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

APLICAÇÃO DA METODOLOGIA DE ANÁLISE ESPECTRAL GAUSSIANA PARA MONITORAR E CONTROLAR A DEFLUIDIZAÇÃO EM PROCESSO DE RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS

Autor: Carlos Alexandre Moreira da Silva Orientador: Prof Dr. Osvaldir Pereira Taranto Co-orientadora: Prof^a Dr^a Maria Regina Parise

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

Campinas – São Paulo Outubro/2009

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

Si38a	Silva, Carlos Alexandre Moreira da Aplicação da metodologia de análise espectral Gaussiana para monitorar e controlar a defluidização em processo de recobrimento de partículas / Carlos Alexandre Moreira da SilvaCampinas, SP: [s.n.], 2009.
	Orientadores: Osvaldir Pereira Taranto, Maria Regina Parise. Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química.
	1. Fluidização. 2. Analise espectral. 3. Pressão - Flutuação. 4. Controle de processo. 5. Processamento de sinais. I. Taranto, Osvaldir Pereira. II. Parise, Maria Regina. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Química. IV. Título.

Título em Inglês: application of the gaussian spectral analysis methodology to monitor and control the defluidization in the particles coating process Palavras-chave em Inglês: Fluidization, Spectrum analysis, Pressure fluctuation, Process control, Signal processing Área de concentração: Engenharia de Processos Titulação: Mestre em Engenharia Química Banca examinadora: Marcello Nitz da Costa, Flávio Vasconcelos da Silva Data da defesa: 30/10/2009 Programa de Pós Graduação: Engenharia Química Dissertação de Mestrado defendida por CARLOS ALEXANDRE MOREIRA DA SILVA e aprovada em 30 de outubro de 2009 pela banca examinadora constituída pelos doutores:

Prof. Dr. Osvaletir Pereira Taranto - Orientador Prof. Dr. Marcello Nitz da Costa (Titular) Prof. Dr. Flávio Vasconcelos da Silva (Titular)

-

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

Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto

DEDICATÓRIA

Dedico esta dissertação de mestrado a minha amada família, que sempre zelou por mim e proporcionou-me o incentivo maior para a conquista deste novo grau de conhecimento.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por ter me dado a oportunidade de cursar o mestrado na UNICAMP e ter colocado condições e pessoas que possibilitaram a conclusão deste trabalho.

Ao professor Osvaldir Pereira Taranto pelos muitos ensinamentos profissionais, a grande dedicação na orientação, as muitas motivações para a evolução do trabalho e por ter me possibilitado explorar um tema de importância dentro da Engenharia Química.

A minha querida amiga e co-orientadora Maria Regina Parise, pessoa esta maravilhosa que desejo todo o sucesso do mundo e que tive o prazer de conhecer e conviver, sem a qual o andamento do trabalho teria sido muito mais difícil.

Ao professor Flávio Vasconcelos da Silva pelos numerosos ensinamentos e dicas referentes à parte de aplicação do controle de processo.

Ao professor Marcello Nitz da Costa pela cuidadosa avaliação da dissertação e pelas sugestões não só para a melhoria do texto final como também do ponto vista técnico do trabalho.

Aos meus mestres da UFPA, professor Roberto de Freitas Neves e professor Lênio Jose Guerreiro de Faria, que me incentivaram a fazer pós-gradução na UNICAMP.

A professora Sandra Cristina dos Santos Rocha pelo emprego de equipamentos do Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem.

Aos grandes amigos do laboratório Carol, Alice, Lene e Chico, Ana Lúcia, Mônica, Jaiana, Sergio, Fernando, obrigado pelos dias felizes que passamos juntos trabalhando e jogando conversas fora para relaxar.

As pessoas muito legais e queridas do mestrado que tive o prazer de conhecer e me proporcionaram momentos muito alegres e que me fizeram esquecer um pouco a saudade de casa. Obrigado Gaby, Mari, Jú, Andrea, João, Carlos, Janaina.

Ao técnico do DESQ Marcos Estevom pelo desenho do sistema experimental.

A CAPES pelo fornecimento da bolsa de mestrado.

A Blanver Farmoquímica Ltda, no nome da Sra Ariane Matos, Supervisora de Assistência Técnica Farmacêutica, pela doação de celulose microcristalina.

RESUMO

A operação de fluidização tem sido muito utilizada em inúmeros processos industriais nos setores químicos, alimentício e farmacêutico em função das suas características vantajosas, que possibilitam um contato bastante efetivo entre a fase sólida e a fase fluida. No entanto, as condições de operação destes processos freqüentemente podem conduzir ao fenômeno de defluidização ou até ao colapso total do leito. A manutenção de condições estáveis do regime de fluidização durante processos de recobrimento de partículas em leitos fluidizados também é de fundamental importância, pois o excesso de umidade dentro do leito acaba levando à defluidização. O presente trabalho objetiva aplicar a metodologia de análise espectral Gaussiana dos sinais de flutuação de pressão para monitorar e controlar o fenômeno de defluidização do processo de recobrimento de celulose microcristalina em um leito fluidizado gás-sólido. O trabalho foi realizado em duas etapas: 1) monitoramento dos regimes de fluidização operantes durante a evolução do processo de recobrimento e 2) controle da vazão de ar e da vazão de suspensão utilizando-se controladores PI. Diferentes condições experimentais de massa de celulose, vazão de suspensão polimérica e excesso de velocidade do ar em relação à mínima fluidização na temperatura de 70°C foram estudadas. A evolução da freqüência média Gaussiana mostrou claramente as transições de regimes de fluidização durante o processo e possibilitou a definição de uma faixa de regime estável de 6,0 a 7,0 Hz, que foi empregada como setpoint range dos controladores para manipular os sinais de comando para o inversor de freqüência e para a bomba peristáltica. A aplicação do método de Åström e Hägglund permitiu a obtenção dos parâmetros do controlador PI para o inversor e o método da curva de reação proporcionou uma estimativa preliminar dos parâmetros do controlador PI para a bomba. Ensaios de recobrimento da celulose em malha fechada mostraram que a utilização de um sistema de controle permitiu obter melhores condições fluidodinâmicas do leito em relação ao processo sem controle. Embora quantidades equivalentes de suspensão tenham sido adicionadas em ambos os processos, o regime de fluidização operante com controle era do tipo borbulhante estável, enquanto que sem controle o regime era de leito fixo, mostrando que o objetivo do trabalho em manter condições mais estáveis de fluidização durante o processo foi atingido.

Palavras-chave: fluidização, recobrimento de partículas, defluidização, análise espectral Gaussiana, controle PI.

ABSTRACT

The fluidization operation has been used extensively in many industrial processes in chemical, food and pharmaceutical branches, because of its advantageous characteristics that promote an effective contact between the solid and the fluid phases. However, the operational conditions of these processes frequently lead to the defluidization phenomenon or to the total collapse of the particles in the bed. The handling of stable conditions in the fluidization regime during fluidized bed coating processes is very important, because the moisture content excess can cause the defluidization of the bed. The objective of this present work is to apply the Gaussian spectral pressure distribution to monitor and to control the defluidization phenomenon in a fluidized bed coating process using microcrystalline cellulose as fluidizing particles. The work was performed in two stages: 1) monitoring of the fluidization regimes during the development of the coating process and 2) control of the airflow rate and of the coating suspension flow rate using PI controllers. The experiments were carried out varying solid particle mass, coating suspension flow rate and excess air velocity in relation to the minimum fluidization velocity in the temperature of 70°C. The Gaussian mean frequency evolution showed the fluidization regime transitions and it allowed to define a band of stable regime (6.0 Hz to 7.0 Hz), which was used as a set-point range of the controllers to manipulate the signal of command for frequency inverter and for the peristaltic pump. The application of Åström e Hägglund method allowed obtaining the PI controller parameters to the inverter and the reaction curve method provided an initial guess of the PI controller parameters to the pump. The experiments of microcrystalline cellulose coating in closed-loop showed that the use of a control system allowed obtaining better fluid-dynamic conditions of the bed in relation to the without process control. Although equivalent amounts of suspension have been added to both processes, the fluidization regime with control was kept under bubbling stable, while without control the regime was that of a fixed bed, showing that in order to maintain more stable fluidization during the process was reached.

Key words: fluidization, coating particles, defluidization, Gaussian spectral analysis, PI control.

SUMÁRIO

RESUMO	XI
ABSTRACT	XIII
LISTA DE FIGURAS	XIX
LISTA DE TABELAS	<u>XXVII</u>
NOMENCLATURA	<u>. XXIX</u>
CAPÍTULO 1	<u>1</u>
1.1 INTRODUÇÃO 1.2 Objetivos	1 4
CAPÍTULO 2	<u>5</u>
REVISÃO DA LITERATURA	<u>5</u>
 2.1 Fluidização 2.1.1 Fluidização: Aspectos conceituais 2.1.2 Classificação de materiais particulados em função do seu comportamento i fluidização 	5 5 DE 7
2.1.3 PARÂMETROS FLUIDODINÂMICOS: QUEDA DE PRESSÃO E VELOCIDADE DE MÍNIMA FLUIDIZAÇÃO	9
2.2 RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS EM LEITOS FLUIDIZADOS	13
2.2.1 TIPOS DE RECOBRIMENTO	15
2.3 IDENTIFICAÇÃO DO FENÔMENO DE DEFLUIDIZAÇÃO EM LEITOS FLUIDIZADOS	16
2.4 ANÁLISE DE FOURIER NO PROCESSAMENTO DE SINAIS	23
2.4.1 TRANSFORMADA DE FOURIER	
2.4.2 I RANSFORMADA DE FOURIER DISCRETA	
2.4.5 IRANSFORMADA NAPIDA DE FOURIER (FFT)	
2.6 CONTROLE DE PROCESSO UTILIZANDO ALGORITMO PID CONVENCIONAL	30
2.6.1 SINTONIA DE CONTROLADORES PID	34
2.6.2 DESCRIÇÃO DE MÉTODOS DE SINTONIA USADOS PARA CONTROLADORES PID	35
A) MÉTODO DA CURVA DE REAÇÃO	35
B) MÉTODO COM CRITÉRIOS INTEGRAIS DE ERRO	
C) METODOS BASEADOS NA DETERMINAÇÃO DOS PARAMETROS LIMITES	40 42
CAPÍTULO 3	45
MATERIAIS E MÉTODOS	<u> 45</u>

3.1 CARACTERÍSTICAS FÍSICAS DO MATERIAL PARTICULADO	45
3.2 SISTEMA EXPERIMENTAL	
3.5 APLICAÇÃO DA METODOLOGIA DE ANALISE ESPECTRAL GAUSSIANA	
3.4 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	
2.4.2 ENGLIGS FLUIDODINAMICOS	
2.4.2 ENSAIOS DE DECORDINENTO	00
2.4.4 DESCRIPCIÓN DE CONTROLADOS CONTROLADOS CONTROLADOS ES	
3.4.4 DESCRIÇÃO DOS ENSAIOS DE SINTONIA DOS CONTROLADORES	00
<u>CAPÍTULO 4</u>	
RESULTADOS E DISCUSSÃO	
4.1 ENSAIOS FLUIDODINÂMICOS	
4.2 ENSAIOS DE UMEDECIMENTO	
4.3 ENSAIOS DE RECOBRIMENTO	
4.4 IMPLEMENTAÇÃO DA ESTRATÉGIA DE CONTROLE PARA O PROCESSO DE RECOBRIME	NTO DE
CELULOSE MICROCRISTALINA EM LEITO FLUIDIZADO GÁS-SÓLIDO	85
4.4.1 DEFINIÇÃO DA VARIÁVEL CONTROLADA, VARIÁVEIS MANIPULADAS E SETPOINT DOS	
CONTROLADORES	85
4.4.2 SINTONIA DOS CONTROLADORES UTILIZANDO ALGORITMO PID AVANÇADO	87
4.4.2.1 SINTONIA DO CONTROLADOR PARA O INVERSOR DE FREQÜÊNCIA	
(SEM ADIÇÃO DE SUSPENSÃO DE RECOBRIMENTO)	88
4.4.2.2 SINTONIA DO CONTROLADOR PARA A BOMBA PERISTÁLTICA	- -
(ADIÇAO DE SUSPENSAO NO LEITO)	
4.5 IMPLEMENTAÇÃO EM MALHA FECHADA DOS CONTROLADORES PI PARA O INVERSOR	DE
FREQUENCIA E PARA A BOMBA PERISTALTICA NO PROCESSO DE RECOBRIMENTO	102
<i>,</i>	
<u>CAPITULO 5</u>	<u> 117</u>
CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	117
51 CONCLUSÕES	117
5.1 CONCLUSUES	110
5.2 SUGESTOES PARA TRABALHOS FUTUROS	119
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	121
APÊNDICE A	129
RESULTADOS ORTIDOS DA APLICAÇÃO DA METODOLOGIA DE ANÁLISE	
ESPECTRAL GAUSSIANA NOS ENSAJOS DE UMEDECIMENTO	129
	127
APENDICE B	135
RESULTADOS OBTIDOS DA APLICAÇÃO DA METODOLOGIA DE ANÁLISE	
ESPECTRAL GAUSSIANA NOS ENSAIOS DE RECOBRIMENTO	<u> 135</u>
A PÊNDICE C	171
	xvi

RESULTADOS EXPERIMENTAIS REFERENTES AOS ENSAIOS DE CONTROLE DO PROCESSO RECOBRIMENTO......141

LISTA DE FIGURAS

Figura 2. 1 - Regimes de contato sólido-fluido. FONTE: KUNII e LEVENSPIEL, 1991 6
Figura 2.2 - Representação do arrastamento de sólidos provocado pelo surgimento de uma bolha em fluidização gás-sólido. FONTE: Adaptado de KUNII e LEVENSPIEL, 1991.
Figura 2.3 – Diagrama de Geldart simplificado para classificação de materiais de acordo com o seu comportamento de fluidização. FONTE: GELDART, 19869
Figura 2.4 – Curva fluidodinâmica: queda de pressão no leito (ΔP) versus velocidade superficial do ar (u ₀). FONTE: KUNII e LEVENSPIEL, 1991
Figura 2.5 – Índices de fluidização em função da velocidade superficial do gás. FONTE: KUNII; LEVENSPIEL, 1991
Figura 2.6 – Estimação da velocidade de mínima fluidização pela redução da velocidade superficial do gás
Figura 2.7 – Variação da velocidade de mínima fluidização em função da temperatura. Os diâmetros médios estão em μm. (a) ilmenita. (b) areia. FONTE: SUBRAMANI et al., 2007
Figura 2.8 – Comprimidos e drágeas de açúcares recobertos para aplicações farmacêuticas. FONTE: http://www.loedige.de/Coaten%20Applications.html
Figura 2.9 – Recobrimento de material para indústria de gêneros alimentícios. FONTE: http://www.loedige.de/Coaten%20Applications.html13
Figura 2.10 – Recobrimento de sementes para a indústria de gêneros agrícolas. FONTE: http://www.loedige.de/Coaten%20Applications.html14
Figura 2.11 – Recobrimento de catalisadores para a indústria química. FONTE: http://www.loedige.de/Coaten%20Applications.html14
Figura 2.12– Análise espectral no leito corresponde a transições de regime de fluidização borbulhante múltipla para o regime de bolhas simples em um CFB. Material: Sílica. FONTE: LECKNER et al., 2002
Figura 2.13 – (a) Temperatura e variância. (b) Pressão e variância. Condições operacionais $(T = 900^{\circ}C, u_0 = 0.45 \text{ m/s}, d_p = 212 - 400 \mu \text{m})$. FONTE: SCALA e CHIRONE, 2006.

Figura 2.14 – Evolução da distância entre dois atratores (S), queda de pressão e variação de temperatura com o tempo de processo em EARS. FONTE: NIJENHUIS et al., 2007.21

Figura 2.15 – Transformada de Fourier com distribuição Gaussiana de partículas de areia $(d_p = 325 \ \mu m)$. (a) altura do leito: 0,15 m (b) altura do leito: 0,20 m. FONTE: PARISE, 2007
Figura 2.16 – Ilustração das quatro transformadas de Fourier de acordo com as características do sinal. FONTE: SMITH, 1999
Figura 2.17 - Plano z para a Transformada de Fourier Discreta
Figura 2.18 – Decomposição da FFT. FONTE: SMITH, 1999
Figura 2.19 – Espectros de potência para celulose microcristalina aumentando a velocidade do ar (u ₀) e diâmetro médio de 329 μm. FONTE: FELIPE, 200429
Figura 2.20 – Digrama de um sistema de controle <i>feedback</i> em malha fechada31
Figura 2.21 – Representações do controlador PID. FONTE: JOHNSON e MORADI, 2005.
Figura 2.22 – Comportamento da variável controlada em função da aplicação de uma perturbação degrau no processo para diferentes tipos de controladores
Figura 2.23 – Método da curva de reação do processo
Figura 2.24. Diagrama de blocos para o método de Åström e Hägglund com o sistema em malha fechada
Figura 2.25 – Oscilações sustentadas da variável controlada pelo método de Åström e Hägglund
Figura 3.1 - Unidade experimental
Figura 3.2 - Esquema da coluna de fluidização. FONTE: PARISE, 200749
Figura 3.3 - Fotografia do transdutor diferencial e da tomada de pressão na câmara plenum. 50
Figura 3.4 - Queda de pressão no leito <i>versus</i> pressão manométrica no <i>plenum</i> utilizando o transdutor de pressão diferencial – areia, $d_p = 180 \ \mu m$, $h_L = 0.15 \ m$. FONTE: PARISE, 2007
Figura 3.5 – Tela de supervisão de dados do software LabView 7.1 TM 52
Figura 3.6 - Sinal de pressão manométrica no <i>plenum</i> . Condições operacionais: $m_s = 0.75 \text{ kg}, u_0 = 0.21 \text{ m/s e T} = 70^{\circ}\text{C}53$
Figura 3.7 – Sinal de pressão normalizado no domínio do tempo. Condições operacionais: $m_s = 0,75 \text{ kg MC-500}, u_0 = 0,21 \text{ m/s e T} = 70^{\circ}\text{C}.$

Figura 3.8 - Espectro de pressão do sinal normalizado. Condições operacionais: $m_s = 0,75 \text{ kg MC-500}, u_0 = 0,21 \text{ m/s e T} = 70^{\circ}\text{C}.$
Figura 3.9 - Logaritmo natural da amplitude da transformada de Fourier com a função de ajuste. Condições operacionais: $m_s = 0,75$ kg MC-500, $u_0 = 0,21$ m/s e T = 70°C56
Figura 3.10 – Queda de pressão em função da vazão de ar para o leito sem partículas 59
Figura 3.11 – Componentes do bico atomizador
Figura 3.12 - Estrutura química da substância Eudragit®63
Figura 3.13 – Fluxograma das etapas para o preparo da suspensão 1
Figura 3.14 – Fotografia do moinho coloidal
Figura 3.15 – Fluxograma para o preparo da suspensão de recobrimento65
Figura 3.16 – Fotografia do sistema experimental utilizado para o processo de recobrimento
 Figura 3.17 – (a) <i>Palettes</i> das funções de controle para implementação de algoritmo PID. (b) <i>Palette</i> do <i>Advanced PID Algorithm</i>. FONTE: LabView 7.1TM67
Figura 3.18 – Tela de supervisão do programa para o controle do processo de recobrimento. FONTE: LabView 7.1 TM
Figura 4.1 – Evolução da freqüência média Gaussiana, desvio padrão da distribuição espectral e curva fluidodinâmica. $m_s = 0,60 \text{ kg}, T = 70^{\circ}\text{C}, d_p = 325 \ \mu\text{m}74$
Figura 4.2 – Evolução da freqüência média Gaussiana, desvio padrão da distribuição espectral e curva fluidodinâmica. $m_s = 0,75 \text{ kg}, T = 70^{\circ}\text{C}, d_p = 325 \ \mu\text{m}74$
Figura 4.3 – Evolução da freqüência média Gaussiana, desvio padrão da distribuição espectral e curva fluidodinâmica. $m_s = 0.90 \text{ kg}$, T = 70°C, $d_p = 325 \mu m$ 75
Figura 4.4 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0.90 \text{ kg}$, $Q_{água} = 6.0 \text{ mL/min}$, $u_0-u_{mf} = 0.16 \text{ m/s}$, $T = 70^{\circ}\text{C}$ e $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}$
Figura 4.5 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0.90 \text{ kg}$, $Q_{água} = 6.0 \text{ mL/min}$, u_0 - $u_{mf} = 0.16 \text{ m/s}$, $T = 70^{\circ}\text{C}$ e $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}$
Figura 4.6 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0.75$ kg, $Q_{água} = 8.0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0.18$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig

Figura	1 4.8	-	Evo	lução	da	freqi	iência	méc	lia	Ga	ussian	a d	urante	0	pro	cesso	de
υ	mede	cin	nento.	Cond	lições	de	opera	ção:	m_s	=	0,60	kg,	Q _{água}	=	6,0	mL/n	nin,
υ	o-u _{mf}	= 0	,20 m	/s, T =	70°C	e Pat	$_{\rm miz} = 1$	5 psig	g								. 79

- Figura 4.9 Evolução do fator de fluidização durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{água} = 6,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,20 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$ 80

- Figura 4.19 Evolução do sinal do inversor sob a ação de um controlador PI ($K_C = 0,1 \text{ V}/\%$ e $\tau_I = 93,75 \text{ s}$). Condições operacionais: $m_s = 0,90 \text{ kg}$, T = 70°C e $P_{atmiz} = 15 \text{ psig.} ...90$

- Figura 4.22 Evolução do sinal do inversor sob a ação de um controlador PI ($K_C = 0,1 \text{ V}/\%$ e $\tau_I = 93,75 \text{ s}$) empregando a freqüência central média como variável controlada.94
- Figura 4.24 Resposta da variável controlada à perturbação degrau na variável manipulada. Método da Curva de Reação. Condições operacionais: $m_s = 0.90 \text{ kg}$, $u_0-u_{mf} = 0.20 \text{ m/s}$, $T = 70^{\circ}\text{C}$ e $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}$95
- Figura 4.25 Curva de reação para a sintonia do controlador para a bomba peristáltica. Condições operacionais: $m_s = 0.90 \text{ kg}$, $u_0-u_{mf} = 0.20 \text{ m/s}$, $T = 70^{\circ}\text{C}$ e $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}$.

- Figura 4.29 Diagrama de Nyquist para o sistema de controle em malha fechada com controlador PI ($K_C = -0.2 \text{ V}/\%$ e $\tau_I = 200 \text{ s}$)......102
- Figura 4.31 Consumo de suspensão polimérica durante o processo de recobrimento com e sem a implementação do sistema de controle. Condições operacionais do ensaio 1*. 105

- Figura 4.33 Fotografias obtidas em MEV com aumento de 500X, sem e com a aplicação do sistema de controle nos respectivos instantes de finalização dos ensaios 1*......106
- Figura 4.34 Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI durante os primeiros 30 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 1*. 108
- Figura 4.35 Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 30 a 65 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 1*......108
- Figura 4.37 Consumo de suspensão polimérica durante o processo de recobrimento com e sem a implementação do sistema de controle. Condições operacionais do ensaio 2*.
- Figura 4.39 Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 30 a 64 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 2*......111
- Figura 4.41 Consumo de suspensão polimérica durante o processo de recobrimento com e sem a implementação do sistema de controle. Condições operacionais do ensaio 3*. 112
- Figura 4.43 Consumo de suspensão polimérica durante o processo de recobrimento com e sem a implementação do sistema de controle. Condições operacionais do ensaio 4*.

- Figura A.5 Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{água} = 10,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,16 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}\text{C} \text{ e } P_{atmiz} = 15 \text{ psig}......132$
- Figura A.6 Evolução do fator de fluidização durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{água} = 10,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,16 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}\text{C} \text{ e } P_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$ 132
- Figura A.7 Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{água} = 10,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,20 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}\text{C} \text{ e } P_{atmiz} = 15 \text{ psig}......133$
- Figura A.8 Evolução do fator de fluidização durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{água} = 10,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,20 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}\text{C} \text{ e } P_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$ 133

- Figura B.5 Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{susp} = 10,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,20 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}\text{C} \text{ e } P_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$ 138
- Figura B.6 Evolução do fator de fluidização durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{susp} = 10,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,20 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}\text{C} \text{ e } P_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$ 138

Figura B.7 – Evolução	o da freqüência média Gaussiana	durante o processo de recobrimen	ito.
Condições de ope	$eração: m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{susp} = 6,0$	mL/min, $u_0-u_{mf} = 0,20$ m/s, T = 70)°C
$e P_{atmiz} = 15 psig.$	-		139

Figura B.8 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{susp} = 6,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,20 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}\text{C}$ e $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}$
Figura B.9 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{susp} = 6,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,16 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}\text{C}$ e P _{atmiz} = 15 psig
Figura B.10 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{susp} = 6,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,16 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}\text{C}$ e $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}$
Figura C.1 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI durante os primeiros 30 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 3*.
Figura C.2 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 30 a 60 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 3*
Figura C.3 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 60 a 90 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 3*143
Figura C.4 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 90 a 108,4 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 3*143
Figura C.5 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI durante os primeiros 30 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 4*.
Figura C.6 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 30 a 60 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 4*
Figura C.7 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 60 a 90 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 4*
Figura C.8 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 90 a 111,2 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 4*145

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Parâmetros dos controladores P, PI e PID. Ziegler e Nichols
Tabela 2.2 – Parâmetros dos controladores P, PI e PID. Cohen e Coon
Tabela 2.3 – Parâmetros dos controladores P, PI e PID. Critério integral ITAE
Tabela 2.4 – Parâmetros P, PI e PID. Ziegler e Nichols. Continuous Cycling
Tabela 3.1 - Características físicas do material 46
Tabela 3.2 – Condições operacionais do processo de umedecimento
Tabela 3.3 – Organização dos experimentos para o processo de umedecimento60
Tabela 3.4 – Composição química da suspensão de recobrimento (Donida, 2000)64
Tabela 3.5 – Faixas de saída para as variáveis manipuladas pelo sistema de controle71
Tabela 4.1 – Parâmetros do controlador para o inversor. Método de Åström e Hägglund 88
Tabela 4.2 – Parâmetros do controlador para a bomba. Método da Curva de Reação97

NOMENCLATURA

Letras Latinas

A _{leito}	área da seção transversal interna da coluna de fluidização	[m ²]
Aor	área do orifício da placa	[cm ²]
Ar	número de Arquimedes	
A _t	área da tubulação	$[cm^2]$
A _e (f)	amplitude espectral medida experimentalmente	[Pa]
a	amplitude, pico a pico, de oscilação da variável manipulada	[%]
D	diâmetro interno da coluna de fluidização	[m]
d	amplitude de chaveamento da variável controlada	[V]
d _{or}	diâmetro do orifício da placa	[cm]
d _p	diâmetro médio das partículas	[µm]
dt	diâmetro do orifício da tubulação	[cm]
e(k)	erro do controlador (setpoint range – variável controlada)	[%]
e_k	minimização dos resíduos para ajuste de função	
FFT	transformada rápida de Fourier	
f	freqüência	[Hz]
$\mathbf{f}_{\mathbf{m}}$	freqüência central	[Hz]
Finver	freqüência do inversor	[Hz]
F _p	força peso das partículas no leito	[N]
g	aceleração da gravidade	$[m/s^2]$
G(f)	curva de distribuição normal	
G _C (s)	função de transferência do controlador PI	
G _{CLTF} (s	s) função de transferência do sistema em malha fechada	

 $G_P(s)$ função de transferência do processo

$G_P(s)G$	C(s) função de transferência do sistema em malha aberta	
h_L	altura do leito fixo	[m]
L	fator de linearidade do controlador	[1]
L _{mf}	altura do leito na velocidade de mínima fluidização	[m]
K _C	ganho da ação proporcional do controlador	[V/%]
K _P	ganho estático do processo	[%/V]
K _u	ganho crítico	[V/%]
MG	margem de ganho do sistema de controle (processo + controlador)	[dB]
MF	margem de fase do sistema de controle (processo + controlador)	[°]
m	relação entre a área do orifício da placa e a área da tubulação	
m _{s,}	massa de celulose microcristalina no leito	[kg]
N	número de pontos de dados na aquisição do sinal de pressão no leito	
$\mathbf{P}_{\mathbf{k}}$	pressão manométrica do leito	[Pa]
Patm	pressão atmosférica local	[mmHg]
Patmiz	pressão de atomização do ar	[psig]
P _{est}	pressão estática a montante da placa de orifício	[cmH ₂ O]
PM	peso molecular do ar	[kg/mol]
P _{N, k}	pressão do leito normalizada	[Pa]
Pu	período crítico	[s]
PV_{f}	variável controlada do processo	[%]
Qágua	vazão volumétrica de água alimentada ao leito	[mL/min]
Qsusp	vazão volumétrica de suspensão de recobrimento alimentada ao leito	[mL/min]
R	constante universal dos gases	[J/molK]
Re _{mf}	número de Reynols na velocidade de mínima fluidização	

SP	setpoint do controlador	[%]
SP _{range}	setpoint range do controlador	[%]
S	variável complexa no domínio de Laplace	
Т	temperatura do ar na câmara <i>plenum</i>	[°C]
T _{ar}	temperatura do ar na entrada do orifício	[°C]
t	tempo	[s]
u ₀	velocidade superficial do gás	[m/s]
$\mathbf{u}_0^{\mathrm{corrig}}$	velocidade superficial do gás corrigida para temperatura do plenum	[m/s]
u ₀ -u _{mf}	excesso de velocidade do ar em relação a mínima fluidização	[m/s]
u _{mf}	velocidade de mínima fluidização	[m/s]
u _{mb}	velocidade de mínimo borbulhamento	[m/s]
u(k)	saída do controlador	[V]
u _P (k)	saída do controlador referente a ação proporcional	[V]
u _I (k)	saída do controlador referente a ação integral	[V]
u _D (k)	saída do controlador referente a ação derivativa	[V]
X(f)	transformada de Fourier no domínio da freqüência	
x(t)	sinal contínuo no domínio do tempo	
X(k)	transformada de Fourier discreta	
x(n)	sinal discreto no domínio do tempo	
у	variável desvio da variável controlada (setpoint - variável controlada)	[%]
War	vazão mássica de gás	[kg/min]
W _k	freqüências digitais para o cálculo da transformada de Fourier discreta	[Hz]

Letras Gregas

α	coeficiente de descarga	
Δ	variação	
ΔΡ	queda de pressão no leito	[Pa]
ΔP_{po}	queda de pressão na placa de orifício	[cmH ₂ O]
$\epsilon_{\rm f}$	fator de compressibilidade	
$\epsilon_{\rm mf}$	porosidade do leito na velocidade de mínima fluidização	
θ	tempo morto do processo	[s]
μ	viscosidade dinâmica do gás	[kg/m.s]
μ_{x}	média dos 2048 pontos de pressão	[Pa]
ρ	densidade do ar	[kg/m ³]
ρ_{placa}	densidade do ar na placa de orifício	$[kg/m^3]$
ρ_{plenum}	densidade do ar na câmara <i>plenum</i>	[kg/m ³]
$ ho_s$	densidade aparente do sólido	[kg/m ³]
Σ	somatório	
σ	desvio padrão da distribuição espectral	[Hz]
τ	constante de tempo do processo	[s]
$ au_{\mathrm{D}}$	constante de tempo derivativa	[8]
$\tau_{\rm I}$	constante de tempo integral	[8]
φs	esfericidade da partícula	

CAPÍTULO 1

1.1 Introdução

A operação de fluidização tem sido largamente usada em muitos processos industriais, tanto no campo de síntese de substâncias como em operações físicas, tais como: reações de craqueamento catalítico fluído (FCC) no processamento de petróleo para a obtenção de gasolina, na produção de óxido de etileno, anidrido ftálico, na fabricação de acetonitrila pelo processo Sohio considerado uma das aplicações de maior sucesso em reações de síntese envolvendo leitos fluidizados, na produção de clorosilanos em leitos fluidizados agitados, na gaseificação do carvão e coque, na redução de óxido de ferro com hidrogênio gasoso para a substituição do processo por alto-fornos, em processos de adsorção, secagem de sólidos e recobrimento de partículas na indústria farmacêutica.

A fluidização é efetuada pela passagem ascendente de um fluxo de fluido gasoso ou líquido dentro de uma coluna contendo um leito de partículas sólidas. Este fenômeno ocorre quando a força de arraste do fluido sobre as partículas se iguala ao peso das mesmas, tornando a queda de pressão no leito constante e sendo numericamente igual ao peso das partículas dividido pela área de seção transversal do leito. Na fluidização, as partículas sólidas adquirem um estado dinâmico de movimento semelhante a um líquido em ebulição através do contato com um gás ou líquido (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

O surgimento das bolhas na fluidização provoca o movimento das partículas levando a uma intensa mistura dos sólidos no leito, favorecendo assim grandes velocidades de reação em comparação com os reatores de leito fixo; altos coeficientes de transferência de calor e de massa devido à temperatura uniforme em grande parte do leito; e tornando a área da superfície exposta do sólido extremamente larga, contribuindo dessa forma para operações de troca de calor e de massa.

A manutenção do regime de fluidização em condições estáveis é de fundamental importância para a garantia do alto desempenho de processos que envolvem esta operação, pois a diminuição na qualidade da fluidização, em função do aparecimento de canais preferenciais, zonas sem movimentação e aglomeração de partículas, podem conduzir ao fenômeno conhecido por defluidização. Este fenômeno indesejável pode implicar na parada

do processo, em perdas significativas na qualidade dos produtos e até mesmo sérios riscos quanto à segurança da planta devido ao surgimento de gradientes de temperatura elevados.

Na busca da estabilidade do regime de fluidização, diversos pesquisadores têm devotado bastante atenção ao fenômeno de defluidização, empregando métodos para detectar o instante inicial da diminuição da qualidade do movimento de circulação das partículas, a fim de evitar a aglomeração total do leito (van OMMEM et al. 2000; MALLESTONE; ARENA, 2002; SCALA; CHIRONE, 2006; NIJENHUIS et al., 2007; BARTELS et al., 2008). A queda de pressão no interior do leito em regime de fluidização, freqüentemente utilizada em instalações industriais, não é o método mais adequado para determinar alterações no comportamento dinâmico do leito durante a tendência de defluidização, pois este parâmetro somente sofre alteração quando o leito já se encontra em condições muito críticas de defluidização (van OMMEM et al., 2004).

A implementação de estratégias de controle em plantas de processamento químico tem crescido nos últimos anos em função das fortes competições do mercado, do surgimento de legislações ambientais mais rigorosas, da preocupação com a economia de energia e do aumento da demanda de produtos com qualidades severamente especificadas. Diversos pesquisadores têm desenvolvido modelos dinâmicos baseados nas equações fenomenológicas ou em modelos empíricos para controlar processos que envolvem operações de fluidização (PHILLIPS et al., 1988; ARBEL et al., 1996; SIETTOS et al., 1999; SALAU et al., 2008, LIM et al. 2009).

Nas indústrias farmacêuticas, onde são realizadas as operações de recobrimento de pós e tabletes de comprimidos, a demanda por processos automatizados tem crescido bastante nos últimos anos, em função da exigência do consumidor e dos órgãos de vigilância sanitária por medicamentos com certificação de qualidade. Os equipamentos mais utilizados para o recobrimento de partículas nas indústrias farmacêuticas são: drageadeiras e tambores rotativos. Os equipamentos de leito de jorro e leito fluidizado não são muito empregados em função dos seguintes motivos: dificuldades em manter os regimes fluidodinâmicos em condições estáveis; o processamento de grandes quantidades de material exige um aumento considerável no volume de gás e no consumo de energia para o sistema de aquecimento, além de um projeto cuidadoso da geometria do vaso e do distribuidor de gás, a fim de se evitar a formação de zonas mortas no leito e a aglomeração

das partículas, fenômenos estes não desejados durante operações de recobrimento. O emprego de cada um desses equipamentos depende das características de qualidade do filme de recobrimento que se almeja obter.

A estabilidade do regime de fluidização durante a operação de recobrimento é de fundamental importância, pois dependendo do conteúdo de umidade dentro do leito, as forças de adesão entre as partículas provocadas pelo líquido de recobrimento podem tornarse fortes o suficiente para provocar o colapso do leito. Segundo Silva et al. (2004), que realizaram experimentos de recobrimento de celulose microcristalina com suspensão polimérica à base de Eudragit®, o conteúdo de umidade das partículas evidencia o colapso do leito.

A velocidade superficial do gás de fluidização, a vazão de líquido de recobrimento e a pressão de atomização são variáveis de grande influência no processo, que refletirão no conteúdo de umidade dentro do leito, ou melhor, na fluidez do movimento das partículas.

Dentro deste contexto, a proposta desta dissertação de mestrado foi implementar um sistema de controle *on-line* para o processo de recobrimento de celulose microcristalina com suspensão polimérica à base de Eudragit®, a fim de identificar alterações na fluidodinâmica do leito fluidizado antes que o fenômeno de defluidização ocorresse, atuando com ações de controle corretivas pelo aumento da velocidade superficial do gás e pela redução da vazão de líquido de recobrimento, o que possibilitou a obtenção de condições fluidodinâmicas mais estáveis em contrapartida com o processo sem controle.

Para a construção deste sistema de controle, a metodologia de análise espectral Gaussiana desenvolvida por Parise et al. (2008) foi utilizada, pois se mostrou muito eficaz na identificação do momento em que o leito está tendendo a defluidização, através de medidas de sinais de flutuação de pressão no leito.

A proposta deste trabalho apresenta um enfoque bastante inovador, uma vez que da literatura pesquisada não foram encontrados trabalhos que utilizassem sistemas de controle *on-line* para evitar fenômenos de defluidização em processos de recobrimento de partículas.

1.2 Objetivos

A proposta desta dissertação de mestrado objetiva a aplicação da metodologia de análise espectral Gaussiana para o monitoramento e controle *on-line* do fenômeno de defluidização no processo de recobrimento de partículas de celulose microcristalina com suspensão polimérica à base de Eudragit®. O emprego desta metodologia permitirá identificar variáveis que possam ser controladas por um sistema de controle e com isso definir *setpoints* que garantam a manutenção da estabilidade do regime de fluidização durante o processo de recobrimento.

Em síntese, as etapas desenvolvidas neste trabalho são:

• Seleção e caracterização dos materiais sólidos;

Ensaios preliminares para definir as melhores condições operacionais do processo;

• Execução de ensaios experimentais de umedecimento em leito fluidizado;

• Identificação e monitoramento dos instantes iniciais em que o leito tende a defluidização para os ensaios de umedecimento;

• Execução de ensaios experimentais de recobrimento em leito fluidizado;

• Identificação e monitoramento dos instantes iniciais em que o leito tende a defluidização para os ensaios de recobrimento;

• Realização de ensaios em malha aberta para a sintonia dos controladores;

• Implementação do sistema de controle *on-line* utilizando-se algoritmo PID avançado para o processo de recobrimento a fim de evitar a defluidização do leito, utilizando-se a vazão de ar de fluidização e a vazão de suspensão de recobrimento como variáveis manipuladas, e a freqüência media Gaussiana como variável controlada.

CAPÍTULO 2

REVISÃO DA LITERATURA

Neste capítulo serão abordados os fundamentos da operação de fluidização gássólido, as principais características deste tipo de contado sólido-fluido, os diferentes regimes de fluidização, a natureza das partículas que podem ser utilizadas e os principais parâmetros físicos governantes desta operação como a velocidade de mínima fluidização. Também serão abordados aspectos conceituais envolvendo a operação de recobrimento de partículas, bem como alguns trabalhos existentes sobre a aplicação de medidas de sinais de flutuação de pressão para identificar o fenômeno de defluidização em leitos fluidizados gássólido. Os principais métodos de sintonia de controladores PID são apresentados e alguns trabalhos sobre aplicação de controle de processo em leitos fluidizados são referenciados.

2.1 Fluidização

2.1.1 Fluidização: Aspectos conceituais

Leitos fluidizados gás-sólido caracterizam-se por apresentarem uma distribuição de temperatura uniforme e elevadas taxas de transferência de calor e de massa, em função da grande mistura do material sólido que é provocada pelo movimento das bolhas de gás. O fenômeno de fluidização é verificado quando da passagem ascendente de um fluxo gasoso por um leito de partículas sólidas suportadas por um distribuidor (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).

Considerando o escoamento de um gás entre os espaços vazios de um leito de partículas sólidas, a variação no sentido crescente de velocidade superficial do gás produz diversas configurações de movimento das partículas ou regimes de fluidização. A Figura 2.1 exibe os regimes de contato existentes em sistemas sólido-fluido dentro de colunas, em função do aumento da velocidade superficial do agente que proporciona o movimento.

O regime de contato do tipo leito fixo mostrado na coluna (1) é observado quando a velocidade do gás é suficientemente baixa de modo que as partículas não se movimentam. Com o aumento contínuo da velocidade do gás, começam a ocorrer vibrações em regiões restritas e, a partir deste ponto qualquer aumento adicional na velocidade induz ao aparecimento de bolhas e ao movimento característico da fluidização, pela circulação desordenada das partículas no leito. O momento do aparecimento da primeira bolha de gás na superfície do leito define a velocidade de mínima fluidização (umf), onde ocorre o equilíbrio da força de arraste do fluido sobre a partícula e o peso das mesmas, e a queda de pressão no leito passa a ser constante (coluna 2 da Figura 2.1). Em sistemas sólido-líquido, um aumento da velocidade acima da velocidade de mínima fluidização produz um borbulhamento mais homogêneo com bolhas pequenas, caracterizando uma fluidização do tipo particulada ou homogênea (coluna 3 da Figura 2.1). Em sistemas gás-sólido operando com velocidades além da mínima fluidização, grandes instabilidades podem ser observadas como um borbulhamento mais intenso, onde as bolhas são de diferentes tamanhos, e há o aparecimento de canais. Este tipo de movimento do leito é conhecido por fluidização heterogênea ou agregativa (coluna 4 da Figura 2.1). O regime de fluidização do tipo slugging é observado em elevadas velocidades do gás e depende da geometria da coluna ou do vaso de processo utilizado, como pode ser verificado na Figura 2.1 pela coluna 5. Neste último caso, ocorre um carregamento das partículas pela formação de bolhas grandes que chegam a ocupar quase todo o diâmetro do leito. Em uma velocidade de gás suficientemente alta, a superfície do leito desaparece, ocorre um aumento significativo da porosidade e as partículas são arrastadas, uma vez que a velocidade excedeu a velocidade terminal das mesmas, caracterizando um transporte em fase diluída ou transporte pneumático (KUNII e LEVENSPIEL, 1991).



Figura 2. 1 - Regimes de contato sólido-fluido. FONTE: KUNII e LEVENSPIEL, 1991.

A Figura 2.2 mostra a evolução de como as partículas são carregadas de baixo para cima intensificando assim a mistura na operação de fluidização em sistema gás-sólido. Segundo Kunii e Lenvenpiel (1991), a forma côncava da parte mais baixa da bolha que contradiz a proposta do modelo de Davidson, onde as bolhas seriam esféricas, se deve ao fato de que a pressão nesta parte mais baixa é menor do que na fase emulsão.



Figura 2.2 - Representação do arrastamento de sólidos provocado pelo surgimento de uma bolha em fluidização gás-sólido. FONTE: Adaptado de KUNII e LEVENSPIEL, 1991.

2.1.2 Classificação de materiais particulados em função do seu comportamento de fluidização

Geldart (1986) descreveu de forma qualitativa e quantitativa o comportamento de materiais frente a um processo de fluidização, ou seja, se com uma dada velocidade de gás o sistema fluidizaria de uma maneira homogênea ou heterogênea. A descrição qualitativa distingui o comportamento da fluidização entre vários tipos de materiais e é mostrado através da Figura 2.3. O gráfico mostra que dependendo da densidade do sólido (ρ_s), do gás (ρ) e do diâmetro médio das partículas (d_p), a temperatura ambiente, que existem regiões distintas onde esses materiais se enquadram e manifestam comportamentos diferentes na dinâmica do movimento.

Os materiais pertencentes ao grupo C de partículas de Geldart são materiais com características físicas coesivas, ou seja, as forças interpartículas são maiores do que o fluido pode exercer sobre a partícula, isto acontece porque o tamanho das partículas é muito

pequeno e as forças eletrostáticas são grandes. Na dinâmica da fluidização coesiva não há o aparecimento de bolhas e sim de canais e rachaduras no leito, guiando a uma baixa intensidade de mistura. Exemplos desses tipos de materiais são: farinha, cimento, bicarbonato de sódio, etc (GELDART, 1986).

Os materiais enquadrados no grupo A expandem-se consideravelmente entre velocidades acima da velocidade de mínima fluidização (u_{mf}) e a velocidade de mínimo borbulhamento (u_{mb}) . São materiais com diâmetro médio pequeno e/ou densidade baixa (menor que 1,4 g/cm³). A dinâmica do movimento de fluidização com aeração é caracterizada pela presença de pequenas bolhas de gás, que produz rápida mistura, assemelhando-se a um líquido em ebulição. Catalisadores usados em reações de craqueamento catalítico fluido são exemplos que se enquadram dentro deste grupo (GELDART, 1986).

As partículas do grupo B de Geldart têm diâmetro médio (d_p) e densidade aparente (ρ_p) nas seguintes faixas:

60 μm < d_p < 500 μm para ρ_p = 4 g/cm³ 250 μm < d_p < 100 μm para ρ_p = 1 g/cm³

O movimento de fluidização é caracterizado pelo aparecimento de bolhas no inicio da velocidade de mínima fluidização e essas bolhas aumentam com a altura do leito e com o excesso de velocidade de gás ($u_0 - u_{mf}$). A expansão do leito é moderada e o tamanho das bolhas é bastante variado. A areia é o típico particulado desse grupo (GELDART, 1986).

Quando as densidades aparentes e diâmetros médios são grandes a classificação é do tipo D de Geldart. Sólidos grosseiros como pedras calcárias e grãos de café são exemplos encontrados. A fluidização é bastante difícil uma vez que a expansão e a mistura do leito são pequenas. Os materiais do grupo D são ditos jorráveis em função do tipo particular de movimento de circulação das partículas que apresentam, onde um fluxo anular central no leito é obtido fazendo que as partículas retornem ao fluxo anular continuamente (GELDART, 1986).



Figura 2.3 – Diagrama de Geldart simplificado para classificação de materiais de acordo com o seu comportamento de fluidização. FONTE: GELDART, 1986.

2.1.3 Parâmetros fluidodinâmicos: queda de pressão e velocidade de mínima fluidização

Os parâmetros físicos governantes na operação de fluidização surgem do balanço de forças no início do processo, em que ocorre um equilíbrio entre a força de arraste provocada pelo gás ascendente e o peso das partículas. A partir deste balanço obtém-se a Equação 2.1 para o cálculo da queda de pressão no leito (ΔP), parâmetro este de grande importância para o projeto e operação de sistemas envolvendo leitos fluidizados.

$$\frac{\Delta P}{L_{mf}} = (1 - \varepsilon_{mf})(\rho_s - \rho)g$$
(2.1)

A expressão acima relaciona a queda de pressão no leito com as densidades do sólido (ρ_s) e do gás (ρ), com a altura (L_{mf}) e a porosidade do leito (ϵ_{mf}) na mínima fluidização.

A Figura 2.4 mostra a evolução da queda de pressão no leito em função da velocidade superficial do gás, conhecida como curva fluidodinâmica. Segundo Kunii e Levenspiel (1991) a análise desta curva é útil para uma indicação grosseira da qualidade da

fluidização, especialmente quando não se é possível realizar observações visuais, como no caso de plantas industriais. Pode ser observado da Figura 2.4 o regime de leito fixo, onde a queda de pressão aumenta linearmente com a velocidade superficial do ar; o regime de fluidização estabelecido onde a queda de pressão permanece constante; e o transporte em fase diluída em que a queda de pressão decresce bruscamente.



Figura 2.4 – Curva fluidodinâmica: queda de pressão no leito (ΔP) versus velocidade superficial do ar (u₀). FONTE: KUNII e LEVENSPIEL, 1991.

A qualidade da fluidização pode ser medida também através do índice de fluidização, que relaciona a queda de pressão dividida pelo peso das partículas pela área de seção transversal do leito. As Figuras 2.5 (a) e (b) exibem a evolução do índice de fluidização e nota-se o regime de fluidização do tipo *slugging* e leito parcialmente fluidizado, respectivamente.



Figura 2.5 – Índices de fluidização em função da velocidade superficial do gás. FONTE: KUNII; LEVENSPIEL, 1991.

A velocidade de mínima fluidização pode ser verificada graficamente através da intersecção das linhas extrapoladas de queda de pressão no leito fixo e da máxima queda de pressão teórica em regime de leito fluidizado pela redução da velocidade superficial do ar, como está mostrado nas Figuras 2.4 e 2.6.



Figura 2.6 – Estimação da velocidade de mínima fluidização pela redução da velocidade superficial do gás.

Muitas correlações têm sido reportadas na literatura para predizer a velocidade de mínima fluidização. Entre as equações mais conhecidas e empregadas em muitas aplicações estão a equação de Ergun e de Wen e Yu.

Ergun:
$$\frac{\Delta P}{L_{mf}} = 150 \frac{(1-\varepsilon_{mf})^2}{(1-\varepsilon_{mf}^3)} \frac{\mu u_{mf}}{(\varphi_s d_p)^2} + 1.75 \frac{(1-\varepsilon_{mf})}{\varepsilon_{mf}^3} \frac{\rho u_{mf}^2}{\varphi_s d_p}$$
(2.2)

Ou através da forma mais compacta, acoplando a Equação (2.1) e Equação (2.2):

$$Ar = 150 \frac{(1-\varepsilon_{\rm mf})}{\varphi_{\rm s}^2 \varepsilon_{\rm mf}^3} Re_{\rm mf} + \frac{1.75(1-\varepsilon_{\rm mf})}{\varphi_{\rm s} \varepsilon_{\rm mf}^3} Re_{\rm mf}^2$$
(2.3)

Onde, Ar é o número de Arquimedes, Re_{mf} é o número de Reynolds na mínima fluidização, ϕ_s é a esfericidade da partícula e μ é a viscosidade do gás. Os dois grupos adimensionais são dados pelas seguintes expressões:

$$Ar = \frac{d_p^3 \rho(\rho_s - \rho)g}{\mu^2}$$
(2.4)

11

$$\operatorname{Re}_{\mathrm{mf}} = \frac{\rho d_{\mathrm{p}} u_{\mathrm{mf}}}{\mu}$$
(2.5)

Wen e Yu:
$$\operatorname{Re}_{mf} = [33,7^2 + 0.0408 \operatorname{Ar}]^{0.5} - 33,7$$
 (2.6)

No entanto, as correlações mostradas acima são válidas para a temperatura do gás em condições ambientes. Em geral, a velocidade de mínima fluidização diminui com o aumento da temperatura. Subramani et al. (2007) verificou que a velocidade mínima fluidização é afetada pelo aumento da temperatura para vários diâmetros médios de partículas de ilmenita (FeTiO₃) e areia, como está mostrado na Figura 2.7.



Figura 2.7 – Variação da velocidade de mínima fluidização em função da temperatura. Os diâmetros médios estão em μm. (a) ilmenita. (b) areia. FONTE: SUBRAMANI et al., 2007.
2.2 Recobrimento de partículas em leitos fluidizados

Nas últimas décadas, muitos produtos têm sido recobertos em diferentes configurações de máquinas e sistemas, objetivando atender aplicações diferenciadas. Estes produtos são: comprimidos e drágeas de açúcar na indústria farmacêutica, alimentos, catalisadores químicos, sementes, plásticos, etc. As Figuras 2.8 a 2.11 mostram os materiais utilizados, que passaram por processos de recobrimento. O recobrimento consiste basicamente no envolvimento ou cobertura de partículas com uma substância.



Figura 2.8 – Comprimidos e drágeas de açúcares recobertos para aplicações farmacêuticas. FONTE: <u>http://www.loedige.de/Coaten%20Applications.html</u>



Figura 2.9 – Recobrimento de material para indústria de gêneros alimentícios. FONTE: <u>http://www.loedige.de/Coaten%20Applications.html</u>



Figura 2.10 – Recobrimento de sementes para a indústria de gêneros agrícolas. FONTE: <u>http://www.loedige.de/Coaten%20Applications.html</u>



Figura 2.11 – Recobrimento de catalisadores para a indústria química. FONTE: <u>http://www.loedige.de/Coaten%20Applications.html</u>

Segundo Freire e Oliveira (1992) a utilização de um processo de recobrimento pode ser originada para fins de proteção do produto contra o ataque de microorganismos, umidade, calor, luminosidade, pela busca de questões estéticas, para dar resistência mecânica as partículas, estimular a dissolução controlada de substâncias e facilitar a manipulação evitando assim contaminação.

Existem diversas configurações de equipamentos que podem ser utilizadas para o recobrimento de partículas. Os equipamentos empregados para promover a agitação das partículas e assim distribuir uniformemente a película de recobrimento são: panelas

giratórias, misturadores, leitos de jorro e leitos fluidizados. Nestes processos, a solução ou suspensão de recobrimento é atomizada sobre as partículas e ar quente é utilizado para a secagem, permanecendo o processo por um determinado tempo de residência para que ocorra a mistura das partículas e a dispersão do líquido sobre as mesmas.

Recobrimento de partículas em leitos fluidizados tem sido bastante estudado e aplicado nas indústrias, uma vez que este equipamento permite o manuseio de uma larga variedade de tamanhos e formas de partículas e recobrimentos altamente uniformes em comparação com o uso de panelas ou misturadores. A vantagem deste leito fluidodinamicamente ativo concentra-se no grande aproveitamento da capacidade de mistura entre as fases envolvidas (sólida, liquida e gás) e dos altos coeficientes de transferência de calor que surgem em função do movimento caótico das partículas.

2.2.1 Tipos de recobrimento

Os tipos de recobrimentos existentes são organizados dentro de três categorias:

- Recobrimento com suspensões aquosas à base de açúcar;
- Recobrimento por película;
- Recobrimento pela cristalização de materiais fundidos.

2.2.2 Aglomeração em processo de recobrimento

O processo de aglomeração de partículas juntamente com o de recobrimento em leito fluidizado são largamente aplicados na indústria para a produção de detergentes e fertilizantes, no processamento de alimentos, no campo nuclear e especialmente na indústria farmacêutica. A aglomeração resulta da aderência das partículas pela formação de pontes líquidas ou sólidas entre elas, conduzindo a partículas mais largas no mínimo duas vezes tão grandes quanto às partículas originais, chamados de aglomerados (SALEH et al., 2003).

O sucesso da operação de aglomeração em leito fluidizado depende do conhecimento de mecanismos controlados de crescimento e de aglomeração de partículas, uma vez que o fenômeno de aglomeração pode tornar-se indesejável, resultando em uma

queda acentuada na eficiência do processo e diminuindo a qualidade do grânulo recoberto em função das mudanças significativas provocadas da fluidodinâmica do leito que podem levá-lo ao colapso.

A defluidização do leito durante o processo de recobrimento, provocada pela aglomeração das partículas, onde há uma significativa diminuição da qualidade do movimento de mistura e circulação de partículas, implica na redução de coeficientes de transferência de calor e de massa, e pode ocorrer em questão de minutos e resultar na parada do processo. Segundo Maronga (1998), esse fenômeno depende das condições dentro do leito, pois as partículas úmidas podem colidir e formar pontes líquidas, e se a umidade for excessiva, muitas partículas podem juntar-se e guiar assim a defluidização do leito, fenômeno este conhecido na literatura como *wet quenching*.

A aglomeração de partículas em leitos fluidizados depende também de fatores relacionados com o projeto do equipamento, com as condições operacionais e com o produto e a formulação do agente de recobrimento. Aulton e Banks (1991) em um trabalho de revisão sobre aglomeração em leitos móveis para o processamento de comprimidos e cápsulas separou as várias origens deste evento que pode torná-se indesejável. No projeto do equipamento de leito fluidizado para o uso em processos de recobrimento deve ser observada a configuração da placa distribuidora de ar, a geometria do leito e a altura e localização do bico atomizador. Quanto às condições operacionais devem ser estudadas: a carga do leito, a velocidade do ar de fluidização, a temperatura do ar, a umidade, o ângulo de atomização, o regime do *spray*, tamanho e tipo de bico atomizador, taxa de ar de atomização, pressão de ar de atomização, tamanho da gota e taxa de líquido de recobrimento. E finalmente os aspectos que são relevantes da natureza do produto e agente de recobrimento, que são: as propriedades físicas dos produtos, o molhamento, o material formador do filme bem como sua concentração, temperatura e viscosidade da solução ou suspensão e o solvente utilizado.

2.3 Identificação do fenômeno de defluidização em leitos fluidizados

Diversos métodos têm sido desenvolvidos para a quantificação de regimes de fluidização em função da necessidade de se avaliar a qualidade do movimento de circulação de partículas, a qual é a ferramenta chave para a garantia do alto desempenho do processo.

Segundo Johnsson et al. (2000), os métodos que têm sido propostos para a caracterização de regimes de fluidização são: observações visuais, estudos de perfil de concentração axial de sólidos e interpretação de medidas de sinais de flutuação de pressão no leito. As observações visuais têm um cunho bastante importante, no entanto, elas têm uma natureza muito subjetiva. O desenvolvimento de poderosas câmeras para visualizar o comportamento do leito em frações de segundos tem contribuído com as pesquisas nessa área.

Os regimes de fluidização podem ser descritos quantitativamente pela análise das séries de tempo dos sinais de flutuação de pressão e essa descrição depende do método de medida apropriado e do método de análise dos sinais medidos. Os sinais de pressão podem ser processados no domínio do tempo (variância ou desvio padrão), no domínio da freqüência ou no estado-espaço usando análise das séries de tempo não-linear (JOHNSSON et al., 2000).

Os sinais de pressão medidos no leito carregam informações dos diferentes fenômenos que acontecem durante a fluidização, como a turbulência, a passagem e a erupção de bolhas (SCHOUTEN e van den BLEEK, 1998). As medidas são bastante fáceis de serem realizadas, necessitando apenas de transdutores instalados em locais apropriados, em geral na câmara *plenum*, pois este local dá uma dimensão global do movimento das bolhas e das partículas durante a fluidização. Diversos autores corroboram com a localização do tradutor de pressão na câmara *plenum*, pois poderia ser possível obter sinais de pressão semelhantes aos obtidos acima da placa distribuidora, em função da criação de ondas de pressão durante a fluidização que se propagam para pontos distantes da placa (ROY et al., 1990; BI et al., 1995).

A análise das séries de tempo dos sinais de flutuação de pressão empregando a Transformada de Fourier, em que é avaliado o conteúdo de freqüência de espectros, é conhecida por análise espectral. Este tipo de análise consegue detectar as transições de regime de fluidização de forma bastante evidente através de mudanças na amplitude e na largura dos conteúdos de freqüência dos espectros.

Leckner et al. (2002) empregaram análise espectral para identificar diferentes regimes de fluidização em leitos fluidizados circulantes rápidos (CFB) para partículas de ferro e areia. Os espectros mostrados na Figura 2.12 (a), (b) e (c) exibem as transições de

diferentes regimes de fluidização. A Figura 2.12 (a) é o regime de fluidização borbulhante múltiplo, em que se pode ver que a faixa de freqüência do espectro é larga e a queda de pressão do distribuidor de gás (dp_{dist}) é alta, em função da intensa movimentação do sistema neste regime. A Figura 2.12 (b) caracteriza um regime de fluidização intermediário entre o borbulhamento múltiplo e o borbulhamento simples. A Figura 2.12 (c) é o regime de bolhas simples, no qual se nota o estreitamento do espectro e a redução da queda de pressão no distribuidor, devido a dinâmica de movimento menos intensa.



Figura 2.12 – Análise espectral no leito corresponde a transições de regime de fluidização borbulhante múltipla para o regime de bolhas simples em um CFB. Material: Sílica. FONTE: LECKNER et al., 2002.

Felipe e Rocha (2004) também empregaram a metodologia de análise espectral com Transformada de Fourier para a identificação de diferentes regimes de fluidização para partículas de areia, catalisador FCC e celulose microcristalina e observaram grandes alterações no conteúdo de freqüência dos espectros em função do aumento da velocidade superficial do gás.

Medidas de sinais de flutuação de pressão também têm sido utilizadas para a identificação do momento de defluidização e aglomeração das partículas em diversas aplicações. Dentre os fatores que mais contribuem para a aglomeração das partículas em um leito fluidizado são: temperaturas de processamento elevadas, a introdução de líquidos no leito e o excesso de conteúdo de umidade.

Um modelo matemático para a predição do tempo de defluidização de partículas poliméricas de polietileno e polipropileno foi desenvolvido por Mastellone e Arena (2002) para um processo de pirólise em um reator contínuo de leito fluidizado. Os autores

encontraram um bom acordo para os tempos de defluidização experimentais e os simulados pelo modelo, em função de diversas condições de operação, tais como: vazão de sólidos alimentada, temperatura do reator, granulometria das partículas e massa de areia no leito. Para as condições de 450°C de temperatura, 0,22 m/s de velocidade superficial do gás e 350 µm de diâmetro da areia, eles observaram que o tempo de defluidização é acelerado pelo aumento da vazão mássica de polietileno e polipropileno.

Briens et al. (2003) empregaram um método de análise baseado em estatística W dos sinais de pressão em uma planta piloto de processamento de coque onde problemas com o fenômeno de defluidização freqüentemente ocorriam devido às temperaturas elevadas no reator e no queimador de leito fluidizado. Através do cálculo de índices de *bogging*, que representa um indicador do grau de atolamento das partículas de coque retiradas do reator, os autores puderam identificar rápidas mudanças na qualidade do movimento de fluidização, comparando também com outros métodos como análise espectral e análise estatística V.

A introdução de líquidos em processos de fluidização gás-sólido pode aumentar a coesividade e diminuir a fluidez do leito, resultando em aglomeração de partículas. McDougall et al. (2005a,b) mostraram que a injeção de solventes como a água, 1-butanol e 1-propanol, por exemplo, contribuíam para a defluidização do leito de partículas de coque e esferas de vidro, avaliando índices de queda de esfera para a determinação da viscosidade do leito, índices de deaeração e aglomeração. Neste trabalho utilizaram-se medidas de sinais de pressão e análise estatística W.

Cho et al. (2006) investigaram o fenômeno de defluidização em processos de combustão de óxidos de ferro, níquel e manganês em um reator de leito fluidizado a temperatura de 950°C e observaram que aglomeração para o óxido de ferro sinterizado a 1300°C ocorre somente com longos tempos de reação, para o óxido de níquel sinterizado a 1300 e 1400°C não houve aglomeração, no entanto, óxido de níquel sinterizado a 1600°C aglomera muito rapidamente. Quanto ao óxido de manganês sinterizado a temperatura de 1150°C, os autores não verificaram defluidização durante o tempo de reação.

Scala e Chirone (2006) investigaram a combustão de um resíduo de biomassa em um reator de leito fluidizado em escala de bancada, que apresentava sérios problemas de aglomeração em decorrência dos altos conteúdos de potássio presentes, através de medidas de pressão, de temperatura e variância de ambas as variáveis durante o tempo de processo. Os autores observaram defluidização do leito por mudanças na variância da pressão e da temperatura a partir de 80 min, obtendo o leito totalmente aglomerado com 174 min de processo, como pode ser verificado na Figura 2.13.



Figura 2.13 – (a) Temperatura e variância. (b) Pressão e variância. Condições operacionais (T = 900°C, $u_0 = 0.45$ m/s, $d_p = 212 - 400 \mu$ m). FONTE: SCALA e CHIRONE, 2006.

Moris el al. (2006) também empregaram a metodologia de análise espectral e observaram mudanças significativas no regime de fluidização em um processo de recobrimento de celulose microcristalina pela injeção no leito de uma suspensão polimérica contendo como componente base o Eudragit®. Os autores variaram a vazão de suspensão e a pressão de atomização do ar e verificaram alterações nos conteúdos de freqüência dos espectros, partindo de condições iniciais de leito fluidizado borbulhante múltiplo até o colapso do leito em função do excesso de umidade.

Sistemas de rápido reconhecimento de aglomeração (EARS) baseados na teoria do caos e análise estatística S também têm sido aplicados para o monitoramento da qualidade da fluidização. Nijenhuis et al. (2007) estudaram a gaseificação e combustão de biomassas em um reator de leito fluidizado operando em diversas temperaturas e empregaram o método EARS para detectar o início desse comportamento indesejável, que é a defluidização. Os autores avaliaram o parâmetro estatístico S com o tempo de processo e compararam com a queda de pressão e a variação de temperatura sobre o leito. Este método permitiu detectar mudanças na distribuição de tamanho das partículas no leito,

caracterizando o fenômeno de defluidização. A Figura 2.14 mostra que quando o valor do parâmetro estatístico S excede o valor 3 em torno de 165 min o início da defluidização pode ser observada.



Figura 2.14 – Evolução da distância entre dois atratores (S), queda de pressão e variação de temperatura com o tempo de processo em EARS. FONTE: NIJENHUIS et al., 2007.

Segundo Parise et al. (2008) a análise de espectros de potência buscando freqüências dominantes oferece desvantagens para o desenvolvimento de um sistema de controle, pois as amplitudes espectrais mudam constantemente e nem sempre exibem freqüências dominantes. Dentro deste contexto, Parise et al. (2008) desenvolveram uma metodologia baseada em análise espectral por Transformada de Fourier e ajustaram a distribuição espectral de pressão a uma função exponencial semelhante à função de distribuição normal Gaussiana, possibilitando a extração de parâmetros estatísticos como a freqüência média Gaussiana e o desvio padrão da distribuição espectral, que permitiram a identificação da região de defluidização para diferentes alturas de leito e faixas granulométricas de areia e celulose microcristalina estudadas. A freqüência central, o desvio padrão da distribuição e a queda de pressão no leito foram monitorados aumentando e reduzindo a velocidade superficial do ar.

Os autores verificaram alterações significativas no perfil da freqüência média Gaussiana quando da passagem de regime de leito fixo para leito fluidizado e vice-versa. Em geral, quedas expressivas na freqüência média foram observadas na transição de leito fixo para leito fluidizado, caracterizando a região de mínima fluidização, que por comparação com a análise da curva fluidodinâmica mostrou-se bastante concordante. O desvio padrão da distribuição modificou-se ligeiramente na região de defluidização. Estes resultados podem ser visualizados na Figura 2.15.

Os experimentos realizados por Parise et al. (2008) mostraram que a freqüência média Gaussiana é um parâmetro que reflete a qualidade do regime de fluidização e tem grande potencial para ser empregada como variável controlada em um projeto de sistema de controle em tempo real de leitos fluidizados gás-sólido.



Figura 2.15 – Transformada de Fourier com distribuição Gaussiana de partículas de areia $(d_p = 325 \ \mu m)$. (a) altura do leito: 0,15 m (b) altura do leito: 0,20 m. FONTE: PARISE, 2007.

2.4 Análise de Fourier no processamento de sinais

2.4.1 Transformada de Fourier

O matemático e físico francês Jean Baptiste Joseph Fourier (1768-1830) é honrado por suas descobertas e percepções práticas na área de propagação de calor, onde apresentou um artigo em 1807 para a Academia de Ciências Francesa sobre o uso de funções senoidais para representar distribuições de temperatura, intitulado *Memoir on the Propagation of Heat in Solid Bodies*. Neste trabalho, Fourier defendia a tese de que qualquer sinal contínuo periódico poderia ser decomposto em ondas senoidais. No entanto, suas idéias foram rejeitadas por alguns pesquisadores em especial o próprio revisor do trabalho Joseph Louis Lagrange (1736-1813), que na época desfrutava de grande prestígio. Somente em 1822 Fourier conseguir firmar as bases de sua teoria através do trabalho *The Analytic Theory of Heat*.

A análise de Fourier representa um conjunto de técnicas matemáticas que são baseadas na decomposição de sinais em senoidais (funções senos e cossenos). O objetivo da decomposição é tornar mais fácil de interpretar e estudar um sinal, do que lidar com o sinal original que é, dependendo da natureza, mais complicado. Senos e cossenos apresentam o que se chama de fidelidade senoidal, ou seja, o sinal senoidal na entrada de um sistema é o mesmo na saída, a amplitude e a fase de um sinal podem mudar, mas a sua freqüência e a forma da onda não mudam e, é por esta razão, que os sinais não são decompostos em ondas quadráticas ou triangulares (SMITH, 1999).

Os métodos de análise de Fourier têm muito empregados no campo da engenharia elétrica, especialmente em função do desenvolvimento de circuitos integrados e do avanço no desempenho e uso de computadores pessoais, para converter sinais no domínio do tempo para o da freqüência. No domínio da freqüência, espectros de amplitude e de fase mostram informações importantes dos sinais, que não são visíveis no domínio do tempo (JOAQUIM e SARTORI, 2003).

A análise de Fourier pode ser desmembrada dentro de quatro categorias em função das características do sinal estudado, os quais podem ser contínuos ou discretos, periódicos ou não periódicos (SMITH, 1999).

- Sinais contínuos e não periódicos: estes incluem, por exemplo, decaimentos exponenciais e a curva de distribuição normal Gaussiana, estendendo-se do infinito negativo ao infinito positivo, mas sem repetição periódica. A Transformada de Fourier deste tipo de sinal é simplesmente chamada de Transformada de Fourier.

- Sinais contínuos e periódicos: nesta categoria se enquadram ondas senoidais, ondas quadradas e qualquer forma de onda (*waveform*) que se repete de uma forma regular do infinito negativo ao infinito positivo. Esta versão da Transformada de Fourier destes sinais é chamada de Série de Fourier.

- Sinais discretos e não periódicos: estes sinais são somente descritos por pontos discretos do infinito negativo ao infinito positivo e não se repetem de uma maneira periódica. A Transformada de Fourier é chamada de Transformada de Fourier para Tempos Discretos.

- **Sinais discretos e periódicos:** neste os sinais pontuais se repetem em um estilo periódico do infinito negativo ao infinito positivo. Esta classe de sinais é às vezes chamada de Séries de Fourier Discreta, mas é freqüentemente conhecida por Transformada de Fourier Discreta.

A Figura 2.16 mostra as combinações das diferentes características de um sinal e suas respectivas Transformadas de Fourier.



Figura 2.16 – Ilustração das quatro transformadas de Fourier de acordo com as características do sinal. FONTE: SMITH, 1999.

A Transformada de Fourier é extremamente importante e muito utilizada no processamento de sinais digitais contínuos e discretos no tempo, pois ela oferece uma maneira diferente de interpretar sinais e sistemas (HAYES, 1999).

A Transformada de Fourier é uma ferramenta matemática que permite a representação de um sinal não periódico contínuo ou discreto no domínio da freqüência. O par Transformada e Inversa de Fourier são definidos pelas seguintes equações:

Transformada de Fourier:
$$X(f) = \int_{-\infty}^{\infty} x(t) e^{-j 2\pi f t} dt$$
 (2.7)

Transformada Inversa de Fourier:
$$x(t) = \int_{-\infty}^{\infty} X(f) e^{j 2\pi f t} df$$
 (2.8)

onde, X(f) é denominada transformada de Fourier de x(t). Para que um sinal, x(t), possa ter Transformada de Fourier, ele dever satisfazer as condições de existência, também conhecidas por condições de Dirichlet:

- a) A função deve conter um número finito de máximos e mínimos no intervalo $-\infty < t < \infty$.
- b) Se x(t) apresenta descontinuidades, estas deverão ser finitas no intervalo $-\infty < t < \infty$.
- c) A função deve ser integrável, ou seja,

$$\int_{-\infty}^{\infty} |\mathbf{x}(t)| dt < \infty$$
(2.9)

Esta última condição é suficiente, mas não necessária, pois existem funções que não são absolutamente integráveis e mesmo assim apresentam Transformada de Fourier.

2.4.2 Transformada de Fourier Discreta

Os métodos de Transformada de Fourier Discreta são aplicados em processamento digital de sinais, pois eles difundem a conceituação do tempo contínuo para tempo discreto, os quais representam a realidade fenômenos dos físicos, conduzindo a muitos algoritmos

eficientes que podem ser implementados em computadores ou em processadores digitais (JOAQUIM e SARTORI, 2003).

O cálculo da Transformada de Fourier Discreta (Discrete Fourier Transform) considera o sinal amostrado tanto no domínio do tempo como no da freqüência. Admitindose um sinal discreto no tempo x(n), com duração finita igual a N pontos de dados, o par DFT é definido como:

DFT:
$$X(k) = \sum_{n=0}^{N-1} x(n) e^{-\frac{j 2\pi k n}{N}}$$
, $k = 0, 1, ..., N-1$ (2.10)

DFT Inversa:
$$x(n) = \frac{1}{N} \sum_{k=0}^{N-1} X(k) e^{\frac{j 2\pi k n}{N}} k = 0, 1, ..., N-1$$
 (2.11)

A Transformada de Fourier Discreta é obtida em pontos $w = w_k$, que são igualmente espaçados no círculo de raio unitário no plano $z = e^{j w}$, como está mostrado na Figura 2.17. Assim, o espectro X(k) é determinado nas freqüências digitais:

$$w_k = 2\pi k/N$$
 $k = 0, 1, ..., N-1$ (2.12)



Figura 2.17 - Plano z para a Transformada de Fourier Discreta.

2.4.3 Transformada Rápida de Fourier (FFT)

A Transformada de Fourier Discreta envolve muitas somas e multiplicações de exponenciais complexas, exigindo manipulações de cálculo de maneira eficiente, para o uso nas aplicações de Processamento Digital de Sinais.

O número de cálculos computacionais requeridos na realização da DFT foi drasticamente reduzido por um algoritmo desenvolvido por J. W. Cooley e J. W. Tukey em 1965. Este algoritmo, conhecido como Transformada Rápida de Fourier (FFT), reduz o número de manipulações matemáticas da ordem de N² operações requeridas para a DFT, e para a FFT o número de operaões é N log N (LATHI, 1998).

Segundo Madisetti e Williams (1999), a Transformada Rápida de Fourier tem sido uma ferramenta chave no difundido uso de processamento de sinais digitais em uma variedade de aplicações tais como telecomunicações, eletrônica médica, processamentos sísmicos, radares ou rádios, astronomia, etc.

A FFT opera pela decomposição de um sinal com N pontos de dados no domínio do tempo para N sinais no domínio do tempo cada um composto de um simples ponto. Em cada estágio há uma decomposição intercalada, separando amostras numeradas em pares e ímpares, como pode ser visto na Figura 2.18. O segundo passo é calcular as N freqüências espectrais correspondentes aos N tempos no domínio do sinal. Finalmente, as N freqüências espectrais são sintetizadas dentro de um simples espectro de freqüência (SMITH, 1999).

Existem $\log_2 N$ estágios de decomposição requeridos no algoritmo FFT. Para os 16 pontos no sinal da Figura 2.18, quatro estágios são realizados ($\log_2 N = \log_2 2^4$). Quanto maior é o numero de pontos utilizados maior é tempo de processamento do sinal pelo computador, pois ocorre um aumento do número de operações envolvidas no algoritmo. A definição do número de pontos deve ser estudada cuidadosamente e ele deve ser uma potência de dois para que se possa utilizar a FFT.



Figura 2.18 – Decomposição da FFT. FONTE: SMITH, 1999.

2.5 Metodologia de análise espectral Gaussiana

Segundo Leckner et al. (2002) os sinais de flutuação de pressão em um leito fluidizado estão relacionados ao movimento do leito e particularmente das bolhas. Com o desenvolvimento atual em ritmo acelerado dos computadores e dos equipamentos para a coleta e registro de sinais de pressão, a medição desses sinais tem tornado-se uma tarefa relativamente simples.

A dinâmica de um leito fluidizado e as transições de regimes de fluidização podem ser avaliadas através da análise das séries de tempo dos sinais de flutuação de pressão empregando a Transformada de Fourier dos sinais, como foi comentado no item 2.3. Portanto, a análise espectral tem sido bastante utilizada e citada em muitos trabalhos sobre fluidização como uma importante técnica para a extração de informações contidas nas séries de tempo de sinais de pressão.

Felipe (2004) aplicando a metodologia de análise espectral via Transformada de Fourier dos sinais de flutuação de pressão e avaliando a evolução dos espectros de potência em função de diferentes velocidades de ar, percebeu que os conteúdos de freqüência e as amplitudes espectrais mudavam significativamente, mostrando assim as transições de regimes de fluidização para diversos materiais. Os resultados dos espectros de potência para a celulose microcristalina com diâmetro médio de 329 μ m e densidade aparente de 980 kg/m³ obtidos por este autor estão mostrados na Figura 2.19. Eles exibem claramente as transições de regime de fluidização por mudanças nas amplitudes e nos conteúdos de freqüência dos espectros.

Em regime de leito fixo, em que a velocidade superficial do ar é suficientemente baixa para não provocar a movimentação das partículas, pode ser observado que as amplitudes são baixas e o conteúdo de freqüência é estreito. Isto se deve a pequenas movimentações de partículas dentro do leito. Em regime de fluidização do tipo borbulhante as amplitudes espectrais são maiores e faixa de freqüência torna-se mais larga, com conteúdo máximo em torno de 10 Hz, em função da grande movimentação dentro do leito, não havendo uma freqüência dominante. Para o regime de fluidização *slugging* nota-se a existência de uma freqüência dominante em torno de 2,5 Hz e as amplitudes espectrais são muito elevadas em decorrência da alta velocidade que proporciona a formação de grandes bolhas uniformes.



Figura 2.19 – Espectros de potência para celulose microcristalina aumentando a velocidade do ar (u_0) e diâmetro médio de 329 μ m. FONTE: FELIPE, 2004.

Parise et al. (2008) desenvolveram uma metodologia baseada em análise espectral com Transformada de Fourier dos sinais de pressão. Nesta metodologia, o espectro de pressão obtido da Transformada de Fourier das séries de tempo dos sinais normalizados é ajustado a uma função exponencial semelhante à função geradora da distribuição normal Gaussiana. Este ajuste permite a extração de parâmetros como a freqüência central e o desvio padrão da distribuição espectral de pressão. Estes parâmetros mostraram com bastante clareza a região de defluidização (ou de mínima fluidização) através de ensaios fluidodinâmicos com celulose microcristalina e areia em diferentes diâmetros médios de partícula e altura do leito, como foi comentado anteriormente no item 2.3.

O emprego desta metodologia visando a implementação de uma estratégia de controle para o processo de recobrimento de celulose microcristalina em leito fluidizado, será discutido em detalhes nos capítulos 3 e 4.

2.6 Controle de processo utilizando algoritmo PID convencional

Controle de processo tem sido largamente empregado em todos os ramos das ciências e das engenharias para assegurar benefícios sociais e econômicos à humanidade, pois a produção de bens e produtos é significativamente melhorada em aspectos de qualidade, pureza e uniformidade. Fábricas de papel, indústrias do aço, plantas químicas, refinarias de petróleo, sistemas de tráfego urbano, aviões, naves espaciais, enfim, existem vários segmentos industriais onde a utilização de sistemas de controle tornou-se totalmente indispensável. As fortes pressões internacionais sob as indústrias de processo referentes a questões ambientais, no sentido de minimização e tratamento de seus resíduos gerados, também foi um fator que contribuiu para a implantação de sistemas de controle automáticos nas indústrias. Aspectos relativos à segurança e melhoria da produtividade do homem no trabalho também contribuíram para o avanço das pesquisas em controle em processos.

Sistemas de controle são conjuntos de componentes eletrônicos, mecânicos, químicos, hidráulicos, pneumáticos, entre outros, interconectados que têm a função de manter uma ou muitas variáveis dentro de uma especificação desejada. Para a construção de um sistema de controle, a variável controlada ou variável do processo precisa ser conhecida e esta deve ser capaz de descrever as características físicas ou químicas do processo em função do tempo (dinâmica do processo).

Estratégias de controle baseadas na construção de malhas fechadas do tipo *feedback* (realimentação) (Figura 2.20) são bastante empregadas nas industrias. O controle *feedback* funciona pela medição da variável controlada no instante atual por um elemento (máquina) de medida, que é comparada com o seu valor desejado (*setpoint*) e a diferença entre ambas (erro), se houver, é direcionado para um controlador, onde neste último é tomada uma decisão para o restabelecimento da variável controlada as condições desejadas. A atuação do controlador é realizada sob a variável manipulada, a qual é regulada por um elemento final de controle, a fim de ajustar a variável controlada quando esta se afasta do valor de *setpoint* estabelecido, por motivos de perturbações que ocorrem processo.



Figura 2.20 – Digrama de um sistema de controle *feedback* em malha fechada.

Atualmente, existem diversos tipos de estratégias de controle que são empregadas nos segmentos industriais citados anteriormente para controlar processos, entre elas estão: controle utilizando algoritmo PID, lógica *fuzzy*, lógica *fuzzy* e PID combinadas, redes *neuro-fuzzy* e *neuro-fuzzy* combinado com PID. Entretanto, a utilização de cada uma dependerá das características de linearidade ou não-linearidade dos processos de trabalho e do conhecimento ou não de modelos matemáticos que descrevam a dinâmica do processo.

Devido à complexidade na construção de modelos baseados em equações fenomenológicas e o caráter fortemente não-linear dos sistemas reais, técnicas de controle avançado (lógica *fuzzy* e associações) têm sido utilizadas, pois estas se baseiam no pensamento humano e na "esperteza" do conhecimento para a implantação de uma estratégia de controle automática. No entanto, o uso de controle avançado ainda é bastante

restrito nos segmentos industriais, pois a necessidade de mão-de-obra com qualificação técnica especializada é de fundamental importância.

Estratégias de controle baseadas em algoritmo PID (proporcional-integralderivativo), que é fundamentado em teoria de controle linear, têm sido largamente utilizada nas indústrias e no meio acadêmico, em função da sua implementação ser relativamente simples, de baixo custo e da possibilidade de controlar processos complexos de natureza até mesmo não-linear. Segundo Desbourough et al. (2002), em uma pesquisa realizada contabilizando mais de onze mil controladores empregados nas refinarias de petróleo, indústrias químicas, indústrias de celulose e papel, cerca de 97% dos controladores tem uma estrutura do tipo PID. Muitas malhas de controle utilizam de fato uma estrutura mais simples na forma de controladores PI, em que a parte derivativa é desligada.

O controlador PID é baseado em um algoritmo matemático que combina três ações de controle sobre o erro (e) obtido na variável controlada (*setpoint* – valor atual) e produz uma saída (u) que atua sobre a variável manipulada. As ações de controle são indicadas pelas seguintes letras: P para ação proporcional, I para a ação integral e D para a ação derivativa. Cada uma delas apresenta uma função específica no algoritmo e as combinações PI, PD e PID podem ser realizadas dependendo do esquema de atuação e do desempenho do controlador que se almeja obter. A Figura 2.21 (a), (b) e (c) mostram representações simbólicas, os operadores no domínio do tempo e no domínio de Laplace para o algoritmo PID, respectivamente.



Figura 2.21 – Representações do controlador PID. FONTE: JOHNSON e MORADI, 2005.

Matematicamente, a saída (u) do controlador PID é dada pela seguinte expressão:

$$u(t) = K_{C}e(t) + K_{I}\int_{0}^{t} e(t)dt + K_{D}\frac{de}{dt}$$
(2.13)

em que K_C é o ganho proporcional, K_I é o ganho integral e K_D é o ganho derivativo. A Equação 2.13 é comumente expressa para aplicações industriais em termos da constante de tempo integral ($\tau_I = K_C/K_I$) e constante de tempo derivativa ($\tau_D = K_D/K_C$), como mostra a Equação 2.14.

$$u(t) = K_{C} \left(e(t) + \frac{1}{\tau_{I}} \int_{0}^{t} e(t)dt + \tau_{D} \frac{de(t)}{dt} \right)$$
(2.14)

Aplicando-se a transformada de Laplace na Equação 2.14 obtém-se a função de transferência do controlador PID ($G_C(s)$), que representa a relação entre a transformada de Laplace na saída (U(s)) e a transformada de Laplace na entrada (E(s)).

$$G_{C}(s) = \frac{U(s)}{E(s)} = K_{C} \left(1 + \frac{1}{\tau_{I}s} + \tau_{D}s \right)$$
(2.15)

A Figura 2.22 mostra o comportamento da resposta da variável controlada (y) obtida para diferentes tipos de controladores, quando uma perturbação degrau é aplicada em um processo genérico. Sem sistema de controle a perturbação no processo conduz o sistema a um novo regime permanente. Quando um controlador apenas com ação proporcional (P) é utilizado há um *overshoot* (máxima amplitude da resposta em relação ao regime permanente) relativamente alto e um longo *settling time* (tempo de estabilização para alcançar o regime permanente). O *overshoot* e o tempo de estabilização aumentam com o aumento no ganho proporcional (K_C) do controlador, causando instabilidade. Neste caso, não há eliminação de *off-set* (erro residual ou desvio da variável controlada em relação ao *setpoint*). Quando um controlador integral puro (I) é usado o *overshoot* causado no processo é muito grande, mas há a eliminação do *off-set* de maneira bastante lenta. Um controlador PI funde as características das ações proporcional (P) e integral (I), mostrando

um máximo *overshoot*, eliminando o *off-set* e diminuindo o tempo de estabilização. O controlador PD não consegue eliminar o *off-set*, mas o *overshoot* é menor em relação aos outros controladores devido a característica de atuação mais rápida e preditiva da ação derivativa. O controlador PID reúne as três ações básicas de controle e as semelhanças do comportamento PI e PD, em que o *overshoot* e o tempo de estabilização são menores e há a eliminação do *off-set*.



Figura 2.22 – Comportamento da variável controlada em função da aplicação de uma perturbação degrau no processo para diferentes tipos de controladores.

2.6.1 Sintonia de controladores PID

Segundo Yu (2001), controladores PID são largamente usados nas indústrias, mas em geral apresentam funcionamento incorreto, que pode ser visualizado pelos grandes desvios da variável controlada em relação ao *setpoint* nas telas de supervisão das salas de controle das indústrias. A ação derivativa é freqüentemente desligada em função da dificuldade de se obter valores para τ_D que mantenham atuações estáveis.

Os parâmetros do controlador (K_C , $\tau_I e \tau_D$) precisam ser determinados corretamente para garantir atuações estáveis, isto é, para que não haja operações excessivas nas variáveis manipuladas. Além disto, devem garantir bons requisitos de desempenho na correção da variável controlada frente às perturbações que podem ocorrer no processo e também bons requisitos de robustez, que implica na realização de um estudo de quanto o controlador desvia-se do modelo da planta, quando este último é conhecido. A determinação dos parâmetros do controlador é conhecida por sintonia ou *tuning* do controlador.

Existem diversos métodos que possibilitam o cálculo dos parâmetros do controlador PID. Segundo O'Dwyer (2006), os métodos podem ser divididos dentro de algumas categorias principais listadas abaixo:

- a) Métodos de sintonia baseados na avaliação da resposta da variável controlada à perturbações do tipo degrau, realizados em malha aberta, também chamados de métodos da curva de reação do processo;
- b) Métodos de sintonia baseados na minimização de um critério de desempenho apropriado, os mais comumente usados são os critérios integrais: integrais absolutas e quadráticas do erro, ponderadas (ITAE e ITSE) ou não (IAE e ISE) pelo tempo;
- c) Métodos que dão uma resposta especificada de margem de ganho e margem de fase da função de transferência em malha aberta do sistema (sietma = processo mais controlador), conhecidos como métodos de análise no domínio da freqüência;
- d) Métodos de sintonia robusta, com critérios de estabilidade e desempenho robustos construídos dentro do projeto do processo;
- e) Métodos de sintonia baseados na determinação de parâmetros limites como: ganho limite do controlador proporcional (K_u) e período limite de oscilação (P_u). Estes parâmetros são obtidos em malha fechada, conduzindo o processo a condições muito próximas da instabilidade. Também é conhecido por "*Utimate Gain*" ou "*Continuous Cycling*". O método desenvolvido por Åström e Hägglund (1984) é uma versão similar ao "*Continuous Cycling*", podendo ser realizado em malha aberta e não levando o sistema à instabilidade.

2.6.2 Descrição de métodos de sintonia usados para controladores PID

a) Método da curva de reação

Este método tem por objetivo a aplicação de uma perturbação degrau na variável manipulada do processo, com o sistema operando em modo manual, e a posterior

identificação da resposta da variável controlada a um modelo de primeira ordem com tempo morto (FOPDT), de onde são extraídos três parâmetros que refletem as características dinâmicas do processo: ganho estático (K_P), tempo morto (θ) e constante de tempo (τ). Este método é aplicado apenas quando a resposta exibe um formato do tipo sigmoidal (formato de S) e a curva de reação é construída em função da variável desvio (y) (variável controlada – regime permanente). O modelo FOPDT e a função de transferência obtida de sua transformada de Laplace são mostrados nas Equações 2.16 e 2.17, respectivamente.

$$y(t-\theta) = K_{p} \left\{ 1 - \exp\left[-\frac{(t-\theta)}{\tau} \right] \right\}$$
(2.16)

$$G_{\rm P}(s) = \frac{K_{\rm P}}{\tau s + 1} \exp(-\theta s)$$
(2.17)

Uma reta tangente ao ponto de inflexão da curva de resposta determina os parâmetros do modelo de primeira ordem. O tempo morto (θ) é o tempo que variável controlada leva para exibir uma mudança a partir da aplicação do degrau e é obtido pela intersecção da reta tangente ao eixo horizontal. A constante de tempo (τ) é obtida subtraindo-se o instante de tempo referente ao tempo morto, do instante de tempo no qual a curva de reação do sistema atinge 63,2% do valor de regime permanente. O ganho estático é o valor da variável desvio no regime permanente dividido pela amplitude do degrau aplicado.

A Figura 2.23 mostra a perturbação degrau na variável manipulada, a curva de reação do processo e a determinação dos parâmetros do modelo FOPDT.



Figura 2.23 – Método da curva de reação do processo.

Ziegler e Nichols (1942) propuseram relações de sintonia para controladores P, PI e PID convencionais baseados no método da curva de reação. Vale ressaltar que controladores ajustados a partir das relações de Ziegler e Nichols são muito influenciados pela razão θ/τ , portanto, seu uso adequado é recomendado para o seguinte intervalo $0,1 < \theta/\tau < 1$. A Tabela 2.1 mostra as equações propostas pelos autores para a sintonia.

Controlador	Р	PI		PID		
	K _C	K _C	$ au_{I}$	K _C	$\tau_{\rm I}$	$ au_{\mathrm{D}}$
Parâmetros do Controlador (Ziegler-Nichols)	$\frac{1}{K_{P}} \left(\frac{\tau}{\theta} \right)$	$\frac{0.9}{K_P} \left(\frac{\tau}{\theta}\right)$	3,330	$\frac{1,2}{K_P} \left(\frac{\tau}{\theta} \right)$	20	0,5θ

Tabela 2.1 – Parâmetros dos controladores P, PI e PID. Ziegler e Nichols

Cohen e Coon (1953) também estabeleceram relações de sintonia para controladores P, PI e PID convencionais obtidas a partir do modelo FOPDT do sistema e que são freqüentemente usadas para altos valores de tempo morto, dando razoável grau de estabilidade ao sistema.

Controlador	Р	PI	PID
	K _C	K _C	K _C
	$\frac{1}{K_{P}} \left(\frac{\tau}{\theta} \right) \left[1 + \frac{1}{3} \left(\frac{\theta}{\tau} \right) \right]$	$\frac{1}{K_{P}} \left(\frac{\tau}{\theta}\right) \left[0,9 + \frac{1}{12} \left(\frac{\theta}{\tau}\right)\right]$	$\frac{1}{K_{P}} \left(\frac{\tau}{\theta}\right) \left[\frac{4}{3} + \frac{1}{4} \left(\frac{\theta}{\tau}\right)\right]$
		$ au_{\mathrm{I}}$	$ au_{\mathrm{I}}$
Parâmetros do Controlador (Cohen e Coon)		$\theta \frac{\left[30+3\left(\frac{\theta}{\tau}\right)\right]}{\left[9+20\left(\frac{\theta}{\tau}\right)\right]}$	$\theta \frac{\left[32 + 6\left(\frac{\theta}{\tau}\right)\right]}{\left[13 + 8\left(\frac{\theta}{\tau}\right)\right]}$
			$ au_{ m D}$
			$\theta \frac{4}{\left[11+2\left(\frac{\theta}{\tau}\right)\right]}$

Tabela 2.2 – Parâmetros dos controladores P, PI e PID. Cohen e Coon

b) Método com critérios integrais de erro

As relações de sintonia originadas do método da curva de reação do processo utilizam apenas dois pontos da curva de resposta para estabelecer as relações, pois a base do método é fundamentada em um critério de razão de decaimento ¹/₄. Assim, a resposta da variável controlada pode apresentar um máximo sobre-sinal (*overshoot*) de 25%.

Os métodos construídos utilizando-se critérios de integração de erro tomam em consideração a curva de resposta completa em malha fechada na determinação dos parâmetros do controlador. Critérios de desempenho baseados em integração do erro com e sem ponderação do tempo são apresentados abaixo:

critério da integral do erro quadrático: ISE =
$$\int_{0}^{\infty} e^{2}(t)dt$$
 (2.18)

critério da integral do erro absoluto: IAE =
$$\int_{0}^{\infty} |e(t)| dt$$
 (2.19)

critério da integral do erro quadrático ponderado pelo tempo: ITSE = $\int_{0}^{\infty} te^{2}(t)dt$ (2.20)

critério da integral do erro absoluto ponderado pelo tempo: ITAE =
$$\int_{0}^{\infty} t |e(t)| dt$$
 (2.21)

As integrais mostram informações relacionadas com desempenho do controlador, de modo que os parâmetros são considerados ótimos ou satisfatórios quando o ISE, IAE, ITSE e ITAE das respostas são minimizados. Os quatro critérios de integração de erro acima podem ser empregados em função das características da resposta transiente do sistema.

Segundo Smith e Corripio (1997), os parâmetros dos controladores determinados por intermédio destas integrais são funções do tipo de perturbação aplicada no processo (se na carga ou no *setpoint*) e também da forma da perturbação (degrau, rampa, etc). Mudanças degraus ocorrem com maior freqüência na prática, portanto, devem ser selecionados os tipos de perturbações (carga ou *setpoint*) para a definição da sintonia, em função da qual mais afeta a malha de controle. O método dos critérios integrais também é válido somente para a faixa de $0,1 < \theta/\tau < 1$, uma vez que este se trata de um método empírico. O critério ITAE é comumente empregado, pois este apresenta simultaneamente bons requisitos de desempenho e robustez. A Tabela 2.3 mostra as relações de sintonia com base no critério de desempenho ITAE, para perturbações no *setpoint* ou na carga.

	Perturbações no setpoint		Perturbações na carga			
	PI	PID	Р	PI	PID	
Kc	$\frac{0,586}{K_{P}} \left(\frac{\tau}{\theta}\right)^{0,916}$	$\frac{0,965}{K_{P}} \left(\frac{\tau}{\theta}\right)^{0,855}$	$\frac{0,49}{K_P} \left(\frac{\tau}{\theta}\right)^{1,084}$	$\frac{0,859}{K_P} \left(\frac{\tau}{\theta}\right)^{0,977}$	$\frac{1,357}{K_P} \left(\frac{\tau}{\theta}\right)^{0,947}$	
$\tau_{\rm I}$	$\frac{\tau}{\left[1,03\!-\!0,165\!\left(\frac{\theta}{\tau}\right)\right]}$	$\frac{\tau}{\left[0,796-0,147\left(\frac{\theta}{\tau}\right)\right]}$		$\frac{\tau}{0,674} \bigg(\frac{\theta}{\tau}\bigg)^{0,680}$	$\frac{\tau}{0,842} \left(\frac{\theta}{\tau}\right)^{0,738}$	
$\tau_{\rm D}$		$0,308\tau \left(\frac{\theta}{\tau}\right)^{0,929}$			$0,381\tau \left(\frac{\theta}{\tau}\right)^{0,995}$	

Tabela 2.3 – Parâmetros dos controladores P, PI e PID. Critério integral ITAE

c) Métodos baseados na determinação dos parâmetros limites

- "Utimate Gain" ou "Continuous Cycling"

Este método é baseado nas características dinâmicas do sistema em malha fechada. Tais características são representadas pelo ganho limite do controlador proporcional (K_u) e período limite de oscilação (P_u). Com o sistema operando em malha fechada, o procedimento para a determinação dos parâmetros limites consiste primeiramente em desligar a ação integral e a derivativa. Na prática, na constante integral (τ_I) é colocado um valor máximo e a constante derivativa (τ_D) é designada igual a zero. Em seguida, o ganho proporcional do controlador é aumentado gradativamente para não conduzir o sistema a condições de instabilidade, até que a variável controlada do processo produza uma oscilação sustentada e, partir de ponto, determinou-se o ganho limite ou ganho crítico do controlador (K_u). O período limite de oscilação (P_u) é encontrado pela distância pico a pico de oscilação da variável controlada.

Ziegler e Nichols (1942) determinaram as relações de sintonia para razão de decaimento de ¹/₄ em função dos parâmetros limites de oscilação do processo. A Tabela 2.4 mostra as equações para o cálculo os parâmetros dos controladores P, PI e PID.

Controlador		Р	PI	PID
Parâmetros do - Controlador -	K _C	0,50 K _u 0,45K _u		0,60K _u
	$ au_{\mathrm{I}}$		0,50P _u	0,83P _u
	$ au_{ m D}$			0,125P _u

Tabela 2.4 – Parâmetros P, PI e PID. Ziegler e Nichols. Continuous Cycling

- Método de Åström e Hägglund (1984)

Åström e Hägglund (1984) propuseram uma metodologia de sintonia similar ao "*Continuous Cycling*", que consiste em provocar oscilações sustentadas na variável controlada em torno de um valor de referência, sem levar o sistema para regiões de instabilidade. Para isto, com o sistema operando em malha aberta, a variável manipulada é chaveada entre dois valores convenientemente escolhidos, com uma amplitude (**d**) de chaveamento, de forma que a variável controlada possa oscilar com amplitude constante (**a**) a mesma freqüência. A metodologia de Åström e Hägglund pode ser realizada tanto em malha aberta quanto em malha fechada. Com a operação em malha fechada o controlador é substituído por relé, que estimula o processo através de uma sucessão de pulsos de amplitude constante na variável manipulada. Quando o sistema oscila em regime permanente os parâmetros limites são encontrados e o controlador pode ser sintonizado utilizando as mesmas equações de Ziegler e Nichols (1942) do método "*Continuous Cycling*". No entanto, o ganho crítico é calculado pela Equação (2.22), que considera o resultado da primeira harmônica originada da expansão em séries de Fourier da saída do relé. A Figura 2.24 exibe o esquema simplificado do método de Åström e Hägglund. A Figura 2.25 ilustra o comportamento da variável manipulada e a reação do processo a este chaveamento, respectivamente.



Figura 2.24. Diagrama de blocos para o método de Åström e Hägglund com o sistema em malha fechada.



Figura 2.25 – Oscilações sustentadas da variável controlada pelo método de Åström e Hägglund.

2.6.3 Controle de processo em leitos fluidizados

Os trabalhos publicados na literatura sobre a aplicação de estratégias de controle em leitos fluidizados são em sua maioria referentes a controle de processos de secagem e, processos envolvendo reações, como combustão e craqueamento catalítico fluido. Existem poucos trabalhos empregando estratégias de controle para controlar regimes fluidodinâmicos em equipamentos de leitos fluidizados. Mais especificamente não foi encontrado qualquer trabalho visando controlar um processo de recobrimento de partículas por meio do monitoramento dos regimes de fluidização operantes, que é o foco da pesquisa desta dissertação.

Phillips et al. (1988) desenvolveram uma estratégia baseada em controle adaptativo para controlar a temperatura de um leito fluidizado com partículas de areia que apresentava uma alta capacitância térmica, sendo necessário diminuir o *overshoot* alcançado pela temperatura durante a partida do processo, em função do grande aquecimento do leito. O tempo e a temperatura em que o aquecimento deveria ser desligado foram estimados de um modelo dinâmico desenvolvido com base em balanços diferenciais de energia no processo. Os parâmetros de inicialização do controlador PID com respeito à saída foram preditos utilizando uma estimativa do processo em regime permanente e a auto-sintonia do controlador digital foi baseada em modelos de segunda ordem contínuos no tempo, empregando a função de transferência de segunda ordem com tempo morto.

Panda e Rao (1994) mostraram que um secador de leito fluidizado com partículas de areia pode ser controlado utilizando estratégias de controle IMC (controle por modelo interno) e DMC (controle por matriz dinâmica), pois perturbações degraus na temperatura do ar de entrada (variável manipulada) conduziram a um eficiente controle e monitoramento da temperatura de saída do ar no secador, que respondeu mantendo a variável controlada no *setpoint* definido.

Siettos et al. (1999) implementaram estratégias de linearização entrada-saída, controle *fuzzy* e algoritmo PID convencional em um processo de secagem de bentonitas num secador de leito fluidizado, cuja dinâmica do processo é não linear, empregando a vazão de ar como variável manipulada e o conteúdo de umidade do material como variável controlada. Baseados nas características de resposta em malha fechada como, tempo de

estabilização, máximo sobre sinal (*overshoot*) e critérios de desempenho IAE, ISE e ITAE, os autores concluíram que a utilização de estratégias de linearização entrada-saída e controle *fuzzy* obtiveram melhor performance comparado ao controle PID, com respeito ao parâmetro IAE para várias faixas de perturbações no processo. A estratégia de controle *fuzzy* foi considerada melhor em função da simplicidade, uma vez que não necessita de um modelo matemático exato do sistema como a linearização entrada-saída.

Croxford (2006) mostrou que os regimes de fluidização borbulhantes podem ser controlados empregando técnicas de medidas de sinais de flutuação de pressão e um simples controlador PID linear. O ganho em baixa em freqüência, que é obtido da transformada de Fourier do sinal de flutuação de pressão normalizado após a filtragem com filtro passa baixa, foi definida como variável controlada do sistema de controle e a variável manipulada era a posição da válvula de controle da vazão de ar de fluidização. A identificação do sistema por várias funções de transferência de segunda ordem, que dependem das faixas de vazão de ar operantes, permitiu a determinação dos parâmetros do controlador PID empregando da técnica do local das raízes (*root loci*). Este controlador respondeu eficientemente às variações senoidais, triangulares e quadradas na demanda do ar de fluidização.

Salau et al. (2008) investigaram a aplicação de uma estratégia de controle PID e estabilização dos parâmetros do controlador via otimização no domínio da freqüência em um reator industrial de polimerização de leito fluidizado, em que instabilidades devido as altas temperaturas alcançadas em regime permanente eram freqüentes. A dinâmica nãolinear entre a temperatura do reator (variável controlada) e a posição da válvula de controle da vazão de água da torre de resfriamento do processo (variável manipulada) foi bem descrita por uma modelagem da cinética de reação e balanços de energia no reator e no trocador de calor do processo. O controlador PID mostrou-se adequado para garantir mais estabilidade na temperatura do reator e conferiu uma melhoria na qualidade do polímero.

Lim et al. (2009) empregaram técnicas de captura de imagens para detectar e medir a fase de borbulhamento em um leito fluidizado com partículas de vidro com diâmetro na fixa de 106-212 µm. A fração de vazios de bolhas (BVF) foi medida e mostrou uma relação não-linear com a vazão de gás de fluidização. Modelos de funções de transferência que caracterizam a dinâmica das bolhas foram utilizados para o projeto de um

43

controlador PID convencional. Os resultados de atuação do controlador PID mostraram que este foi suficiente para controlador a fração de vazios de bolhas do leito para diversas demandas de borbulhamento.

Wang et al. (2009) apresentaram que o conteúdo de umidade de diferentes sólidos em um secador de leito fluidizado pode ser medido por uma técnica conhecida por ECT (tomografia de capacitância elétrica) e uma estratégia de controle da umidade dos sólidos manipulando a vazão do ar de secagem foi implementada. Os resultados obtidos empregando o sistema de controle melhoraram a eficiência térmica da secagem em relação à operação sem controle. A função objetivo do processo, que inclui uma ponderação de consumo de energia e custo do produto também aumentou, refletindo na melhoria da qualidade do produto final.

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS

O presente capítulo mostrará em detalhes os procedimentos experimentais utilizados para a execução deste trabalho, bem como a aplicação da metodologia de análise espectral Gaussiana, empregando a Transformada de Fourier em sinais de flutuação de pressão, a fim de se promover um estudo fluidodinâmico do processo de recobrimento de celulose microcristalina com suspensão polimérica contendo Eudragit®. Este estudo permitirá, através da análise de parâmetros como a freqüência média Gaussiana e o desvio padrão da distribuição espectral de pressão, a implementação de uma estratégia de controle em tempo real deste processo, na tentativa de evitar o fenômeno de defluidização do leito.

Inicialmente, foram realizados ensaios fluidodinâmicos para a determinação da velocidade de mínima fluidização (u_{mf}) para a celulose microcristalina na temperatura de 70°C do ar de entrada no leito.

Para um melhor entendimento das condições fluidodinâmicas envolvidas no processo de recobrimento de celulose microcristalina utilizando a suspensão polimérica, foi realizado um estudo do processo de umedecimento em leito fluidizado utilizando-se apenas água destilada no sistema de atomização.

E finalmente, a aplicação de controle do processo com ensaios de sintonia dos controladores e ensaios de recobrimento em malha fechada foram realizados.

3.1 Características físicas do material particulado

O material particulado utilizado em todo o desenvolvimento deste trabalho é conhecido por celulose microcristalina (MICROCEL) do tipo MC-500 obtido da empresa Blanver Farmoquímica. A razão para a utilização deste material se deve a uma continuidade dos estudos sobre medidas de flutuação de pressão em leito fluidizado que vêm sendo

desenvolvidos no Laboratório de Processos Termofluidodinâmicos (LPTF) da Faculdade de Engenharia Química (FEQ) da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP).

As características físicas do sólido determinadas neste trabalho foram: diâmetro médio e densidade aparente. A análise granulométrica das partículas foi realizada por operação de peneiramento em peneiras padronizadas pelo sistema Tyler. Picnometria de água foi usada para a determinação da densidade aparente das partículas. A Tabela 3.1 mostra as características físicas das partículas utilizadas.

Material	Diâmetro médio de partículas (µm)	Densidade aparente (kg/m ³)	
Celulose Microcristalina	325 (-300+350)	980	

Tabela 3.1 - Características físicas do material

3.2 Sistema experimental

O sistema experimental utilizado está instalado no Laboratório de Processos Termofluidodinâmicos (LPTF) da Faculdade de Engenharia Química (FEQ) da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). Uma representação esquemática da unidade experimental é mostrada na Figura 3.1.



Figura 3.1 - Unidade experimental

A vazão de ar utilizada para promover a fluidização das partículas é fornecida por um soprador (1) da marca Ibram®, com pressão e vazão máximas de 2000 mmH₂O e 2 m³/min, respectivamente, acoplado a um motor de indução trifásico de 4 cv. O transporte do ar do soprador até o leito é realizado através de uma tubulação de aço galvanizado com 0,051 m de diâmetro interno. A vazão de ar foi medida através de placa de orifício de 0,006 m de diâmetro interno para os ensaios fluidodinâmicos e 0,01m para os ensaios de umedecimento e recobrimento. Houve necessidade de se utilizar placas de orifício com diferentes diâmetros, por duas razões distintas. Nos ensaios de fluidodinâmica, a fim de se obter vazões mais baixas, e então evidenciar a região de leito fixo, utilizou-se a placa de orifício de 0,006 m de diâmetro. Já para os ensaios de umedecimento e recobrimento necessitava-se de altas vazões para a geração de regime de fluidização borbulhante múltipla, por isto a utilização de um diâmetro maior.

As medidas de pressão à montante e da queda de pressão através da placa de orifício utilizando transdutores de pressão permitiram o cálculo da vazão mássica do ar escoando no leito de partículas. Um transdutor de pressão manométrica da marca Cole-Parmer 07356-01 (com faixa de 0 a 210,848 Pa, e sinal de saída de 1 a 5 V) e um transdutor de pressão diferencial da marca Smar LD301 (com faixa de 125 a 5000 Pa, e sinal de saída de 4 a 20 mA), foram utilizados para a medição da pressão manométrica a montante e a queda de pressão na placa de orifício, respectivamente. Para a obtenção mais precisa da vazão de ar, a rotação do motor do soprador foi regulada por um inversor de freqüência da marca Danfoss VLT® e Série 2800.

A determinação da vazão mássica do ar escoando pela tubulação de aço galvanizado até o leito de partículas foi realizada utilizando as equações abaixo, desenvolvidas por OWER e PANKHURST (1977).

$$Q = 0,0573 \cdot \varepsilon_{f} \cdot \alpha \cdot A_{or} \cdot \sqrt{\frac{\Delta P}{1 - m^{2}} \cdot \frac{P_{atm}}{273 + T_{ar}}} \quad [kg/min]$$
(3.1)

onde,

 ϵ_f : fator de compressibilidade: dado por:

$$\varepsilon_{\rm f} = 1 - \frac{\beta \cdot \Delta P_{\rm po}}{\left(P_{\rm est} + P_{\rm atm}\right)}$$
(3.2)

$$\beta = 0,3041 + 0,0876 \,\mathrm{m} - 0,1166 \,\mathrm{m}^2 + 0,4089 \,\mathrm{m}^3 \tag{3.3}$$

 ΔP_{po} : queda de pressão na placa de orifício [cmH₂O];

Pest: pressão manométrica a montante da placa de orifício [cmH₂O];

Patm: pressão atmosférica local [mmHg];

 α : coeficiente de descarga;

onde:

$$\alpha = 0,5959 + 0,0312 \mathrm{m}^{1,05} - 0,184 \mathrm{m}^4 \tag{3.4}$$

A_{or}: área do orifício da placa [cm²];

$$A_{\rm or} = \frac{\pi d_{\rm or}^2}{4} \tag{3.5}$$

d_{or}: diâmetro do orifício da placa [cm]

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

$$m = \frac{A_{or}}{A_t}$$
(3.6)

onde,

$$A_t = \frac{\pi d_t^2}{4}$$
(3.7)

d_t: diâmetro do orifício da tubulação (cm);

T_{ar}: temperatura do ar na entrada do orifício [°C];

A coluna de fluidização construída em acrílico Plexiglas possui diâmetro interno de 0,143 m e altura de 0,71 m, como pode ser visualizado através da Figura 3.2.
A queda de pressão no leito de partículas foi medida por meio de um transdutor diferencial de pressão da marca Cole Parmer 68014-18 (com faixa de 0 a 6,2 kPa e tempo de resposta de 250 ms) instalado na câmara *plenum*, mostrado na Figura 3.3. Em vez da queda de pressão foi avaliada a pressão manométrica no *plenum*, onde um terminal do transdutor é conectado diretamente à câmara e o outro é exposto à atmosfera, pois no trabalho desenvolvido por Parise (2007), foi verificado que, especificamente para o sistema experimental utilizado, a queda de pressão medida entre dois pontos do leito varia linearmente com a pressão manométrica medida em um único ponto da câmara *plenum*. Um ajuste linear perfeito pode ser observado na Figura 3.4 entre a queda de pressão no leito e a pressão manométrica lida na câmara *plenum*.



Vista frontal da coluna

Figura 3.2 - Esquema da coluna de fluidização. FONTE: PARISE, 2007.

Um ciclone do tipo Lapple está conectado à parte superior da coluna para a coleta de partículas finas arrastadas durante o processo de fluidização.

A localização exata do transdutor para a medição dos sinais de pressão é de fundamental importância, pois cada região do leito refletirá com uma intensidade diferente a dinâmica do movimento de fluidização, como foi comentado no item 2.3. Pesquisadores como Wilkinson (1995) e Felipe (2004) constataram que medidas de pressão na câmara *plenum* podem ser eficientemente realizadas, pois os sinais de flutuação de pressão extraídos desta região mostram um bom indicativo dos regimes de fluidização operantes, isto é, os sinais evidenciam a formação e erupção de bolhas, a subida e descida do leito, aglomeração de partículas, etc.



Figura 3.3 - Fotografia do transdutor diferencial e da tomada de pressão na câmara plenum.



Figura 3.4 - Queda de pressão no leito *versus* pressão manométrica no *plenum* utilizando o transdutor de pressão diferencial – areia, $d_p = 180 \mu m$, $h_L = 0.15 m$. FONTE: PARISE, 2007.

Uma placa distribuidora de ar construída em aço inox com 1,62 mm de espessura, do tipo perfurada, possuindo orifícios de 1 mm de diâmetro, distribuídos em arranjo triangular com espaçamentos de 8,5 mm foi utilizada. Para que as partículas sólidas não passassem para a câmara *plenum* foi instalada na parte superior da placa distribuidora, uma tela de aço inoxidável com abertura de 75 µm.

Os sinais de pressão provenientes dos transdutores foram registrados por um sistema de aquisição de dados da marca National Instruments[™], composto por uma placa de aquisição PCI 6024 E, um bloco conector CB-68LP, um microcomputador (AMD Athlon[™] 64X2, processador Dual Core 6400+, 3,21 GHz e 2,0 GB de memória RAM) e pelo *software* LabView 7.1[™] para o processamento e a visualização dos sinais.

A interface para visualização gráfica dos sinais de flutuação de pressão manométrica no *plenum* oferecida pelo *software* LabView 7.1[™], é mostrada na Figura 3.5. Em cada corrida (*loop*) para a aquisição dos sinais de pressão também são obtidos os valores médios de queda de pressão e da pressão manométrica a montante da placa de orifício, para a realização do cálculo da velocidade superficial do ar.

O *software* LabView 7.1[™] calcula a Transformada de Fourier dos sinais de pressão do *plenum* através do algoritmo Transformada Rápida de Fourier (FFT). Um ajuste através do método dos mínimos quadrados envolvendo a amplitude da Transformada de Fourier do sinal de pressão medido e uma função exponencial semelhante à distribuição normal Gaussiana é realizado, para a obtenção da freqüência central e do desvio padrão da distribuição espectral de pressão. Este ajuste constitui a base do emprego da metodologia de análise espectral Gaussiana, que será detalhada no item 3.3.

Para a obtenção de sinais de pressão sem ruídos oriundos da distribuição de energia elétrica e assim obter um melhor ajuste da amplitude da transformada de Fourier a curva exponencial Gaussiana, um filtro digital de resposta infinita ao impulso (*IRR*), do tipo passa baixa, com topologia *Butterworth* e ordem 25 foi especificado para o processamento dos sinais.



Figura 3.5 – Tela de supe visão de dados do software LabView 7.1TM.

3.3 Aplicação da metodologia de análise espectral Gaussiana

A metodologia desenvolvida por Parise et al. (2008) foi empregada a fim de monitorar os instantes iniciais quando o leito tende a defluidização no processo de umedecimento e finalmente de recobrimento de celulose microcristalina em leito fluidizado gás-sólido.

As etapas de execução da metodologia são apresentadas a seguir:

Primeiramente, são coletados 2048 (2¹¹) pontos de pressão manométrica na câmara *plenum* através de um transdutor diferencial a uma taxa de amostragem de 400 Hz. A Figura 3.6 mostra um sinal de pressão coletado em condição de regime de fluidização borbulhante múltiplo, para 0,75 kg de massa celulose microcristalina no leito e velocidade superficial do ar de 0,21 m/s na temperatura de 70°C do ar na câmara *plenum*.

A opção pela utilização de 2048 pontos de pressão manométrica foi baseada no tempo de processamento do sinal obtido, de aproximadamente 5,12 s com uma taxa de amostragem de 400 Hz, pois para o desenvolvimento da estratégia de controle é ideal que este tempo seja curto, a fim de que a atuação sobre o processo seja rápida. O aumento do número de pontos aumenta a resolução do espectro de pressão e o tempo de processamento.

Segundo Felipe (2004), a partir de 8192 pontos o espectro passa a não exibir mais mudanças significativas.



Figura 3.6 - Sinal de pressão manométrica no *plenum*. Condições operacionais: $m_s = 0.75 \text{ kg}, u_0 = 0.21 \text{ m/s e T} = 70^{\circ}\text{C}.$

O sinal de pressão coletado no leito é filtrado por um filtro digital de resposta infinita ao impulso (IRR) do tipo *Butterworth*, como mencionado anteriormente no item 3.2. Parise (2007) testou diversas tipologias de filtro e comparou diversas magnitudes de ordem sobre o perfil da freqüência média Gaussiana. A definição da ordem é de grande importância, pois valores baixos deste parâmetro implicam em perfis de freqüência média Gaussiana negativos, como foi observado pela autora.

Em seguida, é realizado o procedimento de normalização. Segundo Lopes (2004), este procedimento é necessário em processamento de dados, pois é uma forma de regularizar a importância relativa de cada variável de modo que se possa garantir que todas as variáveis sejam equivalentes em termos de magnitude. A normalização do tipo "centralização na média" (*mean centring*) é feita pela subtração da pressão no leito em cada instante (P_k) da média (μ_x) de todos os dados de pressão coletados, conforme a Equação (3.8).

$$P_{N,k} = P_k - \mu_x$$
 $k = 0, 1, 2, ..., N-1$ (3.8)

onde,

P_{N,k}: pressão no leito normalizada (Pa)

P_k: pressão no leito (Pa)

N: número de pontos de pressão coletados

 μ_x : média dos N pontos de dados de pressão.

O procedimento de normalização gera o sinal mostrado na Figura 3.7.



Figura 3.7 – Sinal de pressão normalizado no domínio do tempo. Condições operacionais: $m_s = 0.75 \text{ kg MC-}500, u_0 = 0.21 \text{ m/s e T} = 70^{\circ}\text{C}.$

Ao sinal de pressão normalizado é aplicada a Transformada Fourier através do algoritmo FFT descrito anteriormente, originando um espectro de pressão. A Figura 3.8 exibe a Transformada de Fourier do sinal após a normalização. É observado deste espectro que conteúdo de freqüência está dentro de uma larga faixa e a amplitude da Transformada de Fourier é alta, concordando com os espectros obtidos por Parise et al. (2008), para um regime de fluidização borbulhante múltiplo.



Figura 3.8 - Espectro de pressão do sinal normalizado. Condições operacionais: $m_s = 0.75 \text{ kg MC-}500, u_0 = 0.21 \text{ m/s e T} = 70^{\circ}\text{C}.$

As amplitudes do espectro de pressão são então ajustadas a uma função exponencial semelhante à distribuição normal Gaussiana, empregando o método dos mínimos quadrados, para a obtenção de parâmetros estatísticos que são influenciados pelo regime de fluidização ocorrendo dentro do leito. A função exponencial tem a seguinte forma mostrada pela Equação (3.9).

$$G'(f_k) = A e^{-\frac{(f_k - f_m)^2}{2\sigma^2}}$$
 $k = 0, 1, 2, ..., N - 1.$ (3.9)

Em que, f_k e f_m são a freqüência do sinal e a freqüência média da distribuição espectral (freqüência central), respectivamente, e σ é o desvio padrão dessa distribuição.

A Transformada de Fourier do sinal de pressão é ajustada mais eficientemente empregando o logaritmo natural das amplitudes espectrais medidas $A_e(f_k)$ e da função exponencial dada pela Equação (3.9).

$$\ln [G'(f_k)] = \ln A - \frac{(f_k - f_m)^2}{2\sigma^2}$$
(3.10)

A Equação (3.10) pode ser reescrita facilmente na forma mostrada pela Equação (3.11):

$$\ln [G'(f_k)] = a f_k^2 + b f_k + c'$$
(3.11)

em que, os parâmetros a, b e c são obtidos do procedimento de minimização do somatório dos quadrados dos resíduos (e_k) entre o logaritmo da função de ajuste (distribuição exponencial Gaussiana) e o logaritmo dos dados experimentais (amplitudes do espectro de pressão).

$$a = -\frac{1}{2\sigma^2}; \ b = \frac{f_m}{\sigma^2}; \ c = \ln [A'] - \frac{f_m^2}{2\sigma^2}$$
 (3.12 a,b,c)

$$e_{k} = \sum_{k=0}^{N-1} \left[\ln \left[A_{e}(f_{k}) \right] - \ln \left[G'(f_{k}) \right] \right]^{2}$$
(3.13)

A Figura 3.9 exibe um típico ajuste do logaritmo natural da amplitude da transformada de Fourier experimental com o logaritmo natural da função exponencial Gaussiana, realizado pelo *software* LabView 7.1TM.



Figura 3.9 - Logaritmo natural da amplitude da transformada de Fourier com a função de ajuste. Condições operacionais: $m_s = 0.75$ kg MC-500, $u_0 = 0.21$ m/s e T = 70°C.

3.4 Procedimento experimental

3.4.1 Ensaios fluidodinâmicos

Os ensaios fluidodinâmicos consistem em experimentos realizados numa coluna carregada com determinada massa de partículas de celulose microcristalina para a determinação da velocidade de mínima fluidização (u_{mf}) .

Inicialmente, com o auxílio de multímetro, é feita uma verificação da tensão fornecida por duas baterias UNIPOWER UP1270 de 12 V cada uma, ligadas em série. A tensão deve estar muito próxima dos 12 V, para que não haja qualquer modificação do sinal coletado levando a erros na medida. Estas baterias alimentam todos os transdutores de pressão instalados no processo. Em seguida, a coluna de fluidização é alimentada com partículas de celulose microcristalina na faixa granulométrica de 300 a 350 µm, granulometria esta que será utilizada em todo o desenvolvimento deste trabalho. Após o carregamento das partículas na coluna, é feito um nivelamento da superfície do leito para que a massa esteja uniformemente distribuída. Este nivelamento é realizado fornecendo-se uma pequena vazão de ar no sistema. O leito fixo de partículas é obtido desta forma. Esta etapa é bastante importante para que a curva fluidodinâmica mostre diferenças quando obtida pelo aumento e pela redução da velocidade superficial do ar.

O sistema de aquisição de dados é então ligado e o inversor de freqüência é acionado para que o soprador forneça uma vazão de ar baixa que não permita a movimentação das partículas, caracterizando o regime de leito fixo. Neste ponto, é feita uma verificação se o valor medido da queda de pressão na placa de orifício lida no painel digital deste transdutor corresponde à queda de pressão em centímetros de coluna d'água obtida no sistema de aquisição mostrada na tela de supervisão do *software* LabView 7.1TM. O sinal de pressão manométrica no *plenum* também é monitorado utilizando um multímetro para a medição da tensão em volts no transdutor diferencial que deve ser correspondente à tensão registrada pelo sistema de aquisição. O sinal de tensão obtido na câmara *plenum* é convertido para Pascal pelo *software* LabView 7.1TM.

Com a vazão de ar estabelecida são ligadas as resistências elétricas para o aquecimento do ar de entrada no leito até a temperatura de 70°C. O controle da temperatura

é realizado por um regulador PID (NOVUS 1100) com *set-point* definido em 70°C. Um termopar acoplado a um leitor digital de temperatura monitora o valor do *set-point* e sua estabilidade, caso contrário, um novo *offset*, parâmetro que permite fazer correções no valor do *set-point* é definido.

Após a execução das etapas anteriores, o ensaio fluidodinâmico pode ser realizado. Inicialmente, é obtida a curva fluidodinâmica pelo aumento da velocidade superficial do ar. O inversor de freqüência permite fazer um ajuste preciso da vazão de ar, com um incremento de 0,5 Hz para cada ponto de velocidade. Fixando-se uma determinada velocidade, os sinais de pressão são registrados e coletados. O sinal de flutuação de pressão obtido após dois *loops* de aquisição é gravado em um arquivo com extensão *txt* e os valores da queda de pressão no leito, pressão a montante da placa de orifício e queda de pressão na placa são armazenados em uma planilha Excel para o cálculo da velocidade superficial do ar. A freqüência central obtida da metodologia de análise espectral Gaussiana também é armazenada.

A velocidade superficial no leito de partículas é corrigida para a temperatura de 70°C, através da seguinte equação:

$$\mathbf{u}_{0}^{\text{corrig}} = \mathbf{u}_{0} \left(\frac{\rho_{\text{placa}}}{\rho_{\text{plenum}}} \right) \left(\frac{\mathbf{A}_{\text{tubo}}}{\mathbf{A}_{\text{leito}}} \right)$$
(3.14)

onde, ρ_{placa} e ρ_{plenum} são as densidades do ar na placa de orifício e na câmara *plenum*, respectivamente, dadas pelas equações do gás ideal abaixo:

$$\rho_{\text{placa}} = \frac{P_{\text{atm}} PM}{R (273, 15 + T_{\text{ar}})}$$
(3.15)

$$\rho_{\text{plenum}} = \frac{P_{\text{atm}} PM}{R (273, 15+T)}$$
(3.16)

e, PM, R, T_{ar} e T são o peso molecular do ar, a constante universal dos gases, a temperatura do ar na placa de orifício e na entrada no leito, respectivamente.

Com o levantamento da curva fluidodinâmica pelo aumento da velocidade superficial do ar e coletando pontos de queda de pressão suficientes para a definição da

região de leito fixo e leito fluidizado plenamente estabelecido (regime borbulhante), a segunda etapa do ensaio fluidodinâmico que consiste na redução da velocidade do ar até atingir o regime de leito fixo pode ser executada.

A queda de pressão medida pelo transdutor diferencial no leito é na realidade a soma da queda de pressão do leito de partículas de celulose e da queda de pressão na placa distribuidora de ar, logo, esta última parcela deve ser descontada para a obtenção da queda de pressão real provocada no leito. Para isto, foi realizado um ensaio fluidodinâmico sem a adição de partículas na coluna de fluidização a fim de avaliar a queda de pressão provocada apenas pela placa distribuidora. Os resultados obtidos de queda de pressão em função da vazão mássica de ar estão mostrados na Figura 3.10 para o leito sem partículas. Com os dados de queda de pressão no leito sem partículas, fez-se o ajuste dos dados de queda de pressão para a obtenção da queda de pressão real no leito de partículas.



Figura 3.10 – Queda de pressão em função da vazão de ar para o leito sem partículas.

Os ensaios fluidodinâmicos, bem como os ensaios de umedecimento e recobrimento, foram realizados utilizando-se massas de 0,60, 0,75 e 0,90 kg de celulose microcristalina.

3.4.2 Ensaios de umedecimento

O procedimento experimental para os ensaios de umedecimento em leito fluidizado foi realizado variando-se a massa de celulose microcristalina (m_s), a vazão de água ($Q_{água}$) atomizada dentro leito e o excesso de velocidade de ar em relação à mínima fluidização (u_0 - u_{mf}), mantendo-se constante a pressão de atomização do ar (P_{atmiz}) em 15 psig e a temperatura do ar na câmara *plenum* (T) em 70°C. Os valores das variáveis estudadas estão mostrados na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 - Condições operacionais do processo de umedecimento

Variáveis		Valores	
m _s (kg)	0,60	0,75	0,90
Q _{água} (mL/min)	6,0	8,0	10,0
u_0 - u_{mf} (m/s)	0,16	0,18	0,20

A organização experimental dos ensaios foi realizada conforme está mostrado na Tabela 3.3, seguindo os moldes de um planejamento fatorial completo (2^3) com 3 repetições no ponto central, com a única finalidade de se verificar como a dinâmica do leito fluidizado é influenciada pela combinação dessas variáveis. Não foram realizados estudos de planejamento estatístico experimental, como por exemplo, obtenção de modelos otimizados e superfícies de resposta.

Tabela 3.3 - Organização dos experimentos para o processo de umedecimento

Encolog	Variáveis do processo				
LIISalos	m _s (kg)	Q _{água} (mL/min)	u_0 - u_{mf} (m/s)		
1	0,90	6,0	0,16		
2	0,90	10,0	0,16		
3	0,90	10,0	0,20		
4	0,90	6,0	0,20		
5	0,75	8,0	0,18		
6	0,60	6,0	0,20		
7	0,75	8,0	0,18		
8	0,60	10,0	0,16		
9	0,75	8,0	0,18		
10	0,60	10,0	0,20		
11	0,60	6,0	0,16		

Os procedimentos para os ensaios de umedecimento do leito seguiram as seguintes etapas:

- Primeiramente a coluna de fluidização é alimentada com a massa de celulose microcristalina definida anteriormente;

- Em seguida, a vazão de ar do soprador é ajustada pelo inversor de freqüência para garantir uma condição de regime de fluidização do tipo borbulhante simples ou múltipla;

- A temperatura do ar no *plenum* é então mantida em 70°C por um conjunto de resistências elétricas e controlada por um regulador PID;

- O ar de atomização é fornecido por um compressor do tipo pistão (Schulz, CSA 7,8/25) de 1,5 hp de potência e passa através de um bico atomizador do tipo duplo fluido (Spraying Systems, SU12A) mostrado na Figura 3.11. A pressão de atomização fornecida por este sistema foi fixada em 15 psig para ambos os ensaios de umedecimento e recobrimento.

 A vazão de água é fornecida por uma bomba peristáltica (Cole Parmer, 7523-40, Masterflex L/S) e é transportada continuamente para o leito através de um tubo de silicone (Masterflex, 06409-14) de 1,4 mm.



Figura 3.11 – Componentes do bico atomizador.

- O sistema de aquisição de dados é acionado e são realizadas quatro primeiras leituras de sinais de pressão na condição de regime de fluidização borbulhante múltipla sem

a adição de água no leito. A primeira leitura é feita para a determinação da velocidade superficial do ar de trabalho em cada ensaio, medindo a queda de pressão, a pressão a montante e a temperatura do ar na placa de orifício. Também são armazenados os valores da freqüência central da distribuição espectral e o sinal de flutuação de pressão em volts com dois loops de aquisição, ambos gravados em arquivos com extensão *txt*;

- Durante a execução dos ensaios são conduzidas anotações pelas observações visuais do comportamento fluidodinâmico das partículas no leito em cada arquivo *txt* gravado. Vídeos com tempo de aproximadamente 10 s também são gravados a fim de reforçar as constatações feitas na fluidodinâmica do processo;

- O término do ensaio é efetuado quando as partículas de celulose microcristalina encontram-se em regime de leito fixo, ou seja, quando ocorre o colapso total da fluidização.

3.4.3 Ensaios de recobrimento

O procedimento experimental para os ensaios de recobrimento em leito fluidizado é muito similar ao procedimento de umedecimento, diferenciando-se no fato de que no sistema de atomização é usada uma suspensão polimérica onde o componente básico é a substância Eudragit® L30-D55. O Eudragit® é um polímero aniônico com o ácido metacrílico como um grupo funcional, extensamente utilizado na indústria farmacêutica para o recobrimento de comprimidos. Muitas drogas farmacêuticas causam grandes irritações no estômago devido as suas características químicas e outras sofrem mudanças em sua estrutura química devido ao ácido gástrico diminuindo a sua eficiência no organismo humano. Portanto, o Eudragit® é empregado como filme de recobrimento, pois melhora o processo de absorção das substâncias ativas do medicamento. Entre outras vantagens do uso deste polímero em processos de recobrimento está a boa estabilidade conferida ao produto para fins de armazenamento. A estrutura química deste polímero é mostrada na Figura 3.12.



Figura 3.12 - Estrutura química da substância Eudragit®.

A formulação para o preparo da suspensão polimérica usada para o recobrimento de celulose microcristalina está baseada no trabalho desenvolvido por Donida (2000), que testou diversas formulações até conseguir obter um filme uniforme e liso no recobrimento de uréia utilizando leito de jorro. Silva (2003), Cunha (2004) e Silva (2006) empregaram esta suspensão para o recobrimento de celulose microcristalina em processos de fluidização e observaram que a celulose apresenta vantajosas características de afinidade para o recobrimento. Sendo assim, devido à eficácia já comprovada por outros autores, esta suspensão foi utilizada para o desenvolvimento do presente trabalho. A formulação é mostrada na Tabela 3.4.

Os componentes mostrados na Tabela 3.4 apresentam características específicas que melhoram o processo de recobrimento da suspensão sobre a partícula. Os reagentes PEG 6000 (polietileno glicol) e citrato de trietila são agentes plastificantes e têm a função de conferir maior flexibilidade ao filme de recobrimento para suportar as tensões mecânicas. O talco e o estearato de magnésio previnem que a película fique pegajosa, reduzindo assim a aglutinação das películas quando secas e tornando a superfície da partícula lisa. O dióxido de titânio (TiO₂) é importante pelas suas propriedades ópticas. É o pigmento branco mais brilhante e apresenta grande opacidade, sendo utilizado para realçar a brancura e a opacidade do corante no recobrimento. O TiO₂ também aumenta a durabilidade da película. O corante é utilizado para melhorar a estética do produto e especialmente para permitir boa visualização da película por microscopia. A água tem função na deposição dos reagentes sobre a superfície da partícula, dando uniformidade à película.

63

Reagentes	(%) em massa		
Eudragit L30-D55	16,70		
PEG 6000	0,75		
Talco	2,75		
Estearato de Magnésio	1,00		
Dióxido de Titânio	1,20		
Corante	0,80		
Citrato de Trietila	0,50		
Água Destilada	76,30		

Tabela 3.4 – Composição química da suspensão de recobrimento (Donida, 2000)

O procedimento detalhado para o preparo da suspensão polimérica é descrito por Silva (2003). O procedimento consiste no preparo de duas suspensões. A primeira suspensão sem o polímero Eudragit L30-D55 é preparada sob agitação mecânica seguindo a ordem de mistura mostrada na Figura 3.13. Esta suspensão é ainda levada a um moinho coloidal OSMEC (motor ³/₄ cv e 3470 rpm) do Laboratório de Fluidodinâmica e Secagem da FEQ UNICAMP (Figura 3.14), para a redução do tamanho das partículas a fim que não ocorra o entupimento do bico atomizador durante o ensaio, implicando na paralisação do processo e perda de celulose microcristalina.



Figura 3.13 – Fluxograma das etapas para o preparo da suspensão 1.



Figura 3.14 – Fotografia do moinho coloidal.

A segunda suspensão é preparada sob agitação magnética, uma vez que o Eudragit® se submetido à intensa agitação mecânica modifica o seu comportamento reológico, tornando a suspensão de recobrimento gelatinosa o que inviabiliza o seu transporte e atomização. Nesta etapa de preparo, são então adicionadas a massa restante de água (381,5 g) e finalmente a massa de Eudragit (167 g). A suspensão 2 obtida é misturada a suspensão 1 (obtida do moinho coloidal) obtendo-se assim a solução definitiva para ser usada no processo de recobrimento. Esta suspensão é ainda agitada magneticamente por 30 minutos e permanece em repouso por 24 horas para a redução da espuma formada. A Figura 3.15 mostra estas etapas descritas anteriormente para a preparação da suspensão definitiva de recobrimento.



Figura 3.15 – Fluxograma para o preparo da suspensão de recobrimento.

Após o preparo da suspensão de recobrimento, são retiradas duas amostras de 8 mL a fim de se analisar o teor de sólidos presentes. O procedimento consiste na pesagem das amostras, que em seguida são levadas à estufa na temperatura de 105°C por 24 horas para a secagem. Segundo Silva (2003), a determinação do teor de sólidos é importante, pois mesmo em pequenas quantidades os sólidos em suspensão podem modificar significativamente a eficiência do processo de recobrimento. O sistema experimental é mostrado na Figura 3.16.



Figura 3.16 – Fotografia do sistema experimental utilizado para o processo de recobrimento.

3.4.4 Descrição dos ensaios de sintonia dos controladores

Para a implementação do sistema de controle no processo de recobrimento de celulose microcristalina em leito fluidizado gás-sólido nenhum equipamento adicional foi instalado no processo, apenas foi desenvolvido um novo programa em LabView 7.1TM para a aquisição dos sinais de flutuação de pressão no leito, processamento dos sinais empregando a metodologia de análise espectral Gaussiana e implementação do projeto de controle utilizando o algoritmo matemático de controladores PID (*Advanced PID*)

Algorithm) disponível em um *Toolkit* da empresa National Instruments[™]. As Figuras 3.17 (a) e (b) mostram as funções de controle PID disponíveis em LabView 7.1[™].



Figura 3.17 – (a) *Palettes* das funções de controle para implementação de algoritmo PID.
(b) *Palette* do *Advanced PID Algorithm*. FONTE: LabView 7.1TM.

A função de controle *PID Advanced* implementa um controlador PID sob a forma de um somatório, onde as ações proporcional, integral e derivativa são computadas separadamente e depois somadas, para compor a saída do controlador, da seguinte forma:

$$u(k) = u_{P}(k) + u_{I}(k) + u_{D}(k)$$
(3.17)

Em que, as ações de controle proporcional, integral e derivativa são calculadas conforme as seguintes equações:

Ação proporcional: $u_P(k) = K_C e(k)$ (3.18)

Ação integral:
$$u_{I}(k) = \frac{K_{C}}{\tau_{i}} \int_{0}^{t} e(k) dt = \frac{K_{C}}{\tau_{i}} \sum_{i=1}^{k} \left[\frac{e(i) - e(i-1)}{2} \right] \Delta t$$
 (3.19)

Ação derivativa: $u_D(k) = K_C \tau_D \frac{de}{dt} = -K_C \frac{\tau_D}{\Delta t} \left[PV_f(k) - PV_f(k-1) \right]$ (3.20)

Cálculo do erro das ações: $e(k) = [SP - PV_f(k)] \left[L + (1 - L) \frac{|SP - PV_f(k)|}{SP_{range}} \right]$ (3.21)

A tela de supervisão do programa utilizado em LabView 7.1TM para o controle do processo de recobrimento está mostrada na Figura 3.18. Nesta encontram-se as informações necessárias para a aquisição do sinal de flutuação de pressão (número de amostras e taxa de amostragem) e monitoramento das variáveis manipuladas e controlada pelo sistema de controle. Os parâmetros, as faixas de *setpoint* e de saída dos controladores para o inversor de freqüência e para a bomba peristáltica são inicializados.



Figura 3.18 – Tela de supervisão do programa para o controle do processo de recobrimento. FONTE: LabView 7.1TM.

Para manter a fluidização em condições estáveis de regime borbulhante múltiplo durante as operações de recobrimento de partículas em leitos fluidizados gás-sólido, as variáveis do processo que mais influenciam na fluidez do leito são a velocidade superficial do ar que promove a fluidização e a vazão de líquido de recobrimento. Portanto, as variáveis manipuladas escolhidas para a construção do sistema de controle foram os sinais elétricos de saída em volts (V) para o inversor de freqüência que controla a rotação do motor do soprador de ar e da bomba peristáltica que transporta a suspensão de recobrimento para dentro do leito. Logo, dois controladores PID foram utilizados e conseqüentemente dois estudos de sintonia de controle do processo foram realizados.

Foram verificados diferentes regimes fluidodinâmicos com a evolução temporal da freqüência média Gaussiana a partir da aplicação da metodologia de análise espectral desenvolvida por Parise (2007), nos ensaios de umedecimento e recobrimento de celulose microcristalina em leito fluidizado, como será mostrado detalhadamente no Capítulo 4. A freqüência central é sensível às mudanças de regimes de fluidização e exibe uma faixa de fluidização estável em regime borbulhante que foi usada como *setpoint range* dos controladores e se mantém inalterada independentemente das condições de operação do processo, e por estas razões foi escolhida como variável controlada pelo sistema de controle. Para a implementação do controle do processo em LabView 7.1TM utilizando o algoritmo *PID Advanced* a freqüência central (*process variable*) em Hertz foi transformada para unidades percentuais. A transformação foi realizada considerando que a máxima freqüência central obtida nos ensaios com celulose microcristalina em leito fluidizado gássólido foi de 7,0 Hz, correspondendo a um valor de 100% na variável controlada.

Para a realização dos ensaios de controle do processo de recobrimento de celulose microcristalina com suspensão polimérica em malha fechada, os parâmetros de ação proporcional (K_C), integral (τ_I) e derivativo (τ_D) dos controladores foram determinados.

Na sintonia do controlador para o inversor de freqüência utilizou-se o método de Åström e Hägglund. Realizou-se um experimento em malha aberta com 0,90 kg de celulose microcristalina sem a adição de suspensão de recobrimento no leito na temperatura de 70°C do ar na câmara *plenum*. Perturbações do tipo degrau no sinal de saída em volts para o inversor de freqüência foram executadas. As oscilações foram sustentadas em períodos de tempo de 60 s variando o sinal de saída na variável manipulada de 3,0 V (12,18 Hz) para 7,0 V (28,60 Hz). Portanto, a amplitude do chaveamento (d) na variável manipulada foi de 4,0 V. Observando a resposta da variável controlada, determinou-se a amplitude (a) pico a pico da oscilação e o período crítico (P_u) da perturbação, que possibilitaram a determinação do ganho crítico (K_u) e dos parâmetros K_c, $\tau_{I} e \tau_{D}$ através das equações de Ziegler-Nichols.

Na sintonia do controlador para a bomba peristáltica utilizou-se o método da curva de reação. Realizou-se um experimento em malha aberta também com 0,90 kg de celulose microcristalina no leito. Iniciou-se com a condição de regime de fluidização borbulhante múltiplo com o inversor de freqüência acionado em 23,5 Hz, onde a temperatura do ar na

câmara *plenum* foi mantida em 70°C e suspensão de recobrimento foi continuamente atomizada para dentro do leito, onde o sinal de saída para a bomba era de 1,6 V que corresponde à vazão volumétrica de 10 mL/min. A atomização permaneceu por 166 s quando então uma perturbação do tipo degrau foi aplicada, levando a variável manipulada para um novo patamar de 6,2 V referentes a 40 mL/min de alimentação de suspensão, que conduziu a defluidização do leito. A curva da freqüência central de desvio (y) obtida foi ajustada a um modelo de primeira ordem com tempo morto, obtendo-se assim os seguintes parâmetros: ganho estático do processo (K_p), constante de tempo (τ) e tempo morto (θ). As equações de Ziegler-Nichols desenvolvidas para a técnica da curva de reação foram utilizadas para o cálculo dos parâmetros K_C, $\tau_{I} e \tau_{D}$.

A partir dos ensaios de sintonia realizados optou-se pela utilização de um controle do processo com oscilações menos agressivas nas variáveis manipuladas, evitando assim um grande esforço em termos de energia para o motor do soprador e para a bomba peristáltica, já que a própria variável controlada oscila fortemente durante o processo de recobrimento exigindo dos controladores grande atuação.

Após um ajuste fino dos parâmetros dos controladores determinados pelas técnicas de sintonia acima, foram selecionados os quatro primeiros experimentos de recobrimento da Tabela 3.3 para serem realizados em malha fechada utilizando-se algoritmo PID, a fim de manter a fluidização em condições estáveis de regime borbulhante por um tempo de residência maior e evitar assim a chegada antecipada da defluidização do leito. Também foram realizadas repetições destes experimentos sem o sistema de controle a fim de se obter comparações sobre as condições fluidodinâmicas obtidas durante a evolução dos processos.

A Tabela 3.5 mostra as faixas de saída dos controladores definidas para tentar garantir a estabilidade do regime de fluidização durante o processo de recobrimento. Em LabView 7.1TM utilizando a função de controle *PID Advanced* há uma saída em nível baixo e alto, assim o controlador atua na variável manipulada entre esses limites. Para o controlador do inversor de freqüência, a saída para o nível baixo foi definida como a condição de operação utilizada nos experimentos sem a implementação do controle no processo e para o nível alto definiu-se um sinal máximo de 7,0 V (28,6 Hz – 1410 rpm do motor do soprador), que produz um regime de fluidização borbulhante explosivo. Para o controlador da bomba peristáltica, o nível baixo foi mantido em 0,5 V (3,0 mL/min) a fim

de minimizar a vazão de suspensão dentro do leito em condições de defluidização e para o nível alto foi usada a condição de operação dos experimentos sem o controle.

	Variáveis do processo		Faixa de Saída do Controlador				
Ensaios	193	m _s Q _{susp} (kg) (mL/min)	u ₀ -u _{mf} (m/s)	Inversor de Freqüência		Bomba Peristáltica	
Controle	m _s (kg)			Tensão (V)	Freqüência (Hz)	Tensão (V)	Vazão (mL/min)
1*	0,90	10,0	0,20	5,75 - 7,0	23,5 - 28,6	0,5 – 1,6	3,0 - 10,0
2*	0,90	10,0	0,16	4,55 – 7,0	18,5 – 28,6	0,5 – 1,6	3,0 - 10,0
3*	0,90	6,0	0,20	5,75 - 7,0	23,5 - 28,6	0,5 – 0,9	3,0-6,0
4*	0,90	6,0	0,16	4,55 – 7,0	18,5 – 28,6	0,5 - 0,9	3,0-6,0

Tabela 3.5 – Faixas de saída para as variáveis manipuladas pelo sistema de controle

A escolha para a implementação do sistema de controle nestas condições operacionais de massa de celulose microcristalina (Tabela 3.5) se deve ao fato de que a metodologia de análise espectral Gaussiana apresentou uma melhor aplicabilidade para o estudo da região onde o leito tende a defluidização, quando a relação altura do leito fixo diâmetro interno da coluna (H/D) está próxima da unidade, associado também as propriedades como diâmetro médio e densidade aparente da celulose, tal como foi verificado por Parise (2007). A relação H/D utilizando uma massa de 0,90 kg de celulose microcristalina é de aproximadamente 0,8.

Foram realizadas análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV), modelo LEO 440i, para as amostras de celulose recobertas referentes ao Ensaio 1*, com e sem a implementação do sistema de controle a fim de se obter comparações quanto a aspectos morfológicos do filme de recobrimento obtido. As amostras receberam recobrimento em ouro *sputtering* e foram obtidas micrografias com aumento de 500X para cada amostra. Análises de microscopia óptica (MO) para o Ensaio 1* também foram executadas com o mesmo objetivo, em microscópio óptico Cole Parmer modelo 48920-20, acoplado a um sistema de aquisição de microfotografias, Cole Parmer NTSC (Color Vídeo Câmera) modelo 49901-30.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos dos ensaios experimentais realizados para as diferentes massas de celulose microcristalina utilizadas que permitiram a determinação da velocidade de mínima fluidização através da aplicação da metodologia de análise espectral Gaussiana dos sinais de flutuação de pressão.

Os resultados obtidos dos ensaios de umedecimento e recobrimento de celulose microcristalina variando as condições de operação do processo possibilitaram o monitoramento e verificação de diferentes regimes de fluidização aplicando a metodologia de análise espectral Gaussiana, bem como a implementação de uma estratégia de controle baseada em algoritmo PID para processo de recobrimento, que visou evitar o fenômeno de defluidização do leito.

4.1 Ensaios fluidodinâmicos

Para os ensaios fluidodinâmicos foram usadas três massas diferentes de celulose microcristalina e o exame das Figuras 4.1 a 4.3 mostrou claramente o momento da defluidização do leito, que ocorre quando há uma queda significativa no valor da freqüência média Gaussiana, que por comparação com a curva fluidodinâmica obtida pela redução da velocidade superficial do ar caracteriza a região de mínima fluidização. As linhas tracejadas demarcam o regime correspondente ao leito fixo, em que a freqüência central situa-se entre 6,0 e 6,5 Hz, e o regime de leito fluidizado, onde a freqüência central varia fortemente. A redução na velocidade superficial do ar diminui a freqüência central de um patamar de 6,0 Hz que quantifica o regime de leito fluidizado para valores em torno de 4,5 Hz, e até mais baixos como para o caso da massa de 0,90 kg, que correspondem à condição de mínima fluidização.

Foi verificado que a freqüência central apresenta uma maior sensibilidade à mudança de regime de fluidização do leito do que o desvio padrão da distribuição espectral, o qual sofre um ligeiro aumento na transição. Estes resultados são similares aos obtidos por Parise et al. (2008), que utilizando esta mesma metodologia e granulometria de celulose

microcristalina, determinou a região de defluidização, no entanto, a temperatura ambiente. Portanto, na temperatura do ar de 70°C, a velocidade de mínima fluidização de celulose microcristalina com diâmetro médio de 325 μ m situa-se em torno de 0,030 m/s.



Figura 4.1 – Evolução da freqüência média Gaussiana, desvio padrão da distribuição espectral e curva fluidodinâmica. $m_s = 0,60 \text{ kg}, T = 70^{\circ}\text{C}, d_p = 325 \ \mu\text{m}.$



Figura 4.2 – Evolução da freqüência média Gaussiana, desvio padrão da distribuição espectral e curva fluidodinâmica. $m_s = 0.75 \text{ kg}$, $T = 70^{\circ}\text{C}$, $d_p = 325 \,\mu\text{m}$.



Figura 4.3 – Evolução da freqüência média Gaussiana, desvio padrão da distribuição espectral e curva fluidodinâmica. $m_s = 0.90 \text{ kg}$, T = 70°C, $d_p = 325 \mu m$.

4.2 Ensaios de umedecimento

Resultados para diferentes ensaios de umedecimento, variando a massa de celulose microcristalina (m_s), vazão volumétrica de água atomizada sobre o leito (Q_a) e o excesso de velocidade do ar em relação à mínima fluidização (u₀-u_{mf}), foram obtidos utilizando a metodologia de análise espectral Gaussiana proposta por Parise et al. (2008), a fim de identificar variáveis de processo que pudessem evidenciar a região de defluidização do leito. Estes ensaios constituíram uma etapa preliminar para o estudo do processo de recobrimento de celulose microcristalina com suspensão polimérica aquosa a base de Eudragit®, que visou implementar um sistema de controle em tempo real para evitar defluidização desse processo.

O objetivo desses ensaios foi conduzir à defluidização e aglomeração total das partículas no leito, partindo de uma condição estável de processo em regime de fluidização borbulhante múltiplo, pois estas situações indesejáveis ocorrem comumente em plantas indústrias e em laboratório diminuindo a eficiência dos processos de recobrimento de partículas e influenciando diretamente na qualidade dos produtos.

A Figura 4.4 mostra a evolução da freqüência média Gaussiana em função do tempo de umedecimento do leito, nas condições de processo de 0,90 kg de celulose microcristalina, 6,0 mL/min de vazão de água atomizada e 0,16 m/s de excesso de velocidade do ar em relação à mínima fluidização. Pode ser visualizado desta figura que o regime de leito fluidizado permanece até 39 min de processo. No tempo seguinte (40 min), ocorre uma queda da freqüência para um valor de 5,6 Hz, que por observações visuais e filmagens do leito, é verificado uma diminuição das bolhas e da movimentação do leito, o aparecimento de pequenos *slugs* e a fluidização passa a ocorrer apenas na parte superior, isto é, começam a surgir grandes modificações na fluidodinâmica do leito. A região de defluidização é caracterizada por alterações significativas no valor da freqüência média Gaussiana, que com o passar do tempo atinge valores baixos, em torno de 2,5 Hz, onde leito encontra-se praticamente na condição de mínima fluidização, em função do excesso de umidade que o deixou mais pesado. O regime correspondente ao leito fixo, onde ocorreu a aglomeração das partículas é verificado com 119 min de processo, e a freqüência central passa a oscilar em torno de 6,5 Hz. Vale ressaltar que a condição de leito fluidizado borbulhante múltiplo não foi obtida nestas condições de operação em função da baixa velocidade superficial do ar.



Figura 4.4 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,90$ kg, $Q_{água} = 6,0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0,16$ m/s, $T = 70^{\circ}$ C e $P_{atmiz} = 15$ psig.

A Figura 4.5 mostra a variação de um fator de fluidização ($\sigma/F_p/A_{leito}$) que relaciona o desvio padrão da distribuição espectral de pressão (σ) com o peso das partículas (F_p) e a área de seção transversal do leito (A_{leito}), durante o processo de umedecimento. Este fator também exibe mudanças significativas durante o processo, evidenciando as transições de regime de fluidização.



Figura 4.5 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0.90 \text{ kg}$, $Q_{água} = 6.0 \text{ mL/min}$, u_0 - $u_{mf} = 0.16 \text{ m/s}$, $T = 70^{\circ}\text{C}$ e $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}$.

A Figura 4.6 também exibe a evolução da freqüência média Gaussiana com o tempo de umedecimento do leito, nas condições de processo de 0,75 kg de celulose microcristalina, 8,0 mL/min de vazão de água atomizada e 0,18 m/s de excesso de velocidade do ar em relação à mínima fluidização. É observado que o regime de leito fluidizado borbulhante múltiplo permanece por cerca de 28 min de processo, quando então há uma queda da freqüência para um valor de 5,4 Hz, que pelas observações visuais e filmagens do leito, ocorreu devido a uma diminuição do borbulhamento e formação de pequenos aglomerados de partículas, com regiões do leito sem movimentação. Na região de defluidização, o leito encontra mais dificuldades em fluidizar devido o grande conteúdo de umidade, mas o ar ainda consegue romper a massa de celulose microcristalina aglomerada na tentativa de fluidizar e, por isto, a freqüência central oscila bastante nesta região. O

regime de leito fixo é observado com 77 min de processo, e a freqüência central passa a oscilar em torno de 6,0 Hz. O fator de fluidização como pode ser visto da Figura 4.7 mantém características muito similares as obtidas no ensaio anterior, mostrando os diferentes regimes de fluidização durante o processo.



Figura 4.6 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,75$ kg, $Q_{água} = 8,0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0,18$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.



Figura 4.7 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0.75$ kg, $Q_{água} = 8.0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0.18$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.

Para as condições de processo de 0,60 kg de celulose microcristalina, 6,0 mL/min de vazão de água atomizada e 0,20 m/s de excesso de velocidade do ar em relação à mínima fluidização, o comportamento da freqüência média Gaussiana durante o processo pode ser visto da Figura 4.8. É observado que o regime de leito fluidizado borbulhante múltiplo mantém-se estável durante 67 min. Uma queda da freqüência para um valor em torno de 5,7 Hz refletiu o que estava acontecendo dentro do leito, que através das observações visuais e filmagens pôde-se perceber uma acentuada diminuição do movimento de fluidização. Dentro da região de defluidização, o leito chega a condições muito próximas a de mínima fluidização. A aglomeração total das partículas acontece com 126 min de processo, e a freqüência central oscila em torno de 6,0 Hz.



Figura 4.8 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,60$ kg, $Q_{água} = 6,0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0,20$ m/s, T = 70°C e P_{atmiz} = 15 psig.

A análise do fator de fluidização ratifica as mudanças de regime que estão ocorrendo. Pode ser observado que este fator exibe uma faixa que varia de 0,02 a 0,04 para o regime de fluidização borbulhante múltipla que independe das condições operacionais. Na região de defluidização este fator sai dessa faixa, e quando as partículas estão totalmente aglomeradas, ou seja, em regime de leito fixo, o valor deste permanece em torno

de 0,015. Isto indica uma boa proposta para o desenvolvimento do sistema de controle, onde um controlador poderá manter o regime de fluidização em condições estáveis dentro de uma faixa de freqüência central ou do fator de fluidização.



Figura 4.9 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,60$ kg, $Q_{água} = 6,0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0,20$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.

Os demais resultados dos perfis da frequência média Gaussiana e do fator de fluidização para os ensaios de umedecimento do leito encontram-se no Apêndice A.

4.3 Ensaios de recobrimento

Para os ensaios de recobrimento de celulose microcristalina observou-se um comportamento muito similar aos resultados obtidos dos ensaios de umedecimento a partir da aplicação da metodologia de análise espectral Gaussiana com as diferentes condições operacionais estudadas, como pode ser visto em alguns dos ensaios mostrados nas Figuras 4.10 a 4.15.

A Figura 4.10 exibe a evolução da freqüência media Gaussiana durante o processo de recobrimento de celulose microcristalina com suspensão polimérica a base de

Eudragit®. É observado que condições estáveis de fluidização, sem a formação de aglomerados, canais preferenciais e regiões sem movimentação permanecem durante 42 min de processo. Este regime estável é obtido com a freqüência central oscilando em torno de 6,5 a 7,0 Hz, tal como foi obtido nos ensaios apenas de umedecimento do leito. Quando a freqüência central começa a cair é um indicativo de que o leito torna-se cada vez mais úmido, chegando a condições similares as de mínima fluidização e entrando em colapso com 58 min, e a freqüência central passa a oscilar acima de 6,5 Hz, quando então se instala um regime de leito fixo.



Figura 4.10 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,90 \text{ kg}, Q_{susp} = 6,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,16 \text{ m/s},$ T = 70°C e P_{atmiz} = 15 psig.

Na Figura 4.11 é mostrada a evolução do fator de fluidização. É verificado um comportamento similar ao obtido para o ensaio de umedecimento nas mesmas condições operacionais. O regime de fluidização permanece estável dentro da faixa desse fator que varia de 0,022 a 0,036. Na região de defluidização ocorrem grandes variações até o colapso do leito em que este fator assume valores em torno de 0,015.

Como pode ser visto da Figura 4.12, a freqüência media Gaussiana oscila em torno de 6,0 a 6,5 Hz e houve uma estabilidade do regime de fluidização durante 74 min de

recobrimento, quando então mudanças significativas passaram a ocorrer, pois o leito começou a entrar em colapso, em função da formação de canais preferenciais e zonas com pouca movimentação. O leito atingiu um valor de freqüência central em torno de 3,5 Hz, que refletiu condições de mínima fluidização.



Figura 4.11 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0.90$ kg, $Q_{susp} = 6.0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0.16$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.



Figura 4.12 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0.90 \text{ kg}$, $Q_{susp} = 6.0 \text{ mL/min}$, u_0 - $u_{mf} = 0.20 \text{ m/s}$, $T = 70^{\circ}\text{C}$ e $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}$.

A Figura 4.13 mostra a evolução do fator de fluidização. Também pôde ser notada a região de defluidização, onde o fator atingiu valores fora da faixa constantemente obtida nos demais ensaios para o regime de fluidização em condições estáveis de borbulhamento múltiplo, demarcada pelas linhas tracejadas horizontais. Indicando mais uma vez a eficácia da metodologia de análise espectral Gaussiana para a aplicação no monitoramento em tempo real da qualidade do regime de fluidização durante o processo de recobrimento estudado.



Figura 4.13 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0.90$ kg, $Q_{susp} = 6.0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0.20$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.

Pelo exame da Figura 4.14, percebe-se claramente as transições de regimes de fluidização que ocorrem durante o processo de recobrimento de celulose microcristalina, através da evolução temporal da freqüência central da distribuição espectral de pressão. Leito fluidizado borbulhante é observado até os primeiros 23 minutos de processo, quando então o leito entra em defluidização e com 35 minutos as partículas de celulose já se encontram totalmente aglomeradas. O fator de fluidização (Figura 4.15) não mostrou alterações na região de defluidização, mas apenas o regime correspondente ao leito fixo onde este fator assume valores em torno de 0,015 foi precisamente definido.



Figura 4.14 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0.90 \text{ kg}$, $Q_{susp} = 10.0 \text{ mL/min}$, u_0 - $u_{mf} = 0.16 \text{ m/s}$, $T = 70^{\circ}\text{C}$ e $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}$.



Figura 4.15 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,90 \text{ kg}, Q_{susp} = 10,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,16 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}\text{C} \text{ e}$ $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$

Os demais resultados dos perfis da frequência média Gaussiana e do fator de fluidização para os ensaios de recobrimento encontram-se no Apêndice B.

4.4 Implementação da estratégia de controle para o processo de recobrimento de celulose microcristalina em leito fluidizado gás-sólido

4.4.1 Definição da variável controlada, variáveis manipuladas e setpoint dos controladores

Os resultados obtidos para os ensaios de umedecimento e recobrimento de celulose microcristalina em leito fluidizado gás-sólido aplicando a metodologia de análise espectral Gaussiana dos sinais de flutuação de pressão mostraram um alto potencial para a implementação de um sistema de controle para estes processos, pois a freqüência central da distribuição espectral e o fator de fluidização exibiram mudanças significativas frente aos diferentes regimes de fluidização que surgem durante a evolução desses processos. Em especial, a freqüência média Gaussiana apresenta a particularidade em definir com maior rapidez quando o sistema encontra-se em regime de fluidização estável ou se está entrando em defluidização, capturando os instantes iniciais do aparecimento destas condições indesejáveis e, por esta razão a freqüência central foi escolhida como variável controlada pelo sistema de controle.

O fator de fluidização sofre mudanças mais significativas quando o leito já se encontra na região de defluidização, podendo ser usado como um parâmetro auxiliar para identificar o colapso do leito, pois o regime de leito fixo é observado em valores abaixo de 0,020 deste fator. Uma desvantagem da freqüência central é que esta apresenta a mesma faixa de variação tanto para o leito fixo quanto para o leito fluidizado em condições estáveis, o que impossibilitaria diferenciar os dois regimes, em uma determinada ocorrência de colapso do leito. No entanto, o fator de fluidização não foi explorado na implementação do sistema de controle, uma vez que a manutenção da frequência central acima de 6,0 Hz (85%) é garantia de que um regime de fluidização borbulhante está operando no processo de recobrimento.

O regime de leito fluidizado borbulhante é a condição ideal para um processo de recobrimento de partículas, em função da grande mistura e das trocas de calor e de massa que são intensificadas. Este regime para a celulose microcristalina sendo recoberta por suspensão aquosa polimérica de Eudragit® ocorre dentro de uma faixa de freqüência
central que vai de 6,0 a 7,0 Hz e se mantém até que o excesso de umidade dentro do leito acabe por defluidizá-lo, quando então a freqüência central sai desta faixa, independentemente das condições operacionais utilizadas e retorna a oscilar dentro da mesma faixa do leito fluidizado, no entanto, em regime de leito fixo. As Figuras 4.16 a e b mostram a faixa escolhida para a definição do *setpoint* dos controladores em termos de freqüência em Hertz (lado esquerdo) e em termos percentuais (lado direito) para a implementação do sistema de controle em LabView 7.1TM.



(b) $m_s = 0.90 \text{ kg}$, $Q_{susp} = 6.0 \text{ mL/min e } u_0 - u_{mf} = 0.20 \text{ m/s}$

Figura 4.16 – Freqüência central em Hertz e em termos percentuais (%) durante o processo de recobrimento.

A Figura 4.17 exibe um esquema simplificado da configuração do sistema de controle baseado em um algoritmo PID convencional implementado para o processo de recobrimento de celulose microcristalina, empregando a freqüência central como variável

controlada e a vazão de ar do soprador e da bomba peristáltica como variáveis manipuladas. A freqüência central em porcentagem é constantemente comparada com a faixa de *setpoint* definida. Quando há um erro (diferença entre o valor medido e a faixa de operação desejada de freqüência), os controladores atuam ajustando as variáveis manipuladas (sinais de comando em volts para o inversor e para a bomba), a fim de minimizá-lo e restabelecer a condição desejada. A atuação do controlador no inversor de freqüência se processa no sentido do aumento da vazão de ar quando a freqüência central cai para valores abaixo da faixa de *setpoint* estipulada, o que indica que o leito está entrando em defluidização. A atuação do controlador para a bomba peristáltica é realizada no sentido da diminuição da vazão de suspensão de recobrimento quando a freqüência central sai da faixa de *setpoint*.



Figura 4.17 – Estrutura do sistema de controle PID multimalha para o processo de recobrimento de celulose microcristalina.

4.4.2 Sintonia dos controladores utilizando algoritmo PID avançado

Dois estudos de sintonia dos controladores para o processo de recobrimento de celulose microcristalina em leito fluidizado foram realizados. As variáveis manipuladas foram: a vazão de ar do soprador (sinal de comando em volts para o inversor de freqüência) e a vazão de suspensão de recobrimento (sinal de comando em volts para a bomba peristáltica).

4.4.2.1 Sintonia do controlador para o inversor de freqüência (sem adição de suspensão de recobrimento)

Foi utilizado na sintonia da malha de controle da vazão de ar do soprador o método de Åström e Hägglund, que consiste em provocar oscilações periódicas na variável controlada através de perturbações no sinal de comando em volts para o inversor de freqüência entre dois valores de referência e calcular o ganho crítico (K_{μ}). A Figura 4.18 mostra a resposta da freqüência central em termos percentuais obtida a partir da aplicação deste método no processo, com 0,90 kg de celulose microcristalina seca (sem a adição de suspensão de recobrimento) no leito. As oscilações sustentadas em períodos de tempo de 60 s foram definidas com o objetivo de fazer o processo variar de condições muito similares a um regime de mínima fluidização com o sinal de saída na variável manipulada em 3,0 V (12,18 Hz), para condições de fluidização borbulhante explosiva com sinal de saída na variável manipulada em 7,0 V (28,60 Hz). Condições de mínima fluidização a seco são obtidas com freqüência central em torno de 4,5 Hz (64,28 %) e fluidização borbulhante explosiva em torno de 6,5 Hz (92,86 %). Pelo exame da Figura 4.18, pode-se observar uma dificuldade em manter a variável controlada nos regimes definidos pelo chaveamento da variável manipulada em função da natureza caótica da fluidização, no entanto, houve boa resposta da freqüência central às perturbações aplicadas.

Os valores do período crítico (P_u) e do ganho crítico (K_u) determinados pelo método de Åström e Hägglund permitiram o cálculo dos parâmetros dos controladores P, PI e PID utilizando-se as equações do método "*continuos cycling*" de Ziegler-Nichols e, estão mostrados na Tabela 4.1.

Parâmetros do Método	d (V)	a (%)		P _u (s)	K _u (V/%)	
	4,0	10		112,5	0,25	
Tipo do Controlador	Р	PI		PID		
Parâmetros do Controlador (Ziegler-Nichols)	K _C (V/%)	K _C (V/%)	$\tau_{I}(s)$	K _C (V/%)	$\tau_{I}(s)$	$ au_{D}(s)$
	0,12	0,11	93,75	0,15	56,25	14,06

Tabela 4.1 – Parâmetros do controlador para o inversor. Método de Åström e Hägglund



Figura 4.18 – Resposta da variável controlada às perturbações oscilatórias na variável manipulada. Método de Åström e Hägglund. Condições operacionais: $m_s = 0.90$ kg, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.

A Figura 4.19 mostra a evolução da variável manipulada utilizando a massa de 0.90 kg de celulose microcristalina em regime de fluidização borbulhante, sem a adição de suspensão de recobrimento, que foi obtida a partir da implementação dos parâmetros determinados para o controlador PI, a fim de se verificar sua atuação. As faixas de saída mínima e máxima do controlador foram definidas como 5,75 V e 7,0 V, respectivamente. Pode ser observado que a atuação do controlador é sensível às mudanças que ocorrem na freqüência central. Em geral, freqüências centrais maiores ou iguais a 6,5 Hz (92,5 %), a variável manipulada é mantida em valores ao redor da saída baixa (5,75 V), o que representa uma atuação interessante e desejável durante o processo de recobrimento de celulose microcristalina para os instantes que antecedem ao aparecimento da região de defluidização. Quando a freqüência central apresenta valores abaixo dos 6,5 Hz, a atuação do controlador se processa no sentindo do aumento do sinal na variável manipulada e, dependendo da amplitude da queda, como por exemplo, picos de freqüência próximos ou abaixo da faixa mínima de *setpoint* definida (6,0 Hz \Leftrightarrow 85 %), a saída do controlador é elevada ao valor máximo de 7,0 V. Esta atuação do controlador é requerida durante o surgimento da região de defluidização, em que a freqüência central sai da faixa do setpoint

e a vazão de ar do soprador precisa ser aumentada a fim de o leito retorne as condições iniciais estáveis de fluidização e com isso o tempo do processo de recobrimento da celulose microcristalina pode ser aumentado, a fim de se obter uma camada de filme com uma espessura maior e partículas recobertas homogeamente.

Portanto, os parâmetros do controlador PI determinados para a malha de controle do inversor de freqüência foram considerados satisfatórios, pois apesar das grandes oscilações na freqüência central originadas da própria natureza randômica da operação de fluidização, houve uma atuação eficiente na variável manipulada que possibilitou captar as oscilações do processo, sempre restabelecendo a condição de fluidização desejada definida pela faixa de *setpoint*.



Figura 4.19 – Evolução do sinal do inversor sob a ação de um controlador PI ($K_C = 0,1 \text{ V}/\%$ e $\tau_I = 93,75 \text{ s}$). Condições operacionais: $m_s = 0,90 \text{ kg}$, $T = 70^{\circ}\text{C}$ e $P_{\text{atmiz}} = 15 \text{ psig}$.

A Figura 4.20 mostra que a utilização de um controlador PID provocou oscilações agressivas na variável manipulada em função da ação derivativa que ocasiona uma antecipação ao erro, de forma que o motor do soprador operou continuamente entre o limite máximo e mínimo, o que não representa uma condição estável de atuação e, por esta razão o controlador PI foi escolhido para a composição da malha de controle, pois este apresenta um melhor desempenho para sistemas oscilatórios. A ação derivativa frente a processos em

que a variável controlada é muito oscilatária, caso não seja devidamente sintonizada, acaba calculando desnecessariamente ações de comando elevadas, fenômeno este conhecido como saturação do controlador, o que talvez pudesse ser evitado usando ações chamadas de *Anti-Windup*, que consistem em atenuar o efeito produzido pela saturação do sinal de controle no desempenho do sistema ou baixar o valor da constante derivativa. Estas análises não foram realizadas visto que o controlador PI apresentou um bom desempenho.



Figura 4.20 – Evolução do sinal do inversor sob a ação de um controlador PID ($K_C = 0,15 \text{ V/\%}, \tau_I = 56,25 \text{ s e } \tau_D = 14,06 \text{ s}$). Condições operacionais: $m_s = 0,90 \text{ kg}, T = 70^{\circ}\text{C} \text{ e P}_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$

O critério de desempenho ITAE dos controladores PI e PID foi avaliado a fim de reforçar a tomada de decisão pela escolha do controlador PI para a implementação em malha fechada no processo de recobrimento. O valor deste critério para a atuação do controlador PI mostrada na Figura 4.19 foi de $1,07 \times 10^5 \text{ s}^2\%$, enquanto que para a atuação do controlador PID exibida na Figura 4.20 foi de $2,11 \times 10^5 \text{ s}^2\%$. Sendo o controlador PI de menor valor ITAE pode se afirmar que seu desempenho é mais satisfatório em contrapartida com o controlador PID.

Na tentativa de melhorar a atuação do controlador PI obtido e em função das grandes oscilações da variável controlada durante a operação de fluidização, que mesmo

em regime de borbulhamento estável exibia freqüências centrais abaixo da faixa do *setpoint* definido para o controlador, o que caracterizaria assim um estado de defluidização, foi proposta uma modificação na variável controlada para que o sistema de controle recebesse uma informação da dinâmica do leito fluidizado com uma amplitude de oscilação menor a fim de que a atuação sobre a variável manipulada fosse menos agressiva. Desta forma, para cada três pontos de dados de freqüência central em termos percentuais coletados durante o ensaio, um valor médio destes pontos foi obtido, e a freqüência central percentual com média dos três últimos pontos passou a ser a nova variável controlada na malha do inversor de freqüência.

A Figura 4.21 mostra um exemplo da redução obtida na amplitude da freqüência central em termos percentuais durante um teste a seco realizado em malha fechada com a celulose microcristalina apenas fluidizando em condições de regime de borbulhamento múltiplo e, observou-se uma redução considerável nos distanciamentos da freqüência central média em relação à faixa de *setpoint* definido para o controlador.



Figura 4.21 – Evolução da freqüência central (%) e da freqüência central média (%) em malha fechada. Condições operacionais do ensaio a seco: $m_s = 0,90$ kg, T = 70°C, $u_0-u_{mf} > 0,20$ m/s e $P_{atmiz} = 15$ psig.

Os parâmetros para os controladores PI e PID determinados pelo método de Åström e Hägglund foram re-submetidos a um novo teste em malha fechada nas mesmas condições operacionais dos ensaios anteriores, a fim de verificar o comportamento de atuação da variável manipulada através do emprego da freqüência central com média de 3 pontos (freqüência central média) como variável controlada pelo sistema.

A Figura 4.22 mostra que houve uma melhora significativa na atuação do controlador PI sob o sinal de comando para o inversor de freqüência, visto que quando a freqüência central média está dentro da faixa do *setpoint*, caracterizando assim um regime de fluidização estável, a variável manipulada manteve a saída do inversor em um nível praticamente constante, o que representa uma atuação ideal durante esta fase. Quando a freqüência central média está abaixo do *setpoint*, o que reflete uma situação de defluidização, o controlador atua gradativamente pelo aumento do sinal para o inversor e coloca mais ar dentro do leito, atuação esta de fundamental importância e que deve ser tomada durante esta fase.

A atuação do controlador PID (Figura 4.23) em malha fechada com a freqüência central média como variável controlada mostrou um comportamento similar ao obtido com a utilização da freqüência central apenas, visto que controlador continuou a exibir constantes atuações entre o limite mínimo e máximo de saída (5,75 a 7,0 V), o que não representa condições estáveis de operação. Observa-se que mesmo frente a pequenas quedas na freqüência central média dentro da região do *setpoint*, o controlador atuou elevando o sinal de comando para o inversor ao nível máximo de saída e, com qualquer pequena tendência de subida fora da faixa do *setpoint*, o controlador rebaixou o sinal para o nível mínimo. Explicações possíveis para estas atuações excessivas podem ser atribuídas à introdução do termo derivativo e a possobilidade de saturação do controlador.

O critério de desempenho ITAE dos controladores PI e PID novamente foi avaliado. O valor obtido para a atuação do controlador PI mostrada na Figura 4.22 foi de $1,36 \times 10^6 \text{ s}^2\%$, enquanto que para a atuação do controlador PID exibida na Figura 4.23 foi de $1,67 \times 10^6 \text{ s}^2\%$. O resultado de menor ITAE para o controlador PI confirma o seu desempenho mais satisfatório em relação ao controlador PID.



Figura 4.22 – Evolução do sinal do inversor sob a ação de um controlador PI ($K_C = 0,1 \text{ V}/\%$ e $\tau_I = 93,75 \text{ s}$) empregando a freqüência central média como variável controlada.



Figura 4.23 – Evolução do sinal do inversor sob a ação de um controlador PID ($K_C = 0,15 \text{ V}/\%$, $\tau_I = 56,25 \text{ s}$ e $\tau_D = 14,06 \text{ s}$) empregando a freqüência central média como variável controlada.

4.4.2.2 Sintonia do controlador para a bomba peristáltica (adição de suspensão no leito)

A determinação dos parâmetros do controlador para a malha de controle da bomba peristáltica foi realizada inicialmente pelo método da Curva de Reação (primeiro método de Ziegler-Nichols), que consiste em avaliar a resposta transiente da variável controlada em malha aberta aplicando-se uma perturbação do tipo degrau na variável manipulada. A Figura 4.24 exibe o comportamento da variável controlada em função do tempo quando o processo foi submetido a uma perturbação do tipo degrau com intensidade de 4,6 V na variável manipulada e, observa-se que um incremento de 30 mL/min na vazão de suspensão de recobrimento, dentro da condição de regime de fluidização borbulhante múltiplo, provocou a defluidização do leito, a qual foi detectada em função das quedas expressivas na freqüência central somente por volta dos 400 s do ensaio. Isto significa que o sistema apresenta um tempo morto considerável e, como a curva de resposta obtida assemelhou-se a um formato do tipo sigmoidal, a aplicação de um modelo de primeira ordem com tempo morto (FOPDT) para a identificação da dinâmica do processo serviu como um ponto de partida para a sintonia do controlador, juntamente com o emprego das equações de Ziegler-Nichols.



Figura 4.24 – Resposta da variável controlada à perturbação degrau na variável manipulada. Método da Curva de Reação. Condições operacionais: $m_s = 0,90$ kg, $u_0-u_{mf} = 0,20$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.

Pode ser visualizada na Figura 4.25, a evolução da curva de resposta da freqüência central de desvio em termos percentuais (y) ou como é comumente chamada na literatura de curva de reação do processo, que é definida como a diferença entre a variável controlada em um determinado instante e o valor do *setpoint*, juntamente com a curva de ajuste ao modelo FOPDT. Para a realização do ajuste dos dados a uma dinâmica de primeira ordem e a construção da freqüência central de desvio, o valor do *setpoint* foi definido como a média dos valores obtidos antes da aplicação da perturbação (90,22 % \Leftrightarrow 6,32 Hz), com o processo operando em regime de leito fluidizado borbulhante múltiplo e com alimentação contínua de 10 mL/min de suspensão de recobrimento.

Foram obtidos da curva de reação os parâmetros do modelo FOPDT, que são: ganho do processo (K_P), constante de tempo (τ) e tempo morto (θ). A Tabela 4.2 mostra os parâmetros do modelo e os parâmetros dos controladores P, PI e PID determinados pelas equações do primeiro método de Ziegler-Nichols. A aplicação do método da curva de reação neste processo mostrou-se adequada, pois a relação θ/τ está dentro da faixa recomendada para o seu emprego, que é de 0,1 < θ/τ < 1. A função de transferência dada pela Equação 4.1 representa a dinâmica do processo que é caracterizada por uma baixa velocidade de resposta a uma perturbação aplicada, em função dos altos valores de τ e θ e, portanto.



Figura 4.25 – Curva de reação para a sintonia do controlador para a bomba peristáltica. Condições operacionais: $m_s = 0.90 \text{ kg}$, u_0 - $u_{mf} = 0.20 \text{ m/s}$, $T = 70^{\circ}\text{C}$ e $P_{\text{atmiz}} = 15 \text{ psig}$.

(4.1)

$$G_{\rm P}(s) = -\frac{10,87}{815,66s+1}\exp(-84,36s)$$

Parâmetros do Método	K _P (%/V)	τ(s)		θ (s)		θ /τ
	-10,87	815,66		84,36		0,10
Tipo do Controlador	Р	PI		PID		
Parâmetros do Controlador (Ziegler-Nichols)	K _C (V/%)	K _C (V/%)	$\tau_{I}\left(s ight)$	K _C (V/%)	$\tau_{I}\left(s ight)$	$ au_{D}\left(s ight)$
	-0,9	-0,8	280,9	-1,0	168,7	42,2

Tabela 4.2 – Parâmetros do controlador para a bomba. Método da Curva de Reação

Um ensaio de recobrimento em malha fechada utilizando-se os parâmetros para o controlador PI determinados anteriormente foi realizado para verificar o comportamento da atuação do controlador sob a variável manipulada. A Figura 4.26 demonstra que a bomba peristáltica operou intensamente entre o limite máximo (1,5 V \Leftrightarrow 10 mL/min) e mínimo (0,5 V \Leftrightarrow 3 mL/min) definidos para a saída do controlador, sendo a atuação pouco interessante e instável. A obtenção desta malha de controle de baixa eficiência também pode ser atribuída ao fato do ajuste não-linear ao modelo de primeira ordem com tempo morto, visivelmente não ter sido bom. Neste ensaio, o inversor de frequência permanceu ligado em modo automático com os parâmetros do controlador PI anteriormente determinados.

Portanto, os parâmetros do controlador PI determinados pelo método da curva de reação para a bomba peristáltica não foram considerados satisfatórios, pois mesmo a variável controlada mantendo-se dentro da faixa de *setpoint* estabelecida, a variável manipulada reduzia e aumentava o sinal de comando para a bomba muito intensamente. A razão dessas intensas oscilações deve-se ao alto ganho proporcional em módulo do controlador, tornando-o mais sensível às flutuações. Os parâmetros do controlador PID não foram implementados em malha fechada, em função também do alto ganho proporcional em módulo obtido, de forma que contabilizando a ação derivativa fatalmente provocaria oscilações muito mais agressivas na variável manipulada e, por esta razão a utilização de um controlador PID no processo foi descartada.



Figura 4.26 – Evolução do sinal da bomba sob ação de um controlador PI ($K_C = -0.801 \text{ V}\%$ e $\tau_I = 280.94 \text{ s}$). Condições operacionais do ensaio de recobrimento: $m_s = 0.90 \text{ kg}$, T = 70°C, u_0 - $u_{mf} > 0.20 \text{ m/s e P}_{atmiz} = 15 \text{ psig}$.

Uma análise mais cuidadosa da estabilidade relativa do sistema de controle obtido a partir da aplicação do método da curva de reação segundo o critério de Nyquist, que analisa a estabilidade de um sistema no domínio da freqüência avaliando parâmetros como a margem de ganho (MG) e margem de fase (MF) foi realizada, a fim de se quantificar quão estável o sistema é, e assim promover modificações nos parâmetros do controlador para a melhoria da estabilidade, tornando assim a variável manipulada menos oscilatória.

Para a realização desta análise, a função de transferência do sistema em malha fechada foi obtida, sendo representada pela Equação 4.2, onde a funções do processo $(G_P(s))$ e do controlador $(G_C(s))$ PI são dadas pelas equações 4.2.a e 4.2.b, respectivamente. Análises de estabilidade no domínio da freqüência de processos que apresentam tempo morto exigem que uma função de transferência racional seja obtida, de modo que o termo $e^{-\theta s}$, foi substituído por uma aproximação de Padé de primeira ordem.

$$G_{\text{CLTF}}(s) = \frac{G_{\text{P}}(s)G_{\text{C}}(s)}{1+G_{\text{P}}(s)G_{\text{C}}(s)}$$
(4.2)

$$G_{\rm P}(s) = \frac{K_{\rm P}}{\tau s + 1} e^{-\theta s} = \frac{K_{\rm P}}{\tau s + 1} \left(\frac{2 \cdot \theta s}{2 + \theta s}\right)$$
(4.2.a)

$$G_{C}(s) = K_{C}\left(1 + \frac{1}{\tau_{I}s}\right) = K_{C}\left(\frac{\tau_{I}s + 1}{\tau_{I}s}\right)$$
(4.2.b)

O critério de estabilidade de Nyquist consiste em uma análise gráfica das raízes da equação característica $(1+G_P(s)G_C(s))$ do sistema em malha fechada, que devem ter partes reais negativas, para que o plot da função de transferência em malha aberta $(G_P(s)G_C(s))$ no plano complexo não circule o ponto -1 + j0, e assim o sistema é dito estável ou marginalmente estável. Substituindo os valores dos parâmetros do processo oriundos da curva de reação e do controlador PI determinados pelas equações de Ziegler-Nichols, obtém-se a seguinte função de transferência em malha aberta, dada pela Equação 4.3. O diagrama de Nyquist foi obtido utilizando-se o software Matlab 2006.

$$G_{P}(s)G_{C}(s) = \frac{0,010674}{(s+0,001226)} \frac{(-s+0,023708)}{(s+0,023708)} \frac{(s+0,003559)}{(s)}$$
(4.3)

A Figura 4.27 mostra o diagrama de Nyquist para o sistema de controle em malha fechada obtido a partir da implementação do controlador PI no processo de recobrimento da celulose microcristalina. Pode ser observado que o sistema passou pelo critério de estabilidade de Nyquist, pois o gráfico não circula o ponto -1 + j0, no entanto, a margem de ganho (5,87 dB) e a margem de fase (28,2°) que foram obtidas estão muito próximas do limite mínimo recomendado para a garantia de sistemas estáveis, o que além do fato do alto ganho proporcional em módulo, reflete as causas das grandes oscilações na atuação da bomba. Diversos autores mostraram que valores de margem de ganho entre 1.7 (4,6 dB) a 2,0 (6,0 dB) e margens de fase entre 30° a 45° correspondem a valores de limites mínimos que garantem uma melhor segurança do sistema frente à instabilidade, acima destes o sistema é estável (COUGHANOWR, 1991; LUYBEN, 1996; LUYBEN e LUYBEN, 1997, SMITH e CORRIPIO, 1997; LEVINE, 1999; BATESON, 2002)



Figura 4.27 – Diagrama de Nyquist para o sistema de controle em malha fechada com controlador PI ($K_C = -0.801 \text{ V}/\% \text{ e } \tau_I = 280.94 \text{ s}$).

Foram realizados vários testes de recobrimento da celulose microcristalina em malha fechada, modificando-se os parâmetros do controlador para a bomba peristáltica, em especial diminuindo em módulo o ganho proporcional, para que a atuação resultante fosse menos oscilatória (mais estável), no entanto, rápida o suficiente para conseguir manter o regime de fluidização em condições de borbulhamento simples ou múltiplo, evitando desta forma a ocorrência de defluidização.

Também foi proposta a mesma modificação na variável controlada, realizada para melhorar a atuação do inversor no controlador utilizado para a bomba peristáltica, utilizando-se a frequência central com média dos três últimos pontos. Após um refinado ajuste dos parâmetros do controlador do tipo PI empregando o método de tentativa e erro, os testes de atuação sob a bomba peristáltica realizados em malha fechada mostraram que com o emprego da freqüência central com média de três pontos como variável controlada, a atuação do controlador mostrou-se mais satisfatória, uma vez que as oscilações na variável manipulada tornaram-se menos agressivas, houve um amortecimento das flutuações, demonstrando que a bomba peristáltica não trabalhou intensamente entre o limite máximo $(1,5 \text{ V} \Leftrightarrow 10,0 \text{ mL/min})$ e mínimo $(0,5 \text{ V} \Leftrightarrow 3,0 \text{ mL/min})$ definidos para a saída do controlador, como pode ser visualizado na Figura 4.28. O controlador respondeu a cada

ponto de freqüência central média obtido, aumentando a vazão de suspensão em freqüências dentro do *setpoint* e reduzindo para o valor mínimo de vazão quando apresentava valores abaixo ou muito próximos do *setpoint* mínimo. O gráfico da Figura 4.28 também exibe a atuação controlador PI ($K_C = 0,1 \text{ V}/\% \text{ e } \tau_I = 93,75 \text{ s}$) do inversor de freqüência. Os parâmetros do controlador PI que possibilitaram uma melhor atuação da bomba peristáltica foram: $K_C = -0,2 \text{ V}/\% \text{ e } \tau_I = 200 \text{ s}.$

Uma análise da estabilidade da malha de controle obtida com o controlador PI pelo método de tentativa e erro através do diagrama de Nyquist foi realizada. A função de transferência em malha aberta do sistema, substituindo os novos parâmetros do controlador encontrados, é mostrada na Equação 4.4.



Figura 4.28 – Evolução do sinal da bomba sob a ação de um controlador PI ($K_c = -0.2 \text{ V}/\%$ e $\tau_I = 200 \text{ s}$). Condições operacionais do ensaio de recobrimento: $m_s = 0.90 \text{ kg}$,T = 70°C, u_0 - $u_{mf} > 0.20 \text{ m/s}$ e $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}$.

O diagrama de Nyquist da Figura 4.29 exibe o sucesso nas modificações alcançadas quanto à estabilidade relativa do sistema de controle com a introdução dos parâmetros do controlador determinados pelo método de tentativa e erro. As margens de

ganho de 7,16 (17,1 dB) e margem de fase de 36,5° estão dentro da margem de segurança para a garantia de sistemas estáveis. Segundo Stephanopoulos (1984) quanto maior a margem de ganho usada no projeto do sistema maior é o fator de segurança para a sintonia do controlador, ou seja, o ganho do controlador poderia ser multiplicado por um fator de 7,16 para que o sistema iniciasse o processo de desestabilização.



Figura 4.29 – Diagrama de Nyquist para o sistema de controle em malha fechada com controlador PI ($K_C = -0.2 \text{ V}/\% \text{ e } \tau_I = 200 \text{ s}$).

4.5 Implementação em malha fechada dos controladores PI para o inversor de freqüência e para a bomba peristáltica no processo de recobrimento

Foram realizados quatro experimentos de recobrimento da celulose microcristalina em leito fluidizado empregando uma estratégia de controle baseada na atuação de controladores do tipo PI para manipular a vazão de ar de entrada no leito e a vazão de suspensão de recobrimento a fim de evitar o fenômeno de defluidização. A partir da evolução temporal da freqüência central média foram executadas comparações sobre os regimes fluidodinâmicos obtidos em experimentos sem e com a implementação da malha de controle. O comportamento referente à atuação dos controladores PI sobre o sinal de comando para o inversor de freqüência e para a bomba peristáltica durante o processo de recobrimento também foi avaliado.

A Figura 4.30 mostra o desenvolvimento da freqüência central média durante a realização do processo de recobrimento da celulose microcristalina em leito fluidizado com e sem a implementação da estratégia de controle, para as condições operacionais definidas como ensaio 1* (m_s = 0,90 kg, Q_{susp} = 10,0 mL/min, u_0 - u_{mf} = 0,20 m/s). Podem ser observadas diferenças nos regimes de fluidização operantes durante a evolução do processo em função da aplicação ou não do sistema de controle. O tempo total de recobrimento da celulose microcristalina sem a implementação dos controladores, onde o soprador de ar e a bomba peristáltica são ligados continuamente para fornecer ao leito 0,23 m/s de velocidade superficial de ar e 10,0 mL/min de vazão de suspensão, respectivamente, foi de cerca 34 minutos. Nestas condições, as partículas já se encontravam em regime de leito fixo, com a coluna de fluidização totalmente incrustada de suspensão e celulose, implicando em grande perda de material. Entretanto, observa-se que o emprego dos controladores PI nas variáveis manipuladas durante o recobrimento modificou a evolução da freqüência central média, atrasando o fenômeno de defluidização. No tempo de 34 minutos de processo, o regime de fluidização operante com controle era borbulhante múltiplo e o instante inicial da defluidização se dá por volta dos 54 minutos. Estas modificações ocorreram em função das constantes atuações dos controladores que estavam sempre impedindo o aparecimento da defluidização, pelo aumento da vazão de ar e pela redução da vazão de suspensão quando a freqüência central aproximava-se do limite inferior ou saia da faixa de setpoint definida para os controladores.



Figura 4.30 – Evolução da freqüência central média (%) durante o processo de recobrimento com e sem a implementação do sistema de controle. Condições operacionais do ensaio 1*.

A Figura 4.31 exibe o volume de suspensão atomizado dentro do leito sem e com a utilização do controlador atuando sobre a bomba peristáltica durante o processo de recobrimento. O consumo total de suspensão do ensaio sem controle foi de 342,50 mL, este mesmo consumo é obtido para o ensaio com controle com 50,33 minutos de processo, e neste último caso o regime fluidodinâmico operante era do tipo borbulhante, enquanto que no ensaio sem controle o leito já se encontrava totalmente aglomerado, indicando que para o mesmo volume de suspensão ou quantidade de sólidos alimentada dentro do leito, o sistema de controle conseguiu manter a fluidização em condições muito mais estáveis do que não empregando o controlador, uma vez que a dificuldade em fluidizar começa a aparecer por volta dos 54 minutos, em que a freqüência central média exibiu valores em torno de 77% (5,4 Hz) (Figura 4.30 – com controle). Desta forma, o controlador PI atuando sobre a bomba peristáltica simultaneamente com o controlador PI do inversor de freqüência possibilitou melhores condições fluidodinâmicas de finalização do ensaio de recobrimento.



Figura 4.31 – Consumo de suspensão polimérica durante o processo de recobrimento com e sem a implementação do sistema de controle. Condições operacionais do ensaio 1*.

Foram realizadas fotografias da celulose microcristalina recoberta em microscópio óptico com ampliação de 40X e em microscópio eletrônico de varredura com ampliações de 500X, para os processos sem aplicação de controle no tempo final de 34 minutos e com aplicação de controle no tempo de 55 minutos, instantes estes em que se obtiveram consumos equivalentes de suspensão de recobrimento, a fim de se realizar comparações referentes a aspectos visuais e morfológicos sobre a camada de filme obtida em ambos os processos. As Figuras 4.32 (a) e (b) mostram as fotografias obtidas em microscopia óptica para os ensaios sem e com controle nos tempos referidos acima. Comparando as fotografias não foram observadas diferenças quanto a aspectos visuais dos filmes de recobrimento obtidos, as partículas estão uniformemente recobertas em ambas. As analises de microscopia eletrônica de varredura também não revelaram mudanças nos aspectos morfológicos do filme a partir da aplicação ou não da estratégia de controle, como pode ser visualizado nas Figuras 4.33 (a) e (b), onde partículas individuais com ampliação de 500X são mostradas. O filme de recobrimento formado não é uniforme em função da estrutura bastante porosa e das irregularidades da superfície da celulose.



(a) ensaio 1* sem controle

(b) ensaio 1* com controle

Figura 4.32 – Fotografias obtidas em microscopia óptica com aumento de 40X, sem e com a aplicação do sistema de controle nos respectivos instantes de finalização dos ensaios 1*.



(a) ensaio 1* sem controle.

(b) ensaio 1* com controle.

Figura 4.33 – Fotografias obtidas em MEV com aumento de 500X, sem e com a aplicação do sistema de controle nos respectivos instantes de finalização dos ensaios 1*.

Pelo exame das figuras acima, parece que a aplicação do sistema de controle não influenciou diretamente no aspecto do filme obtido sobre a celulose microcristalina, no entanto, o grande sucesso da utilização da estratégia de controle no processo foi a obtenção de um leito com boa fluidez na finalização do ensaio, que foi muito melhor do que o obtido sem controle, para um mesmo volume de suspensão atomizado dentro do leito. Além do mais, não houve a necessidade da realização de intermitências durante o ensaio, que são comumente realizadas em experimentos de recobrimento de partículas e consistem em parar o processo, pela interrupção da vazão de suspensão e agitar o leito através do aumento da vazão de gás ou simplesmente promover uma secagem das partículas em condições brandas de velocidade do ar, para que o excesso de umidade diminua e o leito possa recuperar as condições estáveis de inicialização. Um agravante que pode ocorrer durante as etapas de intermitência do processo é o entupimento do bico atomizador.

As Figuras 4.34 e 4.35 mostram o comportamento da atuação dos controladores sob o inversor de freqüência e sob a bomba peristáltica em função da freqüência central média obtida durante o ensaio 1* de recobrimento da celulose microcristalina. A atuação simultânea dos controladores foi considerada satisfatória, pois as variáveis manipuladas conseguiram acompanhar as alterações da variável controlada e sempre restabeleciam a condição de fluidização estável definida pela faixa de *setpoint* (6,0 a 7,0 Hz). Para o inversor de freqüência, o emprego de um controlador PI conduziu a uma atuação no sentido do aumento da vazão de ar no leito quando a variável controlada aproximava-se ou saia do limite mínimo de *setpoint* estipulado, de forma que freqüências centrais médias muito abaixo de 6,0 Hz, o sinal do inversor para o soprador de ar era elevado à saída alta do controlador (7,0 V \Leftrightarrow 28,6 Hz). Durante a fase de defluidização (54 minutos do processo), o inversor foi mantido por um tempo maior em 7,0 V, na tentativa de recolocar a fluidização dentro de condições de borbulhamento múltiplo.

No caso da bomba peristáltica, utilizando-se também um controlador PI observouse uma atuação eficiente no controle da vazão de suspensão, pois o controlador respondeu a cada tendência de queda ou subida da variável controlada, isto é, para freqüências centrais médias próximas de 6,0 Hz ou abaixo deste valor, o controlador reduzia a vazão para o valor mínimo (0,5 V \Leftrightarrow 3,0 mL/min) e, em freqüências centrais médias mais altas (leito fluidizado borbulhante) mantinha a vazão no nível máximo de 10,0 mL/min. A atuação não foi considerada ideal na fase em que o leito iniciou a defluidização, pois nestes instantes a bomba deveria manter a vazão mínima por mais tempo, de forma a ajudar o inversor de freqüência no restabelecimento da fluidização borbulhante múltipla. Isto ocorreu por que o controle PI sempre toma qualquer tendência de aumento ou de queda da variável controlada e atua proporcionalmente ao seu ganho e ao erro obtido na variável, onde nesta região o desvio em relação ao *setpoint* é maior, tornando a atuação elevada.



Figura 4.34 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI durante os primeiros 30 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 1*.



Figura 4.35 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 30 a 65 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 1*.

A Figura 4.36 exibe o desenvolvimento da freqüência central média durante o processo de recobrimento da celulose microcristalina realizado com e sem o emprego dos controladores PI, para as condições operacionais do ensaio 2^* (m_s = 0,90 kg, Q_{susp} = 10,0 mL/min, u₀-u_{mf} = 0,16 m/s). De maneira similar ao ensaio 1*, podem ser notadas diferenças 108

nas condições fluidodinâmicas atuantes durante a evolução do processo com e sem sistema de controle. Comparando ambos os processos, foi verificado que quando o leito esteve sob a atuação dos controladores PI no inversor e na bomba, foi possível obter um regime de leito fluidizado borbulhante por um tempo maior, o que confronta com o desenvolvimento dos regimes fluidodinâmicos visualizados durante o ensaio de recobrimento sem o emprego da estratégia de controle. Para o mesmo tempo de 37,81 minutos de atomização de suspensão e fornecimento de ar, o ensaio sem controle apresentou-se em regime de leito fixo, enquanto que para o ensaio com controle a condição de fluidização era de um borbulhamento estável e prosseguiu desta forma até a sua finalização com 64 minutos.



Figura 4.36 – Evolução da freqüência central média (%) durante o processo de recobrimento com e sem a implementação do sistema de controle. Condições operacionais do ensaio 2*.

O consumo de suspensão de recobrimento durante o processo com e sem controle é mostrado na Figura 4.37 e, foi verificado que para a mesma quantidade de suspensão atomizada dentro do leito (378 mL), o ensaio com atuação dos controladores PI sob as variáveis manipuladas manteve condições de fluidização mais estáveis e por mais tempo do que para o ensaio sem controle, onde neste último o regime de leito fixo já havia sido obtido, o que ratifica mais uma vez que o emprego da estratégia de controle no processo de recobrimento da celulose microcristalina mostrou-se adequada para evitar temporariamente o fenômeno de defluidização durante esta operação.



Figura 4.37 – Consumo de suspensão polimérica durante o processo de recobrimento com e sem a implementação do sistema de controle. Condições operacionais do ensaio 2*.

As Figuras 4.38 e 4.39 exibem o processo de atuação dos controladores PI durante a execução do ensaio 2* de recobrimento de celulose microcristalina em leito fluidizado. É observado que os controladores respondem rapidamente as oscilações da variável controlada dentro e fora da faixa de *setpoint* estabelecida para a garantia de um regime de fluidização em condições estáveis de borbulhamento, indicando uma atuação satisfatória, visto que o fenômeno de defluidização durante o tempo analisado neste ensaio não foi perceptível, pois os controladores operaram continuamente de forma a restabelecer o *setpoint* em várias situações de ameaça de defluidização, especialmente a partir dos 30 minutos de ensaio.



Figura 4.38 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI durante os primeiros 30 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 2*.



Figura 4.39 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 30 a 64 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 2*.

A evolução da freqüência central média durante o processo de recobrimento com e sem o emprego dos controladores PI é mostrada na Figura 4.40, para as condições operacionais do ensaio 3^* (m_s = 0,90 kg, Q_{susp} = 6,0 mL/min, u₀-u_{mf} = 0,20 m/s). Tal como foi obtido para os ensaios 1* e 2*, as diferenças de regimes fluidodinâmicos atuantes durante os processos com e sem sistema de controle são notáveis. A atuação dos controladores PI permitiu conduzir a fluidização em condições estáveis por um tempo maior ao que foi obtido sem controle. Para o mesmo consumo de suspensão (426 mL), como pode ser visualizado na Figura 4.41, o regime fluidodinâmico operante era do tipo borbulhante e permaneceu neste estado até a finalização do ensaio.



Figura 4.40 – Evolução da freqüência central média (%) durante o processo de recobrimento com e sem a implementação do sistema de controle. Condições operacionais do ensaio 3*.



Figura 4.41 – Consumo de suspensão polimérica durante o processo de recobrimento com e sem a implementação do sistema de controle. Condições operacionais do ensaio 3*.

Para o ensaio 4* ($m_s = 0.90$ kg, $Q_{susp} = 6.0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0.16$ m/s), os perfis da freqüência central média também destacaram alterações significativas através do emprego ou não do sistema de controle como mostra a Figura 4.42. O processo com controle evolui em regime de fluidização borbulhante por um tempo superior ao sem controle, até mesmo quando quantidades equivalentes de suspensão (306 mL – Figura 4.43) foram adicionadas. Houve defluidização em função do excesso de suspensão atomizada.



Figura 4.42 – Evolução da freqüência central média (%) durante o processo de recobrimento com e sem a implementação do sistema de controle. Condições operacionais do ensaio 4*.



Figura 4.43– Consumo de suspensão polimérica durante o processo de recobrimento com e sem a implementação do sistema de controle. Condições operacionais do ensaio 4*.

O aparecimento da região de defluidização nos ensaios 1* e 4* foi atribuído ao excesso no conteúdo de umidade e/ou teor de sólidos da suspensão de recobrimento alimentada, que acabou por extrapolar o limite do processo de secagem das partículas, implicando na perda de fluidez do leito.

Segundo Iley (1991), que trabalhou com recobrimento de partículas porosas e nãoporosas em leito fluidizado Wurster, as partículas porosas têm uma maior tendência a formar aglomerados e conduzir ao fenômeno de defluidização. No caso da celulose, devido à sua estrutura irregular e porosa como foi vista através das análises de MEV, este fator pode também ter contribuído com o fenômeno de defluidização tanto nos ensaios sem e com controle de processo, uma vez que a suspensão pode penetrar nos poros por forças de capilaridade e aliado a superfície irregular da celulose, pode ocorrer a formação de pontes líquidas mais intensas, dificultando a secagem e favorecendo o aparecimento de aglomerados mais facilmente.

Em linhas gerais, pôde ser notado que existe uma dificuldade de ambos os controladores PI empregados em manter as mesmas condições invariantes de operação de velocidade do ar e vazão de suspensão dos ensaios realizados sem controle. Isto se deve à dinâmica extremamente oscilatória de um leito fluidizado, que foi refletida nos perfis de freqüência central média obtidos. Todavia, a utilização de uma estratégia de controle linear baseada em algoritmo PID convencional, para controlar um sistema em que a evolução com o tempo é totalmente aperiódica com estado futuro bastante imprevisível, como é a operação de recobrimento de partículas em leito fluidizado, onde fenômenos complexos de troca de calor e de massa estão envolvidos, foi de grande importância e eficiência, pois se conseguiu empregar uma técnica de controle linear para controlar um processo em que a natureza é altamente não-linear.

O objetivo de melhorar as condições fluidodinâmicas durante a evolução do processo de recobrimento até sua finalização através do emprego de uma estratégia de controle das variáveis que apresentam grandes influências na fluidez do leito, nos fenômenos de secagem e na formação do filme de recobrimento foi atingido, uma vez que o fenômeno de defluidização foi remediado temporariamente pela atuação dos controladores, que mantiveram o leito fluidizado por um tempo de residência maior, mesmo quando quantidades de suspensão equivalentes aos ensaios sem controle foram adicionadas.

114

Evitar totalmente o fenômeno de defluidização neste processo de recobrimento não seria uma tarefa fácil, pois envolveria estudos mais detalhados, por exemplo, na tentativa de evitar a formação de aglomerados de partículas na região do bico atomizador, que durante os instantes iniciais do recobrimento desaparecem, mas com o aumento do conteúdo de umidade do leito durante o processo, acabam de certa forma contribuindo para a diminuição do movimento e favorecendo o aparecimento de canais preferências. Esta dificuldade no processo poderia ser corrigida com a instalação de um dispositivo eletromecânico instalado na haste do bico atomizador, que constantemente ou temporariamente girasse sobre o bico, promovendo uma "limpeza" das partículas aglomeradas na região de atomização.

Outra maneira de evitar o surgimento da região de defluidização poderia ser obtida através da determinação do ponto ótimo desejado para a espessura do filme de recobrimento que se almeja obter, ou seja, quanto em volume de suspensão deve ser adicionado e, conduzindo o processo com controle até este ponto, e a partir deste instante, os controladores são colocados em modo manual, com o soprador de ar ligado em uma vazão baixa apenas para promover a secagem das partículas e a bomba peristáltica desligada.

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

5.1 Conclusões

A metodologia de análise espectral Gaussiana utilizada para o processamento dos sinais de flutuação de pressão adquiridos na câmara *plenum* de um leito fluidizado mostrouse adequada para o monitoramento e identificação de diferentes regimes de fluidização que surgem em função da evolução do processo de recobrimento da celulose microcristalina com suspensão polimérica aquosa à base de Eudragit®. Parâmetros obtidos desta metodologia, como a freqüência central da distribuição espectral de pressão (f_k) e o fator de fluidização ($\sigma/(F_p/A_{leito})$), mostraram um potencial muito favorável para identificar a região quando o leito fluidizado está tendendo à defluidização. A freqüência central é um parâmetro sensível as modificações nas condições fluidodinâmicas do leito. Independentemente das condições de massa de sólidos, vazão de suspensão atomizada e excesso de velocidade do ar em relação à mínima fluidização, a freqüência central sofre oscilações dentro de uma faixa que varia de 6,0 a 7,0 Hz, que caracterizam um regime de fluidização com borbulhamento estável simples ou múltiplo. Em situações de defluidização, a freqüência central cai para valores abaixo desta faixa, que refletem condições de mínima fluidização. Quando o conteúdo de umidade e/ou teor de sólidos dentro do leito é alto, o suficiente para colapsá-lo, a freqüência central volta a oscilar dentro da mesma faixa de fluidização estável.

Em função das variações da freqüência central de acordo com o regime de fluidização, este parâmetro foi escolhido para constituir a variável controlada de uma estratégia de controle baseada em algoritmo PID convencional, a fim de se evitar o fenômeno de defluidização e melhorar assim as condições fluidodinâmicas de finalização do processo de recobrimento da celulose microcristalina. Foi definida como a faixa de *setpoint* dos controladores, a variação de freqüência central de 6,0 a 7,0 Hz, ou em termos, percentuais, de 85 a 100%. As variáveis manipuladas foram a vazão de ar de fluidização e a

vazão de suspensão. Os experimentos com massa de 0,90 kg de celulose microcristalina foram escolhidos para compor os ensaios de controle, pois os perfis obtidos da freqüência central durante o recobrimento identificam com maior clareza a transição de regimes, em função da relação H/D de 0,8, em que a metodologia apresenta melhor aplicabilidade.

Inicialmente foram realizados testes para a determinação dos parâmetros dos controladores (K_C , $\tau_I e \tau_D$) que melhor respondiam as oscilações da freqüência central, sem causar instabilidades na atuação das variáveis manipuladas, ou seja, sem atuações excessivas de trabalho entre os limites máximos e mínimos definidos para a saída dos controladores. Para uma melhor atuação das variáveis manipuladas, durante o estudo da sintonia, a variável controlada foi modificada para uma freqüência central média, em que uma média aritmética dos três últimos pontos de dados de freqüência central foi obtida.

O método de Àström e Hägglund foi usado para a determinação dos parâmetros do controlador para o inversor de freqüência. Um controlador PI ($K_C = 0,1 V/\%$ e $\tau_I = 93,75 s$) foi suficiente para controlar a vazão de ar e permitiu uma atuação estável frente as oscilações da variável controlada. O método da curva de reação foi utilizado para calcular os parâmetros preliminares para o controle da bomba peristáltica. Um controlador PI ($K_C = -0,801 V/\%$ e $\tau_I = 280,94 s$) foi implementado em malha fechada, mas resultou em uma atuação instável, que foi confirmada pelo baixos valores de margem de ganho (5,87 dB) e margem de fase (28,2°) obtidos através do gráfico de Nyquist da função de transferência em malha aberta do sistema ($G_P(s)G_C(s)$). Um refinado ajuste dos parâmetros: $K_C = -0,2 V/\%$ e $\tau_I = 200 s$. Neste caso, a margem de ganho (17,1 dB) e margem de fase (36,5°) mostradas sob o digrama de Nyquist ratificaram a atuação mais estável da bomba que acompanhou as mudanças da variável controlada dentro e fora da faixa de *setpoint*.

A utilização da freqüência central média como variável controlada pelo sistema de controle composto de dois controladores PI, que manipularam simultaneamente a vazão de ar do soprador e a vazão da bomba peristáltica foi de grande importância e eficácia para a manutenção do regime de fluidização em condições mais estáveis de borbulhamento no processo de recobrimento da celulose microcristalina em leito fluidizado gás-sólido. Os perfis de freqüência central média modificaram-se significativamente em função da aplicação ou não do sistema de controle no processo. Nos quatros ensaios de controle 118

realizados, o fenômeno de defluidização foi temporariamente atrasado. Para as mesmas quantidades de suspensão referentes aos tempos finais dos ensaios sem controle, adicionadas ao leito, as condições fluidodinâmicas obtidas durante os ensaios com controle foram de fluidização com características de borbulhamento estável simples ou múltiplo.

Desta forma, pode-se concluir que o emprego da metodologia de análise espectral Gaussiana dos sinais de flutuação de pressão, para monitorar e controlar a operação de recobrimento de celulose microcristalina em leito fluidizado gás-sólido utilizando-se controladores PI é possível, a fim de se evitar o fenômeno indesejável de defluidização deste processo de natureza dinâmica bastante caótica.

5.2 Sugestões para trabalhos futuros

Como sugestões de temas para o desenvolvimento de trabalhos futuros na mesma linha de pesquisa, os seguintes estudos podem ser realizados:

- i) Avaliação de parâmetros importantes para o processo de recobrimento em leito fluidizado e que refletem no crescimento e na qualidade do filme obtido como: eficiência do processo, crescimento relativo de massa, índice de aglomeração e cinética de crescimento da celulose microcristalina, para processo com e sem a implementação de uma estratégia de controle;
- Estudo mais detalhado acerca do fenômeno de defluidização envolvido no processo de recobrimento da celulose microcristalina, envolvendo a determinação de parâmetros como molhabilidade, que dependem do ângulo de contanto entre a fase sólida e a líquida, da tensão superficial do líquido e da viscosidade da suspensão; escoabilidade do leito através da determinação de índices de Carr e índices de Hausner em função do tempo de recobrimento; porosidade das partículas em função tempo; mecanismo e forças de adesão entre as partículas;
- Estudo sobre a influência da variação da velocidade do ar e da vazão de suspensão durante o recobrimento, a partir da aplicação de sistema de

controle, na qualidade e no crescimento do filme obtido sobre a celulose microcristalina;

- iv) Emprego de estratégias de controle inteligentes baseadas em lógica fuzzy, neuro-fuzzy ou neuro-fuzzy adaptativo (ANFIS) para controlar o processo de recobrimento da celulose microcristalina através da utilização da metodologia de analise espectral, as quais representam ferramentas mais avançadas de controle para o entendimento de sistemas imprevisíveis e não-lineares;
- v) Aplicação da metodologia de análise espectral Gaussiana para o monitoramento de regimes de fluidização em outras configurações de projeto de leitos fluidizados como: pulso-fluidizado, pulso-fluidizado rotativo; vibro-fluidizado;
- vi) Comparar o emprego da metodologia de análise espectral Gaussiana para o monitoramento de regimes de fluidização com outras técnicas que usam a teoria de caos ou aquisição de imagens e sons em leitos fluidizados;
- vii) Aplicação da metodologia de análise espectral Gaussiana para o estudo de defluidização em leitos fluidizados circulantes rápidos, comumente empregados em processos de combustão.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARBEL, A.; RINARD, I. H.; SHINNAR, R. Dynamics and control of fluidized catalytic crackers. 3. Designing the control system: Choice of manipulated and measured variables for partial control. **Industrial & Engineering Chemistry Research**. Washington, v. 35, n. 7, p. 2215-2233. 1996.

ÅSTRÖM, K.J.; HÄGGLUND, T. Automatic tuning of simple regulators with specifications on phase and amplitude margins. **Automatica**. v. 20, p. 645–651. 1984.

AULTON, M. E.; BANKS, M. Fluidized bed granulation – factors influencing the quality of the product. **Pharmaceutical Technology**. Cleveland, v. 2, p. 24-, 1981.

BARTELS, M.; LIN, W.; NIJENHUIS, J.; KAPTEIJN, F.; VAN OMMEN, J. R. Agglomeration in fluidized beds at high temperatures: Mechanisms, detection and prevention. **Progress in Energy and Combustion Science**. England. v. 34, n. 5. p. 633–666. Oct. 2008.

BATESON, R. N. Introduction to control system technology. 17. ed. New Jersey: Prentice Hall, 2002. 706 p.

BI, H. T.; GRACE, J. R. Effect of measurement method on velocities used to demarcate the onset of turbulent fluidization. **The Chemical Engineering Journal**. v. 57, n. 3. p. 261–271. May. 1995.

BRIENS, C.; McDOUGALL, S.; CHAN, E. On-line detection of bed fluidity in a fluidized bed coker. **Powder Technology**. Lausanne, Switzerland, v. 138, n. 2, p. 160-168. Dec. 2003.

COHEN, G. H.; COON, G. A.. Theoretical consideration of retarded control. **Transactions of the ASME**. v. 75, n. 1, p. 827-834, 1953.

CHO, P.; MATTISSON, T.; LYNGFELT, A. Defluidization conditions for a fluidized bed of iron oxide, nickel oxide, and manganese oxide-containing oxygen carries for chemical looping combustion. **Industrial & Engineering Chemistry Research**. Washington, v. 45, n. 3, p. 968-977. 2006.

COUGHANOWR, D. R. Process systems analysis and control. 2. ed. New York: McGraw Hill, 1991. 566 p.

CUNHA, R. L. G. **Caracterização fluidodinâmica no recobrimento de celulose microcristalina em leito fluidizado**. 2004. 106 f.. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2004.

CROXFORD, A.J. **Investigation of dynamics and control of fluidized beds using pressure measurements.** 2006. 265 p. PhD. Thesis, (Department of Mechanical Engineering), Faculty of Engineering, University of Bristol, Bristol, 2006.

DESBOUROUGH, L.; MILLER, R. Increasing customer value of industrial control performance monitoring – Honeywell's experience. In: Sixth International Conference on Chemical Process Control. **AIChE Symposium Series.** v. 98, n. 326. 2002.

DONIDA, M. W. **Recobrimento polimérico de uréia em leito de jorro bidimensional**. 2000. 102 f.. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2000.

FELIPE, C. A. S. Identificação e monitoramento de regimes fluidodinâmicos em leitos fluidizados gás-sólido. 2004. 169 f.. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2004.

FELIPE, C. A. S.; ROCHA, S. C. S. Time series analysis of pressure fluctuation in gassolid fluidized beds. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**. São Paulo, v. 21, n. 3, p. 497-507, July-September. 2004.

FREIRE, J. T.; OLIVEIRA, W. P. Aspectos tecnológicos dos processos de recobrimento de partículas. In: FREIRE, J. T.; SARTORI, D. J. M. **Tópicos especiais em secagem**. São Carlos: Departamento de Engenharia Química. Universidade Federal de São Carlos, 1992. v. 1, p. 255-293.

GELDART, D. Gas fluidization technology. New York: John Wiley & Sons, 1986. 468 p.

HAYES, M. H. Schaum's outline of theory and problems of digital signal processing. United States: The McGraw-Hill Companies, 1999. 436 p.
ILEY, W. J. Effect of particle size and porosity on particle film coating. **Powder Technology**. Lausanne, Switzerland, v. 65, n. 1-3, p. 441-445. Mar. 1991.

JOAQUIM, M. B.; SARTORI, J. C. **Análise de Fourier**. São Carlos: Escola de Engenharia de São Carlos, 2003. CD-ROM.

JOHNSON, M. A.; MORADI, M. H. **PID control: New identification and design methods**. London: Springer-Verlag Limited, 2005. 543 p.

JOHNSSON, F., ZIJERVELD, R.C., SCHOUTEN, J.C., van der BEEK, C.M., LECKNER, B. Characterization of fluidization regimes by time-series analysis of pressure fluctuations. **International Journal of Multiphase Flow**, England. v. 26, p. 663-715, Apr. 2000.

KUNII, D.; LEVENSPIEL, O. **Fluidization engineering**. New York: John Wiley & Sons, 1991. 491 p.

LECKNER, B.; PALCHONOK, G. I.; JOHNSSON, F. Pressure fluctuations in gas fluidized beds. **Thermal Science**. Serbia, v. 6, n. 2, p. 3-11, Set. 2002.

LEVINE, W. S. The control handbook. Mumbai – India: Jaico Publishing House, 1999. 1548 p.

LIM, C. N.; GILBERTSON, M. A.; HARRISON, A. J. L. Characterisation and control f bubbling behaviour in gas-solid fluidized beds. **Control Engineering Pratice.** v. 17, n. 1, p. 67-79, Jan. 2009.

LODIGE PROCESS TECHONOLOGY. What is coating. Disponível em: http://www.loedige.de/Coaten%20Applications.html. Acesso em: 20 novembro 2008.

LOPES, J. 2004. **Processamento digital de sinais**. Disponível em: http://bsel.ist.utl.pt/2007/PortalQuimiometria/Contents/procdados/node7.html. Acesso em: out. 2008.

LUYBEN, M. L.; LUYBEN, W. L. Essentials of process control. New York: McGraw Hill, 1997. 584 p.

LUYBEN, W. L. **Process modeling, simulation and control for chemical engineers**. 2. ed. New York: McGraw Hill, 1996. 724 p.

MADISETTI, V. K.; WILLIAMS, D. B. **Digital signal processing handbook**. Atlanta/Georgia: CHAPMAN & HALL/CRCnetBASE, 1999. 1690 p.

MARONGA, S. On the optimization of the fluidized bed particulate coating process. 1998. 78 p. PhD. Thesis, (Department of Chemical Engineering and Technology) - Royal Institute of Technology, Stockholm, 1998.

MASTELLONE, M. L.; ARENA, U. Fluidized-bed pyrolysis of polyolefins wastes: Predictive defluidization model. **AIChE Journal**, Hoboken, United States, v. 48, n.7, p. 1439-1447. 2002.

MCDOUGALL, S.; SABERIAN, M.; BRIENS, C.; BERRUTI, F.; CHAN, E. Effect of liquid properties on the agglomerating tendency of a wet gas–solid fluidized bed. **Powder Technology**. Lausanne, Switzerland, v. 149, n. 2, p. 61-67, Jan. 2005b.

MCDOUGALL, S.; SABERIAN, M.; BRIENS, C.; BERRUTI, F.; CHAN, E. Using dynamic pressure signals to assess the effects of injected liquid on fluidized bed properties. **Chemical Engineering and Processing**. Lausanne, Switzerland, v. 44, n. 7, p. 701-708, July. 2005a.

MORIS, V. A. S.; VISNADI, C. B.; CUNHA, R. L. G.; ROCHA, S. C. S.; TARANTO, O. P. **Monitoramento do processo de recobrimento de celulose microcristalina em leito fluidizado.** In: CONGRESSO BRASILEIRO DE SISTEMAS PARTICULADOS. 32, Maringá, 2006. 10 p.

NIJENHUIS, J.; KORBEE, R.; LENSSELINK, J.; KIEL, J. H. A.; van OMMEM, J. R. A method for agglomeration detection and control in full-scale biomass fired fluidized beds. **Chemical Engineering Science**. New York, United States, v. 62, n. 1-2, p. 644-654, Set. 2007.

O'DWYER, A. Handbook of PI and PID controller tuning rules. 2. ed. London: Imperial College Press, 2006. 545 p.

van OMMEN, J. R.; COPPENS, M-O.; van den BLEEK, C. M., SCHOUTEN, J. C. Early warning of agglomeration in fluidized beds by attractor comparison. **AIChE Journal**. Hoboken, United States, v. 46, n. 11, p. 2183-2197, Nov. 2000.

van OMMEN, J. R.; de KORTE, R-J.; van den BLEEK, C. M. Rapid detection of defluidization using the standard deviation of pressure fluctuations. **Chemical Engineering and Processing**. Lausanne, Switzerland, v. 43, n. 10, p. 1329-1335, Oct. 2004.

OWER. E. PANKHURST, R. C. The measurement of air flow. 5. ed., New York: Pergamon Press, 1997, 362 p.

PANDA, R.C.; RAO, V. S. R. Model based control of a continuous fluidized bed dryer. **Proceedings of the Third IEEE Conference on Control Applications**. v.1, p. 507-511, Aug. 1994.

PARISE, M. R. Aplicação da distribuição espectral normal em leito fluidizado gássólido. 2007. 132 f.. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2007.

PARISE, M. R.; TARANTO, O. P.; KURKA, P. R. G.; BENETTI, L. B. Detection of the minimum gas velocity region using Gaussian spectral pressure distribution in a gas-solid fluidized bed. **Powder Technology**. Lausanne, Switzerland, v. 182, n. 3, p. 453-458, Mar. 2008.

PHILLIPS, S. F.; SEBORG, D. E.; LEGAL, K. J. Adaptive control strategies for achieving desired temperature profiles during process start-up. 1. Model development and simulation studies. **Industrial & Engineering Chemistry Research**. Washington, v. 27, n. 8, p. 1434-1443. 1988.

ROY, R.; DAVISON, J. F.; TUPONOGOV, G. V. The velocity of sounds in fluidized beds. **Chemical Engineering Science**. New York, United States, v. 45, p. 3233-3245. 1990.

SALAU, N. P. G.; NEUMANN, G. A.; TRIERWEILER, J. O.; SECCHI, A. R. Dynamic behavior and control in an industrial fluidized-bed polymerization reactor. **Industrial & Engineering Chemistry Research**. Washington, v. 47, n. 16, p. 6058-6059, July. 2008.

SALEH, K.; STEIMNMETZ, D.; HEMATI, M. Experimental study and modelling of fluidized bed coating and agglomeration. **Powder Techonology**. Lausanne, Switzerland, v. 130, p. 116-123. 2003.

SCALA, F.; CHIRONE, R. Characterization and early detection of bed agglomeration during the fluidized bed combustion of olive husk. **Energy & Fuels**. Washington, v. 20, n. 1, p. 120-132, Nov. 2006.

SHOUTEN, J. C.; van den BLEEK, C. M. Monitoring the quality of fluidization using the short-term predictability of pressure fluctuations. **AIChE Journal**, Hoboken, United States, v. 44, n.1, p. 48-60, Jan. 1998.

SIETTOS, C. I.; KIRANOUDIS, C.T.; BAFAS, G.V. Advanced control strategies for fluidized bed dryers. **Drying Technolocy**. London. v. 17, n. 10, p. 2271-2291, Nov. 1999.

SILVA, M. W. Estudo do recobrimento de celulose microcristalina em leito fluidizado pulsado rotativo. 2006. 85 f.. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2006.

SILVA, O. S. **Desenvolvimento do processo de recobrimento e secagem de microgrânulos em leito fluidizadado**. 2003. 165 f.. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2003.

SILVA, O. S.; ROCHA, S. C. S.; MARSAL, S. C. The influence of the moisture content of microcrystalline cellulose on the coating process in a fluidized bed. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**. São Paulo. v. 21, n. 2, p. 325-333, April-June. 2004.

SMITH, C. A.; CORRIPIO, A. B. **Principles and practice of automatic process control**. 2. ed. New York: John Wiley & Sons, 1997. 768 p.

SMITH, S. W. **The scientist and engineer's: Guide to digital dignal processing**. 2. ed. San Diego, California: California Technical Publishing, 1999. 650 p.

SOBRINO, C.; S-D., S.; G-H., N., de VEGA, M. Standard deviation of absolute and differential pressure fluctuations in fluidized beds of group B particles. **Chemical Engineering Research and Design.** v. 86, n. 11, p. 1236-1242, Nov. 2008.

STEPHANOPOULOS, G. Chemical process control: an introduction to theory and practice. Englewood Cliffs: Prentice-Hall, 1984. 696p.

SUBRAMANI, H. J.; BALAIYYA, M. B. M.; B, MIRANDA, L. R. Minimum fluidization velocity at elevated temperatures for Geldart's group-B powders. **Experimental Thermal and Fluid Science**. New York, v. 32, n. 1, p. 166–173, Mar. 2007.

van OMMEN, J. R.; COPPENS, M-O.; van den BLEEK, C. M., SCHOUTEN, J. C. Early warning of agglomeration in fluidized beds by attractor comparison. **AIChE Journal**. Hoboken, United States, v. 46, n. 11, p. 2183-2197, Nov. 2000.

van OMMEN, J. R.; de KORTE, R-J.; van den BLEEK, C. M. Rapid detection of defluidization using the standard deviation of pressure fluctuations. **Chemical Engineering and Processing**. Lausanne, Switzerland, v. 43, n. 10, p. 1329-1335, Oct. 2004.

WANG, H.G.; SENIOR, P.R.; MANN, R.; YANG, W.Q. Online measurement and control of solids moisture in fluidized bed dryers. **Chemical Engineering Science**. New York, United States, v. 64, n. 12, p. 2893-2902, June 2009.

WILKINSON, D. Determination of minimum fluidization velocity by pressure fluctuation measurement. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**. Canada, v. 73, p. 562-565, 1995.

YU, C. C. Autotuning of PID controllers. Journal of Process Control. v. 11, p. 105-107, 2001

ZIEGLER, J.G.; NICHOLS, N. B. Optimum settings for automatic controllers. **Transactions of the ASME**. v. 64, p. 759-768, 1942.

APÊNDICE A

Resultados obtidos da aplicação da metodologia de análise espectral Gaussiana nos ensaios de umedecimento



Figura A.1 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,90$ kg, $Q_{água} = 10,0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0,16$ m/s, T = 70°C e P_{atmiz} = 15 psig.



Figura A.2 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,90$ kg, $Q_{água} = 10,0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0,16$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.



Figura A.3 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,90$ kg, $Q_{água} = 10,0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0,20$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.



Figura A.4 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,90 \text{ kg}, Q_{água} = 10,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,20 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}C \text{ e}$ $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$



Figura A.5 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,60$ kg, $Q_{água} = 10,0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0,16$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.



Figura A.6 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{água} = 10,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,16 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}\text{C} \text{ e}$ $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$



Figura A.7 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,60$ kg, $Q_{água} = 10,0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0,20$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.



Figura A.8 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de umedecimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{água} = 10,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,20 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}C \text{ e}$ $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$

APÊNDICE B

Resultados obtidos da aplicação da metodologia de análise espectral Gaussiana nos ensaios de recobrimento



Figura B.1 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,90 \text{ kg}, Q_{susp} = 10,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,20 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}C \text{ e}$ $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$



Figura B.2 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,90$ kg, $Q_{susp} = 10,0$ mL/min, u_0 - $u_{mf} = 0,16$ m/s, T = 70°C e $P_{atmiz} = 15$ psig.



Figura B.3 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0.75$ kg, $Q_{susp} = 8.0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0.18$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.



Figura B.4 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0.75$ kg, $Q_{susp} = 8.0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0.18$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.



Figura B.5 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{susp} = 10,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,20 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}C \text{ e}$ $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$



Figura B.6 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{susp} = 10,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,20 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}\text{C} \text{ e}$ $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$



Figura B.7 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,60$ kg, $Q_{susp} = 6,0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0,20$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.



Figura B.8 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,60$ kg, $Q_{susp} = 6,0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0,20$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.



Figura B.9 – Evolução da freqüência média Gaussiana durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,60$ kg, $Q_{susp} = 6,0$ mL/min, $u_0-u_{mf} = 0,16$ m/s, $T = 70^{\circ}C$ e $P_{atmiz} = 15$ psig.



Figura B.10 – Evolução do fator de fluidização durante o processo de recobrimento. Condições de operação: $m_s = 0,60 \text{ kg}, Q_{susp} = 6,0 \text{ mL/min}, u_0-u_{mf} = 0,16 \text{ m/s}, T = 70^{\circ}\text{C} \text{ e}$ $P_{atmiz} = 15 \text{ psig}.$

APÊNDICE C

Resultados experimentais referentes aos ensaios de controle do processo recobrimento



Figura C.1 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI durante os primeiros 30 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 3*.



Figura C.2 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 30 a 60 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 3*.



Figura C.3 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 60 a 90 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 3*.



Figura C.4 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 90 a 108,4 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 3*.



Figura C.5 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI durante os primeiros 30 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 4*.



Figura C.6 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 30 a 60 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 4*.



Figura C.7 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 60 a 90 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 4*.



Figura C.8 – Comportamento das variáveis manipuladas sob ação de controladores PI de 90 a 111,2 minutos do processo. Condições operacionais do ensaio 4*.