

Universidade Estadual de Campinas
Faculdade de Engenharia Química
Área de Concentração: Engenharia de Processos

ESTUDO DO COMPORTAMENTO FLUIDODINÂMICO DA CELULOSE MICROCRISTALINA EM LEITO FLUIDIZADO

Daniela Pires da Silva

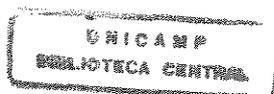
Orientador: Osvaldir Pereira Taranto

Tese de Mestrado apresentada à
Faculdade de Engenharia Química
como parte dos requisitos para
obtenção do título de mestre em
Engenharia Química; Área de
Concentração: Engenharia de
Processos

Campinas

2000

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE



9122010000

UNICAMP
38e
Ex
80/ 41825
278/00
D
R.1611,00
05-08-00
D

-00142768-5

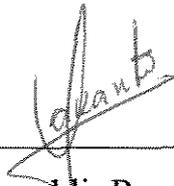
FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

Si38e Silva, Daniela Pires da
Estudo do comportamento fluidodinâmico da
celulose microcristalina em leito fluidizado / Daniela
Pires da Silva.--Campinas, SP: [s.n.], 2000.

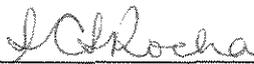
Orientador: Osvaldir Pereira Taranto.
Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Química.

1. Leito fluidizado. 2. Fluidização. 3.
Revestimentos. 4. Dinâmica dos fluidos. I. Taranto,
Osvaldir Pereira. II. Universidade Estadual de
Campinas. Faculdade de Engenharia Química. III.
Título.

Dissertação de Mestrado defendida e aprovada em 18 de fevereiro de 2000
pela Banca Examinadora constituída pelos Professores Doutores:



Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto



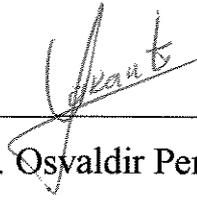
Prof. Dra. Sandra Cristina dos Santos Rocha



Prof. Dra. Araí Augusta Bernárdez Pécora

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

Este exemplar corresponde à redação final da Dissertação de Mestrado em Engenharia Química defendida por Daniela Pires da Silva e aprovada pela Comissão Julgadora em 18/02/2000.



Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por ter-me oferecido esta oportunidade e também por ter propiciado condições para que eu pudesse chegar até o fim desta missão.

Agradeço de coração ao Prof. Dr. Osvaldir Pereira Taranto, pelo apoio, pela compreensão e pela paciência, além, é claro, de ter contribuído enormemente em tudo que aprendi desde o início deste trabalho.

Aos professores de Departamento de Termofluidodinâmica, em especial à Prof. Dra. Sandra C. S. Rocha e à Prof. Dra. Meuris da Silva Gurgel, pela disponibilidade de ajuda sempre que necessário, e pelo interesse no bom andamento deste trabalho.

À Márcia e ao Renato, da secretaria do DTF, pela grande ajuda sempre e pela amizade.

Ao sr. Levi, e ao Fábio, pela enorme ajuda técnica prestada na construção do equipamento.

À todos os meus amigos da FEQ e também de outras faculdades, que sempre me deram força, seja ajudando no trabalho em si ou através de sua amizade.

SUMÁRIO

| | |
|---|-----|
| SUMÁRIO | i |
| LISTA DE FIGURAS | iii |
| LISTA DE QUADROS | vi |
| LISTA DE TABELAS | vii |
| NOMENCLATURA | ix |
| RESUMO | xi |
| ABSTRACT | xii |
| CAPÍTULO 1 : INTRODUÇÃO | 1 |
| CAPÍTULO 2 : REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 4 |
| 2.1) Recobrimento | 4 |
| 2.1.1) Recobrimento em Drageadeiras e em Leitos de Suspensão a Ar | 6 |
| 2.1.1.1) Drageadeiras | 6 |
| 2.1.1.2) Leitos de Suspensão a Ar | 8 |
| a) Leito de Jorro | 9 |
| b) Leito Fluidizado | 11 |
| 2.2) Fluidodinâmica : Conceitos Fundamentais | 14 |
| 2.2.1) Velocidade de Mínima Fluidização e Queda de Pressão | 14 |
| 2.2.2) Porosidade do Leito (ϵ) e Expansão | 17 |
| 2.2.3) Classificação de Geldart | 18 |
| 2.2.4) Velocidade Terminal | 19 |
| 2.2.5) Elutriação e <i>Transport Disengaging Height (TDH)</i> | 20 |
| 2.2.6) Placa de Distribuição de Fluido | 23 |
| 2.2.7) Diagramas de Regime de Fluxo | 25 |
| 2.2.8) Qualidade de Fluidização | 29 |
| CAPÍTULO 3 : MATERIAIS E MÉTODOS | 31 |
| 3.1) Materiais | 31 |
| 3.1.1) Partículas utilizadas | 31 |
| 3.1.2) Caracterização das partículas | 33 |
| a) Distribuição Granulométrica | 33 |
| b) Massa Específica | 34 |

| | |
|---|------------|
| c) Esfericidade das partículas | 34 |
| 3.1.3) Equipamento utilizado | 36 |
| a) O Leito | 36 |
| b) Montagem | 38 |
| c) Placa distribuidora de gás | 39 |
| d) Placa de orifício | 39 |
| e) Sistema de medida de temperatura | 41 |
| f) Cálculos estatísticos | 42 |
| 3.2) Métodos | 43 |
| 3.2.1) Metodologia | 43 |
| a) Temperatura dentro do leito | 45 |
| b) Porosidade e Expansão do leito de partículas | 46 |
| c) Friabilidade das partículas | 47 |
| 3.2.2) Procedimento Experimental | 48 |
| CAPÍTULO 4 : ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS | 50 |
| 4.1) Observações gerais | 50 |
| 4.2) Curvas de Fluidização | 51 |
| 4.3) Porosidade e Expansão do leito de partículas | 60 |
| 4.4) Variação da temperatura dentro do leito | 63 |
| 4.5) Friabilidade das partículas | 66 |
| 4.6) Qualidade de Fluidização | 67 |
| CAPÍTULO 5 : CONCLUSÃO E SUGESTÕES | 71 |
| 5.1) Conclusões | 71 |
| 5.2) Sugestões para trabalhos futuros | 72 |
| REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 73 |
| ANEXO 1: Curvas de fluidização para os testes preliminares | 79 |
| ANEXO 2: Perfis de temperatura radial: testes preliminares | 83 |
| ANEXO 3: Curvas de fluidização para os ensaios experimentais | 87 |
| ANEXO 4: Perfis de temperatura radial: ensaios experimentais | 95 |
| ANEXO 5: Curvas de fluidização para esfericidades diferentes | 99 |
| ANEXO 6: Distribuição granulométrica das amostras de CMC | 101 |
| ANEXO 7: Temperaturas no sentido axial do leito | 109 |

LISTA DE FIGURAS

| | | pg |
|--------------------|--|----|
| <i>Figura 2.1</i> | Drageadeira Convencional | 6 |
| <i>Figura 2.2</i> | Drageadeira com tubo de imersão de Strunk | 7 |
| <i>Figura 2.3</i> | Drageadeira tipo Accela-Cota | 7 |
| <i>Figura 2.4</i> | Driacoater | 8 |
| <i>Figura 2.5</i> | Leito de Jorro | 9 |
| <i>Figura 2.6</i> | Regimes de Fluidização | 12 |
| <i>Figura 2.7</i> | Curva típica de fluidização de partículas, queda de pressão em função da velocidade do gás | 16 |
| <i>Figura 2.8</i> | Gráfico para classificação de partículas (Geldart, 1971) | 19 |
| <i>Figura 2.9</i> | Zonas de fluidização num leito de partículas | 22 |
| <i>Figura 2.10</i> | Diagrama de Regimes Fluidodinâmicos (Grace, 1986) | 27 |
| <i>Figura 2.11</i> | Diagrama de Regimes Fluidodinâmicos (Reh, 1971) | 28 |
| <i>Figura 3.1</i> | Fotos das partículas de celulose: a) esféricas (Celphere); b) não-esféricas (MC-500) | 35 |
| <i>Figura 3.2</i> | Círculo inscrito e circunscrito a uma partícula | 36 |
| <i>Figura 3.3</i> | Dimensões do leito de acrílico | 37 |
| <i>Figura 3.4</i> | Esquema de montagem do equipamento | 37 |
| <i>Figura 3.5</i> | Posicionamento das sondas de temperatura axial, radial e de entrada no leito | 41 |
| <i>Figura 4.1</i> | Curva típica de fluidização para partículas de distribuição granulométrica estreita (Kunii e Levenspiel, 1991) | 51 |
| <i>Figura 4.2</i> | Ensaio preliminar com $d_p = 0,36$ mm | 53 |
| <i>Figura 4.3</i> | Curva de fluidização para partículas com larga distribuição granulométrica (Geldart, 1986) | 53 |
| <i>Figura 4.4</i> | Curva de fluidização da MC-500 com $d_p = 0,203$ mm (ensaio 1) | 54 |

| | | |
|--------------------|--|----|
| <i>Figura 4.5</i> | Curva de fluidização da MC-500 com $d_p = 0,203$ mm (ensaio 3) | 55 |
| <i>Figura 4.6</i> | Curvas de fluidização para o ensaios 4 e 8, $d_p = 0,203$ mm, e alturas de leito de 7,4 e 10,0 cm, respectivamente | 59 |
| <i>Figura 4.7</i> | Curvas de fluidização para o ensaios 1 e 2, $d_p = 0,203$ e 0,36 mm, respectivamente | 60 |
| <i>Figura 4.8</i> | Esfericidade de uma partícula em função da porosidade do leito fixo (Kunii e Levenspiel, 1991) | 61 |
| <i>Figura 4.9</i> | Partículas de diâmetro médio semelhantes (MC-500, $d_p=0,203$ mm e Celphere 203, $d_p = 0,230$ mm) e esfericidades diferentes (0,62 e 0,88, respectivamente) | 62 |
| <i>Figura 4.10</i> | Curvas para partículas de diâmetro médio semelhantes (MC-500, $d_p = 0,36$ mm e Celphere 305, $d_p = 0,40$ mm) e esfericidades diferentes (0,63 e 0,88, respectivamente) | 63 |
| <i>Figura 4.11</i> | Curva de queda de pressão em função da velocidade do gás (Strumillo e Kudra, 1986) | 64 |
| <i>Figura 4.12</i> | Perfis de temperatura radial obtidos nos testes preliminares; a) teste 1, $u_{op} = 3,8 \times u_{mf}$; b) teste 3, $u_{op} = 4,1 \times u_{mf}$ | 65 |
| <i>Figura 4.13</i> | Perfis de temperatura radial obtidos nos ensaios; a) ensaio 1, $u_{op} = 5,9 \times u_{mf}$; b) ensaio 3, $u_{op} = 7,8 \times u_{mf}$ | 66 |
| <i>Figura 4.14</i> | Figura 4.14 : Diagrama de Reh, os pontos coloridos representam os condições de operação: verde = $3,6 \times u_{mf}$, vermelho = $4,7 \times u_{mf}$, amarelo = $5,8 \times u_{mf}$ e azul = $7,8 \times u_{mf}$; quadrado representa diâmetro de partícula igual a $2,03 \cdot 10^{-4}$ m e círculo, $3,6 \cdot 10^{-4}$ m | 69 |
| <i>Figura 4.15</i> | Figura 4.15 : Diagrama de Grace, os pontos coloridos representam os condições de operação: verde = $3,6 \times u_{mf}$, vermelho = $4,7 \times u_{mf}$, amarelo = $5,8 \times u_{mf}$ e azul = $7,8 \times u_{mf}$; quadrado representa diâmetro de partícula igual a $2,03 \cdot 10^{-4}$ m e círculo, $3,6 \cdot 10^{-4}$ m | 70 |

| | | |
|---------------------|--|----|
| <i>Figura A1.1</i> | Teste preliminar 1 | 79 |
| <i>Figura A1.2</i> | Teste preliminar 2 | 79 |
| <i>Figura A1.3</i> | Teste preliminar 3 | 80 |
| <i>Figura A1.4</i> | Teste preliminar 4 | 80 |
| <i>Figura A1.5</i> | Teste preliminar 5 | 81 |
| <i>Figura A1.6</i> | Teste preliminar 6 | 81 |
| <i>Figura A1.7</i> | Teste preliminar 7 | 82 |
| <i>Figura A1.8</i> | Teste preliminar 8 | 82 |
| <i>Figura A2.1</i> | Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 1 | 83 |
| <i>Figura A2.2</i> | Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 2 | 83 |
| <i>Figura A2.3</i> | Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 3 | 84 |
| <i>Figura A2.4</i> | Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 4 | 84 |
| <i>Figura A2.5</i> | Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 5 | 85 |
| <i>Figura A2.6</i> | Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 6 | 85 |
| <i>Figura A2.7</i> | Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 7 | 86 |
| <i>Figura A2.8</i> | Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 8 | 86 |
| <i>Figura A3.1</i> | Ensaio 1 | 87 |
| <i>Figura A3.2</i> | Réplica do Ensaio 1 | 87 |
| <i>Figura A3.3</i> | Ensaio 2 | 88 |
| <i>Figura A3.4</i> | Réplica do ensaio 2 | 88 |
| <i>Figura A3.5</i> | Ensaio 3 | 89 |
| <i>Figura A3.6</i> | Réplica do ensaio 3 | 89 |
| <i>Figura A3.7</i> | Ensaio 4 | 90 |
| <i>Figura A3.8</i> | Réplica do ensaio 4 | 90 |
| <i>Figura A3.9</i> | Ensaio 5 | 91 |
| <i>Figura A3.10</i> | Réplica do ensaio 5 | 91 |
| <i>Figura A3.11</i> | Ensaio 6 | 92 |
| <i>Figura A3.12</i> | Réplica do ensaio 6 | 92 |
| <i>Figura A3.13</i> | Ensaio 7 | 93 |
| <i>Figura A3.14</i> | Réplica do ensaio 7 | 93 |
| <i>Figura A3.15</i> | Ensaio 8 | 94 |
| <i>Figura A3.16</i> | Réplica do ensaio 8 | 94 |

| | | |
|--------------------|--|-----|
| <i>Figura A4.1</i> | Perfil de temperatura radial para o ensaio 1 | 95 |
| <i>Figura A4.2</i> | Perfil de temperatura radial para o ensaio 2 | 95 |
| <i>Figura A4.3</i> | Perfil de temperatura radial para o ensaio 3 | 96 |
| <i>Figura A4.4</i> | Perfil de temperatura radial para o ensaio 4 | 96 |
| <i>Figura A4.5</i> | Perfil de temperatura radial para o ensaio 5 | 97 |
| <i>Figura A4.6</i> | Perfil de temperatura radial para o ensaio 6 | 97 |
| <i>Figura A4.7</i> | Perfil de temperatura radial para o ensaio 7 | 98 |
| <i>Figura A4.8</i> | Perfil de temperatura radial para o ensaio 8 | 98 |
| <i>Figura A5.1</i> | Ensaio com MC-500 | 99 |
| <i>Figura A5.2</i> | Ensaio com MC-500 | 99 |
| <i>Figura A5.3</i> | Ensaio com Celphere tipo 203 | 100 |
| <i>Figura A5.4</i> | Ensaio com Celphere tipo 305 | 100 |
| <i>Figura A6.1</i> | Corrida 1 : teste preliminar 1 antes da fluidização | 101 |
| <i>Figura A6.2</i> | Corrida 1 : teste preliminar 1 depois da fluidização | 102 |
| <i>Figura A6.3</i> | Corrida 2 : teste preliminar 3 antes da fluidização | 103 |
| <i>Figura A6.4</i> | Corrida 2 : teste preliminar 3 depois da fluidização | 104 |
| <i>Figura A6.5</i> | Corrida 3 : ensaio 1 antes da fluidização | 105 |
| <i>Figura A6.6</i> | Corrida 3 : ensaio 1 depois da fluidização | 106 |
| <i>Figura A6.7</i> | Corrida 4 : ensaio 3 antes da fluidização | 107 |
| <i>Figura A6.8</i> | Corrida 4 : ensaio 3 depois da fluidização | 108 |

LISTA DE QUADROS

pg

| | | |
|-------------------|---|----|
| <i>Quadro 2.1</i> | Porosidade de leitos fluidizados de esferas de tamanhos de tamanhos uniformes (Davidson et al., 1985) | 17 |
| <i>Quadro 2.2</i> | Correlação para o cálculo do coeficiente de arraste (C_D) | 20 |
| <i>Quadro 2.3</i> | Correlações para estimativa do TDH (Geldart, 1986) | 23 |

LISTA DE TABELAS

| | | pg |
|--------------------|--|-----|
| <i>Tabela 3.1</i> | Características da celulose microcristalina | 32 |
| <i>Tabela 3.2</i> | Distribuição granulométrica da celulose microcristalina (tipo MC-500) | 33 |
| <i>Tabela 3.3</i> | Massa específica dos materiais usados | 34 |
| <i>Tabela 3.4</i> | Esfericidade das partículas de celulose | 36 |
| <i>Tabela 3.5</i> | Equações de calibração para os termopares | 42 |
| <i>Tabela 3.6</i> | Variáveis estudadas e seus níveis | 44 |
| <i>Tabela 3.7</i> | Ensaios experimentais | 44 |
| <i>Tabela 3.8</i> | Ensaios comparativos entre MC-500 e Celphere | 45 |
| <i>Tabela 3.9</i> | Amostras analisadas quanto à distribuição granulométrica | 47 |
| <i>Tabela 4.1</i> | Resultados obtidos nos ensaios e suas réplicas | 56 |
| <i>Tabela 4.2</i> | Resultados obtidos nos ensaios de comparação entre Celphere e MC500 | 57 |
| <i>Tabela 4.3</i> | Velocidade de mínima fluidização médias para as partículas usadas | 57 |
| <i>Tabela 4.4</i> | Expansão do leito de partículas para velocidades diferentes | 57 |
| <i>Tabela 4.5</i> | Velocidade de mínima fluidização teórica | 58 |
| <i>Tabela 4.6</i> | Diâmetro das partículas de celulose antes e depois da fluidização | 67 |
| <i>Tabela A7.1</i> | Temperatura axial - teste preliminar 1 | 109 |
| <i>Tabela A7.2</i> | Temperatura axial - teste preliminar 2 | 109 |
| <i>Tabela A7.3</i> | Temperatura axial - teste preliminar 3 | 109 |
| <i>Tabela A7.4</i> | Temperatura axial - teste preliminar 4 | 109 |
| <i>Tabela A7.5</i> | Temperatura axial - teste preliminar 5 | 109 |
| <i>Tabela A7.6</i> | Temperatura axial - teste preliminar 6 | 109 |
| <i>Tabela A7.7</i> | Temperatura axial - teste preliminar 7 | 109 |

| | | |
|---------------------|--|-----|
| <i>Tabela A7.8</i> | Temperatura axial - teste preliminar 8 | 109 |
| <i>Tabela A7.9</i> | Temperatura axial - ensaio 1 | 110 |
| <i>Tabela A7.10</i> | Temperatura axial - ensaio 2 | 110 |
| <i>Tabela A7.11</i> | Temperatura axial - ensaio 3 | 110 |
| <i>Tabela A7.12</i> | Temperatura axial - ensaio 4 | 110 |
| <i>Tabela A7.13</i> | Temperatura axial - ensaio 5 | 110 |
| <i>Tabela A7.14</i> | Temperatura axial - ensaio 6 | 110 |
| <i>Tabela A7.15</i> | Temperatura axial - ensaio 7 | 110 |
| <i>Tabela A7.16</i> | Temperatura axial - ensaio 8 | 110 |

NOMENCLATURA

Letras Latinas:

| | | |
|----------------------|--|-----------|
| <i>A</i> | área | m^2 |
| <i>Ar</i> | número de Arquimedes = $Ar = \rho_f d_p^3 (\rho_p - \rho_f) \frac{g}{\mu^2}$ | - |
| <i>Cd</i> | coeficiente de arraste | - |
| <i>d</i> | diâmetro | m |
| <i>E_i</i> | taxa de elutriação da fração <i>i</i> | kg/m^2s |
| <i>E</i> | expansão do leito | % |
| <i>Ga</i> | número de Galileo = $Ga = d_p^3 \rho_f^2 g / \mu^2$ | - |
| <i>g</i> | aceleração da gravidade | m/s^2 |
| <i>L</i> | altura do leito de partículas | m |
| <i>K_i</i> | constante de elutriação da fração <i>i</i> | kg/m^2s |
| <i>m</i> | massa | kg |
| <i>Mv</i> | razão de densidade = $Mv = (\rho_p - \rho_f) / \rho_f$ | - |
| <i>P</i> | pressão | Pa |
| <i>r</i> | raio | m |
| <i>s</i> | desvio padrão | - |
| <i>u</i> | velocidade superficial do gás | m/s |
| <i>V</i> | volume | m^3 |
| <i>x</i> | fração mássica | - |
| <i>y</i> | medida ou amostra | - |

Letras Gregas:

| | | |
|---------------|-----------------------------|----------|
| ε | porosidade do leito fluido | - |
| μ | viscosidade do fluido | $kg/m.s$ |
| ρ | massa específica | kg/m^3 |
| ϕ | esfericidade das partículas | - |
| Δ | variação, diferença | - |

Índices:

| | |
|-------------|--------------------|
| <i>B</i> | leito |
| <i>d</i> | distribuidor |
| <i>f</i> | fluido |
| <i>fixo</i> | leito fixo |
| <i>i</i> | iésimo (contador) |
| <i>máx</i> | máximo |
| <i>mb</i> | mínima de bolha |
| <i>mf</i> | mínima fluidização |
| <i>op</i> | operação |
| <i>p</i> | partícula |
| <i>s</i> | sólidos |
| <i>t</i> | terminal |
| <i>to</i> | total |

RESUMO

Este trabalho apresenta um estudo sobre a fluidização de microgrânulos de celulose microcristalina (CMC), visando utilizar esta partícula num futuro processo de recobrimento.

A CMC foi analisada em duas faixas de diâmetro e nas formas esférica e não-esférica. Foram analisados parâmetros fluidodinâmicos fundamentais, como a velocidade de mínima fluidização, a queda de pressão, a porosidade e a expansão do leito de partículas.

O efeito do atrito devido à operação de fluidização foi estudado e verificou-se que, dentro da faixa de velocidades utilizada, este efeito é negligenciável.

A distribuição de temperatura radial dentro do leito foi determinada à diferentes velocidades superficiais de ar. Estes perfis foram analisados de forma a verificar sua validade como indicador da qualidade de fluidização.

Verificou-se a existência de perfis parabólicos que achatavam-se a medida que aumentava-se a velocidade de operação, indicando um aumento na homogeneidade na distribuição de sólidos dentro do leito.

A partir da análise destas distribuições pode-se dizer que atinge-se uma boa qualidade de fluidização com velocidades de operação superiores a 7 vezes a velocidade de mínima fluidização. Nesta mesma condição encontra-se expansões do leito de 35% em relação à altura de mínima fluidização.

Os resultados obtidos neste trabalho mostram que a CMC apresenta uma fluidização com qualidade e adequa-se ao processo de recobrimento em leito fluidizado.

ABSTRACT

This work presents a study over the fluidization of microcrystalline cellulose microgranules (CMC), aiming to the use of these particles in a future process of coating.

CMC was analysed in two ranges of particles diameter and in spherical and non-spherical forms. Some fundamental fluid-dynamic parameters were studied, like minimum fluidization velocity, pressure drop, porosity and bed expansion.

The effect of friction due to the fluidization operation were studied too and it was verified that this effect is neglectable within the range of velocity used.

The bed temperature distribution over the radius was determined at different air superficial velocities. These profiles were analysed in the form of verifying its validity as a fluidization quality indicator.

It was verified the existence of parabolic profiles that tended to linearization when the velocity is rised, indicating an increase in the homogeneity of the concentration of solids in the bed.

From the analysis of these distributions, it can be said that a good fluidization quality achieved with operation velocities over seven times the minimum fluidization velocity.

The results obtained in this work show that the CMC can be fluidized with quality and the solids circulation shall be adequate to the coating process in fluid bed.

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

O recobrimento de partículas é um processo que vem sendo estudado e utilizado em várias áreas da indústria química (tintas, alimentos, fertilizantes, fármacos, etc) devido ao fato de incorporar novas propriedades aos sólidos.

O propósito do recobrimento tem sido modificar propriedades físicas e químicas, como gosto, aparência, taxa de dissolução, reatividade, fluidibilidade, proteger a droga e/ou mascarar o seu gosto, etc. Em especial na indústria farmacêutica, onde ocorre o recobrimento de comprimidos e microgrânulos, objetiva-se, principalmente, obter um sistema de liberação controlada, ou seja, um sistema em que o tempo e a velocidade de liberação do medicamento possam ser controlados através do material que o recobre.

A grande maioria dos processos de recobrimento realizado comercialmente é feita em painelas giratórias ou drageadeiras. A tendência a usar este equipamento vem da tradição e também de todo investimento e tecnologia implantados na indústria. Infelizmente, as drageadeiras limitam o processo a partículas grandes e granulometria estreita e também a poucas substâncias que não formem com os sólidos grandes aglomerados.

Surge como alternativa para este processo outro tipo de equipamento, o leito de suspensão a ar. Dentro desta categoria, destacam-se os leitos fluidizado e de jorro. São equipamentos muito utilizados em outros processos, como combustão, reações catalíticas, secagem e granulação. A fluidização tem algumas vantagens sobre o leito de jorro, como altas taxas de transferência de calor e massa e também pelo fato de poder operar com uma grande faixa de diâmetro de partícula, incluindo partículas com tendências coesivas, dependendo dos parâmetros operacionais.

O objetivo deste trabalho foi estudar o comportamento fluidodinâmico de microgrânulos usados na indústria farmacêutica, em leito fluidizado. Pretendeu-se observar e analisar o comportamento de microgrânulos durante um processo de fluidização,

determinando parâmetros comuns ao processo, como velocidade de mínima fluidização, porosidade de mínima fluidização, etc; e também analisar as partículas, em especial o efeito do atrito que pode ocorrer durante o processo.

O material utilizado neste estudo foi a celulose microcristalina (CMC), comumente usada como excipiente em formulação de comprimidos e cápsulas.

Os experimentos foram realizados com a CMC sob a forma esférica e não-esférica, e, para ambas as formas, trabalhando com duas faixas de diâmetro diferentes. Para cada tipo de partícula foi obtida sua curva de fluidização, indicador primordial da qualidade do processo. A partir das curvas também puderam ser determinados parâmetros, como velocidade e porosidade de mínima fluidização.

Os processos foram realizados com ar de fluidização à 65°C, aproximadamente. Foi usado ar aquecido para determinar a existência de perfis de temperatura dentro do leito, que foi medido através de duas sondas termopares, uma axial e outra radial. Estes perfis de temperatura foram obtidos para quatro velocidades de operação diferentes.

As curvas de fluidização, os perfis de temperatura e também a comparação dos resultados com diagramas de regime de fluxo encontrados em literatura foram utilizados para caracterizar a qualidade da fluidização da celulose microcristalina.

A diferença de esfericidade das partículas foi analisada em relação à porosidade do leito fixo e de mínima fluidização.

Analisou-se, também, o grau de friabilidade das partículas através da verificação do efeito do atrito durante os ensaios de fluidização.

Esta pesquisa é o primeiro passo de um objetivo maior que é o estudo do recobrimento de microgrânulos em leito fluidizado.

Nos capítulos seguintes tem-se uma exposição mais detalhada da motivação deste trabalho e dos métodos empregados, de forma a atingir os objetivos já citados.

O capítulo 2 discorre sobre o processo de recobrimento, sobre os materiais envolvidos neste processo e dos equipamentos utilizados, em especial sobre o leito fluidizado. Além de expor também parâmetros e conceitos importantes em relação à fluidodinâmica de um leito.

O capítulo de materiais e métodos mostra o porquê da escolha da celulose microcristalina, e também apresenta suas características físico-químicas. Mostra em detalhes o projeto do leito e também a montagem experimental. Ainda neste capítulo, são apresentados os procedimentos realizados antes e durante a realização dos ensaios experimentais.

No capítulo 4, é apresentada a análise e discussão dos resultados obtidos e no capítulo 5, as conclusões finais e as sugestões para trabalhos futuros.

CAPÍTULO 2

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1) Recobrimento

Recobrimento, ou revestimento, é uma operação unitária que visa revestir a superfície de partículas, com uma solução, suspensão ou camada de recobrimento.

O recobrimento de sólidos granulares é utilizado no processamento de uma grande variedade de produtos. Na indústria de alimentos, usa-se revestir balas e confeitos, por exemplo. Na área da agricultura, inclui-se o recobrimento de sementes com material polimérico e de fertilizantes para controle da velocidade de dissolução do produto no solo.

Outra área na qual a importância do recobrimento é reconhecida, é a área farmacêutica. O recobrimento de drogas para fins medicinais data do século XVII. Registros de publicações francesas descrevem o recobrimento com soluções à base de açúcar como modo de mascarar o gosto, geralmente amargo, dos remédios.

Algumas das funções do recobrimento de partículas são a proteção do material a ser recoberto (no caso da estocagem de semente, por exemplo) e a possibilidade de controle de liberação do mesmo material para o ambiente (no caso de recobrimento de fertilizantes ou de medicamentos). Para o caso de produtos farmacêuticos, como os comprimidos ou os grânulos que constituem as cápsulas, a aplicação é baseada nas seguintes vantagens:

- mascarar o sabor, odor ou cor indesejáveis da droga;
- melhorar a estética do produto;
- proteger a droga de fatores ambientais, como a luminosidade, a umidade e o calor excessivo;
- aumentar a resistência mecânica da droga;

- proteger a droga do suco gástrico do estômago;
- facilitar a manipulação e reduzir ao mínimo a contaminação do produto;
- controlar o tempo e o local de dissolução da droga;
- possibilitar a adição de outra substância na fórmula através do recobrimento a fim de evitar problemas de incompatibilidades químicas e garantir a dissolução seqüencial das drogas.

Tanto no caso das drogas quanto em relação a ação de fertilizantes, a utilização do recobrimento como meio de conseguir-se um sistema de liberação controlada é bastante eficiente. Neste sistema o princípio ativo é liberado onde e quando se deseja de acordo com o processo e material de recobrimento. O controle da liberação traz algumas vantagens como eliminação de picos nos níveis do princípio ativo, facilidade do cumprimento da posologia e redução da quantidade de droga administrada e dos efeitos colaterais.

Desde os princípios da utilização de técnica de recobrimento e até hoje, os equipamentos mais utilizados neste processo foram as drageadeiras, convencionais ou com algumas modificações, contudo em meados dos anos 50, Wurster (1953) patenteou um equipamento recobridor que utiliza suspensão a ar quente. Esta técnica alternativa, que mostrou-se eficiente no recobrimento de comprimidos com filme polimérico, foi chamada de recobrimento em leito fluido ou móvel, ou também de processo Wurster. Mais tarde o processo foi modificado por Singiser (1961), através da adaptação de uma parte cônica à câmara onde ocorre a operação, sendo que o movimento tornou-se similar ao de um leito de jorro.

O processo de recobrimento em si é relativamente simples. Ele consiste na aplicação de uma solução sobre um leito de partículas em movimento, de modo que a solução se distribua por todo o leito. O movimento do leito se deve a uma corrente de ar aquecido que é insuflada dentro do equipamento, que também serve para facilitar a evaporação do solvente e a secagem das partículas revestidas.

2.1.1) Recobrimento em drageadeiras e leitos de suspensão a ar:

2.1.1.1) Drageadeiras:

A drageadeira padrão, ou panela giratória padrão, é um recipiente metálico, esférico, montado de forma angular e provido de um motor que dá movimento de rotação à drageadeira, como mostra a Figura 2.1. Uma abertura em sua face frontal permite a alimentação dos comprimidos e da solução de recobrimento. Esta solução pode ser aplicada de forma manual ou com bicos atomizadores, sendo que com estes últimos obtém-se uma cobertura mais rápida e homogênea, evitando encharcamento e aglomeração de comprimidos. A secagem é realizada pela presença de ar aquecido e a exaustão é feita por meio de tubos posicionados na parte frontal da panela.



Figura 2.1: Drageadeira Convencional

Existem várias modificações feitas em relação ao modelo padrão, visando aumentar a eficiência do processo, como por exemplo, a inclusão de chicanas ou a adaptação de um difusor que distribui uniformemente o ar de secagem sobre as partículas. Uma dessas inovações é o tubo de imersão, mostrado na Figura 2.2. O sistema de tubo de imersão, patenteado em 1970, na Alemanha, foi inicialmente desenvolvido para recobrimento tipo filme, tendo sido projetado para substituição dos solventes orgânicos por solventes aquosos

utilizando-se resinas acrílicas, e revestimentos com açúcar com capacidade de até 300 kg por batelada.

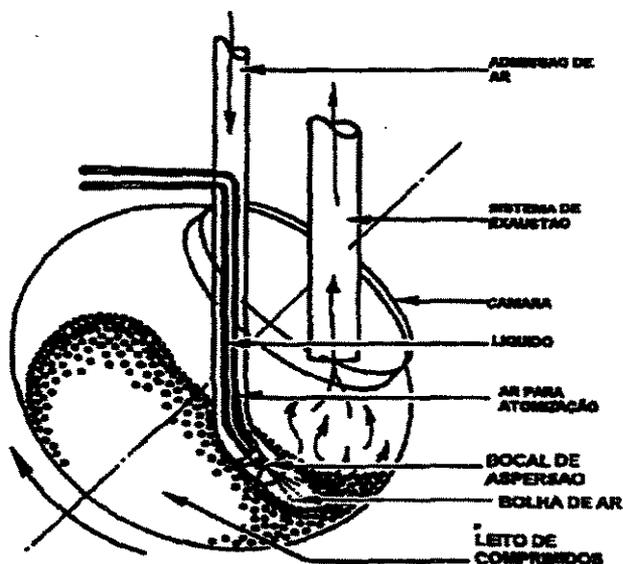


Figura 2.2: Drageadeira com tubo de imersão de Strunk

Dentre os modelos modificados, outro exemplo de tipo de equipamento é o Accela-Cota (1968), cujo esquema é mostrado na Figura 2.3.

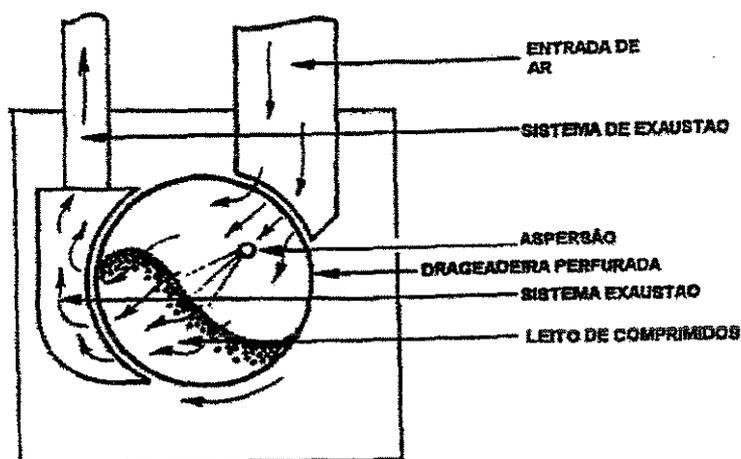


Figura 2.3: Drageadeira tipo Accela-Cota

A modificação feita neste modelo foi a colocação do eixo na posição horizontal, e implantação de duas janelas perfuradas, uma na posição frontal e outra na posição

posterior, que permitiam o fluxo de ar quente através do leito de partículas, o que proporcionava uma secagem contínua e conseqüentemente um aumento na eficiência.

Outro modelo, o Driacoater®, apresenta uma configuração diferente das anteriores por não ser cilíndrica, mas apresenta uma forma poligonal de nove lados, havendo em cada um deles uma seção perfurada ligada por uma tubulação, com capacidade de produzir fluxos de ar positivo e negativo, e também uma terceira unidade funcionando como exaustor. Esta configuração permite três tipos diferentes de fluxo de ar, melhorando o sistema de secagem (Porter and Hogan (1984)). A Figura 2.4 mostra um esquema do equipamento em questão.

O processo de recobrimento em drageadeira., mesmo com as possíveis modificações, exige um tempo longo e o seu controle é difícil.

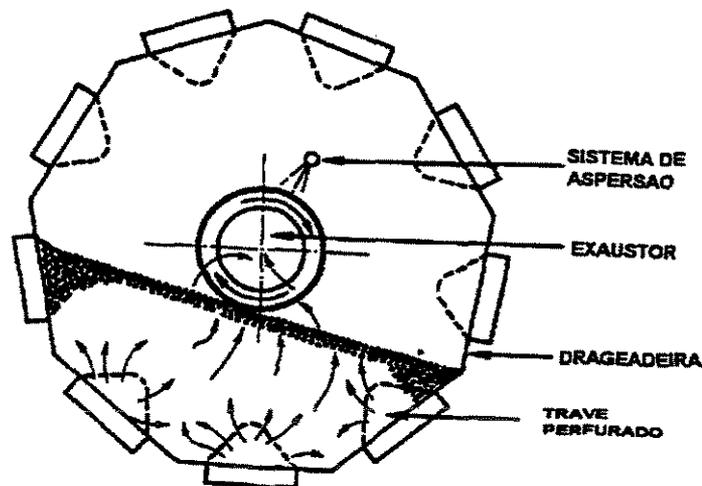


Figura 2.4: Driacoater®

2.1.1.2) Leitos de suspensão a ar:

As vantagens destes leitos sobre as drageadeiras são: a redução de custos; menor tempo de processo; menor espaço para a instalação do equipamento; maior uniformidade do produto recoberto; ampliação da variedade de produtos; etc.

a) Leito de Jorro:

O termo "leito de jorro" foi criado por Gishler e Mathur (1957). Inicialmente o desenvolvimento desta técnica visava a secagem de sementes e grãos, mas foram surgindo novas unidades utilizando o leito de jorro para uma variada gama de processos, como por exemplo, cristalização evaporativa, mistura de sólidos, resfriamento, craqueamento de petróleo, granulação e revestimentos de partículas.

O leito de jorro consiste num recipiente cilíndrico, no qual o leito móvel de partículas ascende continuamente por uma coluna central e ao alcançar uma câmara de expansão, desacelera e cai numa região de fase densa, que por gravidade move-se em direção à base do leito (Figura 2.5).

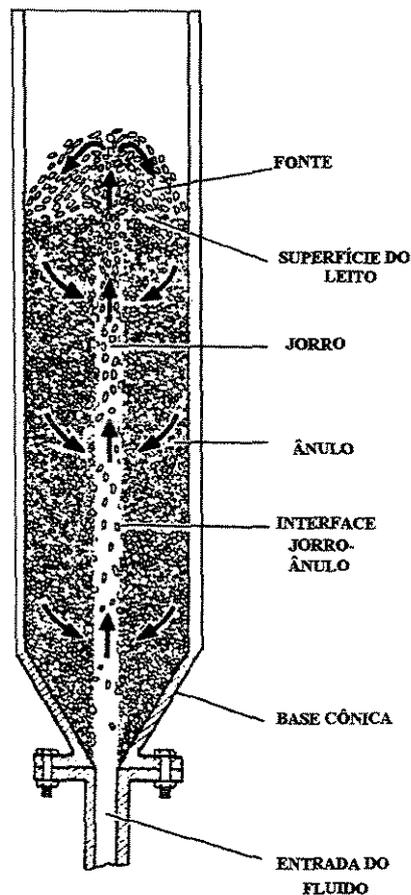


Figura 2.5: Leito de jorro

Devido ao movimento provocado pelo jorro pode-se chegar a um alto grau de mistura de sólidos e também a um contato íntimo entre as fases sólida e gasosa, proporcionando grandes taxas de transferência de calor e de massa. Porém, o jorro, que é um fenômeno observável, ocorre dentro de uma definida faixa de velocidade de gás, para uma dada combinação de gás, partícula e configuração do vaso.

Em geral, o diâmetro mínimo de partícula para o qual o jorro se torna viável é de, aproximadamente, 1,0 mm. Este valor está próximo do valor acima do qual, a efetividade do contato gás-sólido em um leito fluidizado diminui devido à formação de bolhas muito grandes.

Percebe-se, então, que a operação em leito de jorro é tão eficiente em termos de transferência de calor e de massa, quanto um leito fluidizado, porém, a sua boa operação está vinculada ao uso de partículas de diâmetro médio relativamente grande.

O jorro é muito usado no revestimento de comprimidos. Rocha et al. (1995) estudaram a dinâmica do leito de jorro bi-dimensional sem e com o recobrimento de comprimidos de placebo e encontraram que parâmetros como queda de pressão máxima e vazão de mínima fluidização, determinados para o sistema sem o recobrimento, poder ser extrapolados para o sistema com o recobrimento. Taranto (1996) usou um leito de jorro bi-dimensional para recobrir grãos de soja e comprimidos (placebo). Ambas as partículas com diâmetro equivalente entre 6,5-6,8 mm. Em seu trabalho, utilizou placas internas (*draft plates*), o que permitiu o processamento de uma quantidade maior de partículas por batelada. Souza (1997) também recobriu comprimidos usando um leito jorro bi-dimensional, com a diferença que seu leito apresentava também um sistema de vibração. Segundo o autor, a utilização da energia de vibração no leito facilita o processo e aumenta a eficiência do mesmo, diminuindo a velocidade de mínimo jorro e a queda de pressão de jorro mínimo.

Ainda utilizando o mesmo tipo de sistema (recobrimento de comprimidos em leito jorro bi-dimensional), Queiroz Filho (1997) estudou o depósito de material sobre as partículas e a posição do bico atomizador. Concluiu que o fator que mais influencia o

crescimento da película de recobrimento é a vazão da suspensão. E que não houve diferença significativa neste crescimento com a mudança de posição do bico atomizador (topo, base angulada, e fundo do leito) para a faixa em que o autor trabalhou.

Apesar da grande utilidade do leito de jorro, este está limitado a uma faixa de partículas de tamanho relativamente grande (partículas classificadas como do grupo D de Geldart, 1973).

b) Leito Fluidizado:

Fluidização é uma operação que envolve o fluxo de sólidos em contato com gases, líquidos ou ambos. A tecnologia de fluidização vem sendo aplicada significativamente em indústrias químicas, petroquímicas, bioquímicas e metalúrgicas.

As operações em leito fluidizado tem aplicação devido à vantagens que esse tipo de equipamento oferece, como, altas taxas de transferência de calor e massa, devido ao contato íntimo entre as fases, equipamento mais compacto, mistura intensa, etc.

Para compreender-se como opera um leito fluidizado, segue-se a descrição do fenômeno da fluidização, feita por Kunii e Levenspiel (1991): passa-se um fluido através de um leito de partículas finas (Figura 2.6). A baixas velocidades, o fluido meramente percola pelos espaços vazios entre as partículas. Este comportamento caracteriza um leito fixo.

Com o aumento do fluxo, as partículas começam a mover-se, passando o regime de leito fixo para um regime de leito expandido.

Numa velocidade maior, chega-se a um ponto onde as partículas suspendem-se no gás ou líquido. Neste ponto a força de atrito entre as partículas e o fluido contrabalança o peso da partícula. A componente vertical da força compressiva entre as partículas adjacentes desaparece e a queda de pressão através de qualquer seção no leito torna-se igual ao peso das partículas naquela seção. Este leito é considerado como em fluidização incipiente ou em mínima fluidização.

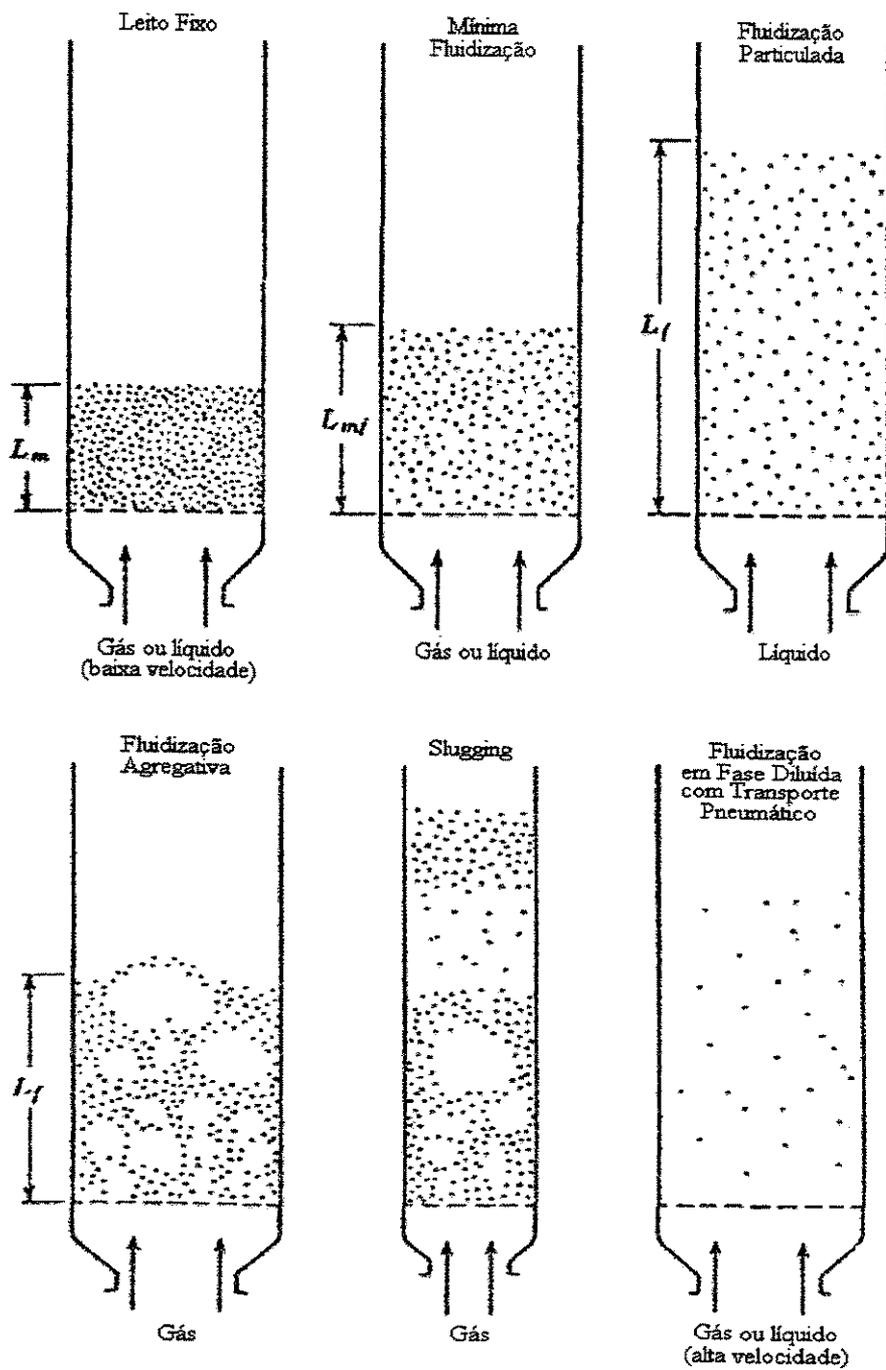


Figura 2.6: Regimes de fluidização

Em sistemas líquido-sólido, ou seja, o fluido é um líquido, um aumento na velocidade do líquido acima da mínima fluidização geralmente resulta na expansão progressiva e suave do leito, o que se chama de fluidização homogênea.

Sistemas gás-sólidos geralmente tem comportamento bem diferente. Com um acréscimo na velocidade do fluxo do gás além da mínima fluidização pode ser observada grande instabilidade com formação de bolhas e canais preferenciais. A maiores fluxos, a agitação torna-se mais violenta e o movimento dos sólidos mais vigoroso. E além disso, o leito se expande muito acima do volume de mínima fluidização. Estas são as características de leitos que são chamados agregativos, ou heterogêneos, ou ainda borbulhantes.

Tanto o leito fluidizado líquido-sólido como gás - sólido apresentam fluidização em fase densa. Contudo a uma velocidade de fluxo suficientemente alta, é possível carregar as partículas, obtendo-se um leito fluidizado disperso, ou diluído, caracterizado pelo transporte das partículas.

O leito fluidizado pode operar com partículas de uma grande faixa de diâmetros, inclusive com partículas de até 1 micra, as quais apresentam propriedades fortemente coesivas. Este tipo de sistema foi bastante estudado por Mori et al. (1990) e por Kono e Tian (1992). Mori et al. (1990) trabalhou com partículas de 0,15 até 180 μm (grupo C de Geldart) e utilizou-se de um sistema de vibração para vencer as forças coesivas entre as partículas e fluidizá-las. Kono e Tian (1992) utilizaram o leito fluidizado para densificar pós finos ($<1 \mu\text{m}$) em até 300%, sem a adição de qualquer substância aglomerante.

O recobrimento de alguns tipos de partículas em leito fluidizado já foi citado na literatura. Em 1968, Robinson et al. publicaram um artigo apresentando um equipamento alternativo e mais vantajoso para o recobrimento do que as tradicionais drageadeiras. Tratava-se de um leito vibro-fluidizado, que foi denominado *PCD* ou *Particle Coating Device* (equipamento para o recobrimento de partículas). Segundo Robinson et al, este novo método de operação é mais vantajoso em relação ao método tradicional, devido ao fato de

se ter um melhor controle das variáveis e da operação em si, o que permite o recobrimento de uma faixa bastante ampla (10 à 1000 μm) de tamanho de partículas.

Kleinbach and Riede (1995) recobriram partículas relativamente grandes (3500 μm) com uma solução polimérica. Segundo os autores, é possível controlar a qualidade do recobrimento controlando as variáveis do processo, como por exemplo o fluxo de gás. Quanto maior a velocidade superficial de fluidização, melhor a qualidade do recobrimento. Outra melhoria sugerida é a utilização de leito cônico, que apresenta eficiência de recobrimento maior em relação ao leito cilíndrico. Kage et al.(1996) também estudaram a qualidade de recobrimento, porém se concentrando em outras variáveis, relativas à alimentação da suspensão. Segundo os autores, a eficiência de recobrimento (definida por eles como a razão entre a taxa de deposição da solução sobre as partículas e a taxa de alimentação da solução) é dependente do tempo, da temperatura e da umidade da corrente de ar. A camada de recobrimento aumenta com o tempo e com a vazão de alimentação da solução. Também as melhores taxas de recobrimento foram obtidas para temperaturas baixas ($\cong 50^{\circ}\text{C}$) e alta umidade da corrente de ar de fluidização.

Outros trabalhos apresentam-se na literatura sobre recobrimento em leito fluidizado, entretanto a revisão detalhada do processo foge ao escopo deste trabalho, que enfoca a fluidodinâmica do leito apenas.

2.2) Fluidodinâmica : Conceitos Fundamentais

2.2.1) Velocidade de Mínima Fluidização e Queda de Pressão:

Um leito de partículas não entra em fluidização enquanto o fluxo de gás não atingir um certo valor chamado de velocidade de mínima fluidização (u_{mf}). O cálculo confiável deste parâmetro é essencial para o projeto de um leito fluidizado, contudo existe muita incerteza na literatura com relação à u_{mf} , pois geralmente, considera-se o fluxo laminar no leito e a maioria dos autores restringem-se à correlações empíricas de aplicabilidade limitada.

São muitas as equações desenvolvidas para a predição da u_{mf} . Uma das mais conhecidas é a equação de Ergun (1952):

$$\frac{\Delta P}{L_{fixo}} = 150 \frac{(1-\varepsilon)^2}{\varepsilon^3} \frac{\mu u_{mf}}{\psi^2 d_p^2} + 1,75 \frac{(1-\varepsilon)}{\varepsilon^3} \frac{\rho_f u_{mf}^2}{\psi d_p} \quad (2.1)$$

Em condições de fluidização incipiente ou mínima fluidização pode-se combinar a equação (2.1) com a equação de queda de pressão em leito fluidizado (2.2), obtendo-se uma correlação para predição da velocidade de mínima fluidização (2.3):

$$\frac{\Delta P}{L} = (\rho_p - \rho_f)(1-\varepsilon)g \quad (2.2)$$

$$150 \frac{(1-\varepsilon_{mf})^2}{\varepsilon_{mf}^3} \frac{\mu u_{mf}}{\psi^2 d_p^2} + 1,75 \frac{(1-\varepsilon_{mf})}{\varepsilon_{mf}^3} \frac{\rho_f u_{mf}^2}{\psi d_p} = (\rho_p - \rho_f)(1-\varepsilon_{mf})g \quad (2.3)$$

Como pode-se ver na equação (2.3), a u_{mf} depende das propriedades do material, do fluido e do regime de escoamento. Utilizando-se dos grupos adimensionais Arquimedes (Ar) e Reynolds (Re), tem-se a equação da seguinte forma (2.4):

$$\frac{Ar}{Re_{mf}} = 150 \frac{(1-\varepsilon_{mf})}{\psi^2 \varepsilon_{mf}^3} + \frac{1,75}{\psi \varepsilon_{mf}^3} Re_{mf} \quad (2.4)$$

sendo o número de Arquimedes Ar , dado pela equação (2.5):

$$Ar = \rho_f d_p^3 (\rho_p - \rho_f) \frac{g}{\mu^2} \quad (2.5)$$

e o número de Reynolds pela equação (2.6):

$$Re_{mf} = \rho_f d_p u_{mf} / \mu \quad (2.6)$$

A equação (2.3) pode ser reescrita na forma:

$$K_1 \text{Re}_{mf}^2 + K_2 \text{Re}_{mf} = Ar \tag{2.7}$$

em que $K_1 = 1,75 / \epsilon_{mf}^3 \psi$ e $K_2 = 150(1 - \epsilon_{mf}) / \epsilon_{mf}^3 \psi^2$

Wen e Yu (1966) foram os primeiros a notar que K_1 e K_2 permanecer constantes para diferentes tipos de partículas numa ampla faixa de condições ($0,001 < \text{Re} < 400$), assim, encontrando-se estimativas de u_{mf} com desvio padrão de $\pm 34\%$. A equação de Wen e Yu fica na forma :

$$u_{mf} = \frac{\mu}{\rho_f d_p} (33.7^2 + 0.0408 Ar)^{1/2} - 33.7 \tag{2.8}$$

Segundo Lippens e Mulder (1993), esta equação (2.8) permite encontrar rapidamente a ordem de magnitude da u_{mf} , porém justamente devido ao fato de assumir valores médios de ϵ_{mf} e ψ acaba tendo desvios grandes. Lippens e Mulder comparam 33 correlações para o cálculo da velocidade de mínima fluidização para sistemas de 20 diferentes substâncias em condições ambientes. A conclusão de seu trabalho é que a equação de Ergun é a melhor para descrever o comportamento de leitos fluidizados sob condições de mínima fluidização, pois ela apresenta os menores desvios padrão (em relação aos dados experimentais usados) tanto para número de Reynolds baixos ou altos.

A curva típica de queda de pressão em função da velocidade do fluido pode ser vista na Figura 2.7.

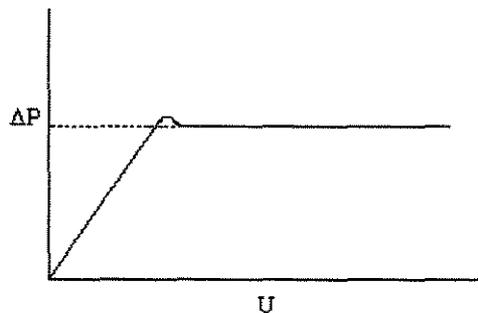


Figura 2.7: Curva típica de fluidização de partículas, queda de pressão em função da velocidade do gás

2.2.2) Porosidade do Leito (ϵ) e Expansão (E)

A porosidade de um leito significa a fração de vazios deste mesmo leito e pode ser calculada pela equação (2.9):

$$\epsilon = \frac{V_{to} - V_s}{V_{to}} = 1 - \frac{m_p}{\rho_p AL_{fixo}} \quad (2.9)$$

No Quadro 2.1 estão colocadas algumas correlações encontradas na literatura para o cálculo da porosidade de leito de esferas, de diâmetro uniforme, em leitos fluidizados por líquidos.

Quadro 2.1: Porosidade de leitos fluidizados de esferas de tamanhos uniformes (Davidson et al., 1985)

| | | |
|--|--|---------------------------|
| Wen and Yu (1966) | | |
| $\epsilon^{4.7} Ar = 18 Re + 2.7 Re^{1.687}$ | | |
| Riba and Couderc (1977) | | |
| Primeira forma: | $\epsilon = 1.58 Re^{0.33} Ga^{-0.21} Mv^{-0.22}$ | para $\epsilon \leq 0.85$ |
| | $\epsilon = 1.20 Re^{0.17} Ga^{-0.11} Mv^{-0.12}$ | para $\epsilon > 0.85$ |
| Segunda forma: | $\frac{GaMv}{18 Re + 2.7 Re^{1.687}} = 1.9 \epsilon^{-3.77}$ | para $\epsilon \leq 0.85$ |
| | $\frac{GaMv}{18 Re + 2.7 Re^{1.687}} = 1.3 \epsilon^{-6.17}$ | para $\epsilon > 0.85$ |

Experimentalmente, determina-se a porosidade de um leito fluidizado por:

$$\epsilon = 1 - \frac{\Delta P}{g(\rho_s - \rho_f)L_f} \quad (2.10a)$$

No ponto de mínima fluidização, tem-se a mesma equação:

$$\varepsilon_{mf} = 1 - \frac{\Delta P_{mf}}{g(\rho_s - \rho_f)L_{mf}} \quad (2.10b)$$

Como após o ponto de mínima fluidização, $\Delta P = \Delta P_{mf}$, a partir das expressões (2.10a) e (2.10b) tem-se, em qualquer ponto:

$$L(1 - \varepsilon) = L_{mf}(1 - \varepsilon_{mf}) \quad (2.11)$$

A expansão do leito refere-se à variação da altura dos sólidos em relação à altura de mínima fluidização, fornecendo a porcentagem de aumento da altura do leito de partículas :

$$E = \frac{L - L_{mf}}{L_{mf}} \cdot 100\% \quad (2.12)$$

2.2.3) Classificação de Geldart

É um fato conhecido que o comportamento de sistemas fluidizados com gás é muito dependente das propriedades das partículas e do gás.

Em 1973, Geldart sugeriu a classificação de partículas sólidas em quatro grupos diferentes, caracterizados pela diferença de massa específica entre as partículas e o gás e pelo tamanho médio das partículas.

É perigoso que conclusões tiradas de um estudo com um certo particulado possa ser aplicado para outros com diferentes propriedades. Porém, com a classificação, as propriedades de fluidização observadas para um certo pó, podem ser estendidas sem muito risco para outros pós do mesmo grupo. Os grupos são mostrados a seguir e podem ser visualizados na Figura 2.8:

- Grupo A: este grupo apresenta uma fluidização homogênea antes do aparecimento das primeiras bolhas. A velocidade de mínimo borbulhamento (u_{mb}) é maior que a velocidade de mínima fluidização (u_{mf}).

- Grupo B: apresenta uma fluidização heterogênea, com o aparecimento de muitas bolhas. Para este grupo: $u_{mb} \approx u_{mf}$.
- Grupo C: este grupo abrange os pós coesivos, apresentam uma fluidização difícil.
- Grupo D: este grupo contém as partículas grandes e de alta massa específica, que são mais adequadas ao jorro.

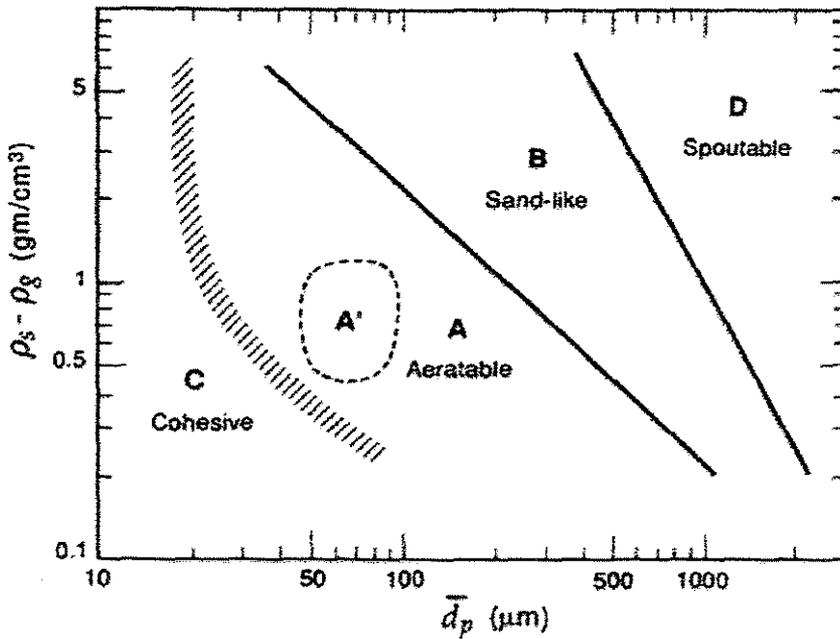


Figura 2.8: Classificação de partículas segundo Geldart (1973), [figura tirada de Kunii and Lenvenspiel (1991)]

2.2.4) Velocidade Terminal

Considerando-se uma partícula num campo gravitacional sem interferência de outras partículas, tem-se que se as forças acelerativas e as resistivas que agirem sobre esta partícula forem iguais, a partícula adquire uma velocidade constante chamada de velocidade terminal. O valor desta velocidade pode ser determinado através de um balanço de forças que resulta em (2.13):

$$u_t = \left(\frac{4 (\rho_s - \rho_f)}{3 \rho_f C_D} g d_p \right)^{1/2} \tag{2.13}$$

em que C_D exprime o coeficiente de arraste da partícula pelo fluido que a envolve.

Existem várias correlações para o cálculo deste coeficiente de arraste (C_D) e algumas são mostradas no Quadro 2.2.

Quadro 2.2: Correlações para o cálculo de C_D

| | |
|---|--|
| Regime Laminar ou de Stokes ($Re_p < 1$) | |
| $C_D = \frac{24}{Re_p}$ | , portanto $u_t = \left(\frac{\rho_p - \rho_f}{18\mu} \right) g d_p^2$ |
| Regime Intermediário ($1 < Re_p < 500$) : correlações empíricas | |
| Langmuir e Blodget : | $C_D = \frac{24}{Re_p} (1 + 0.197 Re_p^{0.6} + 0.0026 Re_p^{1.39})$ |
| Regime de Newton ($500 < Re_p < 2 \times 10^5$) | |
| $C_D = 0.44$ | , portanto $u_t = \left(1.74 \left(\frac{\rho_p - \rho_f}{\rho_f} \right) g d_p \right)^{1/2}$ |
| Regime Turbulento ($Re_p > 2 \times 10^5$) | |
| $C_D = 0.20$ | , portanto $u_t = \left(2.58 \left(\frac{\rho_p - \rho_f}{\rho_f} \right) g d_p \right)^{1/2}$ |

2.2.5) Elutriação e *Transport Disengaging Height (TDH)*

Quando uma corrente de gás atravessa um leito de partículas, ao sair desta coluna ela leva consigo algumas das partículas suspensas. Este fluxo de sólidos é chamado de elutriação.

Elutriação é, então, o arraste de partículas e isto acontece quando a velocidade do gás excede a velocidade terminal de uma partícula. Portanto, ela é removida ou arrastada do leito.

A taxa de elutriação (E_i) é proporcional à concentração de finos no leito, ou seja, quanto maior esta concentração, maior a taxa de arraste de sólidos. Esta dependência é demonstrada na equação (2.13):

$$E_i = K_i x_{Bi} \quad (2.14)$$

em que K_i [$\text{Kg}/\text{m}^2 \cdot \text{s}$] é a constante de elutriação e x_{Li} é a fração de finos dentro leito.

Entre outros fatores, a taxa de elutriação e a distribuição granulométrica da fração arrastada são importantes no desenvolvimento de projetos de leitos.

Para a determinação da taxa de elutriação, é necessário o conhecimento da constante K_i , que é um constante empírica. Existem muitas correlações encontradas na literatura para a estimação da constante de elutriação, K_i . Geldart (1986) compilou algumas e propôs sua própria :

$$\frac{K_i}{\rho_f u} = 23.7 \exp\left(\frac{-5.4u_{ti}}{u}\right) \quad (2.15)$$

Um fenômeno inerente à fluidização gás-sólido é a formação de bolhas. Estas se formam no fundo do leito e vão se expandindo à medida que o atravessam, estourando quando atingem a superfície do leito. Por conseguinte, partículas são ejetadas da superfície do leito para o alto da coluna a uma velocidade da mesma magnitude que a velocidade das bolhas dentro da corrente de gás que atravessa o leito. Logo, cada partícula atirada na corrente de gás devido ao estouro das bolhas, sofre a ação das forças inerciais, gravitacionais e de empuxo. As partículas menores serão elutriadas, porém as maiores serão carregadas até uma certa altura, da qual elas cairão de volta para o leito. Zenz e Weil (1958) fizeram uma análise matemática deste processo e foi feita a hipótese de que as bolhas de gás que estouram na superfície do leito são análogas a jatos intermitentes, impondo um perfil de velocidades altamente irregular à região acima do leito. Estas velocidades são eventualmente dissipadas pela velocidade superficial do gás numa certa altura de equilíbrio. Esta altura é chamada de *TDH (Transport Disengaging Height)*. A taxa de arraste acima desta altura é relativamente constante e presumidamente igual à capacidade de saturação de sólidos que a corrente de gás pode carregar, com uma dada velocidade superficial.

A altura que as partículas grandes conseguem atingir é chamada de *splash height* ou, TDH(C) (Figura 2.9). A altura na qual a concentração de finos muda muito pouco ou quase nada é chamada de TDH(F).

Desde que o arraste de sólidos acima de TDH não diminui, ele representa o limite superior prático na altura do vaso acima do leito. Não há nenhum ganho em construir um vaso maior que a soma de TDH e a altura do leito em operação, contanto que o volume acima do leito esteja livre.

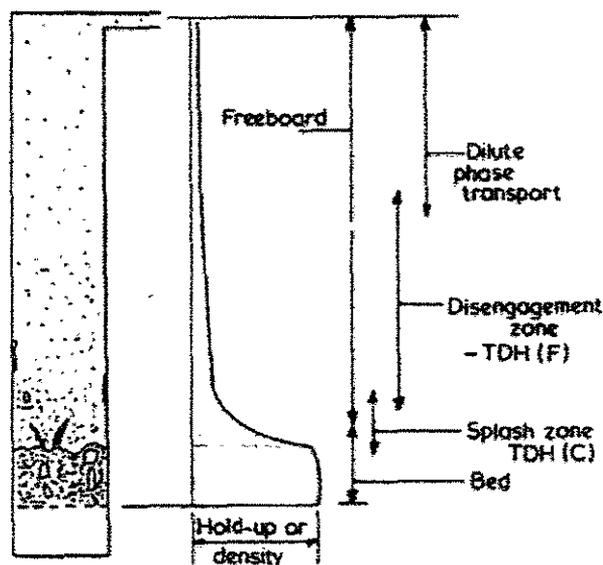


Figura 2.9: Zonas de fluidização num leito (Geldart, 1986).

Baron et al. (1988) fizeram estudos sobre TDH, comparando correlações conhecidas com sua proposta para prever o TDH através da trajetória dos aglomerados formados no leito. Utilizando diversos sistemas e dados experimentais da literatura, chegaram à conclusão que sua correlação era a que possuía condições de prever o TDH com menor erro e com mais segurança pois os erros tendiam para a superestimação.

Algumas das correlações encontradas na literatura para determinação de TDH, são mostradas no Quadro 2.3.

Quadro 2.3: Correlações para a estimativa de TDH (Geldart ,1986)

| TDH(C) |
|---|
| <p>Soroko et al. (1969):</p> $TDH(C) = 1200H_s Re_p^{1.55} Ar^{-1.1}$ <p>para $15 < Re_p < 300$; $19.5, Ar < 6.5$, $H_s < 0.5m$; $d_p = 0.7-2.5mm$ onde H_s = altura do leito fixo</p> |
| TDH(F) |
| <p>Fournol et al.(1973)</p> $TDH(F) = 1000u^2 / g$ <p>Horio et al. (1980)</p> $TDH(F) = 4.47d_{eq,s}^{1/2}$ <p>onde $d_{eq,s}$ = diâmetro equivalente ao volume da bolha na superfície do leito</p> <p>Baron et al. (1988)</p> $TDH(F) = u_{ej}^2 / g$ <p>u_{ej} = velocidade de ejeção da bolha ao sair do leito</p> |

2.2.6) Placa de distribuição do fluido

A função da placa distribuidora num leito fluidizado é muito importante. Além dela agir, muitas vezes, como um suporte para a massa do leito de partículas, ela está intimamente ligada à uniformidade do fluxo do fluido através do leito de sólidos.

A homogeneização do fluxo do fluido através do leito fluidizado, ou de qualquer outro tipo de leito, é essencial em todo projeto de equipamento. Uma má distribuição do fluxo pode levar à formação de canais preferenciais, pelos quais o fluido tende a passar, diminuindo a eficiência do processo, que se baseia no contato íntimo entre as fases sólida e fluida.

Segundo Kunii e Levenspiel (1991), muitos dos estudos de fluidização em escala de laboratório usam placas porosas de cerâmica ou de metal sinterizado como distribuidores,

pois eles fornecem uma resistência ao fluxo suficientemente alta que resulte numa distribuição uniforme do gás através do leito. Outros materiais podem ser usados, por exemplo, filtro de tecido, fibras compressadas, telas metálicas e até uma fina camada de partículas pequenas. Claro que a maioria desses materiais precisa ser reforçado, colocando-os entre duas placas de metal ou telas com grande aberturas.

Apesar do contato gás sólido ser superior quando utiliza-se distribuidores, em operações industriais surgem alguns problemas como:

- a alta queda de pressão também representa alto custo;
- baixa resistência do material para uso em larga escala;
- alto custo de alguns materiais;
- grande possibilidade de entupimento e corrosão.

Os distribuidores de placas perfuradas e os tipo Tuyeres (Kunii and Levenspiel ,1991) são os mais amplamente utilizados na indústria, em especial os primeiros pois seu projeto é simples e são mais baratos. Os Tuyeres são recomendados para condições mais severas de temperatura e para sistemas com reação.

Em relação à queda de pressão, a experiência tem mostrado que os distribuidores devem ter uma queda de pressão (ΔP_d) suficiente para se atingir um fluxo homogêneo através da seção transversal do leito. De acordo com Zuiderweg (1976) nos primeiros anos da engenharia de fluidização, a seguinte regra geral era seguida (2.16):

$$\Delta P_d = (0,2 - 0,4)\Delta P_B \quad (2.16)$$

onde ΔP_B é a queda de pressão no leito, dada pela equação (2.17):

$$\Delta P_B = gH_{mf}(1 - \epsilon_{mf})(\rho_p - \rho_f) \quad (2.17)$$

É claro que um aumento em ΔP_d vai assegurar uma melhor distribuição do gás de entrada, contudo um ΔP_d excessivo tem desvantagens, como por exemplo, o fato de que o

consumo de energia e o custo da construção do soprador ou compressor aumentam com a queda de pressão total do sistema, que é a soma da perda no leito e no distribuidor.

Apesar disto é importante conhecer-se o ΔP_d mínimo que assegura uma fluidização uniforme. Siegel (1976) propôs o seguinte critério para operações estáveis, considerando a possível formação de canais preferenciais:

$$\frac{\Delta P_d}{\Delta P_B} \geq 0.14 \quad (2.18)$$

Estendendo este modelo, Shi e Fan (1984) concluíram que garante-se a fluidização completa quando:

$$(\Delta P_B + \Delta P_d)_{\text{qualquer velocidade}} \cong (\Delta P_B + \Delta P_d)_{\text{vel. mínima fluidização}}$$

onde em mínima fluidização,

$$\frac{\Delta P_d}{\Delta P_B} > 0.14 \quad \text{para placas porosas} \quad (2.19a)$$

$$\frac{\Delta P_d}{\Delta P_B} > 0.07 \quad \text{para placas perfuradas} \quad (2.19b)$$

2.2.7) Diagramas de Regimes de Fluxo

Existem inúmeros processos dentro da indústria química que exigem o contato fluido-sólido. Tradicionalmente, estes processos envolvem leitos fixos, painéis rotativas, leitos fluidizados e transporte (hidráulico ou pneumático) de sólidos. Em muitos casos, existem processos implementados industrialmente, baseados em cada uma destas categorias, que competem entre si.

A viabilidade econômica dos diferentes processos depende significativamente do entendimento do comportamento físico destes sistemas fluido-sólido.

Como explicado previamente, quando se trata de fluidização, os sistemas gás-sólido (G-S) e líquido-sólido (L-S), tem um comportamento bastante diferente (figura 2.6).

A fluidização em um sistema L-S tem um comportamento homogêneo, apresentando uma faixa restrita de regimes, sendo a transição entre os regimes bem definida. Já os sistemas G-S apresentam uma faixa mais larga de regimes de fluxo, seus limites de transição são menos claros, em especial quando se trata de altas velocidades de fluidização.

Nem todos estes regimes são observados em todos os sistemas. Por exemplo, o regime de slugging é encontrado somente quando $H/D > 2$ (razão altura/diâmetro), e mesmo assim, ele pode não ocorrer em sistemas com partículas finas onde o tamanho máximo das bolhas é muito menor que o diâmetro do leito.

Estes regimes correspondem ao caso de uma distribuição uniforme de gás na entrada do leito; outros regimes podem ser encontrados quando esta distribuição não é uniforme, como por exemplo, o caso do leito de jorro.

A definição entre os diferentes regimes e suas fronteiras é um assunto de grande importância para o projeto destes sistemas e também para a caracterização da qualidade da operação dos mesmos.

Troniewski e Ulbrich (1984) contaram 31 diagramas de regime para escoamento vertical e 21 para escoamento horizontal, com grande disparidade entre as fronteiras, representadas pelas mesmas coordenadas. Existe também uma grande variedade de terminologias descritivas usadas para rotular os diferentes regimes.

Um dos autores que se preocupou com esta temática foi Grace (1986), que propôs um diagrama bastante abrangente e detalhado (Figura 2.10) que vai desde leito fixo até transporte em fase diluída, incluindo fluidização convencional.

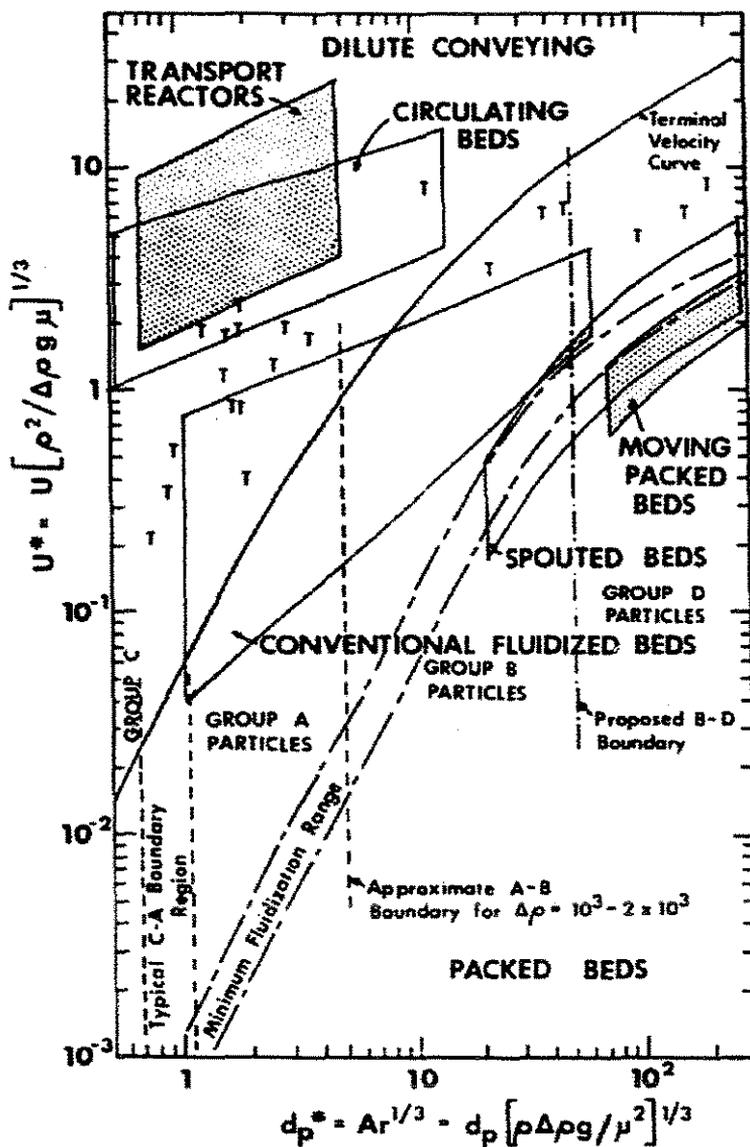


Figura 2.10: Diagrama de Regimes Fluidodinâmicos (Grace, 1986)

Grace baseou-se no diagrama de Reh (1971), usando somente coordenadas adimensionais. O diagrama de Reh pode ser visualizado na Figura 2.11.

Mais tarde, Bi e Grace (1995) revisaram seu trabalho concentrando-se em faixas de velocidades mais altas, e também revisaram os principais e mais relevantes diagramas encontrados em literatura, como por exemplo: Zenz (1949); Reh (1971); Yeruschalmi et al., (1976); Li e Kwauk (1980); Squires et al. (1985); Rhodes (1989).

O interesse em definir estas regiões relacionadas a um certo regime e seus limites, está em princípio, ligado à determinação de um mapa situacional, a fim de ter-se uma idéia de que tipo de regime estará trabalhando-se sob certas condições operacionais.

Desta forma, deseja-se caracterizar a qualidade do seu sistema em relação a sua situação, dentro dos padrões encontrados.

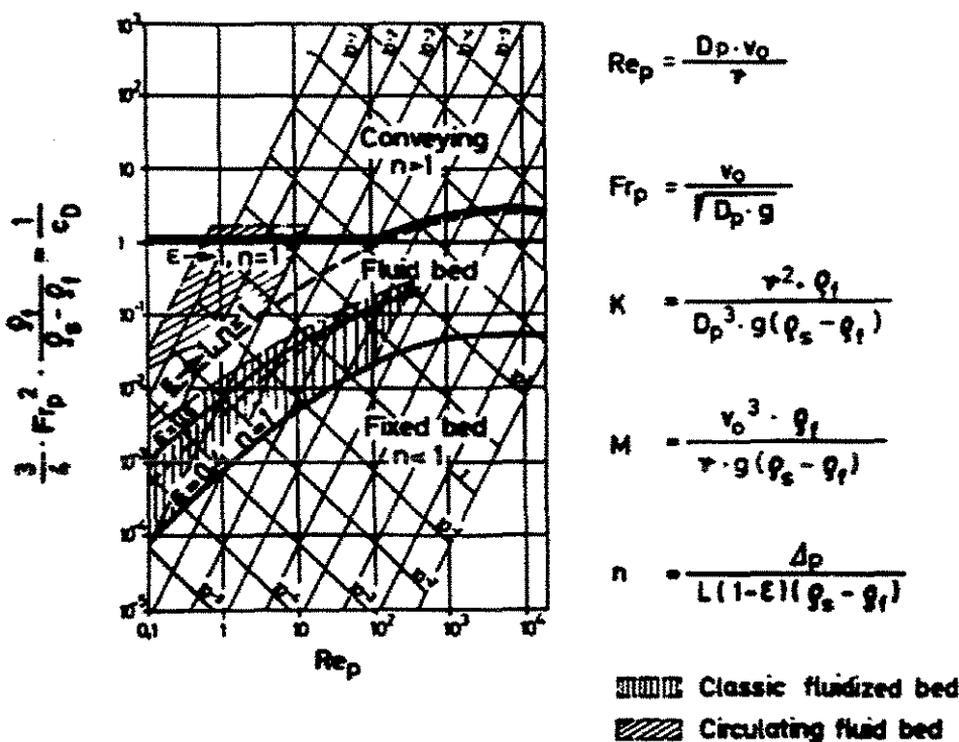


Figura 2.11 : Diagrama de Regimes Fluidodinâmicos (Reh, 1971)

2.2.8) Qualidade da Fluidização

O termo fluidização tem sido usado na literatura para referir-se à fase densa e à fase diluída, assim como sistemas de circulação envolvendo transporte pneumático ou leitos móveis. O campo da engenharia de fluidização trata de todos estes métodos de contato, mas mais especificamente, de sistemas de fase densa.

A facilidade com que as partículas fluidizam e a faixa de condições de operação que sustentam esta fluidização variam bastante entre os sistemas de gás-sólido e numerosos fatores afetam estes comportamentos, como por exemplo, a densidade do fluido e a velocidade com a qual ele atravessa o leito de partículas; além das propriedades físicas das partículas, como densidade, tamanho médio e distribuição granulométrica, bem como o projeto do leito e a distribuição do fluido.

Como mencionado anteriormente, a qualidade de fluidização pode ser caracterizada através da comparação do sistema em questão com mapas e diagramas de regimes. Mas além disto, uma maneira de analisar a qualidade de fluidização é através do grau de mistura dos sólidos dentro do leito.

O movimento dos sólidos dentro do leito é dado, basicamente, pelo fluido que o atravessa. Em especial, em se tratando de partículas do grupo B, o movimento dos sólidos acontece devido a ação das bolhas formadas no fundo do leito.

Quando o gás atravessa a placa de distribuição, ele divide-se em bolhas. Ao atravessarem o leito de partículas, estas bolhas vão aumentando de tamanho, coalescendo ou não, e estouram ao atingir a superfície do leito. O movimento destas bolhas provoca a mistura das partículas dentro da coluna.

Quanto maior o nível de mistura dos sólidos, maior o contato entre os sólidos e o fluido. O contato entre as fases é um princípio básico para que ocorra a transferência de calor e de massa dentro do equipamento.

Segundo Davidson et all (1986), o conceito de leito fluidizado é o de um vaso onde ocorre uma boa mistura para assegurar um bom contato entre as fases gasosa e sólida. E como resultado desta extensiva mistura, a temperatura dentro do leito torna-se praticamente uniforme.

Portanto, uma das maneiras de obter-se uma indicação da qualidade da fluidização e do grau mistura dentro do leito é através da homogeneidade da temperatura dentro do leito.

CAPÍTULO 3

MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo estão descritos os materiais e equipamentos utilizados no trabalho, bem como os procedimentos realizados para os ensaios. Além destes, são apresentados alguns resultados preliminares em relação às propriedades das partículas.

3.1) Materiais:

3.1.1) Partículas utilizadas

Estando o objetivo deste trabalho ligado à aplicação da técnica de recobrimento em leite fluidizado à indústria farmacêutica, procurou-se um material sólido particulado usualmente utilizado no meio e que fosse comercialmente viável para estudo em laboratório.

Os produtos farmacêuticos de dosagem sólida são compostos de dois ingredientes básicos: o princípio ativo e o excipiente.

O excipiente, além de sua função de "fazer volume" no comprimido ou cápsula ao qual ele é adicionado, tem algumas funções auxiliares como agregar (Funck et al, 1991), modificar a taxa de dissolução (Baykara and Karatas, 1993), e também proteger a droga (Altaf et al., 1998).

Vários materiais são usados como excipientes: manitol (Altaf et al., 1998), lactose (Baykara and Karatas, 1993), amido (Okutgen et al., 1991 e Funck et al, 1991), estearato de magnésio, e derivados de celulose, como por exemplo, hidroxipropilcelulose, metilcelulose (Funck et al, 1991) e celulose microcristalina (Zhang et al. 1991; Funck et al, 1991; Okutgen et al., 1991; Baykara and Karatas, 1993; Altaf et al., 1998), etc.

Em termos econômicos, os excipientes tem um custo menor que o custo dos outros componentes das formulações (ingrediente ativo, por exemplo).

Dentre os principais excipientes, escolheu-se a celulose microcristalina. Sua escolha deve-se a características como:

- é cadastrada pelo FDA (Food and Drug Administration - USA) como excipiente para uso em cápsulas orais, suspensões, xaropes e comprimidos;
- é o principal excipiente usado em formulações sólidas de dosagem oral, devido à baixa reatividade com os ingredientes ativos;
- a relativa facilidade de acesso, pois o produto é fabricado no Brasil, enquanto a maioria dos outros materiais são importados diretamente pelas grandes empresas farmacêuticas.

A celulose microcristalina (CMC) é a forma não fibrosa da celulose $[(C_6H_{10}O_5)_n]$. A celulose é um polissacarídeo formado por cadeias de glicose. É o maior constituinte das fibras das plantas e sua forma natural mais pura é o algodão, contendo aproximadamente 90%. A forma fibrosa é matéria-prima básica para as indústrias de papel e têxtil.

A CMC , além de ser um produto usual na indústria farmacêutica, é usado na indústria alimentícia também, como estabilizante, espessante, texturizante e também para reduzir o conteúdo calórico dos alimentos (Ullman's Enciplopedia)

A forma microcristalina da celulose é um pó branco não-fibroso, e algumas de suas características são mostradas na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 : Características da celulose microcristalina (CMC) (Merck Index).

| | |
|--------------------|---|
| Forma da partícula | Pequenas varetas ou bastões (<i>rigid rods</i>) |
| Índice de refração | 1,55 |
| Densidade aparente | 440-470 kg/m ³ |
| Insolúvel em | Alcool, éter e água (polimerização parcial) |

Neste trabalho, a celulose microcristalina foi utilizada sob duas formas. Um tipo sob a forma não-esférica, a MC-500, adquirida junta à BLANVER Farmoquímica Ltda. E um tipo sob a forma esférica, a Celphere, fabricada pela FMC Corporation.

3.1.2) Caracterização das partículas

a) Distribuição Granulométrica

A celulose MC-500 (Blanver) possui uma grande distribuição granulométrica. Esta foi determinada por peneiramento e é apresentada na Tabela 3.2.

O material usado nos ensaios corresponde a duas frações desta distribuição, que foram separadas através de peneiras. A fração que passou na peneira 35 e ficou retida na peneira 48 (-35+48) e tem o diâmetro médio de 0,360 mm (média aritmética das aberturas das peneiras, na Tabela 3.2). Outra fração, a -48+150 tem o diâmetro médio de 0,203 mm.

Tabela 3.2: Distribuição granulométrica da celulose microcristalina

| TYLER | Abertura ($\times 10^{-3}$ m) | % mássica |
|-------|--------------------------------|-----------|
| 32 | 0,500 | 0 |
| 35 | 0,420 | 16,2 |
| 48 | 0,300 | 47,5 |
| 150 | 0,106 | 26,4 |
| 200 | 0,075 | 1,88 |
| tampa | - | 7,95 |

Assim, foram separados dois tamanhos de partículas diferentes, um de diâmetro médio de $2,03 \times 10^{-4}$ m e outro de $3,60 \times 10^{-4}$ m.

A Celphere fabricada pela FMC, é uma celulose microcristalina sob a forma de pequenas esferas. Foram usados os tipos 203 e 305. A Celphere 203 e 305 têm diâmetro

médio de partícula de $2,3 \times 10^{-4}$ m e $4,0 \times 10^{-4}$ m, respectivamente. Estes valores não foram determinados experimentalmente neste trabalho, trata-se de valores nominais fornecidos pelo fabricante.

b) Massa específica

A massa específica (kg/m^3) das partículas de celulose microcristalina foi determinada por picnometria.

A picnometria baseia-se no deslocamento de líquido provocado pela adição dos sólidos. Uma massa conhecida de sólidos é adicionada a um picnômetro previamente cheio de líquido de massa específica conhecida. O volume de líquido deslocado pelo sólido, é igual ao volume de sólidos adicionado.

Este procedimento foi realizado, para as duas diferentes faixas de diâmetro da MC-500 e da Celphere utilizadas, e o valor tomado como sua densidade foi a média entre os dois valores (Tabela 3.3).

Tabela 3.3: Massa específica dos materiais estudados

| Material | Massa específica (ρ_s , kg/m^3) |
|-----------------|---|
| Celulose MC-500 | 1390 |
| Celphere | 1480 |

c) Esfericidade das partículas

O cálculo da esfericidade baseou-se em fotos tiradas através de um microscópio óptico com aumento de 40 vezes. As fotos estão apresentadas na Figura 3.1; numa delas uma amostra da MC-500 com d_p igual a $3,60 \times 10^{-4}$ m, em outra, uma amostra da Celphere 305, com d_p igual a $4,0 \times 10^{-4}$ m.

Este método de estimativa da esfericidade foi indicado por Peçanha e Massarani (1986) como conveniente e com estimativa de erro de até 7%.

A partir do formato de cada partícula desenha-se um círculo inscrito à mesma e outro circunscrito, círculos vermelho e azul respectivamente, como é mostrado na Figura 3.2.

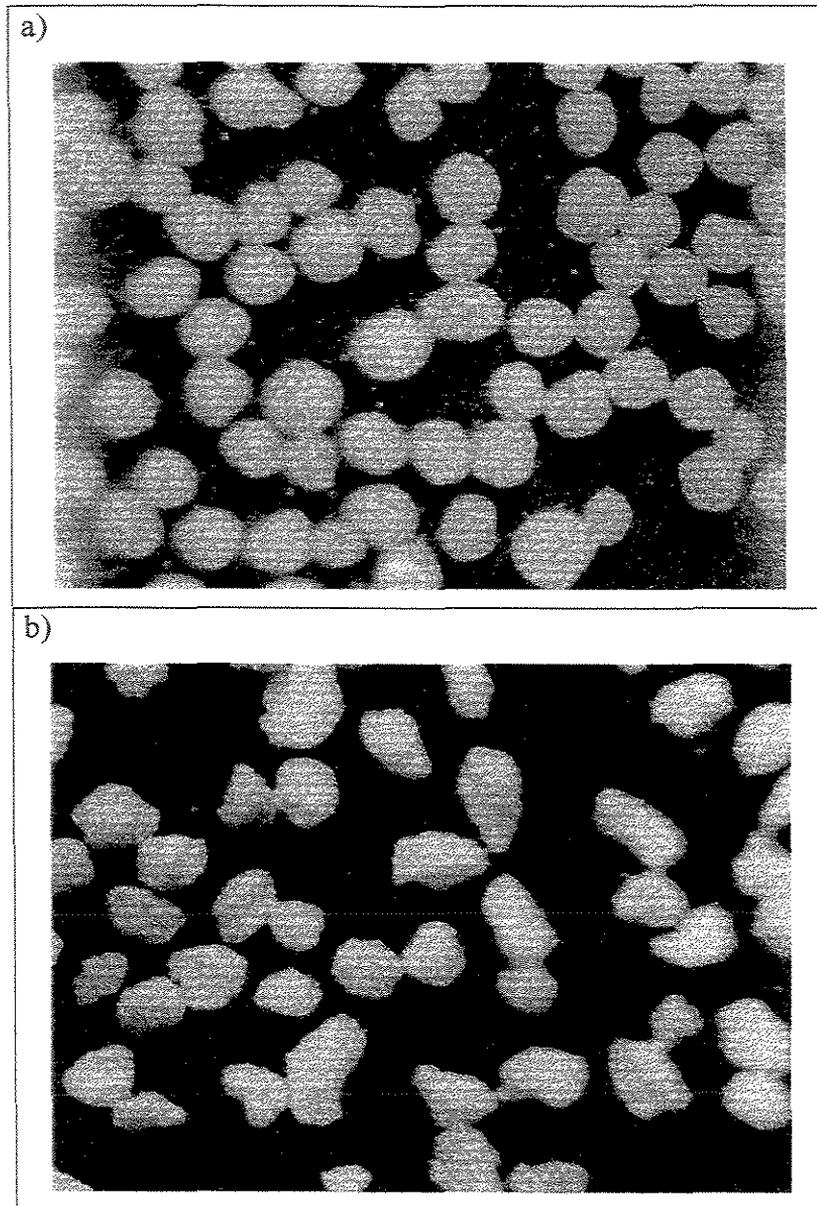


Figura 3.1: Fotos das amostras de celulose: a) esférica (Celphere);
b) não-esférica (MC-500)

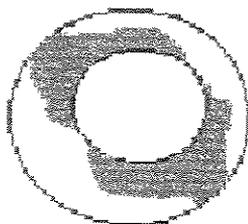


Figura 3.2: Círculos inscrito (vermelho) e circunscrito (azul) numa partícula.

A razão entre o diâmetro do círculo menor pelo maior é igual a esfericidade da partícula:

$$\varphi = \frac{d_{inscrito}}{d_{circunscrito}} \quad (3.1)$$

Este procedimento foi feito para um número médio de 30 partículas, e seu resultados foi tomado como o mesmo para as partículas de menor diâmetro. O valor da esfericidade das partículas é mostrado na Tabela 3.4.

Tabela 3.4: Esfericidade das celulosas:

| Material | Esfericidade (ψ) | desvio padrão |
|----------|-------------------------|---------------|
| MC-500 | 0,63 | 0,15 |
| Celphere | 0,88 | 0,09 |

3.1.3) Equipamento utilizado

a) O leito

O tipo de equipamento escolhido para este estudo foi o leito fluidizado. Este, em geral, tem algumas vantagens sobre outros equipamentos de contato fluido-sólido, como

por exemplo, alto grau de mistura, maior compactação e adequação a uma faixa maior de diâmetro de partículas.

Em relação ao recobrimento de partículas (Yuasa, 1997 e 1999), o leito fluidizado tem sido usado pelos produtores farmacêuticos devido a basicamente dois motivos:

- 1) menor tempo de processo, graças à secagem utilizando o próprio ar de fluidização;
- 2) menor risco de contaminação do produto devido à estrutura fechada do equipamento.

Feita esta escolha, o passo seguinte foi o projeto e a construção do leito e dos acessórios.

O leito foi projetado e montado em acrílico para que se pudesse visualizar os fenômenos que ocorrem em seu interior. O acrílico tem espessura de 0,005 m, 0,7 m de altura da parte cilíndrica e 0,143 m de diâmetro interno (Figura 3.3). As outras dimensões são mostradas na figura 3.3

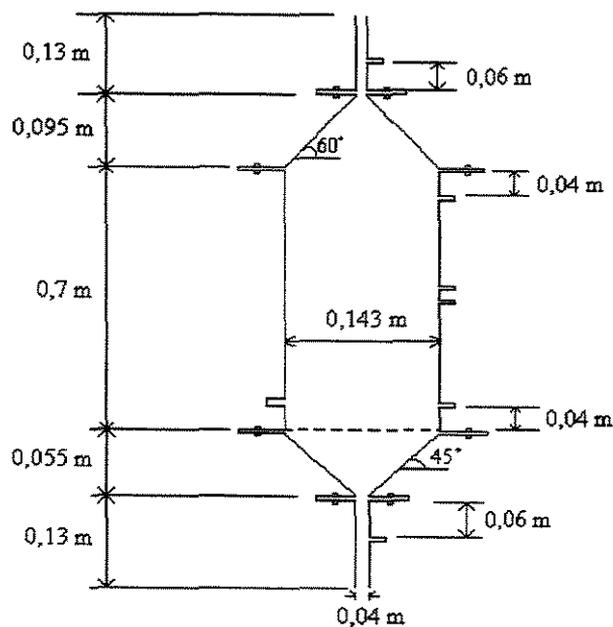


Figura 3.3 : Dimensões do leito de acrílico.

Há uma flange em cada extremidade da seção cilíndrica. Conectada à flange inferior, existe uma placa de distribuição (ou distribuidor de gás) na qual está presa uma tela de 50 mesh.

b) Montagem

A montagem experimental é a de um leito fluidizado convencional, com um ciclone para coleta de sólidos e um sistema de aquecimento/resfriamento do gás de fluidização. O esquema pode ser visto na Figura 3.4.

O leito de acrílico (7) está ligado a um soprador (1) por uma tubulação de duas polegadas de diâmetro. Ao longo da linha estão dispostos os acessórios : uma válvula gaveta (2), para regular a vazão; um resfriador (3); uma placa de orifício (4); e uma caixa de aquecimento com quatro resistências (6). À saída do leito está conectado um ciclone do tipo Lapple (8).

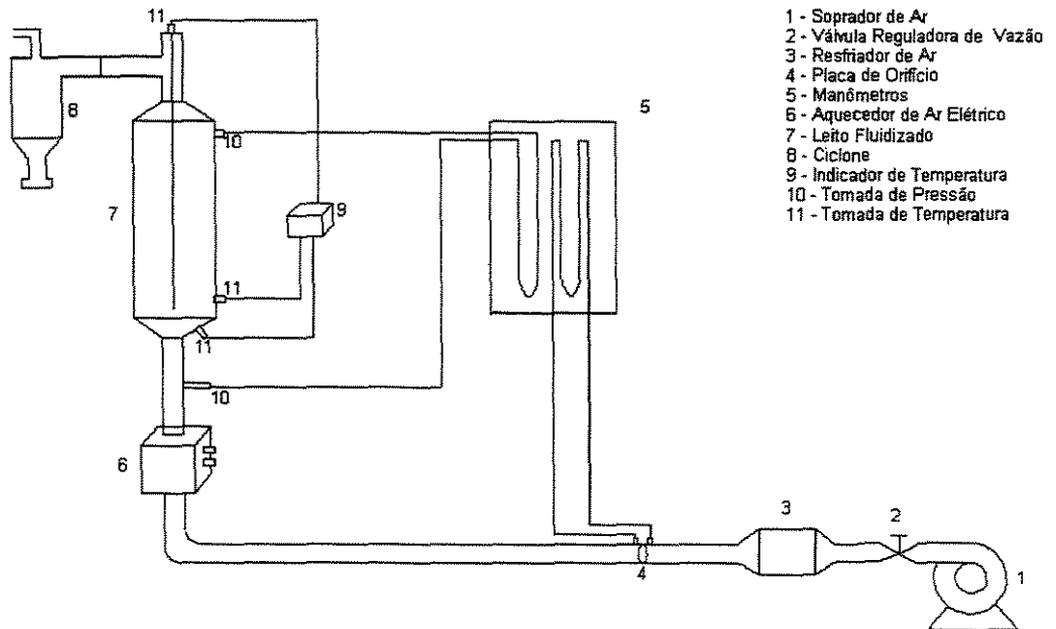


Figura 3.4: Esquema de montagem do equipamento.

c) Placa distribuidora de gás

Tanto o distribuidor quanto a tela são responsáveis não só pela uniformidade da vazão de gás através da seção transversal do leito, quanto pela sustentação da massa de partículas.

Para uma operação satisfatória do leito fluidizado, o gás deve ser distribuído uniformemente por toda a área do leito. Além disso, o distribuidor deve evitar que os sólidos caiam na "caixa de vento", por onde o ar entra, deve ser capaz de suportar as forças devido à pressão associada a corrente de gás durante a operação e o peso do leito de sólidos (Clift in Geldart, 1986).

Para uso em laboratório, a placa de distribuição pode ser de material poroso, ou ainda um prato perfurado simples. Os pratos perfurados possuem orifícios com o diâmetro variando de 1,0 a 6,0 mm, dependendo do diâmetro do sólido utilizado, e devem ocupar no máximo 10% da área da placa; o arranjo dos orifícios na placa pode ser triangular ou quadrático.

Foi testada uma placa já existente no laboratório, com furos de 1,0 mm e arranjo triangular. Esta placa foi testada sozinha e também com uma tela de 50 mesh, para evitar o escoamento dos sólidos através dos furos do distribuidor. Notou-se que a placa sozinha promovia uma distribuição pobre do ar, mas com a ajuda da tela atingiu-se uma distribuição adequada do gás. Logo, neste trabalho foi utilizada uma placa perfurada junto a uma tela.

d) Placa de orifício:

A placa de orifício é uma obstrução que se adiciona à tubulação. A diferença de pressão antes e depois da placa está relacionada com a vazão de fluido que a atravessa. Segundo Coulson and Richardson (1991), o fator mais importante em relação à leitura da placa é o tamanho do orifício em relação ao tamanho do tubo onde ela se encontra; o

tamanho do orifício deve se escolhido para fornecer uma queda de pressão conveniente, quanto menor o furo, maior a queda de pressão.

Foi construída uma placa de orifício de 1/2 polegada, e seu teste apresentou bons resultados, isto é, valores no manômetro adequados para leitura.

O material no qual a placa foi moldada foi o aço-inox, comumente usado por ser resistente à corrosão e à ação de materiais abrasivos.

A calibração da placa foi realizada com a ajuda de um anemômetro digital. Este aparelho, através de um sensor posicionado no centro da corrente de ar, mede a velocidade desta corrente.

Os valores de velocidade fornecidos pelo anemômetro foram correlacionados com o deslocamento do fluido no manômetro ligado à placa de orifício (ΔH_{po}) e também ao deslocamento do fluido no outro manômetro (ΔH_{pd}), ligado ao leito de acrílico. A cada aumento na vazão do gás, media-se a variação de altura nos dois manômetros e o anemômetro fornecia o valor da velocidade correspondente.

A calibração forneceu duas equações, uma relacionando o deslocamento do fluido no manômetro ligado à placa de orifício (ΔH_{po}) à velocidade do ar que atravessa o leito:

$$u = 0,27462\Delta H_{po}^{0,46699} \quad (3.2)$$

em que u = velocidade da corrente de ar (m/s) e ΔH_{po} = deslocamento do fluido no manômetro da placa de orifício (mm).

e outra, relacionando a variação de altura no outro manômetro à queda de pressão devido à placa de distribuição de ar:

$$\Delta H_{pd} = 0.129\Delta H_{po} \quad (3.3)$$

em que ΔH_{pd} = altura equivalente à queda de pressão na placa distribuidora (mm)

Estas equações permitem determinar a vazão de gás e a queda de pressão relativa à placa distribuidora através das diferenças de altura nos manômetros.

Durante os experimentos, os valores medidos são ΔH_{po} , ΔH_{total} . Através da equação (3.1), determina-se a velocidade no leito, u (m/s), e através da equação (3.2), encontra-se a queda de pressão na placa distribuidora correspondente à esta vazão.

O cálculo de ΔH_d é necessário pois, a partir de $(\Delta H_{total} - \Delta H_d)$, tem-se o valor da queda de pressão correspondente somente ao leito de partículas (ΔH_B), que foi apresentado em unidades do S.I.

e) Sistema de medida de temperatura

O sistema para medida de temperatura consiste de três termopares ligados a um mostrador digital. O primeiro termopar mostra a temperatura do gás na entrada do leito, logo abaixo da placa distribuidora. O segundo fornece a temperatura na direção radial do leito, 0,5 cm acima da placa distribuidora. E o terceiro termopar mostra a temperatura no eixo axial do leito. O posicionamento deles pode ser visualizado na Figura 3.5.

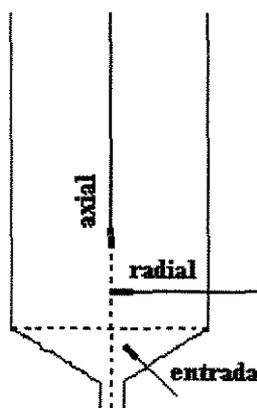


Figura 3.5: Posicionamento das sondas de temperatura axial, radial e de entrada do leito.

Os três termopares foram calibrados usando-se um banho termostático. Os valores do mostrador digital foram correlacionados com as temperaturas indicadas pelo banho e o resultado foram três equações, mostradas na Tabela 3.5.

Tabela 3.5: Equações de calibração para os termopares

| | |
|----------------------------------|--|
| Termopar 1 (cobre/constantan) | $T (^{\circ}\text{C}) = 10,0077 + 1,09467.T' (^{\circ}\text{C})$ |
| Termopar 2 (ferro/constantan) | $T (^{\circ}\text{C}) = 9,32203 + 1,12288.T' (^{\circ}\text{C})$ |
| Termopar 3 (cobre/constantan) | $T (^{\circ}\text{C}) = 9,99682 + 1,09632.T' (^{\circ}\text{C})$ |

T' = valor lido no mostrador digital

f) Cálculos estatísticos

Os cálculos necessários para obtenção dos valores médios dos resultados e seus desvios padrão foram retirados de Barros Neto et al. (1995), que apresentam uma aplicação da estatística à análise de dados experimentais. Os parâmetros usados neste trabalho foram a média (\bar{x}) e o desvio padrão (s), calculados, respectivamente pelas equações 3.4, 3.5 e 3.6.

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (3.4)$$

em que \bar{x} é a média, x_i é o valor experimental e n é o número medidas ou amostras.

$$s^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad (3.5)$$

em que s^2 é a variância das amostras.

$$s = (s^2)^{1/2} \quad (3.6)$$

em que s é o desvio padrão.

3.2) Métodos

A parte experimental deste trabalho contou com a realização de 28 experimentos. Foram realizados oito (08) experimentos preliminares para obter informações sobre o comportamento da CMC durante o processo de fluidização.

Com base nestes oito ensaios, conduziu-se mais 8 (além de suas réplicas, totalizando 16 ensaios), aumentando o parâmetro vazão do ar de fluidização em 50 %, em relação aos testes preliminares.

Foram realizados ainda, mais quatro ensaios. Os quatro últimos experimentos tiveram o objetivo de comparar o efeito da esfericidade. Cada ensaio foi realizado com um tipo de celulose microcristalina, MC-500 de 0,203 e 0,360 mm e Celphere de 0,230 e 0,400 mm. Estes foram conduzidos de modo a obter-se curvas de fluidização até um nível maior de velocidade, onde já notava-se, visualmente, o arraste das partículas menores. Além disto, estes experimentos foram realizados à temperatura ambiente.

A metodologia adotada para a realização dos testes preliminares e dos ensaios experimentais foi a mesma e está descrita a seguir. Ressalta-se apenas que os ensaios experimentais foram mais detalhados, em relação ao número de pontos obtidos.

3.2.1) Metodologia

A parte experimental foi desenvolvida de maneira a variar parâmetros pré-determinados a fim de obter-se informações sobre o comportamento da CMC durante os ensaios de fluidização, com um número mínimo de experimentos.

Os parâmetros estudados foram o diâmetro médio das partículas, a altura do leito fixo e a velocidade de operação, ou seja, velocidade superficial do ar de fluidização.

Escolheu-se dois níveis para cada um destes parâmetros (Tabela 3.6) e os ensaios foram realizados de acordo com os valores indicados na Tabela 3.7.

Tabela 3.6: Variáveis estudadas e seus níveis

| | | |
|---|---------------------------|---------------------------|
| diâmetro médio das partículas (d_p) | $2,03 \times 10^{-4}$ m | $3,6 \times 10^{-4}$ m |
| velocidade de operação (u_{op}) | $3,5 \times u_{mf}$ (m/s) | $4,5 \times u_{mf}$ (m/s) |
| altura do leito fixo (L) | 0,075 m | 0,010 m |

u_{mf} = velocidade de mínima fluidização

As alturas do leito fixo foram obtidas colocando-se dentro do leito, massas de aproximadamente 0,5 e 0,7 kg para o nível inferior e superior, respectivamente.

Tabela 3.7: Testes preliminares

| Ensaio | $d_p \times 10^4$ (m) | u_{op} | L (m) |
|--------|-----------------------|--------------------|-------|
| 1 | 2,03 | $3,5 \cdot u_{mf}$ | 0,070 |
| 2 | 3,60 | $3,5 \cdot u_{mf}$ | 0,075 |
| 3 | 2,03 | $4,5 \cdot u_{mf}$ | 0,075 |
| 4 | 3,60 | $4,5 \cdot u_{mf}$ | 0,074 |
| 5 | 2,03 | $3,5 \cdot u_{mf}$ | 0,104 |
| 6 | 3,60 | $3,5 \cdot u_{mf}$ | 0,108 |
| 7 | 2,03 | $4,5 \cdot u_{mf}$ | 0,105 |
| 8 | 3,60 | $4,5 \cdot u_{mf}$ | 0,100 |

As condições experimentais dos ensaios comparativos de esfericidade são mostradas na Tabela 3.8

Tabela 3.8: Ensaios comparativos entre MC-500 e Celphere

| Ensaio | $d_p \times 10^4$ (m) | u_{op} (m/s) | L (m) |
|--------------|-----------------------|----------------|-------|
| MC-500 | 2,03 | 0,301 | 0,074 |
| MC-500 | 3,60 | 0,315 | 0,067 |
| Celphere 203 | 2,30 | 0,265 | 0,065 |
| Celphere 305 | 3,60 | 0,2079 | 0,064 |

A fim de se atingir ainda o objetivo do trabalho, referente a qualidade da fluidização da CMC, é importante definir quais as variáveis a serem analisadas ao se realizar a parte experimental.

Os parâmetros escolhidos como resposta foram:

- a distribuição de temperatura dentro do leito;
- a expansão do leito;
- a friabilidade das partículas.

a) Temperatura dentro do leito:

Os ensaios foram realizados com a temperatura do gás de entrada de 65°C. Este é um valor típico de temperatura para processos de recobrimento e é também um valor alto o suficiente para detectar-se a sua variação dentro do leito.

A variação da temperatura no leito foi verificada através do uso de duas sondas-termopares. Cada um dos termopares possui um sistema de deslizamento que permite medir a temperatura em vários pontos.

O termopar axial tinha o primeiro ponto a 0,5 cm acima de placa distribuidora e foram medidas temperaturas a cada 1,0 cm até a altura do leito de partículas.

Na direção radial, há cinco pontos de medida equidistantes entre si: um no centro da coluna, três ao longo do raio e o último à 0,3 cm da parede.

Os perfis de temperatura axial e radial estão relacionados ao grau de mistura dentro do leito, assim sendo, são indicadores da qualidade da fluidização.

b) Porosidade e expansão do leito de partículas

A porosidade do leito fixo foi calculada a partir da massa de sólidos colocada dentro do leito e da respectiva altura obtida:

- massa de sólidos $\Rightarrow V_s = m_s / \rho_s$ (3.7)

- altura de sólidos $\Rightarrow V_t = AL_{fixo}$ (3.8)

Utilizando as expressões (3.7) e (3.8) calcula-se os volumes do leito de e do sólido, respectivamente e, então, calcula-se a porosidade através de (3.9):

$$\varepsilon_{fixo} = \frac{V_{to} - V_s}{V_{to}} \quad (3.9)$$

O valor da porosidade de mínima fluidização foi obtido usando a queda de pressão e a altura do leito de partículas no ponto de mínima fluidização, que são valores medidos experimentalmente. O cálculo é feito através da equação (2.9b). Após o ponto de mínima fluidização, quando o sistema entra na fase constante, a porosidade do leito pode ser calculada pela expressão (2.10). Através desta expressão tem-se a variação da porosidade do leito em função da altura de sólidos. Logo, como a altura está ligada à velocidade superficial, tem-se a curva de porosidade (ε) em função da velocidade do gás (u).

A expansão do leito de partículas significa o quanto a altura do leito aumentou em relação à altura de mínima fluidização e pode ser calculada pela expressão (2.11).

c) Friabilidade das partículas

Friabilidade é a tendência que os sólidos tem a fragmentar-se, a reduzir seu tamanho. Isto pode ocorrer com as partículas durante a fluidização devido ao atrito existente dentro do leito. A porcentagem de friabilidade significa o quanto a partícula se desgastou durante a operação.

A determinação da friabilidade das partículas de CMC foi feita através da análise da distribuição granulométrica dos microgrânulos antes e depois da fluidização. Esta análise foi realizada num aparelho de difração de raios laser (Mastersizer, Malvern Instruments).

Os resultados das análises estão disponíveis no anexo 6. Foram realizadas quatro análises, todas usando o mesmo tipo de partícula e a mesma quantidade de material dentro do leito, d_p médio de $2,03 \times 10^{-4}$ mm e 0,5 kg, respectivamente. As análises referem-se à amostras do material antes e depois de cada ensaio, em determinadas velocidades de operação. A porcentagem de friabilidade foi calculada através da equação (3.10) e os resultados podem ser vistos na Tabela 3.9

$$\%Friabilidade = \frac{\text{tamanho antes} - \text{tamanho depois}}{\text{tamanho antes}} \quad (3.10)$$

Tabela 3.9: Amostras analisadas quanto à distribuição granulométrica

| Corrida | Referente a | Velocidade de operação |
|---------|--------------------|------------------------|
| 1 | teste preliminar 1 | $3,6 \times u_{mf}$ |
| 2 | teste preliminar 3 | $4,7 \times u_{mf}$ |
| 3 | ensaio 1 | $5,8 \times u_{mf}$ |
| 4 | ensaio 3 | $7,8 \times u_{mf}$ |

3.2.2) Procedimento Experimental

A CMC foi colocada dentro do leito, sendo que o tamanho de partícula e a quantidade colocada eram referentes ao ensaio que se pretendia realizar: aproximadamente 500 g para o nível inferior de altura de leito fixo, e 700g para o nível superior.

O primeiro passo era ligar o soprador e uma das resistências (uma entre as quatro existentes era suficiente para atingir a temperatura na faixa requerida).

Iniciava-se o ensaio de fluidização com um aumento gradual da vazão de ar. Media-se, para cada vazão, a diferença de altura no manômetro referente à placa de orifício (ΔH_{po}), a queda de pressão referente ao leito (ΔH_l) e também a altura do leito de partículas (L).

No momento em que apareceram as primeiras bolhas e ocorreu uma brusca diminuição da queda de pressão, significa que o sistema entrou em fluidização. Anotou-se o valor da velocidade neste ponto. A partir deste valor, era possível obter, a velocidade de operação definida para ensaio em questão. Continuou-se a aquisição dos parâmetros até atingir-se a vazão estipulada no planejamento.

Depois de decorrido um tempo de 20 minutos para que o sistema estabilizasse, iniciou-se a leitura das temperaturas dos três termopares acoplados ao sistema.

Após os vinte minutos para estabilização e a cada 10 minutos, fez-se quatro (04) leituras de temperatura, totalizando 50 minutos de operação de fluidização. A cada leitura, tinha-se um valor para o termopar 1 (Figura 3.5), cinco medidas ao longo do raio para o termopar 2 e 8 ou 12 medidas, dependendo da altura do leito fixo, para o termopar 3.

Em seguida à quarta leitura, inicializou-se a "volta" ou diminuição da vazão, também gradualmente e também medindo-se os mesmos parâmetros anteriores: ΔH_{po} , ΔH_B e L.

Este procedimento foi realizado para os 24 primeiros ensaios. Na realização dos quatro últimos experimentos foram determinadas as curvas de fluidização medindo-se ΔH_{po} , ΔH_B e L , com velocidade crescente e decrescente, porém sem a análise da variação da temperatura dentro do leito, pois a intenção era analisar a expansão em função da esfericidade da partícula.

CAPÍTULO 4

ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

4.1) Observações gerais

O comportamento aerodinâmico da celulose microcristalina, nas duas faixas de diâmetro estudadas, apresentou características comuns às das partículas do grupo B da classificação de Geldart.

De acordo com Couderc (in Davidson et al., 1985), as partículas que pertencem ao grupo B tem uma fluidização bastante heterogênea e uma expansão de leito pequena, sendo que este colapsa rapidamente com a extinção da corrente de ar.

Uma forte característica é a formação de bolhas no fundo do leito, que o atravessam, crescendo e coalescendo, e então estourando na superfície. Este fenômeno é o responsável pelo movimento dos sólidos dentro do leito. Outra importante característica é o aparecimento das bolhas no ponto de fluidização incipiente, ou seja, a velocidade de mínima fluidização é muito próxima à velocidade mínima de bolha (u_{mb}). A velocidade mínima de bolha é a velocidade na qual surge a primeira bolha dentro do leito.

A fluidização em si não ocorre em todo o volume do leito no ponto de mínima fluidização, ela deve-se ao movimento dos sólidos causado pelas bolhas. A quantidade destas bolhas e a velocidade com que atravessam o leito está intimamente ligada à velocidade do ar de fluidização.

Considerando o objetivo deste trabalho de caracterizar a qualidade da fluidização da CMC, foram realizados ensaios de fluidização com velocidades diferentes e para cada uma destas velocidades foram medidos os perfis de temperatura axial e radial dentro do leito. Em cada ensaio foi obtida a curva de fluidização para o tipo de partícula em questão.

Amostras foram retiradas do leito de partículas antes e depois de cada um dos experimentos a fim de verificar o efeito do atrito sobre as partículas. A diferença de esfericidade também foi estudada em relação à porosidade do leito.

Juntamente com os parâmetros citados, a análise dos resultados deste trabalho em comparação com diagramas de regime de fluxo encontrados em literatura foi utilizada na caracterização da qualidade da fluidização da celulose microcristalina.

4.2) Curvas de Fluidização

Uma das principais maneiras, ou melhor, uma das maneiras mais básicas de identificar-se o regime de fluidização é através da curva de fluidização.

Um exemplo típico de curva de fluidização pode ser visto na Figura 4.1

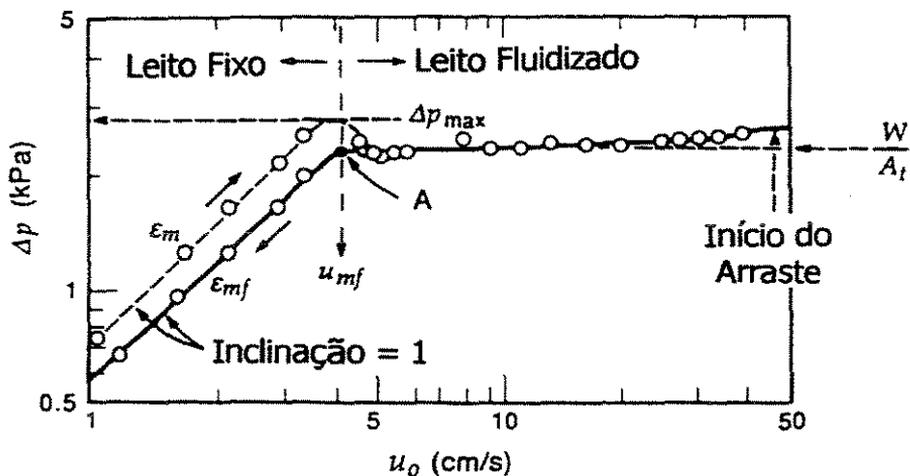


Figura 4.1 : Curva típica de fluidização para partículas de distribuição granulométrica estreita (Kunii & Levenspiel, 1991)

Inicialmente, tem-se uma relação linear entre a velocidade e a queda de pressão dentro do leito (característica do leito fixo). À medida que se aumenta a velocidade superficial do gás, atingi-se um valor de queda de pressão máxima ($\Delta P_{m\acute{a}x}$), a partir deste

ponto, o gás consegue vencer a força peso da massa de partículas e as forças interpartículas. Assim, em seguida, a queda de pressão diminui e após pequenas oscilações, atinge-se um valor constante chamado ΔP_{mf} , ou queda de pressão de mínima fluidização.

Segundo esta descrição, os ensaios realizados podem ser considerados dentro do regime de fluidização, pois os dados experimentais obtidos fornecem curvas similares às curvas típicas.

As curvas de fluidização para cada ensaio podem ser encontradas nos anexos 1, 3 e 5. O anexo 1 apresenta as curvas obtidas nos testes preliminares. As curvas referentes aos ensaios e suas réplicas estão no anexo 3, e no anexo 5 encontram-se as curvas de fluidização para os quatro últimos ensaios com partículas de esfericidades diferentes.

Notou-se que, nas curvas referentes aos testes preliminares, o valor da queda de pressão durante a fluidização não se manteve constante, ao contrário, mostrou uma tendência crescente. Este comportamento é exemplificado na Figura 4.2.

Teoricamente, espera-se que o valor de queda de pressão (ΔP) seja, em média, constante e igual ao valor da queda de pressão de mínima fluidização (ΔP_{mf}).

Um dos possíveis motivos para explicar esta tendência crescente é que o sistema pode estar ainda na fase de oscilação, atingindo um ΔP constante e de maior valor a uma velocidade mais alta que as usadas nos experimentos, como mostra a Figura 4.3, extraída de Geldart (1986). Este gráfico mostra que, a partir do ponto A (representando o ponto de fluidização incipiente), a queda de pressão em função da velocidade do gás pode não ser constante, pode sofrer oscilações e não comportar-se como um sistema ideal com partículas de tamanho uniforme (Figura 4.1). O valor estável de queda de pressão tende a atingir o valor do peso do leito dividido pela área de seção transversal do leito.

A fim de obter mais informações a respeito deste comportamento, estipulou-se realizar os ensaios com um aumento de 50% sobre o valor da vazão de ar máxima usada nos testes preliminares.

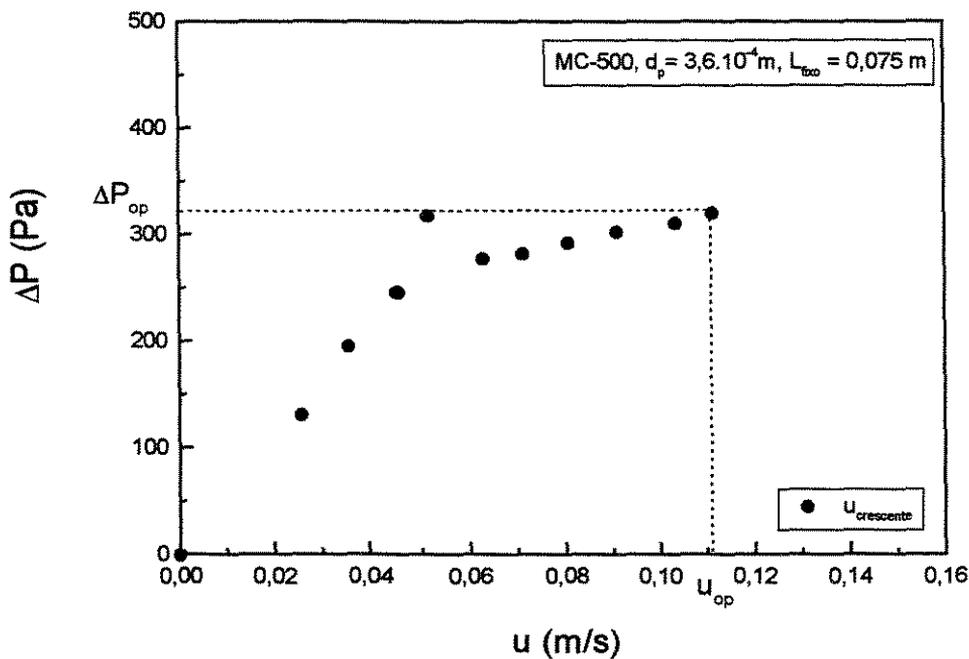


Figura 4.2 : Teste preliminar 2, $d_p = 3,6 \times 10^{-4}$ m

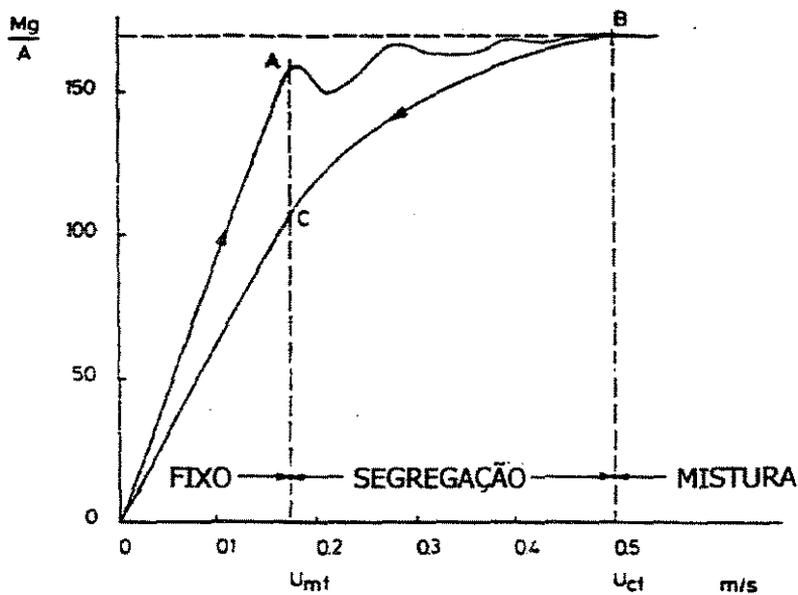


Figura 4.3 : Curva de fluidização para partículas com larga distribuição granulométrica (Geldart, 1986)

Os ensaios realizados apresentaram um comportamento semelhante aos testes preliminares, com ΔP aumentando com o acréscimo da vazão de ar, conforme mostrado na Figura 4.4. Contudo, ao atingir-se uma faixa superior de velocidades, verificou-se uma tendência da queda de pressão atingir um valor estável.

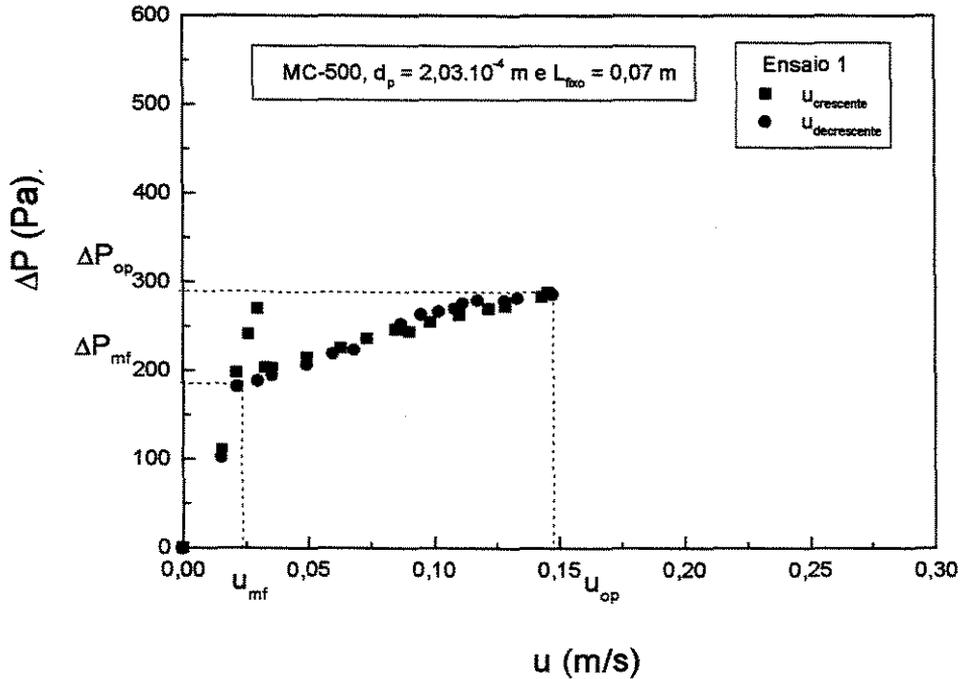


Figura 4.4 : Curva de fluidização da MC-500 com $d_p = 2,03 \times 10^{-4}$ m (ensaio 1)

As partículas usadas nos experimentos foram separadas por peneiramento, sendo que, por exemplo, as partículas de d_p médio de 0,203 mm, possuem partículas de 0,106mm até 0,300 mm. Apesar de separadas entre estas duas peneiras, pode haver uma distribuição dentro desta mesma faixa. A existência desta distribuição pode ser a responsável pelo comportamento encontrado nos ensaios, como, observado na curva da Figura 4.3, para partículas com larga distribuição granulométrica.

Comportamentos mais estáveis, como o da curva da Figura 4.1, estão relacionados à partículas de tamanho uniforme ou distribuição granulométrica estreita, de partículas esféricas, caracterizando alto grau de mistura e distribuição do gás no leito uniforme.

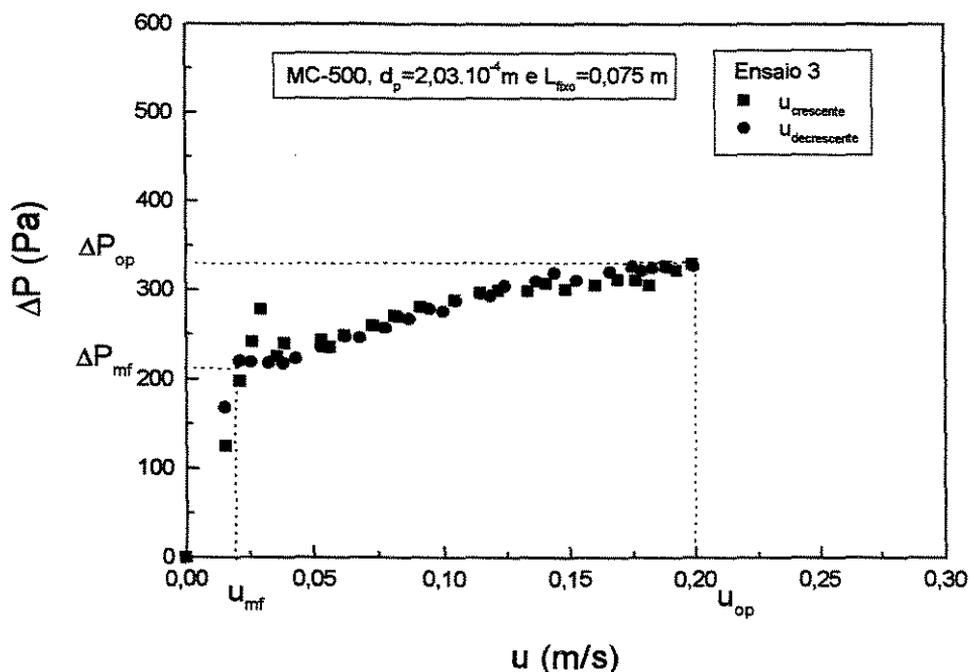


Figura 4.5: Curva de fluidização da MC-500 com $d_p=2,03 \times 10^{-4}$ m (ensaio 3)

Além de serem características do regime de fluidização, as curvas de $\Delta P \times Q$ fornecem outro parâmetro importante : a velocidade de mínima fluidização.

A velocidade de mínima fluidização (u_{mf}) é essencial para o projeto de sistemas fluidizados e para a determinação das velocidades de operação destes sistemas.

Os valores de u_{mf} e também outros parâmetros da fluidização estão apresentados na Tabela 4.1. Cada um dos 16 ensaios forneceu uma velocidade de mínima fluidização; porém, a u_{mf} foi estimada como sendo a média dos ensaios referentes à cada diâmetro. Como os ensaios experimentais foram realizados somente com as partículas MC-500, tem a mesma esfericidade. A Tabela 4.3 mostra os valores médios de u_{mf} obtidos e seus desvios padrão (Barros Neto e colaboradores, 1995).

Tabela 4.1: Resultados obtidos nos ensaios e suas réplicas

| Ensaio | $d_p \times 10^2$ (m) | H_{fixo} (m) | ϵ_{fixo} | u_{op} (m/s) | ΔP_{op} (Pa) | ϵ_{mf} | u_{mf} (m/s) | ΔP_{mf} (Pa) | $H_{m\acute{a}x}$ (m) | H_{mf} (m) | Expans\~ao (%) |
|--------|--------------------------|----------------|-------------------|-------------------|-------------------------|-----------------|-------------------|-------------------------|--------------------------|-----------------|-------------------|
| 1 | 2,03 | 0,070 | 0,68 | 0,145 | 288,8 | 0,77 | 0,0239 | 188,5 | 0,090 | 0,073 | 23,3 |
| 1r* | 2,03 | 0,075 | 0,68 | 0,148 | 294,2 | 0,76 | 0,0224 | 229,6 | 0,097 | 0,075 | 29,3 |
| 2 | 3,60 | 0,075 | 0,70 | 0,156 | 338,2 | 0,79 | 0,0259 | 230,8 | 0,097 | 0,079 | 22,8 |
| 2r* | 3,60 | 0,070 | 0,68 | 0,157 | 285,6 | 0,79 | 0,0337 | 225,9 | 0,092 | 0,075 | 22,7 |
| 3 | 2,03 | 0,075 | 0,70 | 0,199 | 329,2 | 0,78 | 0,0208 | 217,0 | 0,010 | 0,076 | 31,6 |
| 3r* | 2,03 | 0,067 | 0,66 | 0,197 | 273,2 | 0,80 | 0,0242 | 198,1 | 0,090 | 0,065 | 38,5 |
| 4 | 3,60 | 0,074 | 0,70 | 0,211 | 351,8 | 0,77 | 0,0242 | 222,1 | 0,010 | 0,075 | 33,3 |
| 4r* | 3,60 | 0,080 | 0,72 | 0,210 | 345,2 | 0,78 | 0,0292 | 251,1 | 0,011 | 0,079 | 39,2 |
| 5 | 2,03 | 0,104 | 0,70 | 0,148 | 456,1 | 0,78 | 0,0298 | 346,9 | 0,0145 | 0,0115 | 25,0 |
| 5r* | 2,03 | 0,095 | 0,67 | 0,146 | 368,7 | 0,80 | 0,0286 | 285,7 | 0,0125 | 0,010 | 25,0 |
| 6 | 3,60 | 0,108 | 0,71 | 0,156 | 492,6 | 0,76 | 0,0287 | 383,7 | 0,0145 | 0,0119 | 21,8 |
| 6r* | 3,60 | 0,108 | 0,71 | 0,156 | 448,5 | 0,77 | 0,0343 | 360,7 | 0,014 | 0,0112 | 25,0 |
| 7 | 2,03 | 0,105 | 0,70 | 0,198 | 456,2 | 0,80 | 0,0174 | 328,5 | 0,015 | 0,0114 | 31,6 |
| 7r* | 2,03 | 0,105 | 0,67 | 0,198 | 382,7 | 0,80 | 0,0241 | 304,3 | 0,0135 | 0,010 | 35,0 |
| 8 | 3,60 | 0,100 | 0,69 | 0,211 | 483,3 | 0,75 | 0,0335 | 361,2 | 0,0145 | 0,011 | 31,8 |
| 8r* | 3,60 | 0,107 | 0,70 | 0,212 | 467,6 | 0,75 | 0,0350 | 357,0 | 0,015 | 0,0108 | 38,8 |

* r indica réplica

Tabela 4.2: Resultados obtidos nos ensaios de comparação entre Celphere e a MC-500

| Ensaio | $d_p \times 10^2$ (m) | H_{fixo} (m) | ϵ_{fixo} | u_{op} (m/s) | ΔP_{op} (Pa) | ϵ_{mf} | u_{mf} (m/s) | ΔP_{mf} (Pa) | $H_{máx}$ (m) | H_{mf} (m) | Expansão (%) |
|--------------|--------------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------------|-----------------|-------------------|-------------------------|------------------|-----------------|-----------------|
| Celphere 203 | 2,30 | 0,065 | 0,37 | 0,266 | 608,8 | 0,53 | 0,0219 | 435,6 | 0,087 | 0,066 | 31,8 |
| Celphere 305 | 4,00 | 0,064 | 0,36 | 0,281 | 605,3 | 0,51 | 0,0400 | 431,9 | 0,090 | 0,065 | 38,5 |
| MC-500 | 2,03 | 0,074 | 0,70 | 0,303 | 329,0 | 0,79 | 0,0239 | 215,2 | 0,011 | 0,076 | 47,7 |
| MC-500 | 3,60 | 0,067 | 0,66 | 0,318 | 328,6 | 0,79 | 0,0338 | 212,8 | 0,010 | 0,070 | 42,9 |

Tabela 4.3: Velocidade de mínima fluidização média para as partículas de MC-500.

| d_p (m) | u_{mf} (m/s) | s (desvio padrão) |
|-----------|----------------|-------------------|
| 0,0203 | 0,0239 | 0,00398 |
| 0,0360 | 0,0306 | 0,00413 |

Tabela 4.4 : Expansão do leito de partículas para as velocidades diferentes.

| d_p (m) | Expansão (%) $u_{op} = 5,5 \times u_{mf}$ | s (desvio padrão) | Expansão (%) $u_{op} = 7,3 \times u_{mf}$ | s (desvio padrão) |
|--------------|--|-------------------|--|-------------------|
| 0,0203 | 25,6 | 2,56 | 34,2 | 3,29 |
| 0,0360 | 23,1 | 1,36 | 35,8 | 3,78 |

Como era de se esperar, o valor da u_{mf} para as partículas MC-500 com d_p igual a 0,203 mm foi menor que o valor desta velocidade para as partículas com diâmetro maior. A velocidade de mínima fluidização depende diretamente do diâmetro das partículas, como pode ser visto na equação (3) para o cálculo da u_{mf} , no capítulo 3.

Conhecendo-se o valor de u_{mf} , encontra-se a altura e a porosidade correspondentes ao ponto de mínima fluidização. Estes últimos são importantes quando se trata do grau de expansão do leito.

A Tabela 4.5 mostra as velocidades de mínima fluidização calculadas através das equações 2.3 e 2.7, equações de Ergun e Wen e Yu, respectivamente. A equação de Ergun foi usada estimando-se a porosidade de mínima fluidização como sendo igual a 0,55. Percebe-se que, comparados aos valores de velocidade de mínima fluidização experimentais, os valores calculados pela equação de Ergun são mais próximos dos resultados experimentais que os valores calculados por Wen e Yu. Apesar dos últimos terem estimado valores de K_1 e K_2 baseado em mais de 280 pontos experimentais (Kunii e Levenspiel, 1991), o resultado é um valor médio, que pode não se aplicar ao sistema estudado neste trabalho.

Tabela 4.5 : Velocidade de mínima fluidização teórica

| Partícula | u_{mf} experimentais (m/s) | Ergun u_{mf} (m/s) | Wen and Yu u_{mf} (m/s) |
|--|---------------------------------|-------------------------|------------------------------|
| MC-500, $d_p = 2,03 \cdot 10^{-4}$ m | 0,0239 | 0,0295 | 2,2621 |
| MC-500, $d_p = 3,60 \cdot 10^{-4}$ m | 0,0306 | 0,0902 | 1,1749 |
| Celphere, $d_p = 2,30 \cdot 10^{-4}$ m | 0,0219 | 0,0771 | 1,9660 |
| Celphere, $d_p = 4,00 \cdot 10^{-4}$ m | 0,0400 | 0,2127 | 1,0460 |

Os valores de expansão são mostrados na Tabela 4.4. Estes foram obtidos utilizando-se velocidades de operação de 5,5 a 7,3 vezes a velocidade de mínima fluidização média para cada faixa de diâmetro (valores estipulados após os testes preliminares). Os valores de expansão média e também de desvio padrão foram obtidos a

partir dos resultados dos ensaios e das réplicas, segundo o procedimento descrito no capítulo 3. Chega-se a atingir uma expansão média de 23 a 25 % quando opera-se no nível inferior da velocidade, enquanto que, aumentando a velocidade para cerca de 7 vezes a u_{mf} obtém-se expansões de cerca de 35%. Não se verificou uma influência significativa em relação ao diâmetro das partículas, mas este comportamento comprova a influência da vazão de gás na expansão do leito, pois um aumento na quantidade de ar que entra no leito significa um aumento na quantidade de bolhas que atravessa o mesmo, que são as responsáveis pelo movimento dos sólidos.

Observando-se as curvas de fluidização, pode-se analisá-las em função de outros dois parâmetros, a altura do leito fixo e o diâmetro médio das partículas.

Nas curvas referentes aos ensaios com maior massa de sólidos, ou seja, com altura de leito fixo maior, encontrou-se valores de queda de pressão significativamente maiores. Isto acontece pois a queda de pressão é diretamente proporcional ao peso das partículas (massa x aceleração gravitacional) dividido pela área da seção transversal da coluna, que é constante. Quanto maior a massa dentro do leito, maior é a queda de pressão proporcionada por este, como pode ser visualizado na Figura 4.6.

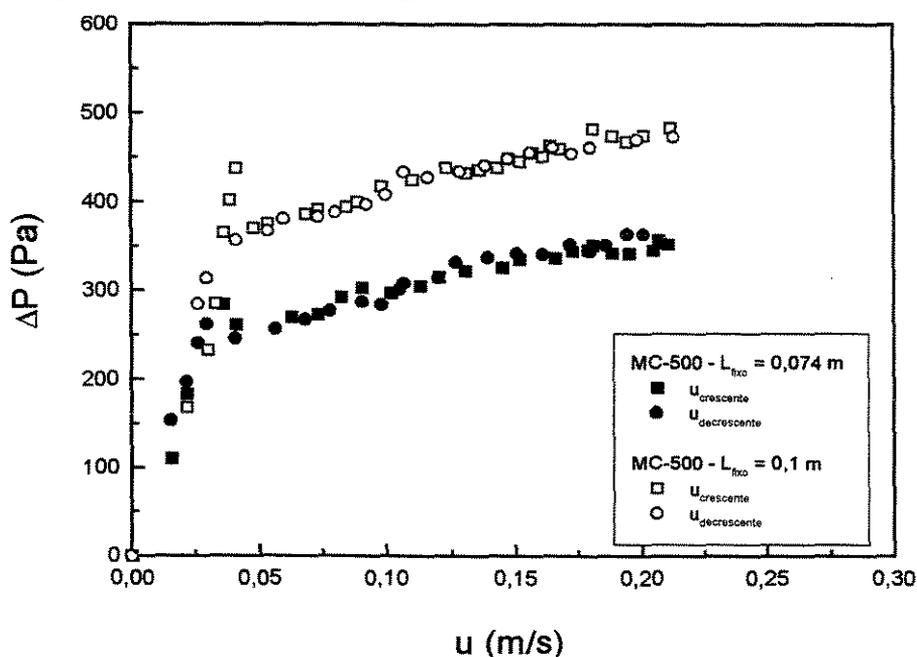


Figura 4.6 : Curvas de fluidização para os ensaios 4 e 8, $d_p = 3,6 \times 10^{-4}$ m, e alturas de leito de 0,074 e 0,1 m respectivamente.

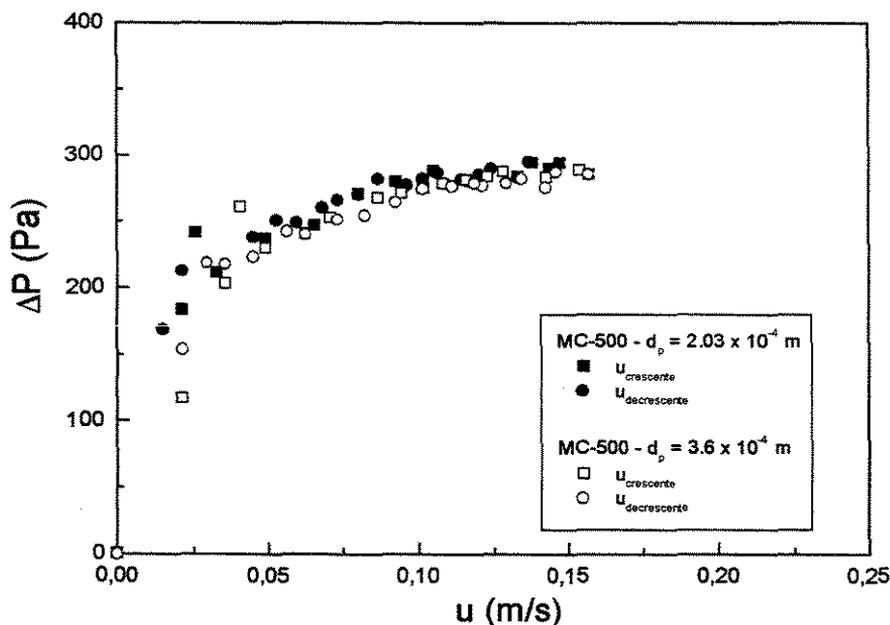


Figura 4.7 : Curvas de fluidização para os ensaios 1 e 2, $d_p = 2,03 \times 10^{-4} \text{ m}$, e $d_p = 3,6 \times 10^{-4} \text{ m}$, respectivamente.

Já a influência do diâmetro médio na queda de pressão das partículas presentes no leito foi mais discreta, ou quase nenhuma. Os valores de queda de pressão no leito são praticamente os mesmos para todos os ensaios realizados com partículas de d_p igual à 0,36 mm e com $d_p = 0,203 \text{ mm}$. A Figura 4.7 ilustra esta afirmação, mostrando as curvas de fluidização para o ensaio 1 ($d_p=0,36\text{mm}$) e para o ensaio 2 ($d_p=0,203\text{mm}$), sendo as outras condições mantidas constantes.

4.3) Porosidade e expansão do leito de partículas

A porosidade do leito fixo e também de mínima fluidização apresentadas na Tabela 4.1 foram obtidas experimentalmente. Nota-se que os valores da porosidade do leito de partículas de MC-500 (independente de seu diâmetro médio) são bastante altos em relação à Celphere.

Esta diferença está relacionada à diferença de esfericidade entre estas duas partículas. A Celphere tem um esfericidade bastante alta, levando a um empacotamento denso dentro do leito. Quanto maior a esfericidade, menor a porosidade do leito, segundo a curva apresentada por Kunii and Levenspiel (1991), mostrada na Figura 4.8.

A MC-500 tem uma esfericidade menor, o que leva a uma fração de vazios maior dentro do leito, ou seja, uma porosidade alta. Esta é uma característica positiva, pois facilita o contato entre as diferentes fases do sistema, tanto para o processo de recobrimento, quanto para outros processos. No caso do recobrimento, são três fases, o sólido, o ar de fluidização e a solução de recobrimento. Uma das vantagens da alta porosidade é a menor probabilidade de aglomeração quando da adição da fase líquida atomizada que irá recobrir as partículas.

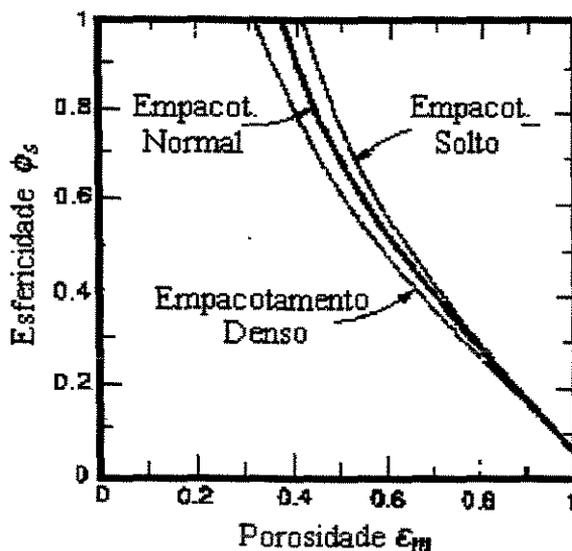


Figura 4.8: Esfericidade da partícula em função da porosidade do leito fixo (Kunii and Levenspiel, 1991)

Em relação às curvas de queda de pressão em função da vazão de ar, existe uma tendência diferente, quando se trata de partículas de esfericidade diferentes. Nas Figuras 4.9 e 4.10 encontram-se os resultados obtidos nos quatro últimos ensaios. Na Figura 4.9, tem-se

as curvas para a Celphere tipo 203, que tem diâmetro médio de 0,230mm, e para a MC-500 com diâmetro médio de partícula de 0,360mm. Foram utilizadas massas diferentes, com o intuito de manter aproximadamente o mesmo nível de altura de sólidos, por isso foram colocados no leito 1,0 kg de Celphere (o que resultou numa altura de sólidos de 0,065 m) e 0,5 kg de MC-500 ($L = 0,074$ m). Este procedimento resultou numa grande diferença na queda de pressão, pois esta é diretamente dependente da massa.

Além disto, nota-se que à altas velocidades, cada tipo de partícula apresenta uma tendência. As partículas esféricas (Celphere) tendem a manter um valor constante de queda de pressão, enquanto que com a MC-500 (não esféricas) o valor da queda de pressão começa a diminuir com o aumento da vazão. Os mesmos resultados são encontrados quando trabalha-se com partículas de tamanho maior (Figura 4.10).

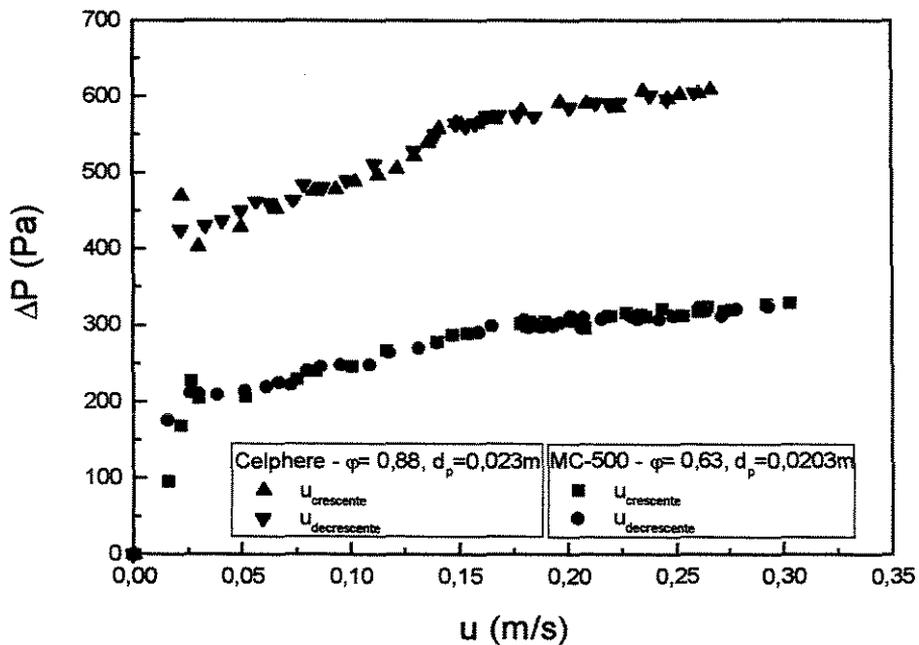


Figura 4.9 : Partículas de diâmetro médio semelhantes (MC-500, $d_p = 2,03 \times 10^{-4}$ m e Celphere 203, $d_p = 2,3 \times 10^{-4}$ m) e esfericidades diferentes (0,62 e 0,88, respectivamente)

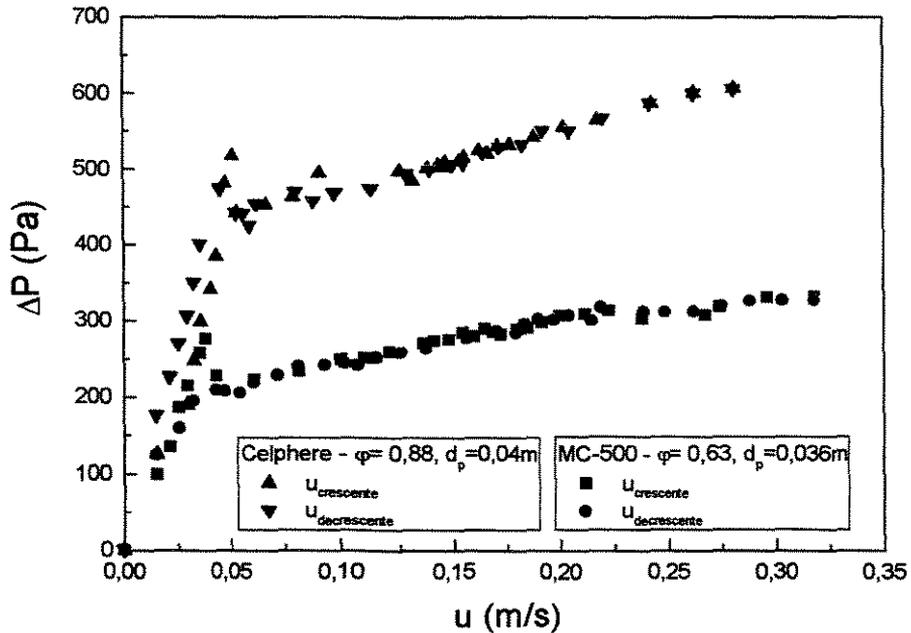


Figura 4.10 : Curvas para partículas de diâmetro médio semelhantes (MC-500, $d_p = 3,6 \times 10^{-4}$ m e Celphere 305, $d_p = 4,0 \times 10^{-4}$ m) e esfericidades diferentes (0,63 e 0,88, respectivamente)

Este tipo de comportamento já foi reportado por Strumillo & Kudra (1986) , Figura 4.11. Esta tendência decrescente do ΔP pode ser atribuída à proximidade do sistema ao regime de arraste. Teoricamente, existe uma diminuição na queda de pressão ao entrar no regime de leito fluidizado rápido, pouco antes de entrar-se na fase diluída e então o ΔP volta a aumentar com o aumento da vazão. Esta tendência não pode ser comprovada neste trabalho, pois a quantidade elutriada não foi quantificada.

4.4) Variação da temperatura dentro do leito

Tanto em relação aos testes preliminares como em relação à bateria de 16 ensaios, os valores de temperatura medidos ao longo do eixo axial da coluna se mantiveram constantes e tendendo ao valor da temperatura de entrada do gás (T_e). Este resultado indica que não existe perfil de temperatura no sentido vertical da coluna. A temperatura mantém-

se constante no sentido vertical e com o tempo equilibra-se com a temperatura de entrada do gás.

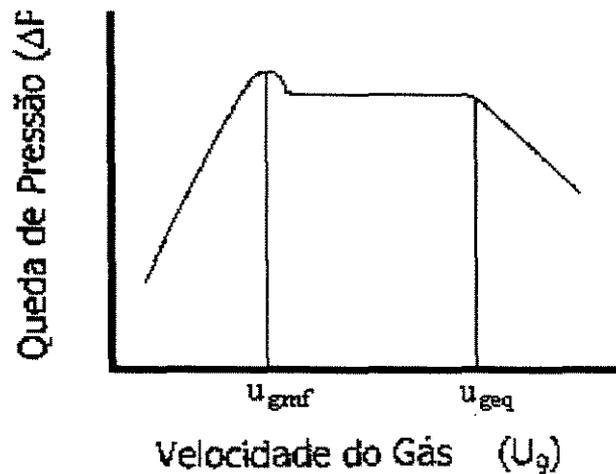


Figura 4.11 : Curva de queda de pressão em função da velocidade do gás (retirada de Strumillo & Kudra (1986))

Os resultados das temperaturas medidas na direção radial apontaram um comportamento diferente. Existe um perfil de temperaturas na direção radial. A temperatura é mais baixa perto da parede e aumenta na direção do centro da coluna, tendendo à T_e . Este comportamento é explicado pelo efeito da parede da coluna. Quanto menor o diâmetro do leito maior é a influência da parede no comportamento do sistema. Apesar de que em cada ensaio houve um tempo de estabilização de vinte minutos antes do início das medidas, a temperatura da parede não atingiu a da corrente de ar. Percebe-se inicialmente um perfil parabólico da temperatura dentro do leito, com o valor máximo (temperatura da corrente de ar) no centro da coluna de acrílico. Com o passar do tempo este perfil tende a se achatar (considerando a velocidade do ar constante), ainda que a temperatura do ar próximo à parede ainda seja menor que a do resto do leito, por estar sendo influenciado pela própria parede. A tendência é que um tempo maior de fluidização leve a uma homogeneização da temperatura em toda secção transversal do leito.

Os perfis de temperatura obtidos nos testes preliminares são apresentados no Anexo 2 e os perfis referentes aos ensaios estão no Anexo 4.

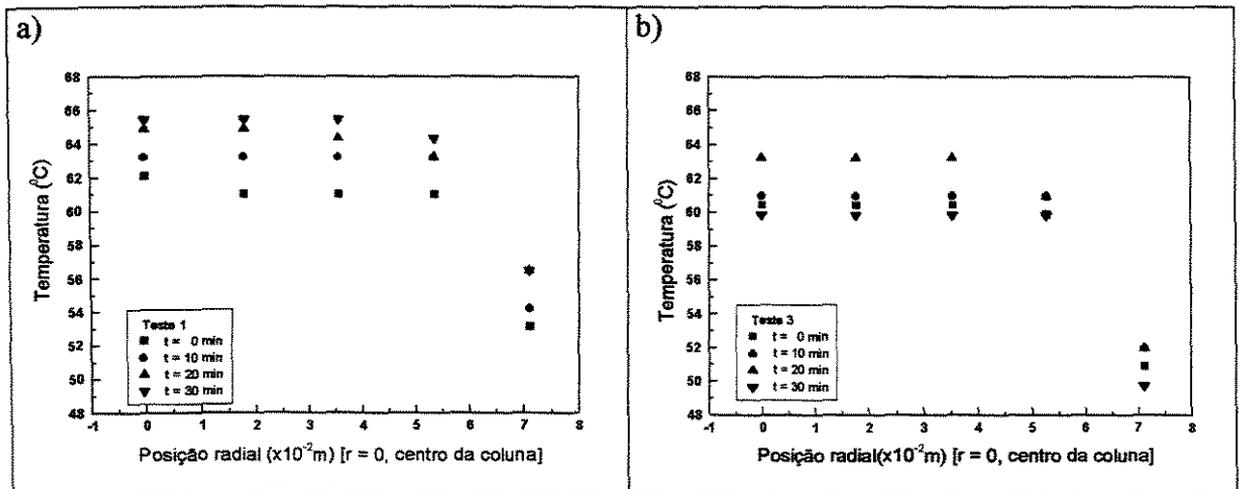


Figura 4.12 : Perfis de temperatura radial obtida nos testes preliminares; a) teste 1,

$$u_{op} = 3,8 \times u_{mf}; \text{ b) teste 3, } u_{op} = 4,1 \times u_{mf}$$

Quando da realização dos testes, percebeu-se a existência destes perfis de temperatura, em especial nos ensaios com velocidade do gás menor. Quando trata-se dos ensaios de velocidade mais baixa ($3,5 \times u_{mf}$) pode-se ver os perfis mais claramente e nota-se que ao longo do tempo a temperatura tende à temperatura de entrada do gás (Figura 4.12).

Esta foi outra razão que incentivou o aumento da vazão nos ensaios. Nos experimentos posteriores, nos quais houve um aumento de cerca de 50% na velocidade, percebeu-se que estes perfis achatam-se e a T_e é atingida mais rapidamente. Estes resultados estão exemplificados na Figura 4.13, o gráfico mostrado em 4.13a mostra o perfil de temperatura dentro do leito quando tem-se uma velocidade de operação de quase 6 vezes a velocidade de mínima fluidização, e o gráfico 4.13b mostra o perfil para 7,8 vezes esta velocidade.

A medida de temperatura no sentido radial e axial da coluna tinha como objetivo caracterizar o grau de mistura dentro do leito. A homogeneidade da temperatura dentro do

leito é um indicador de um bom grau de mistura, que por sua vez, é característico de uma alta qualidade de fluidização, principalmente a medida axial.

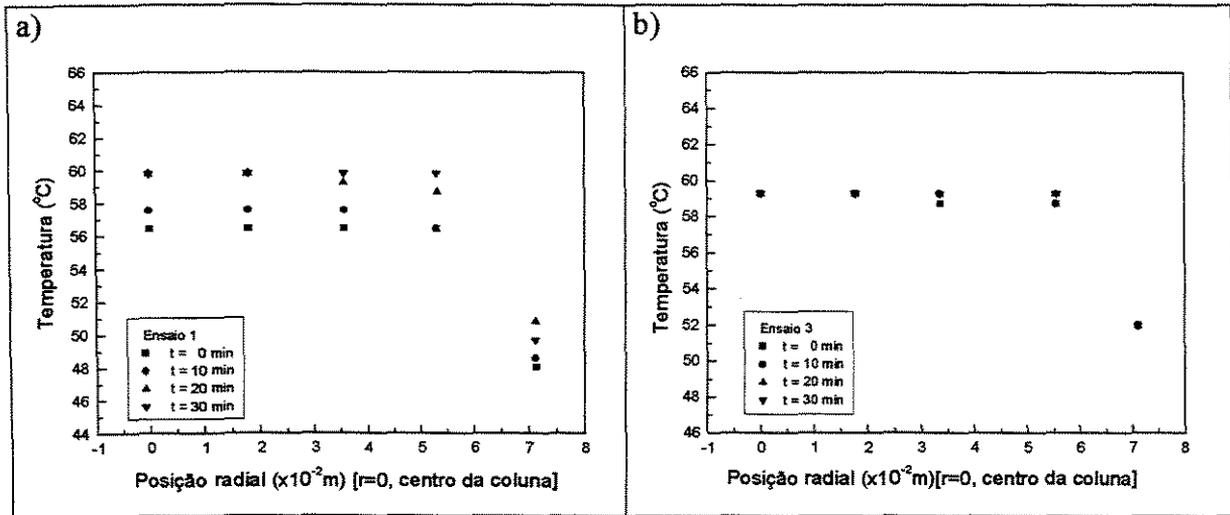


Figura 4.13 : Perfis de temperatura radial obtida nos ensaios; a) ensaio 1,

$u_{op} = 5,9 \times u_{mf}$, b) ensaio 3, $u_{op} = 7,8 \times u_{mf}$

Apesar de haver um certo perfil de temperatura (baixo grau de mistura) ao longo do raio, sob certas condições, a homogeneidade pode ser atingida utilizando-se do aumento da velocidade do gás.

De fato, de acordo com os resultados destes experimentos, encontra-se uma boa fluidização e um bom grau de mistura para a celulose microcristalina com velocidades superiores a 7 vezes a velocidade de mínima fluidização.

4.5) Friabilidade das partículas

Foram realizadas quatro análises de distribuição granulométrica, utilizando amostras retiradas dos ensaios com partículas de diâmetro médio 0,203 mm e altura de sólidos de 7,5 cm. Os resultados estão apresentados no anexo 6, juntamente com uma curva de diâmetro das partículas em função da fração volumétrica das mesmas para cada corrida.

O valor utilizado para comparação foi o D_{50} . Este é o diâmetro correspondente a 50% da amostra, ou seja, metade das partículas da amostra está abaixo deste diâmetro.

As corridas 1, 2, 3 e 4 são, respectivamente, os testes preliminares 1 e 3, e os ensaios 1 e 3. Os resultados mais importantes estão no Tabela 4.6: Cada uma destas corridas foi feita a uma velocidade de operação diferente e crescente no sentido de 1 à 4.

Tabela 4.6: Diâmetro das partículas de celulose antes e depois da fluidização

| Corrida | $D_{50} 10^{-4}$ (m) (antes do processamento) | $D_{50} 10^{-4}$ (m) (depois do processamento) | % de Friabilidade | u_{op} |
|---------|--|---|----------------------|---------------------|
| 1 | 2,98 | 3,00 | -0,68 | $3,6 \times u_{mf}$ |
| 2 | 3,07 | 3,06 | -0,50 | $4,7 \times u_{mf}$ |
| 3 | 3,10 | 3,06 | +1,20 | $5,8 \times u_{mf}$ |
| 4 | 3,12 | 3,10 | -0,80 | $7,8 \times u_{mf}$ |

Nota-se através dos dados apresentados no quadro anterior que a diferença entre diâmetros de partícula antes e depois dos ensaio de fluidização é negligenciável na faixa de velocidade de operação utilizada neste trabalho. Mesmo quando sob altas velocidades, como na corrida 4 ($7,8$ vezes u_{mf}), a porcentagem de friabilidade é menor que 2 %. Este resultado mostra que a celulose microcristalina tem um grau de friabilidade muito pequeno, o que tanto para o processo de recobrimento, como para outros processos, é um resultado positivo, pois significa que o atrito dentro do leito fluididizado não é suficiente para danificar o produto.

4.6) Qualidade da fluidização

Todos os ensaios apresentaram curvas de fluidização típicas. A celulose microcristalina comportou-se condizentemente com o seu grupo (grupo B), na classificação de Geldart.

As partículas de CMC fluidizaram de uma forma bastante heterogênea, com a formação de bolhas. Houve a formação de canais preferencias e pontos de estagnação (próximo à parede da coluna), que só se desfizeram com uma velocidade de operação ao menos 2,5 vezes maior que a velocidade de mínima fluidização.

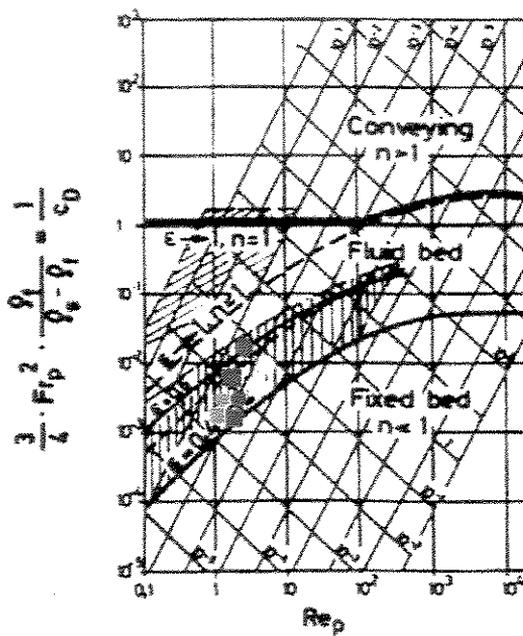
A análise visual dos ensaios mostrou que foi atingida uma fluidização adequada para todas as condições impostas.

Como proposto no capítulos anteriores os regimes obtidos neste trabalho foram comparados a diagramas de regimes fluidodinâmicos encontrados em literatura. Foram escolhidos os mais abrangentes e detalhados, o de Reh (1971) e o de Grace (1986).

Através de cálculos usando as variáveis deste trabalho, os ensaios foram situados dentro dos diagramas propostos pelos dois autores.

Em relação ao diagrama de Reh (1971), os quatro pontos analisados (duas velocidades para dois diâmetros de partículas) encontram-se dentro da região de fluidização clássica, como pode ser visto na Figura 4.14.

Já quando se entra no diagrama de Grace, o resultado é um pouco diferente. As partículas de diâmetro médio de 0,203 mm encontram-se dentro da área de fluidização convencional (ver Figura 4.15). Mas as partículas maiores ($3,6 \times 10^{-4}$ m) estão fora deste faixa, o que necessariamente não as desqualifica, pois estes diagramas são indicadores de tendências, e não são infalíveis.



$$Re_p = \frac{D_p \cdot v_0}{\nu}$$

$$Fr_p = \frac{v_0}{\sqrt{D_p \cdot g}}$$

$$K = \frac{\tau^2 \cdot \rho_f}{D_p^3 \cdot g (\rho_s - \rho_f)}$$

$$M = \frac{v_0^3 \cdot \rho_f}{\tau \cdot g (\rho_s - \rho_f)}$$

$$n = \frac{\Delta p}{L(1-\epsilon)(\rho_s - \rho_f)}$$

Classic fluidized bed

Circulating fluid bed

Figura 4.14 : Diagrama de Reh, os pontos coloridos representam os condições de operação:

verde = $3,6 \times u_{mf}$, vermelho = $4,7 \times u_{mf}$, amarelo = $5,8 \times u_{mf}$ e azul = $7,8 \times u_{mf}$; quadrado representa diâmetro de partícula igual a $2,03 \cdot 10^{-4}$ m e círculo, $3,6 \cdot 10^{-4}$ m

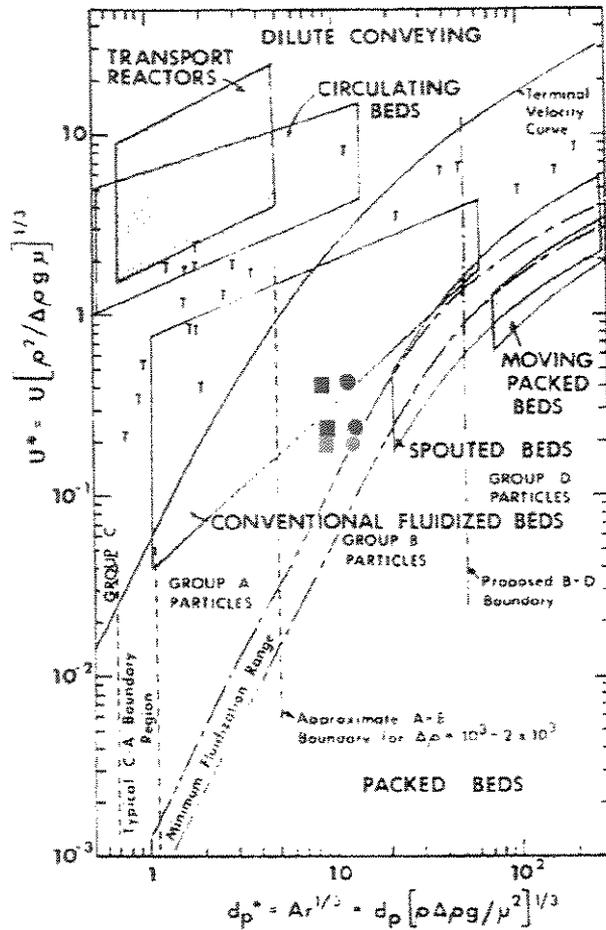


Figura 4.15 : Diagrama de Grace, os pontos coloridos representam os condições de operação: verde = $3,6 \times u_{mf}$, vermelho = $4,7 \times u_{mf}$, amarelo = $5,8 \times u_{mf}$ e azul = $7,8 \times u_{mf}$; quadrado representa diâmetro de partícula igual a $2,03 \cdot 10^{-4}$ m e círculo, $3,6 \cdot 10^{-4}$ m

CAPÍTULO 5

CONCLUSÕES E SUGESTÕES

5.1) Conclusões

Neste trabalho foi realizado um estudo sobre a fluidização da celulose microcristalina (CMC) – produto comumente usado na indústria farmacêutica – visando verificar sua viabilidade para o processo de recobrimento de microgrânulos em leito fluidizado.

Foram estudados os aspectos fundamentais da fluidização e os resultados levaram às seguintes conclusões:

- ◆ a celulose microcristalina pode ser fluidizada, apresentando uma fluidização borbulhante, característica de partículas do grupo B da classificação de Geldart (1973);
- ◆ a análise da distribuição de temperatura dentro do leito pode ser utilizada como indicador da qualidade de fluidização e, no caso deste trabalho, mostrou que atinge-se uma alta qualidade de fluidização utilizando-se velocidades superficiais do gás acima de 7 (sete) vezes a velocidade de mínima fluidização da partícula;
- ◆ a este nível de velocidade sugerida ($7 \times u_{mf}$), encontra-se expansões de leito de 35% em relação à altura de mínima fluidização, o que sugere uma facilidade para o processo de recobrimento;
- ◆ dentro da faixa de velocidades utilizada neste trabalho, a friabilidade das partículas é negligenciável (<1,5%), o que significa que o atrito dentro do leito não é suficiente para danificar os sólidos;

A partir destas afirmações, conclui-se que existe um grande potencial do uso do leito fluidizado para o recobrimento de microgrânulos, em especial da CMC, pois o sistema apresenta uma fluidização de qualidade, com alto grau de mistura de sólidos, e uma boa expansão do leito, características básicas para o sucesso da operação e recobrimento.

5.2) Sugestões para trabalhos futuros

O futuro deste trabalho, a princípio, é o processo de recobrimento em si. O estudo das soluções de recobrimento e o estudo das condições operacionais adequadas e ótimas para recobrir-se os microgrânulos de celulose microcristalina.

Em relação a continuação do estudo fundamental, seria de importância a análise do comportamento de outros diâmetros da CMC, e da ampliação da faixa de velocidades usada.

Quanto ao estudo da distribuição de temperatura dentro do leito, poderia-se colocar um maior número de sondas dentro do leito, a fim de verificar a homogeneidade de temperatura em toda a seção transversal do leito.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACCELA-COTA (1968) – Manesty Machines Ltd. - U.S. Patent 3 573 968 1968

ALTAF, S.A.; HOAG, S.W.; AYRES, J.W. (1998) – Bead Compacts I : Effect of Compression on Maintenance of Polymer Coat Integrity in Multilayered Bead Formulations – *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 24 (8), pp. 737-746.

BARON, T.; BRIENS, C.L.; BERGOUGNOU, M.A. (1988) – Study of the Transport Disengaging Height – *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, vol.66, pp.749-760.

BARROS NETO, B.; SCARMÍNIO, I.S.; BRUNS, R.E. (1995) – *Planejamento e Otimização de Experimentos* – Ed. Unicamp, Campinas.

BAYKARA, T.; KARATAS, A. (1993) – Preparation of Acetaminophen Microcapsules by Conservation Phase Separation Method - *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 19 (5), pp. 587-601.

BI, H.T.; GRACE, J.R. (1986) – Flow Regime Diagrams for Gas-Solid Fluidization and Upward Transport – *International Journal of Multiphase Flow*, vol.21, n.6, p.1229-1236

CLIFT, R. – Hydrodynamics of Bubbling Beds. In: Geldart, D. *Gas Fluidization Technology*, Chichester: JohnWiley and Sons, 1986
. Cap. 4, p. 65.

COULSON, J.M.; RICHARDSON, J.F. (1991) – *Chemical Engineering*, 4th edition, Butterworth-Heinemann.

DAVIDSON, J.F.; CLIFT, R.; HARRISON, D. (1986) - *Fluidization* - 2nd ed., Academic Press.

ERGUN, S. (1952) – *Chemical Engineering Progress*, vol. 48, p.89.

FUNCK, J.A.B.; SCHWARTZ, J.B.; REILLY, W.J.; GHALI, E.S. (1991) – Binder Effectiveness for Beads with High Drug Levels - *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 17 (9), pp. 1143-1156.

GELDART, D. (1973) – Types of Gas Fluidization – *Powder Technology*, 7, pp. 285-292.

GELDART, D. (1986) - *Gas Fluidization Technology* –John Wiley & Sons, United Kingdom,

GISHLER, P.E.; MATHUR, K.B. (1957) - *Method of Contacting Solid Particles with Fluids* - U.S. Patent, n ° 2,786,280.

GRACE, J.R. (1986) – Contacting Modes and Behavior Classification of Gas-Solid and Other Two-Phase Suspensions – *The Canadian Journal of Chemical Engineering* , vol.64, pp. 353-363.

KONO, H.O.; TIAN, D. (1992) - Densification and Modification of Bulk Flow Properties of Ultrafine Powders in Fluidized Beds - *Fluidization VII*.

KAGE, H.; TAKAHASHI, T.; YOSHIDA, T.; OGURA, H.; MATSUNO, Y. (1996) - Coating Efficiency of Seed Particles in a Fluidized Bed by Atomization of a Powder Suspension - *Powder Technology*, 86, pg. 243-250

KLEINBACK, E.; RIEDE, TH.. (1995) - Coating of Solids - *Chemical Engineering and Processing*, vol.34, p.329-337.

KUNII, D.; LEVENSPIEL, O. (1991) - *Fluidization Engineering* - second edition, John Wiley & Sons, New York.

LIPPENS, B.C.; MULDER, J. (1993) – Prediction of the Minimum Fluidization Velocity - *Powder Technology*, vol.75, issue 1, pp.67-78.

LOPEZ, M. F. B. (1995) - *Sistema de Liberação Controlada - Estudo de Revestimento Aquoso em Formas Sólidas – Comprimidos e Microgrânulos — com vista à veiculação de fármacos de ação tuberculástica* - FCF/USP. Tese (Mestrado).

MAA, Y.-F.; HSU, C.C. (1997) - Feasibility of Protein Spray Coating Using a Fluid-Bed Würster Processor - *Biotechnology and Bioengineering* - vol.53, n.6, p.560-566, March 20.

MORI, S.; YAMAMOTO, A ; IWATA, S.; HARUTA, T.; YAMADA, I.; MIZUTANI, E. (1990) - Vibro-Fluidization of Group-C Particles and Its Industrial Applications - *AIChE Symposium Series*, 86, n.276, pg 88.

OKUTGEN, E.; HOGAN, J.E.; AULTON, M.E. (1991) – Effect of Tablet Core Dimensional Instability on the Generation of internal-stresses within film coats. – 1. influence of Temperature Changes during the Film Coating Process - *Drug Development and Industrial Pharmacy*, 17 (9), pp. 1177-1189.

PEÇANHA, R.P.; MASSARINI, G. (1986) – Dimensão Característica e Forma de Partículas – *Anais do XIV Encontro sobre Meios Porosos*, Campinas.

PORTER, S.C.; HOGAN, J.E. (1984) – Tablet Film Coating – *Pharm. International*, vol.5, n.5, p. 122-127.

QUEIROZ FILHO , A. V. (1997) - *Análise do Recobrimento de Comprimidos, em leito de jorro bidimensional para três Posições de Atomização de Suspensão* - FEQ/UNICAMP. Tese (Mestrado).

REH, L. (1971) – Fluidized Bed Processing – *Chemical Engineering Progress*, vol.67, n.2, p.58.

- RIBA, J.P.; COUDERC, J.P. (1977) – *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, vol.55, pp.118.
- ROBINSON, J.M.; GRASS, G.M.; LANTZ, R.J. (1968) - An Apparatus and Method for the Coating of Solid Particles - *Journal of Pharmaceutical Science* , vol.57, nº11, pg. 1983
- ROCHA, S.C.S. ; TARANTO, O.P.; AYUB. G.E. (1995) – Aerodynamics and Heat Transfer During Coating of Tablets in Two-Dimensional Spouted Bed – *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, vol.73, june, p. 308-312.
- SIEGEL, R. (1976) – *AIChE Journal*, vol.22, pp.590
- SHI, Y.F.; FAN, L.T. (1984) - *AIChE Journal*, vol.30, pp.860
- SINGISER, R.E.; LOWENTHAL, W. (1961) - Enteric Filmcoating by the Air-Suspension Coating Technique - *Journal of Pharmaceutical Science*, 50(2), p.168-170.
- SOUZA, C.A.G. (1997) - *Análise de um Processo de Recobrimento em Leito de Jorro Bidimensional* - FEQ/UNICAMP. Tese (Doutorado).
- SQUIRES, A.M.; KWAWUK, M.; AVIDAN, A.A. (1985) – Fluid beds – at last, challenging 2 entrenched practices – *Science*, 230: (4732) p.1329-1337.
- TARANTO, O. P. (1996) - *Monitoramento de Regimes e Recobrimento de Partículas em Leito d Jorro Bidimensional* – FEQ/UNICAMP. Tese (Doutorado).
- THOBER, C. (1995) - *Fluidodinâmica do Leito Fluidizado Circulante para Partículas do Grupo B* - FEQ/UNICAMP. Tese (Doutorado).

TRONIEWSKI, L.; ULBRICH, R.(1984) – The Analysis of Flow Regimes Maps of 2-Phase Gas-Liquid Flow in Pipes – *Chemical Engineering Science*, vol. 39 (7-8), p. 1213-1224.

Ullman's Encyclopedia, vol.A25, p.423

WURSTER, D.E. (1953) - *Method of Applying Coating to tablets or the like* - U.S. Patent 2,648,609

ZHANG, G. H.; SCHWARTZ, J.B.; SCHNAARE, R. L. (1991) – Bead Coating : 1. Change in Release Kinetics (and mechanism) Due to Coating Levels – *Pharmaceutical Research*, 8 (3), p. 331-335.

ZENZ, F.A (1983) – Particulate Solids – The third Fluid Phase in Chemical Engineering - *Chemical Engineering* , 90 : (24), p. 61-67.

ZENZ, F.A.; WEIL, N.A. (1958) – *AIChE J.*, vol.4, p. 472.

ZUIDERWEG, R. (1976) – *Proceedings of the International Symposium on Fluidization* - A.A.H. Drinkenburg, p.739, Netherlands Univ. Press, Amsterdam.

WEN, C.Y.; YU, Y.H., (1966) – *AIChE J.*, vol.12, p.610

YERUSACHALMI, J., TURNER, D. H.; SQUIRES, A. M. (1976) – Fast Fluidized Bed – *Industrial and Engineering Chemistry process Design and Development*, 15:(1), p.47-53.

YUASA, H.; NAKANO, T.; KANAYA, Y. (1997) – Suppression of Agglomeration in Fluidized Bed Coating. I- Suppression of Agglomeration by Adding NaCl – *International Journal of Pharmaceutics*, vol.158, issue 2, december, p. 195-201.

YUASA, H.; NAKANO, T.; KANAYA, Y. (1999) – Suppression of Agglomeration in Fluidized Bed Coating. II- Measurement of mist size in a fluidized bed chamber and effect of sodium chloride addition on mist size – *International Journal of Pharmaceutics*, vol.178, issue 1, february, p. 1-10.

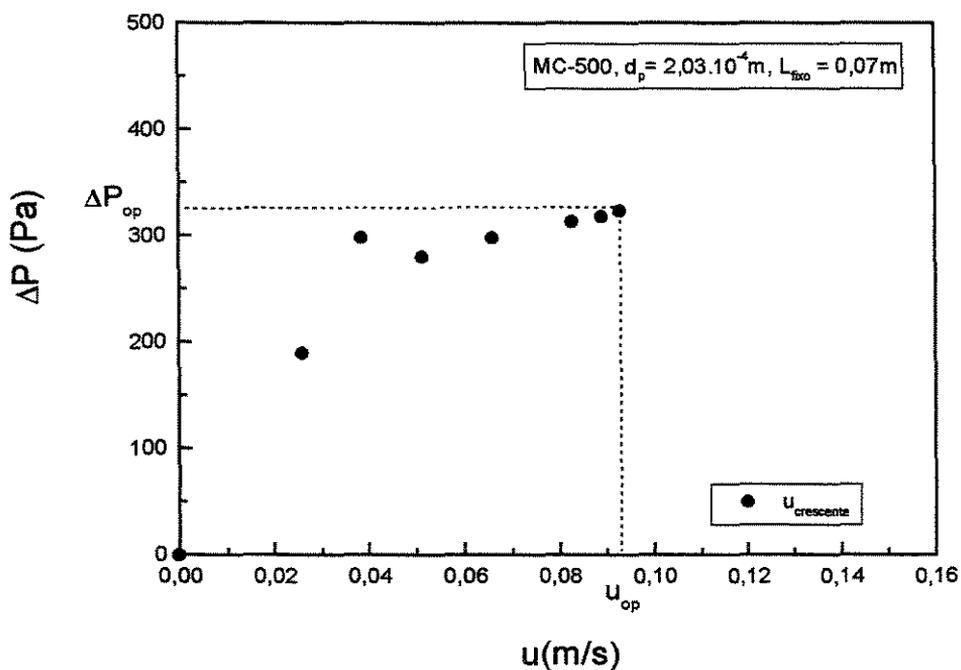


Figura A1.1: Teste preliminar 1

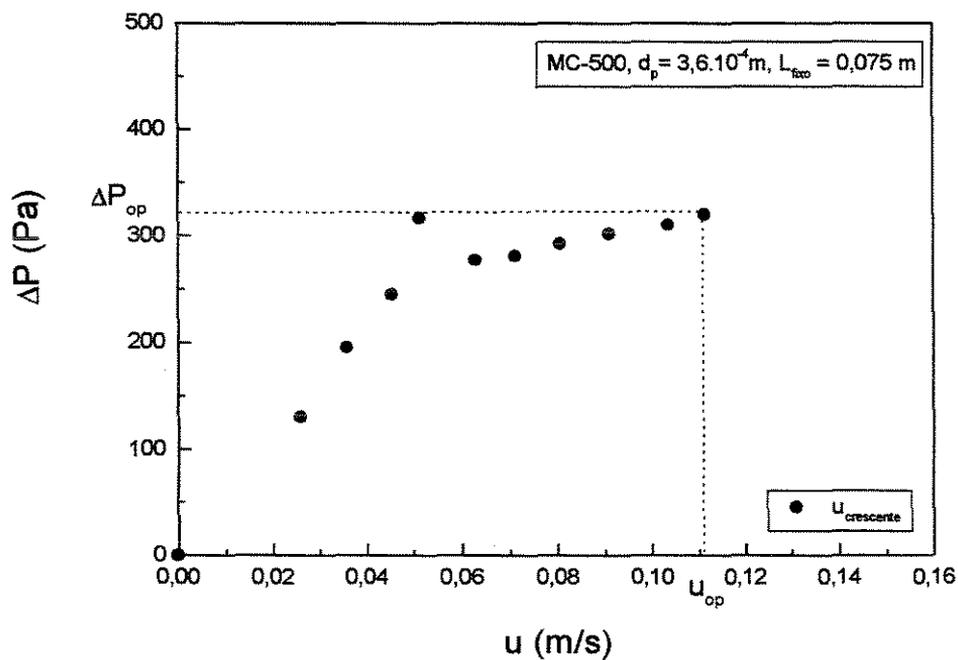


Figura A1.2: Teste preliminar 2

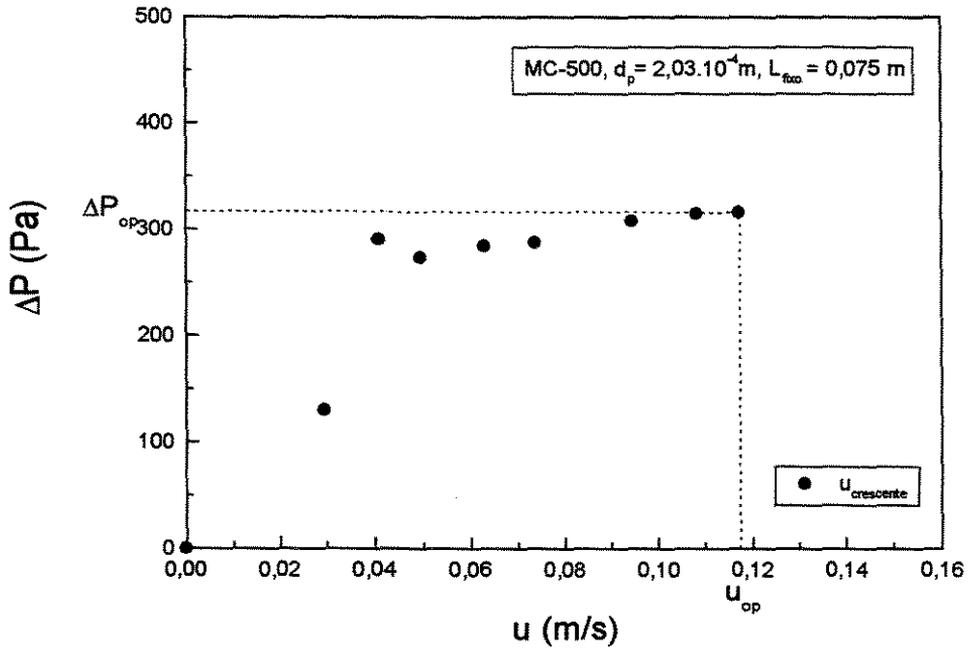


Figura A1.3: Teste preliminar 3

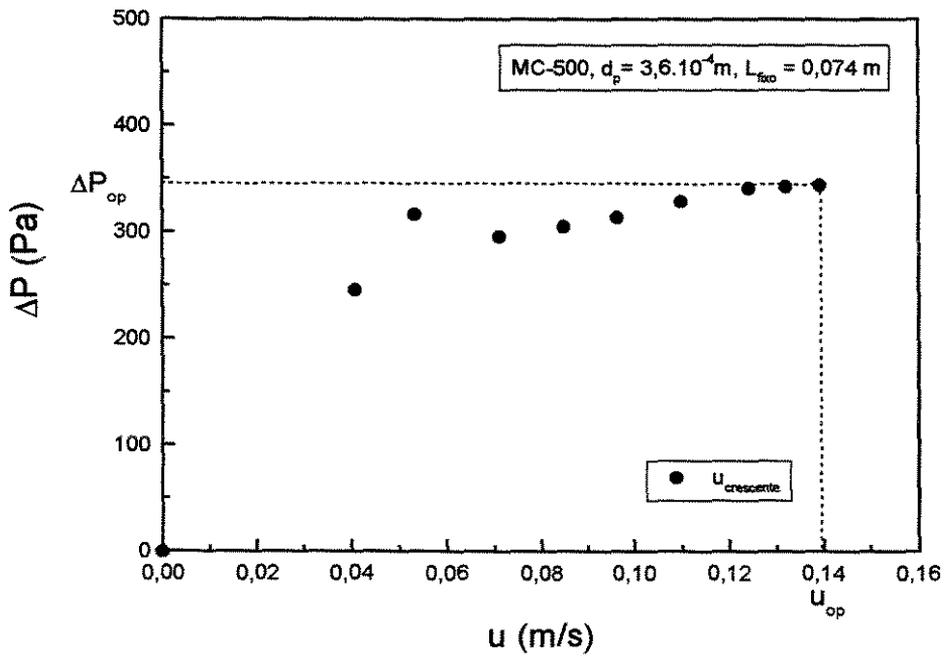


Figura A1.4: Teste preliminar 4

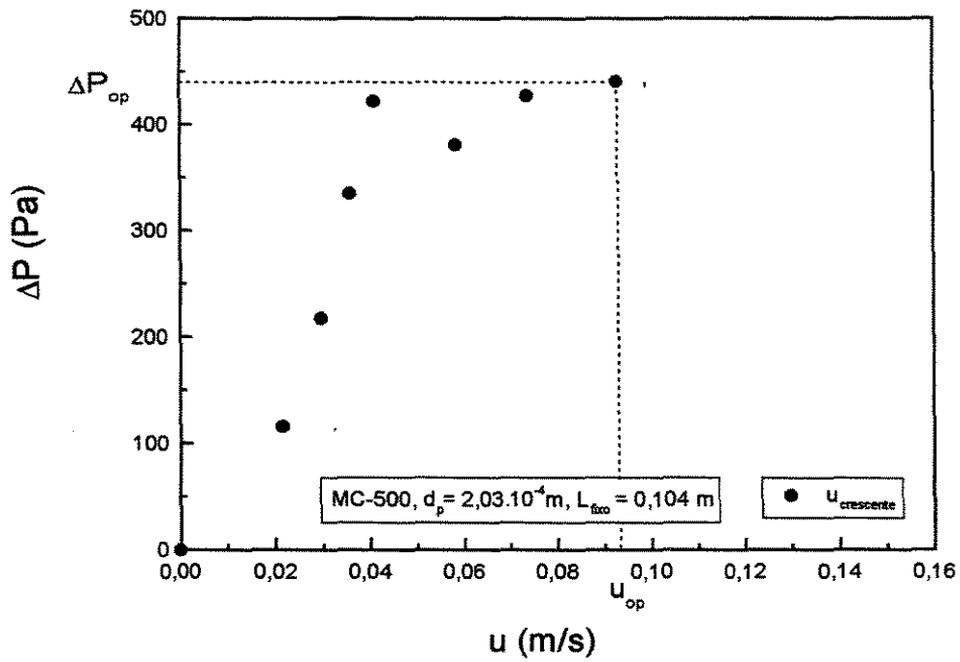


Figura A1.5: Teste preliminar 5

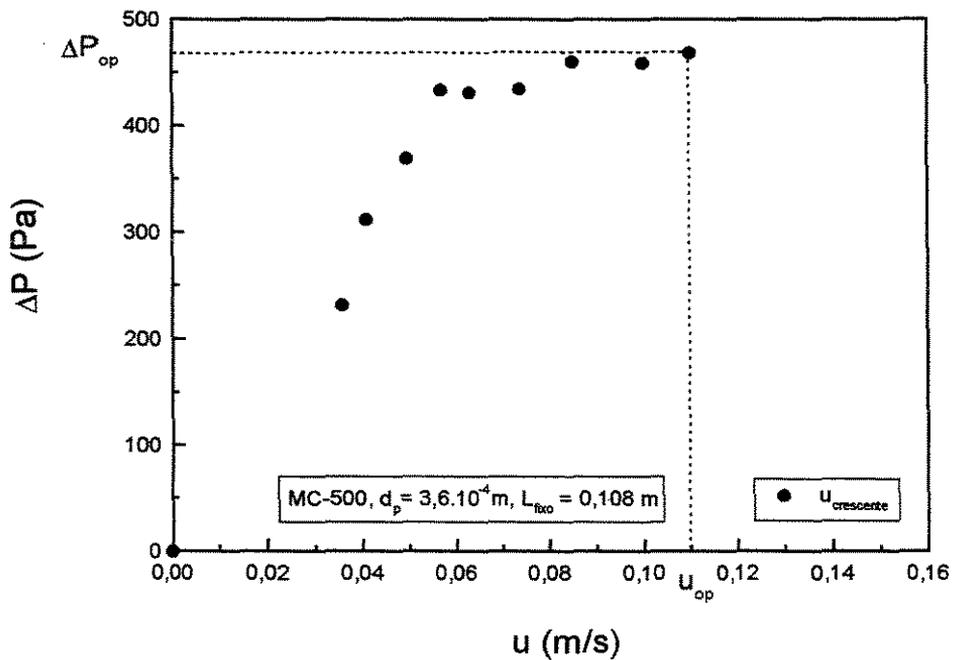


Figura A1.6: Teste preliminar 6

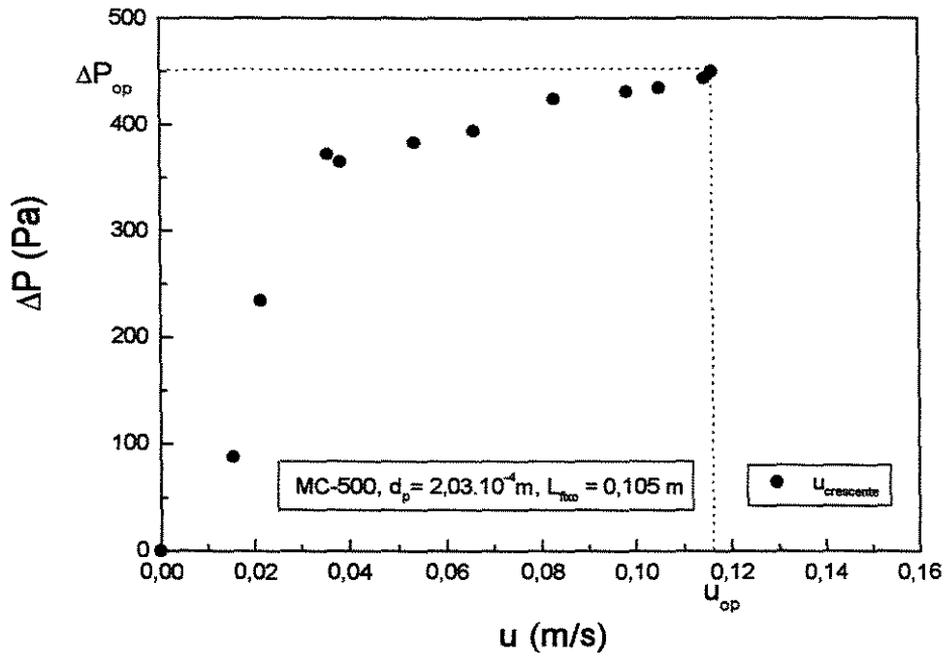


Figura A1.7: Teste preliminar 7

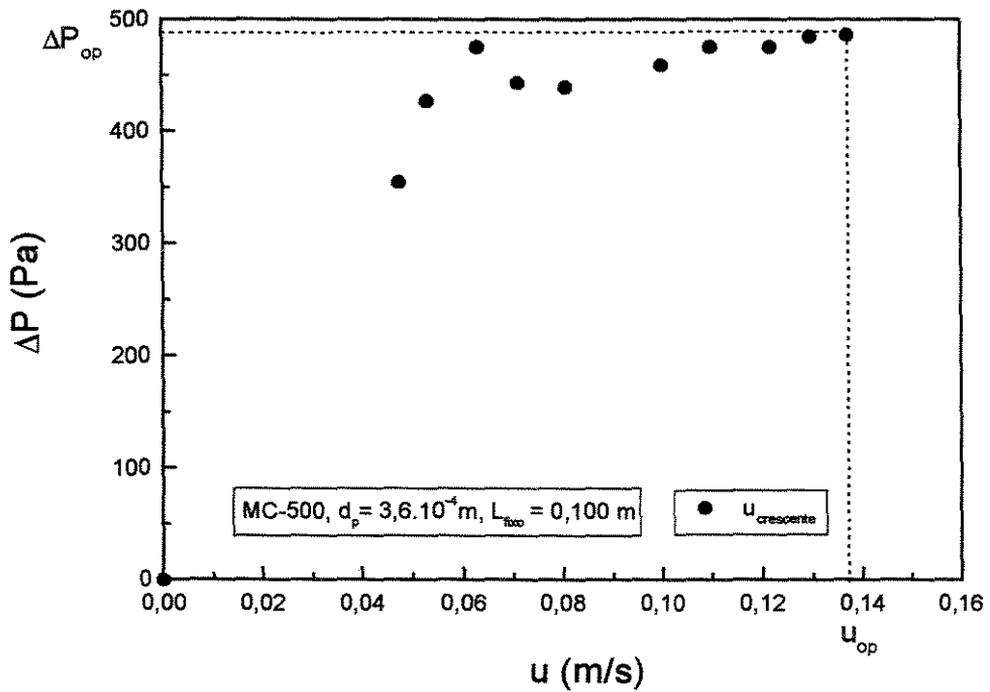


Figura A1.8: Teste preliminar 8

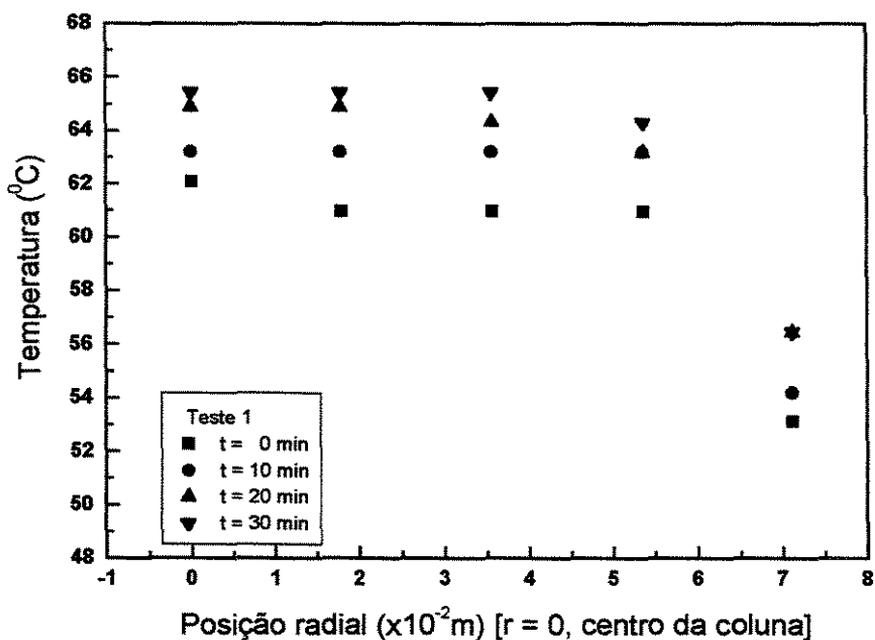


Figura A2.1 : Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 1

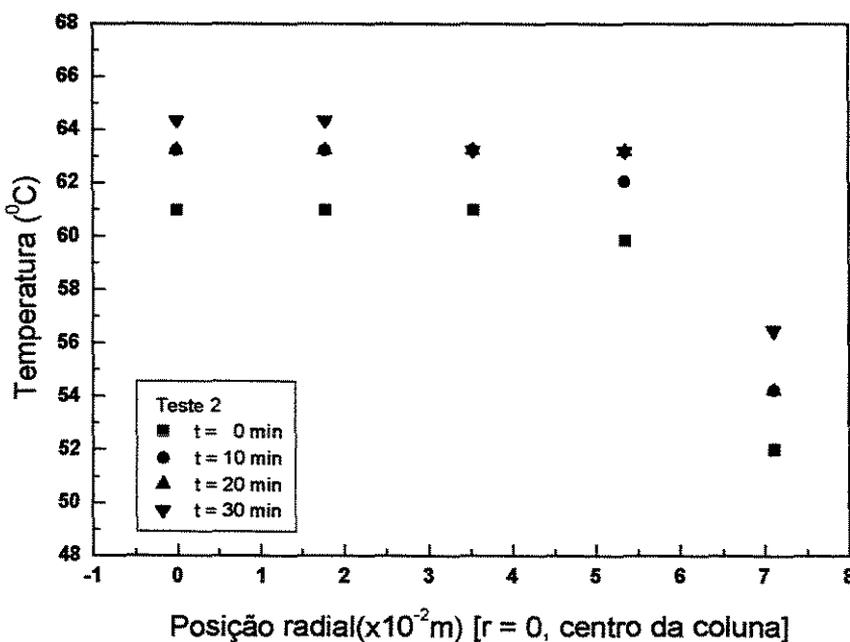


Figura A2.2 : Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 2

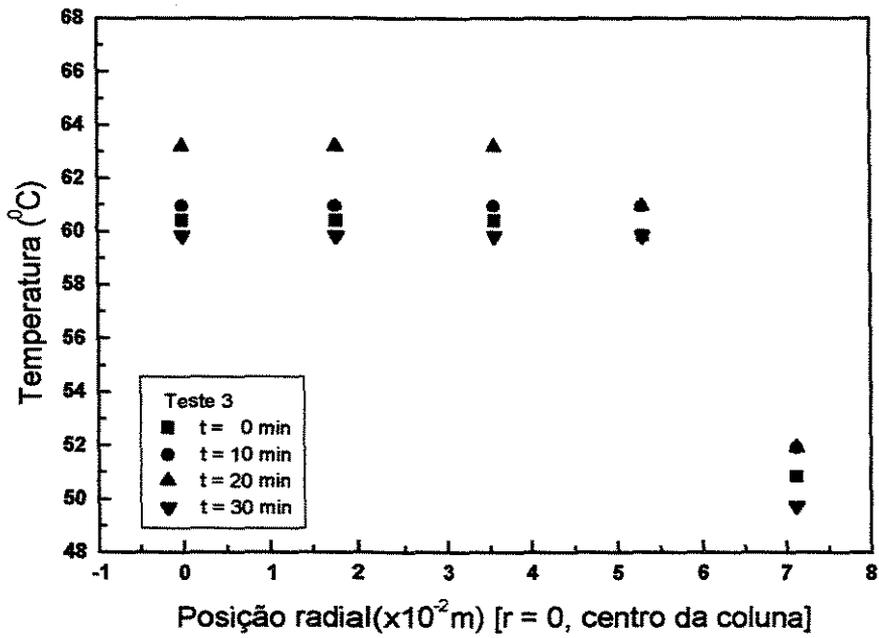


Figura A2.3 : Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 3

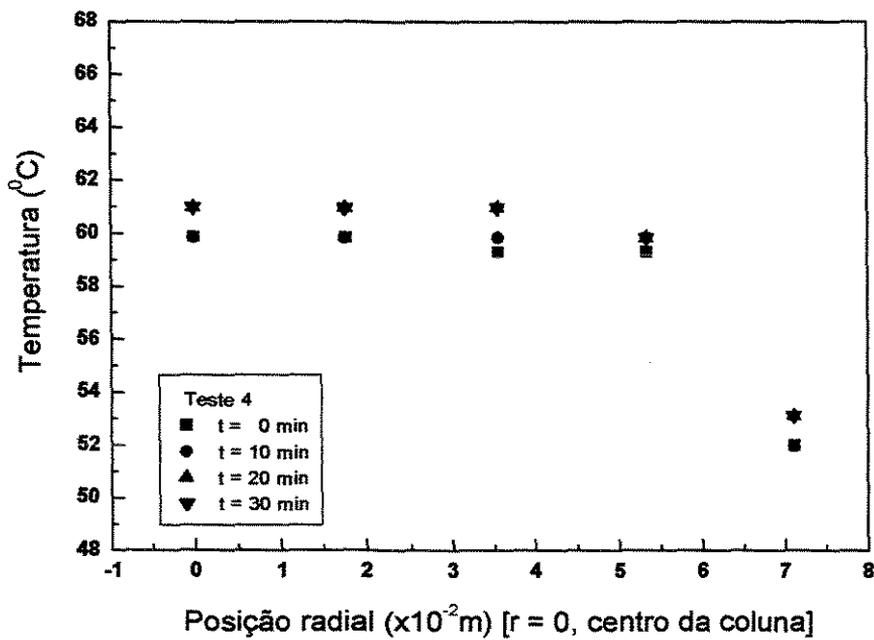


Figura A2.4 : Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 4

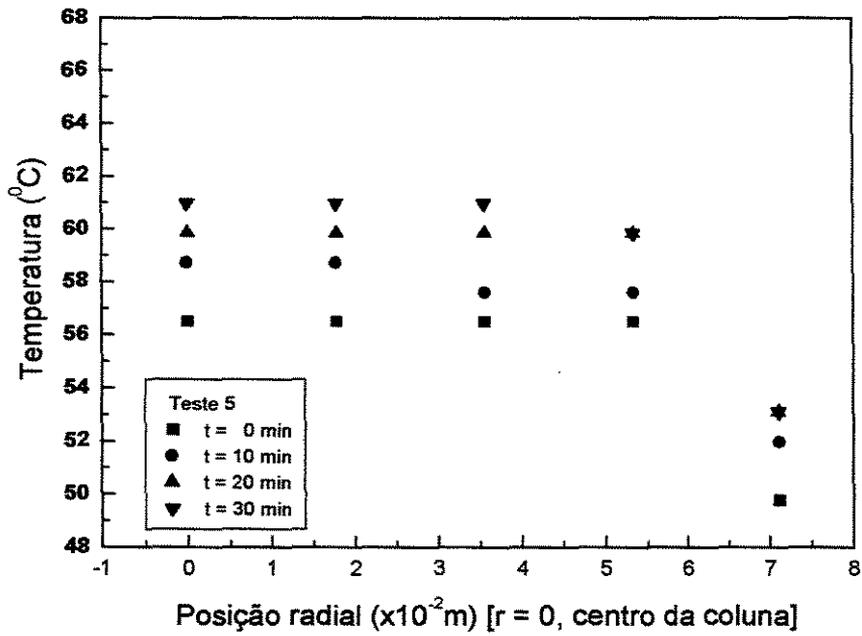


Figura A2.5 : Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 5

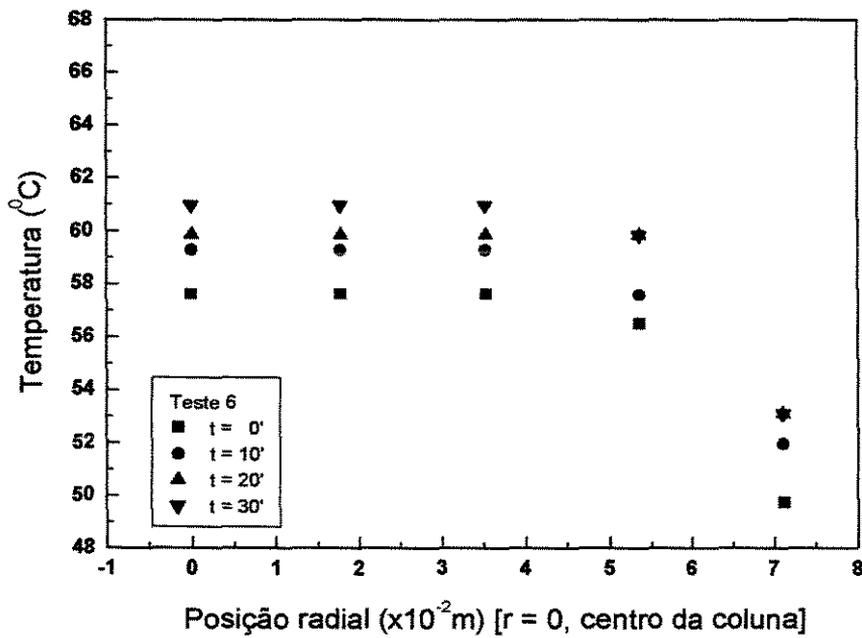


Figura A2.6 : Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 6

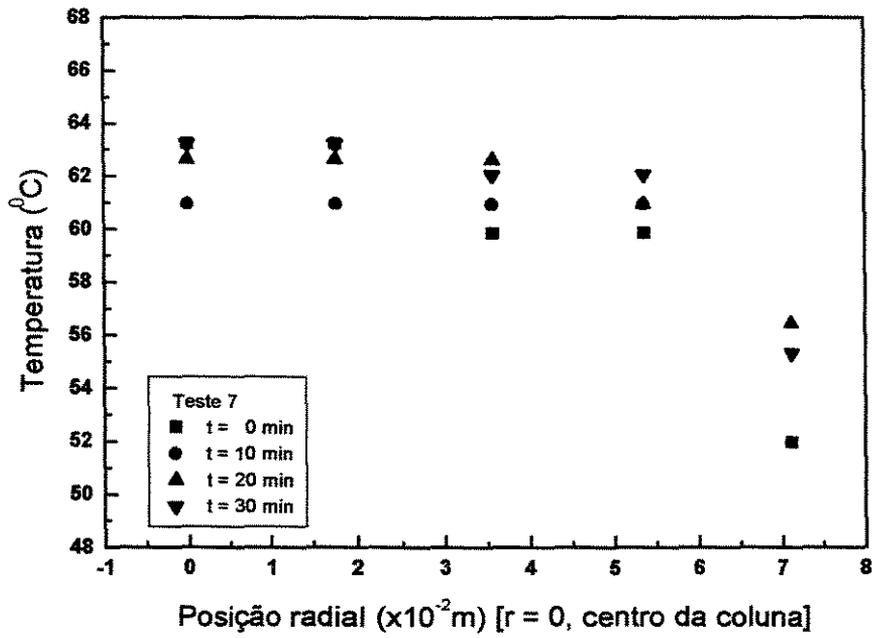


Figura A2.7 : Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 7

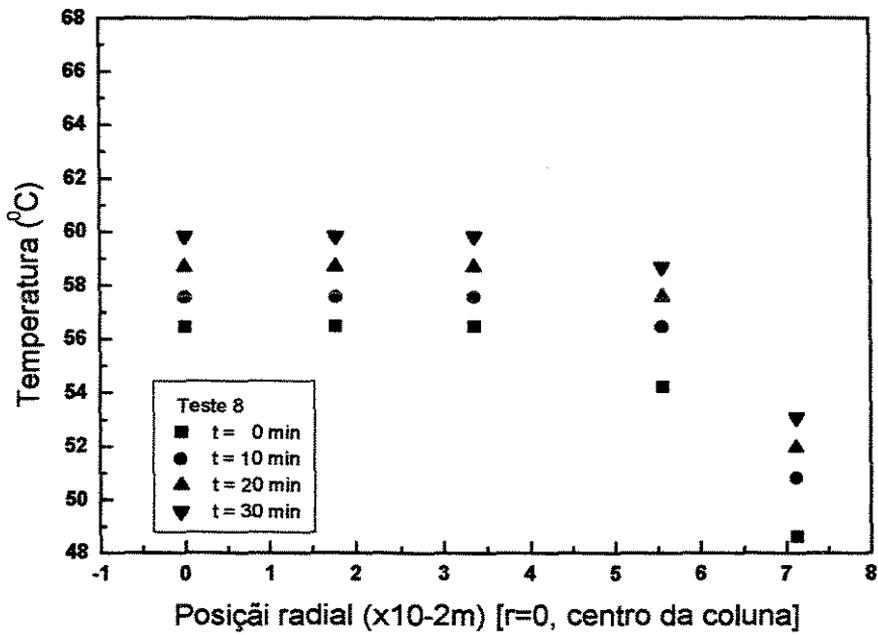


Figura A2.8 : Perfil de temperatura radial para o teste preliminar 8

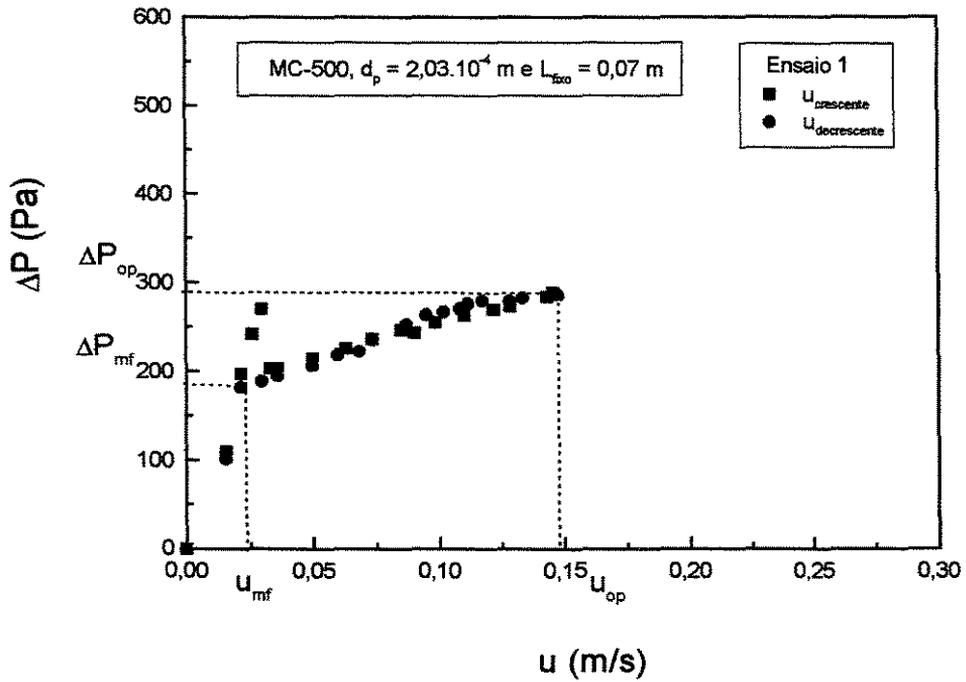


Figura A3.1: Ensaio 1

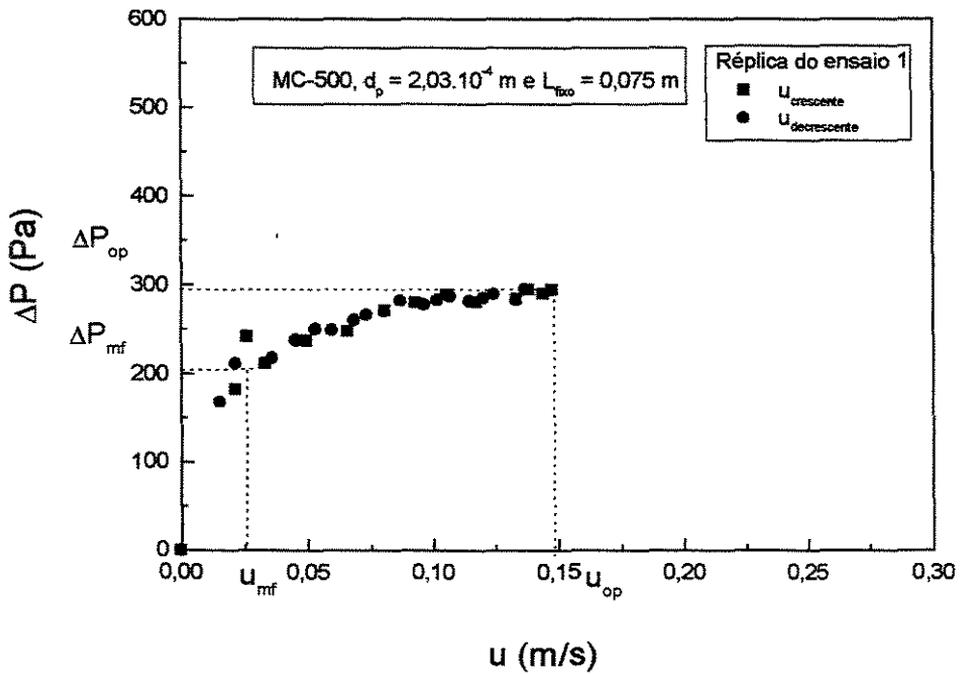


Figura A3.2: Réplica do ensaio 1

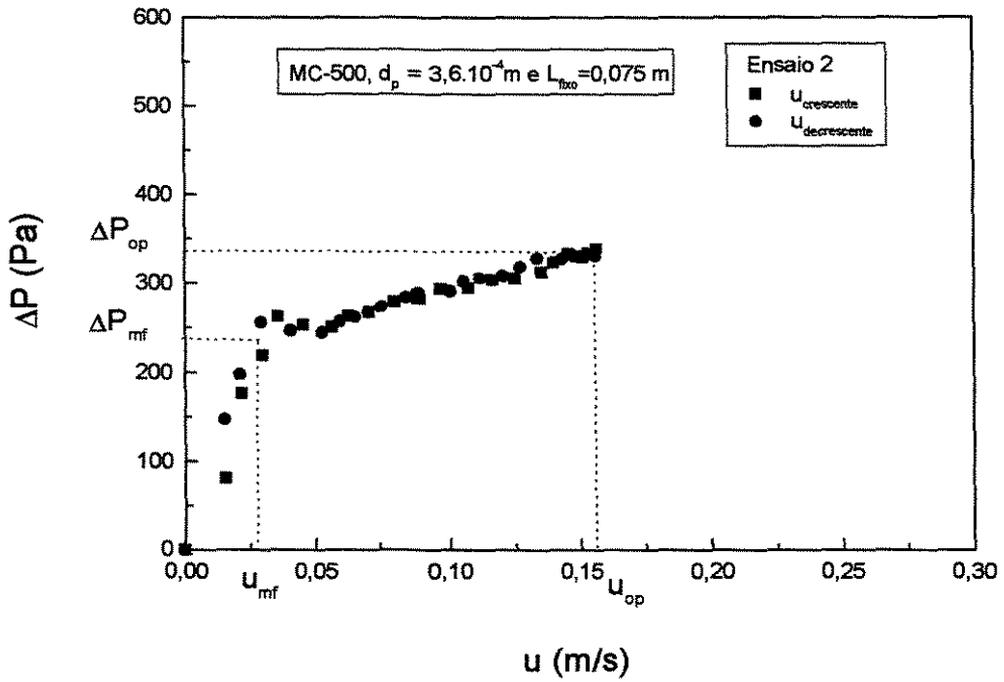


Figura A3.3: Ensaio 2

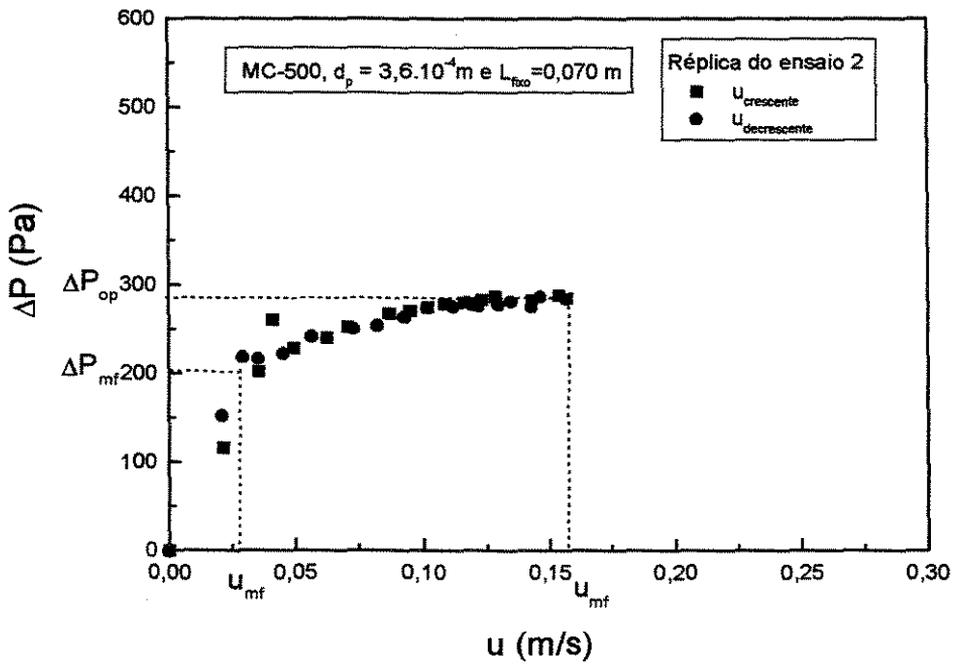


Figura A3.4: Réplica do ensaio 2

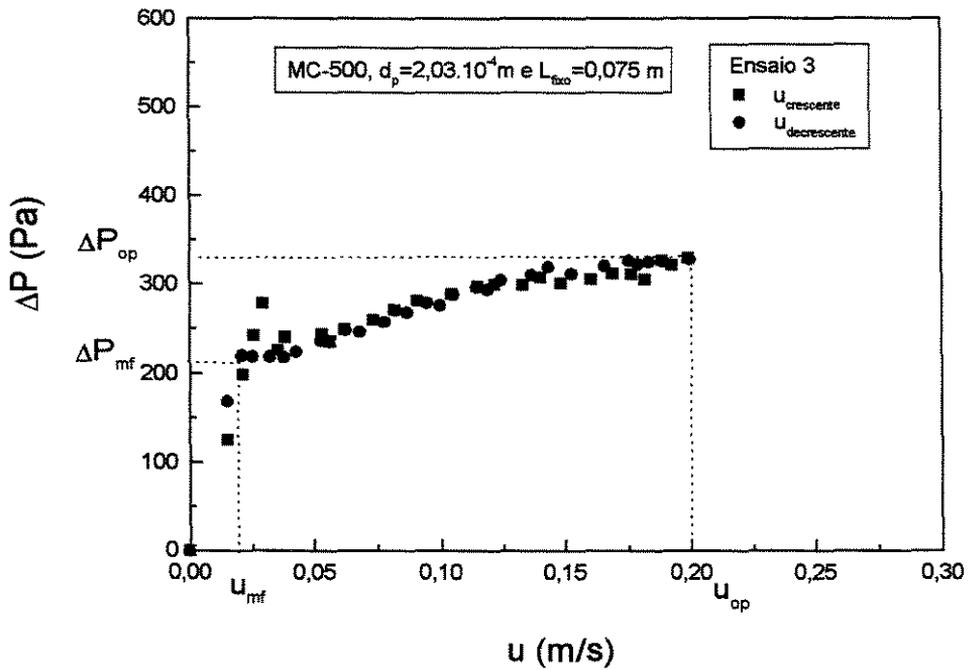


Figura A3.5: Ensaio 3

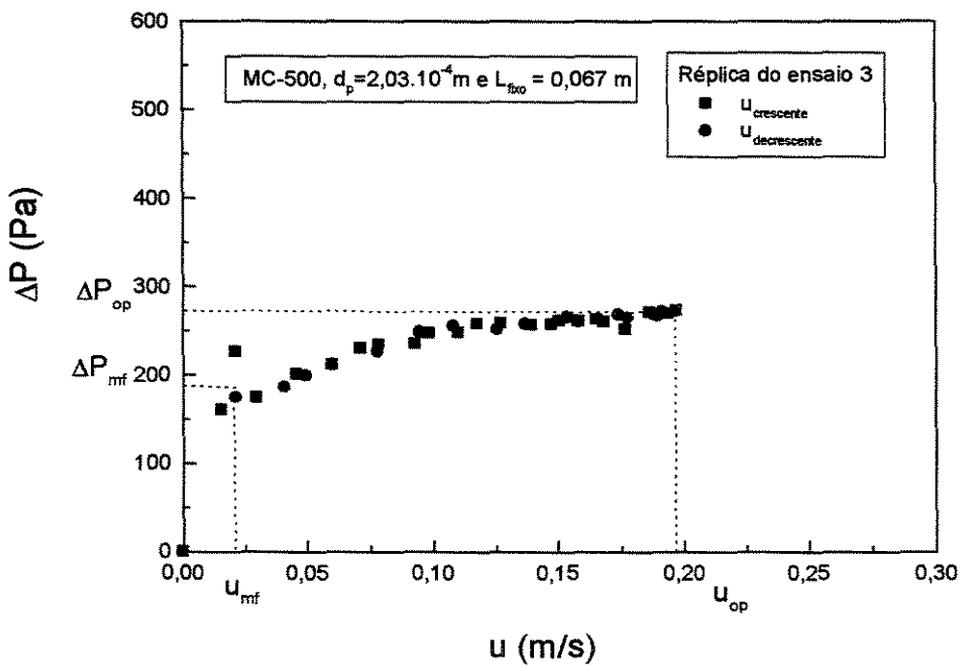


Figura A3.6: Réplica do ensaio 3

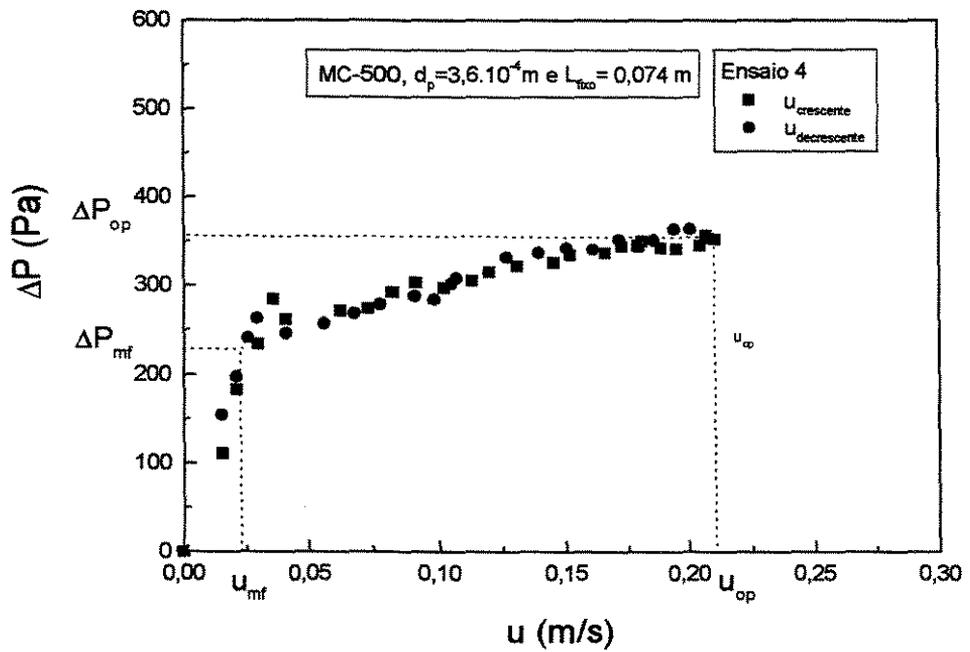


Figura A3.7: Ensaio 4

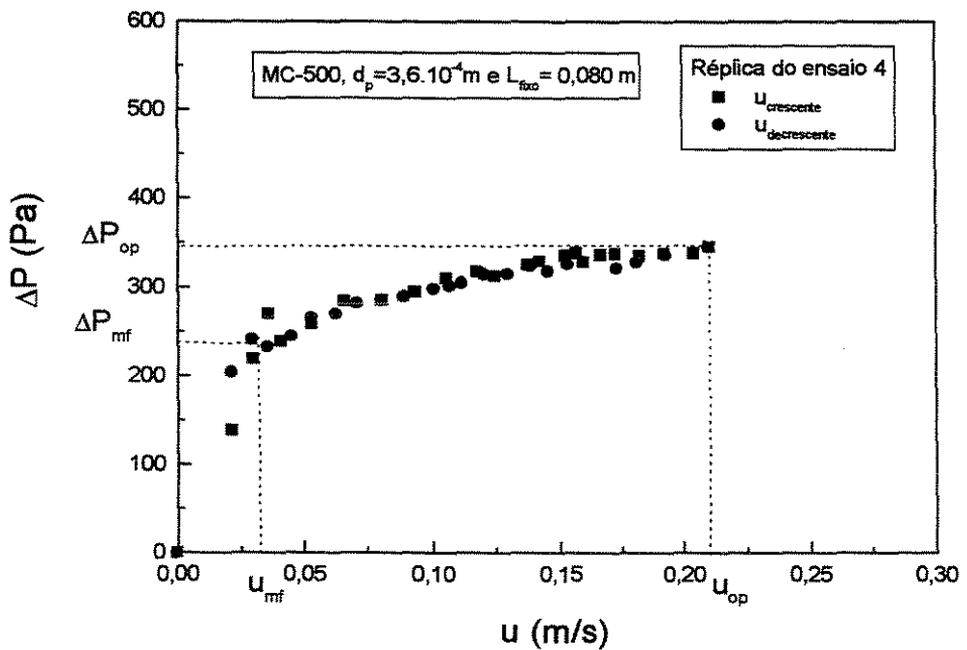


Figura A3.8: Réplica do ensaio 4

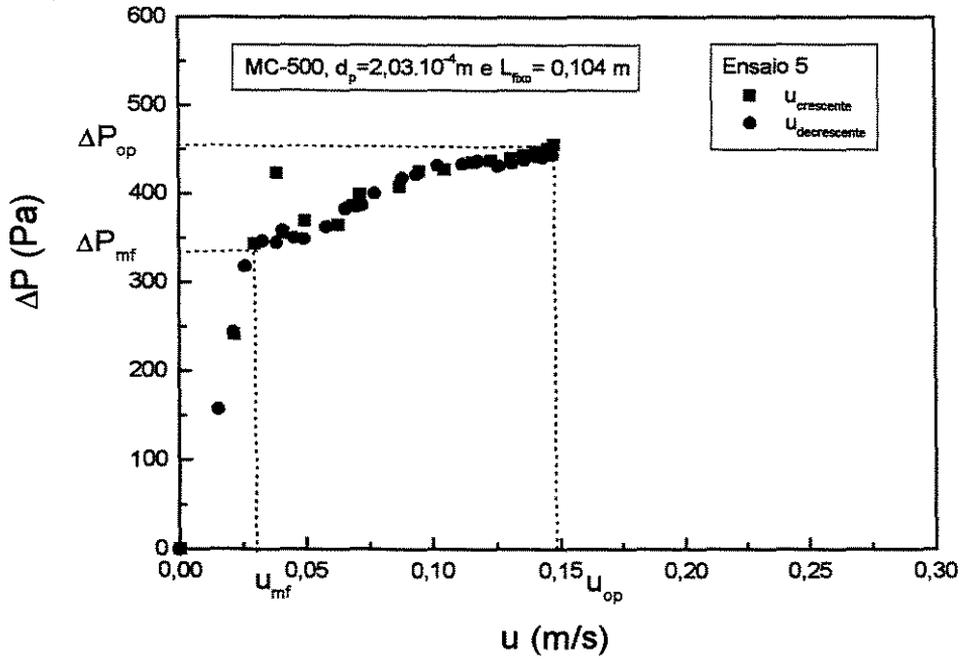


Figura A3.9 : Ensaio 5

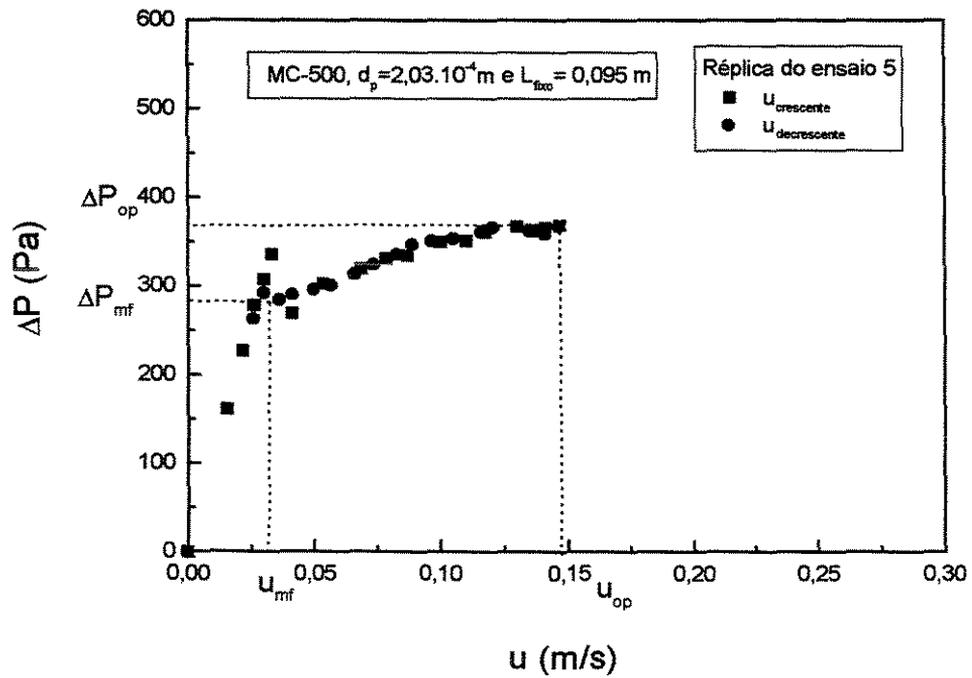


Figura A3.10: Réplica do ensaio 5

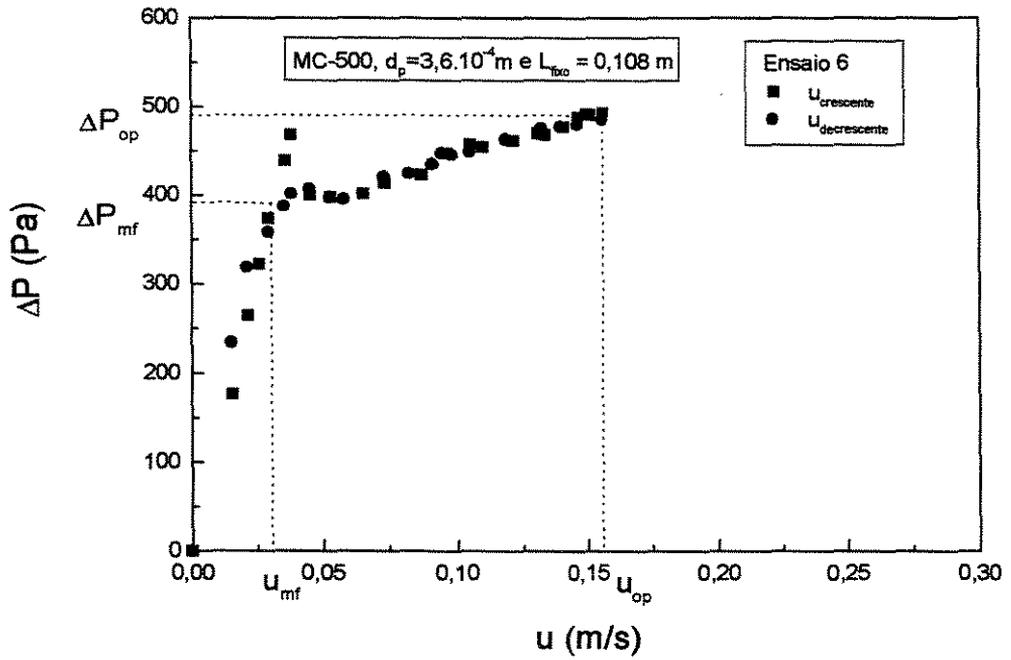


Figura A3.11: Ensaio 6

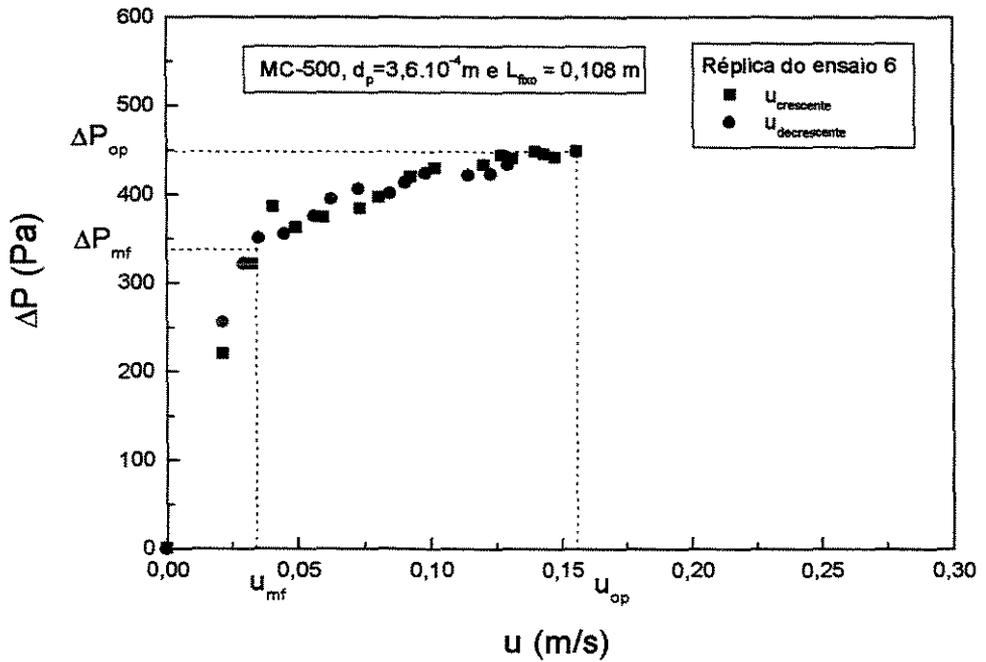


Figura A3.12: Réplica do ensaio 6

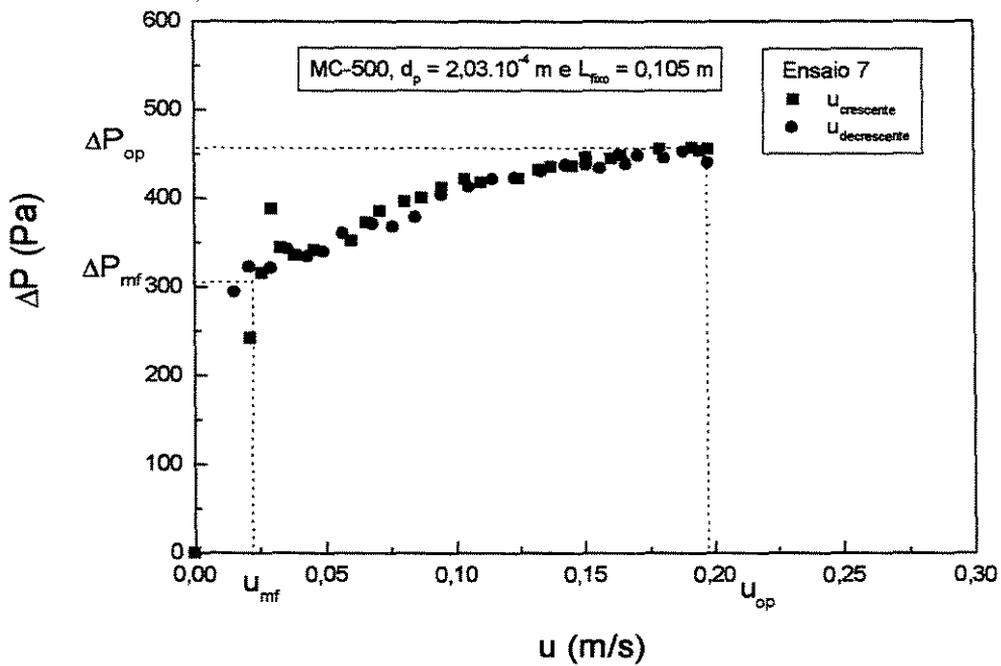


Figura A3.13 : Ensaio 7

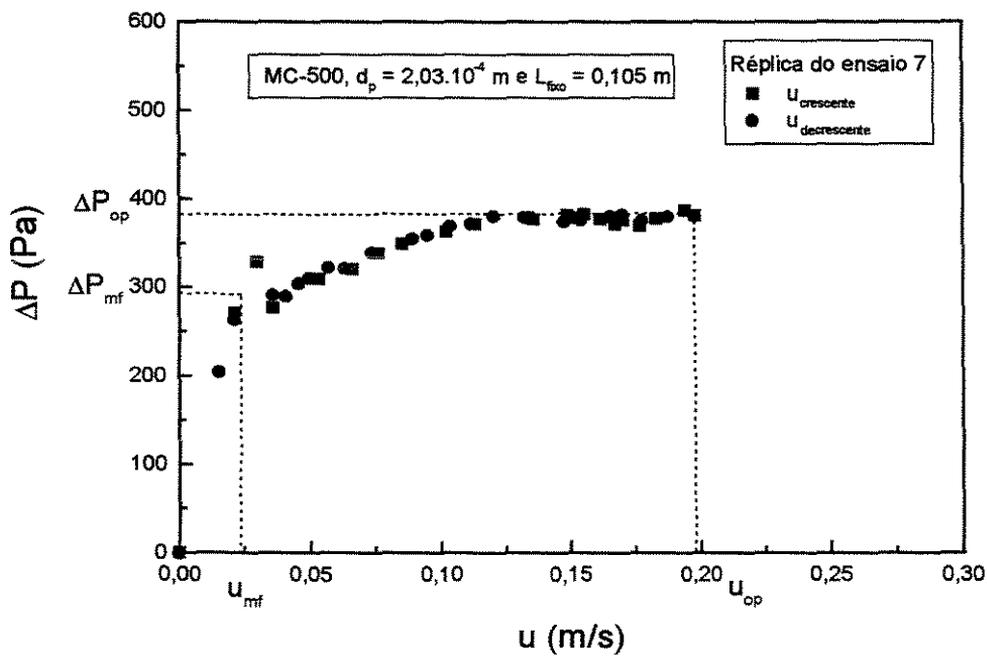


Figura A3.14 : Réplica do ensaio 7

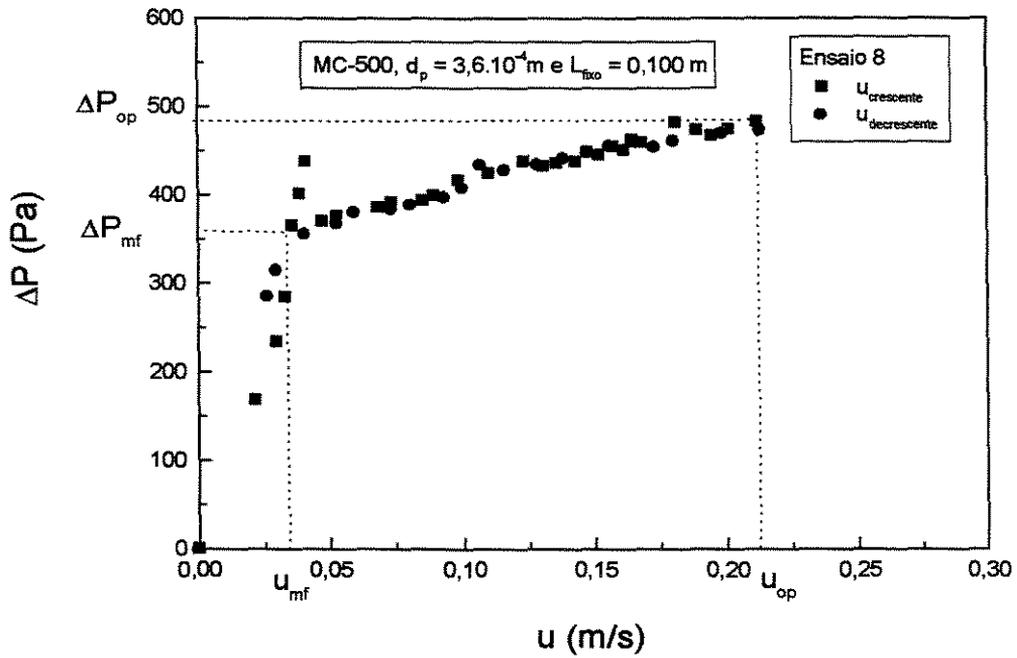


Figura A3.15 : Ensaio 8

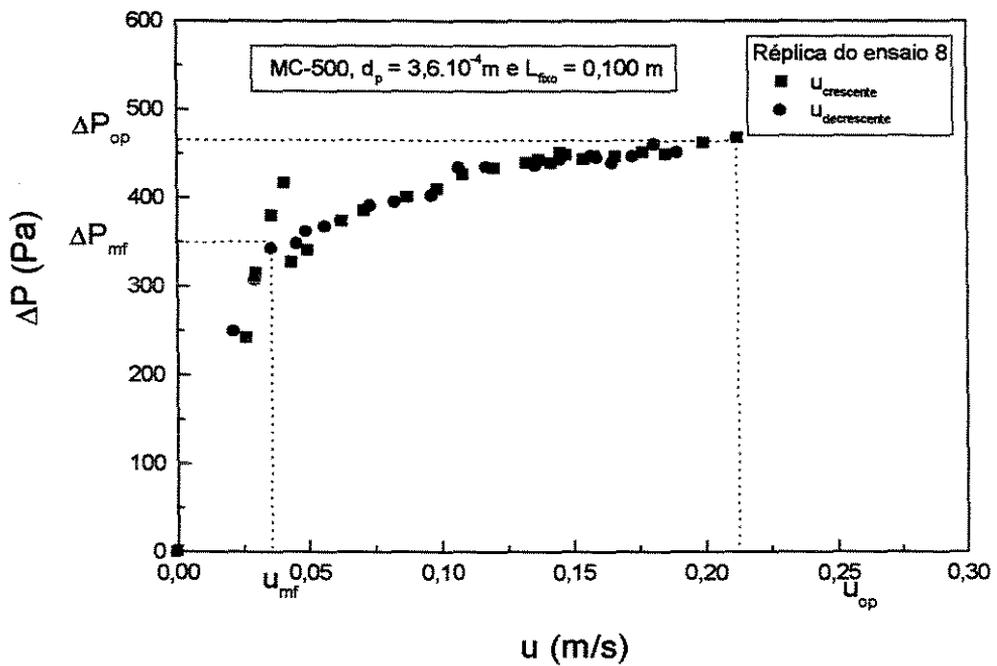


Figura A3.16 : Réplica do ensaio 8

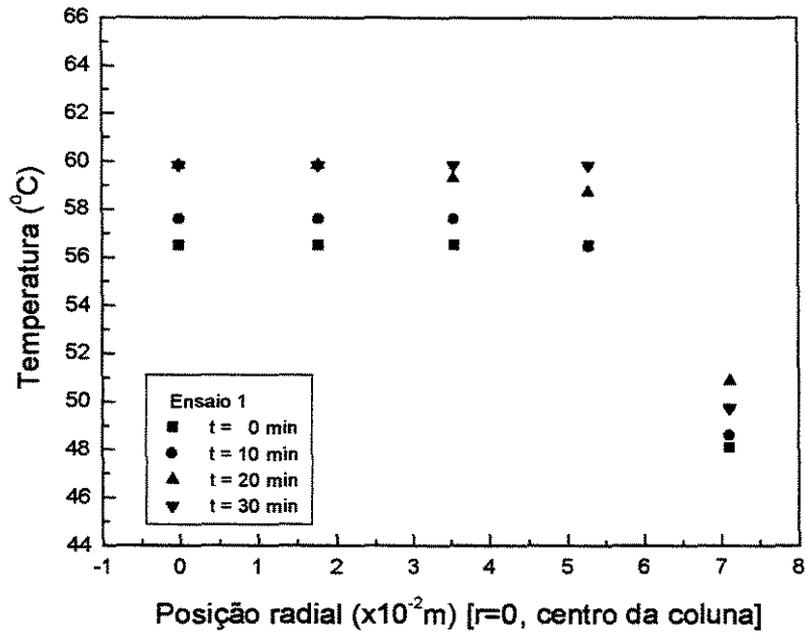


Figura A4.1: Perfil de temperatura para o ensaio 1

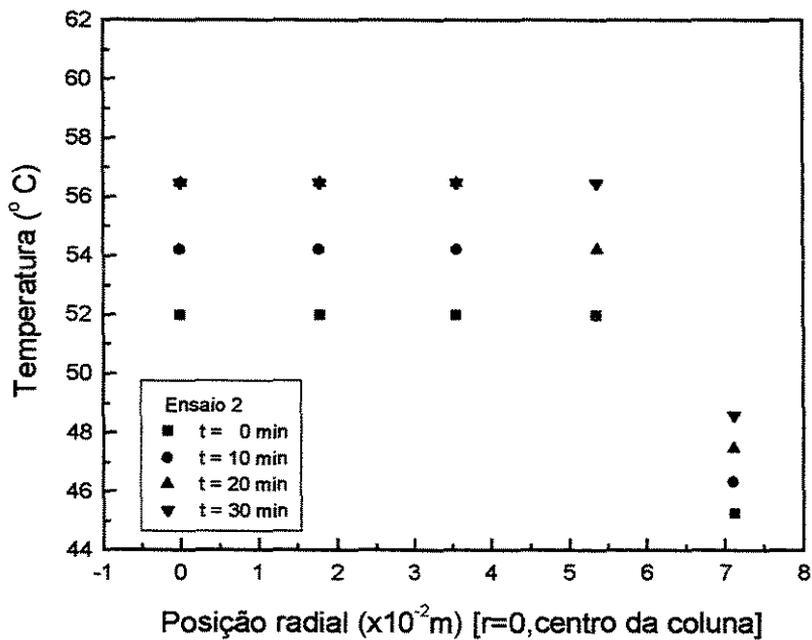


Figura A4.2: Perfil de temperatura para o ensaio 2

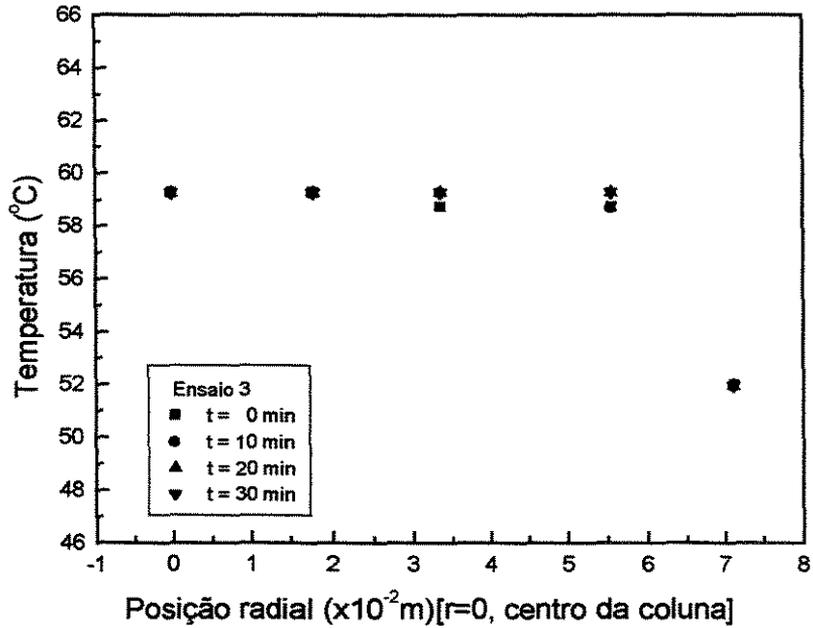


Figura A4.3: Perfil de temperatura para o ensaio 3

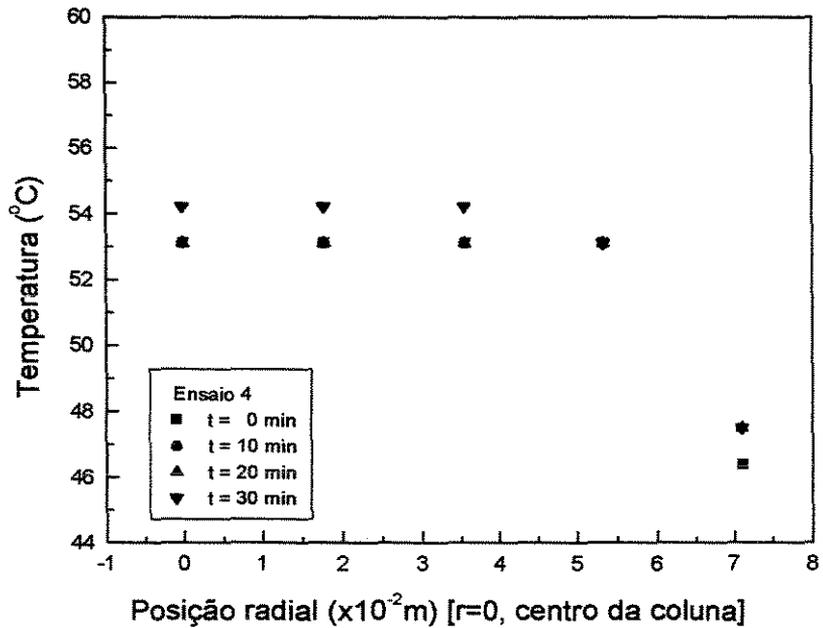


Figura A4.4: Perfil de temperatura para o ensaio 4

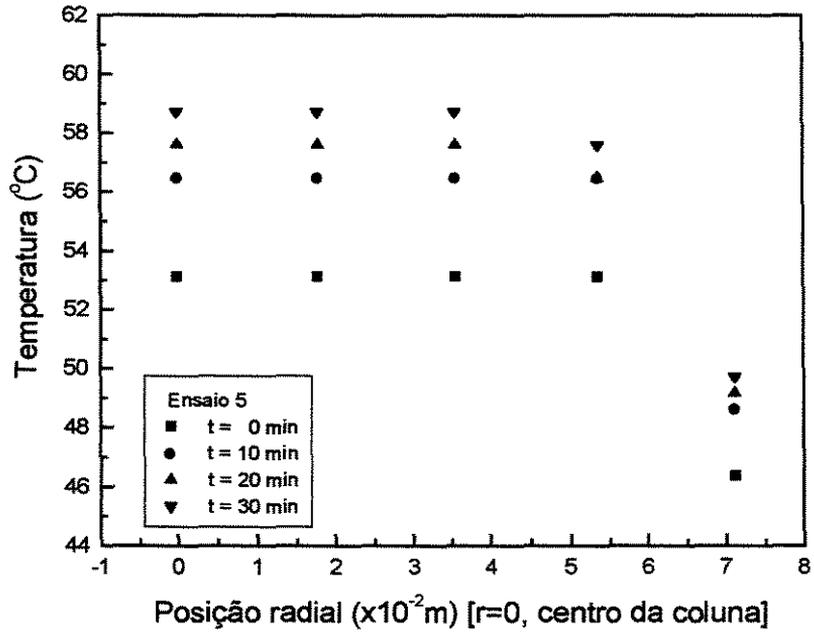


Figura A4.5: Perfil de temperatura para o ensaio 5

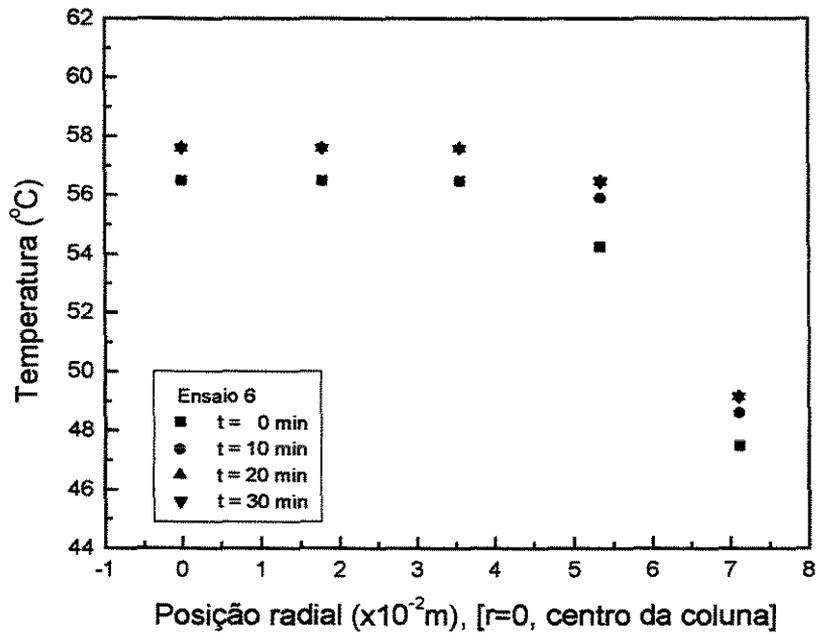


Figura A4.6: Perfil de temperatura para o ensaio 6

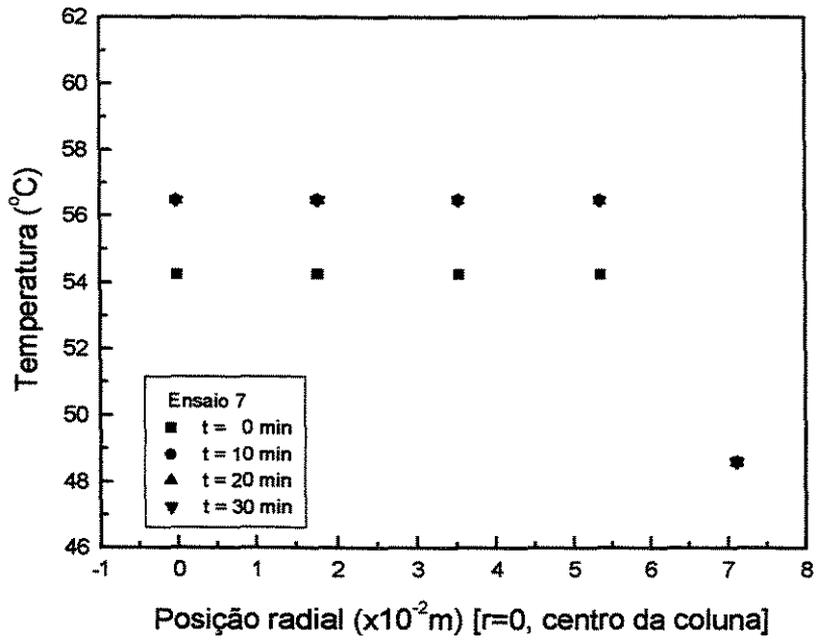


Figura A4.7: Perfil de temperatura para o ensaio 7

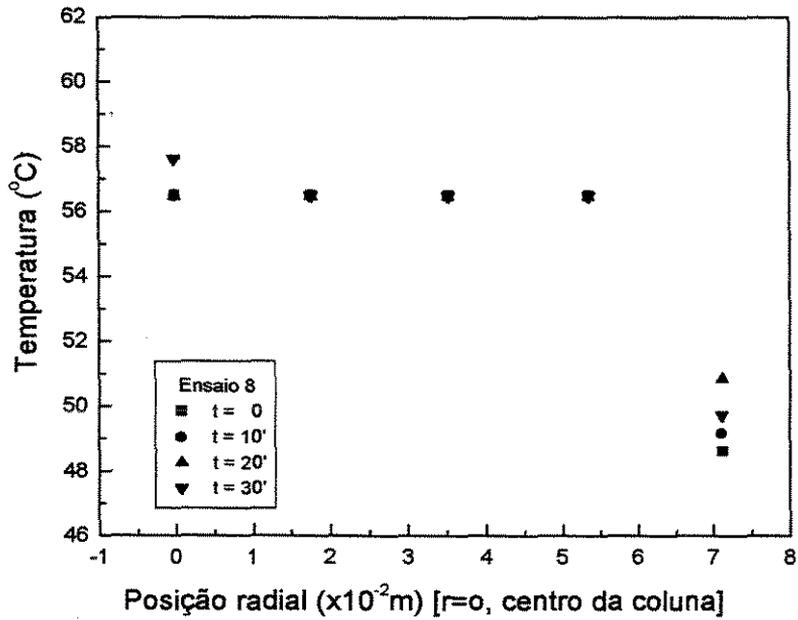


Figura A4.8: Perfil de temperatura para o ensaio 8

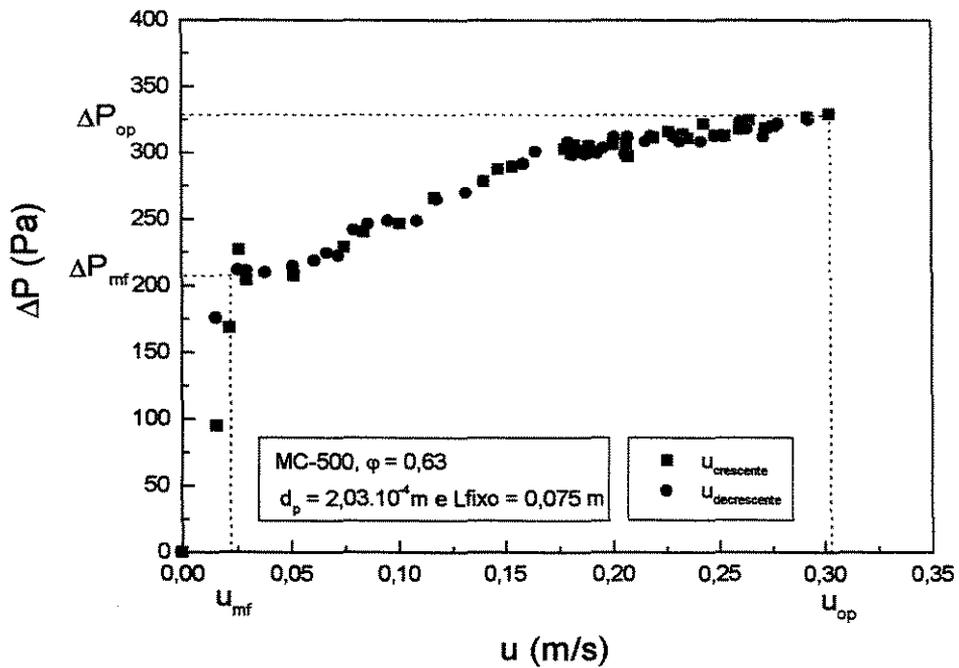


Figura A5.1: Ensaio com MC-500

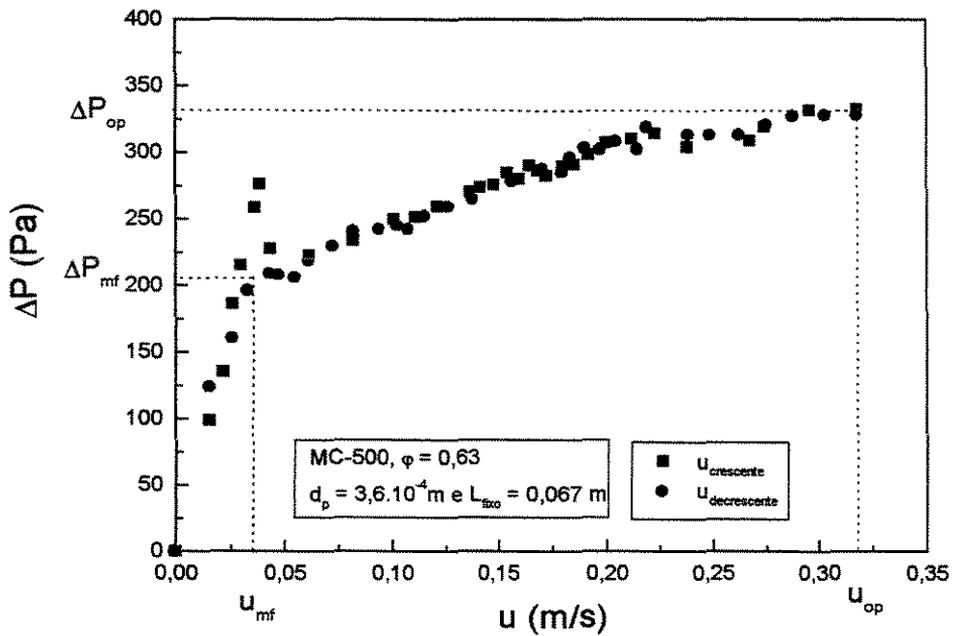


Figura A5.2: Ensaio com MC-500

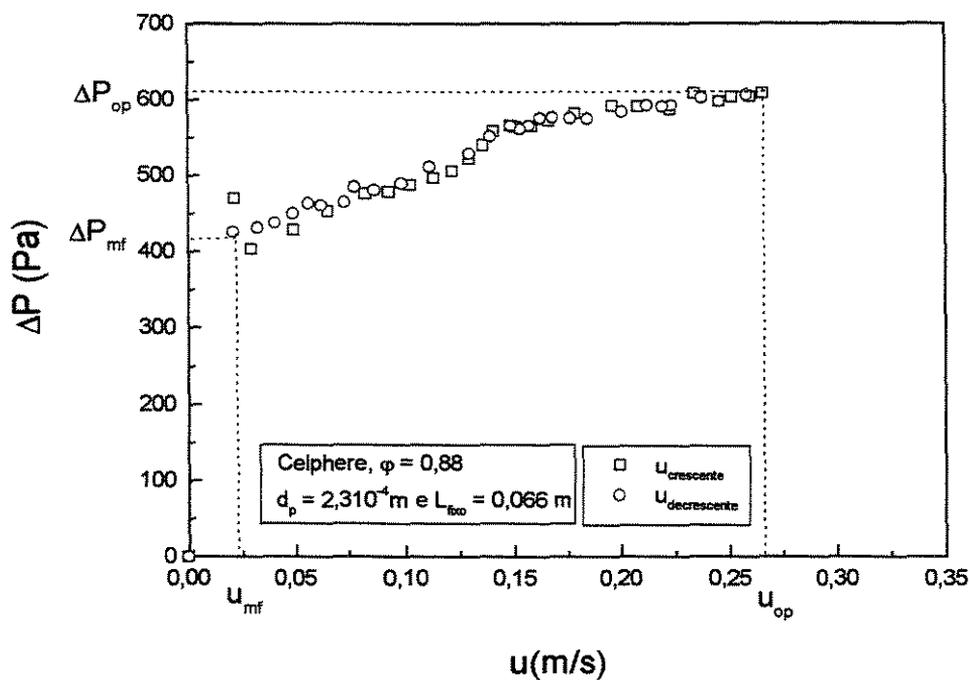


Figura A5.3 : Ensaio com Celphere tipo 203

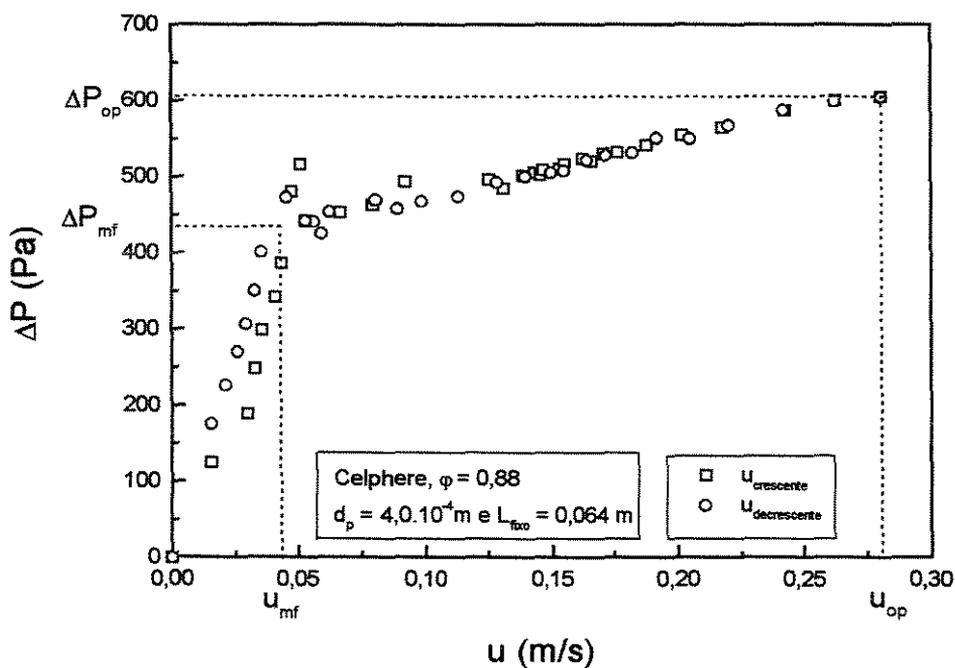


Figura A5.4: Ensaio com Celphere tipo 305:

Resultados das análises realizadas com as amostras de celulose micro cristalina



Result: Analysis Report

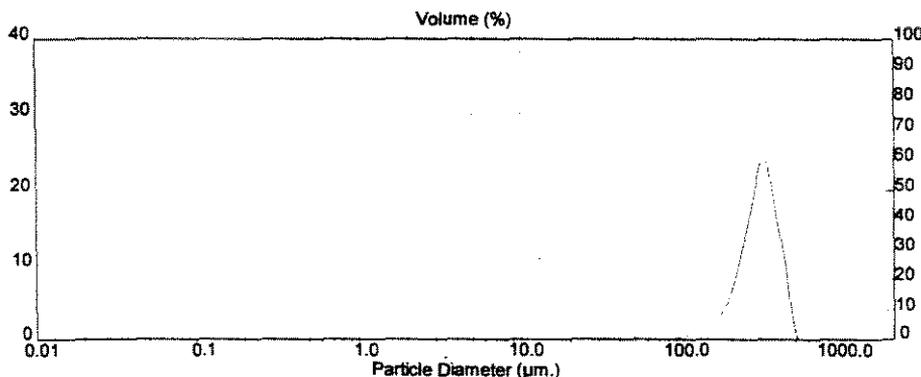
| Sample Details | | |
|--|---------------|----------------------------|
| Sample ID: celulose | Run Number: 4 | Measured: 9 Nov 1999 11:10 |
| Sample File: (Result Not Saved) | | Analysed: 9 Nov 1999 11:11 |
| Sample Path: A:\ | | Result Source: Analysed |
| Sample Notes: corrida 1 antes do processamento | | |

| System Details | | | |
|------------------------------|-------------------------------------|---------------------------|--------------------|
| Range Lens: 300 mm | Beam Length: 2.40 mm | Sampler: MS65 | Obscuration: 2.7 % |
| Presentation: 3RHA | [Particle R.I. = (1.4500, 0.1000); | Dispersant R.I. = 1.0000] | Residual: 0.561 % |
| Analysis Model: Polydisperse | | | |
| Modifications: None | | | |

| Result Statistics | | | |
|---------------------------|-----------------------------|-----------------------------|---------------------------------|
| Distribution Type: Volume | Concentration = 0.0897 %Vol | Density = 1.400 g / cub. cm | Specific SA. = 0.0181 sq. m / g |
| Mean Diameters: | D (v, 0.1) = 191.21 um | D (v, 0.5) = 298.38 um | D (v, 0.9) = 401.20 um |
| D [4, 3] = 295.22 um | D [3, 2] = 236.26 um | Span = 7.038E-01 | Uniformity = 2.219E-01 |

| Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% | Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% |
|---------------|------|----------------|--------|---------------|-------|----------------|--------|
| 0.49 | 0.00 | 0.58 | 0.00 | 22.49 | 0.11 | 26.20 | 0.51 |
| 0.58 | 0.00 | 0.87 | 0.00 | 26.20 | 0.13 | 30.63 | 0.84 |
| 0.67 | 0.00 | 0.78 | 0.00 | 30.53 | 0.15 | 35.56 | 0.79 |
| 0.78 | 0.00 | 0.91 | 0.00 | 35.56 | 0.15 | 41.43 | 0.94 |
| 0.91 | 0.00 | 1.06 | 0.00 | 41.43 | 0.14 | 48.27 | 1.08 |
| 1.06 | 0.00 | 1.24 | 0.00 | 48.27 | 0.11 | 56.23 | 1.18 |
| 1.24 | 0.00 | 1.44 | 0.00 | 56.23 | 0.07 | 65.51 | 1.25 |
| 1.44 | 0.00 | 1.68 | 0.00 | 65.51 | 0.06 | 76.32 | 1.31 |
| 1.68 | 0.00 | 1.95 | 0.00 | 76.32 | 0.12 | 88.91 | 1.44 |
| 1.95 | 0.00 | 2.28 | 0.00 | 88.91 | 0.31 | 103.58 | 1.75 |
| 2.28 | 0.00 | 2.65 | 0.00 | 103.58 | 0.66 | 120.67 | 2.41 |
| 2.65 | 0.00 | 3.09 | 0.00 | 120.67 | 1.23 | 140.58 | 3.64 |
| 3.09 | 0.00 | 3.60 | 0.01 | 140.58 | 2.24 | 163.77 | 5.88 |
| 3.60 | 0.01 | 4.19 | 0.02 | 163.77 | 4.04 | 190.80 | 9.92 |
| 4.19 | 0.01 | 4.88 | 0.03 | 190.80 | 7.54 | 222.28 | 17.47 |
| 4.88 | 0.02 | 5.69 | 0.04 | 222.28 | 13.53 | 258.95 | 30.99 |
| 5.69 | 0.02 | 6.63 | 0.06 | 258.95 | 20.72 | 301.68 | 51.72 |
| 6.63 | 0.03 | 7.72 | 0.09 | 301.68 | 23.90 | 351.46 | 75.62 |
| 7.72 | 0.03 | 9.00 | 0.12 | 351.46 | 16.11 | 409.45 | 91.73 |
| 9.00 | 0.03 | 10.48 | 0.16 | 409.45 | 8.13 | 477.01 | 99.86 |
| 10.48 | 0.03 | 12.21 | 0.18 | 477.01 | 0.14 | 555.71 | 100.00 |
| 12.21 | 0.02 | 14.22 | 0.21 | 555.71 | 0.00 | 647.41 | 100.00 |
| 14.22 | 0.04 | 16.57 | 0.24 | 647.41 | 0.00 | 754.23 | 100.00 |
| 16.57 | 0.06 | 19.31 | 0.31 | 754.23 | 0.00 | 878.67 | 100.00 |
| 19.31 | 0.09 | 22.49 | 0.39 | | | | |

UNICAMP



vern instruments Ltd.
vern, UK
+44 (0)1684-892456 Fax: +44 (0)1684-892789

Mastersizer S long bed Ver. 2.18
Serial Number: 33544-524

p. 3
09 Nov 99 11:11

Figura A6.1 : Corrida 1 : teste preliminar 1 antes da fluidização

MALVERN MASTERSIZER

Result: Analysis Report

| Sample Details | | |
|---|---------------|----------------------------|
| Sample ID: celulose | Run Number: 4 | Measured: 9 Nov 1999 11:15 |
| Sample File: (Result Not Saved) | | Analysed: 9 Nov 1999 11:16 |
| Sample Path: A:\ | | Result Source: Analysed |
| Sample Notes: corrida 1 depois do processamento | | |

| System Details | | | |
|------------------------------|-------------------------------------|---------------------------|--------------------|
| Range Lens: 300 mm | Beam Length: 2.40 mm | Sampler: MS65 | Obscuration: 4.1 % |
| Presentation: 3RHA | [Particle R.I. = (1.4500, 0.1000); | Dispersant R.I. = 1.0000] | Residual: 0.445 % |
| Analysis Model: Polydispersa | | | |
| Modifications: None | | | |

| Result Statistics | | | |
|---------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------------|
| Distribution Type: Volume | Concentration = 0.1419 %Vol | Density = 1.400 g / cub. cm | Specific S.A. = 0.0172 sq. m / g |
| Mean Diameters: | D (v, 0.1) = 198.94 um | D (v, 0.5) = 300.42 um | D (v, 0.9) = 399.13 um |
| D [4, 3] = 297.88 um | D [3, 2] = 249.00 um | Span = 6.664E-01 | Uniformity = 2.100E-01 |

| Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% | Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% |
|---------------|------|----------------|--------|---------------|-------|----------------|--------|
| 0.49 | 0.00 | 0.58 | 0.00 | 22.48 | 0.07 | 26.20 | 0.33 |
| 0.58 | 0.00 | 0.67 | 0.00 | 26.20 | 0.08 | 30.53 | 0.41 |
| 0.67 | 0.00 | 0.78 | 0.00 | 30.53 | 0.09 | 35.56 | 0.50 |
| 0.78 | 0.00 | 0.91 | 0.00 | 35.56 | 0.09 | 41.43 | 0.60 |
| 0.91 | 0.00 | 1.06 | 0.00 | 41.43 | 0.09 | 48.27 | 0.68 |
| 1.06 | 0.00 | 1.24 | 0.00 | 48.27 | 0.07 | 56.23 | 0.75 |
| 1.24 | 0.00 | 1.44 | 0.00 | 56.23 | 0.05 | 65.51 | 0.80 |
| 1.44 | 0.00 | 1.68 | 0.00 | 65.51 | 0.04 | 76.32 | 0.84 |
| 1.68 | 0.00 | 1.95 | 0.00 | 76.32 | 0.10 | 88.91 | 0.94 |
| 1.95 | 0.00 | 2.28 | 0.00 | 88.91 | 0.25 | 103.58 | 1.19 |
| 2.28 | 0.00 | 2.65 | 0.00 | 103.58 | 0.56 | 120.67 | 1.76 |
| 2.65 | 0.00 | 3.09 | 0.01 | 120.67 | 1.08 | 140.58 | 2.84 |
| 3.09 | 0.01 | 3.60 | 0.01 | 140.58 | 2.01 | 163.77 | 4.85 |
| 3.60 | 0.01 | 4.19 | 0.02 | 163.77 | 3.69 | 190.80 | 8.54 |
| 4.19 | 0.01 | 4.88 | 0.03 | 190.80 | 7.12 | 222.28 | 15.66 |
| 4.88 | 0.01 | 5.69 | 0.04 | 222.28 | 13.42 | 258.95 | 29.08 |
| 5.69 | 0.02 | 6.63 | 0.06 | 258.95 | 21.61 | 301.68 | 50.69 |
| 6.63 | 0.02 | 7.72 | 0.08 | 301.68 | 25.21 | 351.46 | 75.90 |
| 7.72 | 0.02 | 9.00 | 0.10 | 351.46 | 16.26 | 409.45 | 92.16 |
| 9.00 | 0.02 | 10.48 | 0.12 | 409.45 | 7.84 | 477.01 | 100.00 |
| 10.48 | 0.02 | 12.21 | 0.14 | 477.01 | 0.00 | 555.71 | 100.00 |
| 12.21 | 0.01 | 14.22 | 0.15 | 555.71 | 0.00 | 647.41 | 100.00 |
| 14.22 | 0.02 | 16.57 | 0.17 | 647.41 | 0.00 | 754.23 | 100.00 |
| 16.57 | 0.04 | 19.31 | 0.20 | 754.23 | 0.00 | 878.67 | 100.00 |
| 19.31 | 0.06 | 22.49 | 0.26 | | | | |

UNICAMP

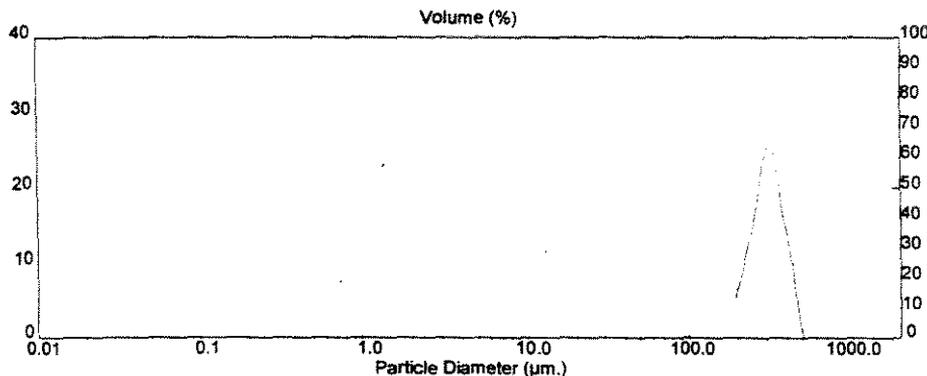


Figura A6.2 : Corrida 1 : teste preliminar 1 depois da fluidização



MASTERSIZER

Result: Analysis Report

| Sample Details | | |
|--|---------------|----------------------------|
| Sample ID: celulose | Run Number: 5 | Measured: 9 Nov 1999 11:20 |
| Sample File: (Result Not Saved) | | Analysed: 9 Nov 1999 11:20 |
| Sample Path: A:\ | | Result Source: Analysed |
| Sample Notes: corrida 2 antes do processamento | | |

| System Details | | | |
|------------------------------|-------------------------------------|---------------------------|--------------------|
| Range Lens: 300 mm | Beam Length: 2.40 mm | Sampler: MS65 | Obscuration: 3.9 % |
| Presentation: 3RHA | [Particle R.I. = (1.4500, 0.1000); | Dispersant R.I. = 1.0000] | Residual: 0.661 % |
| Analysis Model: Polydisperse | | | |
| Modifications: None | | | |

| Result Statistics | | | |
|---------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------------|
| Distribution Type: Volume | Concentration = 0.1356 %Vol | Density = 1.400 g / cub. cm | Specific S.A. = 0.0175 sq. m / g |
| Mean Diameters: | D (v, 0.1) = 205.48 um | D (v, 0.5) = 307.56 um | D (v, 0.9) = 412.14 um |
| D [4, 3] = 306.34 um | D [3, 2] = 245.03 um | Span = 6.720E-01 | Uniformity = 2.138E-01 |

| Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% | Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% |
|---------------|------|----------------|--------|---------------|-------|----------------|--------|
| 0.49 | 0.00 | 0.58 | 0.00 | 22.49 | 0.11 | 26.20 | 0.51 |
| 0.58 | 0.00 | 0.67 | 0.00 | 26.20 | 0.12 | 30.53 | 0.63 |
| 0.67 | 0.00 | 0.78 | 0.00 | 30.53 | 0.12 | 35.56 | 0.75 |
| 0.78 | 0.00 | 0.91 | 0.00 | 35.56 | 0.12 | 41.43 | 0.87 |
| 0.91 | 0.00 | 1.06 | 0.00 | 41.43 | 0.11 | 48.27 | 0.97 |
| 1.06 | 0.00 | 1.24 | 0.00 | 48.27 | 0.08 | 56.23 | 1.06 |
| 1.24 | 0.00 | 1.44 | 0.00 | 56.23 | 0.05 | 65.51 | 1.11 |
| 1.44 | 0.00 | 1.66 | 0.00 | 65.51 | 0.04 | 76.32 | 1.15 |
| 1.66 | 0.00 | 1.95 | 0.00 | 76.32 | 0.07 | 88.91 | 1.22 |
| 1.95 | 0.00 | 2.28 | 0.00 | 88.91 | 0.18 | 103.58 | 1.40 |
| 2.28 | 0.00 | 2.65 | 0.00 | 103.58 | 0.41 | 120.67 | 1.81 |
| 2.65 | 0.00 | 3.09 | 0.01 | 120.67 | 0.84 | 140.58 | 2.65 |
| 3.09 | 0.01 | 3.60 | 0.01 | 140.58 | 1.65 | 163.77 | 4.30 |
| 3.60 | 0.01 | 4.19 | 0.02 | 163.77 | 3.21 | 190.80 | 7.51 |
| 4.19 | 0.01 | 4.88 | 0.04 | 190.80 | 6.49 | 222.28 | 13.96 |
| 4.88 | 0.02 | 5.69 | 0.05 | 222.28 | 12.46 | 258.95 | 26.42 |
| 5.69 | 0.02 | 6.63 | 0.08 | 258.95 | 20.41 | 301.68 | 46.83 |
| 6.63 | 0.03 | 7.72 | 0.10 | 301.68 | 24.86 | 351.46 | 71.69 |
| 7.72 | 0.04 | 9.00 | 0.14 | 351.46 | 17.72 | 409.45 | 89.41 |
| 9.00 | 0.04 | 10.48 | 0.18 | 409.45 | 9.44 | 477.01 | 98.85 |
| 10.48 | 0.03 | 12.21 | 0.21 | 477.01 | 1.15 | 555.71 | 100.00 |
| 12.21 | 0.02 | 14.22 | 0.23 | 555.71 | 0.00 | 647.41 | 100.00 |
| 14.22 | 0.03 | 16.57 | 0.26 | 647.41 | 0.00 | 754.23 | 100.00 |
| 16.57 | 0.06 | 19.31 | 0.32 | 754.23 | 0.00 | 878.67 | 100.00 |
| 19.31 | 0.08 | 22.49 | 0.40 | | | | |

UNICAMP

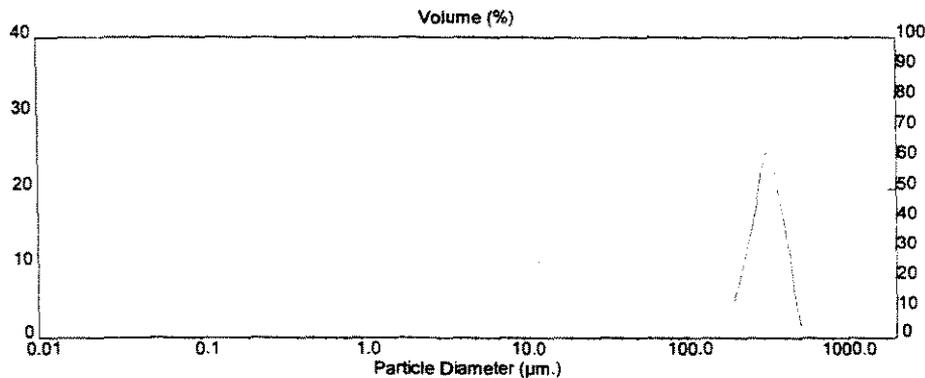


Figura A6.3 : Corrida 2 : teste preliminar 3 antes da fluidização



MASTERSIZER

Result: Analysis Report

| Sample Details | | |
|--|---------------|----------------------------|
| Sample ID: elulose | Run Number: 6 | Measured: 9 Nov 1999 11:23 |
| Sample File: (Result Not Saved) | | Analysed: 9 Nov 1999 11:23 |
| Sample Path: A:\ | | Result Source: Analysed |
| Sample Notes: corrida 2 antes do processamento | | |

| System Details | | | |
|------------------------------|------------------------------------|---------------------------|--------------------|
| Range Lens: 300 mm | Beam Length: 2.40 mm | Sampler: MS65 | Obscuration: 3.8 % |
| Presentation: 3RHA | [Particle R.I. = (1.4500, 0.1000); | Dispersant R.I. = 1.0000] | |
| Analysis Model: Polydisperse | | | Residual: 1.266 % |
| Modifications: None | | | |

| Result Statistics | | | |
|---------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------------|
| Distribution Type: Volume | Concentration = 0.1486 %Vol | Density = 1.400 g / cub. cm | Specific S.A. = 0.0157 sq. m / g |
| Mean Diameters: | D (v, 0.1) = 204.01 um | D (v, 0.5) = 309.09 um | D (v, 0.9) = 424.58 um |
| D [4, 3] = 311.16 um | D [3, 2] = 273.31 um | Span = 7.136E-01 | Uniformity = 2.249E-01 |

| Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% | Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% |
|---------------|------|----------------|--------|---------------|-------|----------------|--------|
| 0.49 | 0.00 | 0.58 | 0.00 | 22.49 | 0.07 | 26.20 | 0.17 |
| 0.58 | 0.00 | 0.67 | 0.00 | 26.20 | 0.09 | 30.53 | 0.26 |
| 0.67 | 0.00 | 0.78 | 0.00 | 30.53 | 0.09 | 35.56 | 0.35 |
| 0.78 | 0.00 | 0.91 | 0.00 | 35.56 | 0.09 | 41.43 | 0.44 |
| 0.91 | 0.00 | 1.06 | 0.00 | 41.43 | 0.08 | 48.27 | 0.51 |
| 1.06 | 0.00 | 1.24 | 0.00 | 48.27 | 0.06 | 56.23 | 0.57 |
| 1.24 | 0.00 | 1.44 | 0.00 | 56.23 | 0.04 | 65.51 | 0.61 |
| 1.44 | 0.00 | 1.68 | 0.00 | 65.51 | 0.03 | 76.32 | 0.64 |
| 1.68 | 0.00 | 1.95 | 0.00 | 76.32 | 0.06 | 88.91 | 0.70 |
| 1.95 | 0.00 | 2.28 | 0.00 | 88.91 | 0.16 | 103.58 | 0.86 |
| 2.28 | 0.00 | 2.65 | 0.00 | 103.58 | 0.40 | 120.67 | 1.26 |
| 2.65 | 0.00 | 3.09 | 0.00 | 120.67 | 0.88 | 140.58 | 2.13 |
| 3.09 | 0.00 | 3.60 | 0.00 | 140.58 | 1.80 | 163.77 | 3.93 |
| 3.60 | 0.00 | 4.19 | 0.00 | 163.77 | 3.56 | 190.80 | 7.49 |
| 4.19 | 0.00 | 4.88 | 0.00 | 190.80 | 6.95 | 222.28 | 14.44 |
| 4.88 | 0.00 | 5.69 | 0.00 | 222.28 | 12.61 | 258.95 | 27.05 |
| 5.69 | 0.00 | 6.63 | 0.00 | 258.95 | 19.31 | 301.68 | 46.36 |
| 6.63 | 0.00 | 7.72 | 0.00 | 301.68 | 22.99 | 351.46 | 69.35 |
| 7.72 | 0.00 | 9.00 | 0.00 | 351.46 | 17.43 | 409.45 | 86.78 |
| 9.00 | 0.00 | 10.48 | 0.00 | 409.45 | 10.22 | 477.01 | 97.00 |
| 10.48 | 0.00 | 12.21 | 0.00 | 477.01 | 3.00 | 555.71 | 100.00 |
| 12.21 | 0.00 | 14.22 | 0.00 | 555.71 | 0.00 | 647.41 | 100.00 |
| 14.22 | 0.02 | 16.57 | 0.02 | 647.41 | 0.00 | 754.23 | 100.00 |
| 16.57 | 0.03 | 19.31 | 0.05 | 754.23 | 0.00 | 878.67 | 100.00 |
| 19.31 | 0.05 | 22.49 | 0.10 | | | | |

UNICAMP

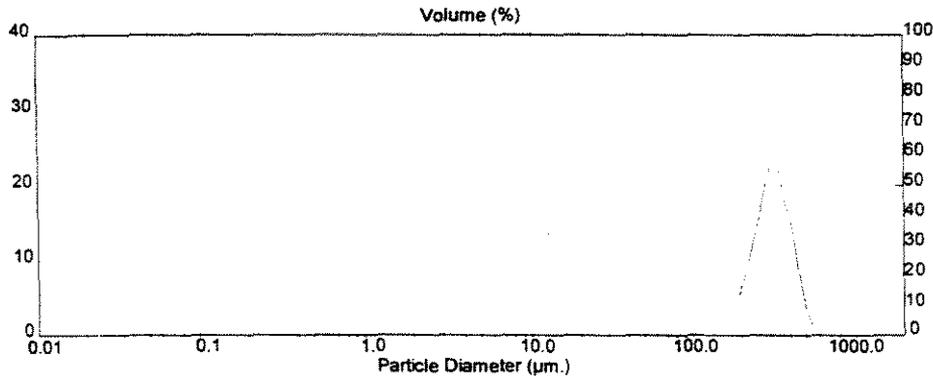


Figura A6.3 : Corrida 2 : teste preliminar 3 depois da fluidização



Result: Analysis Report

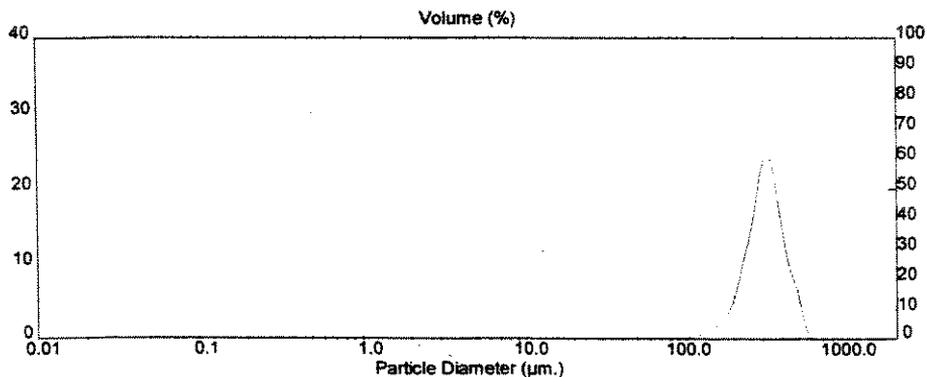
| Sample Details | | |
|--|---------------|----------------------------|
| Sample ID: celulose | Run Number: 9 | Measured: 9 Nov 1999 11:32 |
| Sample File: (Result Not Saved) | | Analysed: 9 Nov 1999 11:33 |
| Sample Path: A:\ | | Result Source: Analysed |
| Sample Notes: corrida 3 antes do processamento | | |

| System Details | | | |
|-------------------------------|-------------------------------------|---------------------------|--------------------|
| Range Lens: 300 mm | Beam Length: 2.40 mm | Sampler: MS65 | Obscuration: 4.0 % |
| Presentation: 3RHA | [Particle R.I. = (1.4500, 0.1000); | Dispersant R.I. = 1.0000] | |
| Analysis Method: Polydisperse | | | Residual: 0.546 % |
| Modifier: s: None | | | |

| Result Statistics | | | |
|---------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------------|
| Distribution Type: Volume | Concentration = 0.1578 %Vol | Density = 1.400 g / cub. cm | Specific S.A. = 0.0154 sq. m / g |
| Mean Diameters: | D (v, 0.1) = 209.69 um | D (v, 0.5) = 310.10 um | D (v, 0.9) = 429.96 um |
| D [4, 3] = 313.78 um | D [3, 2] = 277.72 um | Span = 7.103E-01 | Uniformity = 2.207E-01 |

| Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% | Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% |
|---------------|------|----------------|--------|---------------|-------|----------------|--------|
| 0.49 | 0.00 | 0.58 | 0.00 | 22.49 | 0.06 | 26.20 | 0.15 |
| 0.58 | 0.00 | 0.67 | 0.00 | 26.20 | 0.07 | 30.53 | 0.22 |
| 0.67 | 0.00 | 0.78 | 0.00 | 30.53 | 0.08 | 35.56 | 0.30 |
| 0.78 | 0.00 | 0.91 | 0.00 | 35.56 | 0.08 | 41.43 | 0.37 |
| 0.91 | 0.00 | 1.06 | 0.00 | 41.43 | 0.07 | 48.27 | 0.44 |
| 1.06 | 0.00 | 1.24 | 0.00 | 48.27 | 0.05 | 56.23 | 0.50 |
| 1.24 | 0.00 | 1.44 | 0.00 | 56.23 | 0.04 | 65.51 | 0.53 |
| 1.44 | 0.00 | 1.68 | 0.00 | 65.51 | 0.03 | 76.32 | 0.56 |
| 1.68 | 0.00 | 1.95 | 0.00 | 76.32 | 0.06 | 88.91 | 0.62 |
| 1.95 | 0.00 | 2.28 | 0.00 | 88.91 | 0.16 | 103.58 | 0.79 |
| 2.28 | 0.00 | 2.65 | 0.00 | 103.58 | 0.38 | 120.67 | 1.17 |
| 2.65 | 0.00 | 3.09 | 0.00 | 120.67 | 0.80 | 140.58 | 1.97 |
| 3.09 | 0.00 | 3.60 | 0.00 | 140.58 | 1.59 | 163.77 | 3.56 |
| 3.60 | 0.00 | 4.19 | 0.00 | 163.77 | 3.13 | 190.80 | 6.69 |
| 4.19 | 0.00 | 4.88 | 0.00 | 190.80 | 6.36 | 222.28 | 13.05 |
| 4.88 | 0.00 | 5.69 | 0.00 | 222.28 | 12.34 | 258.95 | 25.38 |
| 5.69 | 0.00 | 6.63 | 0.00 | 258.95 | 20.20 | 301.68 | 45.58 |
| 6.63 | 0.00 | 7.72 | 0.00 | 301.68 | 24.25 | 351.46 | 69.83 |
| 7.72 | 0.00 | 9.00 | 0.00 | 351.46 | 16.88 | 409.45 | 86.70 |
| 9.00 | 0.00 | 10.48 | 0.00 | 409.45 | 9.08 | 477.01 | 95.78 |
| 10.48 | 0.00 | 12.21 | 0.00 | 477.01 | 4.22 | 555.71 | 100.00 |
| 12.21 | 0.00 | 14.22 | 0.00 | 555.71 | 0.00 | 647.41 | 100.00 |
| 14.22 | 0.01 | 16.57 | 0.01 | 647.41 | 0.00 | 754.23 | 100.00 |
| 16.57 | 0.03 | 19.31 | 0.04 | 754.23 | 0.00 | 878.67 | 100.00 |
| 19.31 | 0.05 | 22.49 | 0.09 | | | | |

UNICAMP



vern Instruments Ltd.
vern, UK
+44 (0)1684-892456 Fax: +44 (0)1684-892789

Mastersizer S long bed Ver. 2.18
Serial Number: 33544-524

p. 7
09 Nov 99 11:33

Figura A6.4 : Corrida 3 : ensaio 1 antes da fluidização



Result: Analysis Report

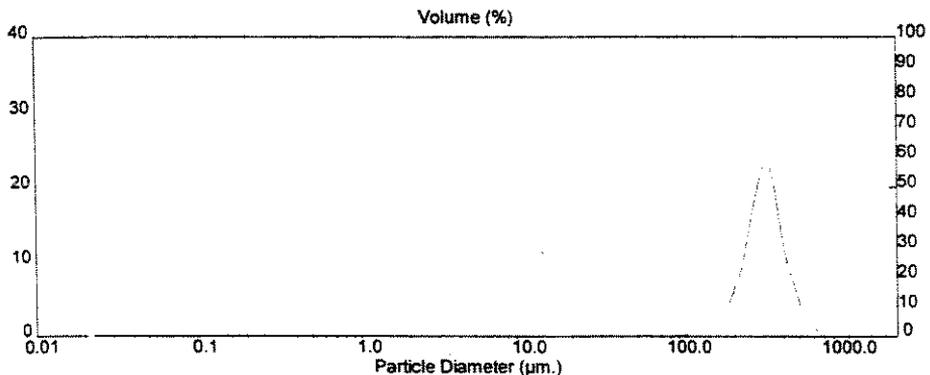
| Sample Details | | |
|---|----------------|----------------------------|
| Sample ID: celulose | Run Number: 10 | Measured: 9 Nov 1999 11:35 |
| Sample File: (Result Not Saved) | | Analysed: 9 Nov 1999 11:35 |
| Sample Path: A:\ | | Result Source: Analysed |
| Sample Notes: corrida 3 depois do processamento | | |

| System Details | | | |
|------------------------------|-------------------------------------|---------------------------|--------------------|
| Range Lens: 300 mm | Beam Length: 2.40 mm | Sampler: MS65 | Obscuration: 4.5 % |
| Presentation: 3RHA | [Particle R.I. = (1.4500, 0.1000); | Dispersant R.I. = 1.0000] | Residual: 0.525 % |
| Analysis Model: Polydisperse | | | |
| Modifications: None | | | |

| Result Statistics | | | |
|---------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------------|
| Distribution Type: Volume | Concentration = 0.1741 %Vol | Density = 1.400 g / cub. cm | Specific S.A. = 0.0157 sq. m / g |
| Mean Diameters: | D (v, 0.1) = 200.34 um | D (v, 0.5) = 306.28 um | D (v, 0.9) = 435.81 um |
| D [4, 3] = 312.72 um | D [3, 2] = 272.72 um | Span = 7.688E-01 | Uniformity = 2.411E-01 |

| Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% | Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% |
|---------------|------|----------------|--------|---------------|-------|----------------|--------|
| 0.49 | 0.00 | 0.58 | 0.00 | 22.49 | 0.08 | 26.20 | 0.15 |
| 0.58 | 0.00 | 0.67 | 0.00 | 26.20 | 0.07 | 30.53 | 0.22 |
| 0.67 | 0.00 | 0.78 | 0.00 | 30.53 | 0.08 | 35.56 | 0.30 |
| 0.78 | 0.00 | 0.91 | 0.00 | 35.56 | 0.08 | 41.43 | 0.38 |
| 0.91 | 0.00 | 1.06 | 0.00 | 41.43 | 0.08 | 48.27 | 0.46 |
| 1.06 | 0.00 | 1.24 | 0.00 | 48.27 | 0.06 | 56.23 | 0.52 |
| 1.24 | 0.00 | 1.44 | 0.00 | 56.23 | 0.04 | 65.51 | 0.56 |
| 1.44 | 0.00 | 1.68 | 0.00 | 65.51 | 0.04 | 76.32 | 0.59 |
| 1.68 | 0.00 | 1.95 | 0.00 | 76.32 | 0.09 | 88.91 | 0.68 |
| 1.95 | 0.00 | 2.28 | 0.00 | 88.91 | 0.24 | 103.58 | 0.92 |
| 2.28 | 0.00 | 2.65 | 0.00 | 103.58 | 0.53 | 120.67 | 1.45 |
| 2.65 | 0.00 | 3.09 | 0.00 | 120.67 | 1.05 | 140.58 | 2.50 |
| 3.09 | 0.00 | 3.60 | 0.00 | 140.58 | 1.97 | 163.77 | 4.48 |
| 3.60 | 0.00 | 4.19 | 0.00 | 163.77 | 3.64 | 190.80 | 8.11 |
| 4.19 | 0.00 | 4.88 | 0.00 | 190.80 | 6.96 | 222.28 | 15.07 |
| 4.88 | 0.00 | 5.69 | 0.00 | 222.28 | 12.76 | 258.95 | 27.83 |
| 5.69 | 0.00 | 6.63 | 0.00 | 258.95 | 19.88 | 301.68 | 47.70 |
| 6.63 | 0.00 | 7.72 | 0.00 | 301.68 | 22.96 | 351.46 | 70.66 |
| 7.72 | 0.00 | 9.00 | 0.00 | 351.46 | 15.54 | 409.45 | 86.20 |
| 9.00 | 0.00 | 10.48 | 0.00 | 409.45 | 8.23 | 477.01 | 94.43 |
| 10.48 | 0.00 | 12.21 | 0.00 | 477.01 | 3.74 | 555.71 | 98.16 |
| 12.21 | 0.00 | 14.22 | 0.00 | 555.71 | 1.84 | 647.41 | 100.00 |
| 14.22 | 0.01 | 16.57 | 0.01 | 647.41 | 0.00 | 754.23 | 100.00 |
| 16.57 | 0.03 | 19.31 | 0.04 | 754.23 | 0.00 | 878.67 | 100.00 |
| 19.31 | 0.04 | 22.49 | 0.09 | | | | |

UNICAMP



vern Instruments Ltd.
vern, UK
++[44] (0)1684-892456 Fax:++[44] (0)1684-892789

Mastersizer S long bed Ver. 2.18
Serial Number: 33544-524

p. 8
09 Nov 99 11:35

Figura A6.5 : Corrida 3 : ensaio 1 depois da fluidização



Result: Analysis Report

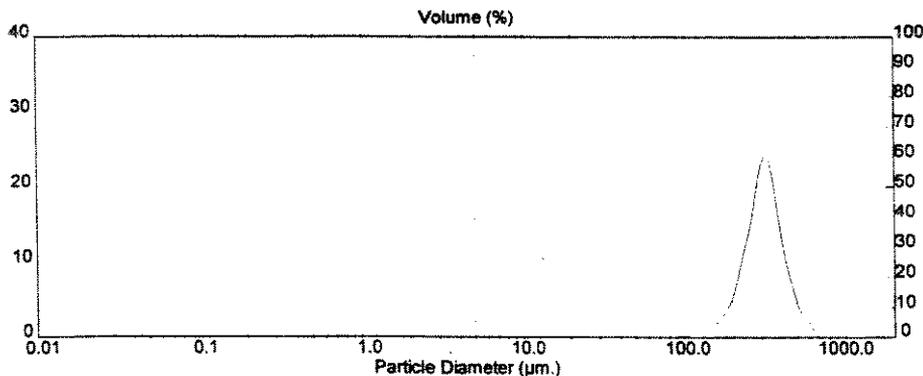
| Sample Details | | |
|--|----------------|----------------------------|
| Sample ID: celulose | Run Number: 11 | Measured: 9 Nov 1999 11:38 |
| Sample File: (Result Not Saved) | | Analysed: 9 Nov 1999 11:38 |
| Sample Path: A:\ | | Result Source: Analysed |
| Sample Notes: corrida 4 antes do processamento | | |

| System Details | | | |
|------------------------------|-------------------------------------|---------------------------|--------------------|
| Range Lens: 300 mm | Beam Length: 2.40 mm | Sampler: MS65 | Obscuration: 5.6 % |
| Presentation: 3RHA | [Particle R.I. = (1.4500, 0.1000); | Dispensant R.I. = 1.0000] | Residual: 0.473 % |
| Analysis Model: Polydisperse | | | |
| Modifications: None | | | |

| Result Statistics | | | |
|---------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------------|
| Distribution Type: Volume | Concentration = 0.2241 %Vol | Density = 1.400 g / cub. cm | Specific S.A. = 0.0154 sq. m / g |
| Mean Diameters: | D (v, 0.1) = 208.40 um | D (v, 0.5) = 310.26 um | D (v, 0.9) = 438.01 um |
| D [4, 3] = 317.01 um | D [3, 2] = 279.17 um | Span = 7.400E-01 | Uniformity = 2.327E-01 |

| Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% | Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% |
|---------------|------|----------------|--------|---------------|-------|----------------|--------|
| 0.49 | 0.00 | 0.58 | 0.00 | 22.49 | 0.05 | 26.20 | 0.13 |
| 0.58 | 0.00 | 0.67 | 0.00 | 26.20 | 0.06 | 30.53 | 0.19 |
| 0.67 | 0.00 | 0.78 | 0.00 | 30.53 | 0.07 | 35.56 | 0.26 |
| 0.78 | 0.00 | 0.91 | 0.00 | 35.56 | 0.07 | 41.43 | 0.34 |
| 0.91 | 0.00 | 1.06 | 0.00 | 41.43 | 0.07 | 48.27 | 0.40 |
| 1.06 | 0.00 | 1.24 | 0.00 | 48.27 | 0.05 | 56.23 | 0.46 |
| 1.24 | 0.00 | 1.44 | 0.00 | 56.23 | 0.04 | 65.51 | 0.49 |
| 1.44 | 0.00 | 1.68 | 0.00 | 65.51 | 0.03 | 76.32 | 0.53 |
| 1.68 | 0.00 | 1.95 | 0.00 | 76.32 | 0.07 | 88.91 | 0.59 |
| 1.95 | 0.00 | 2.28 | 0.00 | 88.91 | 0.19 | 103.58 | 0.78 |
| 2.28 | 0.00 | 2.65 | 0.00 | 103.58 | 0.43 | 120.67 | 1.21 |
| 2.65 | 0.00 | 3.09 | 0.00 | 120.67 | 0.86 | 140.58 | 2.07 |
| 3.09 | 0.00 | 3.60 | 0.00 | 140.58 | 1.67 | 163.77 | 3.74 |
| 3.60 | 0.00 | 4.19 | 0.00 | 163.77 | 3.19 | 190.80 | 6.93 |
| 4.19 | 0.00 | 4.88 | 0.00 | 190.80 | 6.37 | 222.28 | 13.31 |
| 4.88 | 0.00 | 5.69 | 0.00 | 222.28 | 12.26 | 258.95 | 25.57 |
| 5.69 | 0.00 | 6.63 | 0.00 | 258.95 | 19.99 | 301.68 | 45.55 |
| 6.63 | 0.00 | 7.72 | 0.00 | 301.68 | 23.90 | 351.46 | 69.45 |
| 7.72 | 0.00 | 9.00 | 0.00 | 351.46 | 16.31 | 409.45 | 85.76 |
| 9.00 | 0.00 | 10.48 | 0.00 | 409.45 | 8.53 | 477.01 | 94.28 |
| 10.48 | 0.00 | 12.21 | 0.00 | 477.01 | 3.82 | 555.71 | 98.10 |
| 12.21 | 0.00 | 14.22 | 0.00 | 555.71 | 1.90 | 647.41 | 100.00 |
| 14.22 | 0.01 | 16.57 | 0.01 | 647.41 | 0.00 | 754.23 | 100.00 |
| 16.57 | 0.02 | 19.31 | 0.04 | 754.23 | 0.00 | 878.67 | 100.00 |
| 19.31 | 0.04 | 22.49 | 0.08 | | | | |

UNICAMP



rem instruments Ltd.
rem, UK
+44(0)1684-892456 Fax +44(0)1684-892789

Mastersizer S long bed Ver. 2.18
Serial Number: 33544-524

p. 9
09 Nov 99 11:39

Figura A6.7 : Corrida 4 : ensaio 3 antes da fluidização



Result: Analysis Report

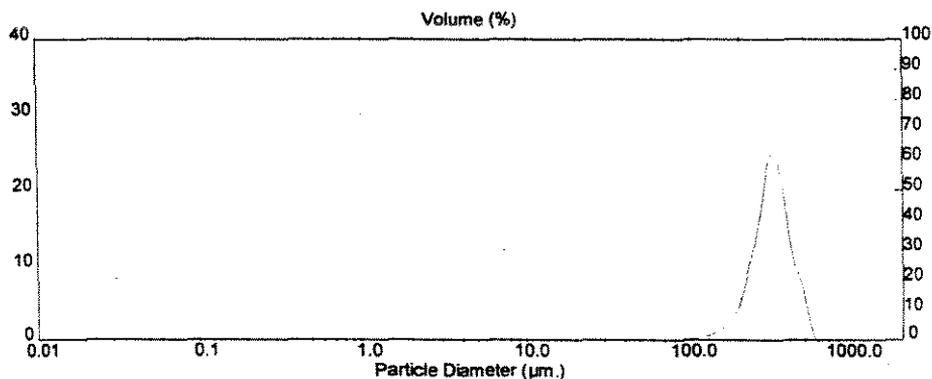
| Sample Details | | |
|---|----------------|----------------------------|
| Sample ID: celulose | Run Number: 12 | Measured: 9 Nov 1999 11:42 |
| Sample File: (Result Not Saved) | | Analysed: 9 Nov 1999 11:42 |
| Sample Path: A:\ | | Result Source: Analysed |
| Sample Notes: corrida 4 depois do processamento | | |

| System Details | | | |
|------------------------------|------------------------------------|---------------------------|--------------------|
| Range Lens: 300 mm | Beam Length: 2.40 mm | Sampler: MS65 | Obscuration: 5.7 % |
| Presentation: 3RHA | [Particle R.I. = (1.4500, 0.1000); | Dispensant R.I. = 1.0000] | Residual: 0.437 % |
| Analysis Model: Polydisperse | Modifications: None | | |

| Result Statistics | | | |
|---------------------------|-----------------------------|-----------------------------|----------------------------------|
| Distribution Type: Volume | Concentration = 0.2299 %Vol | Density = 1.400 g / cub. cm | Specific S.A. = 0.0152 sq. m / g |
| Mean Diameters: | D (v, 0.1) = 213.45 um | D (v, 0.5) = 312.73 um | D (v, 0.9) = 431.11 um |
| D [4, 3] = 316.32 um | D [3, 2] = 281.77 um | Span = 6.960E-01 | Uniformity = 2.153E-01 |

| Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% | Size Low (um) | In % | Size High (um) | Under% |
|---------------|------|----------------|--------|---------------|-------|----------------|--------|
| 0.49 | 0.00 | 0.58 | 0.00 | 22.49 | 0.05 | 26.20 | 0.13 |
| 0.58 | 0.00 | 0.67 | 0.00 | 26.20 | 0.06 | 30.53 | 0.19 |
| 0.67 | 0.00 | 0.78 | 0.00 | 30.53 | 0.07 | 35.56 | 0.26 |
| 0.78 | 0.00 | 0.91 | 0.00 | 35.56 | 0.07 | 41.43 | 0.33 |
| 0.91 | 0.00 | 1.06 | 0.00 | 41.43 | 0.07 | 48.27 | 0.40 |
| 1.06 | 0.00 | 1.24 | 0.00 | 48.27 | 0.05 | 56.23 | 0.45 |
| 1.24 | 0.00 | 1.44 | 0.00 | 56.23 | 0.04 | 65.51 | 0.48 |
| 1.44 | 0.00 | 1.68 | 0.00 | 65.51 | 0.03 | 76.32 | 0.51 |
| 1.68 | 0.00 | 1.95 | 0.00 | 76.32 | 0.05 | 88.91 | 0.57 |
| 1.95 | 0.00 | 2.28 | 0.00 | 88.91 | 0.15 | 103.58 | 0.71 |
| 2.28 | 0.00 | 2.65 | 0.00 | 103.58 | 0.35 | 120.67 | 1.06 |
| 2.65 | 0.00 | 3.09 | 0.00 | 120.67 | 0.73 | 140.58 | 1.79 |
| 3.09 | 0.00 | 3.60 | 0.00 | 140.58 | 1.46 | 163.77 | 3.25 |
| 3.60 | 0.00 | 4.19 | 0.00 | 163.77 | 2.88 | 190.80 | 6.13 |
| 4.19 | 0.00 | 4.88 | 0.00 | 190.80 | 5.97 | 222.28 | 12.10 |
| 4.88 | 0.00 | 5.69 | 0.00 | 222.28 | 11.90 | 258.95 | 24.00 |
| 5.69 | 0.00 | 6.63 | 0.00 | 258.95 | 20.11 | 301.68 | 44.10 |
| 6.63 | 0.00 | 7.72 | 0.00 | 301.68 | 24.88 | 351.46 | 68.98 |
| 7.72 | 0.00 | 9.00 | 0.00 | 351.46 | 17.46 | 409.45 | 86.44 |
| 9.00 | 0.00 | 10.48 | 0.00 | 409.45 | 9.31 | 477.01 | 95.75 |
| 10.48 | 0.00 | 12.21 | 0.00 | 477.01 | 4.25 | 555.71 | 100.00 |
| 12.21 | 0.00 | 14.22 | 0.00 | 555.71 | 0.00 | 647.41 | 100.00 |
| 14.22 | 0.01 | 16.57 | 0.01 | 647.41 | 0.00 | 754.23 | 100.00 |
| 16.57 | 0.02 | 19.31 | 0.04 | 754.23 | 0.00 | 878.67 | 100.00 |
| 19.31 | 0.04 | 22.49 | 0.08 | | | | |

UNICAMP



Malvern Instruments Ltd.
 Malvern, UK
 Tel: +44 (0)16 44-892456 Fax: +44 (0)1684-892789

Mastersizer S long bed Ver. 2.18
 Serial Number: 33544-524

p. 10
 09 Nov 99 11:42

Figura A6.8 : Corrida 4 : ensaio 3 depois da fluidização

As Tabelas 1 até 8 apresentam os resultados dos testes preliminares e as 9 a 16 os dos ensaios experimentais.

Os valores de temperatura axial apresentados abaixo não são valores médios, pois a temperatura permaneceu constante nas 8 e 12 medidas feitas através da altura do leito, para os níveis superior e inferior de altura do leito respectivamente.

Tabela A7.1: Teste Preliminar 1

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 62,6 | 62,6 |
| t = 10' | 63,7 | 63,6 |
| t = 20' | 64,8 | 64,7 |
| t = 30' | 64,8 | 64,7 |

Tabela A7.2: Teste Preliminar 2

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 60,4 | 62,6 |
| t = 10' | 62,6 | 62,6 |
| t = 20' | 63,7 | 64,7 |
| t = 30' | 64,8 | 64,7 |

Tabela A7.3: Teste Preliminar 3

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 60,4 | 61,5 |
| t = 10' | 62,6 | 62,6 |
| t = 20' | 62,6 | 62,6 |
| t = 30' | 62,6 | 62,6 |

Tabela A7.4: Teste Preliminar 4

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 59,3 | 60,4 |
| t = 10' | 60,4 | 61,5 |
| t = 20' | 60,4 | 61,5 |
| t = 30' | 61,5 | 61,5 |

Tabela A7.5: Teste Preliminar 5

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 56,0 | 60,4 |
| t = 10' | 58,2 | 60,4 |
| t = 20' | 59,3 | 60,4 |
| t = 30' | 60,4 | 61,5 |

Tabela A7.6: Teste Preliminar 6

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 57,1 | 58,2 |
| t = 10' | 59,3 | 59,3 |
| t = 20' | 60,4 | 61,5 |
| t = 30' | 60,4 | 61,5 |

Tabela A7.7: Teste Preliminar 7

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 56,0 | 58,8 |
| t = 10' | 56,0 | 59,3 |
| t = 20' | 57,1 | 59,3 |
| t = 30' | 58,2 | 59,3 |

Tabela A7.8: Teste Preliminar 8

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 56,0 | 57,1 |
| t = 10' | 57,1 | 58,1 |
| t = 20' | 58,3 | 58,2 |
| t = 30' | 59,3 | 59,3 |

Tabela A7.9: Ensaio 1

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 56,0 | 58,7 |
| t = 10' | 58,2 | 59,3 |
| t = 20' | 58,8 | 59,3 |
| t = 30' | 59,3 | 59,3 |

Tabela A7.13: Ensaio 5

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 52,8 | 59,3 |
| t = 10' | 56,0 | 59,3 |
| t = 20' | 57,1 | 59,3 |
| t = 30' | 58,2 | 59,3 |

Tabela A7.10: Ensaio 2

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 52,8 | 53,8 |
| t = 10' | 53,9 | 56,0 |
| t = 20' | 56,0 | 56,0 |
| t = 30' | 56,0 | 56,0 |

Tabela A7.14: Ensaio 6

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 56,0 | 58,7 |
| t = 10' | 56,0 | 58,7 |
| t = 20' | 57,1 | 58,7 |
| t = 30' | 57,1 | 58,7 |

Tabela A7.11: Ensaio 3

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 58,8 | 59,3 |
| t = 10' | 58,8 | 59,3 |
| t = 20' | 58,8 | 59,3 |
| t = 30' | 58,8 | 59,3 |

Tabela A7.15: Ensaio 7

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 53,9 | 57,1 |
| t = 10' | 56,0 | 57,1 |
| t = 20' | 56,0 | 57,1 |
| t = 30' | 56,0 | 57,1 |

Tabela A7.12: Ensaio 4

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 53,9 | 58,9 |
| t = 10' | 53,9 | 58,9 |
| t = 20' | 53,9 | 58,9 |
| t = 30' | 53,9 | 58,9 |

Tabela A7.16: Ensaio 8

| | T _{axial} (°C) | T _{entrada} (°C) |
|---------|-------------------------|---------------------------|
| t = 0' | 56,0 | 58,7 |
| t = 10' | 56,0 | 59,3 |
| t = 20' | 57,1 | 59,3 |
| t = 30' | 57,1 | 59,3 |