

UFRRJ

INSTITUTO DE TECNOLOGIA

**CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
QUÍMICA**

TECNOLOGIA QUÍMICA

DISSERTAÇÃO

**Desenvolvimento de Equipamento para
Recobrimento de Partículas em Leito de Jorro
Fluidizado**

Leonardo Fernandes Tunala

2005



**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**DESENVOLVIMENTO DE EQUIPAMENTO PARA
RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS EM LEITO DE JORRO
FLUIDIZADO**

LEONARDO FERNANDES TUNALA

Sob a Orientação da Professora
Ana Lucia dos Santos Barbosa

Dissertação submetida como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestre em Ciências** em Engenharia Química, Área de Concentração em Tecnologia Química.

Seropédica, RJ
Abril de 2005

À Deus que me deu vida e inteligência e pôs seu amor na direção de todas as coisas.

À minha mãe e à minha avó, que me educaram nos princípios que guiam o homem.

AGRADECIMENTOS

A Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro e à Coordenação de Pesquisa e Pós-Graduação em Engenharia Química, pela oportunidade de contribuir com a pesquisa no Brasil.

A CAPES pelo auxílio financeiro essencial à realização de todo trabalho de pesquisa.

A Professora Dra. Ana Lucia dos Santos Barbosa pela afetuosa amizade e pelo constante incentivo e oportunidade que me concedeu de conduzir as investigações contidas nesta tese.

Ao Coordenador Professor Dr. Mauricio Mancini por me incentivar à perseverança.

Aos Professores da banca avaliadora, Laura Passos e Luis Américo Calçada, por avaliarem este trabalho com respeito.

Aos alunos de iniciação científica Talita Barcellos, Germana Dalvi, Cleberson Carvalho e Érica Loureiro por sua amizade e apoio constante.

A todos os professores do DEQ por sempre se colocarem a disposição com educada atenção. Agradeço ainda aos professores que tiveram a cortesia de conceder dispositivos importantes, Luis Américo Calçada, Roberto Prece e Lindoval Domiciano.

A todos os colegas do laboratório, em particular Jorge Mauler, Adelson Leal e Jônatas Ferreira, que compartilharam do trabalho intenso no Laboratório de Sistemas Particulados (LSP).

A todos os amigos do Mestrado, em particular Paulo Fernando e sua família por sempre me receberem com alegria e afeto. E ainda aos colegas do cotidiano universitário que conscientes ou não, colaboram com a pesquisa.

Aos funcionários do IT e DEQ que contribuíram diretamente ou indiretamente para a implementação de todos os recursos necessários ao desenvolvimento deste trabalho.

SUMÁRIO

	Pág.
1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1. Introdução	3
2.2. O recobrimento e a liberação controlada	3
2.2.1. Propriedades dos encapsulantes	4
2.3. O recobrimento e as partículas	5
2.4. Equipamentos para o recobrimento	6
2.4.1. Leito Fluidizado	6
2.4.2. Leito de Jorro e leito de jorro fluidizado	8
2.4.3. Leito Fluidizado Wurster	9
2.4.3.1. Posição e dimensão do tubo interno	10
2.4.3.2. Ampliação de escala (scale up)	11
2.5. Operação de recobrimento	12
2.5.1. Aglomeração versus recobrimento	14
2.5.2. Gás fluidizante	15
2.5.3. Temperatura do gás fluidizante	16
2.5.4. Injeção de suspensão e recobrimento	17
2.6. Conclusão da revisão bibliográfica	18
3. MATERIAIS E MÉTODOS	21
3.1-Material	21
3.1.1. Partículas	21
3.1.2. Agentes encapsulantes	21
3.2. Instalação experimental básica	22

3.3. Metodologia experimental	24
3.3.1. Estudos fluidodinâmicos – Fase I	24
3.3.1.1. Análise da instalação básica em suas diferentes configurações (Figuras 3.1 b, 3.1c e 3.1d)	25
3.3.1.2. Estado jorro-fluidizado (EJF)	25
3.3.1.3. Procedimento para o estabelecimento do <i>estado jorro-fluidizado (EJF)</i>	26
3.3.2. Estudos fluidodinâmicos -- Fase II	28
3.3.2.1. Velocidade total do gás fluidizante e abertura de partição no EJF	29
3.3.2.2. Quedas de pressão no EJF	30
3.3.3. Experimentos de recobrimento	31
3.3.3.1. Vazão de encapsulante	32
4. RESULTADOS EXPERIMENTAIS	34
4.1. Estudos fluidodinâmicos I	34
4.1.1. Estudo preliminar das configurações de processo	34
4.1.2. Conclusão de estudos fluidodinâmicos I	41
4.2. Estudos fluidodinâmicos II	42
4.2.1. Velocidade total de ar fluidizante e abertura de partição no EJF	42
4.2.2. Quedas de pressão no EJF.	44
4.3. Recobridor Leito de jorro-fluidizado (RLJF)	46
4.3.1. Velocidade total de ar fluidizante e abertura de partição no RLJF	53
4.3.2. Quedas de pressão no RLJF	54
4.3.3. Conclusão de estudos fluidodinâmicos II	55
4.4. Experimentos de recobrimento	55
4.4.1. Vazão de encapsulante	55

4.4.1.1. Recobrimento com solvente puro	56
4.4.1.2. Recobrimento com suspensão encapsulante	56
4.4.2. Conclusão de recobrimento	58
5. CONCLUSÃO	59
6. PERSPECTIVAS	62
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	63

RELAÇÃO DE FIGURAS

Pág

- Figura 2.1** - Diagrama de Geldart para classificação de partículas sólidas (TEUNOU & PONCELET, 2002). 5
- Figura 2.2** – Descrição do fenômeno de fluidização (BARBOSA, 1994). 7
- Figura 2.3** - Representação da similaridade do leito fluidizado com um líquido borbulhante: (a) a superfície do leito permanece horizontal quando este é inclinado; (b) um objeto imerso no leito flutua; (c) o leito flui através de qualquer abertura lateral (d) um cilindro imerso provoca circulação das partículas (TEUNOU & PONCELET, 2002). 8
- Figura 2.4** - Trajetória da partícula em diferentes zonas do leito fluidizado (TEUNOU & PONCELET, 2002). 10
- Figura 2.5** - Mecanismo estabelecido para o crescimento da partícula (LINK & SCHLUNDER, 1997). 14
- Figura 3.1**- Esquema das diferentes configurações do equipamento básico utilizado neste estudo: (a) estrutura básica, (b) Leito de jorro convencional; (c) Leito de jorro com tubo interno; (d) Leito fluidizado tipo Wurster implementado na junção entre as colunas acrílicas. 23
- Figura 3.2** - Representação da instalação experimental utilizada nos estudos da fase I. 24
- Figura 3.3**- Representação das fases do procedimento utilizado para alcançar o estado jorro-fluidizado; (a) O tubo interno toca o distribuidor; (b) o tubo interno é lentamente elevado; (c) Estado jorro-fluidizado (EJF); (d) colapso do estado jorro-fluidizado (EJF). 27
- Figura 3.4**– Representação do fenômeno de adesão das gotas sobre a superfície das partículas: (a) recobrimento com gotas pequenas; (b) recobrimento com gotas grandes; (c) atomização de solvente puro. 33
- Figura 4.1** – Resultados dos ensaios de fluidodinâmica em velocidades do ar acima da velocidade mínima de jorro: LJ-Leito de Jorro convencional; LJT-Leito de Jorro com tubo interno; LFW-Leito fluidizado Wurster. 34
- Figura 4.2** – Comparação entre a pressão de aeração do leito de jorro e o estado jorro-fluidizado. 36
- Figura 4.3** – Comparação entre a pressão de aeração do estado jorro-fluidizado e leito fluidizado Wurster em duas diferentes aberturas de partição para $(H/Lt) = 0,5$. 37
- Figura 4.4** – Comparação entre a pressão de aeração do estado jorro-fluidizado e leito fluidizado Wurster em três diferentes aberturas de partição para $(H/Lt) = 0,8$. 38
- Figura 4.5** – Comparação entre as quedas de pressão na zona anelar do estado jorro-fluidizado e o leito fluidizado Wurster em duas diferentes aberturas de partição para $(H/Lt) = 0,5$. 39

Figura 4.6 – Comparação entre a pressão de aeração P1 (nas proximidades da zona morta) do estado jorro-fluidizado e leito fluidizado Wurster em duas diferentes aberturas de partição para $(H/Lt) = 0,5$. 40

Figura 4.7 – Comparação entre a pressão de aeração P1 (nas proximidades da zona morta) do estado jorro-fluidizado e leito fluidizado Wurster em três diferentes aberturas de partição para $(H/Lt) = 0,8$. 41

Figura 4.8 – Representação das três partes que constituem o RLJF: (a) a coluna que possui periscópio e janela acrílica; (b) a base com alimentação de ar diferenciada; (c) a tampa que permite ajuste da abertura de partição por fora com saída para as tomadas de pressão. Onde $D_c = 14,8$ cm; $a = 6,4$ cm; $b = 31$ cm; $D_d = 2,6$ cm; $D_a = 2,6$ cm; $D_t = 4,5$ cm (diâmetro igual ao do tubo de alimentação central). 48

Figura 4.9 - Representação das posições do tubo de alimentação para as diferentes configurações de processo: (a) Leito de jorro fluidizado com tubo interno; (b) Leito fluidizado Wurster; (c) Leito Fluidizado. 49

Figura 4.10-(a) Representação do escoamento de ar rotacional na alimentação de ar para a zona anelar do leito de partículas em que o escoamento perde a rotação, e representação de troca de ar entre as zonas através da altura de partição quando $h = h_{max}$ (leito de jorro fluidizado); (b) Na altura de partição $h > h_{max}$ o leito é fluidizado com tubo interno imerso (situação sem ciclo ordenado de partículas); (c) Representação da entrada tangencial para a alimentação de ar para a zona anelar. 50

Figura 4.11–Representação do atomizador pneumático construído para os ensaios de recobrimento: (a) o corpo do atomizador a o distribuidor de ar atomizante; (b) gotas maiores com baixa vazão de ar atomizante; (c) gotas menores com alta vazão de ar atomizante. 51

Figura 4.12-Representação da instalação experimental utilizada após a construção do recobridor. 52

RELAÇÃO DE TABELAS

Pág

Tabela 4.1 - Aberturas de partição obtidas experimentalmente e os valores de k_2 obtidos com a equação 3.2.	43
Tabela 4.2 – Valores médios de k_2 obtidos a partir da equação 3.2.	43
Tabela 4.3 – Velocidades de fluidização obtidas no EJF e valores de k_1 a partir da equação 3.1.	44
Tabela 4.4 – Quedas de pressão na zona anelar e de arraste do EJF.	45
Tabela 4.5 – Valores das constantes das equações 3.3 e 3.4 respectivamente.	45
Tabela 4.6 – Comparação entre valores teóricos de abertura de partição obtidos a partir da equação 3.2 e valores medidos.	53
Tabela 4.7 - Vazões de ar fluidizante obtidas para uma operação com $(Dt/Dc) = 0,32$ e $(H/Lt) = 0,5$.	54
Tabela 4.8 - Valores de ΔP_D medidos comparados a valores de ΔP_D teóricos obtidos da equação.	54
Tabela 4.9 - Tempo de operação em diferentes vazões de solvente e comportamento das quedas de pressão na zona anelar em leito de jorro fluidizado. ($T_{Arraste} = 36,4^\circ\text{C}$; $T_{Anelar} = 42,6^\circ\text{C}$).	56
Tabela 4.10 - Tempo de operação em diferentes vazões de encapsulante e comportamento das quedas de pressão na zona anelar. ($T_{Arraste} = 39,4^\circ\text{C}$; $T_{Anelar} = 40,9^\circ\text{C}$).	56

NOMENCLATURA

d_p	Diâmetro da partícula
D_i	Diâmetro do orifício de entrada do gás
D_t	Diâmetro do tubo interno
D_c	Diâmetro da coluna
EJF	Estado jorro fluidizado
h	Abertura ou distância de partição
h_{\max}	Abertura de partição máxima
H	Altura do leito de partículas
k_1	Constante adimensional
k_2	Constante de proporcionalidade
k_3	Constante de proporcionalidade
k_4	Constante de proporcionalidade
LFW	Leito fluidizado wurster
LJ	Leito de jorro
LJT	Leito de jorro com tubo interno
L_t	Comprimento do tubo interno
ΔP_A	Queda de pressão na zona anelar
ΔP_D	Queda de pressão na zona de arraste
ΔP_{mf}	Queda de pressão na mínima fluidização
T_g	Temperatura de transição vítrea
T_{Anelar}	Temperatura do ar na zona anelar
$T_{Arraste}$	Temperatura do ar na zona de arraste
U_{ms}	Velocidade de jorro mínima
U_{mf}	Velocidade de fluidização mínima
W_s	Vazão mássica de suspensão
W_g	Vazão mássica de gás fluidizante

LETRAS GREGAS

ρ_f	Densidade do fluido
ρ_p	Densidade da partícula
ϕ_s	Esfericidade da partícula
φ	Angulo de fricção
ε_0	Porosidade do leito de partículas

ABSTRACT

TUNALA, Leonardo Fernandes. **Apparatus Developing for Particle Coating in Spout-fluidized bed.** Seropédica UFRRJ, 2005. 66 p. (Dissertation, Master Science in Chemical Engineering, Chemical Technology).

The coating of solids particles has the most important application in controlled release technical. Needing to suppress agglomeration is among determination of process conditions that attend requirement to production capsules with characteristics required for protection or controlled release. The purpose of this work is joining the requirements of process that suppress aggregation up to review and elaborate equations that determine process conditions. Agglomeration can be suppressed basically by determination of suitable total fluidization flow rate that provide particles agitation and still the determination of suitable liquid flow rate that in the process temperature does not elevate a lot the sticking of the coating material. The fluid dynamic characteristic that suppresses agglomeration was found in a flow pattern that is called here spout-fluidized state (EJF) that consists in a stable spout with intense fluidization in annular zone found from a specific procedure. Approaching determination of operation condition from EJF is not found in bibliography. Some equations that relate the EJF variables was suggest to determinate the total fluidization air velocity, the maximum partition gap and pressure drop of dragging and annular zones. These equations was tested in scale up was made after building of one coater apparatus that support EJF properties and still dispose of versatility for the coating process analysis. Only the total air fluidization velocity equation was reproduced in scale up. The operation coating liquid flow rate is up to the fluidization tolerance at viscosity of coating material that has just aggregation indicated by the pressure drop of annular zone on kind of built apparatus.

Key words: Coating, Agglomeration, Fluidization, Spouted-Fluidized Bed.

RESUMO

TUNALA, Leonardo Fernandes. **Desenvolvimento de equipamento para recobrimento de partículas em leito de jorro fluidizado**. Seropédica UFRRJ, 2005. 66 p. (Dissertação, Mestrado em Engenharia Química, Tecnologia Química).

O recobrimento de partículas sólidas tem sua aplicação mais importante na técnica de liberação controlada. A necessidade de evitar a aglomeração está entre a determinação das condições de processo que atendem aos requisitos para produção de cápsulas com as características exigidas para a proteção ou liberação controlada. O objetivo deste estudo é reunir os requisitos do processo que suprimem a aglomeração, a partir da literatura, e elaborar equações que determinam condições de processo. A aglomeração pode ser suprimida basicamente pela determinação de uma vazão adequada de ar fluidizante que proporciona agitação das partículas e determinação de uma vazão de líquido adequada que na temperatura do processo não aumenta excessivamente a adesividade do material encapsulante. Uma característica fluidodinâmica que evita a aglomeração foi observada em um padrão de escoamento que, neste trabalho foi denominado de estado jorro-fluidizado (EJF), que consiste em um jorro estável com intensa fluidização na zona anelar obtido a partir de um procedimento específico. A abordagem para a determinação das condições de operação a partir do EJF não é encontrada na literatura. Algumas equações que relacionam as variáveis do EJF foram propostas para a determinação da velocidade total de ar fluidizante, da abertura de partição máxima e das quedas de pressão na zona anelar e de arraste. Estas equações foram testadas em um equipamento recobridor de maior escala construído que sustenta as propriedades do EJF e ainda dispõe de versatilidade para as análises do processo de recobrimento. Apenas a equação para a velocidade total do ar fluidizante foi reproduzida no recobridor de maior escala; a vazão de líquido encapsulante depende da tolerância da fluidização à viscosidade do material encapsulante que tem sua agregação iminente sinalizada pela queda de pressão na zona anelar no tipo de equipamento construído.

Palavras chave: Recobrimento, Aglomeração, Fluidização, Leito de Jorro Fluidizado.

1. INTRODUÇÃO

O processo de recobrimento tem se mostrado de grande importância nas indústrias alimentícia, farmacêutica e agropecuária. A possibilidade de proteger medicamentos, alimentos e sementes contra agentes de degradação como temperatura, pH, microorganismos, ar etc., ou mascarar sabor, aroma, cor, ou simplesmente agregar valor, ou ainda promover a liberação controlada da fase interna, torna o recobrimento uma técnica extremamente abrangente.

Considerada uma das aplicações mais importantes do recobrimento, a liberação controlada consiste na liberação gradativa de um determinado composto - denominado princípio ativo, através do recobrimento que envolve a partícula. Esta liberação acontece por meio de diferentes mecanismos: ou por fratura, ou por difusão, dissolução ou ainda por biodegradação.

A utilização da técnica de recobrimento de partículas para aplicação em liberação controlada envolve um conhecimento mais preciso das condições de processo do que quando a mesma técnica é utilizada para a simples proteção, principalmente quanto às características da camada encapsulante. A espessura e rugosidade do filme encapsulante e a presença de poros e fissuras neste filme são fatores intrinsecamente associados à liberação e devem fazer parte das previsões dos resultados.

Os equipamentos mais utilizados para a operação de recobrimento são o tambor rotativo para proteção, e o leito fluidizado e leito de jorro nas suas diferentes conformações (FREIRE & SILVEIRA, 1996; MATHUR & EPSTEIN, 1974), muito embora apresentem algumas limitações operacionais, como a aglomeração que consiste na agregação das partículas devido à umidade e viscosidade do material encapsulante.

A literatura apresenta diferentes estudos sobre o recobrimento de material particulado; abordando as diferentes aplicações em relação a materiais encapsulantes, partículas, equipamentos e o fenômeno do recobrimento em si.

O objetivo deste trabalho foi, inicialmente, conhecer o fenômeno de recobrimento e os fatores que o afetam por meio de uma revisão da literatura e, posteriormente, avaliar as condições adequadas de operação para estabelecer alguns critérios, que levam a formulação de uma metodologia, que determina condições de processo a partir do desenvolvimento de uma percepção adequada do fenômeno que se obtém dos resultados experimentais. Tal metodologia está explícita na própria estrutura do trabalho.

A natureza das investigações associadas a este processo embasou a pesquisa de tal modo que os resultados obtidos inicialmente foram utilizados na formulação da própria metodologia. Deste modo, alguns resultados obtidos em uma fase anterior aparecem compondo as idéias que levam à fase posterior.

A idéia fundamental deste estudo foi propor a forma mais adequada de superar um grande problema encontrado no processo de recobrimento, que é a aglomeração, aliando a determinação de condições que favorecem a qualidade do produto final. A revisão da literatura demonstrou que os dois objetivos não são antagônicos. Deste modo, a metodologia foi estabelecida sobre estes objetivos e caminhou no sentido de encontrar um ponto de interseção entre eles. Em experimentos qualitativos, este ponto foi aparentemente obtido - trata-se do estado jorro-fluidizado, assim chamado por sua semelhança fluidodinâmica com o leito de jorro fluidizado. Este estado é obtido a partir de um procedimento especial. Suas características, coerentes com requisitos fluidodinâmicos necessários ao processo, e descritos na literatura, levaram a sua imediata comparação com configurações conhecidas e suas características fluidodinâmicas. Posteriormente um equipamento foi desenvolvido para amparar as características deste estado. Esta configuração não é totalmente nova, sendo assim

chamada de leito de jorro-fluidizado devido a sua semelhança com equipamentos encontrados na literatura. Entretanto, a determinação das condições que levam ao estado jorro-fluidizado foi obtida a partir da metodologia que equaciona este estado, isto é, a partir do procedimento especial, ganhando assim uma abordagem não descrita na literatura. Tal equipamento foi construído de modo que as condições obtidas são amparadas por sua versatilidade com o objetivo adicional de garantir a facilidade para o controle do processo e ainda reproduzir, se necessário, o procedimento especial. Tal versatilidade é assim a proposta final da metodologia para o desenvolvimento de um equipamento para o recobrimento de partículas em leito de jorro fluidizado.

Este documento se compõe de 7 (sete) capítulos que serão apresentados como segue. O capítulo 1 se constitui na introdução do trabalho. O capítulo 2 se compõe da revisão da literatura sobre aplicações do recobrimento de partículas sólidas, equipamentos para a operação de recobrimento, sobre o fenômeno de recobrimento em si, considerando diferentes fatores que nele interferem. No capítulo 3 são apresentados os materiais utilizados, a instalação experimental básica e a descrição da metodologia experimental, tanto dos ensaios preliminares como daqueles que foram imprescindíveis para o desenvolvimento deste trabalho. É importante ressaltar que os procedimentos para a obtenção do estado de jorro fluidizado foram descritos neste capítulo por se entender que fazem parte da metodologia experimental. Os resultados dos ensaios experimentais são apresentados no capítulo 4 (quatro) juntamente com as discussões que os envolvem. As conclusões gerais são apresentadas no capítulo 5 e as perspectivas futuras sugeridas pelo autor, no capítulo 6. No capítulo 7 são apresentadas as referências bibliográficas utilizadas na elaboração deste trabalho.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Introdução

O estudo do processo de recobrimento de partículas divide-se em diversas modalidades que focalizam primariamente o conhecimento de todos os parâmetros do processo e propriedades dos materiais envolvidos e a maneira pela qual a relação entre estes parâmetros e propriedades afeta as características do produto final em relação às especificações previamente exigidas.

Esta revisão da literatura aborda este tema dividindo os estudos relativos a este processo em tópicos de modo a dar a visão mais ampla possível do enfoque de estudos deste processo na atualidade. Seu principal objetivo é definir as relações entre os parâmetros e condições de operação. Estas relações e a abordagem deste trabalho sobre os relatos e resultados encontrados na literatura é discutida em um tópico especial de conclusão da revisão bibliográfica.

Esta revisão aborda principalmente a relação entre os parâmetros do processo de recobrimento em um equipamento denominado Wurster, porém alguns estudos realizados em outros tipos de equipamento como o leito de jorro e o leito fluidizado foram utilizados, assim como estudos do processo de aglomeração ou granulação, pois fornecem dados e informações relevantes que tangem as variáveis envolvidas em um processo eficiente de recobrimento.

2.2. O recobrimento e a liberação controlada

O recobrimento é o processo no qual um filme fino recobre uma superfície com diferentes propósitos: para mascarar sabor, aroma, cor, para proteção ou promover a liberação controlada da fase interna de substâncias específicas (CHOI & MEISEN, 1996; GUILBERT & GORRIS, 1996; HANAFI et al. 2000; JONO et al. 2000; LIU & LISTER, 1993; SHASHA & TRIMNELL, 1989; SHOGREN et al. 2002). A liberação controlada é considerada um dos objetivos principais do processo de recobrimento e é uma propriedade tão importante das cápsulas que torna secundária todas as outras aplicações (WHORTON, 1995 *apud* SILVA, 1999).

Diferentes estudos encontrados na literatura relacionam os aspectos envolvidos no recobrimento e as possibilidades de controlar a liberação do material encapsulado. Liu & Lister (1993) recobriram tipos diferentes de sementes com fertilizantes, esta aplicação tem o objetivo de prover nutrientes na fase germinativa das sementes. Além desta aplicação, na agricultura o recobrimento pode ser usado para a liberação controlada de fertilizantes. De acordo com Devassine et al. (2002), grandes quantidades de fertilizantes são consumidas devido ao problema de lixiviação através do solo durante as irrigações, que levam a perdas de aproximadamente 2/3 dos produtos usados e ainda causam contaminação de águas subterrâneas por nitratos. Hanafi et al. (2000) estudaram a liberação controlada de compostos fertilizantes recobertos com encapsulantes de diferentes propriedades físico-químicas. Segundo estes autores, avaliando a resistência à temperatura e oxidação em função da espessura da camada formada na operação de recobrimento é possível a produção de cápsulas que liberam fertilizante de acordo com a necessidade de crescimento das plantas.

De acordo com Devassine et al. (2002), o tipo de equipamento utilizado para o recobrimento também influencia a taxa de liberação do princípio ativo. Estes autores estudaram o recobrimento de fertilizantes em dois tipos de equipamentos: tambor rotativo e leito fluidizado. Entre as duas técnicas estudadas o recobrimento no leito

fluidizado promove recobrimentos com maiores tempos de liberação do fertilizante. Esta diferença se deve principalmente a espessura da camada encapsulante formada. Iskakov et al. (2002) estudaram a liberação controlada de drogas macromoleculares recobertas com polímeros regulando a liberação pelo ajuste da espessura da camada encapsulante. Estes autores obtinham maiores tempos de liberação para espessuras de filme maiores. Para Ichikawa et al. (1997) o ajuste da taxa de liberação também pode ser feito a partir de recobrimentos com várias camadas.

De acordo com Ichikawa et al. (2003) as características da camada encapsulante podem ainda oferecer outras alternativas para a controlar a liberação. Estes autores estudaram a liberação termo-sensivelmente controlada (liberação a partir de variações de temperatura). A membrana encapsulante de etilcelulose utilizada continha hidrogéis dispersos que acionavam a liberação em resposta a um aumento de temperatura. Os hidrogéis na camada encapsulante são partículas poliméricas que contraem seu volume em resposta a um aumento de temperatura permitindo a passagem da droga através dos poros que se formam através do espaço que os hidrogéis ocupavam.

A importância e aplicações da liberação controlada invocam a necessidade de condições adequadas de operação do processo que favoreçam o ajuste preciso da taxa de liberação em relação às diferentes possibilidades de controle da liberação.

2.2.1. Propriedades dos encapsulantes

Guilbert & Gorris (1996) estudaram recobrimento aplicado em alimentos e afirmam que filmes usados em alimentos devem possuir um número de requisitos funcionais específicos para qualidade como barreira contra umidade, barreira contra gases e/ou solutos, solubilidade em água ou lipídeos, cor e aparência, não toxicidade, etc. Estas propriedades dependem do tipo de material usado, sua formação e aplicação. Plastificantes, agentes ligantes, antimicrobianos, antioxidantes e etc, podem ser adicionados para elevar as propriedades funcionais dos filmes. Materiais utilizados em recobrimento podem ser cristalinos ou amorfos; as propriedades de materiais amorfos são seriamente modificadas quando as temperaturas destes compostos elevam-se acima da temperatura de transição vítrea (T_g). O fenômeno de transição vítrea separa estes materiais em dois domínios de modo a explicar diferenças de propriedades e estrutura. Abaixo da T_g o material é rígido, e acima este se torna viscoelástico ou até mesmo líquido. De acordo com Jono et al. (2000), a temperatura de amolecimento ou transição vítrea (T_g) pode ser regulada modificando-se a razão molar dos monômeros usados para a polimerização; a modificação desta propriedade pode ser usada para elevar a capacidade de formação de filme e aumentar o tempo de liberação da droga. Lippold et al. (1989) utilizaram um *plastificante* no recobrimento de partículas com etilcelulose em leite fluidizado para reduzir a T_g . Estes autores afirmam que quando reduzir a T_g não é suficiente para obter boa formabilidade de filme, então é necessário submeter as microcápsulas a um tratamento com calor posterior ao processo a temperaturas que estão 10° C acima da T_g para obter um filme ótimo. Neste estudo apenas as microcápsulas submetidas a pós-tratamento térmico resistiram à dissociação em um meio de liberação a altos valores de pH, devido à redução de fissuras.

De acordo com Guignon et al. (2003), a aglomeração é o maior problema que ocorre no processo de recobrimento. Estes autores estudaram a otimização da eficiência do processo em relação à aglomeração ou agregação das partículas como função das propriedades físico-químicas dos encapsulantes. Neste estudo eles relatam que as substâncias de maior viscosidade possuem maior adesividade e proporcionam maiores tendências à aglomeração. Este fato pode ser comprovado em estudos do processo de

granulação. Panda et al (2001) estudaram o efeito da viscosidade na taxa de crescimento da partícula no processo de *granulação* utilizando soluções poliméricas como *colantes* em uma solução de lactose para o recobrimento. A granulação é o processo em que partículas muito pequenas devem agregar-se para formar partículas maiores. Estes autores afirmam que a adição de substâncias poliméricas colantes aumentam a taxa de agregação, formando partículas maiores devido ao aumento da viscosidade do material encapsulante.

2.3. O recobrimento e as partículas

Uma partícula individual é caracterizada principalmente quanto ao seu diâmetro (d_p), forma ou esfericidade (ϕ) e a densidade (ρ_s) que são parâmetros importantes relacionados à fluidização. Uma determinada quantidade de partículas envolvidas na fluidização é chamada de *leito de partículas* e possui propriedades que influenciam seu comportamento fluidodinâmico para operações de secagem ou recobrimento (ASIF & IBRAHIM, 2002; GILBERTSON & EAMES, 2003; ISHIKURA et al., 2003).

Em estudos de recobrimento de partículas, onde se pretende verificar o comportamento das partículas e do processo mediante as condições de operação, são comuns o uso de *partículas modelo* tais como, esferas de vidro, resinas poliméricas como poliestireno ou polietileno, celulose cristalina e etc. (DEWETTINCK et al, 1998; GUIGNON et al, 2003; KAGE et al, 2003; YUASA et al, 1999).

Em um leito de jorro a velocidade mínima de jorro do leito (U_{ms}) é a menor velocidade do gás fluidizante para se estabelecer um jorro estável e esta velocidade varia de acordo com a distribuição granulométrica do leito de partículas (ISHIKURA et al., 2003; MATHUR & EPSTEIN, 1974).

Para o processo de fluidização as partículas podem ser divididas em quatro grupos de acordo com a densidade do fluido e o tamanho e densidade das partículas (figura 2.1). As partículas do grupo A e B apresentam a porosidade requerida para o processo de recobrimento. As partículas do grupo D fluidizam apresentando cavidades que se parecem com bolhas. As partículas do grupo C são coesivas e de difícil fluidização apresentando tendência à aglomeração (GELDART, 1986 *apud* TEUNOU & PONCELET, 2002; BARBOSA, 1994).

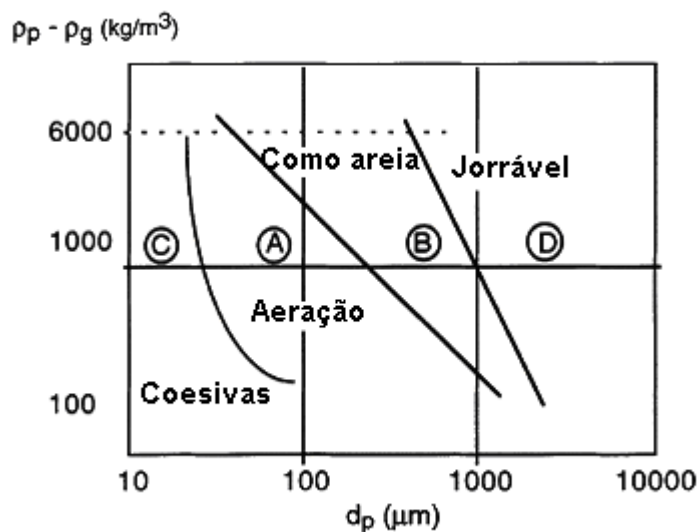


Figura 2.1 - Diagrama de Geldart para classificação de partículas sólidas (TEUNOU & PONCELET, 2002).

De acordo com Saleh et al. (2003), o diâmetro das partículas afeta a eficiência do processo de recobrimento. Estes autores estudaram o recobrimento e aglomeração de partículas sólidas em um leito fluidizado e relatam que as taxas de crescimento das partículas e da eficiência de recobrimento aumentam com a redução do tamanho das partículas. Para estes autores, o crescimento de partículas maiores que 200 μm é governado principalmente por formação de camada enquanto que partículas mais finas crescem por aglomeração. Quando as partículas são menores que 90 μm , a operação de recobrimento leva a um crescimento descontrolado e *colapso* do leito. Entretanto, o recobrimento destas partículas finas pode ser alcançado por adição de partículas mais grossas ($d_p \sim 450 \mu\text{m}$) que quebram os aglomerados formados, cuja fração mássica ótima encontrada neste trabalho foi de 30%.

De acordo com Jono et al. (2000) a fluidização dispersa, isto é, sem coesão de partículas finas tem-se demonstrado de suma importância para aplicações em pesquisas biomédicas. Este autor estudou o recobrimento em leito fluidizado assistido com tubo interno (processo denominado Wurster) e afirma que a mínima fluidização dispersa, isto é, sem coesão de partículas, já pode ser obtida para um diâmetro de 20 μm . De acordo com este autor a tecnologia de atomização para o processamento de partículas finas já esta disponível, entretanto a fluidização dispersa de partículas menores que 20 μm ainda não é possível, futuras aplicações visam a fluidização de partículas de 10 μm para o recobrimento e aplicação no combate a tumores.

A distribuição de tamanho das partículas também afeta a liberação controlada. Hombreiro-Perez et al. (2003) estudaram o processo de liberação controlada no qual a droga está dispersa dentro de um meio de liberação perfeitamente misturado e afirmam que a transferência de massa consiste em três passos: (i) difusão da droga no interior da microcápsula; (ii) difusão da droga através do líquido na camada superficial das microcápsulas; (iii) difusão da droga e convecção no meio de liberação. Estes autores apresentam um modelo matemático descrevendo a liberação da droga de micropartículas poliméricas não biodegradáveis considerando distribuição de tamanhos de partículas uniforme (sistema monodisperso). Estes autores afirmam que a partir de uma informação adequada da distribuição de tamanho das partículas, uma previsão da liberação também pode ser obtida para sistemas polidispersos pela divisão do grupo de microcápsulas em diferentes frações com distribuição de tamanho estreita e calculando a soma de quantidades de drogas liberadas de cada fração. Pissinatti & Oliveira (2003) afirmam que a distribuição de massa no recobrimento das cápsulas tende a manter a distribuição original do leito de partículas, o que leva a concluir que as considerações de Hombreiro-Perez et al. (2003) para a estimativa da taxa de liberação podem produzir resultados precisos.

2.4. Equipamentos para recobrimento

2.4.1. Leito Fluidizado

A técnica do leito fluidizado consiste em alimentar o fluido, através de um distribuidor de ar na base da coluna onde se deposita o leito de partículas para mantê-las em suspensão (FREIRE & SILVEIRA, 1996). A perfuração do distribuidor de ar de um leito fluidizado pode ser estabelecida seguindo diferentes princípios e tem como objetivo garantir a distribuição uniforme e homogênea de ar no interior do leito de partículas (PERRY & GREEN, 1999). De acordo com Teunou & Poncelet (2002) o leito fluidizado ainda é uma unidade de operação muito complexa, principalmente

porque a trajetória das partículas não é previsível, mas este tem encontrado aplicações devido a suas propriedades particulares e comportamentos diferentes que o processo possui: queda de pressão limitada; homogeneidade de temperatura; rápida transferência de massa e calor; fácil controle de vazão e cinética de reação. Para estes autores a velocidade do ar fluidizante define o estado da fluidização e a principal é a velocidade mínima de fluidização U_{mf} .

Na velocidade mínima de fluidização a queda de pressão em um leito fluidizado é máxima. A figura 2.2 mostra o fenômeno de fluidização. Quando o gás entra pela base da coluna, a queda de pressão aumenta progressivamente e o leito permanece fixo até a velocidade mínima de fluidização. Quando a velocidade mínima de fluidização é atingida, o leito se comporta como um fluido, e a queda de pressão é igual ao peso aparente do leito por unidade de área da seção transversal da coluna. Com uma velocidade de gás fluidizante acima da velocidade mínima de fluidização as partículas são então arrastadas (BARBOSA, 1994).

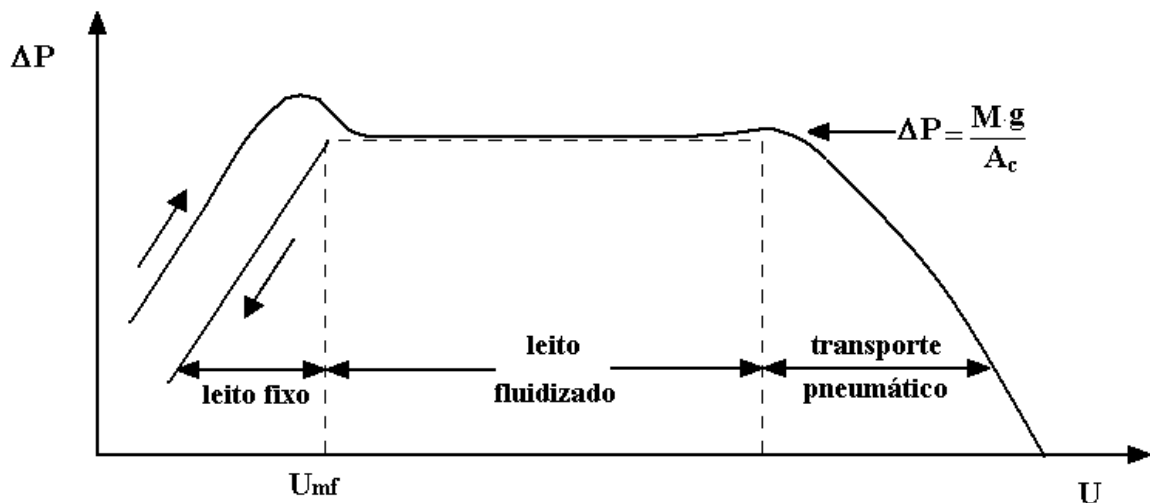


Figura 2.2 – Descrição do fenômeno de fluidização (BARBOSA, 1994).

O leito fluidizado apresenta propriedades similares a um fluido devido à alta agitação no sistema se comportando como líquido borbulhante (figura 2.3): a superfície superior do leito permanece horizontal quando o leito é inclinado; um objeto localizado dentro do leito flutua dependendo de sua densidade; partículas escoam através de qualquer orifício localizado na parede do leito; quando um cilindro é imerso no leito, existe uma circulação intensa de partículas passando através do cilindro sem qualquer suprimento externo de energia (TEUNOU & PONCELET, 2002).

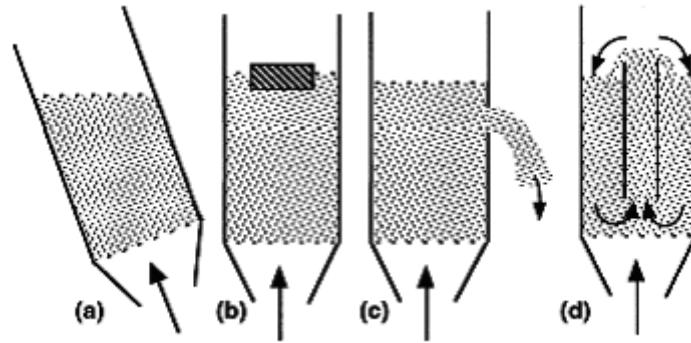


Figura 2.3 - Representação da similaridade do leito fluidizado com um líquido borbulhante: (a) a superfície do leito permanece horizontal quando este é inclinado; (b) um objeto imerso no leito flutua; (c) o leito flui através de qualquer abertura lateral (d) um cilindro imerso provoca circulação das partículas (TEUNOU & PONCELET, 2002).

2.4.1. Leito de jorro e leito de jorro-fluidizado

Um leito de jorro convencional é basicamente constituído de uma base cônica por onde é injetado o ar através de um orifício. Quando o ar entra no leito pelo orifício, ele percorre a zona central do leito arrastando as partículas até o topo formando o jorro. Para um leito de jorro convencional, a velocidade mínima de jorro (U_{mj}) é a menor velocidade de gás necessária para estabelecer o jorro estável das partículas (MATHUR & EPSTEIN, 1974).

Pissinatti & Oliveira (2003) estudaram o efeito da modificação de alguns parâmetros de processo no leito de jorro em relação à eficiência do processo de recobrimento. Estes autores relatam que a eficiência do recobrimento aumenta com o aumento da relação entre a vazão mássica de suspensão encapsulante alimentada e a vazão mássica de gás (W_s/W_g). Contudo, valores intermediários de W_s/W_g reduzem a probabilidade de ocorrência de problemas, como a aglomeração de partículas durante o processo.

A modificação de alguns parâmetros também afeta a quantidade de partículas estagnadas no leito. San José et al. (1996) estudaram um leito de jorro cilíndrico de base plana para avaliar o ângulo formado entre a zona de escoamento e a *zona morta*, que é a região onde as partículas não estão em circulação. A zona morta reduz a eficiência do processo de recobrimento. Estes autores afirmam que o ângulo formado entre a zona morta e a base do leito aumenta com o aumento da altura do leito e o aumento do diâmetro da partícula. Este ângulo decresce com o aumento da razão entre a velocidade do gás e a velocidade mínima de jorro (U/U_{mj}) e também com o aumento da razão entre o diâmetro do orifício de entrada de gás e o diâmetro da coluna (D_i/D_c). Este resultado pode ser usado para a determinação da entrada de gás que minimiza o volume de partículas na zona morta em determinadas condições de operação.

De acordo com Mathur & Epstein (1974) um tubo interno pode ser inserido no leito de jorro para modificar o padrão de escoamento normal das partículas, com uma distância na seção inferior do jorro aberta para permitir recirculação dos sólidos. Uma vez que o tubo interno força a passagem do gás pela região axial impedindo seu escoamento para a região anelar, exceto pela pequena distância entre a parte inferior do tubo e o orifício de entrada de fluido (abertura de partição), a vazão de gás necessária

para alcançar a recirculação de sólidos (U_{ms}) em um dado leito é reduzida. Entretanto uma redução na vazão de ar é acompanhada por um correspondente decréscimo na taxa de circulação do sólido. Para estes autores a introdução do tubo interno permite maior flexibilidade operacional, a recirculação de sólidos pode ser alcançada sem as limitações relacionadas às propriedades das partículas e à profundidade de leito aplicáveis em um leito de jorro normal. Entretanto, a redução na taxa de circulação dos sólidos combinada com a ausência de mistura pelos movimentos laterais das partículas do anel através do jorro ao longo da altura do jorro reduz a eficiência de mistura do leito sendo assim uma desvantagem. Outras desvantagens são o risco de entupimento do tubo pelos sólidos, e a complicação da instalação de um tubo interno com ajuste de distância de partição como variável de operação.

Passos et al. (1996) estudaram uma técnica de contato híbrida entre o leito de jorro e o leito fluidizado, o leito de jorro-fluidizado. Este equipamento possui injeção de fluido para a região do jorro e ainda injeção adicional de fluido na região anelar. Estes autores afirmam que uma vez atingida a condição de jorro mínimo, três tipos de regime de escoamento podem ser alcançados, dependendo da combinação das vazões de entrada do fluido no jorro e na região anelar. Estes regimes são assim descritos: *jorro aerado* – dinamicamente similar ao leito de jorro, porém com maior aeração na região anelar; *jorro fluidizado* – apresenta ainda o movimento cíclico das partículas, característico do jorro, acrescido do movimento oscilatório destas partículas na região anelar, que se encontra fluidizada. O jorro formado é pulsante e a altura da fonte reduzida; *leito fluidizado com jorro interno* – dinamicamente similar ao regime de bolhas no leito fluidizado, exceto pela existência do jorro interno na base do leito que proporciona a circulação das partículas nesta região. O trabalho destes autores consistiu em determinar as variações de pressão na condição de jorro mínimo. Esta é uma técnica recente, portanto os modelos de escoamento fluido-partícula, nos diferentes regimes são escassos.

2.4.3. Leito fluidizado Wurster

O leito fluidizado Wurster pode ser considerado um leito fluidizado com tubo interno, sendo sua principal característica a presença de um distribuidor de ar particionado na entrada do leito com o objetivo de selecionar as vazões de ar que passam pela zona de arraste e pela zona anelar (TEUNOU & PONCELET, 2002). Guignon et al. (2003) estudaram o recobrimento de partículas sólidas em um leito fluidizado Wurster utilizando uma grade distribuidora que possuía uma relação de perfuração de 80% para a zona de arraste e 20 % para a zona anelar, objetivando vazões de ar que obedecessem à mesma proporção. Para Erbil et al. (2003) uma aeração significativa na zona anelar melhora as condições de secagem do recobrimento aderido à superfície das partículas.

De acordo com Teunou & Poncelet (2002) a presença do tubo interno divide o padrão de escoamento das partículas em leito Wurster em quatro zonas principais (figura 2.3):

- 1-zona de arraste ou zona de jorro, onde as partículas são sugadas pela corrente de ar para entrar no cilindro interno. As partículas são molhadas nesta área pelo líquido encapsulante atomizado.
- 2-zona interna ao cilindro, onde as partículas são arrastadas por transporte pneumático. A secagem do recobrimento ocorre nesta área.
- 3-zona anelar, onde as partículas caem em direção ao fundo da câmara fluidizante.

- 4-zona tampão, onde as partículas se movem em saltos sucessivos em direção a zona de arraste.

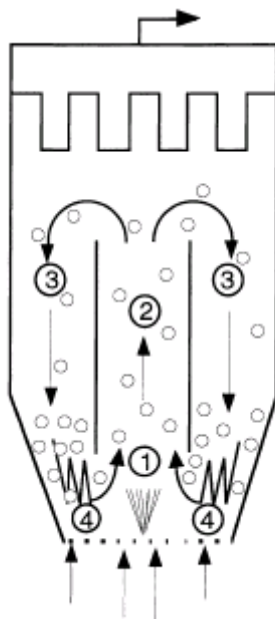


Figura 2.4-Trajetória da partícula nas diferentes zonas do leito fluidizado (TEUNOU & PONCELET, 2002).

2.4.3.1. Posição e dimensão do tubo interno

De acordo com Mathur & Epstein (1974) com a redução da *distância ou abertura de partição* de 18,8 para 3,3 cm, a vazão mínima de ar necessária para o jorro diminui em um fator de dois, mas é acompanhada de um decréscimo sete vezes maior da taxa de circulação do sólido. Com a *distância máxima* de 18,8 cm, o comportamento das partículas é similar ao do leito de jorro sem tubo interno. De acordo com Ichikura et al. (2003) a redução da abertura de partição tem efeito na fluidodinâmica do leito reduzindo a velocidade mínima necessária para jorrar as partículas (U_{ms}) e diminuindo também a vazão de ar através da zona anelar.

A abertura de partição também afeta as características da camada encapsulante e a eficiência do processo. Tzika et al. (2003) recobriram partículas de fertilizantes em um leito fluidizado Wurster e relatam que em processos de recobrimento, maiores distâncias de partição aumentam a eficiência do processo e proporcionam maiores espessuras de filme polimérico. A redução da distância de partição diminui a eficiência assim como a espessura da camada polimérica, e ainda colabora para a perda de material encapsulante alimentado. Estes resultados podem ser explicados em termos de tempo de residência da partícula na zona de recobrimento. Quando a distância de partição diminui, a pressão de escoamento do ar através da zona de arraste aumenta em relação à pressão de entrada de partículas na zona de recobrimento, resultando em um decréscimo de velocidade horizontal dos grãos e um aumento da velocidade vertical, então o tempo de residência das partículas na zona de recobrimento decresce assim como a quantidade total de material encapsulante. Estes autores relacionam ainda a abertura de partição com as taxas de liberação de fertilizante. Para um baixo valor de abertura de partição (0,5 cm) a taxa de liberação de fertilizante foi muito alta, acrescentado ainda de efeito de explosão, devido à pequena espessura da camada encapsulante e a falha na aplicação de camada

uniforme em partículas que possuem forma irregular. De outro modo, para altos valores de distâncias de partição (2,5 ou 4 cm) uma baixa taxa de liberação foi observada devido a maiores espessuras de camada encapsulante obtidas.

Shelukar et al (2000) estudaram o recobrimento em um leito Wurster e demonstraram que a distribuição homogênea de recobrimento em um leito de partículas é primariamente definida por dois fatores: distribuição de recobrimento por passe e distribuição de tempo de circulação. Usando rastreamento magnético para medir a distribuição do tempo de circulação, e o número de passes feitos pelas partículas durante o processo de recobrimento eles quantificaram estes dois fatores. Aumentando a vazão de ar fluidizante e a distância de partição, o tempo de circulação das partículas diminui e a distribuição do tempo de circulação se torna mais estreita. Baixas vazões de ar e baixas distâncias de partição colaboram para a formação de zonas mortas que proporcionam uma distribuição de recobrimento no leito de partículas não homogênea.

De acordo com Ichikawa & Fukumori (1999) a colisão das partículas com a superfície interna do tubo interno promove impactos que tanto podem provocar a desintegração assim como a compactação da camada encapsulante nas partículas circulantes que passam através da zona de arraste. Deste modo, o controle destas forças de desintegração poderia levar, de igual modo, ao controle da forma e da distribuição de tamanho das partículas. Estes autores, estudaram o processo de granulação em leito de jorro com tubo interno e relataram que a aglomeração de partículas menores que 10 μm aumentou para comprimentos de tubo interno mais curtos, indicando que a menor superfície de contato implica em menores colisões que poderiam evitar a aglomeração, neste caso o objetivo do processo era aumentar o diâmetros das partículas por aglomeração. Entretanto estas partículas demonstraram menor compactação, superfícies mais rugosas e formas irregulares com o baixo comprimento de tubo interno.

2.4.3.2. Ampliação de escala (scale up)

A ampliação de escala constitui-se no aumento das dimensões do equipamento de modo que este possa atender aos critérios da produção industrial em larga escala. Rambali et al. (2003) que estudaram a ampliação de escala do processo de granulação em leito fluidizado, afirmam que dois sistemas são geometricamente similares quando a razão entre as dimensões lineares do menor e do maior é constante. Estes autores relatam que a melhor aproximação pode ser feita através da área do distribuidor de ar, de maneira a se possuir um perfil de fluidização similar nos leitos fluidizados. Isto irá resultar em uma velocidade de ar constante através do distribuidor, do mesmo modo a área do distribuidor é usada para a ampliação de escala da taxa de atomização.

He et al. (1997) estudaram a ampliação de escala do leito de jorro e modificaram as relações, para o leito fluidizado, propostas por Glicksman (1984) (*apud* He et al, 1997) para prover parâmetros de ampliação para leito de jorro. A partir da análise do balanço de forças das partículas na região anelar para o leito de jorro, dois parâmetros adimensionais: o ângulo de fricção interna e a porosidade do leito, foram adicionados às relações de escala enquanto os outros parâmetros permaneceram idênticos aqueles de Glicksman. Os grupos adimensionais propostos por estes autores são:

$$\frac{U^2}{gD_c}, \frac{U}{U_{mf}}, \frac{\rho_f}{\rho_s}, \frac{H}{d_p}, \frac{D_c}{d_p}, \phi_s, \phi, \varepsilon_0$$

U: velocidade do ar fluidizante;
U_{mf}: velocidade de fluidização mínima;
H: Altura do leito de partículas;
d_p: diâmetro da partícula;
D_c: diâmetro da coluna;
ρ_f: densidade do fluido;
ρ_p: densidade da partícula;
φ_s: esfericidade da partícula;
φ: ângulo de fricção;
ε₀: porosidade do leito de partículas.

Entre estas relações a razão U/U_{mf} substituiu o número de Reynolds por oferecer maior reprodutibilidade. Estes autores relatam que o ângulo de fricção interna e a esfericidade têm influência significativa na altura máxima de leito jorrável, na altura da fonte e no perfil de pressão longitudinal e afirma que as forças de interação partícula-partícula não podem ser ignoradas na ampliação de escala do leito de jorro.

2.5. Operação de recobrimento

De acordo com Teunou & Poncelet (2002) é sempre necessário otimizar o processo para melhorar a performance do recobrimento. No caso de recobrimento em leito fluidizado, a eficiência do processo depende fortemente de certos cuidados:

- O primeiro passo é descrever os objetivos da operação de recobrimento. Proteger a partícula, mascarar sabores, mudar a cor ou favorecer algum tipo de melhora nas propriedades funcionais ou aspectos comerciais. Esta etapa define o material encapsulante e o tipo de partícula;
- O segundo passo é determinar como as partículas serão usadas ou como o interior será liberado. Esta etapa define a forma, o tamanho, e a distribuição de tamanho das partículas;
- A etapa de formulação é crítica onde os ajustes devem ser encontrados entre a composição da solução encapsulante (material encapsulante, solvente e aditivos como plastificantes, estabilizadores, emulsificantes, colantes, etc), a legislação e a operação do processo. Testes preliminares de adesão são às vezes necessários para finalizar este estágio.

Desta forma as relações entre os objetivos, a natureza e as propriedades das partículas e solução encapsulante depois da formulação são determinantes no tipo de recobridor que será escolhido entre uma grande variedade.

Segundo Guignon et al. (2003), o recobrimento de partículas em um processo Wurster pode ser descrito em três etapas básicas:

- As partículas são aceleradas no interior do tubo como em um transporte pneumático. Um bocal atomizador situado logo abaixo libera as gotas de solução encapsulante na superfície das partículas. Durante sua ascensão central as partículas são molhadas e a secagem ocorre devido ao ar quente.
- Acima do tubo interno, o espaço oferecido às partículas é drasticamente aumentado. A velocidade do ar decresce e as partículas caem na região anelar. Nesta segunda região, o filme encapsulante deve estar seco o suficiente para evitar colagem e aglomeração.

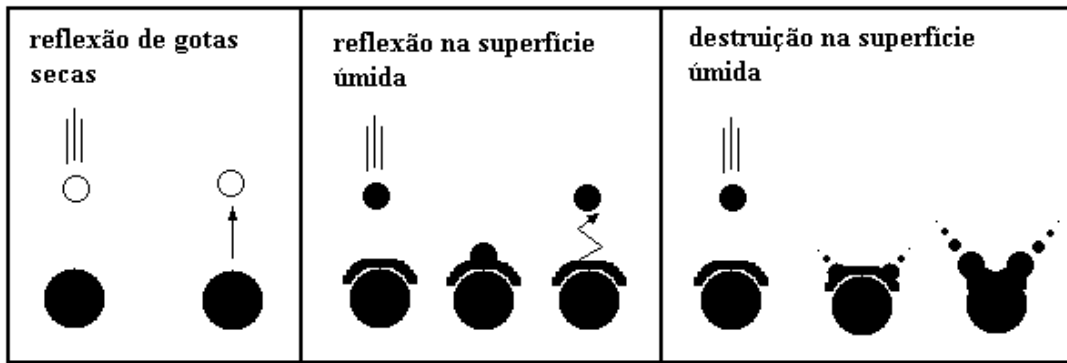
- Na parte mais baixa, na grade ou distribuidor, as partículas formam um leito denso, de onde elas são aspiradas para a primeira região (tubo interno) para um novo ciclo.

Estes autores relatam que a distância entre a grade e o tubo interno, isto é, a abertura de partição é um parâmetro de controle de duração dos ciclos, que é de poucos segundos. O recobrimento resulta de muitos ciclos (atomização e secagem) levando a uma camada encapsulante que pode ser mais ou menos homogênea.

Link & Schlunder (1997) desenvolveram um método que permite observação direta do mecanismo de crescimento da partícula tais como deposição das gotas, espalhamento, molhamento e secagem, através de um leito fluidizado clássico para recobrimento com a menor escala possível para o leito: uma única partícula. Estes autores dividiram a deposição de gotas nas partículas em dois passos: o transporte das gotas até a superfície da partícula coletora; e a adesão das gotas sobre a superfície da partícula coletora. Durante o primeiro passo, o impacto das gotas nas partículas coletoras é influenciado por um número de fatores, tais como velocidade e tamanho de ambas a gota e a partícula coletora. No que diz respeito à granulação e recobrimento em leito fluidizado, a probabilidade de adesão das gotas nas partículas é fortemente influenciada pelo processo de secagem que ocorre simultaneamente ao processo de molhamento. Secagem e molhamento determinam as características da superfície das gotas e partículas chamadas de conteúdo de umidade e morfologia de superfície. A figura 2.4 mostra um número de mecanismos que determinam se os impactos iniciais resultam em partículas parcialmente recobertas pelas gotas ou não. De acordo com a figura 2.4, novas partículas finas são formadas quando as gotas atomizadas secam-se antes do contato com as partículas, ou se o conteúdo de umidade da superfície da partícula é muito alto, para que a reflexão da gota ou destruição ocorra. Os mecanismos que levam ao crescimento da partícula são aglomeração de gotas já secas em partículas molhadas, coalescência de gotas em superfícies molhadas e espalhamento em superfície de partículas secas. Neste contexto, muito freqüentemente o termo técnico molhabilidade é usado para descrever a habilidade da gota de molhar a partícula e espalhar-se sobre a superfície. Aliada a influência na probabilidade de adesão, o mecanismo pelo qual as partículas são recobertas determina a morfologia da partícula resultante e, portanto as propriedades do produto final. Tal mecanismo é apenas um modelo para o que pode acontecer durante a colisão das gotas nas partículas. Até hoje não existem muitas investigações publicadas neste assunto e existe pouca compreensão dos fundamentos físicos que determinam o crescimento e a morfologia da partícula.

Panda et al (2001) também estudaram o processo de recobrimento de uma única partícula e analisaram a influência de parâmetros do processo, condições de secagem, velocidade de impacto e propriedades físicas das soluções atomizadas na cinética de granulação e na morfologia do produto final. Estes autores afirmam que com o aumento da velocidade da gota atomizada a taxa de deposição diminui, pois apenas poucas gotas de líquido colidem com as partículas fluidizadas. Este resultado é importante para modelar o comportamento de deposição da gota em um leito fluidizado. Uma modificação nas condições de secagem modifica a viscosidade e a tensão superficial da solução atomizada.

(a) mecanismo que leva a formação de novas partículas



(b) mecanismo que leva ao crescimento da partícula



Figura 2.5 - Mecanismo estabelecido para o crescimento da partícula (LINK & SCHLUNDER, 1997)

2.5.1. Aglomeração versus recobrimento

De acordo com Saleh et al. (2003) o crescimento de uma partícula pode ser governado principalmente por dois mecanismos: *aglomeração*, que resulta de adesão de partículas por formação de pontes de líquido ou sólidos entre elas. Este mecanismo leva a formação de partículas maiores no mínimo duas vezes maiores que as partículas iniciais, chamados de “aglomerados”; *recobrimento* que corresponde à deposição de um ingrediente em toda a superfície da partícula. Quando o objetivo do processo é aumentar o tamanho das partículas para melhorar o manejo ou mesmo para posterior recobrimento, a aglomeração por formação de pontes não é problema. Entretanto, Guignon et al. (2003) relatam que a aglomeração de partículas é um grande problema quando se deseja recobrimento por formação de camadas. Estes autores consideram que três fatores estão associados ao recobrimento de partículas sem aglomeração estudando o recobrimento em um leito fluidizado Wurster:

- O tamanho da partícula e a densidade aparente do leito para estimar a vazão de ar total disponível para uma circulação regular das partículas no equipamento;
- Propriedades de adesão (tensão superficial e viscosidade) para cada par partícula-encapsulante, área específica das partículas, adesividade do encapsulante e a temperatura de secagem do processo quando se deseja determinar a vazão de líquido atomizada.

- E a estrutura do encapsulante (cristalina ou amorfa) e rugosidade da superfície para se conhecer as características adesivas do recobrimento seco.

Estes autores afirmam que o resultado da abordagem destes três aspectos em partículas modelo e soluções encapsulantes devem ser transportados para produtos reais com propriedades físico-químicas similares para se determinar condições ótimas de operação e evitar a aglomeração.

Yuasa et al. (1997, 1999) estudaram a supressão da aglomeração no recobrimento em leito fluidizado através da adição de várias quantidades de NaCl na solução aquosa atomizante e afirmaram que a aglomeração também é afetada pela viscosidade da solução encapsulante. A temperatura do ar de entrada causa a condensação da solução devido à evaporação de solvente durante o processo resultando no aumento da concentração de NaCl e na redução da viscosidade da fase líquida, explicando a redução da aglomeração. Neste trabalho estes autores afirmam que de acordo com Fukumori et al. (1993) a supressão da aglomeração pode ocorrer devido à rugosidade da superfície das partículas recobertas que pode ser resultado da presença dos cristais de NaCl na camada polimérica. Entretanto tal rugosidade também está presente em superfícies poliméricas sem a presença de NaCl, ocorrendo também nestes casos, aglomeração. Estes resultados sugerem para estes autores que a supressão da aglomeração é resultado de algum outro fator, e não a rugosidade da superfície.

Dewettink et al. (1998) que estudaram o recobrimento em leito fluidizado com atomização de topo, relatam que a aglomeração ocorre drasticamente quando uma taxa de atomização crítica é excedida. As soluções de encapsulante de baixa e alta viscosidade que eles utilizaram possuíam características encapsulantes semelhantes e mesma tendência à formação de aglomerados, e levaram estes autores a concluir que a aglomeração é governada principalmente pelas *propriedades úmidas do filme* e não pelas propriedades da solução, como a viscosidade, etc.

Heng et al (1996) estudaram a relação entre a porcentagem de agregados formados durante o processo Wurster de recobrimento e a força de adesão, viscosidade e o ponto de amolecimento (T_g) de formulações para recobrimento que eles utilizaram. De acordo com os resultados destes autores, a aglomeração está correlacionada linearmente com a força de adesão e correlacionada de uma maneira não linear com a viscosidade e as formulações do recobrimento. A incorporação de plastificantes nas formulações reduziu a porcentagem de agregados através da redução de forças de adesão e viscosidade.

Maa et al. (1996) estudaram o recobrimento de lactose particulada e afirmam que uma outra maneira de reduzir a aglomeração é aumentar a pressão de atomização e diminuir a vazão de líquido. O aumento da pressão reduz o tamanho das gotas e aumenta a inércia das partículas escoando através do tubo. Porém mesmo pequenas quantidades de gotas grossas podem levar a aglomeração. Quanto maior a relação partícula/gota, menor será a aglomeração.

2.5.2. Gás Fluidizante

Guignon et al. (2003) relatam que para obter uma distribuição uniforme de recobrimento em todas as partículas e uma subsequente secagem sem aglomeração, as partículas têm que se mover periodicamente em todas as partes da coluna. Quando a distância de partição é fixa, o movimento cíclico das partículas pode ser controlado pela vazão de ar. Para haver transporte pneumático das partículas no tubo interno a velocidade do ar no tubo precisa exceder a *velocidade terminal* da partícula (u_t). A velocidade terminal da partícula deve ser determinada para se calcular a velocidade de

ar no tubo e a vazão de ar total para se aplicar a dadas partículas. Estes autores afirmam que para uma boa circulação em todo o reator, a velocidade do ar no tubo deve ser no mínimo duas vezes maior que a correspondente velocidade terminal da partícula.

Liu & Litster (1993) afirmam que o aumento da velocidade do *ar fluidizante* tem dois efeitos: o primeiro é que a taxa de circulação da partícula aumenta com o aumento da velocidade do ar, isto reduz o tempo de residência das partículas na região anelar e conseqüentemente reduz a possibilidade de as partículas colarem-se nesta região; O segundo é que qualquer aglomerado de partículas formado pode ser rompido mais facilmente no jorro a altas velocidades devido ao atrito.

Kage et al. (2003), estudando recobrimento em um leito fluidizado circulante mostram que a eficiência de recobrimento pode diminuir com o aumento da velocidade de ar, pois a camada de encapsulante formada pode ser retirada devido ao movimento violento da partícula, além disso, a rápida secagem das gotas de encapsulante atomizadas devido à alta velocidade do ar dificulta a adesão destas gotas na superfície das partículas. Quando estes autores estudaram diferentes combinações de vazões de ar alimentadas através do distribuidor de ar e através do atomizador simultaneamente, eles concluíram que a velocidade do gás alimentado pelo atomizador influencia muito mais fortemente na eficiência de recobrimento que o gás fluidizante, mesmo quando a mesma soma total de ar é alimentada ao leito fluidizado circulante.

Tzika et al. (2003), recobrimdo partículas fertilizantes relataram que a velocidades de ar fluidizante muito baixas o padrão de escoamento das partículas não é uniforme e a frequência com que elas entram na zona de recobrimento é menor reduzindo significativamente a eficiência de recobrimento. A baixa uniformidade e espessura da camada polimérica formada eram comprovadas por altas taxas de liberação de fertilizante. Por outro lado a velocidades elevadas de ar fluidizante, o tempo de residência das partículas na zona de recobrimento é reduzido, e em adição, as colisões freqüentes entre os grãos resultam em atrito que deteriora a qualidade do recobrimento polimérico.

2.5.3. Temperatura do gás fluidizante

A temperatura do ar fluidizante tem imediata influência na secagem das gotas atomizadas. Teunou & Poncelet (2002) afirmam que quando as gotas são espalhadas sobre a superfície das partículas, a secagem do recobrimento deve ocorrer em um tempo menor ou igual ao tempo de residência das partículas na zona de arraste para estas não se agregarem na zona anelar. Ichikawa & Fukumori (1999) relatam que a temperatura do ar de fluidização tem efeito sobre o amolecimento do polímero usado como encapsulante, aumentando a viscosidade do polímero e colaborando para o surgimento de aglomerados. Quando a temperatura do ar fluidizante excede a esta *temperatura de amolecimento* (T_g) do polímero, a aglomeração pode ocorrer mais rapidamente quanto maior for a temperatura do ar fluidizante. De outro modo, a aglomeração pode ser evitada quando T_g for maior que a temperatura do ar de entrada, entretanto uma T_g excessivamente alta em relação à temperatura do ar de entrada, pode levar a uma deformação insuficiente do polímero resultando em uma fraca adesão do material atomizado sobre as partículas. Como resultado a aglomeração pode ser baixa. Portanto um plastificante pode ser adicionado ao material encapsulante para ajustar T_g a uma temperatura levemente maior que a temperatura do ar fluidizante de entrada.

Jono et al (2000) relatam que quando a T_g é maior que a temperatura do ar de entrada, o polímero exibe um baixo grau de aglomeração no recobrimento devido a sua baixa formabilidade de filme e conseqüentemente a sua baixa força colante. Para estes

autores o processo de secagem/recobrimento das partículas tem que ser separado do processo de formação de filme para evitar aglomeração de partículas, principalmente partículas finas. Estes autores afirmam que quando os dois processos ocorrem simultaneamente, a aglomeração de partículas muito pequenas não pode ser evitada.

2.5.4. Injeção de suspensão e recobrimento

No processo *Wurster* a suspensão é injetada na zona de arraste, limitada pelo tubo interno, caracterizando a zona de arraste também como *zona de recobrimento*. A atomização é possível através de um dispositivo denominado bocal atomizador (nozzle). De acordo com Maa et al. (1996) a vazão volumétrica do ar de secagem, do ar atomizante, e do líquido alimentado juntamente com a temperatura do ar de secagem são as variáveis de operação básicas em um processo de recobrimento. A vazão de líquido, quando afeta o padrão de escoamento das partículas pode ser reduzida como forma de evitar a instabilidade do leito quando este possui tubo interno pequeno (ICHIKAWA & FUKUMORI, 1999).

De acordo com Tzika et al. (2003) cada substrato empregado em recobrimento tem sua taxa de atomização ótima para recobrimento que depende principalmente: (i) da evaporação do solvente nas duas fases (ar e polímero); (ii) da temperatura de formação de filme do polímero encapsulante; (iii) e do tempo de residência da partícula na zona de recobrimento. Estes autores, recobrando fertilizantes estudaram o efeito da taxa de atomização do polímero na espessura e qualidade do recobrimento, em seus resultados eles observam que a variação da taxa de atomização do polímero não afeta significativamente a *espessura* da camada polimérica formada, entretanto a *qualidade* do recobrimento é relativamente afetada pela taxa de atomização. Quando altas vazões de encapsulante eram aplicadas, o recobrimento obtido era muito poroso, o que levava a alta liberação dos fertilizantes recobertos. Quando médias taxas de atomização eram empregadas o recobrimento produzido foi consideravelmente denso resultando em taxas mais lentas de liberação. Quando baixas taxas de atomização eram empregadas, os recobrimentos exibiram alta porosidade próxima a superfície do grão, tal porosidade proporcionava alta liberação de fertilizante. A qualidade da camada polimérica também é afetada por outros parâmetros de operação, tais como a velocidade do ar fluidizante, e a distância de partição do tubo interno. Estes autores afirmam que quando o valor destes parâmetros é muito alto ou muito baixo a camada polimérica exibe sérios defeitos. Porém, pela seleção de valores intermediários destes parâmetros, a qualidade do recobrimento pode ser muito alta.

Pissinatti & Oliveira (2003) estudaram a viabilidade do leito de jorro para a aplicação de recobrimento de resistência gástrica em partículas de gelatina e analisaram em microscópio de varredura eletrônica, o tamanho e número de irregularidades como forma de avaliar a uniformidade do recobrimento. Estes autores relatam que a uniformidade do recobrimento aumentava com o aumento da razão entre vazão mássica de encapsulante e vazão mássica de gás fluidizante (W_s/W_g). Uma melhor qualidade de recobrimento foi observada por longos períodos de tempo de operação. O tempo de secagem das gotas aderidas a superfície da partícula também era maior quando altas razões W_s/W_g eram utilizadas, deste modo a gota tinha tempo suficiente para se espalhar na superfície da cápsula facilitando a uniformidade e homogeneização do filme. A dependência entre a uniformidade do filme e o tempo de operação pode ser explicado pelo número de vezes que a partícula passa através da zona de recobrimento que é alto para grandes períodos de tempo.

Wesdyk et al (1992) estudaram os efeitos de parâmetros de processo e do modo de atomização na variação da espessura do filme de recobrimento para uma distribuição e faixa fixa de partículas. Três tipos de atomização foram estudados: de topo, tangencial e de fundo. Estes autores relatam que apenas as partículas recobertas com atomização tangencial e de topo mostraram espessura uniforme de filme com relação ao tamanho da partícula. Para a atomização de fundo, partículas maiores mostraram filmes mais finos comparados a partículas menores. Estes autores afirmam em seu estudo anterior que a variação de espessura observada com atomização de fundo é consequência de dois fatores principais: segregação das partículas levando a diferenças no tempo de ciclo para a zona de recobrimento, e diferenças de velocidade de partículas através da zona de recobrimento.

2.6. Conclusão da revisão bibliográfica

A partir da revisão da literatura pode-se observar uma extensa relação entre propriedades e parâmetros do processo de recobrimento. A relação entre estes parâmetros é brevemente resumida neste tópico e comentada em relação aos objetivos básicos do processo.

A liberação controlada é uma das aplicações mais importantes do recobrimento, esta tem aplicação, entre outras, no setor agrário porque evita a lixiviação de fertilizantes durante as irrigações que contaminam águas subterrâneas. A liberação controlada pode ocorrer por difusão através da camada polimérica ou por fissuras e poros presentes na camada podendo assim ser regulada principalmente, pela espessura da camada encapsulante. A estimativa precisa da taxa de liberação pode ser feita a partir de modelos matemáticos que contém informações sobre as propriedades do princípio ativo (fase interna) e materiais encapsulantes. A distribuição uniforme de partículas é mencionada como uma importante consideração na estimativa adequada da taxa de liberação, pois uma vez que a distribuição de tamanho de partículas recobertas tende a manter a distribuição original a espessura da camada encapsulante formada pode ser similar em todas as partículas. As propriedades dos materiais encapsulantes também afetam a taxa de liberação assim como a estabilidade do processo. Características como porosidade e fissuras presentes no recobrimento podem ser modificadas pela adição de compostos colantes ou plastificantes que elevam as propriedades funcionais do filme. Entretanto, a adição de compostos colantes pode aumentar a viscosidade e contribuir para um grande problema encontrado no processo de recobrimento, a aglomeração.

A redução da aglomeração pode ser possibilitada pela adição de compostos que reduzem a viscosidade do encapsulante. A incorporação de colantes e plastificantes neste caso pode reduzir as forças de adesão, mas isto depende da natureza destas substâncias. A secagem do recobrimento quando este é aderido à superfície das partículas é outro fator que pode contribuir para a redução da aglomeração. A secagem pode ocorrer na zona de arraste ou na zona anelar de um leito de jorro ou leito fluidizado Wurster, como consequência da aeração distribuída entre as duas zonas principais, características destes dois tipos de processo; neste caso a redução da aglomeração é favorecida pelo ajuste da temperatura do ar fluidizante que deve ser levemente superior à temperatura de transição vítrea do polímero para tanto evitar a aglomeração quanto não limitar a adesividade do material encapsulante. A temperatura de transição vítrea também pode ser modificada com aditivos para esta finalidade.

Como descrito, a aglomeração não é governada pelas propriedades da solução encapsulante isoladamente, como a viscosidade, mas sim pela propriedade que caracteriza a interação entre o leito de partículas e encapsulante, isto é, a viscosidade

pode mudar em função do atrito entre as partículas. Por isso, a freqüente necessidade de aditivos ao material encapsulante para melhorar as características do filme e evitar a aglomeração torna importante o ajuste inicial das propriedades do encapsulante que levam a boa formabilidade de filme e posterior determinação das condições que levam a aderência eficiente do encapsulante nas partículas e secagem do filme durante o processo. O ajuste das propriedades do encapsulante depende de seu comportamento durante o processo.

A secagem também pode ser favorecida pelo aumento da pressão de atomização, pois o aumento de pressão reduz o tamanho das gotas atomizadas e facilita sua secagem quando estas são aderidas na superfície das partículas. A temperatura do ar fluidizante também define o nível de porosidade obtido no recobrimento, devido à taxa de secagem do solvente na gota quando esta é aderida à superfície das partículas. A vazão do ar fluidizante também colabora para a secagem do recobrimento e redução da aglomeração. Esta redução de aglomeração pode ocorrer principalmente devido ao nível de agitação das partículas na fluidização. A agitação das partículas promove quebras de pontes de líquido, assim uma velocidade de ar fluidizante ideal deve proporcionar uma boa circulação e agitação das partículas e evitar a aglomeração sem danificar a qualidade do filme nas partículas. A presença de um tubo interno no leito de jorro reduz com vantagem a velocidade mínima necessária para se jorrar as partículas. A redução da velocidade mínima também ocorre no leito fluidizado Wurster. A presença do tubo interno influencia o padrão de escoamento das partículas e também afeta as características do filme nas partículas. O impacto das partículas com a superfície interna do tubo promove a quebra de pontes de líquido ou sólido entre estas, evitando aglomeração e ainda promovendo compactação do recobrimento aderido à superfície colaborando para superfícies mais lisas e sem fissuras visíveis. Estas características, como mencionado anteriormente, afetam a liberação controlada. A abertura de partição é outro importante fator que influencia a taxa de liberação de drogas, pois uma vez que aberturas de partição mais elevadas aumentam a quantidade de partículas na zona de recobrimento, estas promovem o maior aproveitamento das gotas de líquido atomizadas que produz espessuras de filme maiores elevando o tempo de liberação. O maior comprimento do tubo aumenta a eficiência de compactação. O comprimento do tubo interno também implica na determinação de novas condições de processo devido à resistência ao escoamento do ar fluidizante que este oferece.

Desta forma, todos os parâmetros que estão relacionados à interação entre as dimensões do equipamento e partículas assim como as condições de operação estão intimamente relacionadas afetando as características do produto final quanto a sua aplicação específica, mais precisamente a liberação controlada. Como se pode observar a compreensão destas relações passa ainda por um controle adequado de parâmetros e condições que evitam a aglomeração. A relação entre estes parâmetros é tal, que o ajuste de uma condição para melhorar a eficiência do processo pode contribuir para o surgimento de outro problema. Pode-se concluir a princípio, que os critérios fluidodinâmicos que o padrão de escoamento das partículas deve possuir para suprimir a aglomeração podem ser separados dos critérios associados à propriedade do encapsulante para este mesmo objetivo. Por exemplo, a agitação das partículas pode promover desagregação, porém quanto maior a viscosidade do encapsulante, maior a agitação necessária para promover esta desagregação, entretanto, a viscosidade do encapsulante é função da temperatura do processo, tal temperatura promove a secagem do filme aderido, logo a agregação pode ser controlada pela vazão de encapsulante sem a necessária elevação da agitação. Assim os critérios fluidodinâmicos são separados dos critérios para as propriedades do encapsulante.

Deste modo, o objetivo deste trabalho será determinar as condições de operação que visam atender aos critérios estabelecidos para um processo de recobrimento sem aglomeração, tendo sido de necessidade elementar o agrupamento de informações da literatura que tratam da relação entre estes fatores e a liberação controlada de modo a direcionar adequadamente a determinação destas condições.

Estas condições de operação serão determinadas a partir de equações que visam reunir todos os requisitos que o padrão de escoamento das partículas deve possuir para que o processo tenha alta eficiência. De um modo geral a aglomeração pode ser evitada pela seleção de valores adequados de vazão e temperatura de gás fluidizante que promovem agitação e redução da viscosidade do material encapsulante e ainda pela determinação de uma vazão limite de líquido encapsulante. A temperatura do ar selecionada é função das propriedades do encapsulante, a vazão de ar fluidizante é função das propriedades das partículas e a vazão de líquido é função destas condições do processo. O aproveitamento das gotas atomizadas passa pela determinação da abertura de partição mais adequada. A abertura de partição está associada ao controle dos ciclos de recobrimento, isto é, a maior distância de partição acelera a circulação das partículas, sendo assim a máxima distância de partição permite que todo o leito passe pela zona de recobrimento mais rapidamente, proporcionando o recobrimento mais rápido de todas as partículas, reduzindo o tempo de operação. Estas equações serão elaboradas a partir de um estado de referência para as condições fluidodinâmicas mais adequadas, que serão testadas em experimentos de recobrimento.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Para atingir os objetivos específicos deste trabalho, que se constituem em avaliar as condições fluidodinâmicas adequadas para o recobrimento de partículas sólidas em leito de jorro e, considerando que a instalação disponível no laboratório é limitada não permitindo instalação de dispositivos que permitam efetuar o estudo pretendido, foi elaborado um plano de atividades que se constituiu em:

Fase 1

- montagem da instalação experimental existente no laboratório;
- elaboração de ensaios fluidodinâmicos e de recobrimento nesta instalação;

Fase 2

- desenvolvimento de equipamento para recobrimento, com base nos resultados da fase 1;
- ensaios fluidodinâmicos e de recobrimento para avaliação das condições de operação no equipamento desenvolvido.

Para tanto, foram utilizados o material e os métodos que são apresentados a seguir.

3.1. Material

3.1.1. Partículas

Foram utilizados três materiais particulados: partículas de polietileno de baixa densidade PEBD ($d_p = 3,75 \text{ mm}$; $\rho_s = 2,48 \text{ g/cm}^3$); grãos de *Chenopodium quinoa* ($d_p = 1,25 \text{ mm}$; $\rho_s = 0,98 \text{ g/cm}^3$) e grãos de *Bolinas bollium bollium* (sagu) ($d_p = 3,55 \text{ mm}$; $\rho_s = 1,69 \text{ g/cm}^3$). Todas as partículas têm esfericidade próxima de 1,0. Estas partículas, além de apresentarem tamanhos e densidades distintos, apresentam características de superfície também diferentes; se bem que, neste estudo, o efeito da superfície não foi avaliado.

3.1.2. Agentes encapsulantes

Como agentes encapsulantes foram utilizados: maltodextrina (DE 20) fornecida pela Corn Products Brasil e amido modificado Capsul[®], fornecido pela IFF Essências e Fragrâncias. A escolha destes agentes encapsulantes foi baseada em estudos anteriores sobre encapsulamento de diferentes materiais (ALBUQUERQUE, 2002; SILVA, 1999). Segundo esses autores, a suspensão formada com estes agentes encapsulantes apresenta características adequadas para o recobrimento de partículas sólidas: retenção de fase ativa e adesividade.

A suspensão encapsulante utilizada nos experimentos da fase 1 foi preparada com 17% de maltodextrina (DE 20), 5% de Capsul[®] e 78% de água; a suspensão encapsulante utilizada nos experimentos da fase 2 foi preparada com 31% de maltodextrina (DE20), 9% de Capsul[®] e 60% de água. A dissolução dos agentes encapsulantes na água foi feita a 80°C, após o que a mistura permaneceu em repouso por 12 horas para hidratação da matriz (CHUMPITAZ,1995). A diferença de concentração foi utilizada porque nos experimentos da fase 1 o material encapsulante não pode ser pulverizado como foi possível na fase 2. Dez gotas do indicador verde de bromocresol foram adicionadas à suspensão para melhor visualização do recobrimento.

3.2. Instalação experimental básica

A instalação experimental evoluiu durante o estudo em função dos objetivos pretendidos. Será apresentada, inicialmente, a instalação experimental que serviu de base para o desenvolvimento deste trabalho.

Ela consiste de um leito de jorro constituído de duas colunas cilíndricas, de acrílico transparente, de 0,084m de diâmetro interno e 0,50 m de altura cada uma, possibilitando variar a altura total da coluna de 0,5 a 1 m.

A parte inferior se constitui de uma base de metal cônico-cilíndrica de diâmetro variando de 0,08 a 0,02 m. Uma tela de aço de 20 mesh, disposta na parte inferior desta peça, suporta as partículas sólidas utilizadas no estudo. Na base desta peça é introduzido um tubo de 1/8 de polegada de diâmetro que permite a alimentação da suspensão encapsulante nos ensaios de recobrimento da fase 1.

A parte superior do leito se constitui em uma peça similar à da base à qual é acoplado um ciclone para a captura de partículas que são eventualmente arrastadas pela corrente de ar.

Conforme apresentado na Figura 3.1, este equipamento permite o desenvolvimento de ensaios em diferentes configurações, dependendo do arranjo das peças. As características destas configurações estão em acordo com a literatura (MATHUR & EPSTEIN, 1974; TEUNOU & PONCELET, 2002):

- o leito de jorro convencional (LJ) é a configuração mais simples e está representada na Figura 3.1.(b);

- o leito de jorro com tubo interno (LJT) é a configuração indicada pela Figura 3.1.(c);

- o leito fluidizado Wurster, (LFW) está representado pela Figura 3.1 (d).

Nesta última configuração, o leito fluidizado fica acima da junção 2 indicada na Figura 3.1 (a) porque, neste caso, é necessário garantir uma distribuição homogênea de ar na base do distribuidor. O distribuidor utilizado para a configuração LFW foi construído com tela e lâminas metálicas, cuja perfuração deve permitir que 40% da vazão de ar passe pela zona anelar e 60% passe pela zona de arraste, permitindo alguma aeração na zona anelar para agitação e secagem das partículas.

O suprimento de ar para esta instalação foi feito por um compressor radial centrífugo de 4 HP o qual foi conectado à coluna através de uma tubulação de 0,025 m. A vazão de ar foi medida através de rotâmetros calibrados instalados na tubulação que liga o compressor à coluna, como mostra a Figura 3.2.

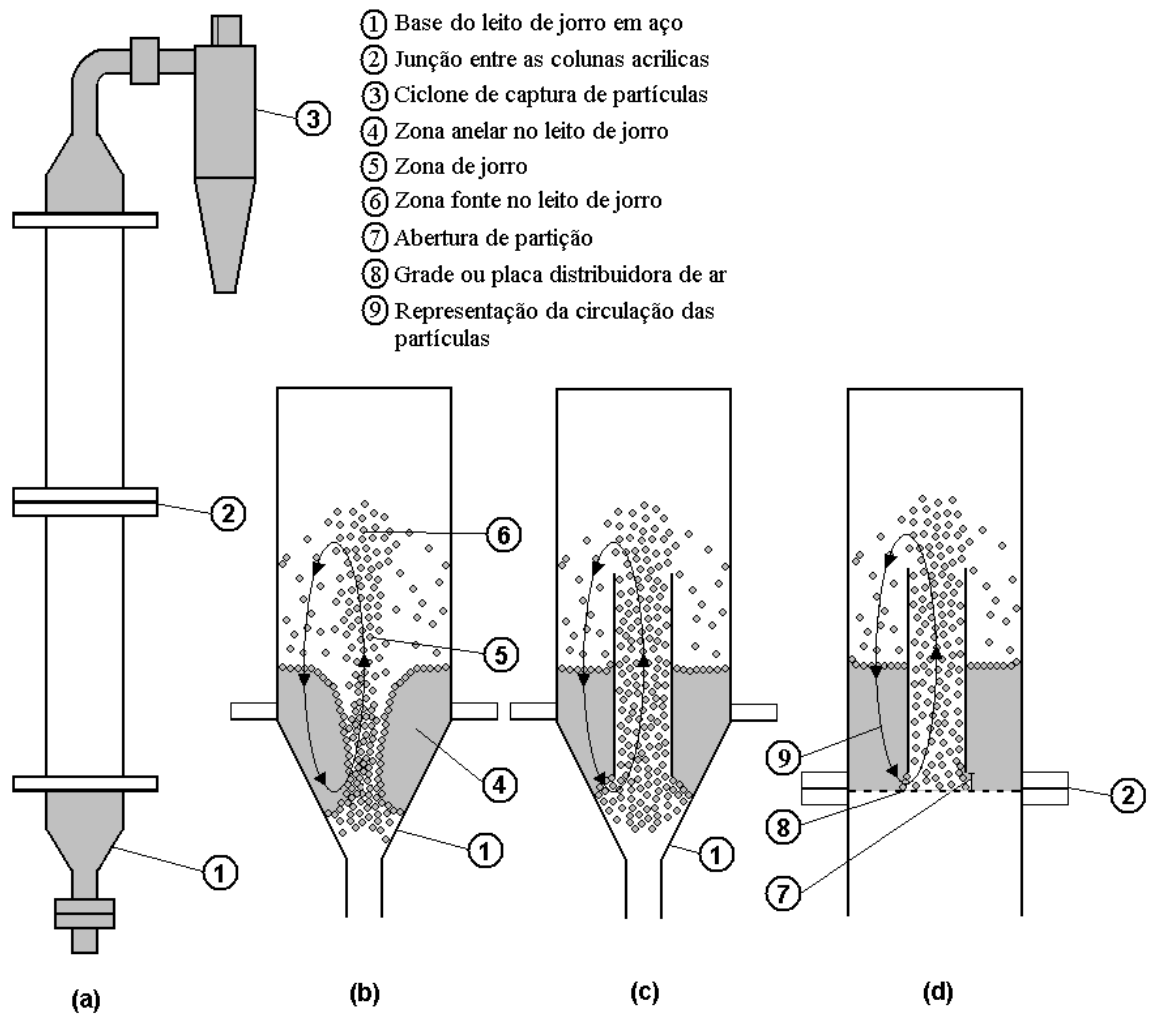


Figura 3.1- Esquema das diferentes configurações do equipamento básico utilizado neste estudo: (a) estrutura básica, (b) Leito de jorro convencional; (c) Leito de jorro com tubo interno; (d) Leito fluidizado tipo Wurster implementado na junção entre as colunas acrílicas.

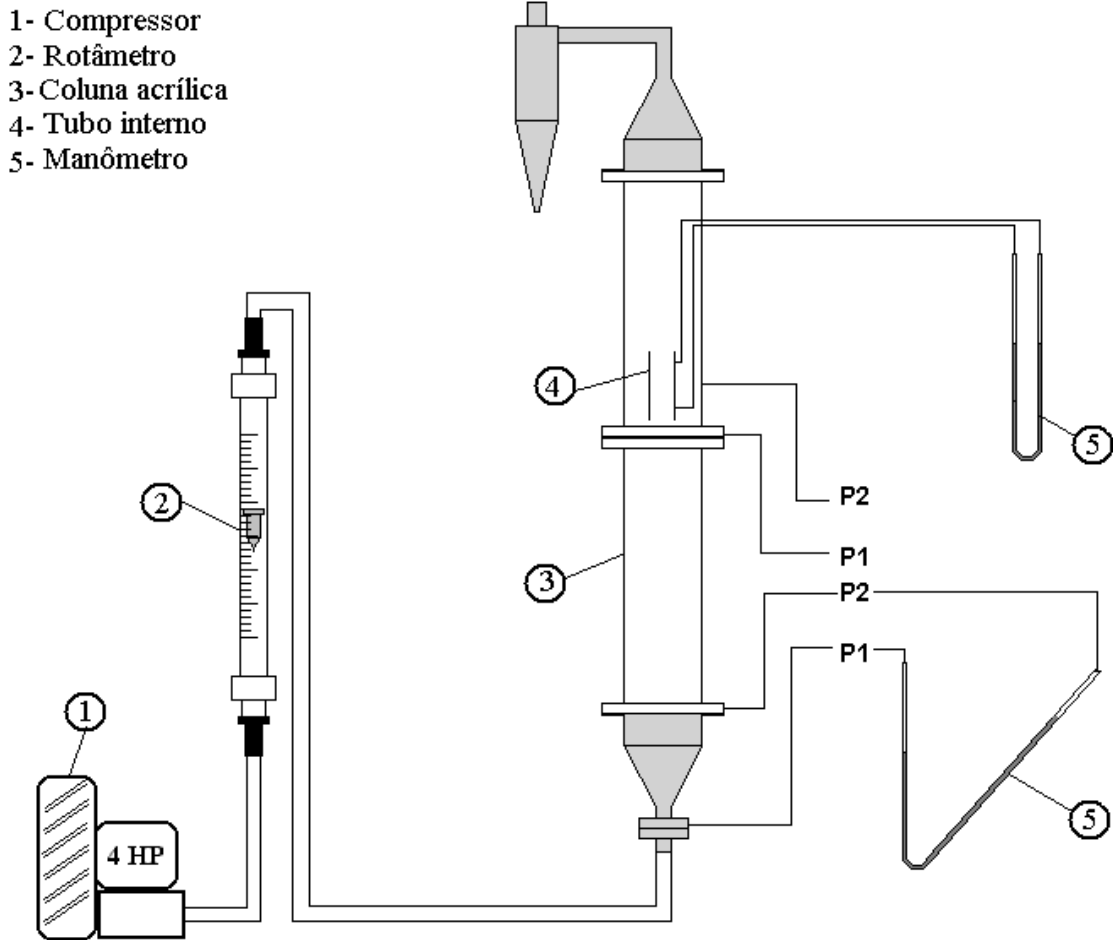


Figura 3.2 - Representação da instalação experimental utilizada para os estudos da fase I.

3.3. Metodologia Experimental

Conforme indicado anteriormente, o presente estudo dividiu-se em duas fases; a primeira serviu de base para que a segunda pudesse ser desenvolvida. Os ensaios realizados na fase 1, forneceram informações necessárias para a fase 2, que se constituiu no desenvolvimento de um equipamento para o recobrimento de partículas sólidas, considerando os fatores que indicaram afetar o recobrimento e no teste dos critérios estabelecidos na fase 1.

3.3.1- Estudos fluidodinâmicos – fase I

De acordo com a literatura (RB, item 2.5.1) a aglomeração das partículas no leito de jorro e fluidizado é fator crítico na operação de recobrimento e é intimamente dependente da vazão da suspensão encapsulante. Mesmo que haja a necessidade de uma vazão de encapsulante adequada, existem características que o leito de partículas em fluidização ou jorro deve possuir para superar o problema da aglomeração; uma delas é a agitação das partículas do leito - um requisito associado à movimentação das

partículas. Assim os estudos da fase 1 foram realizados na instalação experimental básica para avaliar os fatores que interferem no padrão de escoamento das partículas durante a operação de recobrimento. Os resultados obtidos nesta etapa – estudos fluidodinâmicos (fase 1), serviram para a formulação dos princípios que foram aplicados no projeto e na construção de um **recobridor**.

3.3.1.1. Análise da instalação básica em suas diferentes configurações

Quando o gás entra pelo orifício da base cônica do leito de jorro este se distribui entre a zona de jorro ou arraste e a zona anelar provocando a circulação das partículas (Figura 3.1 b).

A aeração da zona anelar é um importante fator que contribui para evitar a aglomeração das partículas nesta zona e favorece a secagem do material particulado ou do filme aderido sobre a superfície das partículas.

Considerando que a aeração na zona anelar pode ser sinalizada pela variação da pressão estática do gás nesta zona, foram feitos experimentos fluidodinâmicos para avaliar a relação existente entre a variação da pressão do gás na zona anelar e a aeração na mesma região. A avaliação destas relações foi feita a partir de *curvas de aeração* que mostram a variação de pressão na zona anelar em função da variação de vazão de gás fluidizante. Uma tomada de pressão localizada a uma profundidade de 1cm da superfície do leito de partículas quando em repouso, permite obter a variação da pressão do gás em função da vazão nas três configurações: jorro convencional (LJ), jorro com tubo interno (LJT) e leito fluidizado Wurster (LFW); a medida da variação da pressão foi feita em um manômetro de tubo inclinado como mostra a Figura 3.2.

Para verificar a capacidade da agitação das partículas em superar a aglomeração das mesmas, foram feitos ensaios de recobrimento com material encapsulante. O objetivo foi identificar a configuração que apresenta menor tendência à agregação das partículas. A estabilidade foi avaliada qualitativamente mediante a observação do comportamento do leito frente à vazão de encapsulante. Durante a implementação da instalação experimental, alguns testes foram realizados com o leito de partículas e o equipamento em diferentes configurações. Um padrão de escoamento das partículas foi obtido e é descrito no tópico a seguir.

3.3.1.2. Estado jorro-fluidizado (EJF)

O Estado jorro-fluidizado, desenvolvido neste trabalho, é definido como um estado em que ocorre jorro na zona de arraste e fluidização na zona anelar.

Conforme indicado anteriormente, em um leito fluidizado Wurster, o distribuidor de ar é projetado de modo a dividir a vazão e permitir que uma fração maior do ar da alimentação passe pela zona de arraste forçando o jorro das partículas através desta zona, e uma fração menor de ar passe pela zona anelar para secagem do filme durante o recobrimento.

Com o objetivo de verificar se, com outro tipo de distribuidor, era possível alcançar o mesmo padrão de escoamento proporcionado pelo distribuidor particionado, na mesma instalação (Figura 3.1d) foi conduzido uma série de experimentos qualitativos com um distribuidor de tela não particionado e tubo interno.

Para este ensaio foram utilizadas partículas de *Chenopodium quinoa* e o tubo interno foi localizado na mesma posição estabelecida para o funcionamento adequado do leito tipo Wurster.

Observou-se que, mesmo a uma vazão crescente de ar, a formação do jorro através da zona de arraste não ocorria, mas apenas a fluidização intensa das partículas na zona de arraste e na zona anelar.

A presença do tubo interno no leito fluidizado é análoga à presença de um objeto em um líquido borbulhante; o tubo, somente, não provoca a circulação diferenciada das partículas quando o distribuidor de ar tem perfuração homogênea. Desta forma, nesta configuração, a formação do jorro não se deve à simples presença do tubo interno; é necessário que a distribuição do ar seja particionada, isto é, que o distribuidor de ar seja particionado.

Verificou-se que o leito pode ser previamente preparado antes da fluidização de modo a se obter o padrão de escoamento semelhante ao do leito fluidizado Wurster, com circulação uniforme de partículas, conforme apresentado a seguir.

3.3.1.3. Procedimento para o estabelecimento do *estado jorro-fluidizado (EJF)*

Neste procedimento, a operação inicia-se com o tubo interno tocando o distribuidor de ar, ou seja, com distância de partição zero e carregamento de partículas somente na zona anelar. Nesta condição, toda a vazão de ar escoava apenas pela zona de arraste.

Dando seqüência, o tubo interno é gradativamente elevado, permitindo que partículas passem pela abertura de partição para a zona de arraste – assim forma-se o jorro que inicialmente apresenta-se diluído e com a altura da fonte elevada. À medida que o tubo interno vai sendo elevado, isto é, que a abertura de partição é aumentada, o jorro torna-se mais concentrado e a altura da fonte diminui.

Com a entrada de uma quantidade maior de partículas na zona de arraste, a resistência ao escoamento do ar por esta zona aumenta, fazendo com que uma fração do gás fluidizante retorne gradativamente a zona anelar. Quando uma determinada abertura limite de partição é atingida, o ar que entra para a zona anelar faz com que as partículas nesta zona fluidizem simultaneamente a um jorro estabelecido na zona de arraste, caracterizando o que, neste trabalho, é chamado de *estado jorro-fluidizado (EJF)* como esquematizado na Figura 3.3 (c).

Quando o tubo é elevado acima da abertura de partição limite, a concentração de partículas na zona de arraste parece exceder a máxima concentração que este padrão de escoamento pode tolerar. O excesso de partículas na zona de arraste provoca colapso no jorro e estagnação de uma fração do leito nesta zona de arraste. Nesta situação o padrão de escoamento do ar se inverte passando preferencialmente pela zona anelar do leito fluidizando-a intensamente.

O EJF é, assim, o estado logo anterior ao colapso do jorro que, neste estudo foi claramente visível devido à transparência da coluna acrílica utilizada. Este estado é similar à dinâmica descrita na literatura (RB item 2.4.1), porém neste caso há a presença do tubo interno.

Através dos esquemas apresentados nas Figuras 3.3 a, b e c, pode-se compreender o procedimento para se atingir o EJF e o seu colapso.

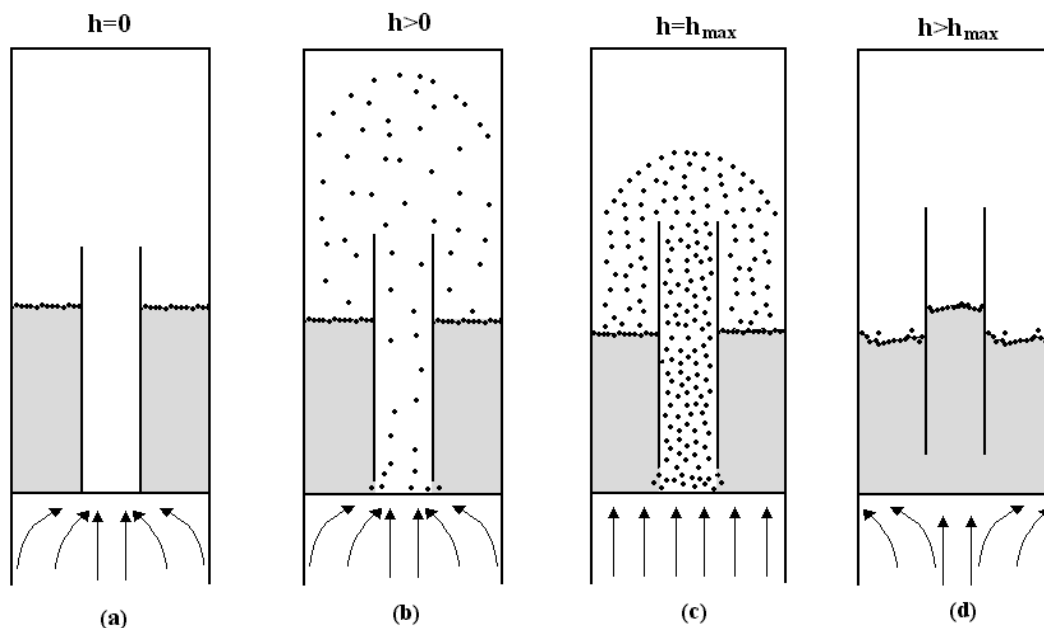


Figura 3.3- Representação das fases do procedimento utilizado para alcançar o estado jorro-fluidizado; (a) o tubo interno toca o distribuidor; (b) o tubo interno é lentamente elevado; (c) estado jorro-fluidizado (EJF); (d) colapso do EJF.

Algumas características do EJF receberam atenção, pois parecem invocar requisitos importantes que a fluidização, ou mais precisamente, que o padrão de escoamento das partículas deve possuir para que um processo de recobrimento seja bem sucedido.

Em primeiro lugar, o jorro das partículas é estável, isto é, não é pulsante, o que garante a entrada e saída de todas as partículas que entram na zona de recobrimento proporcionando uma circulação ordenada de todas as partículas do leito; em um jorro pulsante algumas partículas retornam a zona de arraste, levando a uma circulação desordenada de partículas.

Em segundo lugar, a concentração de partículas na zona de arraste proporcionada pela abertura de partição máxima pode ser adequada por oferecer, aparentemente uma dispersão de partículas que melhor aproveita a atomização de líquido encapsulante.

Em terceiro lugar, a fluidização da zona anelar, parece oferecer um grau de agitação às partículas que pode promover a desagregação de partículas que saem úmidas da zona de recobrimento e se agregam na zona anelar. Tal agitação, que é consequência da fluidização da zona anelar, pode proporcionar ainda uma mistura que evita a estagnação de partículas na região denominada zona morta, colaborando para o recobrimento da maioria das partículas que compõe o leito.

As características do EJF foram comparadas às características das três configurações experimentais citadas anteriormente: leito de jorro convencional, leito de jorro com tubo interno e leito fluidizado Wurster. O objetivo é demonstrar a partir das curvas de aeração, as vantagens que o EJF pode oferecer em relação às características que favorecem a eficiência do processo de recobrimento.

3.3.2. Estudos fluidodinâmicos – fase II

De acordo com a literatura (RB item 2.5.2), em um leito fluidizado Wurster a velocidade do ar fluidizante na zona de arraste deve ser de aproximadamente duas vezes a velocidade terminal da partícula para haver boa circulação do leito durante o processo de recobrimento e promover impactos que evitem a aglomeração das partículas. Altas velocidades de ar fluidizante proporcionam uma fonte de altura elevada, que além de reduzir a velocidade de circulação das partículas pode promover excesso de impactos que danificam o filme aderido na superfície das partículas (RB item 2.5.4). A baixa altura da fonte associada à agitação pode acelerar o processo bem como evitar a aglomeração. Tais características fluidodinâmicas estão no EJV.

A metodologia para esta etapa do trabalho foi desenvolvida a partir dos resultados de inúmeros ensaios qualitativos da fase I, que se consistiu em avaliar as vantagens do EJV em relação às outras configurações experimentais.

De acordo com os resultados destes ensaios qualitativos, pode-se observar que no EJV a fluidização da zona anelar pode oferecer impactos mais suaves que as colisões das partículas com a superfície interna do tubo. Um aspecto importante observado no EJV é que uma vez estabelecido este estado permanece inflexível a variações de velocidade do gás fluidizante, isto é, a fonte permanece na mesma altura e a zona anelar permanece fluidizando, em uma determinada faixa de variação da velocidade do ar; abaixo e acima desta faixa de velocidade o EJV colapsa. O EJV parece ser um fenômeno governado pelas propriedades das partículas quando estas interagem com o tubo interno, influenciando o comportamento do leito como um todo. Quanto maior é a velocidade mínima de fluidização do leito de partículas, maior é a velocidade total do gás fluidizante necessária para alcançar o EJV. Quanto maior é o diâmetro da partícula maior é a abertura de partição máxima alcançada. A velocidade total de ar fluidizante e a abertura de partição obtida são proporcionais a estas duas propriedades do leito de partículas (U_{mf} e d_p) e a sua interação com a característica geométrica do equipamento.

A velocidade de ar fluidizante, a abertura de partição e a vazão de líquido encapsulante aliadas à temperatura de operação são os parâmetros a serem determinados para um processo de recobrimento. Um balanço de massa efetuado no recobridor pode descrever a taxa de crescimento da partícula; esta taxa de crescimento esta associada à velocidade de circulação das partículas que é afetada pela abertura de partição e velocidade de fluidização do gás fluidizante. Logo, o tempo de operação está diretamente relacionado a estes dois parâmetros. De acordo com a literatura, a temperatura do processo deve promover a secagem do filme aderido. A secagem pode ser monitorada pela medida de umidade relativa na saída da coluna. O balanço de energia no recobridor pode descrever a secagem no processo que neste caso possui duas zonas distintas separadas pelo tubo interno; se a abertura de partição permite a entrada de maior quantidade de partícula para a zona de recobrimento, este parâmetro também pode afetar o gradiente de temperatura. Sendo assim, um estado de referência que pode ser descrito matematicamente pode ser importante para o controle adequado do processo.

Supõe-se então que se o EJV for corretamente equacionado relacionando propriedades do leito de partículas com as dimensões do equipamento, este estado pode determinar a velocidade do gás fluidizante para o leito, garantindo a circulação e agitação do leito adequada para o processo, e a abertura de partição máxima que garante a melhor circulação de partículas.

O objetivo desta etapa do trabalho é avaliar o potencial do EJV para a determinação da velocidade do gás fluidizante necessária para atender os critérios de

fluidização, assim como a determinação da abertura de partição que pode ser a mais apropriada a uma operação de recobrimento.

De acordo com a literatura (RB item 2.5.4) a seleção de valores apropriados de velocidade do gás fluidizante e da altura de partição, aliadas à taxa apropriada de atomização da suspensão podem favorecer a qualidade do recobrimento. A inflexibilidade do EJF mediante variações na velocidade do gás fluidizante é utilizada na determinação destes parâmetros. Antes da elevação do tubo interno, a velocidade do gás fluidizante é levada até um valor ligeiramente superior a velocidade mínima de fluidização (U_{mf}). A velocidade total é então determinada pela redução da velocidade inicial até o EJF colapsar, desta forma pode-se definir U como a mínima velocidade de fluidização para um leito fluidizado com tubo interno que possui as características do EJF (fonte de baixa altura e estável com fluidização da zona anelar). É importante ressaltar que o equacionamento que se segue está associado somente ao tipo de equipamento desenvolvido.

3.3.2.1. Velocidade total do gás fluidizante e abertura de partição no EJF

Uma relação importante entre a velocidade total de ar fluidizante e a abertura de partição máxima no EJF observadas nos resultados dos ensaios qualitativos deve ser considerada para guiar os critérios de elaboração das equações para a determinação da velocidade total de gás fluidizante e abertura de partição. A velocidade total no EJF só é maior que a velocidade mínima de fluidização do mesmo leito de partículas devido à existência da zona de arraste, pois o gás que escoar através da zona de arraste deve arrastar as partículas que entram para esta zona e ainda superar a resistência proporcionada pelo tubo interno.

A maior altura do leito na zona anelar aumenta a resistência ao escoamento de gás por esta zona e converte o gás fluidizante para a zona de arraste; a maior altura do leito na zona anelar proporciona ainda maior peso que força a entrada de partículas para a zona de arraste. A resistência da zona anelar e o desvio do gás fluidizante estabilizam o EJF a baixas vazões. logo, o aumento da altura do leito na zona anelar permite maior redução da velocidade inicial do gás fluidizante desde que as aberturas de partição obtidas não variem com a altura do leito. Entretanto, o que também se observa é que a abertura de partição obtida é maior quando a altura inicial do leito na zona anelar é aumentada justamente devido à estabilidade proporcionada pelo peso do leito. Com a possibilidade de maior abertura de partição, a entrada de ar para a zona anelar é então facilitada não permitindo maior redução da velocidade inicial.

A maior abertura de partição proporciona a entrada de maior quantidade de partículas para a zona de arraste favorecendo o maior aproveitamento das gotas de líquido atomizadas evitando-se perdas de material encapsulante; por isso, neste trabalho considera-se que a maior abertura de partição tem prioridade em relação a menor velocidade total de ar fluidizante. A partir da relação entre a velocidade total e a abertura de partição máximas descritas, duas equações foram propostas para analisar a relação entre estes parâmetros e o tamanho das partículas e dimensões do equipamento:

$$\frac{U}{U_{mf}} = k_1 \left(\frac{D_t}{D_c} \right) \left(\frac{L_t}{H} \right) \quad (\text{eq 3.1})$$

$$\frac{h_{\max}}{d_p} = k_2 \left(\frac{D_c}{D_t} \right) H \quad (\text{eq 3.2})$$

Com:

U = velocidade total de ar fluidizante;
 U_{mf} = velocidade mínima de fluidização;
 h_{\max} = abertura de partição máxima;
 d_p = diâmetro médio das partículas;
 D_t = diâmetro do tubo interno;
 D_c = diâmetro da coluna;
H = altura do leito de partículas;
 L_t = comprimento do tubo interno;
 k_1 = constante adimensional;
 k_2 = constante (L^{-1}).

As equações 3.1 e 3.2 foram propostas a partir das observações experimentais qualitativas com o estado jorro-fluidizado, quando foram elaborados ensaios para diferentes condições de operação.

A equação 3.1 mostra que a velocidade total do ar fluidizante necessária para se alcançar o EJF é maior que a velocidade mínima de fluidização na proporção de k_1 devido à presença da zona de arraste representada nesta equação pela relação (D_t/D_c) , que também pode ser influenciada pela altura do leito na zona anelar representada pela relação (H/L_t) . Na equação 3.2, h_{\max} é diretamente proporcional ao diâmetro da partícula e a altura do leito como se comprova com resultados experimentais. A forma preliminar destas equações foi elaborada para que as duas possam ser testadas no equipamento de maior escala construído a partir dos resultados da fase 1.

Os experimentos são realizados para se obter o valor da constante k_1 e k_2 mediante variações nas relações (D_t/D_c) , (H/L_t) e propriedades das partículas. Dois pontos são usados para cada relação: $(D_t/D_c) = 0,32$ e $(D_t/D_c) = 0,54$; $H/L_t = 0,5$ e $H/L_t = 0,8$ (50% e 80% do comprimento do tubo interno respectivamente). Três tipos de partículas foram utilizados nestes ensaios: *Chenopodium quinoa* com $d_p = 1,25$ mm e $U_{mf} = 52,83$ cm/s; PEBD com $d_p = 3,75$ mm e $U_{mf} = 92,45$ cm/s; *Bolinas bollium bollium* com $d_p = 3,55$ mm e $U_{mf} = 125,33$ cm/s.

3.3.2.2. Quedas de pressão no EJF.

O estudo da variação de pressão no EJF foi inserido neste trabalho como forma de analisar o potencial do que pode ser uma possibilidade importante do EJF; a relação entre as quedas de pressão nas zonas de arraste e anelar existentes neste estado. Uma definição adequada da relação entre as quedas de pressão na zona de arraste e anelar (ΔP_D e ΔP_A) pode ser reproduzida no recobridor que possui maior escala. Tais parâmetros têm importância no dimensionamento dos compressores.

Uma compreensão do fenômeno de escoamento em cada zona pode indicar como as variáveis se relacionam. Do contrário como ocorre com a velocidade de fluidização e com a abertura de partição, a simples observação do EJF não pode fornecer a percepção de como estas variáveis se relacionam.

Ensaio qualitativos foram realizados mediante a variação da dimensão do tubo interno e altura do leito apenas para verificar o comportamento das pressões tal como foram realizadas com a velocidade de ar fluidizante e abertura de partição. Supõe-se que o ΔP_A é diretamente proporcional a quantidade de partículas na zona anelar. O ΔP_D aumenta para a maior concentração de partículas na zona de arraste. A partir da forma preliminar atribuída a relação entre a velocidade de fluidização e as dimensões do equipamento que tem como referência a velocidade mínima de fluidização sugerida pela equação 3.1, pode-se supor que as quedas de pressão na zona anelar e de arraste podem ter uma relação semelhante com uma propriedade similar a U_{mf} para o leito fluidizado que é a queda de pressão na mínima fluidização (ΔP_{mf}). O ΔP_{mf} em um leito fluidizado varia com a altura do leito, deste modo o ΔP_{mf} utilizado para os cálculos foi aquele que o leito possui quando este se encontra sem o tubo interno.

$$\frac{\Delta P_D}{\Delta P_{mf}} = k_3 \left(\frac{D_c}{D_t} \right) \cdot H \quad (\text{eq 3.3})$$

$$\frac{\Delta P_A}{\Delta P_{mf}} = k_4 \left(\frac{D_c}{D_t} \right) H \quad (\text{eq 3.4})$$

Com:

- ΔP_D = Queda de pressão na zona de arraste;
- ΔP_A = Queda de pressão na zona anelar;
- ΔP_{mf} = Queda de pressão na mínima fluidização;
- D_t = Diâmetro do tubo interno;
- D_c = Diâmetro da coluna;
- H = Altura do leito de partículas;
- L_t = Comprimento do tubo interno;
- k_3 = constante de proporcionalidade (L^{-1});
- k_4 = constante de proporcionalidade (L^{-1}).

Os experimentos são realizados para se obter o valor da constante k_3 e k_4 mediante variações nas relações (D_t/D_c) , (H/L_t) e propriedades das partículas. Dois pontos são usados para cada relação: $(D_t/D_c) = 0,32$ e $(D_t/D_c) = 0,54$; $H/L_t = 0,5$ e $H/L_t = 0,8$ (50% e 80% do comprimento do tubo interno respectivamente). Três tipos de partículas foram utilizados nestes ensaios: *Chenopodium quinoa* com $d_p = 1,25$ mm e $U_{mf} = 52,83$ cm/s; PEBD com $d_p = 3,75$ mm e $U_{mf} = 92,45$ cm/s; *Bolinas bollium bollium* com $d_p = 3,55$ mm e $U_{mf} = 125,33$ cm/s.

3.3.3. Experimentos de recobrimento

Os experimentos de recobrimento são efetuados no equipamento construído com dois objetivos: avaliar a efetividade do padrão fluidodinâmico que serviu de base para o projeto do recobridor e determinar uma vazão de líquido adequada para as condições de operação do processo. Neste trabalho as condições de operação que devem ser determinadas para o processo são: a velocidade total de fluidização do gás, a abertura de

partição e a vazão de líquido que não proporciona agregação e colapso do leito. O EJF pode proporcionar uma taxa de circulação as partículas que é sempre função das propriedades elementares do leito que interagem com o equipamento definindo a velocidade do ar fluidizante e abertura de partição através das equações sugeridas. A taxa de circulação das partículas associada a uma determinada vazão de líquido define a taxa de crescimento das partículas sob alimentação contínua de um determinado tipo de suspensão encapsulante. Desta forma o EJF também pode servir de base para a determinação da taxa de crescimento da partícula.

3.3.3.1. Vazão de encapsulante

O excesso de encapsulante proporciona a adesão das partículas devido à viscosidade da suspensão injetada; a vazão de encapsulante mais adequada deve ser ajustada, sempre que possível, para um material de qualquer viscosidade. Os ensaios de recobrimento enfocaram a melhor forma de evitar o problema da aglomeração a partir da vazão de líquido tendo em vista o padrão de escoamento das partículas já estabelecido a partir dos resultados obtidos da fase 1 e 2. Estes ensaios foram realizados no recobridor construído a partir dos resultados da fase 1.

De acordo com a literatura (RB item 2.5.4) pode-se considerar que a aglomeração que ocorre devido à taxa de atomização, pode ser eliminada com a determinação de uma *vazão limite* para o material atomizado. Esta vazão limite varia de acordo com as propriedades do material encapsulante (viscosidade ou concentração) e das partículas (diâmetro e densidade). O objetivo primário da determinação desta vazão limite é alcançar um processo estável, isto é, sem agregação e colapso da fluidização. A vantagem é a possibilidade de prolongar o tempo de operação até alcançar qualquer especificação para a espessura da camada encapsulante. Neste trabalho, o critério essencial de determinação da vazão adequada consiste na determinação da vazão de encapsulante que tem sua secagem facilitada nas condições de temperatura e vazão de ar de fluidização estipuladas para o processo.

Quando a suspensão encapsulante é injetada em um processo de recobrimento a uma determinada temperatura, as gotas atomizadas perdem o solvente que é volatilizado devido às condições de operação (temperatura e vazão do ar fluidizante), e o material encapsulante se adere na superfície das partículas. Quando as gotas atomizadas são muito pequenas (Figura 3.4) estas podem secar-se antes de aderirem-se à superfície das partículas contribuindo, desta forma, para a perda de material encapsulante (RB item 2.5); quando as gotas são muito grandes, estas possuem uma baixa capacidade de secagem em relação às gotas menores quando formam filme, podendo contribuir para a agregação das partículas. A economia de material encapsulante também é relevante; gotas excessivamente grandes de encapsulante podem produzir espessuras de filme acima das requeridas.

De acordo com a literatura a temperatura selecionada para o processo deve ser ligeiramente superior a temperatura de transição vítrea do agente encapsulante (RB item 2.5.3). Neste trabalho o controle da temperatura não foi possível. As temperaturas selecionadas para o processo são as mesmas para todos os ensaios considerando-se que a viscosidade da solução não varia para os diferentes ensaios.

O efeito da vazão de encapsulante será avaliado sob dois aspectos: o primeiro analisa a secagem da suspensão quando forma o filme e sua capacidade de superar as interações viscosas que formam pontes de líquido entre as partículas recobertas; o segundo analisa o efeito destas interações viscosas na variação da queda de pressão do

ar fluidizante na zona anelar e a possibilidade de se ter uma aplicação prática para esta variação.

Os ensaios se dividiram em duas etapas: a primeira utilizando somente solvente puro (água) e a segunda utilizando a suspensão preparada com o solvente e o agente encapsulante. Os primeiros ensaios se constituíam em injetar o solvente puro através do atomizador no leito de partículas em fluidização. O ar fluidizante, a uma determinada temperatura e vazão, promove a secagem das gotas de solvente atomizadas. Uma vazão excessiva de solvente puro apresenta baixa secagem e, nestas condições, parte do líquido se acumula gradativamente na zona anelar do leito levando, em pouco tempo, ao colapso da fluidização.

Várias vazões de solvente puro foram testadas até se encontrar uma vazão limite, isto é, a vazão máxima que permite a fluidização estável do leito de partículas sem o acúmulo de solvente no leito e posterior aglomeração. Em uma segunda etapa foram testadas diferentes vazões de suspensão encapsulante com o objetivo de determinar a vazão que não proporciona agregação e colapso da fluidização, pois a princípio, o solvente presente na suspensão tem, nesta vazão, sua secagem efetiva evitando a agregação das partículas.

Durante estes ensaios a queda de pressão na zona anelar foi constantemente monitorada para se verificar alguma variação devido à resistência do leito à passagem do ar conseqüente das interações viscosas entre as partículas. Neste caso a variação na queda de pressão pode sinalizar a agregação nas proximidades do colapso e promover uma alternativa para o caso de uma alimentação contínua de líquido não ser viável, pois nas proximidades do colapso, a alimentação poderia ser interrompida para permitir a secagem do filme aderido às partículas durante algum tempo.

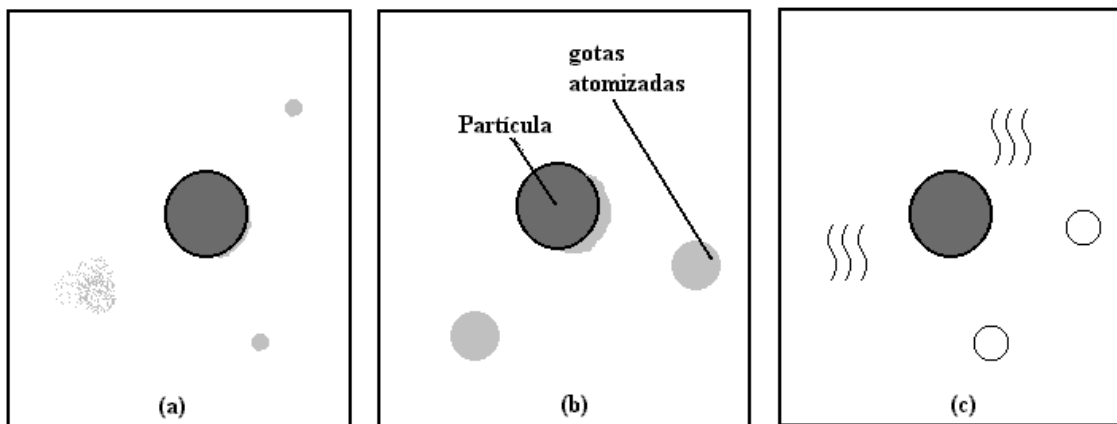


Figura 3.4– Representação do fenômeno de adesão das gotas sobre a superfície das partículas: (a) recobrimento com gotas pequenas; (b) recobrimento com gotas grandes; (c) atomização de solvente puro.

4. RESULTADOS EXPERIMENTAIS

4.1. Estudos fluidodinâmicos I

4.1.1. Estudo preliminar nas configurações de processo

As curvas de aeração obtidas para as três configurações estão representadas na Figura 4.1. Pode-se observar que a aeração da zona anelar aumenta com o aumento da vazão total de ar fluidizante. A presença do tubo interno no leito de jorro (LJ) provocou uma redução significativa da aeração na zona anelar, pois o tubo concentra o escoamento de ar na zona de arraste. Em vazões de ar na faixa de $3,7 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$ a $5,3 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$, o leito fluidizado Wurster (LFW) apresentou menor aeração da zona anelar do que LJ possuindo aparentemente a mesma aeração que o leito de jorro com tubo interno (LJT).

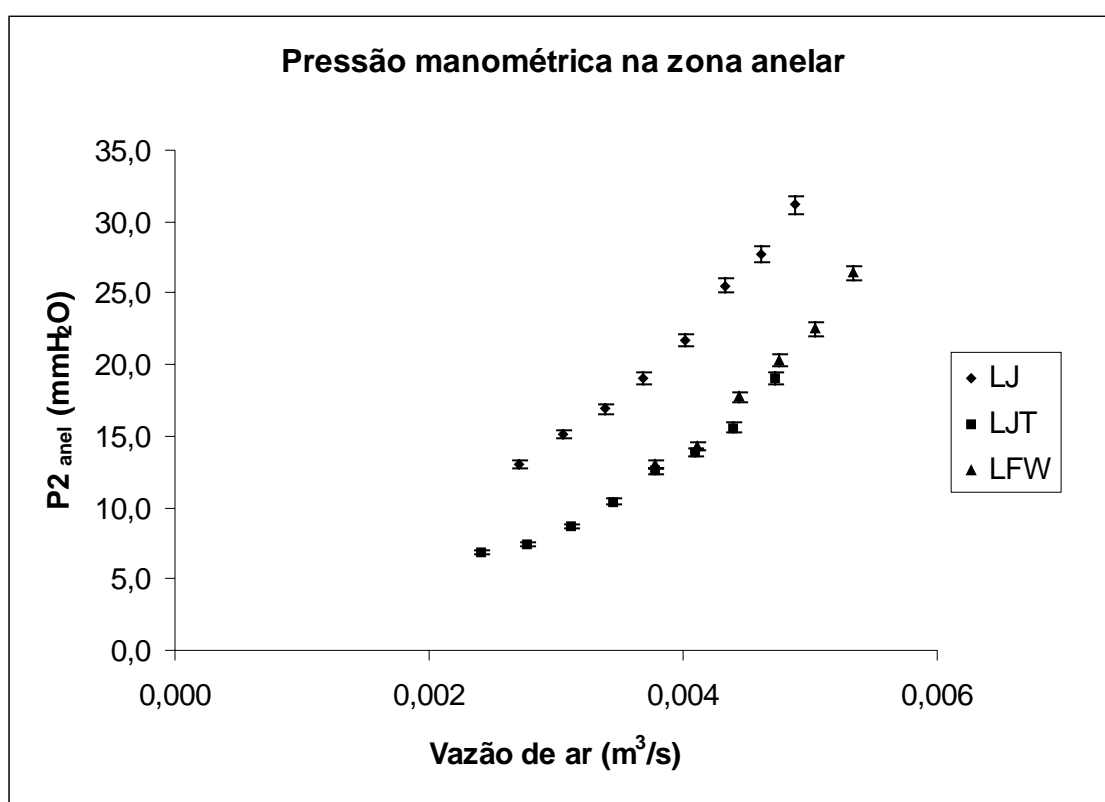


Figura 4.1 – Resultados dos ensaios de fluidodinâmica em velocidades do ar acima da velocidade mínima de jorro: LJ-Leito de Jorro convencional; LJT-Leito de Jorro com tubo interno; LFW-Leito fluidizado Wurster.

A aeração da zona anelar no LJT ocorre apenas pela abertura de partição, porém no LFW esta aeração ocorre também pela área do distribuidor de ar que corresponde à zona anelar, por isso supõe-se primariamente que a aeração na zona anelar do LFW é maior que a aeração do LJT devido à contribuição do distribuidor. A semelhança de perfil pode estar indicando que a aeração da zona anelar no LFW pode estar ocorrendo, neste caso, principalmente pela abertura de partição com pouca contribuição da área do distribuidor que corresponde à zona anelar. Uma vez que o distribuidor permite maior escoamento de ar pela zona de arraste, a presença de partículas na zona anelar pode estar forçando o ar a escoar preferencialmente pela zona de arraste reduzindo a pressão

de escoamento sobre a área que corresponde à zona anelar. Este escoamento preferencial pode estar possivelmente distorcendo a proporção de área para distribuição de escoamento definida no projeto do distribuidor. Assim, a entrada de ar para a zona anelar pode estar ocorrendo principalmente pela abertura de partição.

Com objetivo de avaliar a tolerância das configurações de processo a interações viscosas entre as partículas, estas foram submetidas ao processo de recobrimento. A injeção de líquido encapsulante era feita por baixo através de um tubo de 1 mm de diâmetro, inicialmente a uma vazão de 0,006 ml/s de encapsulante. Nesta vazão os três leitos operavam com estabilidade, isto é, sem colapso da fluidização. O recobrimento das partículas a esta vazão era muito precário; uma baixa fração de partículas apresentava pouca formação de recobrimento em sua superfície. A vazão de encapsulante então foi elevada até 0,07 ml/s. Nesta vazão, apesar das interações viscosas serem mais elevadas as partículas apresentaram superfície colorida indicando a ocorrência de recobrimento.

A presença do tubo interno no leito de jorro (LJT) melhora o padrão de escoamento das partículas, entretanto parece colaborar para a baixa estabilidade do leito; a freqüente adesão de partículas na superfície interna do tubo provocava tendência à estagnação de partículas no interior do tubo. Mesmo com o aumento da vazão de ar jorrante a estabilidade do leito não foi atingida com uma alimentação contínua de encapsulante na vazão de 0,07 ml/s. O LFW apresentou a mesma sensibilidade à vazão de encapsulante que o LJT, porém verificou-se também que uma certa quantidade de partículas não participava do ciclo de recobrimento permanecendo estagnadas na zona morta do LFW. A configuração de processo que apresentou maior estabilidade mediante o aumento da vazão de encapsulante foi o Leito de Jorro (LJ), a maior turbulência das partículas evitou tanto que as partículas se aglomerassem quanto o colapso do leito. Assim o Leito de Jorro tanto apresenta maior aeração na zona anelar quanto maior estabilidade durante o processo de recobrimento com material encapsulante viscoso em comparação ao leito de jorro com tubo interno (LJT) e o leito fluidizado Wurster (LFW). Esta estabilidade se deve ao maior atrito proporcionado pela interação entre as zonas de arraste e anelar no leito de jorro, isto é, no processo de recobrimento, a desagregação de partículas ocorre principalmente nesta interface; entretanto o atrito entre as partículas na interface pode contribuir para a quebra do recobrimento aderido sobre a superfície das partículas.

A presença do tubo interno separando as duas zonas evita o atrito na interface contribuindo para a preservação e compactação do recobrimento formado sobre as partículas desde que a velocidade de fluidização não seja excessiva. Uma configuração que possui agitação que favoreça a desagregação aliada à presença do tubo interno para a compactação parece ser a configuração ideal.

O EJF parece oferecer tais características. A partir de experimentos qualitativos realizados com o estado jorro-fluidizado pode-se observar algumas características que podem ser utilizadas na formulação da metodologia que determina as condições de operação do processo de recobrimento com o objetivo de garantir a qualidade do produto final. Uma característica importante observada no EJF que pode ser utilizada para este fim é que este estado é inflexível a variações de velocidade do gás fluidizante, isto é, a fonte permanece na mesma altura e a zona anelar permanece fluidizando, em uma determinada faixa de variação da velocidade do ar; abaixo e acima desta faixa de velocidade o EJF perde seu padrão fluidodinâmico. Quanto maior é a velocidade mínima de fluidização do leito de partículas, maior é a velocidade total do gás fluidizante necessária para alcançar o EJF. Quanto maior é o diâmetro da partícula maior é a abertura de partição máxima alcançada.

O LJ possui tanto maior aeração na zona anelar quanto maior estabilidade durante o processo de recobrimento que as configurações de processo LJT e LFW. A aeração da zona anelar do EJV pode ser similar a do LJ em sua capacidade de superar a agregação. A aeração na zona anelar do LJ foi comparada a do EJV pela tomada de pressão P2. Pode-se verificar na Figura 4.2. que a zona anelar do LJ possui maior aeração que o EJV na abertura de partição máxima, principalmente porque o tubo interno concentra escoamento de ar através da zona de arraste. Mesmo com a intensa agitação das partículas na zona anelar, a quantidade de ar que esta zona do EJV recebe não é similar a zona anelar do LJ. O compartilhamento de ar entre a zona de arraste e a zona anelar, que é uma característica do LJ não existe no EJV, devido à presença do tubo interno. Deste modo, a zona anelar deste estado possui uma agitação mais suave. Uma agitação suave pode contribuir para a desagregação das partículas sem danificar o filme aderido sobre sua superfície.

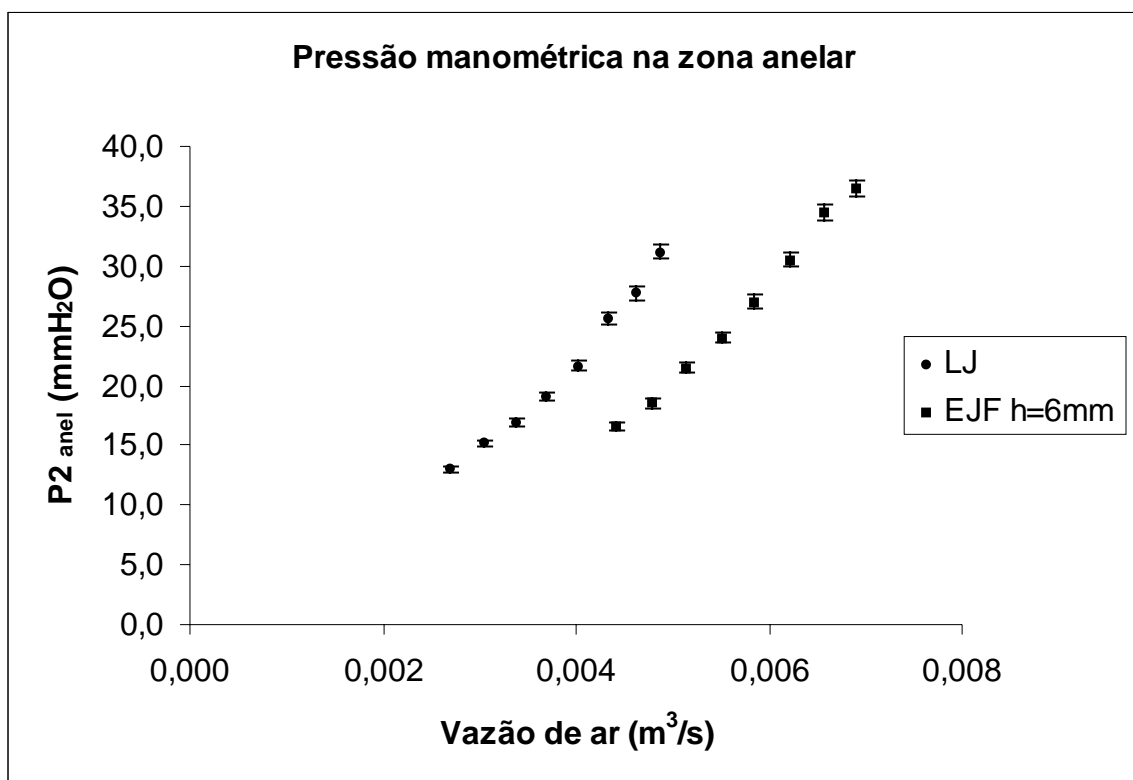


Figura 4.2– Comparação entre a pressão de aeração do leito de jorro e o estado jorro-fluidizado.

A aeração na zona anelar do EJV também foi comparada a aeração na mesma zona do LFW. Para os dois valores de (H/Lt) utilizados a altura da tomada de pressão foi mantida constante e a comparação é feita entre as aberturas de partição máxima do EJV em relação a diferentes aberturas de partição do LFW. Na Figura 4.3 as medidas foram feitas para o EJV em $h = 6\text{ mm}$ e o LFW em $h = 9\text{ mm}$, 17 mm e 27 mm . Pode-se observar, neste caso, que o perfil de aeração foi igual para as três aberturas de partição. Pode-se verificar que as duas aberturas de partição do LFW são maiores que a abertura de partição máxima do EJV indicando que o ar fluidizante responsável por esta aeração no EJV passa pela área do distribuidor que corresponde à zona anelar, pois a aeração no EJV em $h = 6\text{ mm}$ é similar a aeração do LFW em aberturas de partição superiores. Tal resultado sugere que a aeração do EJV pode ser maior que a aeração do LFW, entretanto

observa-se na Figura 4.4 em $(H/Lt) = 0,8$ que mesmo em aberturas de partição iguais para o EJV e LFW a aeração parece ser similar. Esta semelhança indica que a tomada de pressão P2 pode não estar sinalizando as diferenças de vazão entre as zonas anelares de duas configurações com tubo interno. Portanto, medidas de queda de pressão foram efetuadas para a verificação das diferenças de aeração.

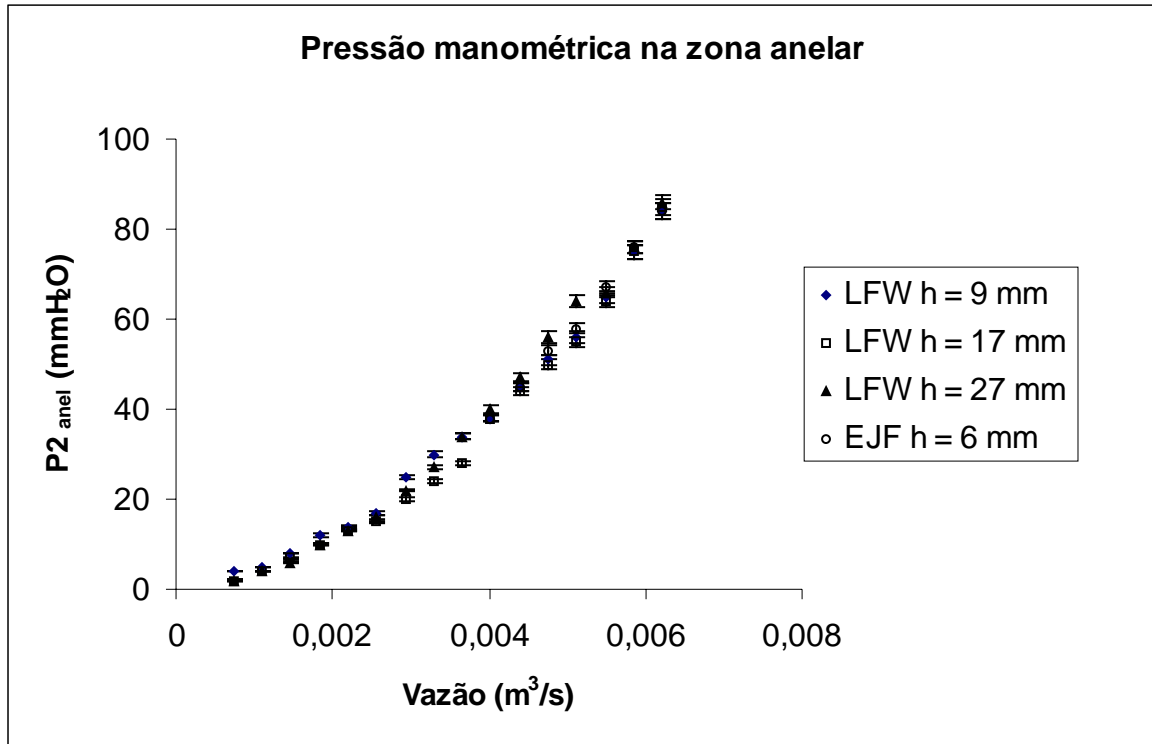


Figura 4.3 – Comparação entre a pressão de aeração do estado jorro-fluidizado e leito fluidizado Wurster em duas diferentes aberturas de partição para $(H/Lt) = 0,5$ (a altura do leito é 50% do comprimento do tubo interno).

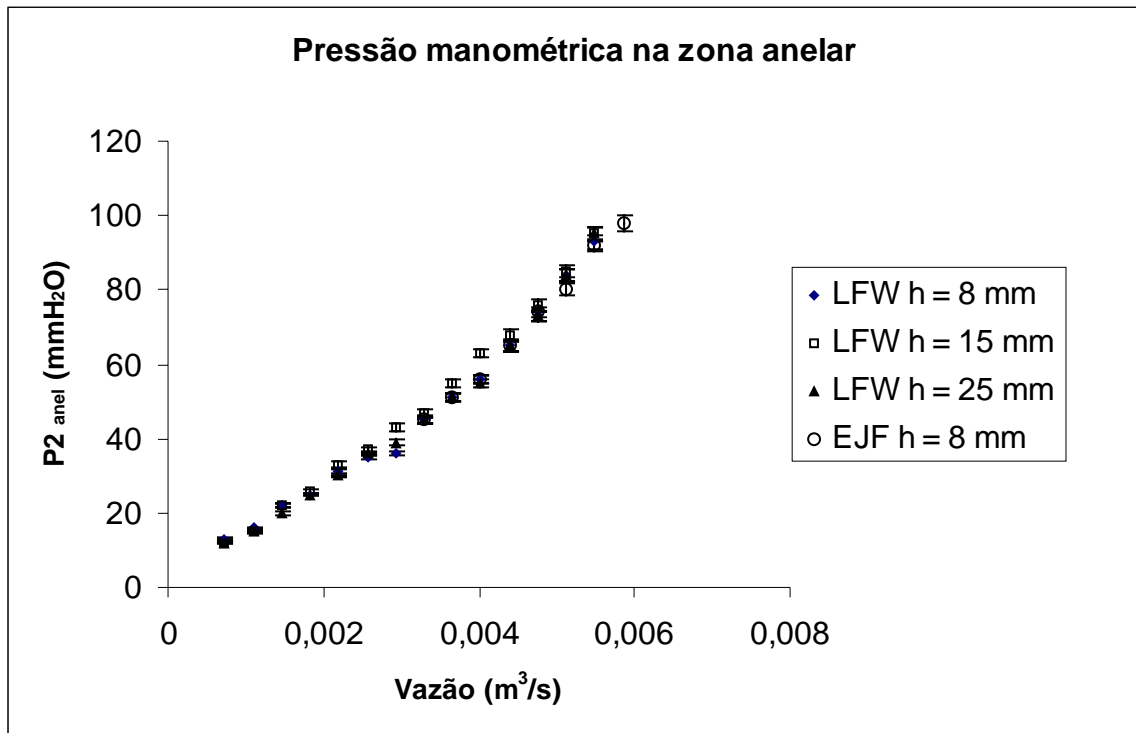


Figura 4.4 – Comparação entre a pressão de aeração do estado jorro=fluidizado e leito fluidizado Wurster em três diferentes aberturas de partição para $(H/Lt) = 0,8$ (a altura do leito é 80% do comprimento do tubo interno).

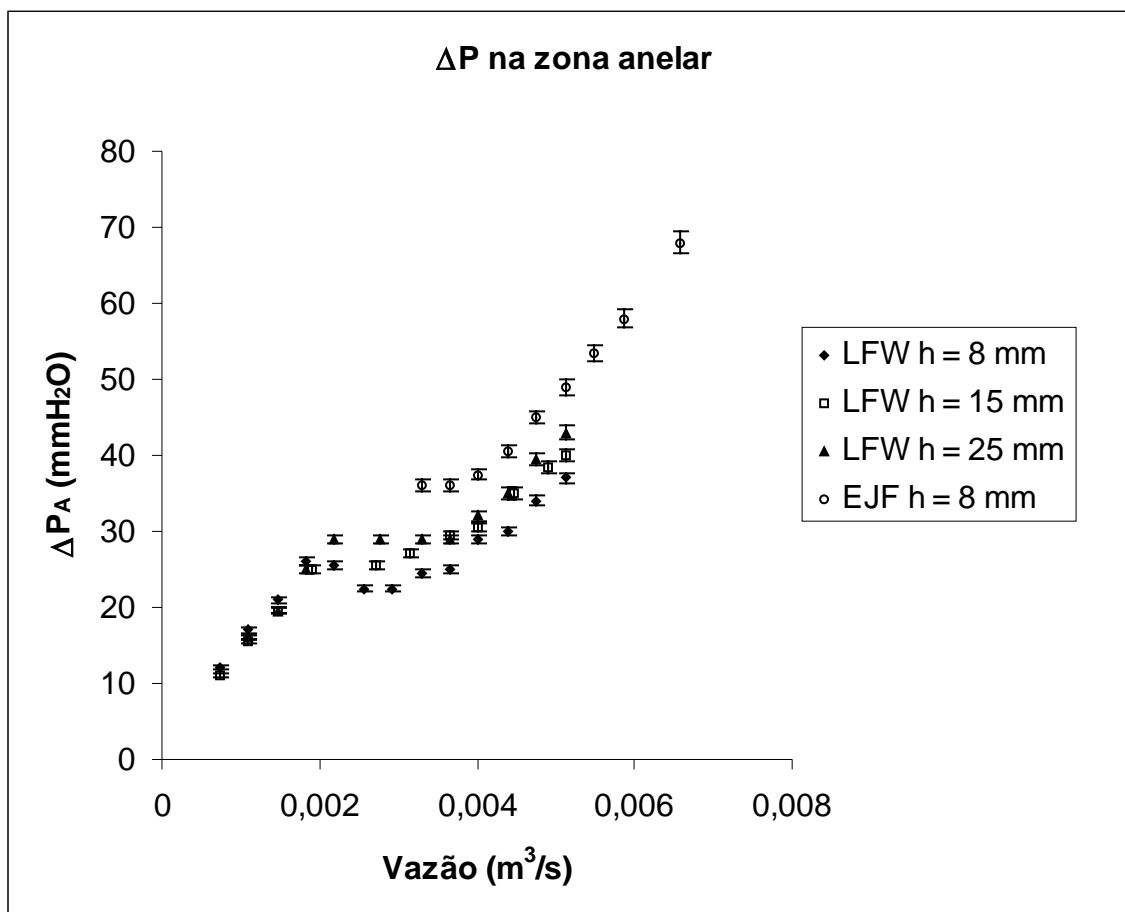


Figura 4.5 – Comparação entre as quedas de pressão na zona anelar do estado jorro-fluidizado e o leito fluidizado Wurster em duas diferentes aberturas de partição para $(H/Lt) = 0,5$.

De acordo com a Figura 4.5 a queda de pressão na zona anelar aumenta com o aumento da vazão, tanto no EJJ quanto no LFW. A região da curva em que as pressões são constantes corresponde a transição entre o leito fixo e o jorro estabelecido para o LFW. Pode-se observar que entre as vazões de $3 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$ e $5 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$ o ΔP_A do EJJ é maior que o ΔP_A do LFW, pois a baixas vazões de ar, a zona anelar do leito fluidizado Wurster (LFW) é um leito fixo e ainda não atingiu sua máxima queda de pressão característica da mínima fluidização como ocorre no EJJ. Se a zona anelar do LFW não atingiu sua máxima queda de pressão característica da mínima fluidização, então se pode concluir que a aeração na zona anelar do LFW é menor que a aeração na mesma zona do EJJ em vazões iguais de ar fluidizante total.

A maior aeração na zona anelar do EJJ pode contribuir para a agitação das partículas estagnadas na zona morta. A maior aeração desta região pode proporcionar uma mistura que favorece a recirculação das partículas estagnadas.

Os resultados obtidos das medidas de queda de pressão demonstram claramente que esta agitação ocorre na zona anelar, entretanto a pressão na base da zona anelar (P_1) também foi medida como forma de confirmar estes resultados. Pode-se observar na figura 4.6 que a partir de $3 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$ o jorro é estabelecido no LFW com abertura de partição

$h = 9 \text{ mm}$ e possui aeração menos significativa que o LFW com $h = 27 \text{ mm}$; as aerações do EJJ e LFW com $h = 17 \text{ mm}$ nessa faixa de vazão são similares e intermediárias. Com uma abertura de partição mais elevada uma quantidade maior de partículas entra

para a zona de arraste elevando a queda de pressão nesta zona, a maior queda de pressão na zona de arraste favorece o escoamento de ar para a zona anelar contribuindo ainda mais para a aeração desta zona. Desta forma a recirculação de partículas estagnadas na zona anelar do LFW pode ser favorecida para altas aberturas de partição. A Figura 4.7 mostra um comportamento similar para $(H/Lt) = 0,8$. A ausência de pontos para o EJF na região do leito fixo é devido ao fato de as medidas para esta configuração de processo só serem efetuadas a partir da redução da vazão até o colapso do EJF.

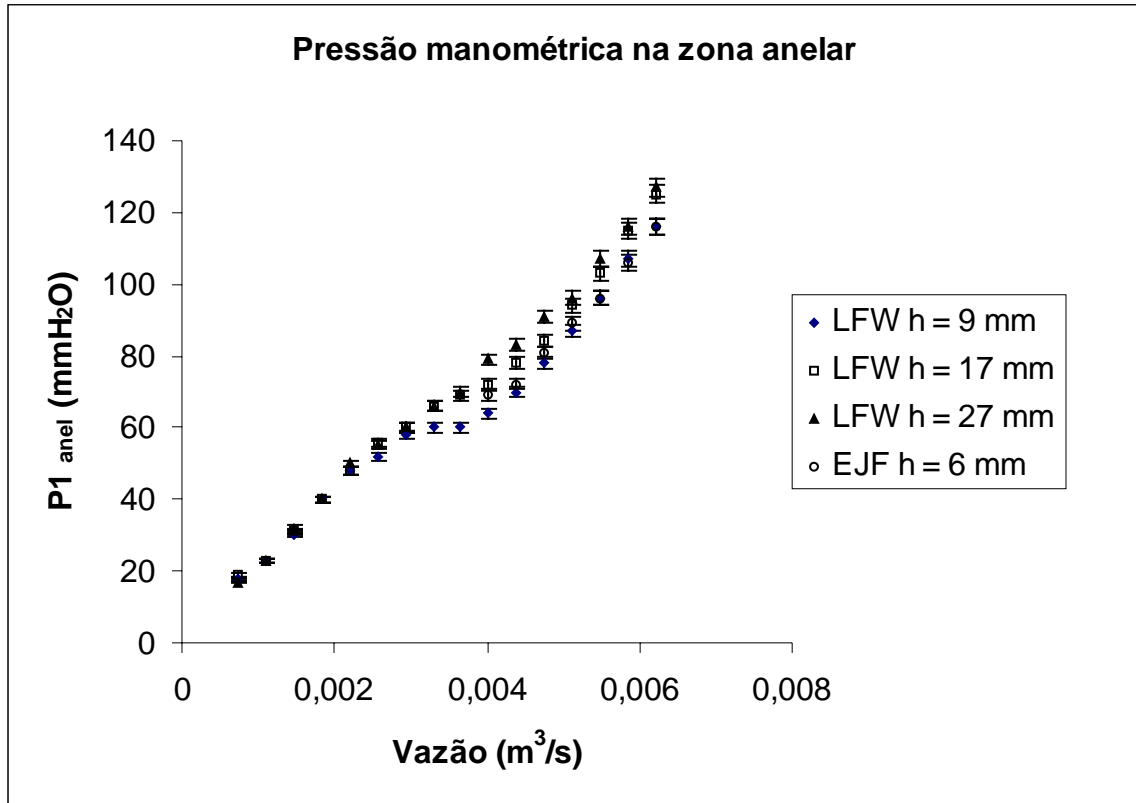


Figura 4.6 – Comparação entre as pressões de aeração P1 (nas proximidades da zona morta) do estado jorro-fluidizado e leito fluidizado Wurster em três diferentes aberturas de partição para $(H/Lt) = 0,5$.

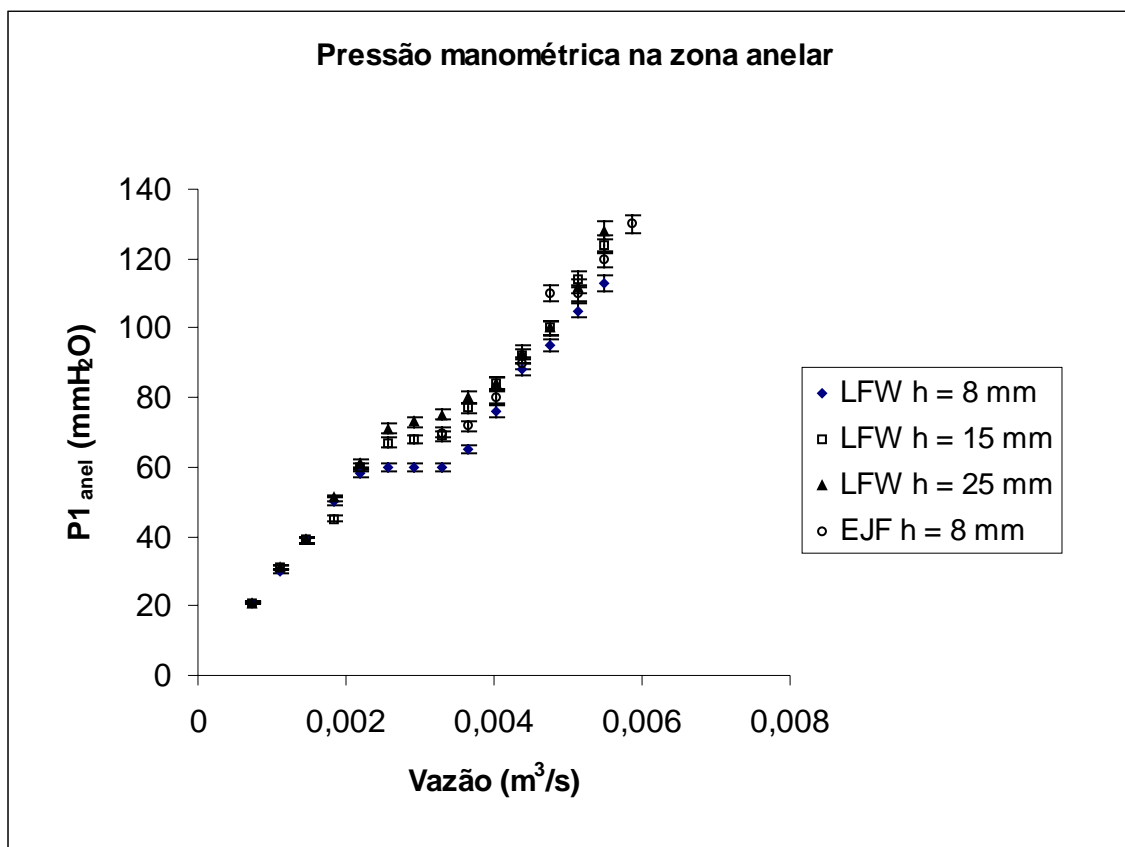


Figura 4.7 – Comparação entre as pressões de aeração P1 (nas proximidades da zona morta) do estado jorro-fluidizado e leito fluidizado Wurster em três diferentes aberturas de partição para $(H/Lt) = 0,8$.

4.1.3. Conclusão de estudos fluidodinâmicos I

Os estudos preliminares foram realizados na instalação básica para, preliminarmente, se conhecer as propriedades fluidodinâmicas básicas do leito de partículas em jorro ou fluidização. O conhecimento destas propriedades é necessário no desenvolvimento de um padrão fluidodinâmico adequado que pode ser utilizado em um processo de recobrimento. De acordo com a literatura, a aglomeração é um dos maiores problemas do recobrimento de partículas e é ocasionada principalmente por uma vazão excessiva de líquido encapsulante injetada no sistema. De acordo com literatura, o ajuste da temperatura do processo, para facilitar a secagem do recobrimento e evitar aglomeração, é feito em função da temperatura de transição vítrea do polímero. Além do ajuste de temperatura, um padrão fluidodinâmico adequado pode auxiliar na supressão da aglomeração.

O leito de jorro (LJ), o leito de jorro com tubo interno (LJT) e o leito fluidizado Wurster (LFW) foram as configurações de processo inicialmente avaliadas. De acordo com os resultados pode-se observar que o leito de jorro (LJ) possui maior aeração e estabilidade no processo de recobrimento que o LJT e LFW, porém a interface característica desta configuração pode contribuir para a quebra do recobrimento aderido sobre a superfície das partículas. De acordo com a literatura, a presença do tubo interno no leito de jorro é importante, pois favorece a compactação da superfície do recobrimento. A zona anelar do EJP não possui maior aeração que a zona anelar do leito de jorro (LJ) devido principalmente à ausência de tubo interno que separa as zonas de

arraste e anelar no EJV, entretanto este possui agitação mais suave na zona anelar que pode contribuir para evitar a agregação sem danificar o filme aderido nas partículas possuindo ainda o tubo interno para melhorar a qualidade do recobrimento. O EJV possui ainda, maior aeração que o LFW e possui agitação da zona anelar que pode proporcionar uma mistura que evita a estagnação de partículas na zona morta.

A partir das conclusões obtidas nesta fase, o equipamento construído para o recobrimento foi o leito de jorro-fluidizado cuja base é a característica fluidodinâmica do EJV que possui os requisitos básicos para uma operação de recobrimento bem sucedida. O processo de recobrimento de partículas envolve a determinação de condições de operação tais como: vazão de ar fluidizante, abertura de partição e vazão de líquido encapsulante. A determinação da vazão de ar fluidizante e abertura de partição podem ser obtidas do EJV desde que este seja corretamente equacionado.

4.2. Estudos fluidodinâmicos II

Nesta etapa do trabalho, a determinação da velocidade do gás para a fluidização do leito de partículas e a abertura de partição para o processo, que no EJV, é função do tamanho da partícula foram analisadas devido à possibilidade do EJV oferecer tais informações. A partir das avaliações qualitativas da Fase 1, sabe-se que estes parâmetros estão relacionados entre si, isto é, a maior altura do leito na zona anelar estabiliza o EJV e permite a maior elevação do tubo interno. A maior altura do leito na zona anelar pode proporcionar uma maior resistência ao escoamento de ar por esta zona que afeta a relação entre as quedas de pressão nas duas zonas, então o potencial do EJV de fazer previsão das quedas de pressão também foi avaliado. Estas três informações são discutidas separadamente, mas a relação entre elas faz parte da discussão dos resultados.

4.2.1. Velocidade total de ar fluidizante e abertura de partição no EJV

De acordo com as considerações feitas para este trabalho, a abertura de partição tem prioridade em relação à velocidade de fluidização, por isso antes da redução da velocidade inicial no procedimento para o EJV, o tubo interno foi elevado até a máxima abertura de partição que é sinalizada pela redução da altura do jorro e fluidização da zona anelar. Pode-se observar na Tabela 4.1 que a abertura de partição máxima não varia para valores de $(D_i/D_c) = 0,54$, indicando a princípio que quando a área que o tubo interno ocupa é maior que 50% da área total da coluna (seção transversal), o peso do leito na zona anelar não exerce influência na estabilização do EJV, não permitindo uma elevação maior do tubo interno com o aumento da altura do leito. A abertura de partição varia apenas com a altura do leito quando $(D_i/D_c) = 0,32$, que corresponde a uma fração menor que 50% da área total da coluna, indicando que neste valor o peso das partículas é efetivo na estabilização do EJV, permitindo maior elevação do tubo interno com o aumento da altura do leito.

Tabela 4.1 - Aberturas de partição obtidas experimentalmente e os valores de k_2 obtidos com a equação 3.2.

Partículas	$(D_t/D_c)*(H/L_t)$	h_{max} (mm) \pm 0,1%	k_2
$d_{p1} = 1,25$ mm $U_{mf} = 52,83$ cm/s $Q_{mf} = 10538,32$ L/h	0,32*0,5	6	0,0219
	0,32*0,8	8	0,0183
	0,54*0,5	6	0,0371
	0,54*0,8	6	0,0232
$d_{p2} = 3,75$ mm $U_{mf} = 92,45$ cm/s $Q_{mf} = 18441,56$ L/h	0,32*0,5	10	0,0122
	0,32*0,8	15	0,0114
	0,54*0,5	10	0,0206
	0,54*0,8	10	0,0129
$d_{p3} = 3,55$ mm $U_{mf} = 125,33$ cm/s $Q_{mf} = 25000,33$ L/h	0,32*0,5	10	0,0129
	0,32*0,8	15	0,0121
	0,54*0,5	10	0,0218
	0,54*0,8	10	0,0136

Pode-se observar que a abertura de partição é diretamente proporcional a altura do leito de partículas e ao diâmetro da partícula; os valores de abertura de partição obtidos praticamente não são afetados pela pequena diferença de diâmetro entre as partículas dp_2 e dp_3 , implicando na retirada do termo H da equação 3.2 para $(D_t/D_c) = 0,54$. Deste modo a constante k_2 assume valores que dependem do valor de (D_t/D_c) na equação 3.2. Neste trabalho, considera-se o valor da constante como a média dos valores para cada altura de leito (Tabela 4.2).

Tabela 4.2 – Valores médios de k_2 obtidos a partir da equação 3.2.

Partículas	k_2	
	$(Dt/Dc) = 0,32$	$(Dt/Dc) = 0,54$
$dp_1 = 1,25$ mm	0,0201	0,0302
$dp_2 = 3,75$ mm	0,0118	0,0168
$dp_3 = 3,55$ mm	0,0125	0,0177

Quando a abertura de partição alcança seu valor máximo no EJF, a velocidade inicial pode ser gradativamente reduzida até o colapso para a determinação de U . Os resultados estão representados na Tabela 4.3. A velocidade do gás fluidizante é diretamente proporcional ao diâmetro do tubo interno.

Tabela 4.3 – Velocidades de fluidização obtidas no EJF e valores de k_1 a partir da equação 3.1.

Partícula	$(D_t/D_c)*(H/Lt)$	U (cm/s) \pm 1%	k_1
$d_{p1} = 1,25$ mm $U_{mf} = 52,83$ cm/s $Q_{mf} = 10538,32$ L/h	0,32*0,5	74	4,375
	0,32*0,8	69	4,062
	0,54*0,5	115	4,028
	0,54*0,8	111	3,889
$d_{p2} = 3,75$ mm $U_{mf} = 92,45$ cm/s $Q_{mf} = 18441,56$ L/h	0,32*0,5	119	4,018
	0,32*0,8	112	3,795
	0,54*0,5	216	4,318
	0,54*0,8	200	4,017
$d_{p3} = 3,5$ mm $U_{mf} = 125,33$ cm/s $Q_{mf} = 25000,33$ L/h	0,32*0,5	165	4,125
	0,32*0,8	150	3,750
	0,54*0,5	286	4,222
	0,54*0,8	231	3,407

Pode-se considerar que para alturas de leito maiores, a resistência que as partículas da zona de anelar oferecem no EJF, favorece o escoamento de ar pela zona de arraste e proporciona maior peso do leito na zona anelar que facilita a entrada de partículas para a zona de arraste, por isso uma altura maior do leito na zona anelar estabiliza o EJF para uma redução maior da vazão. Esta estabilidade favorece a obtenção de valores maiores de abertura de partição. Como se pode observar na Tabela 4.3, que as velocidades obtidas são menores que as velocidades obtidas com altura de leito menor devido à estabilidade, provocando a diferença entre os valores de k_1 . Tal variação da constante será desprezada e k_1 será a média aritmética de todas as constantes obtidas, então:

$$\frac{U}{U_{mf}} = 4 \cdot \left(\frac{D_t}{D_c} \right) \quad (\text{eq. 4.1})$$

4.2.2. Quedas de pressão no EJF.

A quedas de pressão nas zonas de arraste e anelar eram medidas no EJF a uma velocidade de fluidização obtida pela equação 4.1. Na equação 4.1, U é a mínima velocidade para a fluidização com tubo interno. A Tabela 4.4 mostra os valores de queda de pressão na mínima fluidização, na zona de arraste e na zona anelar para os três tipos de partículas utilizadas neste trabalho. O ΔP_{mf} varia com a altura do leito de partículas, e os valores da Tabela referem-se aos ΔP_{mf} calculados para as alturas dos leitos quando estes não contém tubo interno (leito fluidizado), de modo que as equações 3.5 e 3.6 são similares a equação 3.1 e 3.2.

Tabela 4.4 – Quedas de pressão na zona anelar e de arraste do EJF.

Partícula	$(D_t/D_c)*(H/L_t)$	$\Delta P_{mf}(\text{mmH}_2\text{O})$ $\pm 2\%$	$\Delta P_D(\text{mmH}_2\text{O})$ $\pm 2\%$	$\Delta P_A(\text{mmH}_2\text{O})$ $\pm 2\%$
$d_{p1} = 1,25 \text{ mm}$ $U_{mf} = 52,83 \text{ cm/s}$ $Q_{mf} = 10538,32 \text{ L/h}$	0,32*0,5	26,4	20	29,5
	0,32*0,8	33,1	40	37,5
	0,54*0,5	23,8	10	37,5
	0,54*0,8	29,1	20	40,0
$d_{p2} = 3,75 \text{ mm}$ $U_{mf} = 92,45 \text{ cm/s}$ $Q_{mf} = 18441,56 \text{ L/h}$	0,32*0,5	41,1	15	50,0
	0,32*0,8	43,6	25	44,5
	0,54*0,5	40,2	10	125,0
	0,54*0,8	42,1	17	140,0
$d_{p3} = 3,55 \text{ mm}$ $U_{mf} = 125,33 \text{ cm/s}$ $Q_{mf} = 25000,33 \text{ L/h}$	0,32*0,5	66,0	15	84,0
	0,32*0,8	69,3	25	70,0
	0,54*0,5	64,7	10	117,5
	0,54*0,8	67,3	17	115,0

Pode-se observar que os valores de ΔP_D são diretamente proporcionais a altura do leito e inversamente proporcionais ao diâmetro do tubo interno. A semelhança de diâmetros entre as partículas dp_2 e dp_3 proporciona quedas de pressão similares na zona de arraste para as duas partículas, isto se deve provavelmente ao aumento proporcional da velocidade total de ar fluidizante e porosidade similares nesta região para os dois tipos de partículas.

Tabela 4.5- Valores das constantes das equações 3.3 e 3.4 respectivamente.

Partícula	$(D_t/D_c)*(H/L_t)$	k_3	k_4
$d_{p1} = 1,25 \text{ mm}$ $U_{mf} = 52,83 \text{ cm/s}$ $Q_{mf} = 10538,32 \text{ L/h}$	0,32*0,5	0,00346	0,00511
	0,32*0,8	0,00345	0,00324
	0,54*0,5	0,00324	0,0122
	0,54*0,8	0,00332	0,00622
$d_{p2} = 3,75 \text{ mm}$ $U_{mf} = 92,45 \text{ cm/s}$ $Q_{mf} = 18441,56 \text{ L/h}$	0,32*0,5	0,00167	0,00556
	0,32*0,8	0,00163	0,00292
	0,54*0,5	0,00192	0,0240
	0,54*0,8	0,00195	0,0160
$d_{p3} = 3,55 \text{ mm}$ $U_{mf} = 125,33 \text{ cm/s}$ $Q_{mf} = 25000,33 \text{ L/h}$	0,32*0,5	0,00104	0,00582
	0,32*0,8	0,00103	0,00289
	0,54*0,5	0,00119	0,0140
	0,54*0,8	0,00122	0,00825

De acordo com a Tabela 4.5 os valores de k_3 sofrem variações devido a variação de ΔP_{mf} , e ainda diminuem com o aumento da U_{mf} . As quedas de pressão obtidas na zona anelar parecem mais desordenadas; para $(D_t/D_c) = 0,32$ a queda de pressão na zona anelar aumenta com a altura do leito para dp_1 , porém diminui para dp_2 e dp_3 , para $(D_t/D_c) = 0,54$ os resultados são ainda mais desordenados, a ΔP_A não varia com a altura do leito para dp_1 , aumenta com a altura do leito para dp_2 e diminui com a altura do leito para dp_3 . Entretanto pode-se observar que os valores de k_4 são da mesma ordem de grandeza para os três tipos de partículas. Para $(D_t/D_c) = 0,32$ a constante k_4 possui valores aproximados nos dois valores de (H/L_t) para os três tipos de partículas estudadas. Não obstante a desordem nos valores de ΔP_A a relação entre as constantes

parece não ser totalmente desordenada. Entretanto somente a equação 3.5 foi testada no equipamento construído. Então $k_3 = 0,00337$ para as partículas dp_1 ; $k_3 = 0,00179$ para as partículas dp_2 e $k_3 = 0,00112$ para as partículas dp_3 .

4.3. Recobridor Leito de Jorro-Fluidizado (RLJF)

O equipamento recobridor foi construído para testar as equações que determinam suas condições de operação e para os ensaios de recobrimento. Este recobridor doravante chamado (RLJF) foi desenvolvido a partir do princípio do leito de jorro-fluidizado com tubo interno cuja base é a característica fluidodinâmica do EJF; este recobridor é de maior escala que a coluna utilizada para o EJF, porém as relações proporcionais são iguais. Para que o jorro de partículas através da zona de arraste e fluidização das partículas na zona anelar se torne possível, a base do equipamento possui duas alimentações de ar distintas para a zona de arraste e zona anelar do leito. Esta alimentação de ar dividida garante a estabilidade que uma alimentação de ar não pode oferecer ao EJF.

A construção deste recobridor foi considerada neste trabalho como o resultado das investigações assim como a descrição de materiais. A Figura 4.8b mostra a base do equipamento com alimentação de ar diferenciada para as duas zonas. Na base do RLJF o tubo central que alimenta ar para a zona de arraste tem a sua posição ajustável, desde a entrada da base até o distribuidor de ar. Tal ajuste permite que o RLJF possa ser adaptado e usado como RLFW (Leito fluidizado Wurster) a partir de utilização de um distribuidor de ar particionado característico desta configuração de processo. O tubo que alimenta ar atomizante e líquido encapsulante para o processo passa pelo interior deste tubo de alimentação de ar para a zona de arraste como mostra a figura 4.8.b. O distribuidor de ar do RLJF é feito de placa perfurada e possui um orifício de 1 cm de diâmetro no centro para o encaixe do atomizador. A placa é toda perfurada com orifícios de 1 mm, a zona de arraste que possui uma área de 16 cm^2 contém 120 perfurações e a zona anelar circundante possui 220 perfurações. O distribuidor do RLFW (Wurster) é feito de placa perfurada na área que corresponde à zona anelar com 208 perfurações e uma tela de 20 mesh na área que corresponde à zona de arraste (16 cm^2) possuindo também um orifício para o atomizador. O distribuidor de placa perfurada é normalmente utilizado em processos de recobrimento por não comprometer a qualidade do recobrimento aderido a superfície das partículas. De acordo com a Figura 4.9.b o tubo de alimentação de ar para a zona de arraste pode ser posicionado de modo que toca o distribuidor permitindo compartilhamento de ar apenas por cima do distribuidor, porém se este tubo estiver a uma pequena distância do distribuidor este também permite compartilhamento de ar por baixo do distribuidor (figura 4.9.c). O tubo de entrada de ar para a zona anelar é tangencial ao cilindro como mostra a Figura 4.9.c. A entrada tangencial de ar tem o objetivo de proporcionar a homogeneização do ar que fluidiza a zona anelar. O gás fluidizante deve perder sua rotação quando encontra o distribuidor e o leito de partículas, desta forma, fluidizando homogeneamente a zona anelar (figura 4.9.a). A base e a coluna cilíndrica do RLJF foram construídas com tubo PVC150 (15 cm de diâmetro), a altura total da coluna é de 1,15 m.

Com o objetivo de se observar a fluidização, um periscópio foi inserido na parte superior do cilindro permitindo a visualização do leito por cima, mesmo durante a fluidização. Para auxiliar a medição da altura de leito de partículas e posição do tubo interno, uma janela acrílica com aferição em escala milimétrica, foi colocada na lateral do cilindro permitindo a visualização da zona anelar e do interior do leito. Estes dois visores devem ser capazes de informar a performance do processo durante todo o tempo

de operação, tanto em relação à estabilidade da fluidização quanto à incorporação de material encapsulante no leito de partículas sinalizada por sua coloração. No RLJF, o tubo interno pode ser elevado até a abertura de partição desejada ou rebaixado até a abertura de partição inicial (o ideal é que este procedimento seja efetuado durante a fluidização) possibilitando uma abertura de partição como variável operacional, que não era uma possibilidade disponível de acordo com a literatura.

Após a construção do RLJF, alguns ensaios foram efetuados para verificar sua funcionalidade. Os experimentos consistiam em verificar o comportamento da fluidização mediante o acionamento dos compressores de ar e a elevação do tubo interno. Um leito de partículas de polietileno de diâmetro $d_p = 3,75$ mm foi carregado ao equipamento preenchendo 80% da altura do tubo interno. O compressor para a zona de arraste foi acionado e o tubo interno elevado até uma determinada abertura de partição não ocorrendo inicialmente arraste das partículas através do tubo interno. O arraste das partículas só pode ser observado aliado a fluidização da zona anelar após o acionamento dos compressores que alimentam gás fluidizante para a zona anelar e de arraste simultaneamente; deste modo, somente o acionamento da vazão total para a fluidização proporcionava o padrão de escoamento de partículas desejado, devido ao compartilhamento de gás fluidizante entre as duas zonas. Pode-se observar também que, do modo que se previa, o ar para a fluidização da zona anelar perdia sua rotação ao encontrar o distribuidor e o leito de partículas, pois não se observava escoamento das partículas na direção angular. Após um jorro estabelecido e estável com visível fluidização na zona anelar, o tubo interno era lentamente elevado para se observar às características da fluidização. Para o leito de partículas de polietileno, o jorro colapsava a uma determinada abertura de partição máxima, após esta distância o leito podia ser caracterizado como um leito fluidizado com tubo interno imerso de acordo com a figura 4.9.b. Este fato mostra que mesmo para alimentação de ar diferenciada existe uma abertura de partição máxima para se obter um jorro estável com circulação uniforme de partículas. A jorro-fluidização do leito de partículas podia ser restabelecida com o abaixamento do tubo interno.

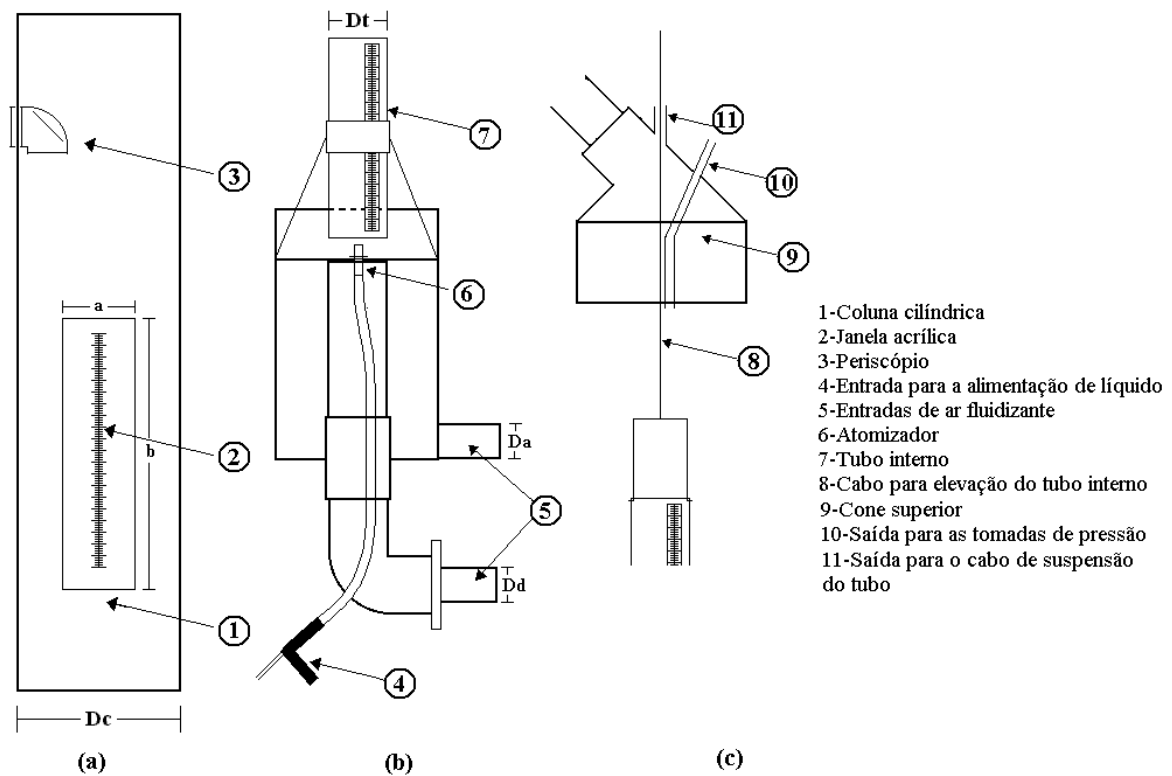


Figura 4.8 – Representação das três partes que constituem o RLJF: (a) a coluna que possui periscópio e janela acrílica; (b) a base com alimentação de ar diferenciada; (c) a tampa que permite ajuste da abertura de partição por fora com saída para as tomadas de pressão. Onde $D_c = 14,8$ cm; $a = 6,4$ cm; $b = 31$ cm; $D_d = 2,6$ cm; $D_a = 2,6$ cm; $D_t = 4,5$ cm (diâmetro igual ao do tubo de alimentação central).

O recobridor possui quatro tomadas de pressão inseridas na coluna cilíndrica com distância de 5 cm uma da outra para medir as quedas de pressão na zona anelar, e duas tomadas de pressão inseridas no tubo interno para medir a queda de pressão na zona de arraste em escala proporcional a coluna utilizada para o EJF. O RLJF utiliza dois compressores diferentes para cada entrada de ar, uma alimentação de ar para arrastar as partículas na zona de arraste e uma alimentação de ar para fluidizar as partículas na zona anelar justificando as medidas de queda de pressão em cada zona.

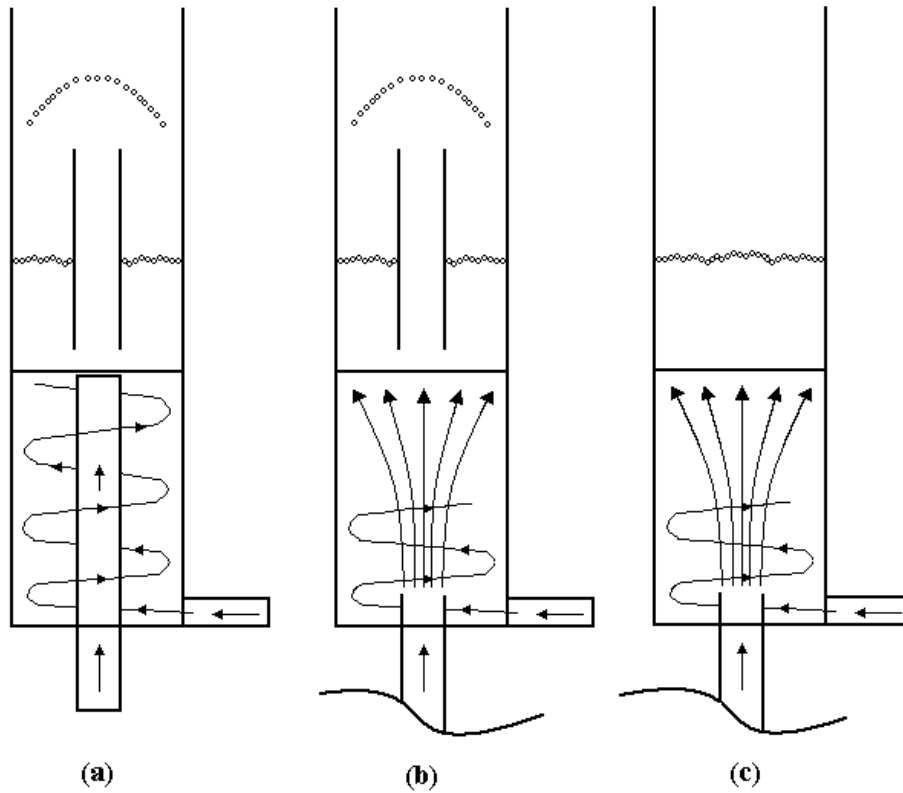


Figura 4.9 – Representação das posições do tubo de alimentação para as diferentes configurações de processo: (a) Leito de jorro fluidizado com tubo interno; (b) Leito fluidizado Wurster; (c) Leito Fluidizado.

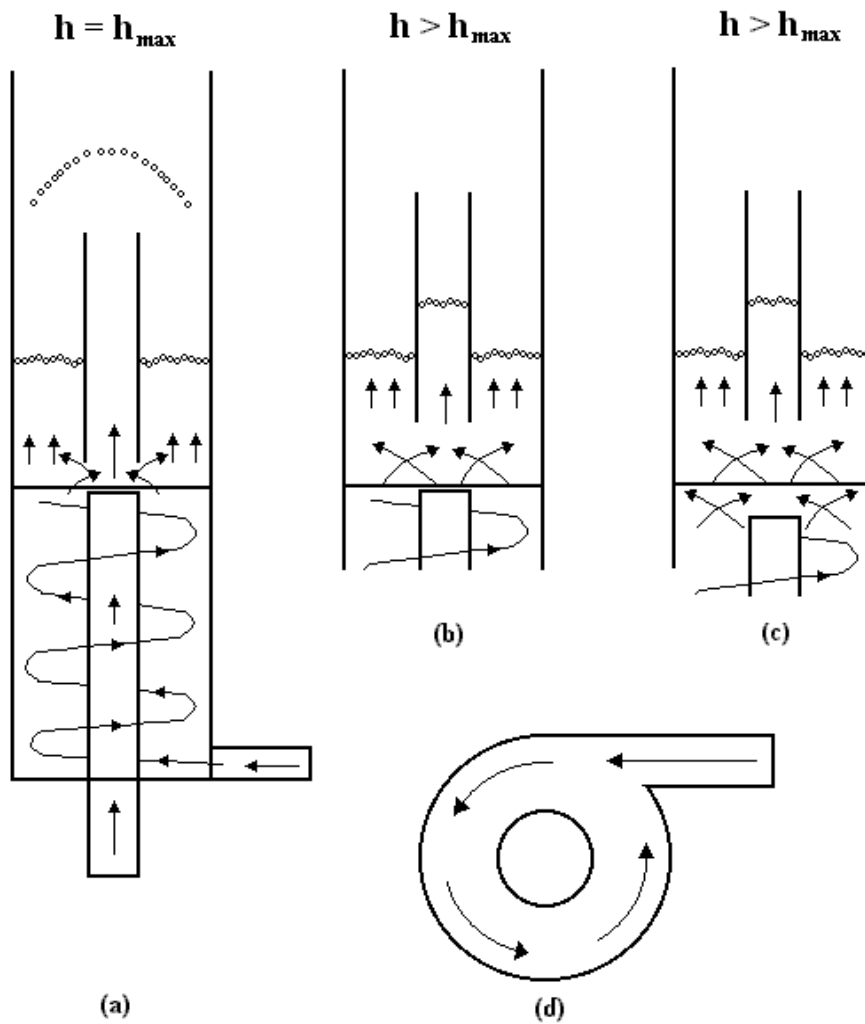


Figura 4.10-(a) Representação do escoamento de ar rotacional na alimentação de ar para a zona anelar do leito de partículas em que o escoamento perde a rotação, e representação de troca de ar entre as zonas através da altura de partição quando $h = h_{max}$ (leito de jorro fluidizado); (b) Na altura de partição $h > h_{max}$ o leito é fluidizado com tubo interno imerso (situação sem ciclo ordenado de partículas); (c) Representação da entrada tangencial para a alimentação de ar para a zona anelar.

De acordo com ensaios anteriores pode-se observar que um recobrimento adequado só seria possível com a utilização de um atomizador pneumático que *pulveriza* o líquido que é injetado no leito fluidizado. A figura 4.10 mostra o princípio de um atomizador pneumático que foi utilizado.

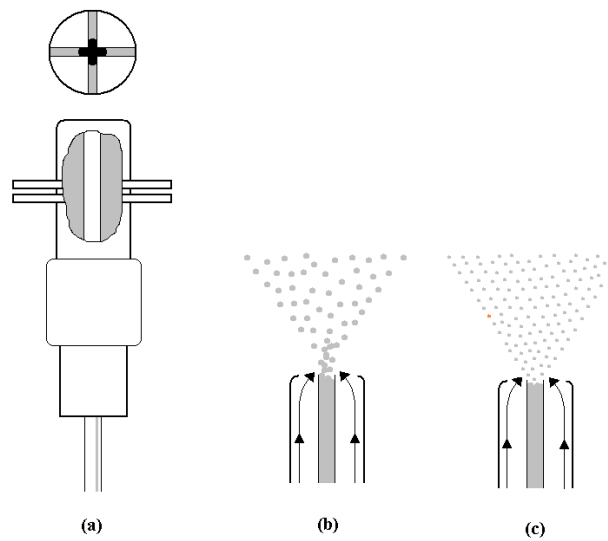


Figura 4.11—Representação do atomizador pneumático construído para os ensaios de recobrimento: (a) o corpo do atomizador e o distribuidor de ar atomizante; (b) gotas maiores com baixa vazão de ar atomizante; (c) gotas menores com alta vazão de ar atomizante.

No atomizador, o ar que atomiza as gotas de líquido liberadas pelo tubo central passa ao redor deste tubo. A injeção de líquido é feita através de uma bomba peristáltica e a injeção de ar atomizante é feita com uma bomba de vácuo. A pressão manométrica é mantida constante na bomba de vácuo para produzir a máxima atomização possível, assim, a vazão do ar é constante. O aumento da vazão de líquido encapsulante implica em uma redução relativa de ar para a atomização reduzindo assim o tamanho das gotas que são liberadas pelo atomizador.

A instalação montada para o processo de recobrimento é mostrada na figura 4.11.

- 1-Compressores de ar
- 2-Tubo de Venturi
- 3-Resistência para aquecimento do ar
- 4-Manômetro
- 5-Rotômetro
- 6-Termopares
- 7-Alimentação de suspensão
- 8-Alimentação de ar diferenciada
- 9-Tubo draft
- 10-Periscópio

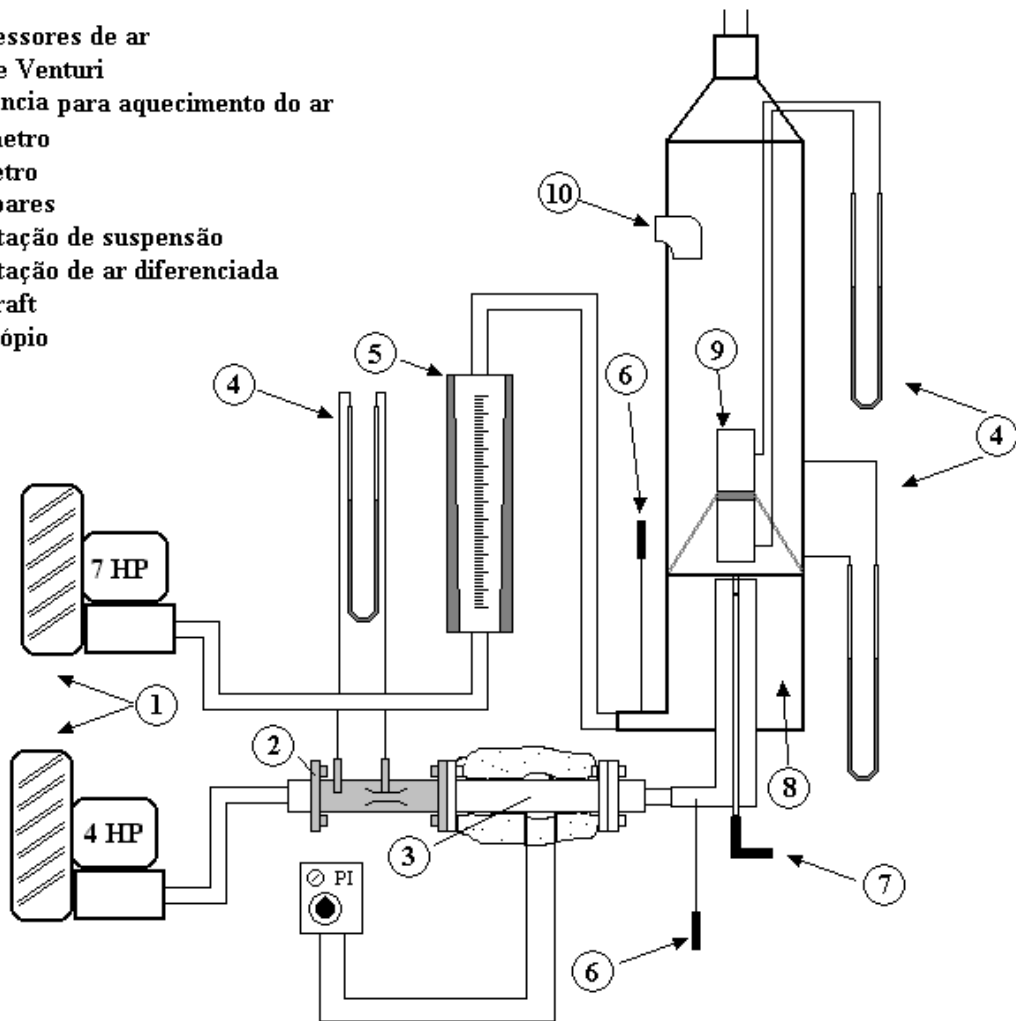


Figura 4.12-Representação da instalação experimental utilizada após a construção do recobridor.

O suprimento de ar para a zona de arraste e zona anelar foi feito por dois compressores radiais centrífugos de 4 HP e 7 HP respectivamente. A medida de vazão de ar para a zona de arraste foi feita através de um medidor de Venturi. A medida de vazão de ar para a zona anelar foi feita através de rotômetro. A medida da temperatura de ar foi feita através de termopares ligados a um registrador digital. Um controlador do tipo proporcional integral (PI) controlava a temperatura do ar da zona de arraste.

4.3.1. Velocidade total de ar fluidizante e abertura de partição.

Os resultados obtidos no EJF foram testados no RLJF para verificação da reprodutibilidade em maior escala das aberturas de partição e velocidades de fluidização. A Tabela 4.6 mostra os resultados para as aberturas de partição:

Tabela 4.6 - Comparação entre valores teóricos de abertura de partição obtidos a partir da equação 3.2 e valores medidos.

Partículas	$(D_t/D_c)*(H/L_t)$	h_{max} teórico(mm)	h_{max} medido(mm) $\pm 1\%$
$d_p = 1,25$ mm $U_{mf} = 52,83$ cm/s	0,32*0,5	10,7	3
	0,32*0,8	14,3	14
$d_p = 3,75$ mm $U_{mf} = 92,45$ cm/s	0,32*0,5	17,9	10
	0,32*0,8	26,8	50
$d_p = 3,55$ mm $U_{mf} = 125,33$ cm/s	0,32*0,5	17,9	10
	0,32*0,8	26,8	40

Os valores de abertura de partição teóricos são obtidos a partir da equação 3.2, com os valores de k_2 da Tabela 4.1 que correspondem às respectivos tipos de partículas. Pode-se observar que com as partículas dp_1 o valor de h_{max} obtido para $(H/L_t) = 0,8$ é bem preciso, porém em $(H/L_t) = 0,5$ o valor experimental é extremamente inferior. Para as partículas dp_2 e dp_3 os valores experimentais são diferentes dos valores teóricos para ambos os valores de (H/L_t) . Pode-se observar que para $(H/L_t) = 0,5$ os valores experimentais obtidos para dp_1 e dp_2 são similares devido a semelhança de diâmetros entre as duas partículas tal como demonstrado pelos valores teóricos. Para $(H/L_t) = 0,8$ o valor experimental obtido para as partículas dp_2 foi razoavelmente superior ao valor obtido para as partículas dp_3 .

Existe um aspecto envolvido na determinação da abertura de partição em maior escala que deve ser levado em consideração na análise destes resultados: o distribuidor usado no RLJF é de placa perfurada enquanto que o distribuidor usado para o EJF é de tela e praticamente não oferece resistência ao escoamento. O distribuidor de placa perfurada não é homogeneamente perfurado, isto é, este possui ainda uma relação de perfuração que privilegia a circulação das partículas. Tal relação de perfuração foi determinada por tentativa utilizando-se as partículas dp_2 para os testes durante a construção do equipamento, desta forma a partição do distribuidor privilegia a estabilidade do leito de partículas dp_2 permitindo maior elevação do tubo interno principalmente para alturas mais elevadas de leito de partículas. O distribuidor parece ter sido praticamente projetado para as partículas dp_2 , privilegiando desta forma a estabilidade da fluidização deste tipo de partícula.

A equação 4.1 foi testada no RLJF e os resultados estão na Tabela 4.7. Quando utilizada em maior escala, a vazão necessária para a fluidização das partículas é o produto da velocidade obtida através da equação 3.1 e a área total da seção transversal do equipamento.

Tabela 4.7 – Vazões de ar fluidizante obtidas para uma operação com $(Dt/Dc) = 0,32$ e $(H/Lt) = 0,5$.

Partícula	U (cm/s)	Q _{T1} (cm ³ /s)	Q _{T1} /2 (cm ³ /s)	Q _{T1} /2 (L/h)
d _{p1} = 1,25 mm	73,96	12209,71	6104,86	21977,5
d _{p2} = 3,75 mm	118,86	19627,35	9813,68	35329,2
d _{p3} = 3,55 mm	165,43	27317,46	13658,73	49171,4

Os valores obtidos na Tabela 4.7 promovem com êxito a fluidização das partículas na zona anelar com arraste através da zona de arraste. As aberturas de partição máximas h_{max} obtidas no RLJF foram determinadas experimentalmente e comparadas às estimativas teóricas. Assim como ocorre com o EJF, a variação dos valores de velocidade total de ar fluidizante não implicava na variação de valores de h_{max} obtidos no RLJF.

4.3.2. Quedas de pressão no RLJF

Com o objetivo de testar a reprodutibilidade em maior escala das quedas de pressão obtidas no EJF, as quedas de pressão foram medidas no RLJF na abertura de partição máxima obtida neste equipamento. Os resultados estão na Tabela 4.8.

Tabela 4.8 - Valores de ΔP_D medidos comparados a valores de ΔP_D teóricos obtidos da equação.

Partícula	$(Dt/Dc)*(H/Lt)$	ΔP_{mf} medido(mmH ₂ O) $\pm 1\%$	ΔP_D teórico(mmH ₂ O)	ΔP_D medido(mmH ₂ O) $\pm 1\%$	ΔP_A medido(mmH ₂ O) $\pm 1\%$
U _{mf} = 52,83 cm/s d _{p1} = 1,25 mm	0,32*0,5	45	60,9	60	45
	0,32*0,8	45	97,1	80	45
U _{mf} = 92,45 cm/s d _{p2} = 3,75 mm	0,32*0,5	40	26,1	35	40
	0,32*0,8	40	40,9	55	40
U _{mf} = 125,33 cm/s d _{p3} = 3,55 mm	0,32*0,5	50	20,3	65	50
	0,32*0,8	50	32,2	70	50

A primeira diferença observada nas medidas de ΔP_{mf} (queda de pressão na mínima fluidização) realizadas no RLJF em relação as medidas feitas no LF (leito fluidizado) é que estes valores não variam com a altura do leito tal como ocorre no EJF. Observa-se também que as quedas de pressão na zona anelar ΔP_A são iguais as quedas de pressão na mínima fluidização no recobridor RLJF.

Os valores de ΔP_D teóricos foram determinados com a equação 3.3 usando os valores de k_3 da Tabela 4.5. Tal como ocorre no EJF, a ΔP_D aumenta com a altura do leito, pois para alturas mais elevadas de leito as aberturas de partição máxima obtidas são maiores permitindo que maior quantidade de partículas entre para a zona de arraste.

Pode-se observar que a estimativa teórica feita para dp_1 em $(H/Lt) = 0,5$ foi muito próxima do resultado obtido experimentalmente. A discrepância que ocorre com os outros resultados deve-se provavelmente ao erro de projeto do distribuidor mencionado anteriormente. Deste modo as equações 3.3 e 3.4 não foram válidas para estimativas de ΔP na zona de arraste e anelar em maior escala.

4.3.3. Conclusão de estudos fluidodinâmicos II.

O estado jorro fluidizado (EJF) pode ser importante para previsões da taxa de circulação das partículas que está diretamente relacionada à taxa de crescimento de partículas recobertas no processo. A taxa de circulação está relacionada à abertura de partição assim como à velocidade de fluidização no EJF. Deste modo, para uma previsão adequada do tempo de operação que leva aos requisitos do recobrimento, a determinação destas duas condições de operação faz-se necessária.

Uma vez que a abertura de partição permite maior entrada de gás fluidizante para a zona anelar esta abertura também terá influência nas quedas de pressão do gás por estas zonas. Por isso o equacionamento proposto nesta fase do trabalho teve como objetivo principal fornecer as condições fluidodinâmicas de operação para o processo de recobrimento no tipo de equipamento construído: a velocidade total de ar fluidizante, a abertura de partição e as quedas de pressão que a fluidização das partículas nestas condições proporciona. O estado jorro-fluidizado (EJF) é a base para determinação destas condições. A abordagem para a determinação de tais condições a partir do estado jorro-fluidizado (EJF) não é encontrada na literatura. A partir dos resultados obtidos nestes ensaios pode-se concluir que o EJF forneceu estimativas adequadas apenas no que tange a determinação da velocidade total de fluidização.

As aberturas de partição e as quedas de pressão obtidas no recobridor não confirmaram as estimativas teóricas, provavelmente devido a duas razões principais: a forma inadequada das equações elaboradas para a previsão dos resultados e a falhas de projeto do recobridor.

Em relação ao recobridor a falha pode estar relacionada ao distribuidor de placa perfurada, pois este promove menores interações entre o ar fluidizante e as partículas quando comparado ao distribuidor de tela utilizado no EJF devido a diferenças de perda de carga entre estes. O recobridor construído tem a alimentação de ar diferenciada para garantir a estabilidade da fluidização, esta alimentação e o distribuidor de placa perfurada foram implementados para reproduzir um equipamento com características industriais, não sendo desta forma, uma reprodução fiel das condições que levam ao EJF. A escolha de uma configuração industrial para os testes ao invés da reprodução fiel das condições que levam ao EJF, pode ter contribuído para a não confirmação dos resultados em maior escala.

Em relação às equações elaboradas pode-se observar que as quedas de pressão, por exemplo, é função da velocidade mínima de fluidização do leito de partículas. Portanto duas são as aproximações do projeto que podem levar a confirmação dos resultados: a primeira é adequação do distribuidor de modo que o recobridor se aproxime das condições que levam ao EJF e a segunda é a adequação das equações.

4.4. Experimentos de recobrimento

4.4.1. Vazão de encapsulante

Os ensaios de recobrimento enfocaram a melhor forma de evitar a aglomeração a partir da vazão de líquido tendo em vista o padrão de escoamento das partículas já determinado a partir dos estudos fluidodinâmicos fase 2. A determinação da vazão de líquido foi avaliada sob dois pontos de vista: o primeiro analisa a secagem da suspensão quando forma o filme e sua capacidade de superar as interações viscosas que formam pontes de líquido entre as partículas encapsuladas; o segundo analisa o efeito destas interações viscosas na variação da queda de pressão do ar fluidizante na zona anelar e a

possibilidade de se ter uma aplicação prática para esta variação. Estes ensaios se dividiram em duas etapas: a primeira utilizando somente solvente puro (água) e a segunda utilizando a suspensão preparada com o solvente e o agente encapsulante. Durante este processo a queda de pressão na zona anelar foi constantemente monitorada para se verificar alguma variação devido à resistência do leito à passagem do ar conseqüente das interações viscosas entre as partículas.

4.4.1.1. Recobrimento com solvente puro

Como se pode observar na Tabela 4.9, nas diferentes vazões de solvente puro utilizadas, a secagem foi similar de acordo com as temperaturas de bulbo seco (T_{bs}) e bulbo úmido (T_{bu}) do ar na saída do leito. Não foram observadas variações na queda de pressão do ar fluidizante na zona anelar para as vazões de 0,1, 0,15, 0,18, 0,21 ml/s de solvente, indicando o baixo acúmulo de líquido nesta zona, e os tempos de operação foram encerrados espontaneamente. Entretanto, para as vazões de 0,26 e 0,30 ml/s o excesso de líquido acumulou-se na zona anelar durante a fluidização provocando uma redução na queda de pressão de 40 mmH₂O para 20 mmH₂O e o tempo de operação até o colapso da fluidização, isto é, o período de tolerância da fluidização foi em média de 6 e 5 minutos respectivamente, indicando que a *vazão limite* de solvente está entre 0,21 e 0,26ml/s .

Tabela 4.9 - Tempo de operação em diferentes vazões de solvente e comportamento das quedas de pressão na zona anelar em leito de jorro fluidizado. ($T_{Arraste} = 36,4^{\circ}\text{C}$; $T_{Anelar} = 42,6^{\circ}\text{C}$).

t(min)	Q(ml/s)	$T_{bs}(^{\circ}\text{C})$	$T_{bu}(^{\circ}\text{C})$	$\Delta P(\text{mmH}_2\text{O})$
40	0,1	29,5	25,3	41-40
40,5	0,15	29,5	25,2	41-40
39,1	0,18	29,4	25,2	40-40
37,0	0,21	30,2	25,8	40-39
6,0	0,26	29	25,8	40-20
5,0	0,3	29	26	40-20

4.4.1.2. Recobrimento com suspensão encapsulante

Após os ensaios com solvente puro, foram efetuados ensaios de recobrimento com injeção de suspensão encapsulante. Na Tabela 4.10 estão representados os períodos de tolerância da fluidização, isto é, o tempo em que a fluidização permanece estável tolerando a injeção de líquido até o colapso final do leito.

Tabela 4.10 - Tempo de operação em diferentes vazões de encapsulante e comportamento das quedas de pressão na zona anelar. ($T_{Arraste} = 39,4^{\circ}\text{C}$; $T_{Anelar} = 40,9^{\circ}\text{C}$).

T(min)	Q(ml/s)	$T_{bs}(^{\circ}\text{C})$	$T_{bu}(^{\circ}\text{C})$	$\Delta P(\text{mmH}_2\text{O})$	$M_e(\text{g})$
1,05	0,50	38,2	25,5	40-20	9,5
2,15	0,19	38,2	25,2	40-20	8,4
4,3	0,10	39,8	24,4	40-23	7,8
11,5	0,05	39,5	24,4	40-30	7,2

Como se pode observar na Tabela 4.10 as massas de material encapsulante retidas nas partículas, nos quatro ensaios não produzem variação significativa de espessura de filme encapsulante nas partículas em um leito de massa 1000g, indicando que provavelmente a agregação ou colapso do leito ocorre para espessuras de filme similares. A pequena diferença de massa obtida entre os ensaios talvez se deva a maiores perdas de material por atrito ou secagem nas condições em que o filme seca-se mais facilmente, isto é, a baixas vazões, pois o tamanho das gotas atomizadas é menor. Pode-se observar que, para os experimentos com vazão de líquido 0,40, 0,19 e 0,10 ml/s, o tempo de tolerância da fluidização praticamente dobrou quando as vazões de líquido foram reduzidas a metade. Neste caso, as interações viscosas responsáveis pela agregação, promovidas por filmes com espessuras similares, superaram a secagem do filme. Porém, o tempo de operação estável foi um pouco maior para uma vazão de líquido de 0,06 ml/s indicando que a secagem pode estar sendo efetiva em evitar a agregação para vazões de encapsulante muito pequenas. Pode-se observar que as máximas variações nas quedas de pressão na zona anelar produziram valores iguais tanto no processo com solvente puro quanto no recobrimento com encapsulante. A variação na queda de pressão é menor para baixas vazões de encapsulante indicando que ocorre secagem do filme a esta vazão.

A partir dos resultados obtidos nos ensaios de recobrimento pode-se verificar que a secagem do solvente no processo com injeção de encapsulante é muito baixa e as interações viscosas são mais significativas em colaborar para a agregação; e as variações nas quedas de pressão sinalizam a secagem do filme aderido as partículas. A possibilidade de controlar a injeção de líquido encapsulante utilizando-se como referência à variação na queda de pressão pode tornar o processo mais seguro e possivelmente mais acelerado. Controlar o processo a partir da variação na queda de pressão do gás de fluidização significa parar a injeção de líquido encapsulante quando a queda de pressão se aproxima daquela em que ocorre colapso. Quando a injeção de líquido é suspensa o filme aderido sobre a superfície das partículas é submetido a algum período de secagem que tem seu final sinalizado pelo retorno da queda de pressão ao seu valor inicial.

Ensaio de recobrimento foram efetuados para verificar o potencial de aplicação da variação de pressão para controlar a injeção de encapsulante. A vazão escolhida para estes ensaios foi 0,19 ml/s, um valor intermediário utilizado nos ensaios anteriores. Durante o processo, a injeção de líquido foi suspensa sempre que a variação na queda de pressão se aproximava de 25 mmH₂O, 5 mmH₂O acima da queda de pressão considerada crítica. Como se esperava sempre que a injeção de líquido era parada, as partículas eram submetidas a um período de secagem que tinha seu final sinalizado pelo retorno da queda de pressão ao seu valor inicial de 40 mmH₂O. Nestes ensaios o processo podia ser mantido estável por um período de 40 minutos e a massa de encapsulante retida nas partículas foi em média de 29,34 g.

Alguns ensaios de recobrimento foram realizados no recobridor adaptado como leito fluidizado Wurster, e a vazão de 0,19 ml/s foi selecionada para os experimentos. Estes experimentos tinham como objetivo de verificar a faixa de queda de pressão na zona anelar durante o processo de recobrimento. O processo de recobrimento foi efetuado e em períodos de 2,6 minutos em média a faixa de variação de ΔP na zona anelar era entre 30 mmH₂O e 20 mmH₂O, indicando que o leito fluidizado Wurster possui uma faixa de ΔP mais estreita para o controle da injeção de líquido. Uma faixa de ΔP mais estreita oferece menor segurança ao controle. Ao final de cada operação de recobrimento o leito era descarregado e observava-se que algumas partículas não apresentavam coloração devido à ausência de filme encapsulante. As partículas não

recobertas foram contabilizadas e comparadas às partículas não recobertas no RLJF. No processo de recobrimento no RLFW (Wurster) a quantidade de partículas não recobertas foi de 20 % em media maior que no recobrimento no RLJF, indicando que a agitação da zona anelar do EJF contribui efetivamente para a redução da quantidade de partículas estagnadas na zona morta, porém não elimina esta zona.

4.4.2. Conclusão dos experimentos de recobrimento

De acordo com os resultados, pode-se verificar que todas as vazões de líquido encapsulante utilizadas promoviam agregação e colapso da fluidização após um período de tempo. A secagem do filme aderido sobre as partículas em curto prazo era dificultada devido à alta viscosidade do material encapsulante. A alternativa utilizada para evitar a agregação e colapso da fluidização foi parar a injeção de líquido durante o processo para evitar o colapso. O momento de parada da injeção de líquido pode ser sinalizado pela queda de pressão que a zona anelar experimenta devido à maior resistência ao escoamento de ar por esta zona que é consequência das interações viscosas entre as partículas. O retorno da mesma queda de pressão ao valor inicial indica que o recobrimento aderido sobre as partículas secou-se, e a injeção de líquido pode assim ser reiniciada. Tal informação permite então a agilização e controle do processo

O equipamento recobridor construído pode ser adaptado como leito fluidizado Wurster (RLF), então alguns experimentos foram realizados nesta configuração para comparação com resultados obtidos no leito de jorro-fluidizado (RLJF). De acordo com as observações, a faixa de queda de pressão na zona anelar (ΔP_A) durante o recobrimento no RLFW é relativamente inferior a faixa de ΔP_A disponível no recobrimento no RLJF. Tal diferença de valor pode oferecer menor segurança ao controle da vazão de líquido no RLFW. Em relação ao padrão fluidodinâmico observou-se que a quantidade de partículas não recobertas no RLFW é superior que no recobrimento com RLJF, indicando que o RLJF possui maior eficiência de produção.

5. CONCLUSÕES

De acordo com a literatura, no processo de recobrimento a aglomeração pode ser eliminada basicamente pela seleção de uma vazão de ar fluidizante que proporcione agitação e desagregação entre as partículas e pela determinação de uma vazão de líquido encapsulante adequada que tem sua secagem facilitada nas condições de operação. De acordo com a literatura, o ajuste de temperatura deve ser feito em função da temperatura de transição vítrea do polímero, e o padrão fluidodinâmico que é consequência da velocidade de ar fluidizante e abertura de partição em configurações com tubo interno é determinado através das propriedades das partículas. Neste trabalho a influência da temperatura na agregação não foi avaliada, mas apenas a capacidade do padrão fluidodinâmico tanto em superar a aglomeração quanto em fornecer informações para o controle do processo.

Na primeira fase do trabalho, configurações de processo comumente utilizadas para o recobrimento foram avaliadas, são elas: o leito de jorro (LJ), o leito de jorro com tubo interno (LJT) e o leito fluidizado Wurster (LFW). Tal estudo foi realizado para se adquirir um conhecimento das propriedades básicas do leito em fluidização que é importante no desenvolvimento do padrão fluidodinâmico adequado em um processo de recobrimento. De acordo com os resultados desta fase, pode-se observar que o leito de jorro (LJ) possui maior aeração e estabilidade no processo de recobrimento que o LJT e LFW, porém a interface característica desta configuração pode contribuir para a deterioração do recobrimento aderido sobre a superfície das partículas. De acordo com a literatura, a presença do tubo interno no leito de jorro é importante, pois favorece a compactação da superfície do recobrimento aderido às partículas. Portanto uma configuração que possui a estabilidade do leito de jorro e possui ainda tubo interno para melhorar a qualidade do recobrimento parece ser a configuração mais adequada. Um procedimento especial realizado com o leito de partículas levou a um estado de fluidização que parece possuir os requisitos mencionados pela literatura. Este estado foi denominado estado jorro-fluidizado (EJF) e foi comparado ao leito de jorro. A partir da diferença de aeração entre o leito de jorro (LJ) e o estado jorro-fluidizado (EJF) pode-se observar que este último não possui maior aeração que o LJ. Entretanto possui agitação suave na zona anelar que pode contribuir para evitar a agregação sem danificar o filme aderido nas partículas, possuindo ainda o tubo interno necessário para a compactação. O EJF possui ainda maior aeração que o LFW e possui uma agitação da zona anelar tal que pode proporcionar uma mistura que evita a estagnação de partículas na zona morta.

A característica fluidodinâmica do EJF é conhecida e citada na literatura, entretanto, o procedimento fornece a possibilidade de um equacionamento simples para determinar as condições fluidodinâmicas em um leito de jorro-fluidizado com tubo interno. Estas equações foram utilizadas para determinar as condições de operação no recobridor construído a partir dos resultados da primeira fase.

A partir dos resultados obtidos na segunda fase pode-se observar que o EJF forneceu estimativas adequadas apenas em relação à determinação da velocidade total de fluidização. As aberturas de partição e as quedas de pressão obtidas no recobridor também não confirmaram as estimativas teóricas. A razão para a não confirmação destes resultados é atribuída a dois motivos principais: em primeiro, as equações elaboradas podem não ser adequadas para descrever as relações entre as variáveis analisadas; e em segundo, falhas no projeto do distribuidor podem ter colaborado para um padrão fluidodinâmico que não reproduz com precisão as condições que levam ao EJF. Neste caso, o distribuidor de placa perfurada promove menores interações entre o ar fluidizante e as partículas quando comparado ao distribuidor de tela devido a

diferenças de perda de carga entre estes. O recobridor construído tem a alimentação de ar diferenciada para garantir a estabilidade da fluidização. Esta alimentação e o distribuidor de placa perfurada foram implementados para reproduzir um equipamento com características industriais, não sendo desta forma, uma reprodução fiel das condições que levam o EJF. A escolha de uma configuração industrial para os testes ao invés da reprodução fiel das condições que levam ao EJF, pode ter contribuído para a incompatibilidade de resultados em maior escala.

A não confirmação destes resultados implica na impossibilidade de estimativas precisas em relação à taxa de crescimento das partículas quando a abertura de partição e a velocidade de fluidização não se reproduzem proporcionalmente em escala ampliada. Quando as quedas de pressão não se reproduzem do mesmo modo, o dimensionamento dos compressores também é dificultado. Entretanto, como observado, a zona anelar do recobridor permanece a mesma queda de pressão encontrada na condição mínima de fluidização para o leito fluidizado implementado no recobridor, assim ao menos para a zona anelar pode-se prever a perda de carga. A flexibilidade que estas estimativas permitiriam se fossem confirmadas são necessárias para atender os critérios de produção no recobridor industrial em relação a um tipo de partícula específico sem a necessidade de toda a versatilidade encontrada no recobridor piloto.

Os experimentos de recobrimento foram realizados com o objetivo de avaliar a efetividade do padrão fluidodinâmico que serviu de base para o projeto do equipamento. Em uma etapa inicial a injeção de solvente puro foi utilizada para estabelecer uma referência para a escolha da vazão de encapsulante mais adequada para o processo de recobrimento. Isto seria possível a partir de uma relação proporcional entre a *vazão limite* de solvente puro e uma *vazão limite* de suspensão encapsulante. Entretanto, com a secagem efetiva de filme somente a vazões muito baixas, atingir camadas mais espessas em um processo contínuo e estável poderia expor as partículas a condições de degradação se estas fossem degradáveis, deste modo, uma alimentação contínua de líquido pode não ser viável, e a relação proporcional foi substituída por informações que o processo pode oferecer em relação ao controle do processo.

De acordo com os resultados, pode-se verificar que todas as vazões de líquido encapsulante utilizadas promoviam agregação e colapso da fluidização após um período de tempo. A secagem do filme aderido sobre as partículas em curto prazo era dificultada devido à alta viscosidade do material encapsulante. A alternativa utilizada para evitar a agregação e colapso da fluidização foi parar a injeção de líquido durante o processo para evitar o colapso. O momento de parada da injeção de líquido pode ser sinalizado pela queda de pressão que a zona anelar experimenta devido à maior resistência ao escoamento de ar por esta zona que é consequência das interações viscosas entre as partículas. Durante os experimentos, à medida que o material encapsulante aderiu-se as partículas, o valor de queda de pressão reduzia lentamente, com a parada da injeção de líquido, a queda de pressão retornava lentamente ao valor inicial. O retorno da mesma queda de pressão ao valor inicial indica que o recobrimento aderido sobre as partículas secou-se, e a injeção de líquido pode assim ser reiniciada. Tal informação permite então a agilização e controle do processo.

O equipamento recobridor construído pode ser adaptado como leito fluidizado Wurster (RLFW), então alguns experimentos foram realizados nesta configuração para comparação com resultados obtidos no leito de jorro-fluidizado (RLJF). De acordo com as observações, a faixa de queda de pressão na zona anelar (ΔP_A) durante o recobrimento no RLFW é relativamente inferior a faixa de ΔP_A disponível no recobrimento no RLJF. Tal diferença de valor pode oferecer menor segurança ao controle da vazão de líquido no RLFW. Um faixa de ΔP_A menor para o RLFW

demonstra que a agitação na zona anelar não é tão significativa para evitar agregação, então após a queda de ΔP_A durante o processo, a agregação de partículas estagnadas pode não ser evitada com a parada de injeção de líquido encapsulante, proporcionando maior possibilidade de colapso. A menor agitação na zona anelar foi comprovada após a contagem de partículas não recobertas de cada processo. A quantidade de partículas não recobertas no RLFW é superior ao recobrimento com RLJF. Este resultado também indica que o RLJF possui maior eficiência de produção.

6. PERSPECTIVAS

De acordo com os resultados obtidos ao longo deste trabalho, algumas propostas, para futuros estudos, devem ser mencionadas para dar continuidade aos objetivos primários destes estudos.

As equações sugeridas para a determinação da abertura de partição máxima e quedas de pressão não se reproduziram em escala ampliada. Este fato foi atribuído a duas razões possíveis: à forma das equações e às características do distribuidor e equipamento que foram implementadas para simular a configuração industrial.

Sendo assim propõe-se a modificação das equações assim como das características do equipamento com objetivo de aproximá-lo o máximo possível da configuração que determina suas condições de operação (EJF).

Os experimentos de recobrimento ganharam ênfase neste trabalho apenas para demonstrar o potencial do equipamento em fornecer informações em relação ao controle adequado do processo. As propriedades da suspensão encapsulante e o tipo de partícula utilizada não foram modificados para as análises, portanto não se conhece o efeito da modificação destas propriedades na capacidade do equipamento em fornecer informações que favoreçam o controle do processo, deste modo a influência das propriedades do encapsulante e das partículas pode ser avaliada.

Uma das informações relevantes para o processo é a vazão de líquido que proporciona uma redução suave da queda de pressão, e a queda de pressão em que ocorre agregação para um determinado tipo de partícula e suspensão encapsulante, portanto em estudos futuros pode-se determinar a queda de pressão de agregação para diferentes pares de partícula e encapsulante.

As características da superfície das partículas não foram avaliadas, pois se considera que os resultados foram similares para as diferentes configurações de processo utilizadas devido ao mesmo tipo de atomização. O controle adequado do processo pode colaborar para a qualidade do produto final, entretanto a diferenças entre as características da superfície das partículas recobertas em diferentes configurações de processo pode ser avaliada.

7-REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASIF M., IBRAHIM A. A.: *Minimum fluidization velocity and defluidization behavior of binary-solid liquid-fluidized beds*; Powder Technology 126 (2002) 241–254.

AYUB G.S.E. et al.: “*Analysis of the surface quality of sulphur-coated urea particles in a two-dimensional spouted-bed*”; Braz.Chem.Eng. vol.18.no1, 2001.

BARBOSA A. L. S.: “*Contribution a l'étude du transfert thermique dans des lits fluidisés: détermination du coefficient de transfert de chaleur entre un lit fluidisé et de petits objets immergés*”; Tese de Doutorado, INP-ENSIGC – Toulouse França, 1994.

BERTELSEN P. et al.: “*Comparison of organic solvent-based ethylcellulose coatings on KCl crystals applied by top and bottom spraying in fluidized-bed equipment*” ; International Journal of Pharmaceutics 111 (1994) 117-125.

DEVASSINE M. et al.: “*Coating of fertilizers by degradable polymers*”: International Journal of Pharmaceutics, 242 (2002) 399–404.

ERBIL A. C.: “*Annulus leakage and distribution of the fluid flow in a liquid spout–fluid bed with a draft tube*” ; Chemical Engineering Science 58 (2003) 4739 – 4745.

GILBERTSON M. A. , EAMES I.: *The influence of particle size on the flow of fluidised powders*; Powder Technology 131 (2003) 197–205.

GUIGNON B. et al.: “*Helping to choose operating parameters for a coating fluid bed process*”: Powder Technology 130 (2003) 193– 198.

HAMED E. & SAKR A.: “*Application of multiple response optimization technique to extended release formulations design*”; Journal of Controlled Release 73 (2001) 329–338

HANAFI M. M. et al. : “*Physical and chemical characteristics of controlled release compound fertiliser*”; European Polymer Journal 36 (2000) 2081±2088.

HE Y. L. et al: “*Scale-up studies of spouted beds*”; Chemical Engineering Science, Vol. 52. No, 2, pp. 329-339, (1997).

HENG P. W. S. et al.: “*Relationship between aggregation of HPMC coated spheroids and tackiness/viscosity/additives of the coating formulations*”; International Journal of Pharmaceutics 138 (1996) 57-66.

ICHIKAWA H. et al: “*Design of prolonged-release microcapsules containing diclofenac sodium for oral suspensions and their preparation by the Wurster process*”; International Journal of Pharmaceutics 156 (1997) 39-48.

ICHIKAWA H., FUKUMORI Y.: “*Microagglomeration of pulverized pharmaceutical powders using the Wurster process I. Preparation of highly drug-incorporated,*

subsieve-sized core particles for subsequent microencapsulation by film-coating"; International Journal of Pharmaceutics 180 (1999) 195–210.

ICHIKAWA H. et al.: "*Use of ion-exchange resins to prepare 100 mm-sized microcapsules with prolonged drug-release by the Wurster process*"; International Journal of Pharmaceutics 216 (2001) 67–76

ISHIKURA T. et al.: "*Hydrodynamics of a spouted bed with a porous draft tube containing a small amount of finer particles*" ; Powder Technology 131 (2003) 56–65 58.

ISKAKOV R. M. et al.: "*Time-programmed pulsatile release of dextran from calciumalginate gel beads coated with carboxy-n-propylacrylamide copolymers*"; Journal of Controlled Release 80 (2002) 57– 68.

JONO K. et al: "*A review of particulate design for pharmaceutical powders and their production by spouted bed coating*"; Powder Technology 113 (2000) 269–277.

KAGE H. et al.: "*Effect of solid circulation rate on coating efficiency and agglomeration in circulating fluidized bed type coater*"; Powder Technology 130 (2003) 203–210.

LEUENBERGER H. et al.: "*Percolation effects in matrix-type controlled drug release systems*"; International Journal of Pharmaceutics 115 (1995) 217-224.

LINK K. C., SCHLUNDER E. U.: "*Fluidized spray granulation, investigation of the coating process on a single sphere*"; Chemical Engineering and Process 36 (1997) 443-457.

LIPPOLD B. H. et al.: "*Parameters controlling drug release from pellets coated with aqueous ethyl cellulose dispersion*"; International Journal of Pharmaceutics, 54 (1989) 15-25.

LIU L. X., LISTER J. D.: "*Spouted bed seed coating: the effect of process variables on maximum coating rate and elutriation*"; Powder Technology, 74 (1993) 215-230 215.

MAA, Y. F., NGUYEN, P. A. & HSU, C. C., "*Spray-coating of rhDNase on lactose: effect of system design, operation parameters and protein formulation*"; International Journal of Pharmaceutics 144 (1996) 47-59.

MATHUR, K. B. & EPSTEIN, N., Spouted Beds, 1^a. ed. , 304 p., Academic Press Inc., 1974.

MORIMOTO H., SHAKOUCHI T.: "*Classification of ultra fine powder by a new pneumatic type classifier*" ; Powder Technology 131 (2003) 71–79.

PANDA R. C. et al.: "*Experimental investigation of droplet deposition on a single particle*"; Chemical Engineering Journal 83 (2001) 1–5.

PASSOS M. L. et al.: “*Simulação de escoamento fluido-partícula em leitos de jorro fluidizados*”; In: XXIV ENEMP. Uberlândia. Anais UFU, Vol 1, (1996) p. 56-61

PISSINATTI R., OLIVEIRA W. P.: “*Enteric coating of soft gelatin capsules by spouted bed: effect of operating conditions on coating efficiency and on product quality*”; European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics 55 (2003) 313–321.

RAMBALI B. et al.: “*Scaling up of the fluidized bed granulation process*”; International Journal of Pharmaceutics 252 (2003) 197–206.

SAADEVANDI B. A. & TURTON R.: “*The application of computer-based imaging to the measurements of particle velocity and voidage profiles in a fluidized bed*”; Powder Technology 98 (1998) 183-189

SALEH K. et al.: “*Experimental study and modeling of fluidized bed coating and agglomeration*”; Powder Technology 130 (2003) 116–123.

SAN JOSÉ M. J. et al.: “*Study of dead zone and spout diameter in shallow spouted beds of cylindrical geometry*”; The Chemical Engineering Journal 64 (1996) 353-359.

SCHAAFSMA S. H. et al.: “*Fluid bed agglomeration with a narrow droplet size distribution*”; International Journal of Pharmaceutics 193 (2000) 175–187 178.

SEMDE´ R. et al.: “*Studies of pectin HM:Eudragit® RL:Eudragit® NE film-coating formulations intended for colonic drug delivery*”; International Journal of Pharmaceutics 197 (2000) 181–192.

SHELUKAR S. et al : “*Identification and characterization of factors controlling tablet coating uniformity in a Wurster coating process*”; Powder Technology 110 (2000) 29–36 30.

SHOGREN R. L. et al.: *Baked starch foams: starch modifications and additives improve process parameters, structure and properties*; Industrial Crops and Products 16 (2002) 69–79.

SILVA, C. R. : “*Estudo do microencapsulamento em leito fluidizado*”; Dissertação de Mestrado, PPGCTA, UFRRJ, Rio de Janeiro, Brasil, 1999.

TEUNOU E., PONCELET D.: “*Batch and continuous fluid bed coating – review and state of the art*”; Journal of Food Engineering 53 (2002) 325–340.

TURKOGLU M. et al.: “*In vivo evaluation of fluidized-bed coated pellets*”; International Journal of Pharmaceutics, 103 (1994) 115-118.

TZIKA M. et al.: “*Evaluation of the morphological and release characteristics of coated fertilizer granules produced in a Wurster fluidized bed*”; Powder Technology 132 (2003) 16–24.

VILESO A. D. et al.: “*New-types of apparatus for producing microcapsules and*

microgranules”; International Journal of Pharmaceutics 242 (2002) 101–106.

WESDYK R. et al.: “*Factors affecting differences in film thickness of beads coated in fluidized bed units*”; International Journal of Pharmaceutics, 93 (1993) 101-109.

XU R. & DI GUIDA O. A.: “*Comparison of sizing small particles using different technologies*”; Powder Technology 132 (2003) 145–153.

YUASA H. et al.: “*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 178 (1999) 1–10.

ZHU Y. et al.: “*The process of coating on ultrafine particles by surface hydrolysis reaction in a fluidized bed reactor*”; Surface and Coatings Technology 135 (2000) 14-17.