



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE
ESCOLA DE QUÍMICA E ALIMENTOS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

**MONITORAMENTO DO COMPORTAMENTO DA TEMPERATURA E DA
PRESSÃO DURANTE A SECAGEM DE SEMENTES FORRAGEIRAS EM LEITO
FLUIDIZADO**

GABRIELA SALDANHA SOARES

RIO GRANDE – RS
2019

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE
ESCOLA DE QUÍMICA E ALIMENTOS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

**MONITORAMENTO DO COMPORTAMENTO DA TEMPERATURA E DA
PRESSÃO DURANTE A SECAGEM DE SEMENTES FORRAGEIRAS EM LEITO
FLUIDIZADO**

GABRIELA SALDANHA SOARES

Dissertação submetida ao Programa de
Pós-Graduação em Engenharia Química da
Universidade Federal do Rio Grande como
parte dos requisitos para obtenção do título
de mestre em Engenharia Química.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Severo Felipe
Coorientador: Prof. Dr. Luiz Antonio de Almeida Pinto

RIO GRANDE – RS
2019

Ficha catalográfica

S676m Soares, Gabriela Saldanha.

Monitoramento do comportamento da temperatura e da pressão durante a secagem de sementes forrageiras em leito fluidizado / Gabriela Saldanha Soares. – 2019.

103 f.

Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Rio Grande – FURG, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Rio Grande/RS, 2019.

Orientador: Dr. Carlos Alberto Severo Felipe.

Coorientador: Dr. Luiz Antonio de Almeida Pinto.

1. Fluidização 2. Processamento de Sinais 3. Análise Espectral
4. Trevo Persa 5. Trevo Vesiculoso I. Felipe, Carlos Alberto Severo
II. Pinto, Luiz Antonio de Almeida.

CDU 54:631.53.01

APROVAÇÃO

Dissertação defendida por Gabriela Saldanha Soares e aprovada em 27 de março de 2019, pela Comissão Examinadora constituída pelos professores:



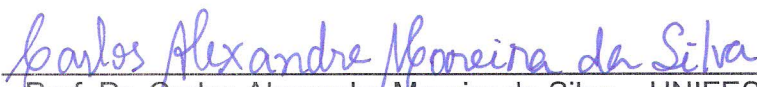
Prof. Dr. Carlos Alberto Severo Felipe – FURG



Prof. Dr. Luiz Antonio de Almeida Pinto – FURG



Profa. Dra. Christiane Saraiva Ogirodowski – FURG



Prof. Dr. Carlos Alexandre Moreira da Silva – UNIFESP

AGRADECIMENTOS

À Deus, pela oportunidade que me foi presenteada, pelo privilégio de compartilhar experiências e vivenciá-las, por sempre me dar forças e ser tão generoso comigo.

Aos meus pais, Sedeni e Marli, por sempre apoiarem minhas escolhas. Agradeço a minha mãe por ter me ensinado a ler e escrever e a ser uma pessoa educada e correta. Agradeço ao meu pai pelo amor, compreensão e apoio nas horas difíceis e por sua luta para que eu pudesse aproveitar as oportunidades e ter a formação que ele não teve.

Ao meu namorado, Thiago, por ser meu porto seguro em todos os momentos.

A minha irmã, Fernanda, por se fazer presente e pelo companheirismo.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Carlos Alberto Severo Felipe, pelo seu esforço, tempo, dedicação e paciência. Sempre disposto a escutar, educado e humilde, um exemplo a ser seguido de ótimo profissional.

Ao meu coorientador, Prof. Dr. Luiz Antonio de Almeida Pinto, pela sua dedicação, tempo e boa vontade. Sempre disposto a conversar e compartilhar o seu amplo conhecimento, com paciência e humildade.

A minha IC, Scarlet, pelo seu empenho e contribuição para o enriquecimento deste trabalho. Agradeço por termos aprendido uma com a outra e por ter tido a honra de acompanhar teu aprendizado e sucesso. Saiba que podes sempre contar comigo.

Aos meus amigos do LCA, em especial à Liziane, ao Pablo e à Lorena, pela amizade sincera e solidariedade em todos os momentos em que precisei de uma palavra amiga. Agradeço a vocês pelo convívio e por terem tornado essa jornada agradável. Espero que possamos manter essa amizade para sempre.

À Taiana, pela amizade, contribuição e prestatividade em ajudar sempre que tive dúvidas.

Ao Prof. Dr. Fabrício Santana e à Prof^{ra}. Dr^a. Christiane Ogradowski por terem me acolhido no laboratório durante o período de realização deste trabalho, pela disponibilização da estrutura física e pela prestatividade sempre que necessitei de ajuda.

Aos colegas Andressa, Keslei e Ayuba pelo convívio, momentos de estudo e ajuda.

Ao Prof. Dr. Renato Dutra Pereira Filho pelos conselhos, por ter me acompanhado durante esses doze anos e ajudado desde os tempos da graduação. Sempre disposto a ajudar no que eu precisasse, além de incentivar para que eu retomasse a Pós-Graduação.

Ao Prof. Dr. Joaquim Vilarreyes pelos conselhos e pelo incentivo para que eu fizesse a Pós-Graduação desde os tempos em que fui IC no Laboratório Kolbe.

À Prof^{ta} Dr^a Eliana Furlong, pela paciência e doação do fungicida utilizado na determinação das isotermas.

Aos técnicos Luiz, Daniela e João, pela disponibilidade e colaboração sempre que necessitei de auxílio.

À Luiza e à Bárbara, do LEB, pelo empréstimo de material para realização de alguns experimentos.

À Juliana e à Prof^{ta}. Dr^a. Vanessa Mortola, do Laboratório de Catálise, à Aline e à Prof^{ta}. Dr^a. Vilásia Martins, do LTA, e ao Prof. Dr. César Augusto da Rosa pela boa vontade e disponibilização da estrutura física dos laboratórios para que fosse possível a realização deste trabalho.

À Sílvia, à Luana e à Tuanny, sempre dispostas a ajudar no que eu precisasse, nos Laboratórios de Secagem e Análise.

Ao Matheus, da secretaria do PPGEQ, pela prestatividade.

Ao CEME-SUL/FURG (Centro de Microscopia Eletrônica do Sul) pelas análises de MEV (microscopia eletrônica de varredura).

À EMBRAPA Clima Temperado (Pelotas/RS) pela doação das sementes.

À CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pelo apoio financeiro.

E, por fim, agradeço a todos que não foram citados aqui, mas que de qualquer forma também foram importantes para a conclusão dessa etapa.

“Os únicos limites das nossas realizações de amanhã são as nossas dúvidas e hesitações de hoje.”

Franklin D. Roosevelt

RESUMO

O presente trabalho teve como objetivo monitorar experimentalmente a operação de secagem de sementes em leito fluidizado (LF), através de medidas de temperatura e pressão, a fim de identificar diferentes padrões de comportamento durante os períodos de taxa constante e decrescente, e assim determinar a umidade crítica dos sólidos. Duas espécies de sementes foram utilizadas nesse estudo: trevo persa (*Trifolium resupinatum* L.) e trevo vesiculoso (*Trifolium vesiculosum*), em virtude da grande disponibilidade dessas plantas na região Sul do Brasil. A caracterização física dos sólidos permitiu determinar que as duas espécies de sementes pertencem ao grupo B da classificação de Geldart e o estudo fluidodinâmico auxiliou na definição das melhores condições operacionais para a secagem. O teor de umidade de equilíbrio e o comportamento da adsorção de umidade dos sólidos foram estabelecidos através de isotermas de adsorção nas temperaturas de 40, 45 e 50 °C, de maneira que o modelo de Peleg mostrou-se mais apropriado para descrever o processo. A cinética de secagem das sementes foi determinada através de ensaios de secagem em camada delgada em um secador de fluxo paralelo do ar, nas temperaturas de 40 e 50 °C. Além de demonstrar o predomínio do período de taxa decrescente de secagem para as duas espécies de sementes, foi possível obter os valores de umidade crítica, aproximadamente $0,20 \text{ g}_{\text{H}_2\text{O}}.\text{g}_{\text{ss}}^{-1}$ para o trevo persa e $0,25 \text{ g}_{\text{H}_2\text{O}}.\text{g}_{\text{ss}}^{-1}$ para o trevo vesiculoso. Os experimentos de secagem em leito fluidizado foram realizados nas temperaturas de 40 e 50 °C, utilizando relações $H_l:D_l$ (altura de leito fixo:diâmetro da coluna) 1:1 e 1,5:1 e velocidades de fluidização de aproximadamente 2,7 vezes a velocidade de fluidização mínima. As medidas de temperatura e queda de pressão foram analisadas diretamente por meio de gráficos correlacionando-as ao conteúdo de umidade do material, e indiretamente por meio de análises nos domínios do tempo (desvio padrão) e da frequência (PSD). A análise direta mostrou que os perfis de temperatura e pressão são sensíveis à perda de umidade do material durante o processo de secagem. Quanto ao perfil de temperatura, comprovou-se que não sofreu interferência da altura do leito de partículas ou da umidade inicial do material. Já no que diz respeito às medidas de pressão, ao utilizar a relação $H_l:D_l$ 1,5:1 não foi possível identificar um perfil característico em decorrência da mudança no regime fluidodinâmico do leito. Pela análise indireta, notou-se que o desvio padrão apresentou comportamento análogo às medidas de queda de pressão e os espectros de potência tornaram-se mais largos e com amplitude reduzida, além de apresentarem dois componentes de frequência distintos após determinada perda de umidade, indicativos de mudança no regime fluidodinâmico do leito ao longo do processo de secagem. Assim, foram identificadas diferenças nos padrões de comportamento das medidas de pressão e temperatura quando relacionadas ao teor de umidade do material e, portanto, foi possível estimar a umidade crítica dos sólidos e os períodos de secagem a taxa constante e decrescente, por meio de medidas indiretas, de baixo custo e de fácil obtenção.

Palavras-chave: Fluidização. Processamento de sinais. Análise espectral. Trevo persa. Trevo vesiculoso.

ABSTRACT

Present work had the aim to monitor experimentally the drying operation of seeds in fluidized bed (FB) by temperature and pressure measurements, in order to identify different patterns of behavior during the periods of constant and decreasing rate, and thus, determine the critical humidity of solids. Two species of seeds were used in this study: persian clover (*Trifolium resupinatum* L.) and vesiculous clover (*Trifolium vesiculosum*), due to the great availability of these plants in the southern region of Brazil. Physical characterization of the solids determined that the two species of seeds belong to group B of Geldart classification and the fluid dynamics study helped to define the best operational conditions for drying. Equilibrium moisture content and the moisture adsorption behavior of the solids were established through adsorption isotherms at temperatures of 40, 45 and 50°C, so that the Peleg model was more appropriate to describe the process. Seeds drying kinetics were determined by thin layer drying tests in a dryer with parallel airflow at temperatures of 40 and 50°C. In addition to demonstrating the predominance of the decreasing drying period rate for the two species of seeds, it was possible to obtain the values of critical humidity, approximately $0.20 \text{ g}_{\text{H}_2\text{O}}.\text{g}_{\text{ss}}^{-1}$ for the persian clover and $0.25 \text{ g}_{\text{H}_2\text{O}}.\text{g}_{\text{ss}}^{-1}$ for the vesiculous clover. Fluid bed drying experiments were performed at the temperatures of 40 and 50°C, using $H_I:D_I$ (fixed bed height:column diameter) ratios 1:1 and 1.5:1, and fluidization rates of approximately 2.7 times the minimum speed of fluidization. Temperature and pressure drop measurements were analyzed directly through graphs correlating them to the moisture content of the material, and indirectly through analysis in the time domain (standard deviation) and frequency (PSD). The direct analysis showed that the temperature and pressure profiles are sensitive to loss of moisture of the material during the drying process. As for the temperature profile, it was verified that it neither suffered interference of the height of the particle bed nor the initial moisture of the material. Regarding the pressure measurements, when using the $H_I:D_I$ ratio 1.5:1, it was not possible to identify a characteristic profile due to the change in fluid dynamic regime from the bed. By indirect analysis, it was observed that the standard deviation presented behavior similar to the pressure drop measurements and the power spectra became wider and with reduced amplitude, besides having two distinct frequency components after a certain loss of humidity, indicative of changes in the fluid dynamic regime of the bed during the drying process. Therefore, differences in the behavior patterns of the pressure and temperature measurements were observed relating to the moisture content of the material and, therefore, it was possible to estimate the critical moisture of the solids and the drying periods at constant and decreasing rates through indirect measurements with low cost and easy obtainability.

Keywords: Fluidization. Signal processing. Spectral analysis. Persian clover. Vesiculous clover.

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1: Atividades de água para as concentrações de H ₂ SO ₄ nas temperaturas analisadas	48
Tabela 5.1: Caracterização física das sementes de trevo persa e trevo vesiculoso	57
Tabela 5.2: Parâmetros termodinâmicos e estatísticos para os modelos semiempíricos de BET e GAB	58
Tabela 5.3: Parâmetros termodinâmicos e estatísticos para os modelos empíricos de Peleg e Oswin.....	59
Tabela 5.4: Parâmetros e tempos de secagem para os trevos persa e vesiculoso a 40 °C e 50 °C	63
Tabela 5.5: Parâmetros de secagem e estatísticos para os modelos de Page, Lewis e Henderson-Pabis	64
Tabela 5.6: Parâmetros fluidodinâmicos para os trevos persa e vesiculoso.....	66
Tabela 5.7: Velocidades terminais e sua relação com a velocidade de fluidização mínima ...	68
Tabela 1: Distribuição granulométrica das sementes de trevo persa.....	97
Tabela 2: Distribuição granulométrica das sementes de trevo vesiculoso	97

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1: Regimes de fluidização.....	21
Figura 3.2: Transição entre regimes borbulhante e turbulento.....	24
Figura 3.3: Classificação de partículas de Geldart.....	25
Figura 3.4: Curva fluidodinâmica	27
Figura 3.5: Curva de taxa de secagem.....	29
Figura 4.1: Sementes: (a) Trevo persa; (b) Trevo vesiculoso	44
Figura 4.2: Esquema experimental para umidificação das sementes	46
Figura 4.3: Aparato experimental para determinação da umidade de equilíbrio	47
Figura 4.4: Esquema frontal do secador de fluxo paralelo: (1) registro; (2) ventilador centrífugo; (3) trocador de calor; (4) quadro de comando; (5) resistências elétricas; (6) bandeja de secagem; (7) mangas flexíveis.....	49
Figura 4.5: Equipamento de leito fluidizado.....	51
Figura 4.6: Esquema geral do equipamento de leito fluidizado.....	51
Figura 5.1: Imagens de microscopia eletrônica de varredura: (a), (b) e (c) sementes de trevo persa e sua superfície ($\times 18$, $\times 80$, $\times 1500$, respectivamente); (d), (e) e (f) sementes de trevo vesiculoso e sua superfície ($\times 18$, $\times 60$, $\times 1500$, respectivamente).....	57
Figura 5.2: Isotermas de adsorção nas temperaturas de 40, 45 e 50 °C: (a) trevo persa; (b) trevo vesiculoso	60
Figura 5.3: Taxa de secagem <i>versus</i> umidade média para: trevo persa (a) a 40 °C e (b) a 50 °C e trevo vesiculoso (c) a 40 °C e (d) a 50 °C	62
Figura 5.4: Ajustes do adimensional de água livre em função do tempo de secagem para: (a) trevo persa e (b) trevo vesiculoso	64
Figura 5.5: Curvas fluidodinâmicas: trevo persa nas relações $H_L:D_L$ (a) 1:1 e (b) 1,5:1 e trevo vesiculoso nas relações $H_L:D_L$ (c) 1:1 e (d) 1,5:1	65
Figura 5.6: Perfil de temperatura da mistura sólidos-ar <i>versus</i> teor de umidade (base seca) utilizando a relação $H_L:D_L$ 1:1 durante secagem: a 40 °C (a) trevo persa e (b) trevo vesiculoso; e a 50 °C (c) trevo persa e (d) trevo vesiculoso.....	69
Figura 5.7: Perfil de temperatura da mistura sólidos-ar <i>versus</i> teor de umidade (base seca) a 50 °C utilizando a relação $H_L:D_L$ 1,5:1: (a) trevo persa e (b) trevo vesiculoso.....	71
Figura 5.8: Perfis de temperatura da mistura sólidos-ar <i>versus</i> tempo de secagem a 50 °C, utilizando a relação $H_L:D_L$ 1:1 em três alturas de coluna: (a) trevo persa e (b) trevo vesiculoso	72

Figura 5.9: Queda de pressão <i>versus</i> teor de umidade (base seca) utilizando a relação $H_l:D_l$ 1:1: (a) trevo persa a 40 °C e (b) trevo vesiculoso a 50 °C	73
Figura 5.10: Queda de pressão <i>versus</i> umidade (base seca) para o trevo vesiculoso a 50 °C utilizando a relação $H_l:D_l$ 1,5:1	74
Figura 5.11: Desvio padrão da queda de pressão <i>versus</i> umidade (base seca) utilizando a relação $H_l:D_l$ 1:1: (a) trevo persa a 40 °C e (b) trevo vesiculoso a 50 °C	76
Figura 5.12: Espectros de potência referentes a secagem de trevo persa a 40 °C utilizando a relação $H_l:D_l$ 1:1 em diferentes períodos de secagem: (a) 5, (b) 30, (c) 45, (d) 80 e (e) 110 min	77
Figura 5.13: Espectros de potência referentes a secagem de trevo vesiculoso a 50 °C utilizando a relação $H_l:D_l$ 1:1 em diferentes períodos de secagem: (a) 5, (b) 30, (c) 40 e (d) 80 min.....	79
Figura 1: Caracterização física das sementes	92
Figura 2: Umidificação das sementes	92
Figura 3: Determinação do conteúdo de umidade de equilíbrio	93
Figura 4: Cinética de secagem	93
Figura 5: Análise dos dados	94
Figura 6: Secador de fluxo paralelo	95
Figura 7: Disposição das bandejas no interior do secador de fluxo paralelo (vista superior).95	
Figura 8: Disposição da amostra em bandeja para a secagem em camada delgada.....	95
Figura 9: Microscopia eletrônica de varredura: medidas dos diâmetros inscrito e circunscrito (a), (b) e (c) sementes de trevo persa (×80, ×80, ×75, respectivamente); (d), (e) e (f) sementes de trevo vesiculoso (×60)	96
Figura 10: Desvio padrão das flutuações de pressão <i>versus</i> velocidade do ar: trevo persa nas relações $H_l:D_l$ (a) 1:1 e (b) 1,5:1 e trevo vesiculoso nas relações $H_l:D_l$ (a) 1:1 e (b) 1,5:1	98
Figura 11: Perfis de temperatura da mistura sólidos-ar <i>versus</i> tempo de secagem a 50 °C, utilizando a relação $H_l:D_l$ 1:1 em três alturas de coluna: (a) trevo persa e (b) trevo vesiculoso	99
Figura 12: Queda de pressão <i>versus</i> teor de umidade (base seca) utilizando a relação $H_l:D_l$ 1:1: (a) trevo persa a 50 °C e (b) trevo vesiculoso a 40 °C	100
Figura 13: Desvio padrão da queda de pressão <i>versus</i> teor de umidade (base seca) utilizando a relação $H_l:D_l$ 1:1: (a) trevo persa a 50 °C e (b) trevo vesiculoso a 40 °C	100
Figura 14: Espectros de potência referentes a secagem de trevo vesiculoso a 40 °C utilizando a relação $H_l:D_l$ 1:1, em diferentes períodos de secagem: (a) 5, (b) 30, (c) 45 e (d) 110 minutos	101

Figura 15: Espectros de potência referentes a secagem de trevo persa a 50 °C utilizando a relação $H_l:D_l$ 1:1 em diferentes períodos de secagem: (a) 5, (b) 30, (c) 45 e (d) 110 minutos
..... 101

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

b.s.	Base seca
DFT	Transformada discreta de Fourier
Embrapa	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
FFT	Transformada rápida de Fourier
LF	Leito fluidizado
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
<i>RMSE</i>	Raiz quadrada do erro médio
+	Retida
-	Passante

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Grandeza	Dimensão
a	Parâmetro de secagem	[]
A	Constante termodinâmica do modelo de Oswin	[]
a_w	Atividade de água	[]
b	Parâmetro de equação linear	[]
B	Constante termodinâmica do modelo de Oswin	[]
c	Parâmetro de equação linear	[]
C_B	Constante termodinâmica do modelo de BET	[]
C_G	Constante termodinâmica do modelo de GAB	[]
D_i	Média dos diâmetros das aberturas das peneiras	[L]
D_l	Diâmetro do leito	[L]
d_p	Diâmetro da partícula	[L]
d_{pas}	Diâmetro da peneira passante	[L]
d_{p^*}	Tamanho adimensional da partícula	[]
d_{pI}	Diâmetro circunscrito	[L]
d_{pII}	Diâmetro inscrito	[L]
$\overline{d_p}$	Diâmetro médio da partícula	[L]
d_{ret}	Diâmetro da peneira retida	[L]
f	Frequência	[T ⁻¹]
f_w	Fugacidade da água no sistema	[ML ⁻¹ T ⁻²]
f_w^0	Fugacidade da água pura	[ML ⁻¹ T ⁻²]
g	Aceleração da gravidade	[LT ⁻²]
H_l	Altura ou comprimento do leito	[L]
H_{mf}	Altura do leito na mínima fluidização	[L]
i	Número de pontos de dados	[]
j	Número complexo	[]
k	Parâmetro de secagem	[T ⁻¹]
k_b	Constante termodinâmica do modelo de GAB	[]
k_1	Constante termodinâmica do 1º termo de Peleg	[]
k_2	Constante termodinâmica do 2º termo de Peleg	[]
L	Número de janelas	[]

m_{eq}	Massa no equilíbrio	[M]
m_{ret}	Massa retida	[M]
m_s	Massa seca	[M]
m_w	Massa de água	[M]
n	Parâmetro de secagem	[]
N	Número total de pontos de dados	[]
n_1	Expoente no 1º termo do modelo de Peleg	[]
n_2	Expoente no 2º termo do modelo de Peleg	[]
PSD	Densidade espectral de potência	[M ² L ⁻² T ⁻⁵]
$P_{xx}(f)$	Espectro de potência	[]
p_w	Pressão de vapor da água no sistema	[ML ⁻¹ T ⁻²]
p_w^0	Pressão de vapor da água pura	[ML ⁻¹ T ⁻²]
Q	Vazão de ar	[L ³ T ⁻¹]
r	Raio da coluna de leito fluidizado	[L]
R	Taxa de secagem	[ML ⁻² T ⁻¹]
R_c	Taxa constante de secagem	[ML ⁻² T ⁻¹]
RE	Erro relativo	[]
RH	Umidade relativa	[]
R^2	Coefficiente de determinação	[]
S	Área superficial	[L ²]
t	Tempo	[T]
T	Temperatura	[Θ]
t_c	Tempo crítico	[T]
t_t	Tempo de transição	[T]
t_r	Tempo total	[T]
U	Velocidade de fluidização	[LT ⁻¹]
U_c	Velocidade inicial de transição	[LT ⁻¹]
U_k	Velocidade final de transição	[LT ⁻¹]
U_{mb}	Velocidade mínima de borbulhamento	[LT ⁻¹]
U_{mf}	Velocidade mínima de fluidização	[LT ⁻¹]
U_{ms}	Velocidade mínima <i>slugging</i>	[LT ⁻¹]
U_t	Velocidade terminal	[LT ⁻¹]
u^*	Velocidade adimensional do gás	[]

x	Dados da série de tempo	[]
$\bar{x}$	Média de dados da série de tempo	[]
X	Teor de umidade	[MM ⁻¹]
X_c	Teor de umidade crítico	[MM ⁻¹]
X_e	Teor de umidade no equilíbrio	[MM ⁻¹]
X_F	Teor de umidade final	[MM ⁻¹]
$X(f)$	Transformada de Fourier	[]
x_i	Fração mássica	[]
X_m	Teor de umidade médio	[MM ⁻¹]
X_{mo}	Teor de umidade na monocamada molecular	[MM ⁻¹]
X_R	Adimensional de água livre	[]
X_{sat}	Teor de umidade na saturação	[MM ⁻¹]
X_t	Teor de umidade na transição	[MM ⁻¹]
X_0	Teor de umidade inicial	[MM ⁻¹]
w	Função janela	[]
ε	Porosidade do leito	[]
ε_{mf}	Porosidade do leito na mínima fluidização	[]
ΔP	Queda de pressão	[ML ⁻¹ T ⁻²]
ΔP_l	Queda de pressão no leito	[ML ⁻¹ T ⁻²]
$\Delta P_{máx}$	Queda de pressão máxima	[ML ⁻¹ T ⁻²]
ΔP_S	Queda de pressão de fluidização estável	[ML ⁻¹ T ⁻²]
ϕ	Esfericidade	[]
μ	Viscosidade dinâmica	[ML ⁻¹ T ⁻¹]
ρ_a	Massa específica aparente	[ML ⁻³]
ρ_f	Massa específica do fluido	[ML ⁻³]
ρ_g	Massa específica do gás	[ML ⁻³]
ρ_s	Massa específica do sólido	[ML ⁻³]
σ	Desvio padrão	[ML ⁻¹ T ⁻²]

SUMÁRIO

RESUMO.....	5
ABSTRACT	6
1. INTRODUÇÃO	17
2. OBJETIVOS	19
2.1. OBJETIVO GERAL	19
2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
3.1. LEITOS FLUIDIZADOS E FLUIDIZAÇÃO	20
3.1.1. Regimes de fluidização.....	21
3.2. SECAGEM	28
3.2.1. Cinética de secagem	28
3.2.2. Secagem em camada delgada	30
3.2.3. Atividade de água e umidade de equilíbrio.....	32
3.3. SECAGEM DE SEMENTES EM LEITO FLUIDIZADO.....	35
3.4. IMPORTÂNCIA DO MONITORAMENTO DA OPERAÇÃO DE SECAGEM EM LEITO FLUIDIZADO.....	37
3.4.1. Análises no domínio do tempo	39
3.4.2. Análises no domínio da frequência.....	40
3.5. ANÁLISES NOS DOMÍNIOS DO TEMPO E DA FREQUÊNCIA EM LEITOS FLUIDIZADOS E SUAS APLICAÇÕES.....	42
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	44
4.1. MATERIAIS.....	44
4.2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL	44
4.2.1. Caracterização física das sementes.....	44
4.2.2. Umidificação das sementes	46
4.2.3. Conteúdo de umidade de equilíbrio.....	47

4.2.4. Cinética de secagem	48
4.2.5. Leito fluidizado.....	50
4.2.6. Experimentos de secagem e aquisição de dados	54
4.3. ANÁLISE DOS DADOS.....	55
4.3.1. Análise direta.....	55
4.3.2. Análise indireta.....	55
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	57
5.1. CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DAS SEMENTES.....	57
5.2. CONTEÚDO DE UMIDADE DE EQUILÍBRIO	58
5.3. CINÉTICA DE SECAGEM	61
5.4. ESTUDO FLUIDODINÂMICO.....	65
5.4.1. Definição da velocidade de fluidização para secagem em leito fluidizado	67
5.5. ANÁLISE DOS DADOS DE SECAGEM EM LEITO FLUIDIZADO.....	68
5.5.1. Análise direta	68
5.5.2. Análise indireta.....	75
6. CONCLUSÃO.....	81
7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	83
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	84
APÊNDICES	92

1. INTRODUÇÃO

As regiões de clima temperado favorecem o cultivo de sementes forrageiras, tais como leguminosas, cujo plantio é fácil, têm boa resistência ao pastejo e a excessos de umidade (EMBRAPA, 2017), e enriquecem o solo em nitrogênio e outros nutrientes (OLANDA; BEVILAQUA; OLANDA, 2012). Por isso, esse tipo de plantação, além de fornecer pastagem de alta qualidade (COELHO; RODRIGUES; REIS, 2002), também é fortemente empregado em sistemas de rotações de culturas (REIS, 2007).

Nesse contexto, destacam-se duas espécies forrageiras anuais de inverno do gênero *Trifolium*, o trevo persa (*Trifolium resupinatum* L.) e o trevo vesiculoso (*Trifolium vesiculosum*). Elas possuem alto valor nutritivo (REIS, 2007) e são muito utilizadas em sistemas de integração lavoura-pecuária (BEVILAQUA; OLANDA, 2011; BORTOLINI; MITTELMAN; SILVA, 2012). No entanto, com toda a facilidade de cultivo e a grande disponibilidade de sementes dessas plantas na região Sul do Brasil (REIS, 2007), a secagem dessas espécies à nível industrial ainda não foi explorada.

A secagem é uma das mais importantes e antigas Operações Unitárias da Engenharia Química, e tem como objetivo retirar umidade de um determinado produto através da aplicação de energia térmica até que ele atinja as especificações desejadas (DUFOUR, 2006). Essa operação tem vasta aplicação industrial, abrangendo as áreas agrícola, biotecnológica, alimentícia, têxtil, mineral, farmacêutica, entre outras (AGHBASHLO et al., 2014; DUFOUR, 2006).

Um equipamento bastante utilizado para essa finalidade é o leito fluidizado, que pode ser empregado para a secagem de diversos materiais, entre eles: particulados, aglomerados, granulados, pastas, polpas, suspensões, soluções, etc. (AGHBASHLO et al., 2014). Seu uso fornece várias vantagens para a operação, como: altas taxas de transferência de calor e massa, grande capacidade operacional, custo relativamente baixo (BRIENS; BOJARRA, 2010), facilidade de operação e manutenção do equipamento, homogeneização de um perfil de temperatura ao longo do leito, boa eficiência térmica e fácil manuseio da mistura de sólidos (AGHBASHLO et al., 2014). Além disso, pode ser seguramente aplicado em processos que necessitam altas temperaturas (SHABANIAN; SAURIOL; CHAOUKI, 2017).

Apesar das vantagens, existe a possibilidade de colapso do leito se o teor de umidade do material for muito elevado, ou se o tamanho do sólido não for adequado para a fluidização (SILVA et al., 2014). Além disso, pode ocorrer arraste de produto juntamente com o ar em movimento ascendente e desgaste de partículas devido ao excesso de secagem. Assim, o

monitoramento em leitos fluidizados para processos em larga escala se faz necessário para determinar e manter as condições de operação adequadas, identificar o ponto final ótimo de secagem, assegurar a especificação do produto e evitar perdas no processo (BRIENS; BOJARRA, 2010).

Devido às medidas de pressão e temperatura serem simples, de baixo custo e capazes de fornecer informações valiosas sobre a fluidodinâmica, o monitoramento dessas variáveis na operação de secagem em leito fluidizado é bastante útil para a verificação da qualidade da fluidização. Visto que o comportamento fluidodinâmico do leito é diretamente influenciado pelo teor de umidade do material, relações quantitativas e qualitativas entre as medidas de pressão e temperatura durante o processo e os períodos de secagem podem ser alcançadas. Essas relações podem ser obtidas através do tratamento das séries temporais de temperatura no domínio do tempo e das séries de pressão nos domínios do tempo e da frequência.

Ainda, sabendo-se que a detecção dos períodos de secagem a taxa constante e decrescente depende da identificação do conteúdo de umidade dos sólidos e que essa determinação em tempo real, quando se trata de processos em leito fluidizado, é bastante difícil e de custo elevado, cresce a busca por alternativas simples e de baixo custo que auxiliem na previsão da região de transição entre os períodos de secagem. Dessa forma, surge a possibilidade de correlacionar as medidas de temperatura e pressão com o teor de umidade do material a fim de proporcionar um monitoramento adequado da operação, que além de dispensar gastos excessivos com sensores, reduz custos energéticos.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

Monitorar experimentalmente a operação de secagem de sementes em leito fluidizado através de medidas de temperatura e pressão, a fim de identificar diferentes padrões de comportamento durante os períodos de taxa constante e decrescente, e assim estimar a umidade crítica dos sólidos por meio de medidas indiretas.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar fisicamente os sólidos a fim de classificá-los e verificar sua aplicabilidade em leito fluidizado;
- Determinar os teores de umidade de equilíbrio das sementes por meio de isotermas de adsorção com o propósito de determinar o seu comportamento quanto à adsorção e perda de umidade;
- Estudar a cinética da secagem das sementes de trevo persa e trevo vesiculoso para descrever seu comportamento através do ajuste dos modelos de secagem em camada delgada previstos na literatura aos dados experimentais;
- Realizar o estudo fluidodinâmico dos sólidos para definir as condições de operação do equipamento durante a secagem;
- Executar os experimentos em leito fluidizado nas condições operacionais adequadas com o propósito de realizar a aquisição das medidas de pressão e temperatura durante o processo e, posteriormente, relacionar esses dados com o teor de umidade do material;
- Tratar as séries temporais de temperatura no domínio do tempo e as de pressão nos domínios do tempo e da frequência, para identificar e avaliar padrões de comportamento distintos dessas duas variáveis, nos períodos de secagem à taxa constante e à taxa decrescente.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. LEITOS FLUIDIZADOS E FLUIDIZAÇÃO

Leitos fluidizados podem ser empregados industrialmente e com eficiência em diversas aplicações, por exemplo: gaseificação, combustão, craqueamento catalítico, oxidação catalítica, adsorção, polimerização, secagem, entre outras (JAIBOON et al., 2013; LLOP; GASCONS; LLAURÓ, 2015; YANG; LEU, 2008; YATES, 1996). Sua primeira aplicação em grande escala foi no ano de 1926, como gaseificador. Posteriormente, em 1940, nos Estados Unidos, foram realizados os primeiros testes para seu uso como reator para a reação de Fischer-Tropsch. Já sua utilização como secador, teve início em 1948, em Canaã, para a secagem e dimensionamento de partículas de dolomita (KUNII; LEVENSPIEL, 1991).

No interior do leito fluidizado, as partículas sólidas são mantidas suspensas por um fluxo de gás ou líquido ascendente, pois a força de arraste exercida pelo fluido que sobe através do leito se iguala à força gravitacional sobre as partículas. Essa operação, denominada fluidização, estabelece uma mistura líquido-sólido ou gás-sólido de comportamento semelhante a um líquido em ebulição (BASU, 2006; KUNII; LEVENSPIEL, 1991; RÜDISÜLI et al. 2012). Assim, as seguintes características podem ser observadas em leitos fluidizados gás-sólido (BASU, 2006; KUNII; LEVENSPIEL, 1991):

- a pressão estática, em qualquer ponto do leito, é equivalente ao peso das partículas que se encontram acima desse referencial por unidade de área transversal;
- os materiais que apresentam maior densidade do que a densidade aparente do leito são empurrados para o fundo e os materiais mais leves flutuam;
- se houver uma abertura na parte inferior ou ao lado do leito, os sólidos podem escoar através desta, similarmente a um jato líquido;
- a superfície do leito assume a forma da coluna, ou seja, a superfície permanece horizontal mesmo que se force a inclinação do equipamento;
- a temperatura em todo o leito pode ser considerada constante, visto que há ótima mistura de partículas.

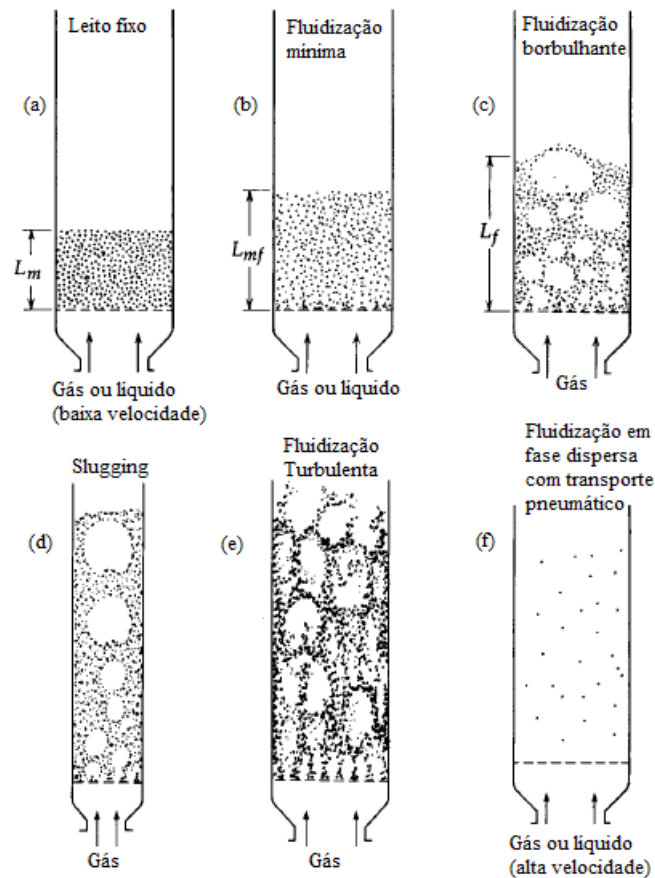
A fluidização pode ser verificada sob diferentes regimes, que dependem principalmente das condições de operação, do tipo de material e do fluido que serão utilizados. Por essa razão, a identificação dos regimes fluidodinâmicos e o conhecimento sobre a classificação do material são de suma importância para o projeto, operação e aplicação adequados do equipamento.

3.1.1. Regimes de fluidização

Os regimes fluidodinâmicos, em geral, podem ser classificados em dois grandes grupos: fluidização particulada e fluidização agregativa. A fluidização particulada ou homogênea é observada em sistemas líquido-sólido, e consiste na dispersão uniforme das partículas fluidizadas no fluido sem a presença de bolhas. Já na fluidização agregativa ou heterogênea, o leito apresenta vazios que não contém sólidos e observa-se a presença de bolhas. Essa última ocorre em sistemas gás-sólido (KWAUK e LI, 1996; YANG, 2003).

Em uma classificação mais detalhada, os regimes podem ainda ser identificados como: leito fixo, leito expandido, fluidização borbulhante, *slugging*, turbulenta, rápida ou transporte pneumático. Assim, se originam no início da fluidização e terminam com a elutriação de partículas (ANTONUCCI; BORZONE, 2016; BASU, 2006; HARTMAN; TRNKA; SVOBODA, 2009; YANG, 2003). A Figura 3.1 apresenta os diferentes regimes em leito fluidizado, na ordem de aumento da velocidade de fluidização.

Figura 3.1: Regimes de fluidização



Fonte: Adaptado de Kunii e Levenspiel (1991).

O regime de leito fixo (Figura 3.1a) tem como característica o repouso das partículas. O gás percola entre elas e não se observa nenhum movimento do material no interior do leito, pois a velocidade de escoamento é inferior à velocidade de fluidização mínima U_{mf} (ANTONUCCI; BORZONE, 2016; HARTMAN; TRNKA; SVOBODA, 2009; SHAUL; RABINOVICH; KALMAN, 2014). Ao fluir entre os sólidos, o gás exerce uma força de arraste sobre as partículas e gera uma queda de pressão no leito ΔP_l , que pode ser calculada pela Equação 3.1, que corresponde à equação de Ergun (BASU, 2006; ERGUN, 1952; KUNII; LEVENSPIEL 1991):

$$\frac{\Delta P_l}{H_l} = 150 \frac{(1 - \varepsilon)^2}{\varepsilon^3} \frac{\mu U}{(\phi \bar{d}_p)^2} + 1,75 \frac{(1 - \varepsilon)}{\varepsilon^3} \frac{\rho_g U^2}{\phi \bar{d}_p} \quad (3.1)$$

de modo que H_l corresponde ao comprimento ou altura do leito preenchida pelos sólidos, ε à porosidade do leito, ϕ à esfericidade das partículas, μ denota a viscosidade dinâmica do gás, ρ_g a massa específica do gás, $\bar{d}_p$ representa o diâmetro médio das partículas e U a velocidade superficial do gás ou de fluidização.

O leito expandido surge ao aumentar lentamente o fluxo de gás de maneira que as partículas se afastem e se movam em zonas limitadas; é possível notar uma superfície de sólidos bem definida no leito (ANTONUCCI; BORZONE, 2016; KUNII; LEVENSPIEL 1991). O aparecimento esporádico de pequenas bolhas nessa condição indica a aproximação do ponto de fluidização mínima (HARTMAN; TRNKA; SVOBODA, 2009). Esse ponto corresponde ao início da fluidização, de maneira que o fluxo de gás é suficiente para que não existam mais forças de compressão entre partículas e haja a igualdade entre a força de arraste e o peso dos sólidos (Figura 3.1b). A velocidade de fluidização mínima U_{mf} é função principalmente do diâmetro e da massa específica do material fluidizado, e pode ser obtida experimentalmente através de uma curva fluidodinâmica ou pela combinação da equação de Ergun com a Equação 3.2, que representa a condição de mínima fluidização (KUNII; LEVENSPIEL 1991):

$$\frac{\Delta P_l}{H_{mf}} = (1 - \varepsilon_{mf})(\rho_s - \rho_g)g \quad (3.2)$$

sendo H_{mf} o comprimento ou altura do leito preenchido pelos sólidos e ε_{mf} a porosidade do leito, ambos na condição de mínima fluidização, ΔP_l a queda de pressão no leito, g a aceleração da gravidade e, ρ_s e ρ_g as massas específicas do sólido e do gás, respectivamente.

Acima da velocidade de fluidização mínima, nota-se a formação e o crescimento de bolhas de gás, características do regime de fluidização borbulhante (Figura 3.1c). A velocidade

mínima de borbulhamento U_{mb} corresponde ao momento em que se pode observar as primeiras bolhas. Essas bolhas promovem a mistura de sólidos no interior do leito (ANTONUCCI; BORZONE, 2016; GELDART; ABRAHAMSEN, 1978; YANG, 2003). Para leitos gás-sólido com partículas grandes, U_{mb} é aproximadamente igual a U_{mf} . (KUNII; LEVENSPIEL, 1991). Além disso, existe uma relação entre U_{mf} e U_{mb} que é fortemente influenciada pela viscosidade do gás, demonstrada pela Equação 3.3 (GELDART; ABRAHAMSEN, 1978):

$$\frac{U_{mb}}{U_{mf}} = \frac{4,125 * 10^4 \mu^{0,9} \rho_g^{0,1}}{(\rho_s - \rho_g) g \bar{d}_p} \quad (3.3)$$

onde μ denota a viscosidade dinâmica do gás, U_{mb} a velocidade superficial do gás na condição de mínimo borbulhamento, U_{mf} a velocidade superficial do gás na condição de mínima fluidização, g a aceleração da gravidade, $\bar{d}_p$ representa o diâmetro médio das partículas e, ρ_s e ρ_g as massas específicas do sólido e do gás, respectivamente.

Se a velocidade do gás for aumentada continuamente acima da condição de mínimo borbulhamento, as bolhas crescem e o regime do leito pode se transformar em *slugging* ou turbulento. As principais características para a ocorrência de um ou outro entre esses dois regimes são a relação altura/diâmetro da coluna e o tamanho das partículas. Ao fluidizar partículas grandes em um leito de pequeno diâmetro, existe maior probabilidade de se obter a fluidização *slugging* e, do contrário, se for utilizado um leito de diâmetro grande para fluidizar partículas pequenas, a possibilidade de ocorrência da fluidização turbulenta é maior (YANG, 2003).

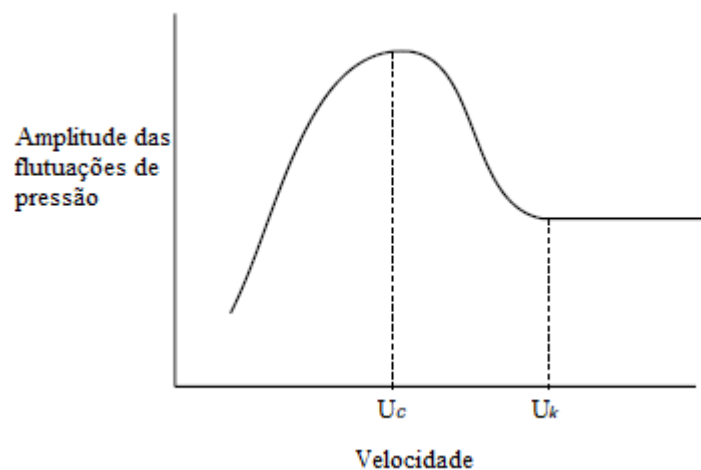
A fluidização *slugging* (Figura 3.1d) pode surgir ao operar leitos, que possuam uma altura razoável, ou seja, razão H/D_L (altura/diâmetro do leito) maior do que 2 (dois), acima da velocidade mínima de borbulhamento. Ainda, as bolhas devem apresentar diâmetro máximo maior do que 0,6 vezes o diâmetro do leito (GELDART, 1986; YANG, 2003). Esse regime tem como característica o grande diâmetro das bolhas de gás, que se aproxima do diâmetro do leito. Além disso, a superfície do leito oscila para cima e para baixo de acordo com as flutuações de pressão (BASU, 2006; GELDART, 1986; YANG, 2003). A velocidade mínima *slugging* U_{ms} pode ser calculada pela Equação 3.4 (ANTONUCCI; BORZONE, 2016; BASU, 2006; STEWART; DAVIDSON, 1967):

$$U_{ms} = U_{mf} + 0,07(gD_L)^{0,5} \quad (3.4)$$

sendo D_l o diâmetro do leito, g a aceleração gravitacional e, U_{mf} e U_{ms} as velocidades superficiais do gás nas condições de mínima fluidização e mínima de *slugging*, respectivamente.

O regime turbulento (Figura 3.1e) tem como principal característica o caráter heterogêneo do leito (GELDART, 1986). Ocorre coalescência rápida e separação de bolhas de modo que o leito se expande e sua superfície torna-se difusa (BASU, 2006; YANG, 2003). Existe um período de transição do regime de borbulhamento para o regime turbulento (Figura 3.2) de maneira que na velocidade inicial de transição U_c observa-se um pico nas flutuações de pressão do leito, que posteriormente decaem e se estabilizam na velocidade final de transição U_k , na qual o regime turbulento é atingido (BASU, 2006; GELDART, 1986, YANG, 2003).

Figura 3.2: Transição entre regimes borbulhante e turbulento



Fonte: Adaptado de Basu (2006).

Se a velocidade for aumentada além de U_k e a razão de fluxo de massa de sólido para o gás atingir aproximadamente 1:20, a superfície do leito torna-se indefinida e ocorre o transporte de sólidos individualmente através do gás (Figura 3.1f). Desse modo, a concentração de partículas varia ao longo da altura do leito e existe a possibilidade de arraste de sólidos em fase diluída para o exterior da coluna de fluidização (KUNII; LEVENSPIEL, 1991; YANG, 2003).

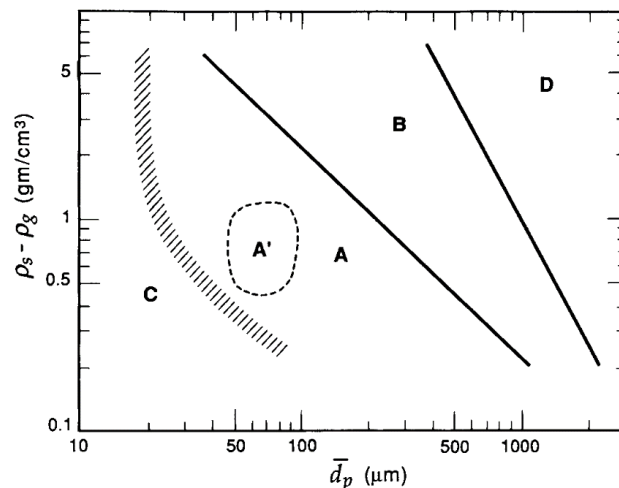
Em resumo, o tipo de regime de fluidização é fortemente influenciado pelas propriedades físicas dos sólidos (tamanho, massa específica e geometria), velocidade e propriedades do gás (massa específica e viscosidade), e geometria e tamanho do leito. Além disso, outras características como: distribuição de sólidos no leito, fluxo de massa de sólidos e o projeto do distribuidor de gás, também interferem na fluidodinâmica do sistema

(ANTONUCCI; BORZONE, 2016; HARTMAN; TRNKA; SVOBODA, 2009; ZIJERVELD et al. 1998).

3.1.1.1. Classificação de partículas

O comportamento das partículas no interior do leito no início da fluidização gás-sólido caracteriza os materiais em quatro grupos (A, B, C e D), definidos a partir da diferença de massas específicas entre os sólidos ρ_s e o fluido ρ_f , e do diâmetro médio das partículas $\bar{d}_p$ (GELDART, 1973; SHAUL; RABINOVICH; KALMAN, 2014; YANG, 2003). A Figura 3.3 resume a classificação de partículas de Geldart para diferentes grupos de sólidos fluidizados utilizando ar na temperatura ambiente, descritos a seguir.

Figura 3.3: Classificação de partículas de Geldart



Fonte: Adaptado de Kunii e Levenspiel (1991).

Os sólidos do grupo A, aeráveis, correspondem a materiais com pequeno diâmetro médio ou baixa massa específica, menor do que $1,4 \text{ g.cm}^{-3}$. Além disso, ocorre expansão do leito na velocidade imediatamente acima da velocidade de fluidização mínima (GELDART, 1973; KUNII; LEVENSPIEL, 1991; SHAUL; RABINOVICH; KALMAN, 2014), e se o fluxo de ar for cortado, o leito entra em colapso e demora cerca de 10 s para desativar (GELDART, 1973; GELDART; ABRAHAMSEN, 1978).

Já os materiais do grupo B, semelhantes à areia, possuem tamanho médio e massa específica entre $1,4 \text{ g.cm}^{-3}$ e 4 g.cm^{-3} , de modo que a fluidização borbulhante já se inicia imediatamente após a velocidade mínima de fluidização ser atingida (GELDART, 1973;

SHAUL; RABINOVICH; KALMAN, 2014). Ademais, se a corrente de ar for suspensa, no mesmo instante ocorre a descida das partículas.

Visto que a separação entre as partículas pertencentes aos grupos A e B é baseada na velocidade mínima de borbulhamento U_{mb} , se a razão entre as velocidades mínima de borbulhamento e de fluidização U_{mb}/U_{mf} , for maior do que 1 (um), a partícula pertence ao grupo A (GELDART, 1973; GELDART; ABRAHAMSEN, 1978).

Quanto aos sólidos enquadrados no grupo C, denominados coesos ou muito finos, são difíceis de fluidizar, pois as forças interpartículas são maiores do que as que o fluido exerce sobre a partícula (GELDART, 1973; KUNII; LEVENSPIEL, 1991; SHAUL; RABINOVICH; KALMAN, 2014). Essas forças são efeito de um tamanho de material pequeno, fortes cargas eletrostáticas ou umidade considerável (GELDART, 1973).

E finalmente, os materiais do grupo D, muito grandes e densos, são propícios a aplicação em leito de jorro devido à boa estabilidade obtida no processo (GELDART, 1973; SHAUL; RABINOVICH; KALMAN, 2014). Quando o regime de fluxo se torna turbulento ao se utilizar partículas desse grupo, pode haver desgaste de partículas pelo atrito e ocorrer rápida elutriação dos finos gerados (GELDART, 1973).

A identificação do grupo ao qual o material pertence é efetuada através da sua caracterização física e da realização de um estudo fluidodinâmico (SHAUL; RABINOVICH; KALMAN, 2014). Com base nesse último, é possível acompanhar o comportamento fluidodinâmico de cada tipo de sólido no interior do leito.

3.1.1.2. Estudo fluidodinâmico

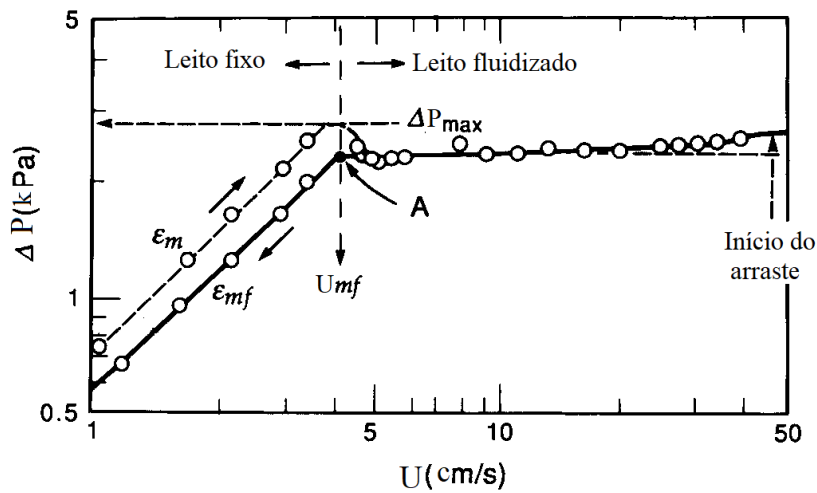
A finalidade desse estudo é determinar os parâmetros fluidodinâmicos, e assim definir as melhores condições de operação do equipamento para o processo em regime fluidodinâmico estável (KUNII; LEVENSPIEL, 1991). A partir de uma curva fluidodinâmica, é possível determinar a mínima velocidade de fluidização e a máxima queda de pressão no interior do leito, além de observar o comportamento fluidodinâmico do material durante o processo.

A curva é obtida através de dados experimentais de queda de pressão do leito à medida que se aumenta gradativamente a vazão ou velocidade do ar até que a fluidização seja alcançada. Isso ocorre quando a queda de pressão do leito se torna constante, mesmo com o aumento da velocidade, resultando então em uma curva de “ida”.

A curva de “volta” é construída com a diminuição gradual da velocidade do ar de fluidização de forma que se obtenha o colapso do leito, seu retorno à posição de leito fixo, com

uma porosidade diferente da inicial ε_{mf} devido ao rearranjo das partículas após a fluidização, e posterior desativação total. A Figura 3.4 exemplifica uma curva fluidodinâmica para partículas de areia (grupo B de Geldart).

Figura 3.4: Curva fluidodinâmica



Fonte: Adaptado de Kunii e Levenspiel (1991).

A máxima queda de pressão do leito é obtida através da curva de “ida”, na etapa de leito fixo, de modo que a queda de pressão é praticamente proporcional à velocidade do ar de fluidização até seu valor máximo $\Delta P_{\text{máx}}$, ligeiramente superior à pressão estática do leito (KUNII; LEVENSPIEL, 1991). A velocidade mínima de fluidização U_{mf} é determinada pela curva de “volta”, através da intersecção da reta da etapa de leito fluidizado com a reta da etapa de leito fixo, identificada como ponto A.

Também é possível obter a velocidade de mínima fluidização através do método de Puncochar (FELIPE; ROCHA, 2007). Tal método consiste em plotar os dados de desvio padrão σ das flutuações de pressão em função da velocidade do ar de fluidização U e então utilizar regressão linear para obter os parâmetros b e c de uma equação linear (Equação 3.5):

$$\sigma = c + bU \quad (3.5)$$

Posteriormente, a velocidade de mínima fluidização pode ser obtida através da Equação 3.6.

$$U_{mf} = -\frac{c}{b} \quad (3.6)$$

3.2. SECAGEM

A operação de secagem consiste na diminuição do teor de umidade de determinado material, tanto na sua superfície quanto no seu interior, através da ocorrência dos processos de transferência de calor e massa simultaneamente entre o sólido e o ar (MOCELIN et al. 2013). Os primeiros indícios do processo remontam à Pré-História e sua finalidade era conservar alimentos. Nesse período, sofria forte influência do clima, pois dependia principalmente do sol e do vento. Essa técnica natural, apesar de lenta e não proporcionar uma desidratação homogênea, foi utilizada até o século XVII, quando o fogo começou a ser empregado para aquecer o ar ou gerar fumaça para a operação. A qualidade dos materiais secos passou a ser superior somente nos séculos XIX e XX, após a Segunda Guerra Mundial, quando a secagem mecânica foi fortemente desenvolvida (HAYASHI, 1989; IDAKIEV et al. 2017).

À medida que os avanços em termos operacionais foram prosseguindo, cresceu a necessidade de aumentar a qualidade do produto e obter maior eficiência nas instalações de secagem. Para atingir esse objetivo, é necessário que se conheça os mecanismos de transferência de calor e massa do processo, bem como os parâmetros internos e externos que influenciam no comportamento da secagem (KAYA et al., 2007).

Como parâmetros externos pode-se citar temperatura, velocidade e umidade relativa do ar de secagem. Já os parâmetros internos, são: massa específica, porosidade, características de sorção-dessorção e propriedades termofísicas do material a ser seco (KAYA et al., 2007). Portanto, o conhecimento da cinética de secagem é extremamente importante para auxiliar na modelagem e otimização do processo (UDDIN; SUPPAKUL; BOONSUPTHIP, 2016).

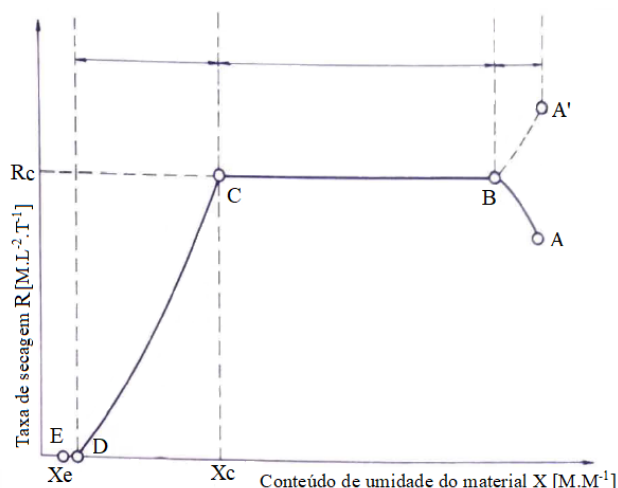
3.2.1. Cinética de secagem

A cinética de secagem descreve os mecanismos e a influência que as variáveis de processo exercem sobre a remoção de umidade (KIRANOUDS, 1997), e pode ser expressa pela curva de taxa de secagem (Figura 3.5). A taxa de secagem é definida como a quantidade de umidade removida (em massa) do material seco em unidade de tempo por unidade de superfície de secagem (STRUMILLO; KUDRA, 1986). Além disso, é dividida nos períodos de secagem descritos a seguir.

O primeiro período de secagem (trecho A-B) ocorre quando a temperatura do material a ser seco é mais baixa do que a temperatura de equilíbrio (temperatura de bulbo úmido do ar de secagem). Dessa forma, o material é aquecido e como resultado há um aumento da taxa de

secagem. Se o material úmido estiver a uma temperatura maior do que a temperatura de equilíbrio, o período inicial de secagem é representado pelo trecho pontilhado A'-B, e a taxa de secagem diminui (STRUMILLO; KUDRA, 1986).

Figura 3.5: Curva de taxa de secagem



Fonte: Adaptado de Strumillo e Kudra (1986).

Já o segundo período de secagem (trecho B-C), é denominado período de taxa constante. Ao longo dessa etapa, a superfície do material é totalmente coberta por uma camada de líquido e permanece úmida o bastante para manter a pressão de vapor de água na superfície (GREEN; PERRY, 2008; GUTOFF, 1996; STRUMILLO; KUDRA, 1986). Em virtude de que, nesse trecho, a taxa de transferência de massa do solvente que vaporiza na superfície é menor do que a taxa de difusão do líquido presente no interior do material para a superfície (GUTOFF, 1996), o solvente contido no interior do material repõe a película de umidade que cobre a sua superfície. Desse modo, a taxa de secagem continua inalterada enquanto existe umidade na superfície, e as condições de secagem são mantidas constantes (GUTOFF, 1996; YANG, 2003). Nesse estágio da secagem, a taxa de evaporação depende da taxa de transferência de massa, do calor externo e do gradiente de umidade do ar (GREEN; PERRY, 2008; STRUMILLO; KUDRA, 1986; YANG, 2003).

Uma vez que a superfície do material começa a secar e surgem áreas não cobertas de filme líquido, a taxa de evaporação é determinada pela taxa de difusão do solvente para a sua superfície antes da vaporização. Assim, a taxa de secagem diminui e ocorre o período de queda, também chamado período de taxa decrescente (trecho C-D) (GREEN; PERRY, 2008; GUTOFF, 1996; STRUMILLO; KUDRA, 1986; YANG, 2003). Nessa etapa, a taxa de secagem é controlada pelo transporte de umidade interna do material e depende do gradiente de

concentração de umidade (STRUMILLO; KUDRA, 1986). Além disso, se o período de taxa constante for curto, a etapa de taxa decrescente se divide em duas fases: um estágio de evaporação da superfície insaturada (trecho C-D) e outro onde a difusão controla o processo de secagem (trecho D-E) (GEANKOPLIS, 1993).

O conteúdo médio de umidade do material na transição entre os períodos de taxa constante e taxa decrescente de umidade é denominado ponto crítico (X_c - ponto C) (GREEN; PERRY, 2008; YANG, 2003). Esse valor crítico depende das condições de secagem para cada material, ao mesmo tempo que a curva de secagem sofre influência das propriedades do material, tamanho e espessura (GREEN; PERRY, 2008; STRUMILLO; KUDRA, 1986). Além disso, a taxa de secagem depende dos coeficientes de transferência de calor e massa entre o agente secante e a superfície do material (STRUMILLO; KUDRA, 1986). E, finalmente, o ponto E corresponde à umidade de equilíbrio (X_e), quando o material atinge seu mínimo teor de umidade e a operação de secagem está completa.

3.2.2. Secagem em camada delgada

Um dos métodos mais comuns e eficientes para a obtenção da cinética de secagem de determinado material é a secagem em camada delgada (UDDIN; SUPPAKUL; BOONSUPTHIP, 2016). Essa técnica é propícia para descrever a mudança no teor de umidade em função do tempo sob condições conhecidas, tanto operacionais (velocidade e temperatura do ar de secagem) quanto externas (temperatura e umidade do ar) (BARROZO; MUJUMDAR; FREIRE, 2014).

A secagem em camada delgada consiste em secar a amostra em bandejas durante certo período de tempo, de modo que o ar passe uniformemente através de uma fina camada desse material úmido no interior do secador. Nesse processo, as condições do ar de secagem (temperatura, umidade e fluxo de massa) devem ser constantes para que se obtenha boa eficiência de secagem, visto que a cinética é fortemente afetada pelas características do material, temperatura e velocidade do ar de secagem (BARROZO; MUJUMDAR; FREIRE, 2014; UDDIN; SUPPAKUL; BOONSUPTHIP, 2016).

O processo de secagem utilizando esse método pode ser descrito através de modelos teóricos, semiempíricos e empíricos (MOCELIN et al., 2013). Os modelos teóricos consideram os mecanismos de transporte de umidade e são baseados em equações de transferência de calor e massa que podem ser acopladas ou não. Já os modelos semiempíricos são apoiados na Lei de Newton para o resfriamento, válida para secagem isotérmica e transferência de massa. Por fim,

os modelos empíricos, respaldados em experimentos, decorrem de uma relação direta entre o teor de umidade do material e o tempo de secagem, desprezando os princípios básicos do processo (ABALONE et al., 2006).

Esses últimos demonstram, em especial, o adimensional de água livre X_R , que é definido pela Equação 3.7 (AKPINAR; BICER; YILDIZ, 2003; ERENTURK, S.; ERENTURK, K., 2007; MOCELIN et al., 2013; TASIRIN et al. 2014; UDDIN; SUPPAKUL; BOONSUPTHIP, 2016), em função do tempo de secagem.

$$X_R = \frac{X - X_e}{X_0 - X_e} \quad (3.7)$$

sendo X a umidade da amostra, X_e o teor de umidade de equilíbrio e X_0 o teor de umidade inicial.

O teor de umidade de equilíbrio, por sua vez, é obtido pela Equação 3.8:

$$X_e = \frac{m_{eq} - m_s}{m_s} = \frac{m_w}{m_s} \quad (3.8)$$

onde m_{eq} é a massa da amostra no equilíbrio, m_s é a massa de amostra seca e m_w é a massa de água. Convém salientar que todas as variáveis devem ser expressas em base seca.

A literatura enfatiza três modelos que têm sido fortemente utilizados, quando se trata da cinética de secagem de grãos e sementes: os modelos de Lewis, Page e Henderson-Pabis (DUC; HAN; KEUM, 2011; MOCELIN et al., 2013; ROBERTS; KIDD; ZAKOUR, 2008).

O modelo de Lewis (1921), representado pela Equação 3.9, é frequentemente empregado para expressar a secagem de cereais e exibe uma taxa de secagem decrescente. Ele negligencia qualquer resistência interna, considerando apenas uma resistência de superfície ao transporte de umidade (ABALONE et al., 2006).

$$X_R = \exp(-kt) \quad (3.9)$$

de modo que X_R é o adimensional de água livre, k é um parâmetro de secagem e t é o tempo de secagem.

Já o modelo de Page (1949), expresso na Equação 3.10, é uma modificação do modelo de Lewis, onde um parâmetro “ n ” adimensional foi introduzido para melhorar a previsão do modelo (ABALONE et al., 2006).

$$X_R = \exp(-kt^n) \quad (3.10)$$

E finalmente, o modelo de Henderson-Pabis (1961), Equação 3.11, também é obtido do modelo de Lewis adicionando uma outra constante adimensional “ a ”. Ele consiste em uma aproximação simples do modelo da difusão, onde somente um termo da série infinita é utilizado (ABALONE et al., 2006).

$$X_R = a \exp(-kt) \quad (3.11)$$

De acordo com Uddin, Suppakul e Boonsupthip (2016), os dados necessários para o desenvolvimento de um modelo de secagem em camada delgada são os teores de umidade da amostra nos tempos inicial e analisado, a temperatura e o tempo de secagem, e o teor de umidade no equilíbrio. Sendo o último, estabelecido através da obtenção das isotermas de sorção de cada material na temperatura determinada para a secagem.

Duc, Han e Keum (2011) salientaram, ainda, que o comportamento da cinética de secagem em camada delgada afeta diretamente a validade dos modelos de secagem nos leitos, pois essas previsões permitem que se defina condições de operação adequadas visando a máxima otimização de energia, bem como a maior eficiência de secagem.

3.2.3. Atividade de água e umidade de equilíbrio

Atividade de água, por definição, é a razão entre a fugacidade da água em um sistema e a fugacidade da água líquida pura a uma determinada temperatura, conforme a Equação 3.12 (BARBOSA-CÁNOVAS et al., 2007).

$$a_w = \left(\frac{f_w}{f_w^0} \right)_T \quad (3.12)$$

de modo que a_w é a atividade de água, f_w é a fugacidade da água no sistema e f_w^0 é a fugacidade da água pura na temperatura T .

A fugacidade, por sua vez, é a tendência de escape que o solvente apresenta em relação à solução. Visto que, à baixas pressões, a diferença entre a fugacidade e a pressão de vapor é inferior a 1% (PEREDA et al. 2005), a atividade de água para um sistema em equilíbrio pode ser representada pela Equação 3.13, que também tem relação com a definição de umidade relativa RH (BARBOSA-CÁNOVAS et al., 2007; GREEN; PERRY, 2008).

$$a_w = \left(\frac{p_w}{p_w^0} \right)_T = \frac{\%RH}{100} \quad (3.13)$$

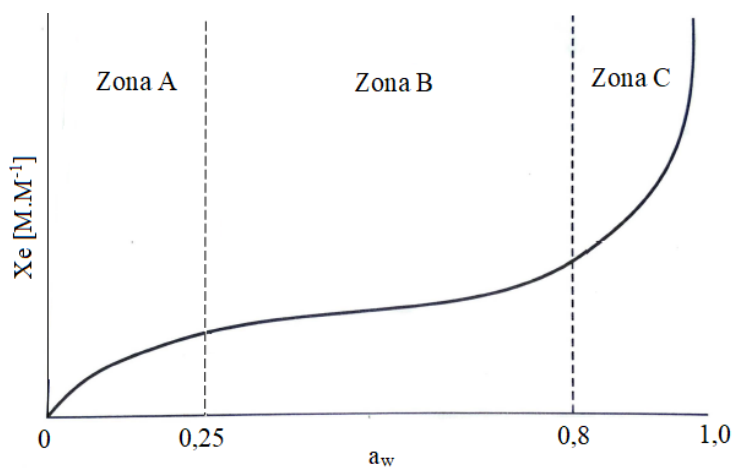
onde p_w é a pressão de vapor da água no sistema e p_w^0 é a pressão de vapor da água pura na mesma temperatura T .

Ao colocar uma amostra sólida em contato com um ambiente úmido, ocorre a migração de umidade do ambiente para o sólido, ou vice-versa, até que se estabeleça o equilíbrio termodinâmico, de maneira que a atividade de água se torna igual em ambas as fases. Nesse ponto, não existe mais ocorrência de adsorção (ganho de umidade) ou dessorção (perda de umidade) (BARROZO; MUJUMDAR; FREIRE, 2014; GREEN; PERRY, 2008).

Desse modo, a obtenção da umidade de equilíbrio fornece o teor de água livre em determinado material e prevê o estado final desse sólido seco, sendo extremamente útil para o projeto de processos e equipamentos de secagem, e para determinação das condições de transporte e armazenagem de diversos produtos (CIESIELCZYK; IWANOWSKI 2014; FADINI et al. 2006; PAGLARINI et al., 2013; PARK; BIN; BROD, 2001).

O teor de umidade de equilíbrio (Equação 3.8) pode ser relacionado à atividade de água à temperaturas e pressões constantes por meio de curvas obtidas experimentalmente, denominadas isotermas de sorção. As isotermas de sorção podem ser de dois tipos: dessorção ou adsorção, a Figura 3.6 apresenta um exemplo desse último.

Figura 3.6: Isoterma de adsorção



Fonte: Adaptado de Pereda (2005).

Na Figura 3.6 pode-se observar três zonas que indicam como a água está ligada ao material. A zona A representa a água da monocamada, fortemente ligada e menos móvel, apresenta bastante estabilidade, não é congelável e não pode ser removida por secagem. Na zona B está a água absorvida nas camadas de hidratação dos componentes solúveis. Seu ponto de congelamento é baixo, bem como sua capacidade solvente. E, finalmente na zona C está a

“água livre”. Essa é a água disponível para o crescimento microbiano e atividade enzimática. Por ser mantida apenas por forças fracas, pode ser facilmente congelada ou removida por secagem (FELLOWS, 2006; PEREDA, 2005).

No processo de secagem, as isotermas são úteis para determinar a força motriz gerada no transporte de umidade do material ao meio de secagem (KAYA et al. 2007), além da entalpia, entropia e energia livre de Gibbs. Essas propriedades termodinâmicas remetem à compreensão de reações e fenômenos que ocorrem a nível molecular nos materiais (MONTE et al. 2018).

O método mais comum para a obtenção dessas curvas é o gravimétrico estático, que utiliza ambientes com umidade relativa controlada. Para isso, são escolhidas soluções ácidas ou salinas de concentrações diferentes para que cada ambiente possua uma distinta atividade de água conforme sua concentração e temperatura (PARK; BIN; BROD, 2001).

O comportamento dos sistemas de sorção sólido-líquido pode ser descrito por uma variedade de modelos de isotermas presente na literatura. Entre os comumente utilizados para grãos e sementes, podem ser citados os modelos semiempíricos, como os de BET (Brunauer-Emmett-Teller) e GAB (Guggenheim-Anderson-de Boer); e empíricos, como os de Peleg (1993) e Oswin, representados pelas Equações 3.14, 3.15, 3.16 e 3.17, respectivamente (HASSINI et al. 2015; MONTE et al. 2018; PARK; BIN; BROD, 2001; WANI et al., 2006; ZOMORODIAN; KAVOOSI; MOMENZADEH, 2011).

$$X_e = \frac{X_{mo} C_B a_w}{(1 - a_w)(1 - a_w + C_B a_w)} \quad (3.14)$$

$$X_e = \frac{X_{mo} C_G k_b a_w}{(1 - k_b a_w)(1 - k_b a_w + C_G k_b a_w)} \quad (3.15)$$

$$X_e = k_1 a_w^{n_1} + k_2 a_w^{n_2} \quad (3.16)$$

$$X_e = A \left(\frac{a_w}{1 - a_w} \right)^B \quad (3.17)$$

onde a_w é a atividade de água, X_e é o conteúdo de umidade no equilíbrio e X_{mo} é o teor de umidade na monocamada molecular (ambos em base seca) e A , B , C_B , C_G , k_b , k_1 , k_2 , n_1 e n_2 são constantes termodinâmicas das equações. Peleg (1993) destacou ainda que, para utilização da Equação 3.16, deve-se aplicar a restrição de que $n_1 < 1$ e $n_2 > 1$, e a equação de BET só deve ser aplicada para a região de monocamada, com a_w de até aproximadamente 0,4.

3.3. SECAGEM DE SEMENTES EM LEITO FLUIDIZADO

As sementes são organismos vivos cuja capacidade de germinação depende, principalmente, das condições de semeadura e do controle das principais condições de armazenamento, como temperatura e umidade. Imediatamente após a colheita, as sementes devem ser secas até que atinjam um teor de umidade suficientemente baixo para sua estocagem a longo prazo, a fim de garantir sua longevidade e evitar o crescimento de fungos que podem danificá-las (BARROZO; MUJUMDAR; FREIRE, 2014; RUDOBASHTA; ZUEVA, 2015). Quanto mais alto o conteúdo de umidade, mais alta é a taxa respiratória das sementes, que causa elevação na temperatura (BARROZO; MUJUMDAR; FREIRE, 2014). Assim, caso as condições de armazenamento submetam as sementes à temperatura excessiva, as mesmas podem perder sua capacidade de desenvolvimento e tornarem-se inativas. Portanto, o processo de secagem, anterior à semeadura ou posterior à colheita, é de extrema importância para assegurar a viabilidade das sementes.

Desse modo, boas previsões de temperatura e umidade durante a operação devem ser realizadas a fim de escolher o secador mais adequado às condições operacionais para que se obtenha um produto de boa qualidade e menor consumo de energia durante o processo (BARROZO; MUJUMDAR; FREIRE, 2014; YOGENDRASASIDHAR; SETTY, 2018). Além disso, o secador selecionado para a operação não deve propiciar o crescimento de fungos no material a ser seco. Por exemplo, durante a secagem de grãos e sementes em leitos profundos, se a temperatura de operação do processo de secagem for muito baixa, o ponto de orvalho pode ser atingido no interior do secador, levando à condensação sobre o material seco. Assim, para favorecer a taxa de secagem e a qualidade do produto, deve-se optar pela secagem sob condições de baixa umidade (CHIEWCHAN; MUJUMDAR; DEVAHASTIN, 2015).

Convém salientar que, em leitos fixos, a otimização do processo se torna onerosa, visto que a temperatura e a umidade da semente, a temperatura do ar de secagem e a umidade ao longo do leito não são homogêneas. O material presente nas primeiras zonas de secagem seca mais rapidamente do que o encontrado nas últimas camadas, pois recebe o ar mais quente na entrada do secador. Como resultado, ocorre heterogeneidade do produto final, o que é indesejado (BARROZO; MUJUMDAR; FREIRE, 2014).

Por conseguinte, a utilização do leito fluidizado para executar a operação de secagem apresenta diversas vantagens sobre outros tipos de equipamentos, tais como: alta taxa de remoção de umidade, facilidade de controle da operação, eficiente contato gás-sólido, adequada mistura de sólidos e características isotérmicas no interior do equipamento (KOZANOGLU et

al. 2016; LI; GUO, 2017; LI et al. 2002; YOGENDRASASIDHAR; SETTY, 2018). Diante dos benefícios, com o intuito de examinar o comportamento fluidodinâmico do leito e analisar as melhores condições operacionais para otimização da operação, diversos autores estudaram o processo de secagem de sementes nesse tipo de leito móvel.

Li et al. (2002), baseados na viabilidade da secagem de culturas por contato com adsorventes, estudaram a qualidade da fluidização durante a secagem de sementes de soja com adição de sílica em leito fluidizado. Por consequência, concluíram que a frequência e a extensão das flutuações de pressão dentro do leito aumentaram à medida que foram adicionadas pequenas partículas em um leito de grandes partículas.

Jittanit, Srzednicki e Driscoll (2010a) estudaram a secagem de sementes de trigo, milho e arroz em duas etapas e utilizaram leitos móveis (jorro e fluidizado) no primeiro estágio para reduzir o teor de umidade das sementes de aproximadamente 25% a 18%. Eles investigaram a influência do tipo de secador, temperatura de secagem, teor de umidade das sementes e tempo de secagem na germinação das sementes secas. Além de comprovar a viabilidade da secagem em dois estágios para os três tipos de sementes, utilizando tanto secadores em leito fluidizado quanto em leito de jorro no primeiro estágio, os autores concluíram que a secagem em leito fluidizado, mesmo à maior temperatura, manteve a capacidade de germinação em mais de 90% das sementes de trigo.

Posteriormente, em um outro trabalho, utilizaram modelos a fim de prever as curvas de secagem para esses materiais sob diferentes condições operacionais. Os pesquisadores concluíram que o modelo de Page modificado foi o mais adequado para caracterizar as curvas de secagem em leito fluidizado, diferentemente da secagem em leito de jorro, cujo modelo de dois compartimentos foi mais apropriado (JITTANIT; SRZEDNICKI; DRISCOLL, 2010b).

Jittanit, Srzednicki e Driscoll (2013) fizeram uma comparação entre a secagem de sementes de arroz e trigo em secadores de leito fluidizado e leito de jorro. Os autores verificaram a qualidade final do produto seco e o consumo de energia em cada equipamento utilizado para determinar o mais adequado à operação. Por fim, concluíram que a secagem em leito fluidizado consumiu menos tempo do que em leito de jorro, porém esse último equipamento apresentou-se mais apropriado no que diz respeito ao consumo de energia. Já quanto à porcentagem de germinação, eles não observaram nenhuma vantagem em utilizar um ou outro secador.

Ciesielczyk e Iwanowski (2014) secaram três tipos de materiais em leito fluidizado, entre eles sementes de papoula, para determinar as isotermas de sorção a partir da aplicação de

um modelo matemático às curvas de secagem obtidas experimentalmente. Com isso, concluíram que o método pode ser aplicado para materiais pertencentes ao grupo B de Geldart.

Kosanoglu et al. (2016) estudaram a cinética de secagem de sementes de coentro em leito fluidizado utilizando vapor superaquecido e pressão reduzida. Dessa maneira, comprovaram a viabilidade da operação para realizar processos de secagem de partículas do grupo B de Geldart à baixas temperaturas.

Uddin, Suppakul e Boonsupthip (2016) estudaram os efeitos da temperatura e velocidade do ar de secagem na qualidade física e sensorial de sementes de abóbora durante o processo de secagem em bandeja e em leito fluidizado. Concluíram que o aumento na velocidade do ar provocou maiores alterações na difusividade, cor e dureza das sementes do que o aumento de temperatura. Além disso, a secagem em leito fluidizado causou mudanças mais acentuadas do que a secagem em bandeja para as mesmas condições operacionais.

3.4. IMPORTÂNCIA DO MONITORAMENTO DA OPERAÇÃO DE SECAGEM EM LEITO FLUIDIZADO

Apesar da ampla aplicação, ao realizar a operação de secagem em leito fluidizado deve-se ter atenção a dois parâmetros críticos que podem influenciar a qualidade da fluidização: o diâmetro e o conteúdo de umidade das partículas, principalmente na superfície (AGHBASHLO et al., 2014; SILVA et al., 2014). Se o material particulado for muito grande, poroso ou de forma muito irregular, a formação de pontes líquidas entre partículas pode ser favorecida, acarretando perdas com relação à eficiência do processo de secagem.

Ainda, se as partículas apresentarem umidade muito elevada, o desempenho da fluidização pode ser comprometido porque há redução dos coeficientes de transferência de calor e massa, ocasionando o colapso do leito devido à aglomeração, fenômeno conhecido como defluidização. Essa ocorrência pode levar à interrupção do processo em poucos minutos em função do bloqueio da placa distribuidora (AGHBASHLO et al., 2014; LI; GUO, 2017; SHABANIAN; SAURIOL; CHAOUKI, 2017; SILVA et al., 2014). Portanto, a fim de evitar esses problemas e assegurar a qualidade do produto final com o menor gasto de energia possível, um monitoramento adequado que garanta uma fluidização estável em regime fluidodinâmico apropriado é imprescindível.

As formas mais comuns para realizar esse monitoramento, de acordo com a literatura, correspondem a registros de parâmetros como: temperaturas de bulbo seco e de bulbo úmido do ar na entrada e na saída do leito, temperatura do leito de partículas, variação da queda de

pressão e da temperatura através do leito, e conteúdo de umidade das partículas. O acompanhamento de todos estes parâmetros permite monitorar o regime de fluidização (SHABANIAN; SAURIOL; CHAOUKI, 2017; SHABANIAN et al., 2017; SILVA et al., 2014) e determinar o ponto final de secagem (AGHBASHLO et al., 2014; BRIENS; BOJARRA, 2010; LIPSANEN et al., 2008). Ademais, a escolha da técnica ou processo para o monitoramento de operações em leito fluidizado sofre influência de diversos aspectos, tais como: facilidade de manuseio, custo de sensores, precisão e confiabilidade nas medidas, possibilidade de controle em tempo real e avaliação de vantagens e desvantagens (SILVA et al., 2014).

Com efeito, a medição da pressão possibilita uma vasta quantidade de dados experimentais a um custo relativamente baixo e por meio de um método não intrusivo de fácil implementação. Quando a amostragem é realizada utilizando frequência satisfatória, o sinal fornece informações bastante úteis a respeito da dinâmica do escoamento, como por exemplo: formação, passagem, coalescência e erupção de bolhas de fluido, expansão do leito, transição entre regimes de fluidização e início da ocorrência de arraste significativo de partículas.

Quanto às medidas de temperatura, fornecem dados pontuais sobre a fluidodinâmica do leito. Essas informações referenciam o grau de mistura de sólidos no interior do equipamento, ou seja, quanto mais uniforme o perfil de temperatura se apresenta, tanto melhor é a qualidade da mistura interna de sólidos (SHABANIAN; SAURIOL; CHAOUKI, 2017).

Shabanian, Sauriol e Chaouki (2017) destacaram que, em suma, as medidas de pressão e temperatura são capazes de fornecer informações sobre a fluidodinâmica do leito como rotina industrial. Diante disso, alguns autores dedicaram-se a estudar o monitoramento dessas variáveis em operações realizadas em leitos fluidizados.

Lipsanen et al. (2008) utilizaram um método de diferença de temperatura para monitorar e detectar o ponto final de secagem durante o processo de granulação em leito fluidizado, quando não é possível manter a umidade do ar de fluidização constante. Os autores encontraram uma correlação entre o teor de umidade dos grânulos e a variação de temperatura medida no interior do leito próxima às partículas. Além disso, concluíram que a qualidade da fluidização afeta fortemente a detecção do ponto final de secagem através desse método.

Briens e Bojarra (2010) compararam técnicas de monitoramento acústico e de vibração com métodos tradicionais para medir teor de umidade, temperatura e pressão durante a secagem de grânulos de placebo em leito fluidizado. Eles utilizaram técnicas de estatística, frequência, fração e caos para analisar dados acústicos, de vibração e de pressão obtidos ao longo da secagem.

Roy, Khanna e Subbarao (2010) utilizaram as medidas de queda de pressão e temperatura em função do tempo para monitorar o processo de granulação em leito fluidizado. Concluíram que seria possível determinar o ponto final de granulação através desses parâmetros.

Shabanian e Chaouki (2016) exploraram as mudanças no comportamento da fluidização em leitos fluidizados borbulhantes de partículas grossas com a temperatura de operação, sob condições nas quais forças hidrodinâmicas ou interpartículas foram dominantes. Os autores estudaram a influência dessas forças nas flutuações de pressão como forma de análise dos efeitos da temperatura e das forças interpartículas na fluidodinâmica do leito. Eles concluíram que as forças interpartículas favorecem a formação de bolhas maiores, resultando em características de fluidização completamente diferentes.

Shabanian, Sauriol e Chaouki (2017) aprofundaram o estudo de monitoramento simultâneo das medidas de pressão e temperatura, e determinaram as regiões mais adequadas para coleta das medidas de temperatura, de modo que houvesse maior sensibilidade às mudanças nas forças interpartículas. Desse modo, conseguiram prever com maior precisão a defluidização do leito em processos de combustão em LF.

Além disso, Johnsson et al. (2000) e Van Ommen et al. (2011) destacaram que as séries temporais de pressão podem ser tratadas nos domínios do tempo, da frequência (análise espectral) ou de espaço de estados (análise de caos), com o intuito de identificar diferentes padrões de comportamento durante a operação em leito fluidizado. As análises no domínio do tempo e da frequência que serão utilizadas neste trabalho estão descritas a seguir.

3.4.1. Análises no domínio do tempo

As análises no domínio do tempo são as mais rápidas e simples, pois consistem basicamente em analisar uma sequência de dados e sua representação de forma direta, ou através de parâmetros estatísticos. A principal vantagem desse tipo de análise é que os dados podem ser caracterizados diretamente no domínio do tempo, sem necessidade de quaisquer transformações prévias, como nas análises no domínio de frequência ou de espaço de estados (VAN OMMEN et al., 2011; XIANG, 2018).

Uma das medidas mais comuns é o desvio padrão, que avalia estatisticamente a dispersão que um conjunto de dados possui em relação à sua média. Portanto, quanto mais os dados se desviam da sua média, mais alto é o desvio padrão (ARJMANDI-TASH; ZARGHAMI, A; ZARGHAMI, R., 2014). Esse é definido pela Equação 3.18 e,

frequentemente, é utilizado para indicar as flutuações de pressão com o intuito de identificar a amplitude dos sinais:

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (x(i) - \bar{x})^2} \quad (3.18)$$

de modo que x são os valores de dados, frequentemente pressão absoluta ou queda de pressão no interior do leito, i é o número de pontos de dados ($i = 1, 2, 3 \dots N$), N é o número total de pontos medidos à determinada frequência de amostragem (XIANG et al., 2017) e $\bar{x}$ corresponde à média do conjunto de dados, conforme a Equação 3.19 (JOHNSSON et al., 2000):

$$\bar{x} = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x(i)} \quad (3.19)$$

A literatura salienta ainda que, além do desvio padrão das flutuações de pressão fornecer informações muito úteis quanto à identificação de regimes de contato (VAN OMMEN et al., 2011), qualidade da fluidização e tamanho das bolhas (WORMSBECKER et al., 2009), ele também pode ser correlacionado com o teor de umidade das partículas (DE MARTÍN; VAN DEN DRIES; VAN OMMEN, 2011).

3.4.2. Análises no domínio da frequência

As análises no domínio da frequência são tipicamente empregadas para avaliar sinais de pressão obtidos de leitos fluidizados. Diversos métodos podem ser utilizados, porém o mais comum é o da transformada de Fourier (JAIBOON et al., 2013; VAN OMMEN et al., 2011).

A transformada rápida de Fourier (FFT), que possibilita a obtenção de espectros de potência das medidas de pressão, consiste na determinação da faixa de frequência das flutuações e na identificação de uma frequência dominante (DE MARTÍN; VAN DEN DRIES; VAN OMMEN, 2011). A análise de Fourier realiza a decomposição do sinal em senoides de frequências distintas através de transformadas discretas de Fourier (DFT). A transformada estimada de Fourier $X(f)$ de uma série de tempo $x(i)$ com N pontos é dada pela Equação 3.20 (ARJMANDI-TASH; ZARGHAMI, A; ZARGHAMI, R., 2014):

$$X(f) = \sum_{i=1}^N x(i) \exp(-j2\pi if) \quad (3.20)$$

onde f é a frequência e j um número complexo. Quando N é uma potência de 2, a Equação 3.20 pode ser usada para calcular $X(f)$ através de um algoritmo rápido conhecido como FFT, bastante eficiente para calcular a DFT de uma sequência (ARJMANDI-TASH; ZARGHAMI, A; ZARGHAMI, R., 2014; SEDIGHIKAMAL; ZARGHAMI, 2013).

Através do método de FFT é possível obter a Densidade Espectral de Potência (PSD), que é uma análise para determinar a composição de frequência característica do comportamento da fluidização (JAIBOON et al., 2013; XIE; GHIAASIAAN; KARRILA, 2004; ZIJERVELD et al., 1998). A PSD é definida por FFT e calculada pela Equação 3.21.

$$P_{xx}^i(f) = \frac{1}{\sum_{i=1}^N w^2(i)} \left[\sum_{i=1}^N x(i)w(i)\exp(-j2\pi if) \right]^2 \quad (3.21)$$

de modo que w é a função janela, usada para dividir o sinal a fim de diminuir a variância e obter uma estimativa do espectro de potência. Visto que uma largura de janela apropriada deve ser utilizada para obter espectros de potência estatisticamente consistentes, a janela *Hanning* é frequentemente empregada (ARJMANDI-TASH; ZARGHAMI, A; ZARGHAMI, R., 2014; FELIPE; ROCHA, 2004; JOHNSSON, et al., 2000; SEDIGHIKAMAL; ZARGHAMI, 2013; XIANG et al., 2017). Logo, ao empregar a janela *Hanning* e sem sobreposição de janelas, o espectro de potência médio é dado pela Equação 3.22.

$$P_{xx}(f) = \frac{1}{L} \sum_{i=1}^L P_{xx}^i(f) \quad (3.22)$$

onde L é o número de janelas e $P_{xx}(f)$ é a estimativa do espectro de potência para cada janela.

De Martín, Van der Dries e Van Ommen (2011) salientam que na operação de secagem em leito fluidizado, há uma correlação entre as características dos espectros com o teor de umidade das partículas, indicada por uma alteração da frequência dominante quando o ponto final de secagem é atingido. Apesar disso, alguns autores alertam que esse tipo de análise deve ser utilizado com cautela, pois se as janelas de tempo forem inapropriadas, isto é, muito largas ou muito estreitas, remetem a problemas na resolução de tempo ou de frequência (ABBASI et al., 2009; TAHMASEBPOOR et al., 2015).

3.5. ANÁLISES NOS DOMÍNIOS DO TEMPO E DA FREQUÊNCIA EM LEITOS FLUIDIZADOS E SUAS APLICAÇÕES

O tratamento dos dados resultantes de operações em leitos fluidizados mediante análises nos domínios do tempo e da frequência tem sido realizado há mais de duas décadas, e atualmente ainda é útil tanto para a caracterização fluidodinâmica, quanto para a determinação de transições entre regimes e o monitoramento de processos. Nesse período, diversos autores comprovaram sua eficácia.

Johnsson et al. (2000) analisaram as flutuações de pressão nos domínios do tempo, da frequência e de espaço de estados a fim de caracterizar cada um dos regimes fluidodinâmicos em leito fluidizado circulante. Eles compararam os resultados obtidos, e concluíram que as medidas de desvio padrão não foram suficientes para determinar o regime fluidodinâmico com absoluta certeza. Em contrapartida, os resultados das análises de domínio da frequência e de espaço de estados apresentaram conformidade e se complementaram.

Felipe e Rocha (2004) conseguiram identificar diferentes regimes fluidodinâmicos em leitos fluidizados gás-sólido mediante obtenção dos espectros de potência. Além disso, perceberam que as medidas de pressão absoluta e diferencial produziam espectros semelhantes.

Wormsbecker et al. (2009) utilizaram análises nos domínios do tempo e da frequência para averiguar a influência da geometria do leito fluidizado no comportamento fluidodinâmico durante a secagem de grânulos farmacêuticos. Eles verificaram que a elutriação de finos pode alterar os valores de desvio padrão, e que a densidade espectral de potência muda significativamente com a geometria do equipamento.

De Martín, Van der Dries e Van Ommen (2011) compararam três técnicas de processamento de sinal das flutuações de pressão: frequência dominante, desvio padrão e comparação *attractor*. Os autores destacaram que o desvio padrão fornecia a melhor correlação dos dados com o conteúdo de umidade e o tamanho das partículas.

Jaiboon et al. (2013) estimaram a velocidade de transição entre os regimes turbulento e de fluidização rápida através das medidas de desvio padrão. Além disso, estudaram os efeitos do padrão de escoamento nos espectros de potência em diferentes regimes de fluidização. Eles concluíram que os espectros se mostraram bastante eficientes para avaliar o comportamento fluidodinâmico, inclusive em escala industrial.

Sedighikamal e Zarghami (2013) aplicaram análises de quantificação de recorrência em dados de flutuação de pressão medidos em diferentes sistemas dinâmicos, inclusive leito fluidizado, para determinar a frequência dominante. Os pesquisadores confirmaram os

resultados através de análise de Fourier e forneceram um novo método para previsão das velocidades de transição entre regimes de escoamento.

Zhang et al. (2016) investigaram a fluidodinâmica dos processos de secagem e umidificação em um leito fluidizado gás-sólido através de tomografia de capacitância elétrica combinada com transdutores de pressão. Os autores trataram os dados utilizando transformada rápida de Fourier, e concluíram que a umidade e o tamanho do material interferem na velocidade de mínima fluidização e nas características das bolhas. Ainda, perceberam nítidas diferenças na frequência de flutuação das bolhas entre as etapas de umidificação e secagem.

Shabanian et al. (2017) testaram diversos métodos para detecção do fenômeno da defluidização em leitos fluidizados, entre eles o desvio padrão das flutuações de pressão. Com esse estudo, comprovaram que o monitoramento simultâneo das medidas de pressão e temperatura, além de fornecer uma melhor previsão do início da aglomeração do que os outros métodos em termos de qualidade dos dados, também permitia uma previsão antecipada o suficiente para que ações pudessem ser tomadas em tempo hábil para evitar o colapso do LF.

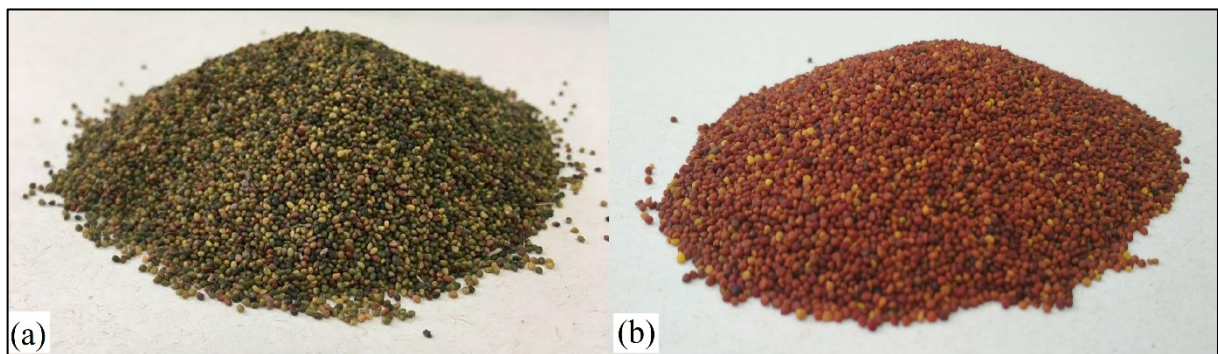
Jiang et al. (2018) pesquisaram os efeitos do tamanho das partículas na fluidização. Para isso, utilizaram análises de desvio padrão e de Fourier. Os autores verificaram que através dessas análises foi possível, além de monitorar a distribuição do tamanho de partículas em leitos fluidizados, detectar o processo de aglomeração com base nas flutuações de pressão.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. MATERIAIS

Neste trabalho foram utilizadas sementes de trevo persa (*Trifolium resupinatum* L.) e trevo vesiculoso (*Trifolium vesiculosum*) fornecidas pela EMBRAPA Clima Temperado (Pelotas/RS). A Figura 4.1 apresenta as sementes dessas duas leguminosas.

Figura 4.1: Sementes: (a) Trevo persa; (b) Trevo vesiculoso



4.2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

4.2.1. Caracterização física das sementes

As duas espécies de sementes fornecidas pela Embrapa foram caracterizadas quanto a seu diâmetro médio, esfericidade, densidade, conteúdo de umidade inicial e porosidade do leito. Todas as determinações foram realizadas em triplicata. O resumo da metodologia aplicada está no Apêndice 1.

4.2.1.1. Diâmetro médio

O diâmetro médio das sementes foi determinado através de ensaios de peneiramento, conforme a metodologia descrita em Cremasco (2012). Assim, utilizando a definição de Sauter, o diâmetro $\overline{d_p}$ foi calculado pela Equação 4.1.

$$\overline{d_p} = \frac{1}{\sum_{i=1}^N \left(\frac{x_i}{D_i} \right)} \quad (4.1)$$

de modo que x_i é a fração mássica retida na peneira e D_i é a média dos diâmetros das aberturas das peneiras passante e retida.

4.2.1.2. Esfericidade

A esfericidade ϕ foi determinada mediante microscopia eletrônica de varredura (MEV). Através das imagens, foi possível medir os diâmetros inscrito d_{pII} e circunscrito d_{pI} das partículas, cuja razão é a esfericidade, obtida pela Equação 4.2 (CREMASCO, 2012).

$$\phi = \frac{d_{pII}}{d_{pI}} \quad (4.2)$$

4.2.1.3. Densidade

A densidade foi definida através de ensaios de picnometria (PEÇANHA, 2014), utilizando um picnômetro de 25 mL (*Minas glass*, Brasil) e hexano como líquido de referência.

4.2.1.4. Conteúdo de umidade

Para determinação do conteúdo de umidade, as amostras foram mantidas em estufa (*De Leo*, DL-SE, Brasil) a 105°C durante 24 h, conforme metodologia da AOAC (AOAC, 1995). O teor de umidade em base seca foi definido através da Equação 3.8.

4.2.1.5. Porosidade do leito

A porosidade do leito de partículas foi determinada através de ensaio em proveta. Trata-se de uma analogia ao leito, de maneira que se determine a densidade aparente ρ_a de um conjunto de partículas contido na proveta, conhecendo-se a massa de sólidos e o volume ocupado pelo material (MELO, 2015). Dispondo-se da densidade da amostra, a porosidade do leito ε foi calculada utilizando a Equação 4.3 (CREMASCO, 2012).

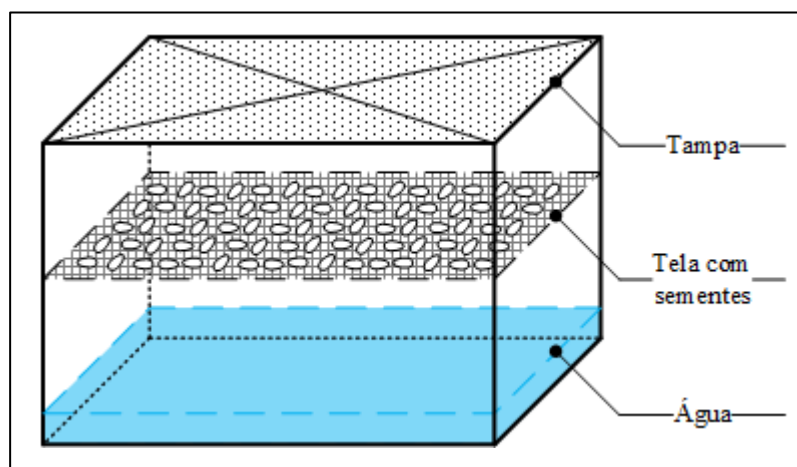
$$\varepsilon = 1 - \frac{\rho_a}{\rho_s} \quad (4.3)$$

onde ρ_s é a densidade do sólido obtida previamente por picnometria.

4.2.2. Umidificação das sementes

A etapa de umidificação teve o propósito de hidratar as sementes fornecidas pela Embrapa de modo que as mesmas atingissem um teor de umidade adequado para a secagem em leito fluidizado, a fim de garantir a observação da transição entre as taxas de secagem. As sementes de trevo persa e trevo vesiculoso foram umidificadas em banho termostático, conforme esquema da Figura 4.2. O equipamento (*Biomatic*, Brasil), de capacidade para aproximadamente 32,4 L, possui uma tampa, uma resistência na parte inferior para o aquecimento da água e uma tela para disposição das sementes, que permite a passagem de vapor, hidratando o material.

Figura 4.2: Esquema experimental para umidificação das sementes



As sementes (700 g) foram mantidas no banho termostático tampado (com 16 L de água) durante 5 h até que a temperatura da água alcançasse aproximadamente 50 °C. Em seguida, o banho foi desligado e as sementes permaneceram no equipamento ainda tampado por mais 4 h. Após esse período, as mesmas foram retiradas e amostras foram submetidas à determinação de umidade (AOAC, 1995). O teor de umidade foi obtido pela Equação 3.8. Após umidificação, as sementes úmidas foram armazenadas em refrigerador na temperatura de 4 °C por um período máximo de 48 h. O fluxograma da metodologia utilizada para umidificação das sementes está apresentado no Apêndice 1.

4.2.3. Conteúdo de umidade de equilíbrio

O conteúdo de umidade de equilíbrio das sementes de trevo persa e trevo vesiculoso foi determinado através do método gravimétrico estático, no qual a difusão é o único mecanismo de transferência de massa (HASSINI et al., 2015). As isotermas de adsorção foram obtidas nas temperaturas de 40, 45 e 50 °C.

O procedimento experimental consistiu em inserir $1 (\pm 0,1)$ g de amostra seca em recipientes de vidro hermeticamente fechados (com altura e diâmetro de aproximadamente 7 cm e 6 cm, respectivamente) contendo 20 mL de solução de H_2SO_4 (ácido sulfúrico) em 11 concentrações diferentes ($0,20\text{-}0,70 \text{ kg kg}^{-1}$) com variação de $0,05 \text{ kg kg}^{-1}$, a fim de manter a atividade de água entre 0,050 e 0,889. As amostras foram colocadas em cadinhos e mantidas acima da solução de H_2SO_4 dentro dos frascos através de suportes, para que tivessem contato somente com os vapores da solução. Nas sementes presentes nos frascos contendo soluções ácidas com atividade de água maior que 0,75 foi adicionado Azoxystrobin Pestanal (*Sigma-Aldrich*) diluído em 5 mL de acetonitrila a fim de evitar a formação de fungos. A Figura 4.3 ilustra o recipiente utilizado nos experimentos.

Figura 4.3: Aparato experimental para determinação da umidade de equilíbrio



Fonte: Adaptado de Moreira (2000).

Os recipientes foram mantidos em estufa (*Nova Ética*, 400/ND, Brasil) com temperatura controlada (40, 45 e 50 °C), e foram pesados diariamente em balança analítica digital (*Shimadzu*, AUY220), com precisão de $\pm 0,0001 \text{ g}$, até que atingissem massa constante (24 d, aproximadamente). Após o alcance do equilíbrio, foram realizados ensaios de umidade das amostras (AOAC, 1995) para obtenção do seu teor de umidade de equilíbrio (base seca), obtido pela Equação 3.8.

O conteúdo de umidade de equilíbrio a cada temperatura foi plotado em função da atividade de água, nas correspondentes concentrações de ácido sulfúrico. A Tabela 4.1 apresenta os valores de atividade de água nas respectivas concentrações de H_2SO_4 para as temperaturas analisadas.

Tabela 4.1: Atividades de água para as concentrações de H_2SO_4 nas temperaturas analisadas

Conc. H_2SO_4 % ($M.M^{-1}$)	a_w		
	40 °C	45 °C	50 °C
20	0,878	0,881	0,889
25	0,824	0,821	0,829
30	0,754	0,761	0,771
35	0,674	0,676	0,681
40	0,575	0,570	0,583
45	0,470	0,459	0,483
50	0,367	0,371	0,380
55	0,268	0,271	0,281
60	0,178	0,181	0,189
65	0,102	0,106	0,110
70	0,050	0,052	0,056

Fonte: Adaptado de Perry, Chilton e Kirkpatrick (1963).

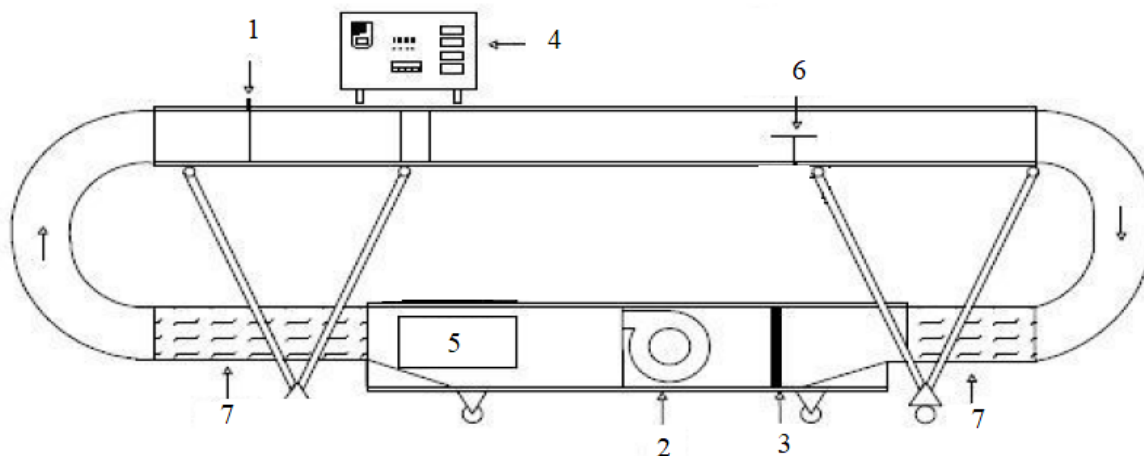
Posteriormente, com a finalidade de determinar o comportamento da adsorção de umidade das sementes de trevo persa e trevo vesiculoso, e seu teor de umidade de equilíbrio em cada temperatura, realizou-se o ajuste de quatro modelos de isotermas através de regressão não-linear utilizando o *software Origin 2018*. Os modelos testados foram os de BET, GAB, Peleg e Oswin, Equações 3.14, 3.15, 3.16 e 3.17, respectivamente, de maneira a se obter além da umidade de equilíbrio, os parâmetros termodinâmicos para cada um. A seleção do modelo mais adequado aos dados experimentais foi efetuada por meio de análise estatística (coeficiente de determinação R^2 e raiz quadrada do erro médio $RMSE$). O fluxograma simplificado com a metodologia utilizada encontra-se no Apêndice 1.

4.2.4. Cinética de secagem

A cinética de secagem das sementes de trevo persa e trevo vesiculoso foi estudada mediante a realização de experimentos de secagem em camada delgada nas temperaturas de 40 e 50 °C. Os ensaios foram realizados utilizando um secador de fluxo paralelo instalado no

Laboratório de Secagem, localizado na Escola de Química e Alimentos (EQA) da Universidade Federal do Rio Grande (FURG). A Figura 4.4 apresenta o esquema frontal do equipamento.

Figura 4.4: Esquema frontal do secador de fluxo paralelo: (1) registro; (2) ventilador centrífugo; (3) trocador de calor; (4) quadro de comando; (5) resistências elétricas; (6) bandeja de secagem; (7) mangas flexíveis



Fonte: Adaptado de Hansmann (2012).

Nesse sistema, o ar foi impulsionado no interior da câmara de secagem por um ventilador centrífugo (*Consul*, Brasil) acoplado a um motor (*Voges*, Brasil) de $\frac{1}{2}$ cv com quatro pólos (220V trifásico). A rotação do ventilador foi controlada por um inversor de frequência (*Weg*, CFW-08, Brasil) para ajustar a velocidade de operação. Em seguida, o ar passou por um sistema de aquecimento composto por quatro resistências: um par (*Fame*, Brasil) de 600W (220V) para temperaturas de operação de até 45 °C e outro par (*Sulimac*, Brasil) de 1500W (220V), para temperaturas de operação na faixa de 45 °C a 80 °C.

A medida da temperatura interna, próxima a bandeja de secagem, foi feita por um sensor tipo termistor (NTC) ligado a um controlador (*Full Gauge*, MT 516 R, Brasil) com precisão de 0,1 °C, sendo este também responsável pelo acionamento das resistências de aquecimento. Um termo-higrômetro digital (*Dwyer*, 485B, Estados Unidos) previamente calibrado foi acoplado antes do registro, para medição da umidade relativa do ar de secagem (com precisão de $\pm 2\%$ RH) e das temperaturas do ar de secagem e de bulbo úmido.

O procedimento experimental consistiu em dispor uma fina camada das sementes úmidas (30 – 40 g) de trevo persa e trevo vesiculoso em três bandejas retangulares de aproximadamente 0,017 m², de modo que o ar passasse uniformemente sobre a amostra. A velocidade do ar de secagem foi de 2 m.s⁻¹ para que o efeito da resistência externa à transferência de massa fosse desprezível (ROBERTS; KIDD; ZAKOUR, 2008). Todos os

ensaios foram realizados em triplicata, de modo que as três bandejas foram colocadas no interior da câmara de secagem e retiradas simultaneamente para pesagem em balança analítica digital (*Marte*, BL3200H, Brasil), com precisão de $\pm 0,01$ g, em intervalos de 2,5 min nos primeiros 40 min, e após, a cada 5 min, até que a massa se tornasse constante. As imagens do equipamento e das bandejas encontram-se no Apêndice 2.

Posteriormente, com os dados experimentais foi possível calcular a taxa de secagem R , através da Equação 4.4, e então plotar curvas dessa variável em função da umidade da amostra X_m em base seca.

$$R = -\frac{m_s}{S} \frac{dX}{dt} \quad (4.4)$$

de modo que m_s é a massa de sólido seco, S é a área superficial exposta ao ar de secagem, e $\frac{dX}{dt}$ é a derivada do conteúdo de umidade em relação ao tempo.

Ainda, foi possível construir as curvas de adimensional de água livre X_R em função do tempo de secagem. Os modelos de Lewis (1921), Page (1949) e Henderson-Pabis (1961), Equações 3.9, 3.10 e 3.11, respectivamente, foram ajustados às curvas de adimensional de água livre de modo a descrever o processo de secagem e obter os parâmetros de secagem (k , n e a). O ajuste foi realizado através de regressão não-linear utilizando o *software Origin 2018*. Para selecionar o modelo mais adequado aos dados experimentais e verificar a qualidade do ajuste, os parâmetros estatísticos, coeficiente de determinação R^2 e raiz quadrada do erro médio $RMSE$, foram avaliados. O fluxograma simplificado dos procedimentos com a metodologia utilizada está apresentado no Apêndice 1.

4.2.5. Leito fluidizado

O equipamento de leito fluidizado, composto por três módulos, está instalado no Laboratório de Secagem, localizado na Escola de Química e Alimentos (EQA) da Universidade Federal do Rio Grande (FURG). A Figura 4.5 apresenta a foto do equipamento.

A base cônica, de aço inox, tem 0,15 m de altura, ângulo de 60° e diâmetro de 0,035 m na sua parte inferior (entrada de fluido). A coluna cilíndrica, confeccionada em acrílico transparente, apresenta 0,12 m de diâmetro e 0,5 m de altura. E, por fim, a seção superior, também em aço inox, possui 0,21 m de diâmetro e 0,15 m de altura. As seções cônica e cilíndrica na base do leito são separadas por uma placa distribuidora em acrílico composta por

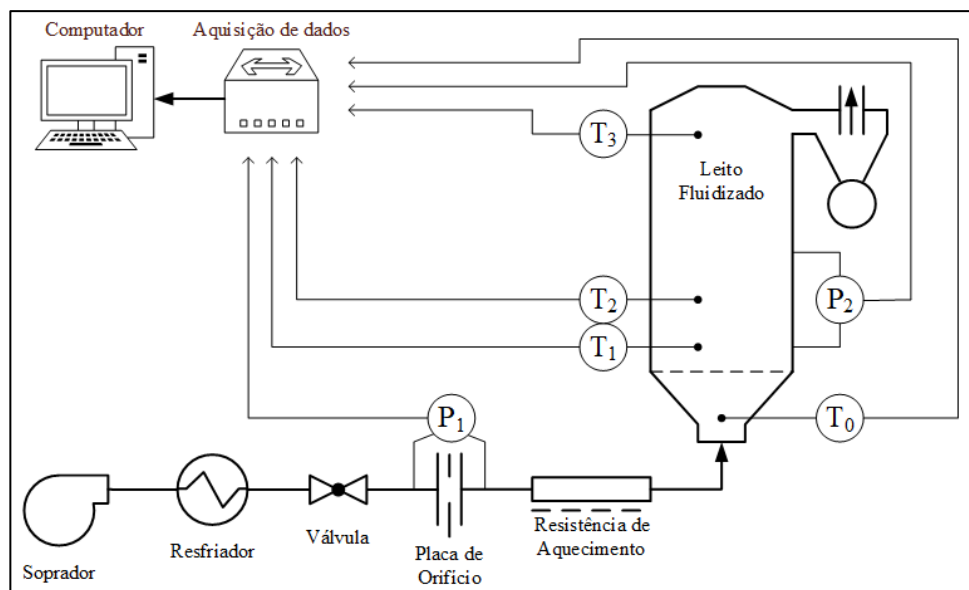
396 orifícios de diâmetro 2 mm para passagem do fluido. A placa foi coberta com uma tela de malha fina para evitar a queda de partículas na tubulação de ar abaixo do leito.

Figura 4.5: Equipamento de leito fluidizado



O esquema geral do equipamento, composto pelo sistema de aquecimento e deslocamento do ar, a coluna de leito fluidizado e o sistema de aquisição de dados está ilustrado na Figura 4.6.

Figura 4.6: Esquema geral do equipamento de leito fluidizado



O ar seco foi fornecido por um soprador (*Ibram*, Brasil, com 7,5 cv de potência), e a vazão do ar de fluidização foi regulada indiretamente através de uma válvula globo manual por meio das medidas de queda de pressão do escoamento em uma placa de orifício previamente calibrada. Posteriormente, o ar foi aquecido por um conjunto de resistores até atingir a temperatura de secagem, regulada por um controlador digital (*Flyever*, FE50RPN, Brasil) e avançou no leito de partículas, mediante passagem por uma placa distribuidora, para que fosse realizada a operação de secagem. Durante os experimentos, a coleta de pós e partículas arrastadas foi realizada através de um ciclone acoplado ao secador.

As medidas de pressão no leito foram realizadas a partir de duas tomadas localizadas na coluna à 0,073 e 0,128 m acima da placa distribuidora (medida diferencial), região na qual a fluidodinâmica do leito já estava totalmente desenvolvida (FELIPE; ROCHA, 2004) e adquiridas através de transdutores (*Dwyer*, 616-6, faixa de leitura de 0 a 100 in H₂O e 616-5, faixa de leitura de 0 a 40 in H₂O, Estados Unidos). Com o propósito de impedir que os sólidos bloqueassem os pontos de medida de pressão, os mesmos foram cobertos, rente à parede interna do leito, com tela de malha fina. Já as medidas de temperatura, foram adquiridas a partir de termopares (tipo T, *Exacta*, Brasil), um termopar localizado na tubulação de entrada de ar logo abaixo da parte cônica inferior e outros três termopares na coluna, nas posições 0,0715, 0,117 e 0,458 m acima da placa distribuidora. Os termopares e transdutores conectados a um sistema de aquisição (placa de 12 bits, *Lynx Tecnologia Eletrônica Ltda.*, ADS0500, Brasil) permitiram a obtenção dos dados em tempo real através do *software LabVIEW 8.5* (*National Instruments*, Estados Unidos).

4.2.5.1. Estudo fluidodinâmico

Os experimentos para a obtenção das curvas fluidodinâmicas foram executados para as duas espécies de sementes fornecidas pela Embrapa, sem umidificação (conteúdo de umidade (base seca) de $9,96 \pm 0,03\%$ para o trevo persa e $13,25 \pm 0,02\%$ para o vesiculoso), em temperatura ambiente e utilizando duas relações $H_l:D_l$ (altura de leito fixo:diâmetro da coluna): 1:1 e 1,5:1, que corresponderam às alturas de 12 e 18 cm de leito fixo, respectivamente. Para a relação 1:1, a massa de sementes carregada foi de aproximadamente 1,2 kg e para a 1,5:1, cerca de 1,8 kg.

O procedimento, indicado por Kunii e Levenspiel (1991), consistiu em carregar o leito, ligar o soprador de ar e aumentar a vazão do ar de fluidização gradativamente mediante abertura

manual da válvula globo até alcançar a fluidização. A cada aumento da velocidade, foi feito o registro dos dados de queda de pressão no leito e na placa de orifício pelo *software LabVIEW*. Para a diminuição da vazão do ar de fluidização, a válvula foi fechada gradativamente até a completa interrupção da passagem de ar.

A taxa de aquisição de dados foi fixada em 100 Hz, de modo que para cada valor médio de pressão foi coletado um grupo de 2048 pontos. A vazão do ar de fluidização foi obtida através do registro dos dados (pelo *software LabVIEW*) de queda de pressão na placa de orifício, previamente calibrada, conforme a Equação 4.5 (ÁVILA, 2017):

$$Q = 6,5 \times 10^{-4} (\Delta P^{0,529}) \quad (4.5)$$

onde Q é a vazão de ar (em $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$) e ΔP é a queda de pressão na placa de orifício (em Pa).

Por sua vez, os valores de velocidade do ar de fluidização foram calculados considerando a área de seção transversal do leito, de 0,06 m de raio (Equação 4.6).

$$U = \frac{Q}{\pi r^2} \quad (4.6)$$

sendo U a velocidade do ar (em m/s) e r o raio da coluna de leito fluidizado (em m).

Ainda, com os dados de desvio padrão da queda de pressão calculados pelo *software LabVIEW* e a velocidade do ar de fluidização, foi possível também calcular a velocidade de mínima fluidização pelo método de Puncchar, com o intuito de comparar com os resultados encontrados através da curva fluidodinâmica. A comparação entre os resultados obtidos pelos dois métodos foi realizada através do erro relativo RE , definido pela Equação 4.7 (PÉREZ et al., 2018):

$$RE = \frac{|U_{mf(curva)} - U_{mf(Puncchar)}|}{U_{mf(curva)}} \quad (4.7)$$

Além disso, a fim de garantir que as partículas não seriam arrastadas durante os experimentos de secagem, determinou-se a velocidade terminal U_t das partículas e posteriormente a razão U_t/U_{mf} (KUNII; LEVENSPIEL, 1991). A velocidade terminal foi obtida conforme Equação 4.8:

$$U_t = u^* \left[\frac{\mu(\rho_s - \rho_g)g}{\rho_g^2} \right]^{\frac{1}{3}} \quad (4.8)$$

de modo que ρ_g e ρ_s são as massas específicas do gás e do sólido, respectivamente, g é a aceleração da gravidade, μ é a viscosidade dinâmica do gás e u^* é a velocidade do gás (adimensional) dada pela Equação 4.9:

$$u^* = \left[\frac{18}{d_p^{*2}} + \frac{2,335 - 1,744\phi}{d_p^{*0,5}} \right]^{-1} \quad (4.9)$$

onde ϕ é a esfericidade, que deve ser entre 0,5 e 1, e d_p^* é o tamanho da partícula (adimensional) calculado pela Equação 4.10:

$$d_p^* = d_p \left[\frac{\rho_g(\rho_s - \rho_g)g}{\mu^2} \right]^{\frac{1}{3}} \quad (4.10)$$

sendo d_p o menor diâmetro da partícula presente no leito em quantidade significativa.

4.2.6. Experimentos de secagem e aquisição de dados

As duas espécies de sementes foram submetidas à secagem em leito fluidizado nas temperaturas de 40 e 50 °C, apropriadas para a secagem desse material de acordo com a EMBRAPA Clima Temperado. Os experimentos tiveram duração de 2 h e a velocidade do ar de fluidização empregada foi de 2,7 vezes a velocidade de mínima fluidização. Além disso, foram utilizadas duas relações $H_i:D_i$: 1:1 e 1,5:1 para garantir o regime de fluidização borbulhante, pois ao operar leitos com $H_i:D_i > 2$, haveria a possibilidade de ser atingido o regime *slugging* (YANG, 2003).

O período de realização dos ensaios foi entre os meses de agosto e outubro de 2018, de maneira que a umidade relativa do ar se manteve em média $81,13 \pm 1,96\%$. Os valores de umidade inicial das sementes de trevo persa e vesiculoso após umidificação foram em média $38,53 \pm 0,01\%$ e $50,41 \pm 0,01\%$, respectivamente (base seca).

Durante a secagem, foram coletadas amostras de aproximadamente 6 g em intervalos de 5 min, para determinação do teor de umidade ao longo do processo de secagem. Sabendo que durante a fluidização havia a possibilidade de diferentes umidades ao longo do leito fluidizado no mesmo intervalo de tempo, a amostragem foi realizada de maneira que abrangesse sementes presentes na parte superior, no meio e na parte inferior do leito. A cada coleta, foi realizada reposição de amostra úmida na mesma quantidade retirada, a fim de evitar variação significativa de massa no interior do equipamento que pudesse influenciar a qualidade da fluidização.

Além disso, nos mesmos intervalos de tempo, medidas de temperatura e queda de pressão foram simultaneamente obtidas pelo sistema de aquisição de dados. A taxa de aquisição foi fixada em 400 Hz, suficiente para análise de processos em leitos fluidizados (VAN OMMEN et al., 2011), de modo que para cada valor médio de pressão e temperatura foi coletado um grupo de 16.384 pontos. Essas janelas de tempo foram definidas em ensaios preliminares, onde verificou-se o número de pontos que permitiria a obtenção de espectros de potência estatisticamente consistentes. Os parâmetros estatísticos, média e desvio padrão, de cada série temporal também foram calculados durante a realização das medidas, a partir do instrumento virtual elaborado no *software LabVIEW* para a aquisição dos dados.

4.3. ANÁLISE DOS DADOS

A análise dos dados foi realizada de duas formas: direta e indireta. O fluxograma simplificado com a metodologia utilizada está apresentado no Apêndice 1.

4.3.1. Análise direta

A análise direta consistiu em, primeiramente, plotar os dados de temperatura obtidos pela leitura do termopar na posição 0,0715 m acima da placa distribuidora e de queda de pressão no interior do leito fluidizado em função da umidade dos sólidos. Em seguida, correlacionar essas curvas com os parâmetros relacionados às taxas de secagem, obtidos a partir do estudo da cinética de secagem em camada delgada realizado previamente.

4.3.2. Análise indireta

A análise indireta baseou-se no tratamento das séries temporais de pressão nos domínios do tempo e da frequência por meio de análise estatística (desvio padrão) e aplicação da transformada rápida de Fourier (FFT), respectivamente. Os resultados foram obtidos através do próprio instrumento virtual elaborado no *software LabVIEW*, e possibilitaram a construção de curvas relacionando as medidas de desvio padrão das flutuações de pressão com o teor de umidade ao longo do processo de secagem e a obtenção dos espectros de potência. Posteriormente, uma análise dos gráficos foi realizada a fim de identificar padrões de comportamento nas medidas de desvio padrão e nos espectros durante a operação de secagem

em leito fluidizado, especialmente no que diz respeito à transição entre as taxas crescente e decrescente de secagem.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DAS SEMENTES

Os resultados da caracterização física das sementes fornecidas pela Embrapa quanto a seu diâmetro médio (Equação 4.1), esfericidade (Equação 4.2), densidade, conteúdo de umidade inicial (Equação 3.8) e porosidade do leito de partículas (Equação 4.3) são apresentados na Tabela 5.1.

Tabela 5.1: Caracterização física das sementes de trevo persa e trevo vesiculoso

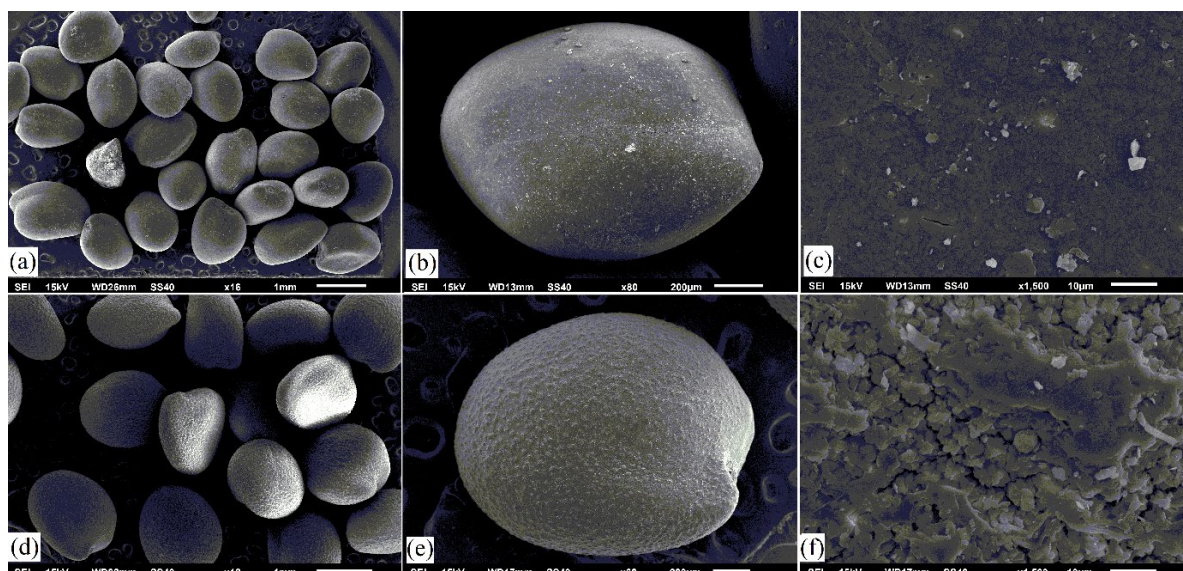
Característica*	Trevo persa	Trevo vesiculoso
ϕ	$0,88 \pm 0,01$	$0,88 \pm 0,05$
$\overline{d_p}$ (mm)	$0,81 \pm 0,04$	$1,22 \pm 0,01$
ρ_p (g.cm ⁻³)	$2,01 \pm 0,01$	$1,96 \pm 0,01$
X b.s. (%)	$9,96 \pm 0,03$	$13,25 \pm 0,02$
E	$0,58 \pm 0,01$	$0,58 \pm 0,01$

*média $\pm$ desvio padrão ($N = 3$)

$\overline{d_p}$: diâmetro médio de partícula; X: umidade em base seca; ε : porosidade do leito; ϕ : esfericidade; ρ_p : densidade da partícula.

A Figura 5.1 mostra as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para as duas amostras de sementes, trevo persa e trevo vesiculoso.

Figura 5.1: Imagens de microscopia eletrônica de varredura: (a), (b) e (c) sementes de trevo persa e sua superfície ($\times 18$, $\times 80$, $\times 1500$, respectivamente); (d), (e) e (f) sementes de trevo vesiculoso e sua superfície ($\times 18$, $\times 60$, $\times 1500$, respectivamente)



Conforme os valores de diâmetro e densidade das sementes de trevo persa e de trevo vesiculoso apresentados na Tabela 5.1, ambos os sólidos se enquadram como pertencentes ao tipo B da classificação de Geldart (GELDART, 1973). Logo, as sementes de trevo persa e trevo vesiculoso possuem características físicas apropriadas para a aplicação em leito fluidizado.

Com base na Figura 5.1 (f), percebe-se que as sementes de trevo vesiculoso apresentam maior rugosidade em sua superfície, indicando que possivelmente essas sementes possuem maior área superficial quando comparadas às de trevo persa (Figura 5.1 (c)).

As imagens de microscopia eletrônica de varredura utilizadas para a determinação dos diâmetros inscrito e circunscrito e a distribuição granulométrica das partículas estão no Apêndice 3.

5.2. CONTEÚDO DE UMIDADE DE EQUILÍBRIO

O conteúdo de umidade de equilíbrio das sementes de trevo persa e trevo vesiculoso foi determinado através da obtenção das isotermas de adsorção para as temperaturas de 40, 45 e 50 °C. Deste modo, modelos semiempíricos (BET e GAB) e empíricos (Peleg e Oswin) (Equações 3.14, 3.15, 3.16 e 3.17, respectivamente) foram ajustados aos dados experimentais de umidade de equilíbrio *versus* atividade de água (Tabela 4.1). Nas Tabelas 5.2 e 5.3 estão indicados os modelos semiempíricos e empíricos testados, respectivamente, bem como seus parâmetros de secagem e estatísticos.

Tabela 5.2: Parâmetros termodinâmicos e estatísticos para os modelos semiempíricos de BET e GAB

Modelo		BET				GAB				
		$X_e = \frac{X_{mo} C_B a_w}{(1 - a_w)(1 - a_w + C_B a_w)}$				$X_e = \frac{X_{mo} C_G k_b a_w}{(1 - k_b a_w)(1 - k_b a_w + C_G k_b a_w)}$				
Semente	T (°C)	X_{mo}	C_B	R^2	$RMSE$	X_{mo}	K_b	C_G	R^2	$RMSE$
Trevo Persa	40	0,041	$6,07 \times 10^6$	0,998	0,009	0,040	0,451	$1,01 \times 10^7$	>0,999	0,002
	45	0,041	$1,39 \times 10^7$	0,998	0,011	0,049	0,511	$1,29 \times 10^8$	>0,999	0,005
	50	0,036	$6,54 \times 10^7$	0,999	0,005	0,039	0,64	$8,07 \times 10^{44}$	0,991	0,003
Trevo Vesiculoso	40	0,066	$2,5 \times 10^7$	0,997	0,010	0,069	0,608	$2,23 \times 10^7$	0,998	0,015
	45	0,062	$3,51 \times 10^6$	0,999	0,006	0,062	0,748	$1,57 \times 10^7$	>0,999	0,008
	50	0,061	$8,89 \times 10^7$	0,998	0,010	0,065	0,656	$6,72 \times 10^6$	>0,999	0,004

a_w : atividade de água; C_B , C_G , k_b : constantes termodinâmicas; R^2 : coeficiente de determinação; $RMSE$: raiz quadrada do erro médio; T : temperatura; X_e : teor de umidade no equilíbrio; X_{mo} : teor de umidade na monocamada molecular.

Conforme a Tabela 5.2, os modelos semiempíricos de GAB e BET apresentaram valores satisfatórios para o coeficiente de determinação, porém ambos indicaram inconsistência física nas constantes termodinâmicas C_B e C_G , indicativas da energia de ligação de sorção na monocamada (MONTE, 2018). Nesse caso, a ordem de grandeza obtida para esses coeficientes ficou muito acima do que é comum conforme a literatura, considerando isothermas de adsorção e dessorção de outras sementes e gêneros alimentícios (CHEN, 2003; COSTA et al., 2015; HASSINI et al. 2015; PARK; BIN; BROD, 2001; PELEG, 1993; THYS et al., 2010). Por exemplo, no que diz respeito a isothermas de dessorção, Park, Bin e Brod (2001) encontraram, para pera Bartlett a 40 °C, C_B e C_G iguais a 0,242 e 13,276, respectivamente, e Chen (2003) obteve C_G igual a 3,51 para sementes de ervilha a 50 °C. Já para adsorção, Thys et al. (2010) estimaram, para pinhão a 40° C, C_B e C_G iguais a 47,36 e 113,09, respectivamente.

Tabela 5.3: Parâmetros termodinâmicos e estatísticos para os modelos empíricos de Peleg e Oswin

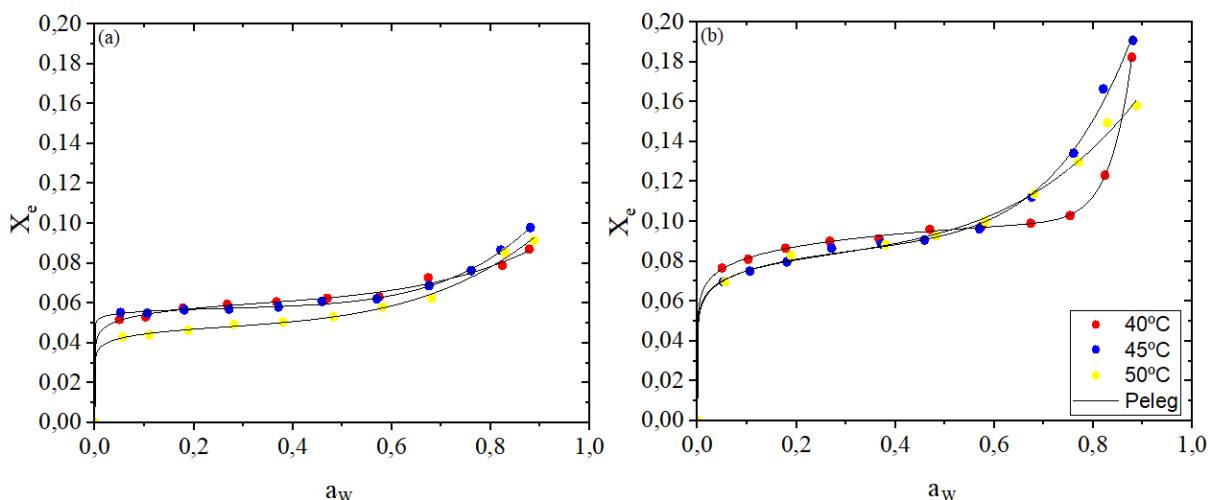
Modelo	<i>T</i> (°C)	Peleg						Oswin			
		$X_e = k_1 a_w^{n_1} + k_2 a_w^{n_2}$						$X_e = A \left[\frac{a_w}{(1 - a_w)} \right]^B$			
Semente	<i>T</i> (°C)	<i>k</i> ₁	<i>k</i> ₂	<i>n</i> ₁	<i>n</i> ₂	<i>R</i> ²	<i>RMSE</i>	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>R</i> ²	<i>RMSE</i>
Trevo persa	40	0,065	0,039	0,079	4,482	0,998	0,002	0,066	0,110	0,992	0,003
	45	0,059	0,075	0,027	5,231	>0,999	0,001	0,068	0,121	0,965	0,006
	50	0,053	0,067	0,074	4,186	0,998	0,001	0,059	0,186	0,978	0,005
Trevo vesiculoso	40	0,102	1,105	0,099	20,15	>0,999	0,001	0,103	0,163	0,914	0,015
	45	0,096	0,205	0,107	5,740	0,998	0,003	0,107	0,247	0,961	0,012
	50	0,094	0,109	0,098	3,996	0,998	0,003	0,102	0,198	0,986	0,007

a_w: atividade de água; *A*, *B*, *k*₁, *k*₂: constantes termodinâmicas; *n*₁ e *n*₂: expoentes do modelo de Peleg; *R*²: coeficiente de determinação; *RMSE*: raiz quadrada do erro médio; *T*: temperatura; *X_e*: teor de umidade no equilíbrio.

Entre os dois modelos empíricos testados (Tabela 5.3), o modelo de Peleg apresentou melhor ajuste aos dados experimentais conforme os parâmetros estatísticos. Considerando esse modelo, os valores de *R*² foram maiores ou iguais a 0,998, e de *RMSE* entre 0,001 e 0,003 para as duas espécies de sementes em todas as temperaturas.

Visto que o modelo de Peleg é bastante simples e não necessita da determinação do teor de umidade correspondente à monocamada no nível molecular, pode ser utilizado como alternativa para os casos em que alguns modelos, como o de GAB, não são compatíveis com determinados aspectos dos fenômenos de sorção de umidade (PELEG, 1993). A Figura 5.2 ilustra os dados experimentais correspondentes às isothermas de adsorção das sementes de trevo persa e vesiculoso, nas três temperaturas analisadas, e o ajuste do modelo de Peleg.

Figura 5.2: Isotermas de adsorção nas temperaturas de 40, 45 e 50 °C: (a) trevo persa; (b) trevo vesiculoso



A Figura 5.2 demonstra que as isotermas para as duas espécies de sementes possuem formato sigmoide, assim como observado para outras sementes (CHEN, 2003; WANI et al., 2006). Tal modelo também se mostrou adequado para o ajuste das isotermas de alguns gêneros alimentícios, tais como: gelatina, café, farelo de trigo, pera e pinhão (PARK; BIN; BROD, 2001; PELEG, 1993; THYS et al., 2010). Desse modo, o modelo de Peleg, de quatro parâmetros e dupla potência, mostrou-se mais apropriado e foi utilizado posteriormente para a determinação da umidade de equilíbrio para cada semente na temperatura de secagem correspondente.

Para as duas espécies de sementes, percebe-se o aumento do conteúdo de umidade de equilíbrio com a atividade de água em temperatura constante, comportamento igualmente apresentado em isotermas de sementes de figo da índia, de melancia e pinhão (HASSINI et al. 2015; THYS et al., 2010; WANI et al., 2006). Com o aumento da temperatura, houve diminuição do teor de umidade de equilíbrio para atividade de água constante, conforme relatado por outros autores (CHEN, 2003; COSTA et al., 2015; WANI et al., 2006, ZEYMER et al., 2017), o que indica o aumento da solubilidade do soluto e a diminuição das forças de atração, dificultando a retenção de água. Esse comportamento é mantido até o cruzamento das isotermas. A partir desse período, a temperatura deixa de interferir na solubilidade e começa a alterar as características do material, levando à elevação da pressão de vapor e, consequentemente, a um aumento no conteúdo de umidade.

Em relação à adsorção, observou-se que o trevo vesiculoso possui maior capacidade de adsorção de umidade, podendo atingir até aproximadamente 20% em base seca, em contraste com o trevo persa, que foi capaz de adsorver apenas cerca de 10%. Essa diferença está relacionada com as características físicas dos dois materiais. As sementes de trevo vesiculoso

apresentam uma superfície mais rugosa (como pode ser constatado na Figura 5.1), ou seja, maior área superficial em contato com o exterior, em concordância com uma maior região de monocamada. Essas características facilitam a retenção de umidade e remetem à uma maior dificuldade na operação de secagem, em comparação com o trevo persa.

Ainda, foi possível notar a aproximação entre as isotermas de 40 °C e 45 °C para o trevo persa e entre as de 45 °C e 50 °C para o vesiculoso, apontando uma maior sensibilidade à mudança de temperatura para a última espécie. Em virtude da aproximação da isoterma de 45 °C à de 40 °C ou 50 °C para uma ou outra semente, optou-se por utilizar para as secagens em camada delgada e em leito fluidizado apenas as temperaturas de 40 e 50 °C.

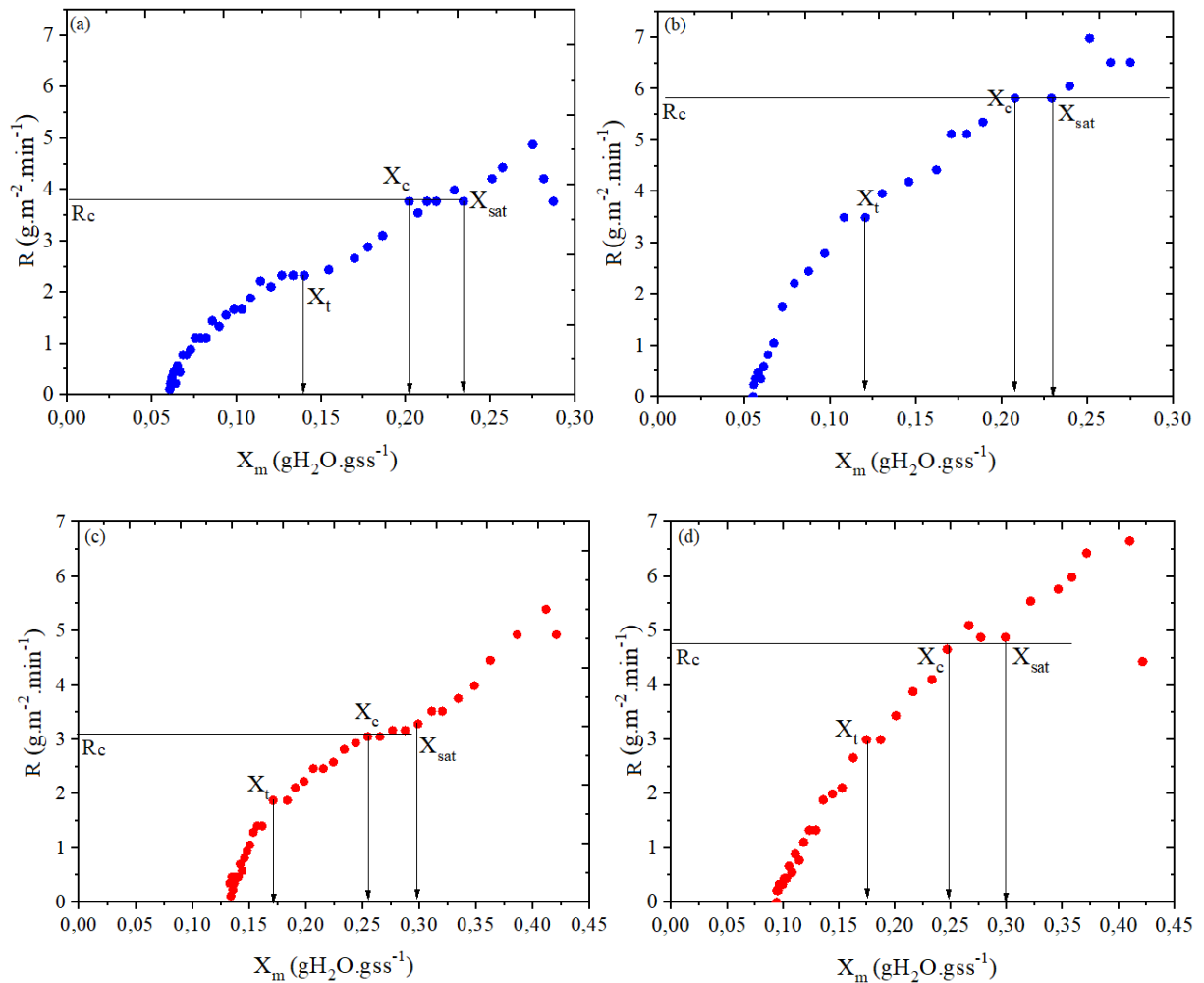
5.3. CINÉTICA DE SECAGEM

A cinética de secagem das sementes de trevo persa e trevo vesiculoso foi determinada através da realização de experimentos de secagem em camada delgada nas temperaturas de 40 °C e 50 °C, utilizando uma velocidade de ar de secagem de 2 m.s⁻¹. O conteúdo de umidade inicial das amostras de trevo persa e trevo vesiculoso, após umidificação, foi em média 28,11 ± 0,01% e 42,10 ± 0,01% em base seca, respectivamente. Essa diferença nos teores de umidade se deve, entre outros fatores, ao trevo vesiculoso apresentar maior capacidade de retenção de umidade, o que foi constatado pelas isotermas de adsorção.

Através dos dados experimentais foi possível plotar curvas de secagem ilustrando a taxa de secagem R em função da umidade do sólido X_m em base seca (Figura 5.3) e o adimensional de água livre X_R em função do tempo de secagem (Figura 5.4). A Figura 5.3 apresenta a taxa de secagem *versus* umidade média para as duas espécies de sementes.

Observa-se no perfil a existência dos períodos de taxa constante e taxa decrescente de secagem para as duas espécies de sementes. Primeiramente, os sólidos apresentaram excessivo conteúdo de umidade inicial, acima da sua umidade de saturação X_{sat} , de modo que no início da operação, após a adaptação da amostra à temperatura de secagem, ocorreu evaporação e arraste da água livre nas camadas acima da superfície do sólido. Após a diminuição do excesso de água, o processo de evaporação de umidade na superfície do sólido teve início, e com isso percebe-se a secagem à taxa constante, que se estendeu até o alcance da umidade crítica X_c . Nesse período, o material está envolto por uma película de água que é retirada e repostada simultaneamente pela migração desta do interior do sólido à superfície.

Figura 5.3: Taxa de secagem *versus* umidade média para: trevo persa (a) a 40 °C e (b) a 50 °C e trevo vesiculoso (c) a 40 °C e (d) a 50 °C



Os valores de umidade crítica obtidos para os trevos persa e vesiculoso foram aproximadamente 0,20 e 0,25 $\text{gH}_2\text{O.gss}^{-1}$, respectivamente, nas duas temperaturas analisadas. Após atingir a umidade crítica, teve início o período de secagem a taxa decrescente. O mesmo apresentou-se dividido em duas etapas: a primeira, de X_c até X_t (conteúdo de umidade de transição), representa o transporte de umidade por difusão líquida; e a segunda, de X_t até o final da secagem, correspondente ao processo de difusão gasosa.

Quanto à taxa de secagem, pode-se notar que a taxa constante R_c aumentou mais de 50% para as duas sementes com o acréscimo de temperatura, de 40 para 50 °C. O aumento da temperatura do ar acelerou a remoção de umidade das sementes. Assim, tanto a evaporação de água da superfície da semente quanto o transporte de umidade interna por difusão ocorreram mais rapidamente.

Além disso, observa-se que o trevo vesiculoso apresentou uma secagem mais lenta do que o trevo persa, com taxas de secagem mais baixas e consumindo mais tempo. Isso se deve

ao fato da semente de trevo vesiculoso possuir maior capacidade de retenção de umidade do que a de trevo persa, o que facilita a entrada de água durante a umidificação e contribui para que a remoção de umidade do interior do material se torne cada vez mais onerosa à medida que a operação avança. Esse comportamento comprova que a temperatura e as características do material são fatores que influenciam fortemente a cinética de secagem, juntamente com a velocidade do ar, conforme relatado por Uddin, Suppakul e Boonsupthip (2016).

A Tabela 5.4 apresenta um resumo dos dados experimentais, ilustrando a taxa de secagem e os parâmetros relacionados à umidade nos períodos mencionados acima e o teor de umidade final X_F , bem como os tempos crítico t_c , correspondente ao tempo no qual ocorre a transição entre os períodos de taxa constante e taxa decrescente de secagem, de transição t_t , onde ocorre a passagem do primeiro período de taxa decrescente para o segundo e o tempo total de secagem t_T .

Tabela 5.4: Parâmetros e tempos de secagem para os trevos persa e vesiculoso a 40 °C e 50 °C

Parâmetro*	Trevo persa		Trevo vesiculoso	
	Temperatura (°C)			
	40	50	40	50
X_{sat} (gH ₂ O g _{ss} ⁻¹)	0,23 ± 0,01	0,23 ± 0,01	0,30 ± 0,01	0,30 ± 0,01
X_c (gH ₂ O g _{ss} ⁻¹)	0,20 ± 0,01	0,21 ± 0,01	0,25 ± 0,01	0,25 ± 0,01
X_t (gH ₂ O g _{ss} ⁻¹)	0,14 ± 0,01	0,12 ± 0,01	0,17 ± 0,01	0,17 ± 0,01
X_F (gH ₂ O g _{ss} ⁻¹)	0,06 ± 0,01	0,06 ± 0,01	0,13 ± 0,01	0,09 ± 0,01
R_c (g.m ⁻² min ⁻¹)	3,77 ± 0,03	5,82 ± 0,03	3,11 ± 0,02	4,77 ± 0,08
t_c (min)	38 ± 0,01	15 ± 1,77	65 ± 3,54	38 ± 0,01
t_t (min)	75 ± 0,01	40 ± 1,77	115 ± 3,54	60 ± 0,01
t_T (min)	195 ± 3,54	105 ± 0,01	195 ± 0,01	155 ± 0,01

*média ± desvio padrão (N = 3)

R_c : taxa constante de secagem; t_c : tempo de secagem a taxa constante; t_t : tempo de transição; t_T : tempo total de secagem; X_c : teor de umidade crítico; X_F : teor de umidade final; X_{sat} : teor de umidade na saturação; X_t : teor de umidade de transição.

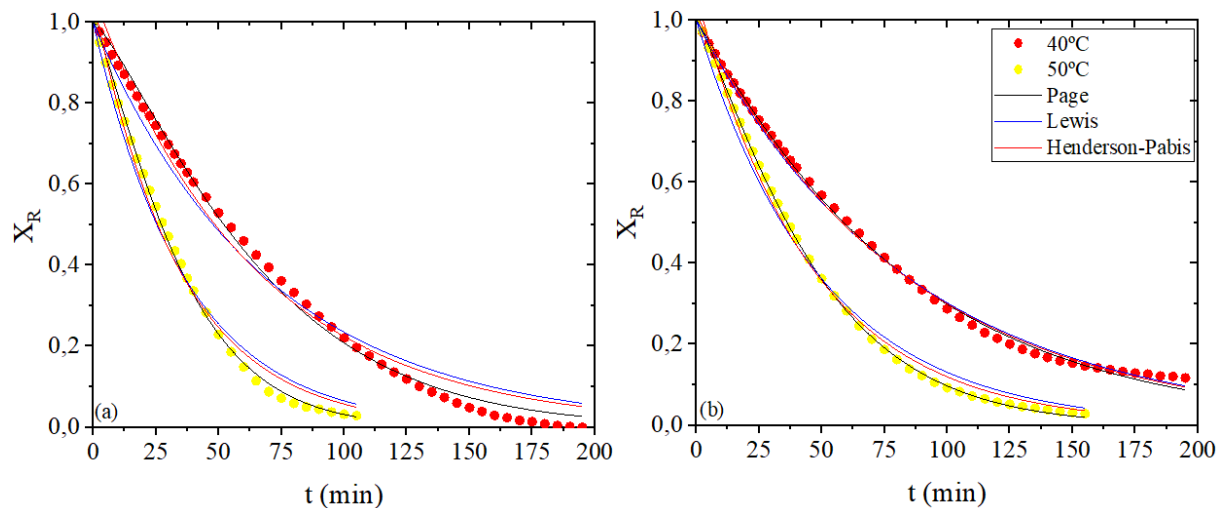
Com base na Tabela 5.4, pode se observar que, durante a secagem de trevo persa, a etapa de taxa constante correspondeu a menos de 20% do tempo total de secagem, ou seja, uma duração de 38 e 15 min nas temperaturas de 40 e 50 °C, respectivamente. Já para o trevo vesiculoso, o referido período representou 33% do tempo total de secagem a 40 °C e 24% a 50 °C, isto é, um espaço de tempo de 65 e 38 min nas temperaturas de 40 e 50 °C, respectivamente.

Desse modo, em todos os casos ocorreu predomínio do período de taxa decrescente. A preponderância do período de taxa decrescente ou a ausência total do período de taxa constante também foi constatada por outros autores para sementes de uva (ROBERTS; KIDD; ZAKOUR,

2008), de colza (DUC; HAN; KEUM, 2011), de mamão *Papaya* (MOCELIN et al. 2013) e de abóbora (UDDIN; SUPPAKUL; BOONSUPTHIP, 2016).

Com os dados experimentais de umidade em base seca X e os valores de X_e obtidos através do modelo de Peleg, foram plotadas curvas de adimensional de água livre X_R versus tempo de secagem para as duas espécies de sementes. Ajustes aos dados experimentais foram testados utilizando os modelos de Lewis, Page e Henderson-Pabis (Equações 3.9, 3.10 e 3.11, respectivamente). A Figura 5.4 representa o ajuste aos dados experimentais para a curva de adimensional de água livre em função do tempo de secagem para cada uma das espécies de sementes.

Figura 5.4: Ajustes do adimensional de água livre em função do tempo de secagem para: (a) trevo persa e (b) trevo vesiculoso



A Tabela 5.5 apresenta os três modelos testados, bem como seus parâmetros de secagem e os parâmetros estatísticos obtidos dos ajustes.

Tabela 5.5: Parâmetros de secagem e estatísticos para os modelos de Page, Lewis e Henderson-Pabis

Modelo		Page				Lewis			Henderson-Pabis			
		$X_R = \exp(-kt^n)$				$X_R = \exp(-kt)$			$X_R = a \exp(-kt)$			
Semente	T (°C)	k	n	R ²	RMSE	K	R ²	RMSE	k	a	R ²	RMSE
Trevo persa	40	0,005	1,254	0,996	0,020	0,014	0,981	0,046	0,016	1,067	0,987	0,039
	50	0,012	1,234	0,999	0,012	0,027	0,986	0,038	0,029	1,059	0,990	0,032
Trevo vesiculoso	40	0,010	1,050	0,999	0,011	0,012	0,998	0,014	0,012	1,015	0,998	0,013
	50	0,010	1,194	>0,999	0,004	0,020	0,991	0,031	0,022	1,062	0,995	0,023

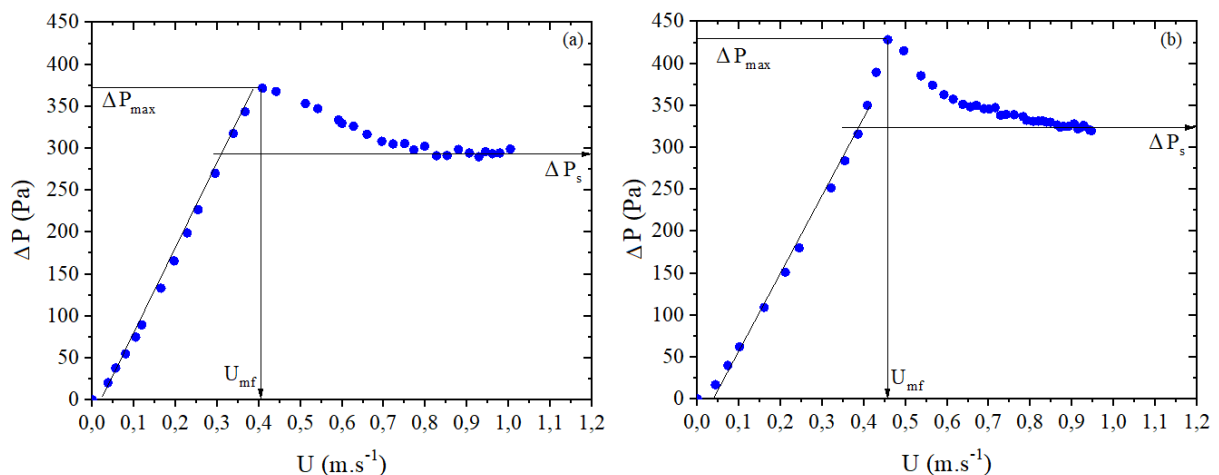
a , k e n : parâmetros de secagem; t : tempo de secagem; T : temperatura; R^2 : coeficiente de determinação; $RMSE$: raiz quadrada do erro médio; X_R : adimensional de água livre.

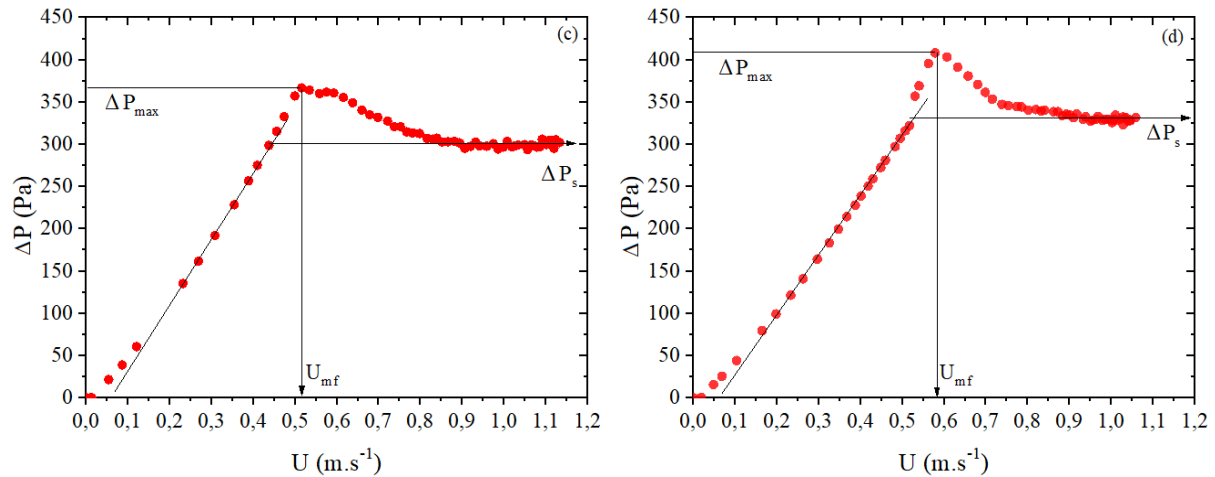
Os resultados mostraram que o modelo que melhor descreveu o processo de secagem para as duas espécies foi o de Page. O melhor ajuste aos dados experimentais foi comprovado através dos maiores valores de R^2 , que foram maiores ou iguais a 0,996. Isso foi reforçado também pelos menores valores obtidos de $RMSE$, entre 0,004 e 0,020, abrangendo todos os ensaios. O modelo de Page também se mostrou adequado à cinética de secagem de sementes de amaranto (ABALONE et al. 2006) e de colza (DUC; HAN; KEUM, 2011).

5.4. ESTUDO FLUIDODINÂMICO

A fim de estabelecer as melhores condições para a operação de secagem, o estudo fluidodinâmico foi realizado com as sementes de trevo persa e vesiculoso para obter as curvas de queda de pressão no leito *versus* velocidade do ar de fluidização para as razões $H_f:D_f$ 1:1 e 1,5:1. Devido a problemas na obtenção das medidas de queda de pressão para as curvas de “volta”, identificou-se a velocidade de mínima fluidização próxima ao pico de máxima queda de pressão no leito nas curvas de “ida”, conforme apontado pela literatura para partículas do grupo B de Geldart (KUNII; LEVENSPIEL, 1991). A Figura 5.5 apresenta as curvas fluidodinâmicas das duas espécies de sementes para as duas razões mencionadas.

Figura 5.5: Curvas fluidodinâmicas: trevo persa nas relações $H_f:D_f$ (a) 1:1 e (b) 1,5:1 e trevo vesiculoso nas relações $H_f:D_f$ (c) 1:1 e (d) 1,5:1





De acordo com a Figura 5.5, percebe-se que tanto as curvas do trevo persa quanto do vesiculoso apresentaram comportamento linear na etapa de leito fixo. Essa linearidade no estado de empacotamento pode ser observada em partículas do grupo B de Geldart, cujo número de Arquimedes é próximo ao do grupo A de Geldart (KUNII; LEVENSPIEL, 1991; SHAUL; RABINOVICH; KALMAN, 2014). Além disso, após o alcance da fluidização plena, a queda de pressão no leito mostrou-se aproximadamente constante, em conformidade com a literatura para partículas do mesmo grupo (KUNII; LEVENSPIEL, 1991; SHAUL; RABINOVICH; KALMAN, 2014).

Com efeito, foi possível determinar a velocidade de fluidização mínima U_{mf} , a máxima queda de pressão no leito $\Delta P_{máx}$ e a queda de pressão de fluidização estável ΔP_s para os trevos persa e vesiculoso nas condições propostas. Esses parâmetros fluidodinâmicos, juntamente com os resultados obtidos pelo método de Puncochar para a velocidade de fluidização mínima e o erro relativo, estão dispostos na Tabela 5.6. As curvas utilizadas para determinação da velocidade mínima de fluidização pelo método de Puncochar encontram-se no Apêndice 4.

Tabela 5.6: Parâmetros fluidodinâmicos para os trevos persa e vesiculoso

Semente	Razão $H_f:D_f$	$\Delta P_{máx}^*$ (Pa)	ΔP_s^* (Pa)	$U_{mf} (curva)^*$ (m s ⁻¹)	$U_{mf} (Puncochar)^*$ (m s ⁻¹)	ER (%)
Trevo persa	1:1	371,70 ± 6,74	296,95 ± 7,04	0,41 ± 0,01	0,43 ± 0,01	4,88
	1,5:1	428,37 ± 17,37	321,96 ± 3,99	0,46 ± 0,03	0,49 ± 0,01	6,52
Trevo vesiculoso	1:1	366,88 ± 0,25	296,32 ± 3,16	0,51 ± 0,05	0,57 ± 0,01	11,76
	1,5:1	408,17 ± 4,83	331,20 ± 3,83	0,58 ± 0,01	0,60 ± 0,03	3,45

*média ± desvio padrão (N = 3)

D_f : diâmetro do leito; H_f : altura do leito; RE: erro relativo; U_{mf} : velocidade de mínima fluidização; $\Delta P_{máx}$: máxima queda de pressão no leito; ΔP_s : queda de pressão de fluidização estável.

Conforme a Tabela 5.6, os valores para U_{mf} obtidos pelos dois métodos foram bastante próximos, com exceção do resultado para as sementes de trevo vesiculoso com razão $H_l:D_l$ 1:1, com erro relativo de 11,76%. Desse modo, optou-se por utilizar como base os resultados de U_{mf} obtidos pela curva fluidodinâmica.

Verificou-se que o trevo persa apresenta menor velocidade de mínima fluidização do que o trevo vesiculoso, resultado esperado em virtude de o trevo persa possuir menor diâmetro de partícula (0,81 mm), o que demanda velocidades de ar mais baixas para a fluidização, já que não há diferença entre a esfericidade dos sólidos e sua densidade é semelhante. Essa observação está em concordância com Xiang et al. (2018), que avaliaram o efeito do tamanho de partículas, também do grupo B, sobre a fluidização.

Quanto aos demais parâmetros, não se observou uma diferença pronunciada, entre as duas espécies de sementes, que poderia interferir na fluidização, em razão da sua semelhança no que diz respeito às características físicas. Observou-se ainda, durante o ensaio fluidodinâmico, que acima da velocidade de mínima fluidização, houve o surgimento de bolhas de gás com movimentação heterogênea de partículas no interior do leito, sem o aparecimento de zonas mortas, características do regime de fluidização borbulhante, bastante comum para a operação de secagem em leito fluidizado (KUNII; LEVENSPIEL, 1991; MUJUMDAR, 2014).

5.4.1. Definição da velocidade de fluidização para secagem em leito fluidizado

Segundo Mujumdar (2014), leitos fluidizados gás-sólido devem ser operados a uma velocidade de 2 a 4 vezes a velocidade de fluidização mínima. Além disso, leitos com partículas úmidas requerem maiores velocidades do que com partículas secas devido às pontes líquidas entre os sólidos.

Assim, com o objetivo de definir a melhor velocidade de fluidização, de modo a evitar a aglomeração de sólidos no interior do equipamento e a existência de zonas mortas no início da secagem, foram realizados testes preliminares com diferentes velocidades. Ainda, a fim de prevenir o transporte excessivo de sólidos durante os experimentos, calculou-se a velocidade terminal das partículas e sua relação com a velocidade de fluidização mínima. Os valores obtidos estão apresentados na Tabela 5.7.

Após a determinação da velocidade terminal dos sólidos e a análise visual do comportamento da fluidização com as sementes inicialmente úmidas, optou-se por utilizar uma velocidade de aproximadamente 2,7 vezes a velocidade de mínima fluidização para a operação

de secagem de trevo persa e trevo vesiculoso em leito fluidizado. E, deste modo, garantir o regime borbulhante do início ao fim dos experimentos.

Tabela 5.7: Velocidades terminais e sua relação com a velocidade de fluidização mínima

Semente	Trevo persa		Trevo vesiculoso	
	Temperatura (°C)			
Parâmetro	40	50	40	50
U_t (m.s ⁻¹)	4,18	4,22	5,33	5,40
$U_t/U_{mf}(H_l:D_l\ 1:1)$	10,18	10,29	10,45	10,58
$U_t/U_{mf}(H_l:D_l\ 1,5:1)$	9,08	9,18	9,19	9,30

D_l : diâmetro do leito; H_l : altura do leito; U_{mf} : velocidade de mínima fluidização; U_t : velocidade terminal.

5.5. ANÁLISE DOS DADOS DE SECAGEM EM LEITO FLUIDIZADO

Os experimentos de secagem em leito fluidizado foram realizados para as duas espécies de sementes, nas temperaturas de 40 °C e 50 °C para a relação $H_l:D_l$ 1:1 e a 50 °C para a relação $H_l:D_l$ 1,5:1. Conforme descrito no capítulo 4, a análise dos dados experimentais captados pelo *software LabVIEW* foi dividida em duas partes: direta e indireta.

5.5.1. Análise direta

A análise direta consistiu em analisar, através de gráficos, as medidas de temperatura e queda de pressão no interior do leito fluidizado ao longo da operação de secagem e relacionar com o teor de umidade dos sólidos, a fim de identificar diferentes padrões de comportamento dessas variáveis entre os períodos de secagem.

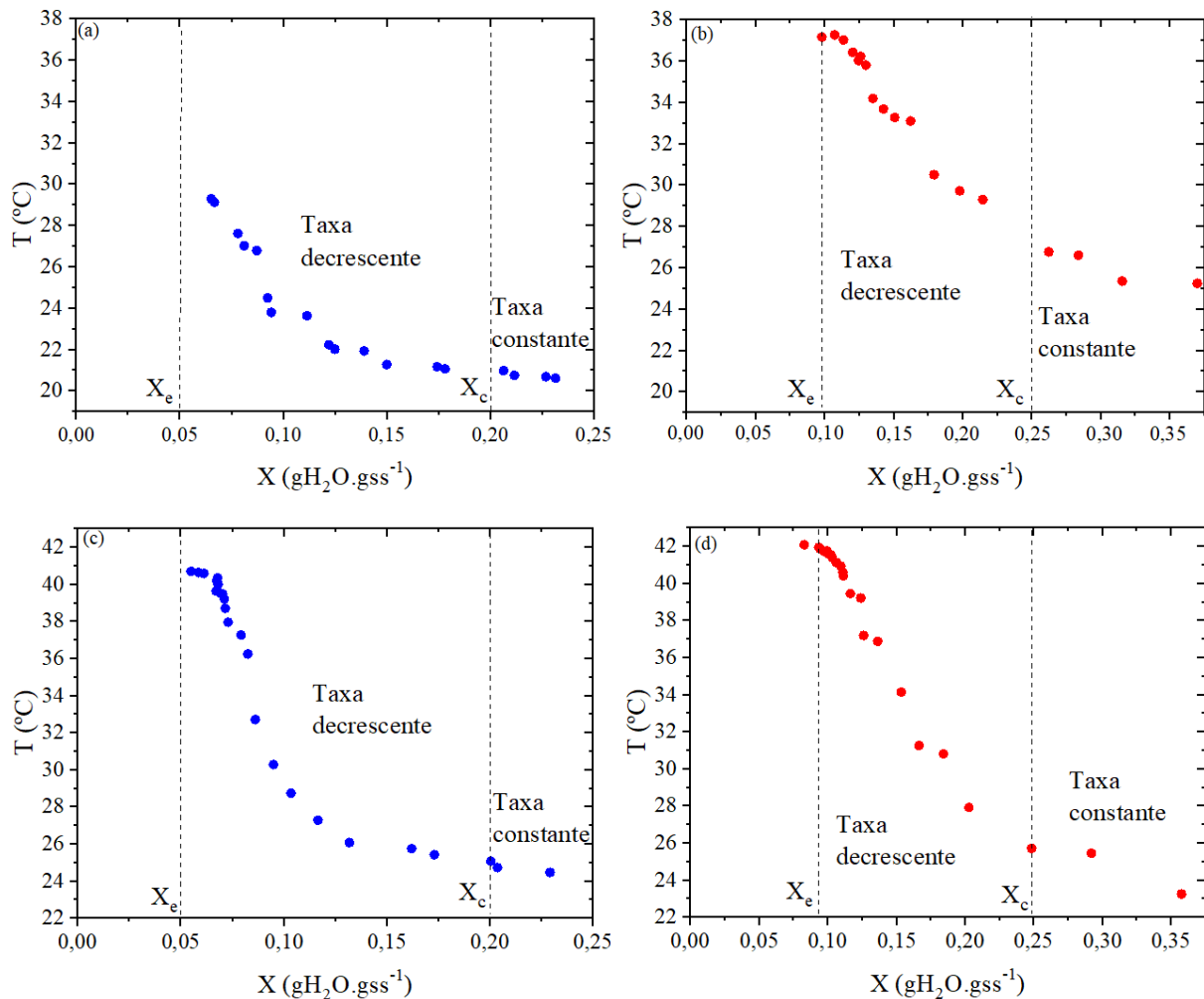
5.5.1.1. Medidas de temperatura

A Figura 5.6 exibe o comportamento da temperatura da mistura sólidos-ar no interior do equipamento em função do conteúdo de umidade do sólido (base seca) durante a secagem das sementes de trevo persa e trevo vesiculoso a 40 °C e 50 °C, para a relação $H_l:D_l$ 1:1.

Pode-se observar na Figura 5.6 que, de modo geral, o comportamento da temperatura em relação ao conteúdo de umidade dos sólidos foi semelhante para as duas espécies de sementes. Nota-se, ainda, que no período de secagem à taxa constante, a temperatura manteve-

se aproximadamente constante; e, após atingir o teor de umidade crítico, quando o sólido começa a perder umidade no período de taxa decrescente, a temperatura passou a subir.

Figura 5.6: Perfil de temperatura da mistura sólidos-ar *versus* teor de umidade (base seca) utilizando a relação $H_I:D_I$ 1:1 durante secagem: a 40 °C (a) trevo persa e (b) trevo vesiculoso; e a 50 °C (c) trevo persa e (d) trevo vesiculoso



De acordo com a Figura 5.6 (b) e (d), percebe-se que, para o trevo vesiculoso, ocorreu uma mudança bastante brusca no perfil de temperatura logo após o alcance da umidade crítica ($0,25 \text{ gH}_2\text{O gss}^{-1}$, aproximadamente). Já para o trevo persa, nota-se na Figura 5.6 (a) e (c) que também houve aumento da temperatura no período de taxa decrescente, porém a transição não foi tão acentuada após atingir a umidade crítica (cerca de $0,20 \text{ gH}_2\text{O gss}^{-1}$). Em ambos os casos, essa mudança no comportamento da temperatura está relacionada com o término do período de secagem à taxa constante.

Durante o período de taxa constante, as partículas apresentam-se úmidas em sua superfície e a taxa de evaporação na mistura constituída por sólidos e ar, onde se encontra

inserido o termopar, é elevada e constante. Dessa forma, o termopar capta uma temperatura mais baixa do que a que seria percebida sem evaporação, à semelhança de uma temperatura de bulbo úmido. Assim, a temperatura permanece aproximadamente constante enquanto a película de umidade que envolve os sólidos for mantida pela reposição de água proveniente do interior dos mesmos (BRIENS; BOJARRA, 2010).

A partir da umidade crítica, quando se inicia o período de taxa decrescente, a presença de água livre em evaporação na superfície das sementes passa a ser cada vez menor. Desse modo, a intensidade de evaporação de água vai diminuindo gradativamente, ocasionando um aumento da temperatura medida pelo termopar. Isso foi bem evidente e ocorreu quase que de imediato para as sementes de trevo vesiculoso.

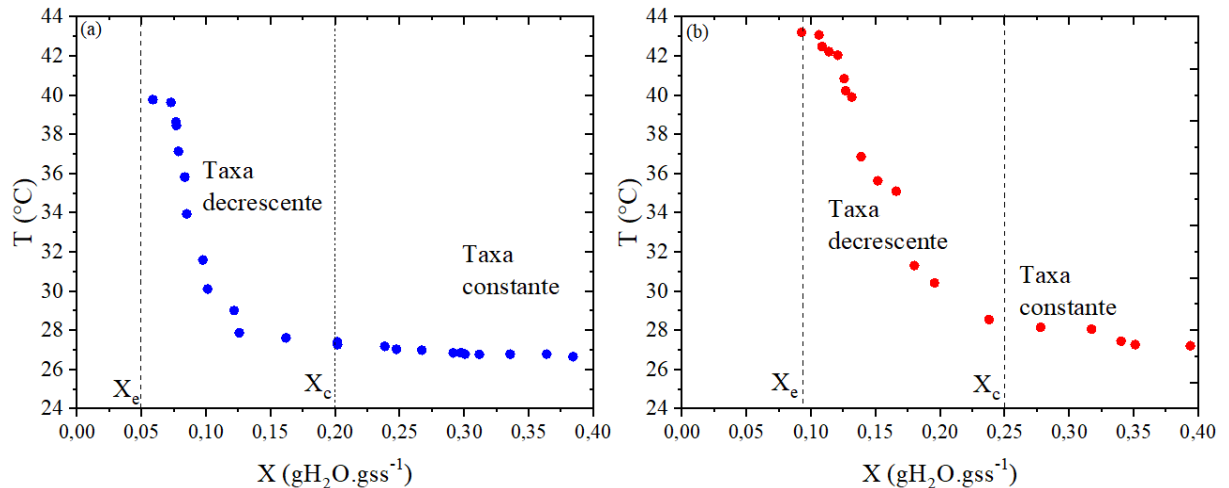
Em contrapartida, para o trevo persa, o aumento gradual da temperatura após o alcance da umidade crítica pode ser justificado em virtude da sua menor capacidade de retenção de umidade, comprovada pelas isotermas de adsorção. Nesse caso, mesmo com o início do período de taxa decrescente de secagem, ainda existe rápida migração de água do interior do sólido para a superfície, que diminui progressivamente em conjunto com a taxa de evaporação e, consequentemente, ocasiona um aumento gradativo da temperatura.

No período de taxa decrescente, o mecanismo que rege o processo de secagem é a difusão, logo, a taxa de secagem é cada vez menor. Desse modo, a difusão lenta de umidade nos capilares internos do material provoca aumento da transferência de calor no interior da massa sólida, justificando o aumento da temperatura à medida que a secagem avança (LIPSANEN et al. 2008). Esse comportamento da temperatura, aproximadamente constante durante o período de taxa constante e de acréscimo no período de taxa decrescente, também foi observado durante a secagem de sementes de coentro em leito fluidizado à pressão reduzida e empregando vapor superaquecido (KOZANOGLU et al. 2016).

Observa-se ainda, na Figura 5.6 (b), (c) e (d), ao final da secagem, uma tendência da temperatura da mistura partículas-ar em estabilizar-se à medida que o teor de umidade das sementes aproximou-se da umidade de equilíbrio, 0,05 e 0,09 $\text{g}_{\text{H}_2\text{O}} \text{g}_{\text{ss}}^{-1}$ para os trevos persa e vesiculoso, respectivamente. Essa tendência está em conformidade com a literatura, pois a observação de um perfil de temperatura constante, após seu acréscimo, é aplicável para determinar o ponto final de secagem quando não há variação na umidade do ar de entrada no secador (BRIENS; BOJARRA, 2010; LIPSANEN et al. 2008). Além disso, verifica-se que conforme a umidade das sementes no interior do leito diminui, a temperatura tende a se aproximar cada vez mais da temperatura do ar de entrada (BARROZO; MUJUMDAR; FREIRE, 2014; BRIENS; BOJARRA, 2010; ROY; KHANNA; SUBBARAO, 2013).

Para a relação $H_l:D_l$ 1,5:1, os gráficos de temperatura *versus* teor de umidade (base seca) na temperatura de 50 °C estão apresentados na Figura 5.7.

Figura 5.7: Perfil de temperatura da mistura sólidos-ar *versus* teor de umidade (base seca) a 50 °C utilizando a relação $H_l:D_l$ 1,5:1: (a) trevo persa e (b) trevo vesiculoso



Com base na Figura 5.7, pode-se notar um comportamento do perfil de temperatura em relação à umidade dos sólidos semelhante ao observado para a menor carga de sementes, na relação $H_l:D_l$ 1:1. Com efeito, embora a umidade inicial das amostras de sementes fosse diferente dos casos anteriores, houve confirmação do comportamento das medidas de temperatura tanto para o trevo persa quanto para o vesiculoso. Esse fato comprova que, para uma velocidade de fluidização adequada à operação, tanto o teor de umidade inicial da amostra quanto a altura do leito de partículas não interferem no perfil de temperatura dentro do equipamento.

Visto que a uniformidade do perfil de temperatura sugere melhor qualidade da mistura interna de partículas no interior do leito fluidizado (SHABANIAN; SAURIOL; CHAOUKI, 2017), quaisquer alterações apresentadas no perfil dessa variável podem estar relacionadas à fluidodinâmica do leito. Isso significa que a mudança do perfil de temperatura entre os períodos de taxa constante e taxa decrescente de secagem está associada a diferentes características fluidodinâmicas em cada uma das etapas de secagem.

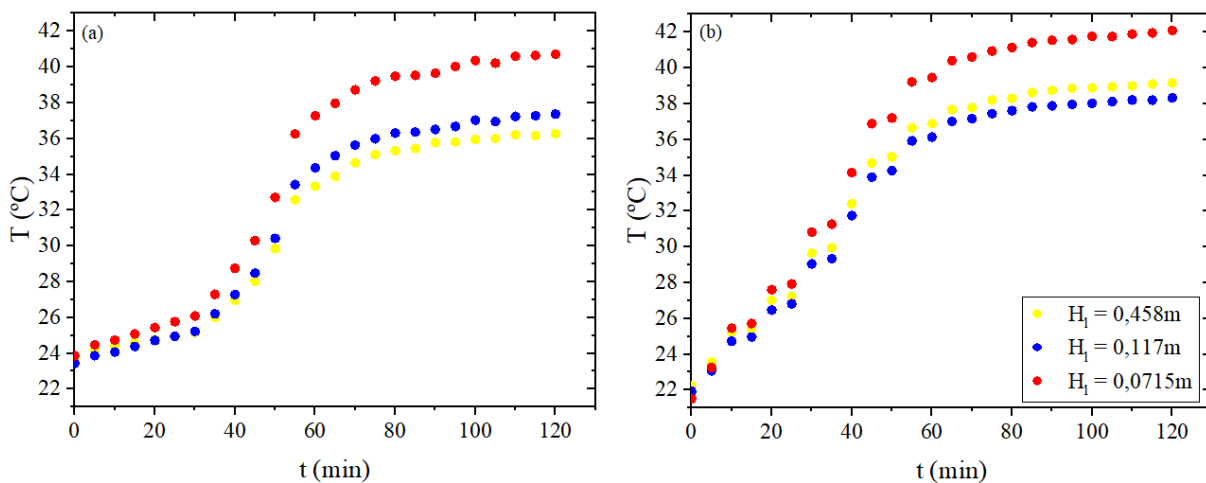
No período de taxa constante, as sementes apresentam-se mais úmidas e, assim, menor é a qualidade da fluidização, pois há maior ocorrência de pontes líquidas e maiores são as chances de aglomeração entre partículas. Já no período de taxa decrescente, ocorre uma melhora na qualidade da mistura de partículas no interior do equipamento, em virtude de que não existe mais a reposição da camada de água acima da superfície dos sólidos.

Werther (1999) e Shabanian et al. (2017) afirmaram que as medidas de temperatura necessitam de um conhecimento profundo do processo como um todo para serem interpretadas corretamente. Efetivamente, os termopares fornecem medidas locais de temperatura da massa de partículas no interior do leito fluidizado, e podem sofrer interferências dependendo das condições de fluidização (BRIENS; BOJARRA, 2010).

Além disso, o fato de que, para as determinações de umidade das sementes ao longo da operação, foram retiradas amostras bastante heterogêneas (parte superior, meio e inferior do leito), a mudança no perfil de temperatura da mistura sólidos-ar *versus* umidade deve ser vista de maneira global e não pontual. Isso significa que, nessas curvas, a umidade crítica deve ser interpretada como uma região na curva e não um valor fixo e absoluto.

Durante os experimentos, três termopares foram utilizados para medir os dados de temperatura ao longo da coluna de leito fluidizado. A Figura 5.8 apresenta essas medidas em função do tempo nas três alturas da coluna, que correspondem às posições 0,0715, 0,117 e 0,458 m acima da placa distribuidora, para os trevos persa e vesiculoso a 50 °C e relação $H_I:D_I$ 1:1.

Figura 5.8: Perfis de temperatura da mistura sólidos-ar *versus* tempo de secagem a 50 °C, utilizando a relação $H_I:D_I$ 1:1 em três alturas de coluna: (a) trevo persa e (b) trevo vesiculoso

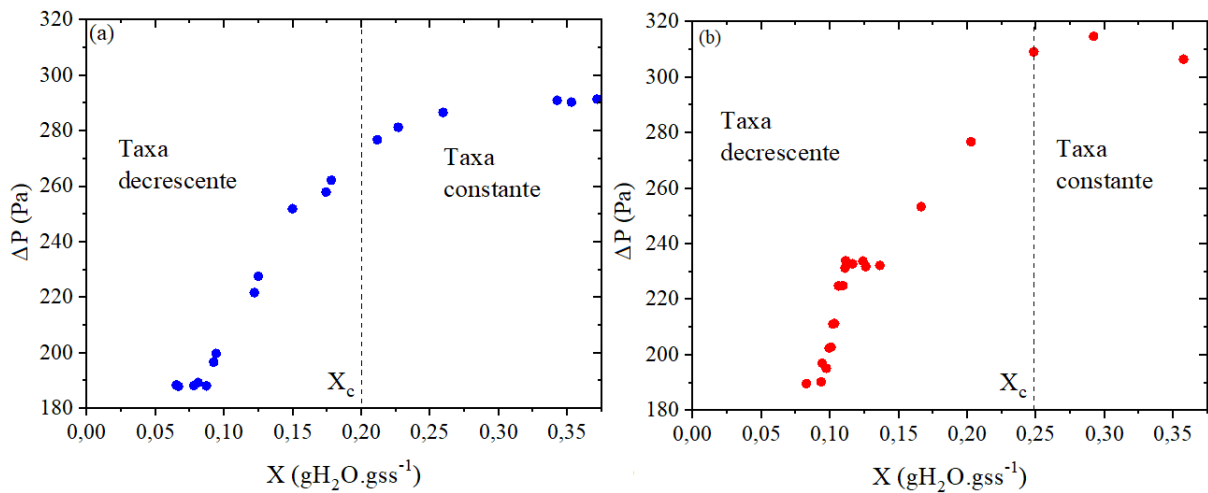


Conforme a Figura 5.8, pode-se notar perfis de temperatura semelhantes em diferentes posições acima da placa distribuidora tanto durante a secagem de trevo persa quanto de trevo vesiculoso. Esse comportamento remete à uma boa qualidade da mistura de sólidos no interior do equipamento durante todo o processo de secagem. Outras curvas de temperatura em função do tempo para a relação $H_I:D_I$ 1,5:1 mostraram comportamento análogo, e estão apresentadas no Apêndice 5.

5.5.1.2. Medidas de pressão

A Figura 5.9 mostra a curva de queda de pressão (ΔP) no interior da coluna de leito fluidizado em função do teor de umidade (base seca) durante a secagem das sementes de trevo persa a 40 °C e de trevo vesiculoso a 50 °C, para a relação $H_I:D_I$ 1:1.

Figura 5.9: Queda de pressão *versus* teor de umidade (base seca) utilizando a relação $H_I:D_I$ 1:1: (a) trevo persa a 40 °C e (b) trevo vesiculoso a 50 °C



Percebe-se na Figura 5.9 que, em ambos os casos, durante o período de taxa constante de secagem, a queda de pressão se mantém estável e em um patamar mais elevado (280 a 300 Pa para o trevo persa e 300 a 320 Pa para o trevo vesiculoso); e, quando a umidade crítica é ultrapassada, ela passa a diminuir de forma exponencial.

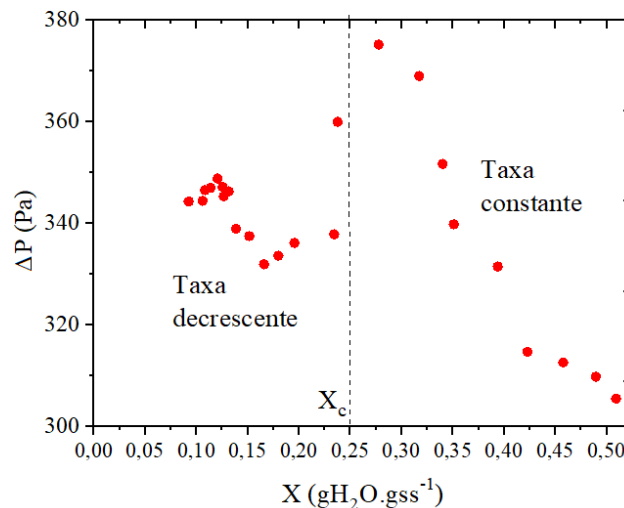
Verificou-se que, durante a realização dos experimentos de secagem, no início do processo, quando o conteúdo de umidade das sementes era elevado, a qualidade da fluidização era afetada pela coesão entre as partículas, com formação de aglomerados. Isso dificultava a passagem ascendente do ar, resultando em bolhas de ar de grande tamanho. O fato de as partículas apresentarem muita umidade em sua superfície implicou na formação de aglomerados e, conseqüentemente, em um leito mais “empacotado”. Assim, a queda de pressão era maior.

À medida que a secagem transcorreu, os sólidos foram perdendo umidade. Logo, com a presença cada vez menor de água na sua superfície, as forças de coesão entre as sementes foram reduzindo. Os aglomerados de partículas se desfizeram e a qualidade da fluidização borbulhante se acentuou, com uma expansão cada vez maior do leito. Observou-se a formação gradativa de menores bolhas e a passagem do ar tornou-se mais fácil.

Por consequência, houve uma redução na queda de pressão ao longo da operação, como apresentado na Figura 5.9. Essa melhora na fluidização ao decorrer do processo também foi observada por Wormsbecker et al. (2009), ao secar grânulos farmacêuticos em leitos fluidizados de duas geometrias diferentes, e utilizar análises de flutuações de pressão para comparar sua hidrodinâmica. Outras curvas de queda de pressão em função do teor de umidade com relação $H_l:D_l$ 1:1 indicaram semelhante comportamento, e estão apresentadas no Apêndice 6.

A Figura 5.10 apresenta a curva de queda de pressão ΔP no interior do leito fluidizado em função do teor de umidade (base seca) durante a secagem das sementes de trevo vesiculoso a 50 °C, para a relação $H_l:D_l$ 1,5:1.

Figura 5.10: Queda de pressão *versus* umidade (base seca) para o trevo vesiculoso a 50 °C utilizando a relação $H_l:D_l$ 1,5:1



Conforme a Figura 5.10, verifica-se que as medidas de queda de pressão no interior do leito fluidizado para a relação $H_l:D_l$ 1,5:1 comportaram-se de maneira diferente do observado para a relação $H_l:D_l$ 1:1 (Figura 5.9). Observou-se um pico de queda de pressão pouco antes do teor de umidade crítico e depois seu decréscimo. Briens e Bojarra (2010) observaram um perfil semelhante após a perda da camada superficial de umidade durante a secagem de grânulos farmacêuticos em leito fluidizado a uma velocidade de fluidização de 1,6 m.s^{-1} .

Durante os experimentos, ao se manter a proporção de 2,7 vezes a velocidade de mínima fluidização para a relação $H_l:D_l$ 1,5:1, à medida que as sementes foram secando, observou-se além do arraste crescente de partículas para fora do equipamento, uma mudança no regime fluidodinâmico, que passou do regime de fluidização borbulhante para o regime *slugging*.

Assim, verificou-se a oscilação da superfície do leito para cima e para baixo e a formação de bolhas com diâmetro próximo ao da coluna. Essas violentas oscilações do leito,

consequência do regime *slugging*, resultaram no aumento da queda de pressão no LF durante o período de secagem a taxa constante e posteriormente no seu decréscimo com o decorrer da operação, ao contrário do que foi observado na situação anterior, com $H_L:D_L$ 1:1, onde houve a ocorrência de maiores bolhas somente no início da secagem.

Consequentemente, não foi possível identificar um perfil característico das medidas de queda de pressão que pudesse ser correlacionado com os períodos de taxa constante e decrescente de secagem na maior relação $H_L:D_L$. Xiang et al. (2018) também observaram a mesma mudança de regime fluidodinâmico como resultado do aumento da velocidade do gás. Eles estudaram as flutuações de pressão em leito fluidizado borbulhante empregando partículas do grupo B, porém com esfericidade 0,42 e altura de leito fixo na faixa de 13 a 23 cm.

Visto que o comportamento das medidas de queda de pressão apresentou diferença entre as duas relações $H_L:D_L$ estudadas, e que não foi possível obter um padrão no perfil das mesmas para a relação $H_L:D_L$ 1,5:1, a análise indireta dos dados foi aplicada somente para os experimentos realizados utilizando $H_L:D_L$ 1:1. Por esse mesmo motivo, os experimentos de secagem a 40 °C utilizando a relação $H_L:D_L$ 1,5:1 não foram realizados.

5.5.2. Análise indireta

A análise indireta consistiu em tratar as séries temporais de pressão nos domínios do tempo e da frequência. No domínio do tempo, as medidas de desvio padrão das flutuações de pressão calculadas pelo *software LabVIEW* foram analisadas graficamente. Já no domínio da frequência, as flutuações de pressão foram tratadas por Transformada Rápida de Fourier para geração dos espectros de potência. Posteriormente, os dados obtidos foram então analisados com o intuito de identificar diferentes padrões de comportamento entre os períodos de taxa constante e decrescente de secagem durante a operação em leito fluidizado.

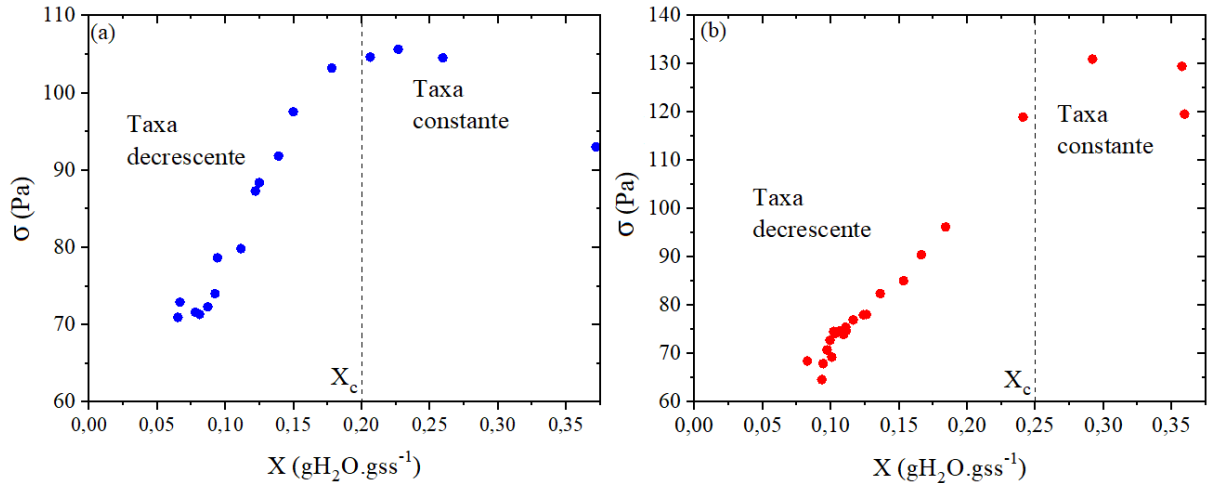
5.5.2.1. Desvio padrão

A Figura 5.11 mostra os dados referentes à amplitude das flutuações de pressão (desvio padrão) em função do teor de umidade durante a secagem dos trevos persa a 40 °C e vesiculoso a 50 °C para a relação $H_L:D_L$ 1:1.

Com base na Figura 5.11, percebe-se que o desvio padrão das medidas de queda de pressão também apresentou um declínio quando X_c foi alcançada, em conformidade com o ocorrido com a própria queda de pressão. Desse modo, à medida que o teor de umidade das

sementes decresceu, as bolhas de ar no interior do leito, e que provocam a variação da pressão, diminuíram. Outras curvas de desvio padrão em função do teor de umidade para a relação $H_l:D_l$ 1:1 mostraram perfil similar, e estão apresentadas no Apêndice 6.

Figura 5.11: Desvio padrão da queda de pressão *versus* umidade (base seca) utilizando a relação $H_l:D_l$ 1:1: (a) trevo persa a 40 °C e (b) trevo vesiculoso a 50 °C



A justificativa para esse comportamento foi discutida detalhadamente no item 5.5.1.2. No início da secagem, os sólidos úmidos apresentavam-se aglomerados e, mesmo com o regime de fluidização borbulhante, a passagem de ar mostrou-se mais dificultada em virtude da formação de pontes líquidas entre as partículas. Assim, formaram-se bolhas maiores, devido à dificuldade na passagem do ar de fluidização através dos conjuntos de aglomerados. Essas grandes bolhas em movimento ascendente, por sua vez, deslocavam grande massa úmida de sólidos.

Ao longo do processo, houve gradativa diminuição do tamanho das bolhas de ar, como consequência do enfraquecimento da coesão entre as sementes, em virtude do menor conteúdo de umidade superficial, principalmente após o término do período de taxa constante e consequente alcance do teor de umidade crítico. À medida que os sólidos foram perdendo umidade, tornou-se mais fácil o escoamento do ar de fluidização no interior do leito, o que alterou de forma sensível sua fluidodinâmica e se refletiu nas medidas de desvio padrão.

De Martín, Van der Dries e Van Ommen (2011) destacaram que o desvio padrão pode ser correlacionado com o teor de umidade das partículas, e Xiang et al. (2017) salientaram que bolhas maiores produzem maiores desvios, pois causam maiores oscilações no interior do leito fluidizado. Shabanian et al. (2017) observaram um decréscimo no desvio padrão com o aumento

da temperatura durante a operação de combustão em leito fluidizado. Os autores associaram essa queda com a diminuição do tamanho das bolhas.

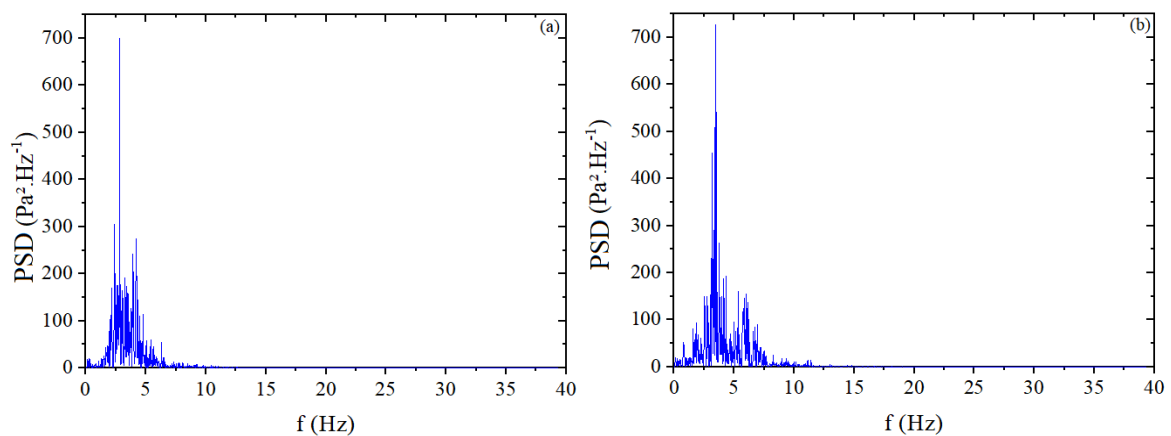
Wormsbecker et al. (2009) afirmaram que o desvio padrão está relacionado à quantidade de partículas que as bolhas conseguem deslocar ao longo do equipamento, e obtiveram perfis parecidos utilizando secadores de leito fluidizado também com geometria cilíndrica. Apesar disso, detectaram pontos de defluidização durante os experimentos e verificaram um pequeno acréscimo nas medidas imediatamente após atingir a umidade crítica; posteriormente, perceberam um declínio no desvio padrão até o final da secagem.

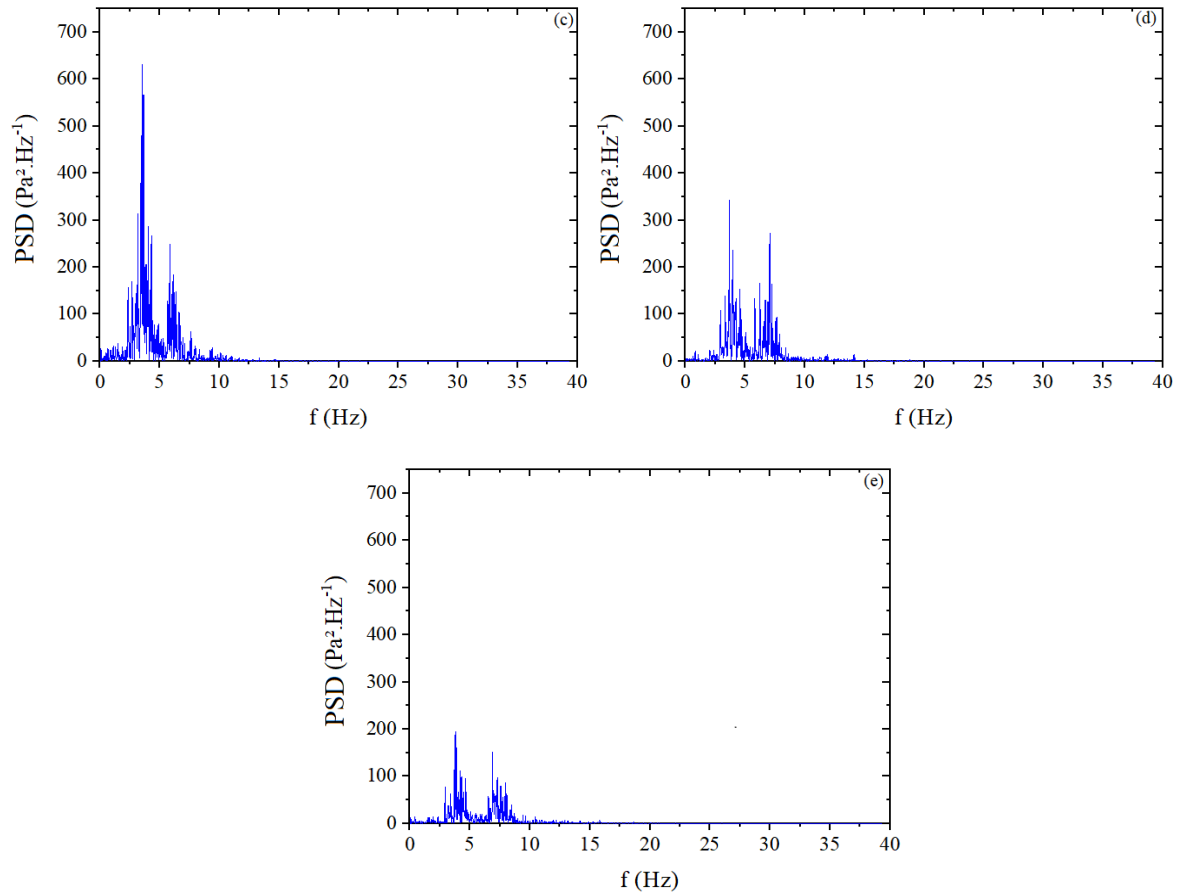
Portanto, a formação de menores bolhas após o alcance da umidade crítica e uma melhor qualidade na fluidização, com a diminuição do teor de umidade das sementes, refletiram no decréscimo do desvio padrão até o término da operação, conforme esperado. Além disso, as sementes de trevo vesiculoso apresentaram amplitudes um pouco maiores do que as de trevo persa, em concordância com os resultados obtidos por Xiang et al. (2018). Eles verificaram que partículas com maiores diâmetros formam bolhas de ar maiores e, conseqüentemente, maiores valores de desvio padrão.

5.5.2.2. Densidade espectral de potência (PSD)

As Figuras 5.12 e 5.13 apresentam os espectros de potência obtidos através do *software LabVIEW* para os trevos persa e vesiculoso, em diferentes momentos, durante a secagem nas temperaturas de 40 °C e 50 °C, respectivamente.

Figura 5.12: Espectros de potência referentes a secagem de trevo persa a 40 °C utilizando a relação $H_t:D_t$ 1:1 em diferentes períodos de secagem: (a) 5, (b) 30, (c) 45, (d) 80 e (e) 110 min





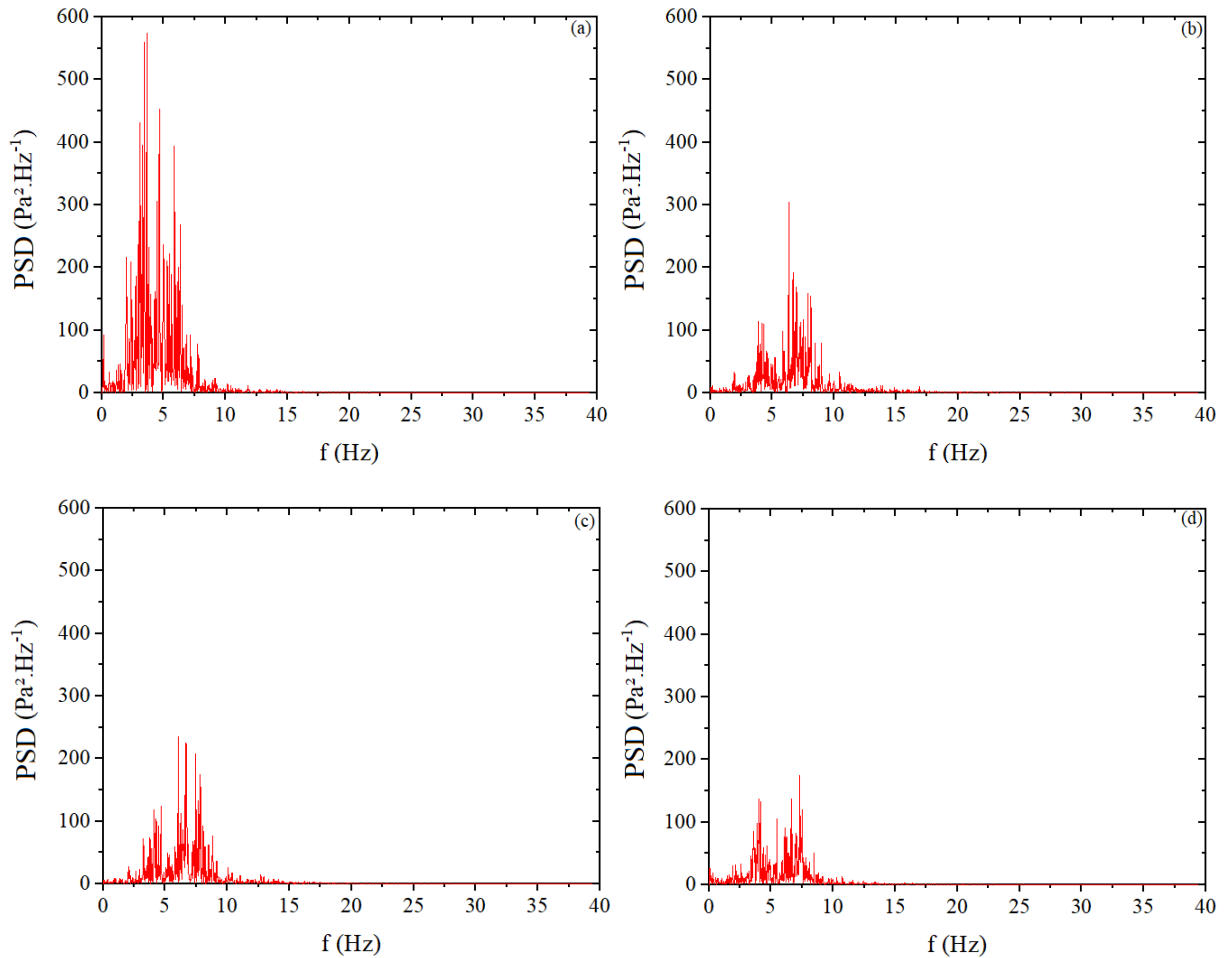
Percebe-se na Figura 5.12 (a) que, no início da secagem, o espectro apresentou uma frequência dominante próxima de 3 Hz e alta amplitude (aproximadamente $700 \text{ Pa}^2.\text{Hz}^{-1}$). Nesse período, a umidade da amostra era de aproximadamente 37,17% (b.s.).

Com o decorrer da operação, à medida que o teor de umidade diminuiu, houve alargamento dos espectros e decréscimo da amplitude em mais de 3 vezes o seu valor inicial, chegando a atingir aproximadamente $200 \text{ Pa}^2.\text{Hz}^{-1}$ ao final da secagem (teor de umidade em torno de 7,79%, b.s.), Figura 5.13 (e). Além disso, observou-se um pequeno deslocamento na frequência dominante, tornando-se mais próxima de 4 Hz (Figura 5.12 (b), (c), (d) e (e)) e o aparecimento de um segundo pico bem definido (próximo a 7 Hz) no decorrer da operação, que se estendeu até o final da secagem, Figura 5.12 (c).

Analogamente ao que ocorreu com o trevo persa, com base na Figura 5.13 (a), nota-se que ao início da operação o espectro apresenta-se mais estreito e com maior amplitude (aproximadamente $600 \text{ Pa}^2.\text{Hz}^{-1}$), com uma frequência dominante próxima de 3,6 Hz. Posteriormente, observou-se o alargamento dos espectros, com um leve deslocamento na frequência dominante e a diminuição gradual da amplitude, que também atingiu menos do que a terça parte do seu valor inicial, próximo a $200 \text{ Pa}^2.\text{Hz}^{-1}$ em 80 min de secagem, Figura 5.13 (d). Em 30 min de secagem (Figura 5.13 (b)), nota-se a presença de dois picos bem definidos,

que permanecem até o final da secagem, Figura 5.13 ((c) e (d)). Outras curvas de PSD em função da frequência para a relação $H_l:D_l$ 1:1 mostraram comportamento semelhante e estão apresentadas no Apêndice 7.

Figura 5.13: Espectros de potência referentes a secagem de trevo vesiculoso a 50 °C utilizando a relação $H_l:D_l$ 1:1 em diferentes períodos de secagem: (a) 5, (b) 30, (c) 40 e (d) 80 min



De acordo com as Figuras 5.12 e 5.13, verifica-se que, tanto para o trevo persa quanto para o vesiculoso, foram obtidos espectros largos, com componentes de frequência em torno de 10 Hz. Esse comportamento, típico de leitos fluidizados em regime borbulhante, também foi observado por outros autores ao estudar a fluidodinâmica com partículas de diferentes materiais pertencentes ao grupo B de Geldart (FELIPE; ROCHA, 2004; JAIBOON et al., 2013; SEDIGHIKAMAL; ZARGHAMI, 2013).

Quanto à amplitude, os valores obtidos estão conforme previsto, em virtude de estarem diretamente ligados ao tamanho das bolhas (SEDIGHIKAMAL; ZARGHAMI, 2013) e, por consequência, a oscilações de pressão no leito. No início da secagem, as bolhas apresentam tamanhos maiores e geram flutuações de pressão com maiores amplitudes e, por conseguinte,

maiores variâncias ou desvios. Ao longo da operação, conforme a amostra perde umidade, menores são as forças interpartículas, o que facilita cada vez mais a passagem de ar entre os sólidos e resulta em bolhas menores. Já o pequeno deslocamento positivo da frequência dominante, também está de acordo com o esperado, visto que a frequência apresentada pelo PSD é inversamente proporcional ao tamanho das bolhas de ar (JAIBOON et al., 2013).

Outros autores também observaram o aparecimento de dois picos distintos nos espectros de frequência durante a fluidização turbulenta em leitos fluidizados. Jiang et al. (2018), que utilizaram uma mistura de partículas dos Grupos B e D de Geldart, e Jaiboon et al. (2013), com sólidos do Grupo B.

Esse comportamento ilustrado nos PSDs sugere que, após determinado teor de perda de umidade, as sementes apresentaram-se tão secas que houve uma mudança no regime fluidodinâmico do leito, que passou a borbulhante explosivo. Desse modo, os resultados obtidos através dos espectros estão em concordância com os obtidos nas análises anteriores, que relacionam o comportamento fluidodinâmico no interior do leito fluidizado com o teor de umidade das partículas.

6. CONCLUSÃO

Por intermédio desse trabalho, foi possível monitorar experimentalmente a operação de secagem de sementes de trevo persa e de trevo vesiculoso em leito fluidizado, através de medidas de temperatura e pressão no leito, durante os períodos de taxa constante e decrescente de secagem. Desse modo, foram identificadas diferenças nos padrões de comportamento desses parâmetros quando relacionados ao teor de umidade do material e assim, foi possível estimar a umidade crítica dos sólidos e os períodos de secagem a taxa constante e decrescente, por meio de medidas indiretas, de baixo custo e de fácil obtenção.

A caracterização física das sementes de trevo persa e trevo vesiculoso demonstrou que ambas são perfeitamente apropriadas para aplicação em leitos fluidizados, e pertencem ao Grupo B da classificação de Geldart.

As isotermas de adsorção das sementes apresentaram formato sigmoide e indicaram um cruzamento entre as temperaturas tanto para o trevo persa quanto para o vesiculoso. Entre os quatro modelos testados para a ajuste dos dados experimentais, o modelo de Peleg se mostrou mais apropriado para determinação da umidade de equilíbrio dos materiais, em virtude dos melhores resultados de R^2 e de $RMSE$. Além disso, observou-se que o trevo vesiculoso possui maior capacidade de adsorção de umidade e uma maior sensibilidade à temperatura.

A cinética de secagem das sementes de trevo persa e de trevo vesiculoso demonstrou que a secagem desses materiais é composta pelos períodos de taxa constante e taxa decrescente, com predomínio desse último. Entre os três modelos testados para ajuste aos dados experimentais e caracterização da cinética, o modelo de Page foi o mais adequado, em razão dos melhores resultados de R^2 e de $RMSE$. Por fim, a cinética de secagem confirmou a maior dificuldade em remover umidade das sementes de trevo vesiculoso, comparada com a secagem de trevo persa, em concordância com os resultados obtidos através das isotermas de adsorção.

Através do estudo fluidodinâmico foi possível observar os comportamentos dos materiais e determinar os parâmetros para cada espécie de semente nas duas relações $H_l:D_l$ utilizadas. As curvas fluidodinâmicas apresentaram-se típicas de partículas do Grupo B de Geldart, com linearidade no leito fixo e queda de pressão constante após o alcance da fluidização plena.

Quanto à secagem em leito fluidizado, as sementes foram secas nas temperaturas de 40 e 50 °C utilizando relações $H_l:D_l$ 1:1 e 1,5:1. As medidas de temperatura e queda de pressão foram analisadas diretamente por meio de gráficos correlacionando-as ao teor de umidade do

material, e indiretamente por meio de análises nos domínios do tempo (desvio padrão) e da frequência (PSD).

A análise direta mostrou que os padrões de comportamento das medidas de pressão e temperatura entre os períodos de taxa constante e taxa decrescente ao longo do processo mudaram de forma sensível. As medidas de temperatura se mantiveram aproximadamente constantes no período de secagem à taxa constante, e começaram a subir após o alcance da umidade crítica. Além disso, foi comprovado que, para uma velocidade de fluidização adequada à operação, tanto o teor de umidade inicial da amostra quanto a altura do leito de partículas não interferem no perfil de temperatura dentro do equipamento.

As medidas de queda de pressão apresentaram um perfil aproximadamente constante no período de taxa constante e um decréscimo após atingir a umidade crítica. Ao utilizar a relação H_t/D_t 1,5:1, não foi possível identificar um perfil característico que pudesse ser correlacionado com os períodos de taxa constante e decrescente de secagem em decorrência da mudança no regime fluidodinâmico do leito, que passou do regime de fluidização borbulhante para o regime *slugging*.

Através da análise indireta, os valores de desvio padrão em função do teor de umidade das partículas demonstraram comportamento análogo às medidas de queda de pressão, com um declínio quando X_c foi alcançada. Por fim, os espectros de potência ficaram mais largos e tiveram considerável decréscimo da amplitude no decorrer da operação. Identificou-se o aparecimento de dois picos distintos nos espectros de potência após determinada perda de umidade, indicativo de mudança no regime fluidodinâmico do leito, que passou do regime borbulhante simples para o borbulhante explosivo.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Visto que a literatura não fornece muitas informações a respeito das sementes de trevo persa e trevo vesiculoso, trabalhos posteriores poderão ter como objetivo:

- caracterizar quimicamente os sólidos antes e depois da secagem a fim de avaliar sua composição nutricional, em virtude de que sua principal utilização é como pastagem;
- verificar a capacidade de germinação das sementes antes e depois da secagem de modo a averiguar se as mesmas não foram danificadas após o processo de secagem;
- testar diferentes temperaturas para secagem desses materiais e determinar a máxima temperatura que poderia ser utilizada no processo sem comprometer a composição nutricional e manter a capacidade de germinação das sementes;
- estudar o comportamento da transferência de calor durante a operação de secagem em leito fluidizado e quais parâmetros o influenciam;
- calcular o consumo de energia no processo de secagem e otimizá-lo de modo a obter a melhor relação custo/benefício no que diz respeito à temperatura, velocidade do ar de fluidização e tempo de secagem em leito fluidizado;
- realizar a operação de secagem dessas espécies em outros equipamentos a fim de identificar o mais apropriado, visando um posterior aumento de escala;
- estudar o monitoramento e processamento dos sinais de flutuação de pressão, empregando técnicas como análise espectral gaussiana e análise Wavelet;
- estudar o controle do regime dinâmico na operação de secagem.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AOAC - Association of Official Analytical Chemists. **Official methods of analysis**. 16. ed. Washington: AOAC, v.2, 1995.
- ABALONE, R. et al. Thin layer drying of amaranth seeds. **Biosystems Engineering**, v. 93, n. 2, p. 179-188, 2006.
- ABBASI, M. et al. Non-intrusive monitoring of bubbles in a gas-solid fluidized bed using vibration signature analysis. **Powder Technology**, v. 196, p. 278-285, 2009.
- AGHBASHLO, M. et al. Measurement techniques to monitor and control fluidization quality in fluidized bed dryers: a review. **Drying Technology**, v. 32, p. 1005-1051, 2014.
- AKPINAR, E. K.; BICER, Y.; YILDIZ, C. Thin layer drying of red pepper. **Journal of Food Engineering**, v. 59, p. 99-104, 2003.
- ANTONUCCI, C. M.; BORZONE, L. A. Numerical study of regime transitions in a fluidized bed. **Particulate Science and Technology**, v. 34, p. 691-698, 2016.
- ARJMANDI-TASH, O.; ZARGHAMI, A; ZARGHAMI, R. Dominant flow structures in gas-solid fluidized beds using time and frequency domains analyses. **Particulate Science and Technology**, v. 32, p. 498-505, 2014.
- ÁVILA, M. F. **Recobrimento de partículas com quitosana em leito de jorro: parametrização do processo e emprego das partículas recobertas na adsorção de antocianinas de repolho roxo**. Rio Grande: FURG, 2017. 92 p.
- BARBOSA-CÁNOVAS, G. et al. **Water activity in foods fundamentals and applications**. Ames: Blackwell Publishing Professional, 2007, 439 p. ISBN: 978-0-8138-2408-6.
- BARROZO, M. A. S.; MUJUMDAR, A.; FREIRE, J. T. Air-drying of seeds: a review. **Drying Technology**, v. 32, p. 1127-1141, 2014.
- BASU, P. **Combustion and gasification in fluidized beds**. 1. ed. USA: CRC Press Taylor & Francis Group, 2006, 496 p. ISBN: 0-8493-3396-2.
- BEVILAQUA, G. A. P.; OLANDA, R. B. Sistema de produção de forragem e de sementes de trevo vesiculoso para a agricultura familiar. **Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento/Embrapa Clima Temperado**, Pelotas, n 139, 2011. 26 p.
- BORTOLINI, F.; MITTELMAN, A.; SILVA, J. L. S. BRS restaveiro nova cultivar de inverno para solos hidromórficos. **Comunicado Técnico/Embrapa Clima Temperado**, Pelotas, n 291, 2012. 26 p.

BRIENS, L.; BOJARRA, M. Monitoring fluidized bed drying of pharmaceutical granules. **PharmSciTech**, v. 11, n. 4, p. 1612-1618, 2010.

CHEN, C. Moisture sorption isotherms of pea seeds. **Journal of Food Engineering**, v. 58, p. 45-51, 2003.

CHIEWCHAN, N.; MUJUMDAR, A. S.; DEVAHASTIN, S. Application of drying technology to control aflatoxins in foods and feeds: a review. **Drying Technology**, v. 33, p. 1700-1707, 2015.

CIESIELCZYK, W.; IWANOWSKI, J. Determination of desorption isotherms on the basis of an experimental fluidized bed drying curve. **Drying Technology**, v. 32, p. 1289-1296, 2014.

COELHO, R. W.; RODRIGUES, R. C.; REIS, J. C. L. Rendimento de forragem e composição bromatológica de quatro leguminosas de estação fria. **Comunicado Técnico/Embrapa Clima Temperado**, Pelotas, n 78, 2002.

COSTA, L. M. et al. Isotermas e calor isostérico de sementes de *Buchenaia capitata* (Vahl) Eichler. **Revista Ciência Agronômica**, v. 46, n. 3, p. 516-523, 2015.

CREMASCO, M. A. **Operações unitárias em sistemas particulados e fluidomecânicos**. São Paulo: Blucher, 2012, 424 p. ISBN: 978-85-212-0593-7.

DE MARTÍN, L.; VAN DEN DRIES, K.; VAN OMMEN, R. Comparison of three different methodologies of pressure signal processing to monitor fluidized-bed dryers/granulators. **Chemical Engineering Journal**, v. 172, p. 487-499, 2011.

DUC, L. A.; HAN, J. W.; KEUM, D. H. Thin layer drying characteristics of rapeseed (*Brassica napus* L.). **Journal of Stored Products Research**, v. 47, p. 32-38, 2011.

DUFOUR, P. Control engineering in drying technology: review and trends. **Drying Technology**, v. 24, p. 889-904, 2006.

EMBRAPA CLIMA TEMPERADO – EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA CLIMA TEMPERADO. Disponível em: <<https://www.embrapa.br/clima-temperado/forrageiras>>. Acesso em: out. 2017.

ERENTURK, S.; ERENTURK, K. Comparison of genetic algorithm and neural network approaches for the drying process of carrot. **Journal of Food Engineering**, v. 78, p. 905-912, 2007.

ERGUN, S. Fluid flow through packed columns. **Chemical Engineering Progress**, v. 48, n.2, p. 89-94, 1952.

FADINI, A. L. et al. Isotermas de sorção de umidade e estudo de estabilidade de macadâmias drageadas. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 9, n. 2, p. 83-88, 2006.

FELIPE, C. A. S. F; ROCHA, S. C. S. Prediction of minimum fluidization velocity of gas-solid fluidized beds by pressure fluctuation measurements – Analysis of the standard deviation methodology. **Powder Technology**, v. 174, p. 104-113, 2007.

FELIPE, C. A. S. F; ROCHA, S. C. S. Time series analysis of pressure fluctuation in gas-solid fluidized beds. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**, v. 21, n. 3, p. 497-507, 2004.

FELLOWS, P. J. **Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática**. 2. ed. Porto Alegre: Artmed, 2006, 602 p. ISBN 978-85-363-0652-0.

GEANKOPLIS, C. J. **Transport processes and unit operations**. 3. ed. Englewood Cliffs: Prentice-Hall, 1993. ISBN 0-13-930439-8.

GELDART, D. **Gas fluidization technology**. Londres: John Wiley e Sons Ltda, 1986. ISBN 0-471-90806-1.

GELDART, D. Types of gas fluidization. **Powder Technology**, v. 7, p. 285-292, 1973.

GELDART, D.; ABRAHAMSEN, A. R. Homogeneous fluidization of fine powders using various gases and pressures. **Powder Technology**, v. 19, p. 133-136, 1978.

GREEN, D. W.; PERRY, R. H. **Perry's chemical engineers' handbook**. 8. ed. New York: McGraw-Hill, 2008. ISBN 0-07-159313-6.

GUTOFF, E. B. Modeling solvent drying of coated webs including the initial transient. **Drying Technology**, v. 14, p. 1673-1693, 1996.

HANSMANN, P. E. **Secagem de pasta de vegetais em camada delgada utilizando secador de bandeja com condicionamento do ar através de bomba de calor**. Rio Grande: FURG, 2012. 105 p.

HARTMAN, M.; TRNKA, O.; SVOBODA, K. Use of pressure fluctuations to determine online the regime of gas-solids suspensions from incipiente fluidization to transport. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 48, p. 6830-6835, 2009.

HASSINI, L. et al. Desorption isotherms and thermodynamic properties of prickly pear seeds. **Industrial Crops and Products**, v. 67, p. 457-465, 2015.

HAYASHI, H. Drying technologies of foods – their history and future. **Drying Technology**, v. 7, n. 2, p. 315-369, 1989.

HENDERSON, S. M.; PABIS, S. Grain drying theory I: temperature effect on drying coefficient. **Journal of Agricultural Engineering Research**, v. 6, n. 3, p. 169 – 174, 1961.

IDAKIEV, V. V. et al. Inductive heating of fluidized beds: drying of particulate solids. **Powder Technology**, v. 306, p. 26-33, 2017.

- JAIBOON, O. et al. Effect of flow pattern on power spectral density of pressure fluctuation in various fluidization regimes. **Powder Technology**, v. 233, p. 215-226, 2013.
- JIANG, H. et al. Characterization of gas–solid fluidization in fluidized beds with different particle size distributions by analyzing pressure fluctuations in wind caps. **Chemical Engineering Journal**, v. 352, p. 923-939, 2018.
- JITTANIT, W.; SRZEDNICKI, G.; DRISCOLL, R. Comparison between fluidized bed and spouted bed drying for seeds. **Drying Technology**, v. 31, p. 52-56, 2013.
- JITTANIT, W.; SRZEDNICKI, G.; DRISCOLL, R. Corn, rice, and wheat seed drying by two-stage concept. **Drying Technology**, v. 28, p. 807-815, 2010a.
- JITTANIT, W.; SRZEDNICKI, G.; DRISCOLL, R. Seed drying in fluidized and spouted bed dryers. **Drying Technology**, v. 28, p. 1213-1219, 2010b.
- JOHANSSON, F. et al. Characterization of fluidization regimes by time-series analysis of pressure fluctuations. **International Journal of Multiphase Flow**, v. 26, p. 663-715, 2000.
- KAYA, A. et al. An experimental study on the drying kinetics of quince. **Desalination**, v. 212, p. 328-343, 2007.
- KIRANOUDS, C. T. et al. Drying kinetics of some fruits. **Drying Technology**, v. 15, p. 1399-1418, 1997.
- KOZANOGLU, B. et al. Drying characteristics of coriander seed particles in a reduced pressure superheated steam fluidized bed. **Chemical Engineering Communications**, v. 203, p. 1227-1233, 2016.
- KUNII, D.; LEVENSPIEL, O. **Fluidization engineering**. 2. ed. Reino Unido: Butterworth-Heinemann, 1991, 491 p. ISBN: 978-0-08-050664-7.
- KWAUK, M.; LI, J. Fluidization regimes. **Powder Technology**, v. 87, p. 193-202, 1996.
- LEWIS, W. K. The rate of drying of solid materials. **The Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, v. 13, n. 5, p. 427-432, 1921.
- LI, H.; GUO, H. Analysis of drying characteristics in mixed pulsed rectangle fluidized beds. **Powder Technology**, v. 308, p. 451-460, 2017.
- LI, H. et al. Sorption drying of soybean seeds with sílica gel. I. Hydrodynamics of a fluidized bed dryer. **Drying Technology**, v. 20, n. 6, p. 1193–1213, 2002.
- LIPSANEN, T. et al. Effect of fluidisation activity on end-point detection of a fluid bed drying process. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 357, p. 37-43, 2008.
- LLOP, M. F.; GASCONS, N.; LLAURÓ, F. X. Recurrence plots to characterize gas-solid fluidization regimes. **International Journal of Multiphase Flow**, v. 73, p. 43-56, 2015.

MELO, M. C. **Caracterização de regimes fluidodinâmicos de leito de jorro empregando medidas de flutuação de pressão**. Rio Grande: FURG, 2015. 102 p.

MOCELIN, B. et al. Mathematical modeling of thin layer drying of papaya seeds in a tunnel dryer using particle swarm optimization method. **Particulate Science and Technology**, v. 32, p. 123-130, 2013.

MONTE, M. L. et al. Moisture sorption isotherms of chitosan-glycerol films: thermodynamic properties and microstructure. **Food Bioscience**, v. 22, p. 170-177, 2018.

MOREIRA, M. F. P. **Secagem de gel ágar**. São Carlos: UFSCar, 2000. 104 p.

MUJUMDAR, A. S. **Handbook of industrial drying**. 4. ed. New York: CRC Press, 2014, 1348 p. ISBN: 978-1466596651.

OLANDA, R.; BEVILAQUA, G. A. P.; OLANDA, G. Desempenho e qualidade da forragem de trevo vesiculoso em função da dose de fosfato natural. **Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento/Embrapa Clima Temperado**, Pelotas, n 165, 2012. 28 p.

PAGE, G. E. **Factors influencing the maximum rates of air drying shelled corn in thin layers**. West Lafayette: Purdue University, 1949.

PAGLARINI, C. S. et al. Histerese das isoterms de sorção da polpa de manga (*Mangifera indica* L.) variedade manteiga. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 17, n. 3, p. 299-305, 2013.

PARK, K. J.; BIN, A.; BROD, F. P. R. Obtenção das isoterms de sorção e modelagem matemática para a pêra Bartlett (*Pyrus sp.*) com e sem desidratação osmótica. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 21, p. 73-77, 2001.

PEÇANHA, R. **Sistemas particulados: operações unitárias envolvendo partículas e fluidos**. 1. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2014, 424p. ISBN: 978-85-352-7722-7.

PELEG, M. Assessment of a semi-empirical four parameter general model for sigmoid moisture sorption isotherms. **Journal of Food Process Engineering**, v. 16, p. 21-37, 1993.

PEREDA, J. A. O. et al. **Tecnologia de alimentos: componentes dos alimentos e processos**. Porto Alegre: Artmed, 2005. 1v. ISBN: 85-363-0436-7.

PÉREZ et al. Prediction of the minimum fluidization velocity of particles of sugarcane bagasse. **Biomass and Bioenergy**, v. 109, p. 249-256, 2018.

PERRY, J. H.; CHILTON, C. H.; KIRKPATRICK, S. D. **Chemical engineers' handbook**. 4. ed. New York: McGraw-Hill, 1963, 1915 p.

REIS, J. C. L. R. Origem e características de novos trevos adaptados ao Sul do Brasil. **Documento/Embrapa Clima Temperado**, Pelotas, n 184, 2007. 27 p.

ROBERTS, J. S.; KIDD, D. R.; ZAKOUR, O. P. Drying kinetics of grape seeds. **Journal of Food Engineering**, v. 89, p. 460-465, 2008.

ROY, P.; KHANNA, R.; SUBBARAO, D. Granulation time in fluidized bed granulators. **Powder Technology**, v. 199, p. 95-99, 2010.

RÜDISÜLI, M. et al. Scale-up of bubbling fluidized bed reactors – A review. **Powder Technology**, v. 217, p. 21-38, 2012.

RUDOBASHTA, S.; ZUEVA, G. Drying of seeds through oscillating infrared heating. **Drying Technology**, v. 34, p. 505-515, 2015.

SEDIGHIKAMAL, H.; ZARGHAMI, R. Dynamic characteristics of bubbling fluidization through recurrence rate analysis of pressure fluctuations. **Particuology**, v. 11, p. 282-287, 2013.

SHABANIAN, J.; CHAOUKI, J. Fluidization characteristics of a bubbling gas-solid fluidized bed at high temperature in the presence of interparticle forces. **Chemical Engineering Journal**, v. 288, p. 344-358, 2016.

SHABANIAN, J.; SAURIOL, P.; CHAOUKI, J. A simple and robust approach for early detection of defluidization. **Chemical Engineering Journal**, v. 313, p. 144-156, 2017.

SHABANIAN, J. et al. Performance evaluation of different approaches for early detection of defluidization. **Powder Technology**, v. 316, p. 139-147, 2017.

SHAUL, S.; RABINOVICH, E.; KALMAN, H. Typical fluidization characteristics for Geldart's classification groups. **Particulate Science and Technology**, v. 32, p. 197-205, 2014.

SILVA, C. A. M. et al. Monitoring and control of coating and granulation processes in fluidized beds – A review. **Advanced Powder Technology**, v. 25, p. 195-210, 2014.

STEWART, P. S. B.; DAVIDSON, J. F. Slug flow in fluidised beds. **Powder Technology**, v. 1, p. 61-80, 1967.

STRUMILLO, C. Z.; KUDRA, T. **Drying: principles, applications and design**. New York: Gordon and Breach Science, 1986, 448 p. ISBN: 0-677-21630-0.

TAHMASEBPOOR, M. et al. Characterization of fluidized beds hydrodynamics by recurrence quantification analysis and Wavelet transform. **International Journal of Multiphase Flow**, v. 69, p. 31-41, 2015.

TASIRIN, S. M. et al. Drying of kaffir lime leaves in a fluidized bed dryer with inert particles: kinetics and quality determination. **Industrial Crops and Products**, v. 61, p. 193-201, 2014.

THYS, R. C. S. et al. Adsorption isotherms of pinhão (*Araucaria angustifolia* seeds) starch and thermodynamics analysis. **Journal of Food Engineering**, v. 100, p. 468-473, 2010.

UDDIN, Z.; SUPPAKUL, P.; BOONSUPTHIP, W. Effect of air temperature and velocity on moisture diffusivity in relation to physical and sensory quality of dried pumpkin seeds. **Drying Technology**, v. 34, p. 1423-1433, 2016.

VAN OMMEN, J. R. et al. Time-series analysis of pressure fluctuations in gas–solid fluidized beds – A review. **International Journal of Multiphase Flow**, v. 37, p. 403-428, 2011.

WANI, A. A. et al. Moisture adsorption isotherms of watermelon seed and kernels. **Drying Technology**, v. 24, p. 99-104, 2006.

WERTHER, J. Measurement techniques in fluidized beds. **Powder Technology**, v. 102, p. 15-36, 1999.

WORMSBECKER, M. et al. The influence of vessel geometry on fluidized bed dryer hydrodynamics. **Powder Technology**, v. 194, p. 115-125, 2009.

XIANG, J. et al. Characterization of the flow in a gas-solid bubbling fluidized bed by pressure fluctuation. **Chemical Engineering Science**, v. 174, p. 93-103, 2017.

XIANG, J. et al. Mathematical analysis of characteristic pressure fluctuations in a bubbling fluidized bed. **Powder Technology**, v. 333, p. 167-179, 2018.

XIE, T.; GHIAASIAAN, S. M.; KARRILA, S. Artificial neural network approach for flow regime classification in gas-liquid-fiber flows based on frequency domain analysis of pressure signals. **Chemical Engineering Science**, v. 59, p. 2241-251, 2004.

YANG, T.; LEU, L. Study of transition velocities from bubbling to turbulent fluidization by statistic and wavelet multi-resolution analysis on absolute pressure fluctuations. **Chemical Engineering Science**, v. 63, p. 1950-1970, 2008.

YANG W. C. **Handbook fluidization and fluid-particle systems**. Estados Unidos: Marcel Dekker, 2003. ISBN: 0-8247-0259-X.

YATES, J. G. Effects of temperature and pressure on gas-solid fluidization. **Chemical Engineering Science**, v. 51, n. 2, p. 167-205, 1996.

YOGENDRASASIDHAR, D; SETTY, Y. P. Drying kinetics, exergy and energy analyses of Kodo millet grains and Fenugreek seeds using wall heated fluidized bed dryer. **Energy**, v. 151, p. 799-811, 2018.

ZEYMER, J. S. et al. Desorption isotherms of *Lactuca sativa* seeds. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 21, n. 8, p. 568-572, 2017.

ZHANG, J. L. et al. Investigation of wetting and drying process in a gas-solid fluidized bed by electrical capacitance tomography and pressure measurement. **Powder Technology**, v. 301, p. 1148-1158, 2016.

ZIJERVELD, R. C. et al. Fluidization regimes and transitions from fixed bed to dilute transport flow. **Powder Technology**, v. 95, p. 185-204, 1998.

ZOMORODIAN, A.; KAVOOSI, Z.; MOMENZADEH, L. Determination of EMC isotherms and appropriate mathematical models for canola. **Food and Bioproducts Processing**, v. 89, p. 407-413, 2011.

APÊNDICES

APÊNDICE 1: Fluxogramas: metodologia experimental e análise dos dados

Figura 1: Caracterização física das sementes

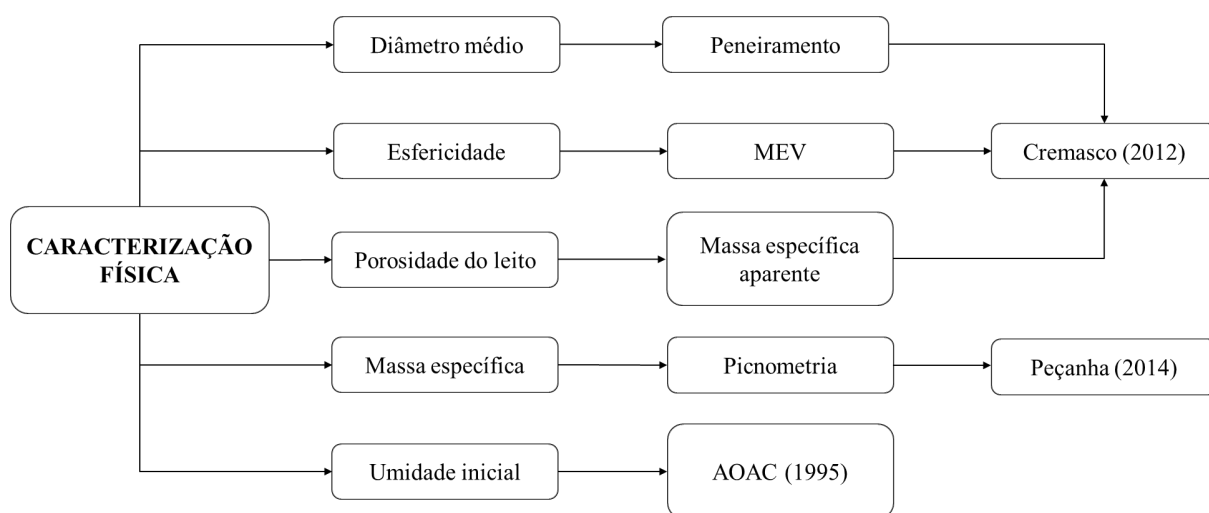


Figura 2: Umidificação das sementes

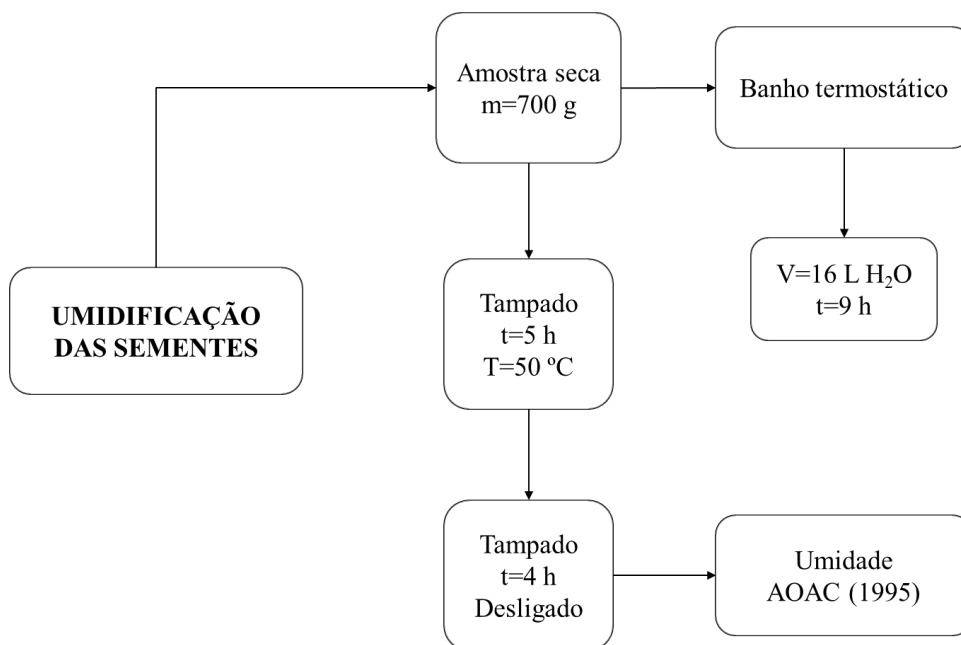


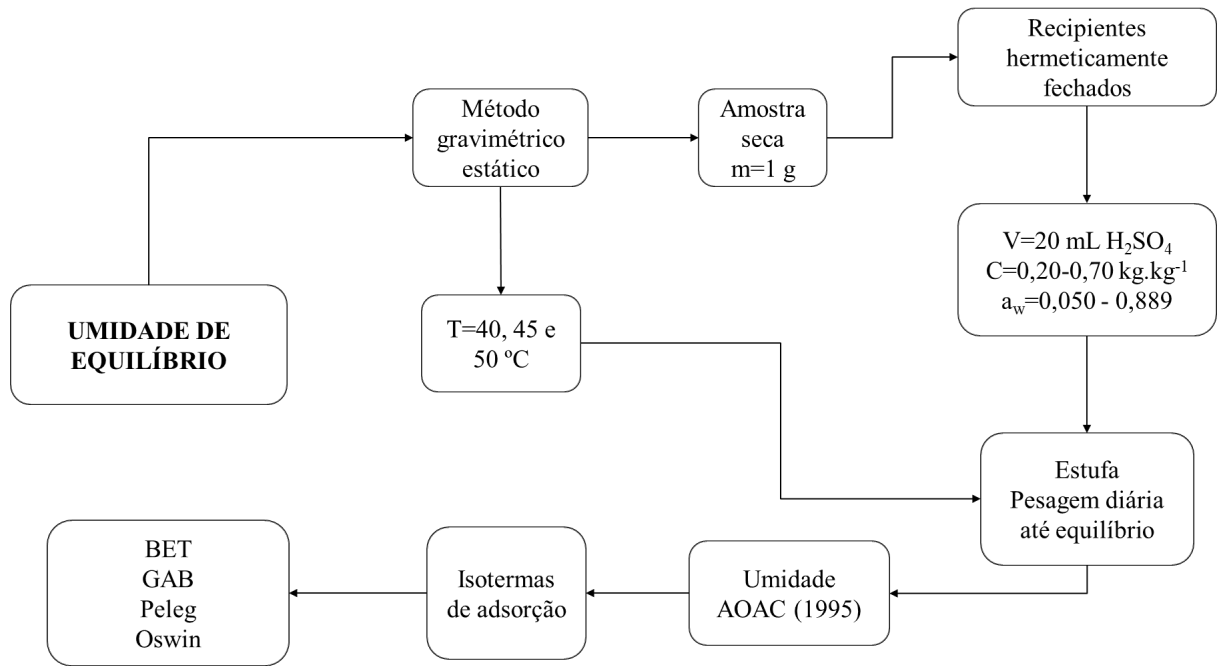
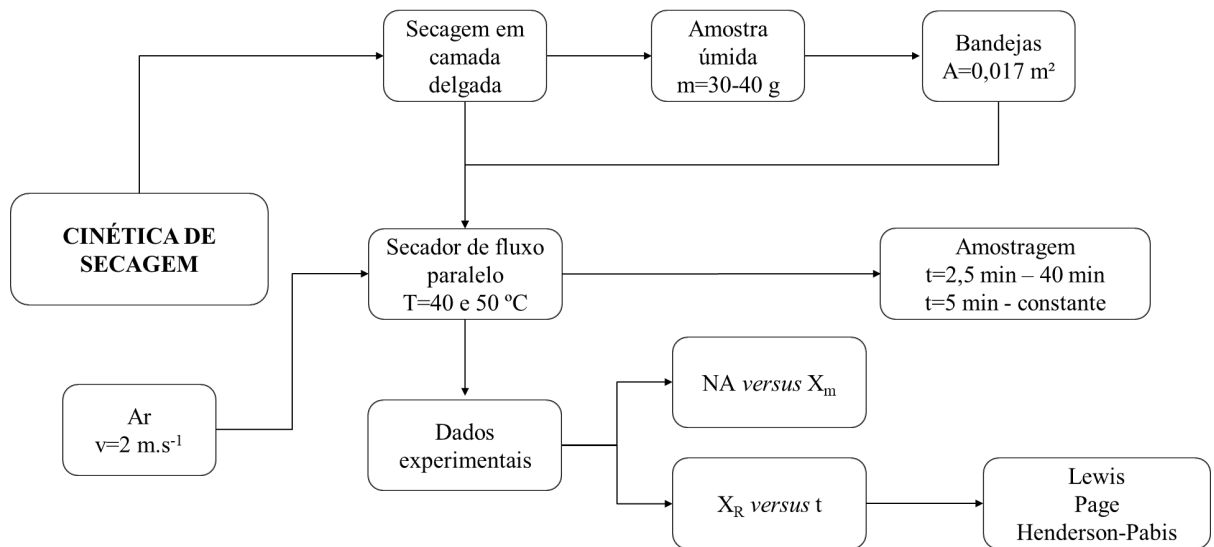
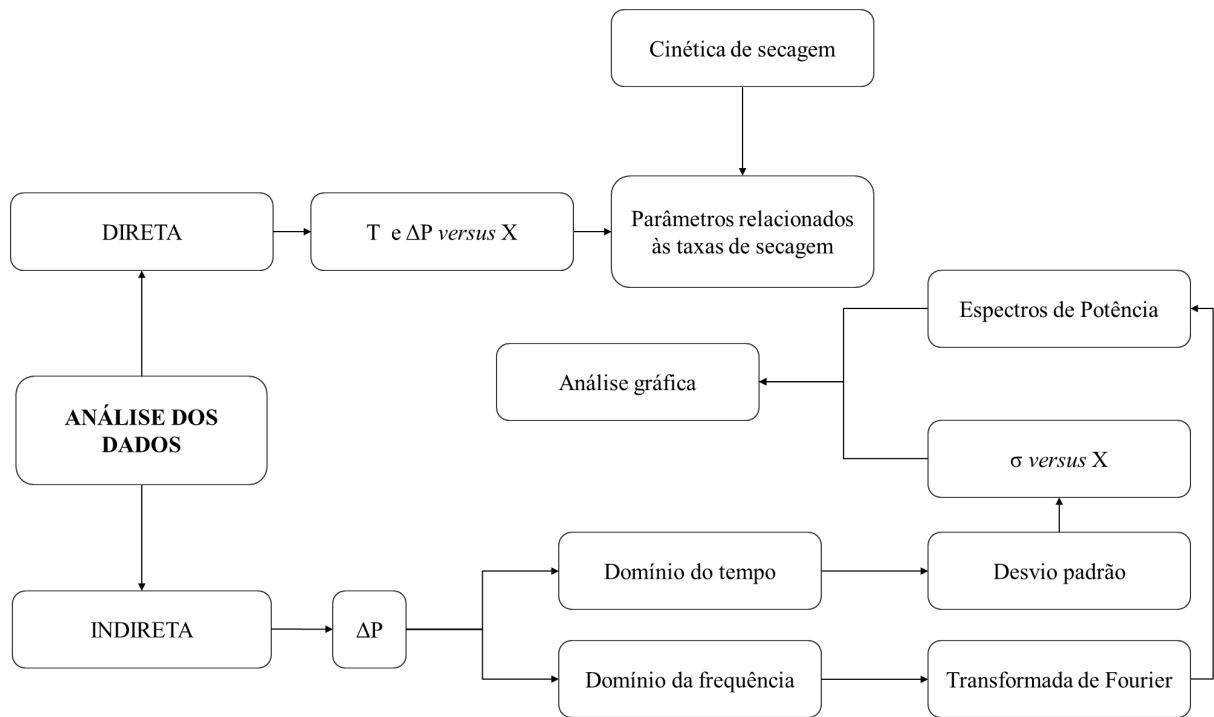
Figura 3: Determinação do conteúdo de umidade de equilíbrio**Figura 4:** Cinética de secagem

Figura 5: Análise dos dados

APÊNDICE 2: Imagens: metodologia experimental

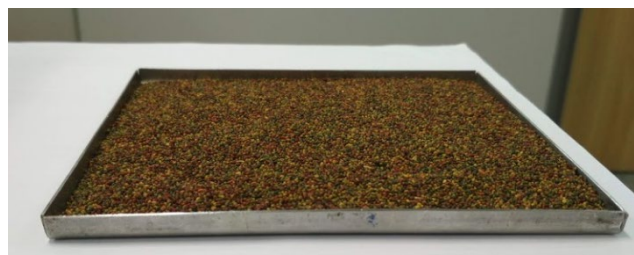
Figura 6: Secador de fluxo paralelo



Figura 7: Disposição das bandejas no interior do secador de fluxo paralelo (vista superior)



Figura 8: Disposição da amostra em bandeja para a secagem em camada delgada



APÊNDICE 3: Caracterização física

Figura 9: Microscopia eletrônica de varredura: medidas dos diâmetros inscrito e circunscrito (a), (b) e (c) sementes de trevo persa ($\times 80$, $\times 80$, $\times 75$, respectivamente); (d), (e) e (f) sementes de trevo vesiculoso ($\times 60$)

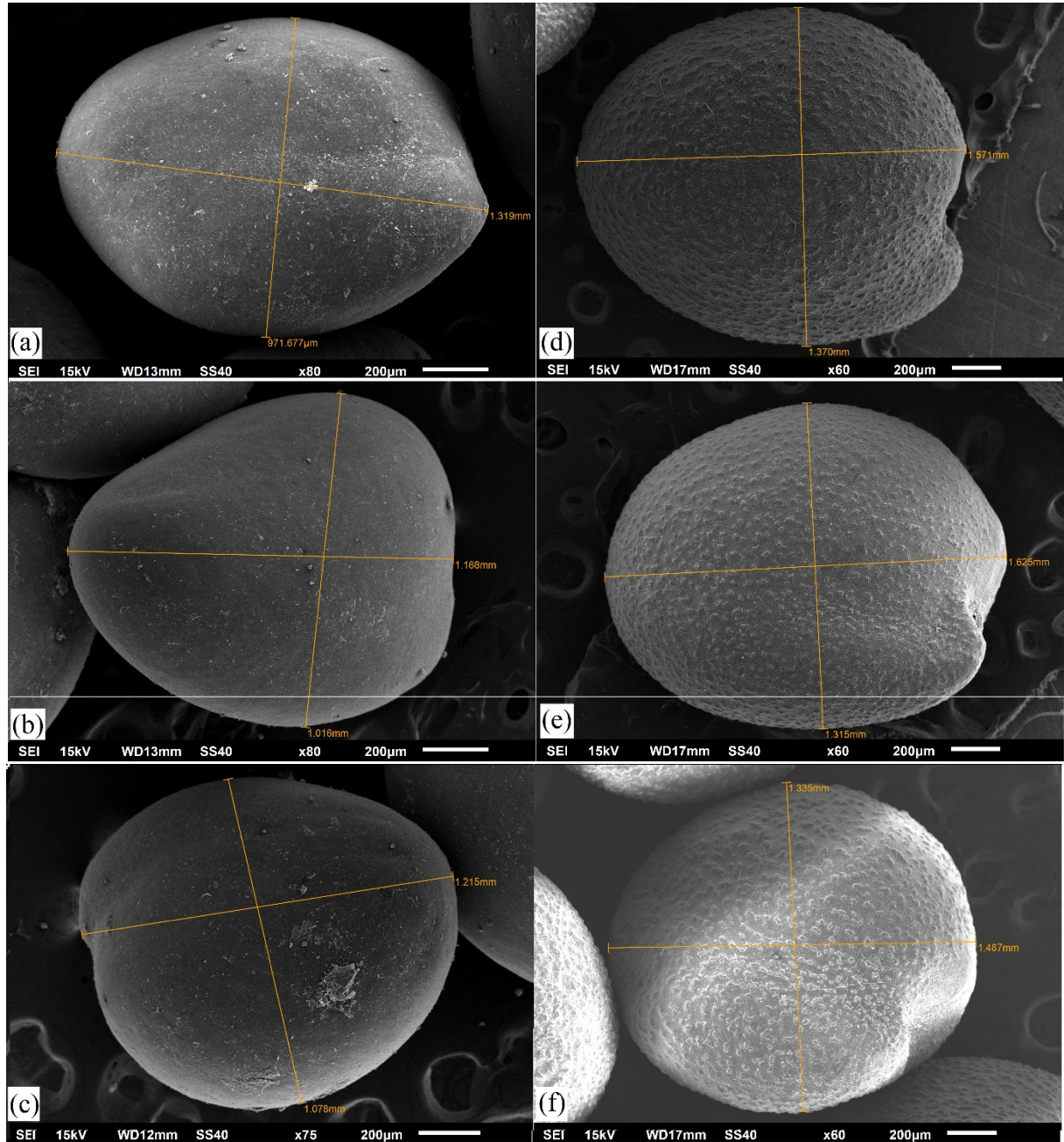


Tabela 1: Distribuição granulométrica das sementes de trevo persa

Peneiras			Ensaio 1			Ensaio 2			Ensaio 3		
Tyler	d_{pas} (mm)	d_{ret} (mm)	m_{ret} (g)	D_i (mm)	x_i	m_{ret} (g)	D_i (mm)	x_i	m_{ret} (g)	D_i (mm)	x_i
+14		1,19	0,14	1,19	0,00	0,36	1,19	0,00	0,28	1,19	0,00
-14 +16	1,19	1,00	15,50	1,10	0,08	15,61	1,10	0,08	14,49	1,10	0,07
-16 +28	1,00	0,59	183,39	0,80	0,92	184,17	0,80	0,92	185,33	0,80	0,93
-28 +32	0,59	0,50	0,00		0,00	0,07	0,55	0,00	0,07	0,55	0,00
-32 +35	0,50	0,42	0,00		0,00	0,08	0,46	0,00	0,09	0,46	0,00
-35 +FUNDO	0,42	0,00	0,00		0,00	0,00		0,00	0,00		0,00

+: retida; -: passante; D_i : média dos diâmetros das aberturas das peneiras; d_{pas} : diâmetro da peneira passante; d_{ret} : diâmetro da peneira retida; m_{ret} : massa retida; x_i : fração mássica retida na peneira.

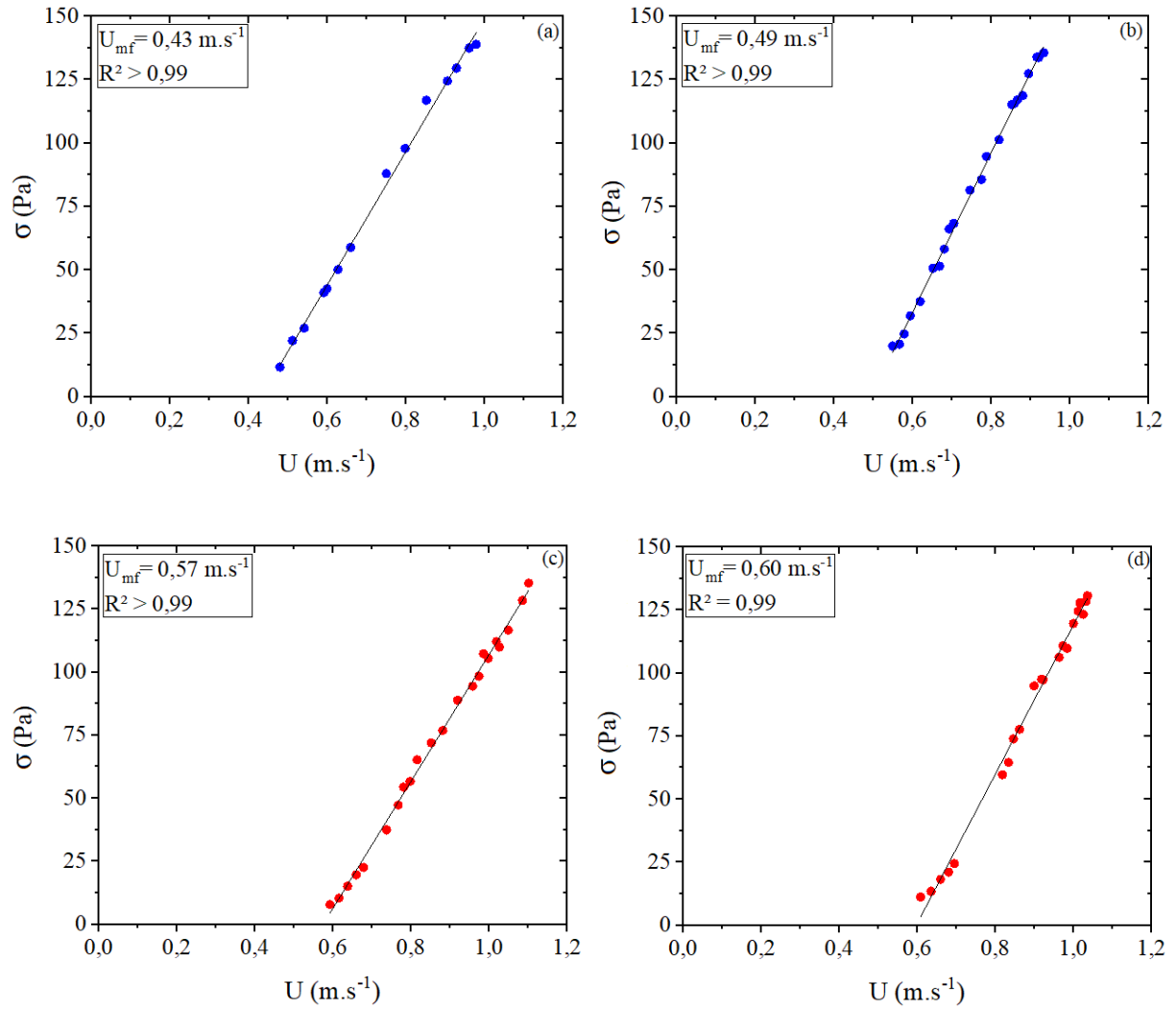
Tabela 2: Distribuição granulométrica das sementes de trevo vesiculoso

Peneiras			Ensaio 1			Ensaio 2			Ensaio 3		
Tyler	d_{pas} (mm)	d_{ret} (mm)	m_{ret} (g)	D_i (mm)	x_i	m_{ret} (g)	D_i (mm)	x_i	m_{ret} (g)	D_i (mm)	x_i
+12		1,41	1,19	1,41	0,01	0,75	1,41	0,00	0,86	1,41	0,01
-12 +14	1,41	1,19	137,53	1,30	0,69	141,36	1,30	0,71	139,45	1,30	0,69
-14 +16	1,19	1,00	57,34	1,10	0,29	54,80	1,10	0,27	56,87	1,10	0,28
-16 +28	1,00	0,59	3,51	0,80	0,01	3,08	0,80	0,02	3,61	0,80	0,02
-28 +32	0,59	0,50	0,00			0,00			0,02	0,55	0,00
-32 +FUNDO	0,50	0,00	0,00			0,00			0,00		

+: retida; -: passante; D_i : média dos diâmetros das aberturas das peneiras; d_{pas} : diâmetro da peneira passante; d_{ret} : diâmetro da peneira retida; m_{ret} : massa retida; x_i : fração mássica retida na peneira.

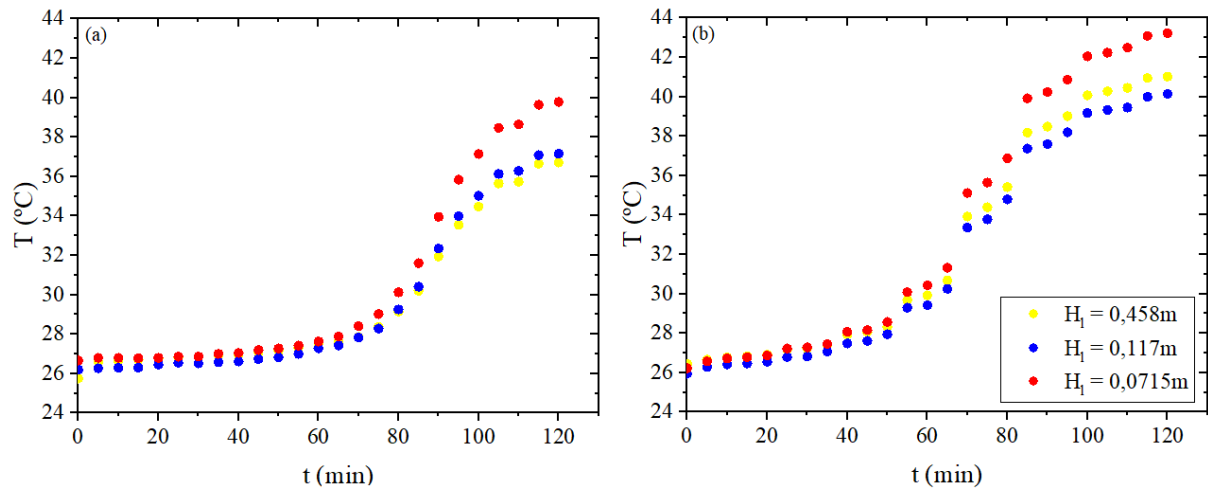
APÊNDICE 4: Curvas para determinação da U_{mf} pelo método de Puncchar

Figura 10: Desvio padrão das flutuações de pressão *versus* velocidade do ar: trevo persa nas relações $H_l:D_l$ (a) 1:1 e (b) 1,5:1 e trevo vesiculoso nas relações $H_l:D_l$ (a) 1:1 e (b) 1,5:1



APÊNDICE 5: Curvas de temperatura *versus* tempo

Figura 11: Perfis de temperatura da mistura sólidos-ar *versus* tempo de secagem a 50 °C, utilizando a relação $H_I:D_I$ 1:1 em três alturas de coluna: (a) trevo persa e (b) trevo vesiculoso



APÊNDICE 6: Curvas de queda de pressão e desvio padrão *versus* teor de umidade

Figura 12: Queda de pressão *versus* teor de umidade (base seca) utilizando a relação $H_I:D_I$ 1:1: (a) trevo persa a 50 °C e (b) trevo vesiculoso a 40 °C

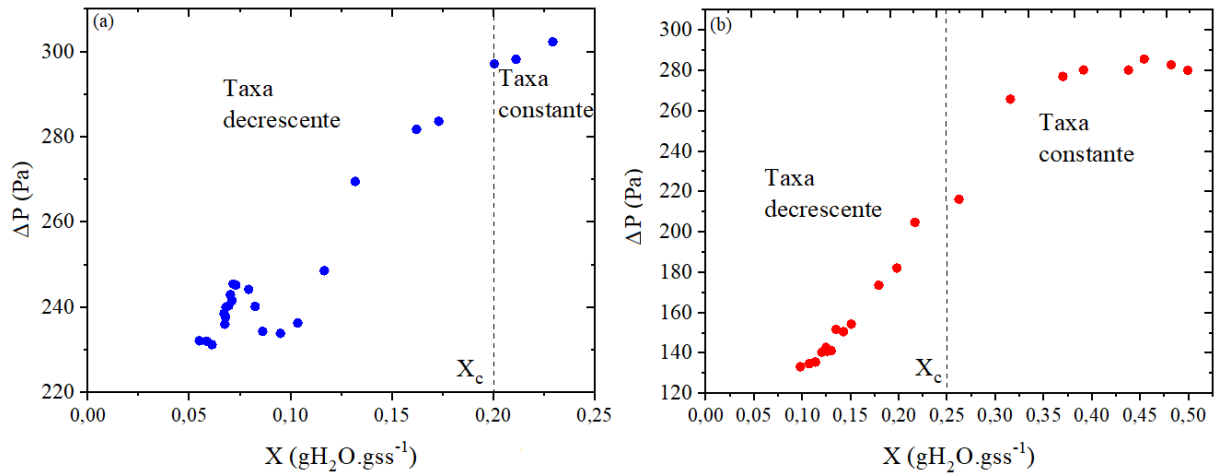
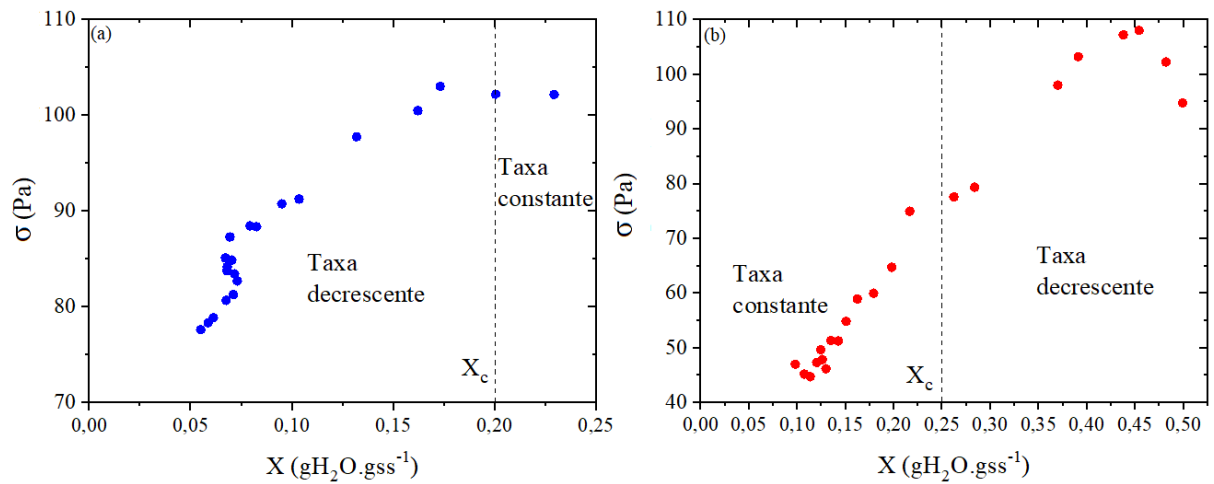


Figura 13: Desvio padrão da queda de pressão *versus* teor de umidade (base seca) utilizando a relação $H_I:D_I$ 1:1: (a) trevo persa a 50 °C e (b) trevo vesiculoso a 40 °C



APÊNDICE 7: Espectros de potência

Figura 14: Espectros de potência referentes a secagem de trevo vesiculoso a 40 °C utilizando a relação $H_I:D_I$ 1:1, em diferentes períodos de secagem: (a) 5, (b) 30, (c) 45 e (d) 110 minutos

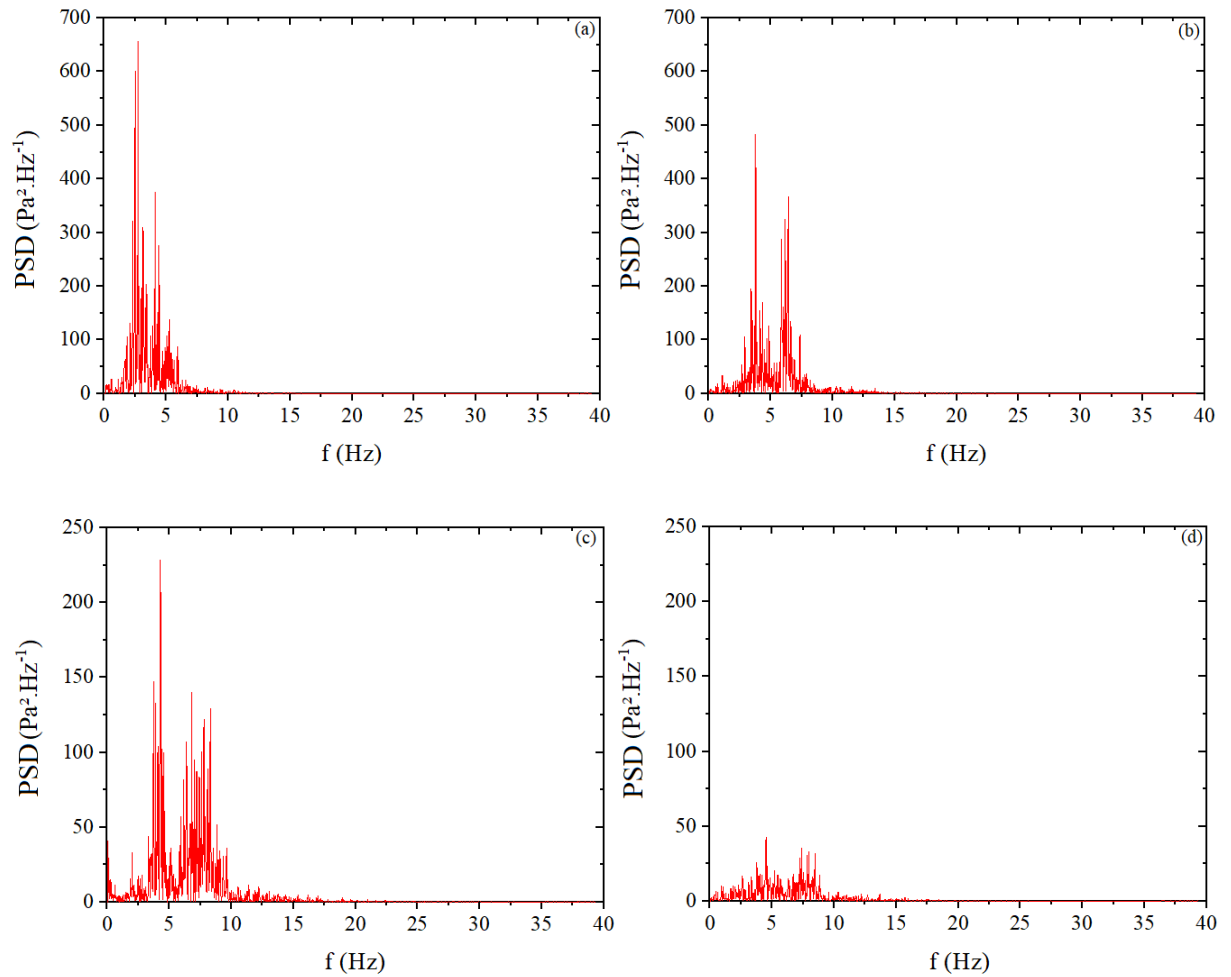


Figura 15: Espectros de potência referentes a secagem de trevo persa a 50 °C utilizando a relação $H_I:D_I$ 1:1 em diferentes períodos de secagem: (a) 5, (b) 30, (c) 45 e (d) 110 minutos

