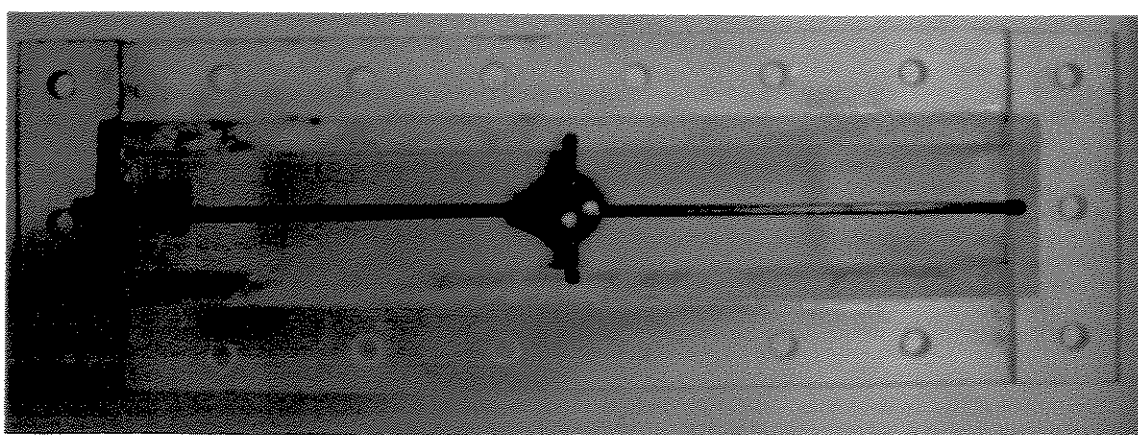


Figura B.4 - Atomizador na Posição Topo
Vista Superior

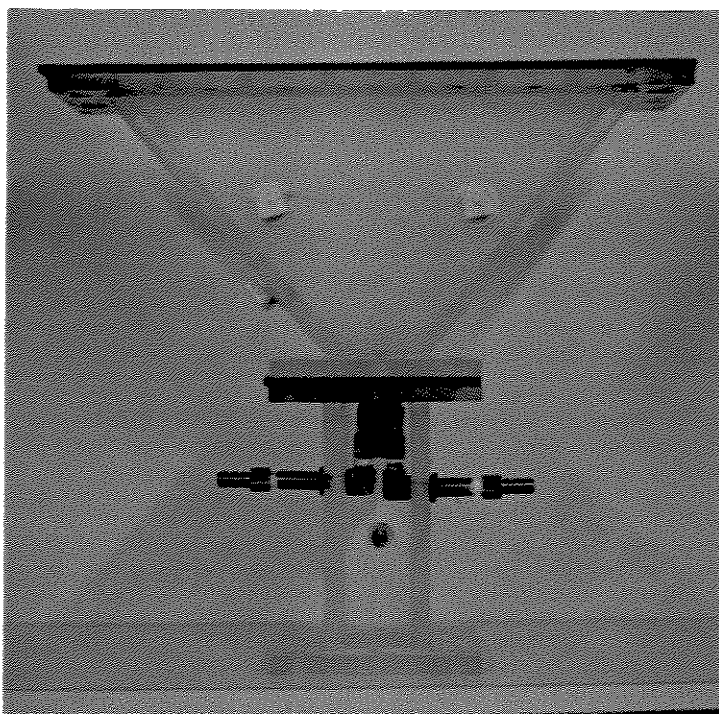


Figura B.5 - Atomizador na Posição Fundo
Vista Frontal

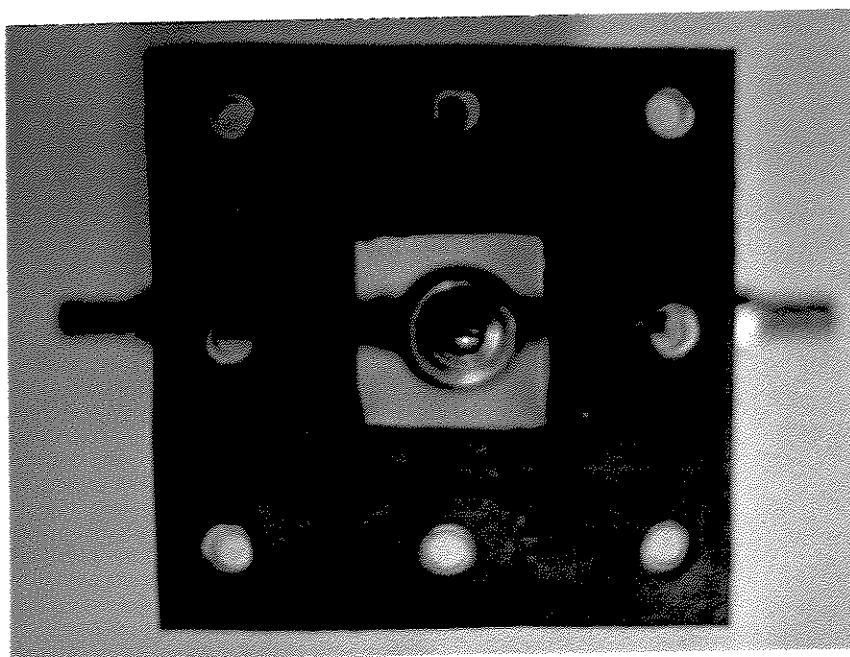


Figura B.6 - Atomizador na Posição Fundo
Vista Superior

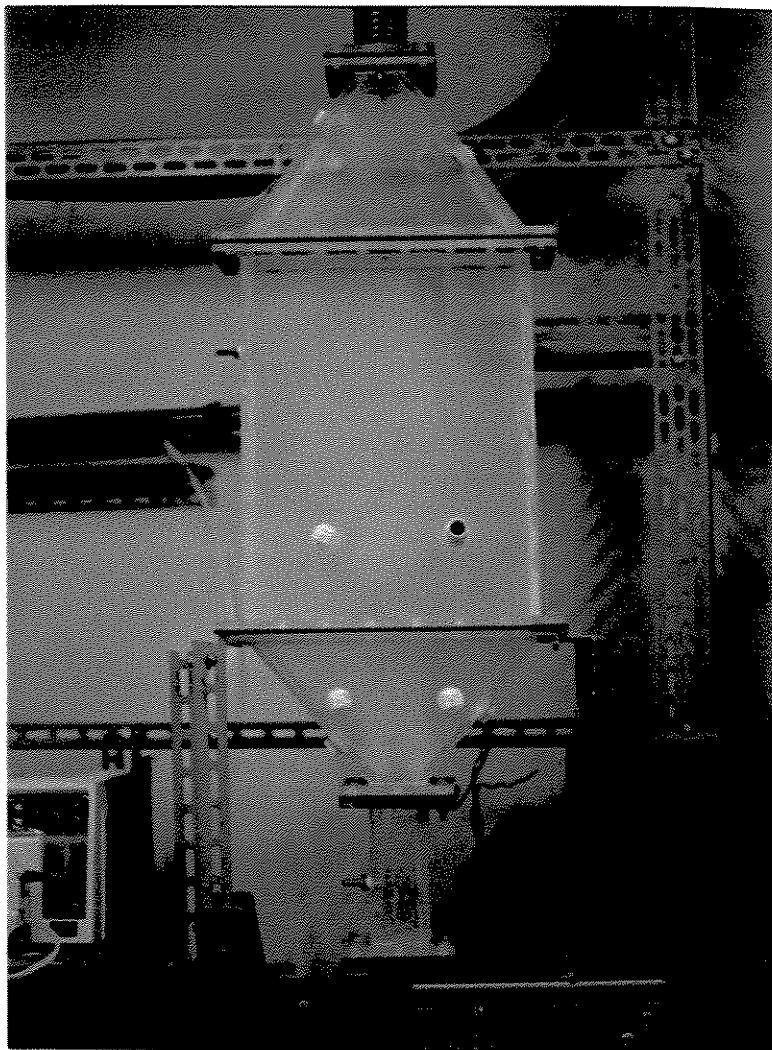


Figura B.7 - Leito de Jorro Bidimensional Utilizado



Figura B.8 - Bomba Peristáltica

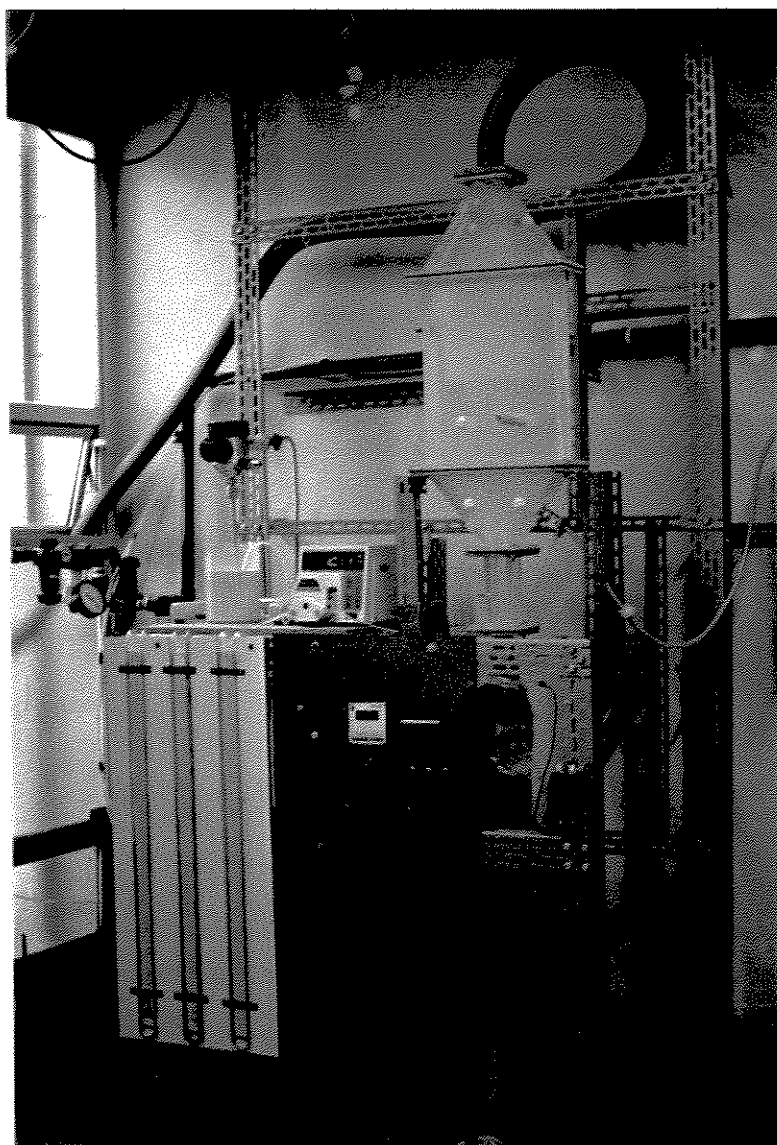


Figura B.9 - Montagem Experimental

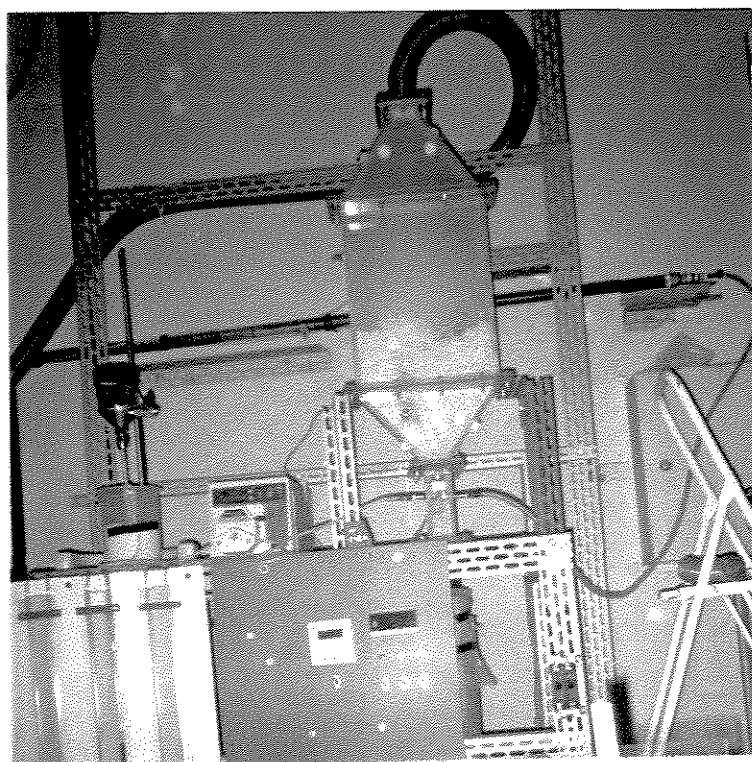


Figura B.10 - Equipamento em Operação