

**UNIVERSIDADE ESTADUAL NO NORTE FLUMINENSE DARCY  
RIBEIRO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA  
DOS MATERIAIS**

**DESENVOLVIMENTO DE MÁQUINA GRANULADORA DE  
PÓS PARA PEQUENAS QUANTIDADES**

**ALCEMIR GAMA DE OLIVEIRA**

**CAMPOS DOS GOYTACAZES**

**2012**

**ALCEMIR GAMA DE OLIVEIRA**

**DESENVOLVIMENTO DE MÁQUINA GRANULADORA DE  
PÓS PARA PEQUENAS QUANTIDADES**

“DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO  
CORPO DOCENTE DO CENTRO DE  
CIÊNCIA E TECNOLOGIA DA  
UNIVERSIDADE ESTADUAL DO  
NORTE FLUMINENSE, COMO PARTE  
DAS EXIGÊNCIAS PARA OBTENÇÃO  
DO TÍTULO DE MESTRE(MSc) EM  
ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS  
MATERIAIS.”

Orientador: Prof. Angelus Giuseppe Pereira da Silva, PhD

**CAMPOS DOS GOYTACAZES**

**2012**

## FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pela Biblioteca do **CCT / UENF**

**61/2012**

Oliveira, Alcemir Gama de

Desenvolvimento de máquinas granuladora de pós para pequenas quantidades / Alcemir Gama de Oliveira. – Campos dos Goytacazes, 2012. viii, 87 f. : il.

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) -- Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados. Campos dos Goytacazes, 2012.

Orientador: Angelus Giuseppe Pereira da Silva.

Área de concentração: Materiais e meio ambiente.

Bibliografia: f. 86-87.

1. GRANULADOR 2. AGLOMERAÇÃO DE PÓS 3. BENEFICIAMENTO DE PÓS I. Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro. Centro de Ciência e Tecnologia. Laboratório de Materiais Avançados II. Título.

CDD 681.7666

# DESENVOLVIMENTO DE MÁQUINA GRANULADORA DE PÓS PARA PEQUENAS QUANTIDADES

**ALCEMIR GAMA DE OLIVEIRA**

Dissertação apresentada ao Centro de Ciência e Tecnologia, da Universidade Estadual do Norte Fluminense, como parte das exigências para obtenção de título de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais.

Aprovada em \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_\_\_.

Comissão Examinadora:

---

Prof. Ana Lúcia DieguesSkury (D.Sc em emEngenharia e ciência dos materiais) - UENF

---

Prof. Gustavo Wagner Menezes (D.Sc em Engenharia e ciência dos materiais) - IFF

---

Prof. José Nilson França de Holanda (D.Sc em Engenharia dos materiais) - UENF

---

Prof. Angelus Giuseppe Pereira da Silva (D.Sc., Ciências Técnicas) – UENF  
Orientador

Dedico este trabalho a minha mãe  
Aracy Gama de Oliveira (eternamente);  
ao meu pai Fidelis Avelino de Oliveira  
(in memoriam); e a minha esposa  
Ivanilda M. S. Oliveira.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço, em primeiro lugar, ao Ser que tenho por Deus, pela outorga de saúde, sabedoria, inteligência, conhecimento e toda sorte de provisões das quais necessitei para lutar e vencer chegando à conclusão de mais uma etapa.

O caminho não foi de grama fofa, confesso que o desespero bateu à porta, porém, quando existe alguém com quem se possa compartilhar o momento tenso e, este alguém se compromete como se a luta fosse sua, parece que se flutua sobre as brasas; Falo dos amigos de todas as horas e encabeçando esta lista destaco minha família, minha esposa Ivanilda M. S. Oliveira, minha primogênita Esther Waniery, a caçula Ana Lidia, ao netinho Abner e ao amigo e genro Elielson, valeu família pelo tempo que ficaram sem minha atenção plena, mas, souberam compreender e ajudar com palavras simples como: “Você vai conseguir!”, mas que surtiram grande efeito positivo. Continuo esta lista agradecendo ao meu orientador e amigo Prof. Angelus Giuseppe pereira da Silva pelo tratamento atencioso que me dispensou desde o primeiro dia que o procurei para ingressar no curso, obrigado por ter me conduzido até aqui e ter disposição para continuar o meu processo de formação.

De importância impar, aparece na lista meu amigo Prof. Silas Alvarenga, o mago do torno mecânico, agradeço por tudo que fizeste, pelas soluções que apresentastes às minhas necessidades, obrigado por todo desprendimento. Aqui figuram também os anjos do AutoCAD, Gabriel Alves Rangel e Gabriel Fernandes do Nascimento pela ajuda na elaboração dos desenhos técnicos usando ferramenta eletrônica.

Não posso deixar de falar do amigo Prof. Eniel Bispo dos Santos, agradeço por me ceder o conjunto motor/ inversor sem os quais eu não conseguiria finalizar este trabalho; agradeço ao Vinicius do IFF centro, aos amigos: Prof. Jonathan Velasco, ao Prof. Arruda, Prof. Paulo, Prof. Marcelo Cordeiro, Prof. Luis Fernando R. Mendes, Prof<sup>a</sup> Márcia Rolim, Prof. Demetrius por me ajudar com os testes de emissão sonora, enfim a todos os que participaram direta ou indiretamente desta minha formação. Ao Prof. José Nilson pelas literaturas que me emprestou para melhor embasamento do trabalho, a Prof<sup>a</sup> Ana Lúcia pelo auxílio e incentivo, ao prof. Sérgio Neves pelo apoio e incentivo, ao prof. Eduardo Atem pelas orientações.

Agradeço também a amiga Vanusa do laboratório de solos do LECIV pela paciência e boa vontade em realizar os testes que necessitei; agradeço a Shirlene, ao amigo Mário Lucas, Maycon, Patrick. Ao corpo da guarda que torceu por meu sucesso, sendo testemunha da guerra nos dias que solitário trabalhei no laboratório.

Por fim, a todos os que torceram por mim, que oraram para que eu tivesse força para concluir esta etapa, meu muito obrigado.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Representação dos diferentes tipos de mecanismos de aglomeração de partículas .....	7
Fig. 2.2 - Esquema de representação dos diferentes tipos de poros .....	14
Figura 2.3: Diagrama esquemático do granulador tipo <i>spray dryer</i> .....	16
Figura 2.4: Formas e tamanhos típicos de grânulos formados por <i>spray drying</i> de soluções ou emulsões .....	17
Figura 2.5: Tipos de fluidização de pó dependendo da pressão de gás .....	18
Figura 2.6: <i>Spray</i> de líquido ligante incidindo sobre uma camada de pó fluidizado .....	18
Figura 2.7: Diagrama esquemático de aglomeradores de baixo cisalhamento dos tipos disco rotativo (a) e tambor rotativo (b) .....	20
Figura 2.8: Esquema de tambor e impelidores rotativos (a) e impelidores com as lâminas e bicos de injeção de líquido (b) .....	21
Figura 2.9: Interior do tambor com impelidor e raspadores (a) e área coberta pelo movimento deles pelo tambor (b) .....	22
Figura 3.1: Fluxograma de execução do trabalho .....	23
Figura 3.2: Vista superior do inversor de frequência CFP 075 .....	25
Figura 3.3: tacômetro analógico usado para determinação de escalas de velocidade de rotação da hélice impelidora e da lâmina cortadora .....	29
Figura 3.4: Decibelímetro DL 4020 usado para medição de ruído .....	30
Figura 3.5: Dimensões do funil usado na medição de fluidez .....	36
Figura 4.1- Base de madeira ao qual são fixados a haste em U, as varas rosqueadas, o disco metálico e a fuselagem da máquina .....	39
Figura 4.2: Fuselagem, de aço inox do equipamento, mostrando dispositivos de comando e ventilador fixados a ela .....	40

Figura 4.3: Jarro de granulação com alça invertida e acoplamento fixado no fundo (a). Tampa de TECNIL com rebaixo de encaixe, visor de acrílico e furo para fixação de sistema cortador (b) .....	41
Figura 4.4: Hélice impelidora de inox e cinco pétalas com eixo central .....	41
Figura 4.5: Acoplamento macho fixado no fundo do jarro de granulação (a); e acoplamento fêmea preso ao eixo do motor (b). Os dois acoplamentos se encaixam. O motor trifásico é visto assentado sobre a haste em U .....	42
Figura 4.6: Inversor de frequência para controle de velocidade do motor trifásico fixado ao bloco de madeira (a); e interface para fixação da frequência do inversor fixada à fuselagem (b) .....	42
Figura 4.7: Lâmina cortadora presa à tampa de TECNIL do vaso de granulação (a). Motor da lâmina cortadora fixada na parte superior da tampa de TECNIL .....	43
Figura 4.8: Seringa reservatório de ligante, conduto e bico nebulizador (a). Bico fixado à tampa do vaso e haste acionadora do bico (b) .....	44
Figura 4.9: Solenoide acionador do bico nebulizador (a); e circuito eletrônico que controla a frequência de acionamento do solenoide (b). Este acionamento injeta ligante no vaso de granulação .....	45
Figura 4.10: Chaves de comutação dos sistemas cortador e injetor. A chave superior escolhe entre os modos manual e automático. As duas chaves inferiores comanda o acionamento dos sistemas no modo manual .....	46
Figura 4.11: Circuito eletrônico de comutação automática (a). Potenciômetros de ajuste de tempo de acionamento automático e leds indicadores de acionamento (b) .....	47
Figura 4.12: Plugue fêmea de alimentação da máquina aglomeradora com três pinos, fusíveis de proteção e chave geral liga/desliga .....	47
Figura 4.13: Bateria 12V, seu circuito carregador e transformador que alimenta este circuito(a). Transformador que alimenta as cargas de 127V à direita (b) .....	47
Figura 4.14: Aglomerador completamente montado .....	48
Figura 4.15: Desenhos esquemático da máquina montada com todas as suas partes em vistas diferentes .....	48 a 50
Figura 4.16: Relação linear entre Frequência e velocidade de rotação da hélice impelidora .....	51

Figura 4.17: Velocidade de rotação da lâmina cortadora em cada posição do ajuste de velocidade .....	52
Figura 4.18: Medição de velocidade da micro retífica pelo tacômetro .....	52
Figura 4.19: Momento da medição de nível de ruído produzido pela máquina .....	55
Figura 4.20: Distribuição de tamanho de grânulos nas formas diferencial e acumulada das amostras PD1 (a), com carga de 100g e PD2 (b), com carga de 50g .....	61
Figura 4.21: Imagens de grânulos típicos das amostras PD1 (a), com carga de 100g, e PD2 (b), com carga de 50g .....	62
Figura 4.22: Aspecto das estruturas internas dos grânulos de PD1 (a), com 100g de carga, e PD2 (b), com 50g de carga .....	62
Figura 4.23: Distribuição de tamanho de grânulos nas formas diferencial e acumulada das amostras PD1 (a), com velocidade de 1779 RPM, e PD5 (b), com velocidade de 787 RPM.....	64
Figura 4.24: Imagens de grânulos típicos das amostras PD1 (a), com velocidade de 1779 RPM, e PD5 (b), com velocidade de 787 RPM .....	64
Figura 4.25: Aspecto das estruturas internas dos grânulos de PD1 (a), com velocidade de 1779 RPM, e PD5 (b), com velocidade de 787 RPM .....	64
Figura 4.26: Distribuição de tamanho de grânulos nas formas diferencial e acumulada das amostras PD1 (a), com velocidade de 10000 RPM, e PD6 (b), com velocidade de 7000 RPM .....	67
Figura 4.27: Imagens de grânulos típicos das amostras PD1 (a), com velocidade de 10000 RPM, e PD6 (b), com velocidade de 7000 RPM .....	67
Figura 4.28: Aspecto das estruturas internas dos grânulos de PD1 (a), com velocidade de 10000 RPM, e PD6 (b), com velocidade de 7000 RPM .....	68
Figura 4.29: Distribuição de tamanho de grânulos nas formas diferencial e acumulada das amostras PD1 (a), com 19%, PD3 (b), com 13,5%, e PD4 (c), com 21% de umidade .	69 a 70
Figura 4.30: Imagens de grânulos típicos das amostras PD1 (a), com 19%, PD3 (b), com 13,5%, e PD4(c), com 21% de umidade .....	70

Figura 4.31: Aspecto das estruturas internas dos grânulos de PD1 (a), com 19%, PD3 (b), com 13,5%, e PD4 (c), com 21% de umidade .....	71
Figura 4.32: Distribuição de tamanho de grânulos nas formas diferencial e acumulada das amostras PD1 (a), com 3, PD7 (b), com 1, PD8 (c), com 10, PD9 (d), com 20 e PD13 (e), com 30 minutos de granulação .....	73 a 74
Figura 4.33: Imagens de grânulos típicos das amostras PD1 (a), com 3, PD7 (b), com 1, PD8 (c), com 10, PD9 (d), com 20 e PD13 (e), com 30 minutos de granulação .....	74 a 75
Figura 4.34: Aspecto das estruturas internas dos grânulos de PD1 (a), com 3, PD7 (b), com 1, PD8 (c), com 10, PD9 (d), com 20 e PD13 (e), com 30 minutos de granulação.....	75 a 76
Figura 4.35: Distribuição de tamanho de grânulos nas formas diferencial e acumulada das amostras PD1 (a), PD10 (b), granuladas por 3 minutos e PD9 (c), PD12 (d), granuladas por 20 minutos, respectivamente .....	79
Figura 4.36: Imagens de grânulos típicos das amostras PD1 (a), PD10 (b), granuladas por 3 minutos e PD9 (c), PD12 (d), granuladas por 20 minutos, respectivamente .....	80
Figura 4.37: Aspecto das estruturas internas dos grânulos de PD1 (a), PD10 (b), granuladas por 3 minutos e PD9 (c), PD12 (d), granuladas por 20 minutos, respectivamente .....	81

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Influência do tamanho das partículas primárias sobre algumas características importantes de pós granulados.....	15
Tabela 3.1: Parâmetros operacionais usados nos ensaios de granulação .....	33
Tabela 4.1: Combinações de potenciômetros que controlam o injetor de líquido e a taxa de injeção respectivamente a cada combinação.....	54
Tabela 4.2: Características dos pós granulados produzidos em cada experimento .....	59
Tabela 4.3: características dos granulados das amostras PD1 e PD2, com cargas de 100 e 50 g, respectivamente .....	61
Tabela 4.4: características dos granulados das amostras PD1 e PD5, com velocidades da hélice impelidora de 1779 RPM e 787 RPM, respectivamente .....	63
Tabela 4.5: características dos granulados das amostras PD1 e PD6, com velocidades da hélice impelidora de 10000 RPM e 7000 RPM, respectivamente .....	66
Tabela 4.6: características dos granulados das amostras PD1, PD3 e PD4, com 19%, 13,5% e 21% de umidade, respectivamente .....	68
Tabela 4.7: características dos granulados das amostras PD1, PD7, PD8, PD9 e PD13, granuladas por 3, 1, 10, 20 e 30 minutos, respectivamente .....	72
Tabela 4.8: características dos granulados das amostras PD1, PD10, granuladas por 3 minutos e PD9, PD12, granuladas por 20 minutos, respectivamente .....	78
Tabela 4.9: Índices de plasticidade da argila .....	81
Tabela 4.10: Densidades da argila antes e depois da granulação .....	82

## **RESUMO**

### **DESENVOLVIMENTO DE MÁQUINA GRANULADORA DE PÓS PARA PEQUENAS QUANTIDADES**

**Alcemir Gama de Oliveira**

25 de Julho de 2012

Orientador : Prof. Angelus Giuseppe Pereira da Silva, PhD Ciências Técnicas

Este trabalho descreve a construção de uma máquina para granulação de pós para pequenas quantidades, prestando-se ao trabalho em laboratório. A máquina baseia-se em modelo comercial dedicado ao processamento de maiores quantidades de material. A execução do trabalho se deu em três etapas: Montagem do equipamento; Testes do equipamento vazio; testes de granulação com investigação da influência de alguns parâmetros de processamento. Na construção do granulador, deu-se preferência à utilização de componentes facilmente encontrados no comércio. Destaca-se o uso de: vaso de granulação de dimensões reduzidas, hélice impelidoracom desenho exclusivo, máquina retificadora adaptada como cortadora de grânulos, um motor elétrico assíncrono trifásico com inversor de frequência para controle de sua velocidade, transformadores de tensão, fonte de alimentação CC e circuitos eletroeletrônicos de comutação e controle de tempo montados em placa de circuito impresso. O teste do equipamento vazio permitiu a aferição da velocidade da hélice impelidora e da lâmina cortadora e o volume de ligante injetado. Um teste de funcionamento de longa duração assegurou o funcionamento estável das partes do equipamento e de sua estrutura. Testes de granulação de argila, e mistura de argila e areia, com água como ligante, foram feitos para investigar o desempenho da máquina e as características dos grânulos produzidos, em função de parâmetros operacionais como tempo de granulação, umidade do pó, quantidade do pó, velocidade da hélice impelidora e velocidade da lâmina cortadora. Os grânulos foram caracterizados por distribuição de tamanho de grânulo, fluidez, densidade aparente, resistência mecânica e forma de grânulos. A granulação não ocorreu para a areia pura, enquanto os pós de argila e da mistura de areia e argila foram granulados. O tempo de granulação mostrou ser um parâmetro muito importante. Quanto mais longo este tempo, mais reprodutíveis são as características dos grânulos e mais estreita é a distribuição de tamanho de grânulo. A esfericidade dos grânulos também aumenta com o tempo. Contudo, o rendimento da máquina diminui para granulação mais longa. A quantidade de ligante deve ser ajustada, pois, se em excesso, diminui o rendimento, e em pequena quantidade dificulta a formação de grânulos.

## **ABSTRACT**

### **DEVELOPMENT OF A POWDER GRANULATOR MACHINE FOR SMALL POWDER VOLUMES**

**Alcemir Gama de Oliveira**

July, 25<sup>th</sup>, 2012

Supervisor: Prof. Angelus Giuseppe Pereira da Silva, PhD Ciências Técnicas

This work describes the development of a machine for granulation of small volumes of powders, suitable for lab scale. The machine is based on a commercial model that is dedicated to the processing of larger volumes. The work has three parts: the assembly of the machine, the testing of the machine, and the granulation tests with the investigation of processing parameters. Emphasis was given to the use components that are commercial. The parts are: stainless steel small granulation bowl, new designed main impeller, chopper adapted from a commercial driller, a three-phased asynchronous engine, a frequency-inverter for velocity control, a DC power source, electric voltage transformers and electric circuits for control. The testing of the machine allowed regulating the velocity of the main impeller and the chopper and the control of the binder volume injected in the powder. A long term working test demonstrated that the parts and the structure of the machine work satisfactorily. Granulation tests made with sand, clay and sand-clay mixture were used to investigate the characteristics of the granules. Granulation time, moisture, powder charge, impeller velocity, chopper velocity were the investigated processing parameters. Grain size distribution, flowability, apparent density, mechanical strength, and shape of the granules were measured. Pure sand did not form granules, but clay and the sand-clay mixture could be granulated. The granulation time is a very important parameter. It influences yield, granule size distribution width, sphericity and the reproducibility of the granules' characteristics. The binder amount must be adjusted, because in excess it decreases yield and in shortage it hinders the growth of the granules.

# SUMÁRIO

## Sumário

CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO .....	1
1.1- Introdução .....	1
1.2 – Objetivo Geral .....	2
1.3 - Objetivos Específicos.....	2
1.4 – Justificativa .....	2
CAPÍTULO 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1- Definições de Aglomeração e de Aglomerado de pó .....	3
2.2- Aplicações da Aglomeração .....	3
2.3 - Mecanismos de aglomeração.....	4
2.3.1-Formação de pontes sólidas entre as partículas.....	4
2.3.1.1- Sinterização .....	5
2.3.1.2- Fusão Parcial.....	5
2.3.1.3- Reação Química .....	5
2.3.1.4- Endurecimento de Ligantes.....	5
2.3.1.5- Recristalização .....	6
2.3.1.6- Deposição de Partículas Coloidais .....	6
2.3.2-Forças de Adesão e de Coesão .....	6
2.3.2.1- Ligantes Altamente Viscosos.....	6
2.3.2.2- Camadas de Adsorção.....	6
2.3.3-Tensão Superficial e Pressão Capilar .....	7
2.3.3.1- Pontes Líquidas.....	7
2.3.3.2- Pressão Capilar.....	8
2.3.4-Forças de Atração Entre Sólidos.....	8
2.3.4.1- Forças de Van-Der-Waals .....	8
2.3.4.2- Forças de Valência .....	8
2.3.4.3- Associação Não Valente.....	9
2.3.4.4- Atração Eletrostática .....	9
2.3.4.5- Atração Magnética.....	9
2.3.5-Forças de Bloqueio .....	9

2.4- Fatores que Influenciam os Mecanismos de Aglomeração .....	10
2.5 - Situações em que a aglomeração é indesejada.....	11
2.6- Características dos Grânulos .....	12
2.7- Técnicas de Aglomeração.....	15
2.7.1- <i>Spray Drying</i> (Secagem por <i>Spray</i> ): .....	15
2.7.2- Leito Fluidizado .....	17
2.7.3- <i>Tumble/Growth</i> (Aglomeração por cisalhamento).....	19
2.7.3.1- Aglomeração por baixo cisalhamento.....	19
2.7.3.2- Aglomeração por alto cisalhamento .....	20
CAPÍTULO 3 - METODOLOGIA .....	23
3.1- Montagem do Equipamento.....	24
3.1.1- estrutura .....	24
3.1.2- Sistema Impelidor, Vaso de Granulação e Seu Controle.....	24
3.1.3- Sistema Cortador e Seu Controle .....	25
3.1.4- Sistema Injetor de Ligante e Seu Controle.....	26
3.1.5- Sistema Comutador.....	27
3.1.6- Sistema de Alimentação Elétrica.....	27
3.2- Teste do Equipamento Vazio.....	28
3.2.1- Medição de velocidade de rotação do impelidor e do cortador.....	28
3.2.2- Medição de Temperatura de Operação .....	29
3.2.3- Nível de Vibração da Máquina .....	29
3.2.4- Teste de Estabilidade dos Dispositivos Fixados à Fuselagem. ....	30
3.2.5- Emissão de Ruídos .....	30
3.2.6- Ajuste do controle de Injeção de Ligante .....	31
3.3- Testes de Granulação.....	31
3.3.1- Materiais.....	32
3.3.1.1- Argila .....	32
3.3.1.2- Areia.....	32
3.3.1.3- Argila e Areia .....	32
3.3.1.4- Caracterização dos Materiais .....	32
3.3.2- Pré-Testes de Granulação .....	33
3.3.3- Testes de Granulação .....	33
3.3.4- Procedimentos para Execução de Ensaio de Granulação.....	34
3.3.5- Caracterização dos Grânulos.....	35
3.3.5.1- Rendimento da Granulação .....	36

3.3.5.2- Forma dos Grânulos.....	36
3.3.5.3- Fluidez .....	36
3.3.5.4- Distribuição de Tamanho de Grânulos .....	37
3.3.5.5- Resistência Mecânica .....	38
3.3.5.6- Densidade Aparente do Granulado.....	38
3.3.5.7- Densidade de grânulo .....	38
3.3.5.8- Observação da Estrutura Interna dos Grânulos .....	39
<b>CAPÍTULO 4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>40</b>
4.1- Montagem do Equipamento.....	40
4.1.1- Estrutura do Equipamento.....	40
4.1.2- Sistema Impelidor, Vaso de Granulação e Seu Controle.....	41
4.1.3- Sistema Cortador e Seu Controle .....	44
4.1.4- Sistema Injetor de Ligante e Seu Controle.....	44
4.1.5- Sistema de Comutação Injetor-Cortador.....	46
4.1.6- Sistema de Alimentação Elétrica.....	47
4.1.7- A Montagem Completa.....	49
4.2- Teste do Equipamento Vazio e Ajuste de Parâmetros.....	52
4.2.1- Ajuste de Velocidade da Hélice Impelidora.....	52
4.2.2- Ajuste de Velocidade da Lâmina Cortadora.....	53
4.2.3- Controle de Injeção do Líquido .....	54
4.2.4- Emissão de Ruídos .....	54
4.2.5- Estabilidade Mecânica .....	54
4.2.6- Vibração da Máquina .....	55
4.2.7- Temperatura de Funcionamento e Corrente Total .....	56
4.3- Ensaio de Granulação.....	56
4.3.1- Pré-Testes.....	57
4.3.1.1- Granulação de Pós Diferentes.....	57
4.3.1.2- Valores de Parâmetros Operacionais que Promovem Granulação.....	57
4.3.1.3- Movimento do Pó no Vaso de Granulação e Evolução da Aglomeração .....	58
4.3.2- Influência de Parâmetros Operacionais Sobre as Características dos Grânulos	59
4.3.2.1- Influência da Quantidade de Pó Sobre as Características do Granulado .....	63
4.3.2.2- Influência da Velocidade da Hélice Impelidora Sobre as Características do Granulado .....	65
4.3.2.3- Influência da Velocidade da Lâmina Cortadora Sobre as Características do Granulado .....	67

4.3.2.4- Influência da Quantidade de Ligante Sobre as Características do Granulado .....	70
4.3.2.5- Influência do Tempo de Granulação Sobre as Características do Granulado	73
4.3.2.6- A Reprodutibilidade das Características dos Grânulos nos Ensaios de Granulação. ....	78
4.3.3- Observações sobre a umidade e a densidade dos pós em granulação .....	81
CAPÍTULO 5 - CONCLUSÕES .....	85
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	87

## CAPÍTULO I

### INTRODUÇÃO

#### 1.1- Introdução

Inúmeras aplicações da tecnologia do pó exigem aglomeração das partículas antes da sua conformação. Por exemplo, a compactação de pós em matrizes, sem aglomeração, é dificultada pelo fato de que o pó tende a escoar pelo espaço entre o êmbolo e a parede da cavidade da matriz. As partículas que escoam para este espaço terminam por dificultar o movimento do êmbolo e desgastar tanto o êmbolo quanto a parede da matriz(Hervieu e Dehont, 1994).

A aglomeração, ou granulação, de pós é uma tendência natural, principalmente para partículas muito finas, porém, muitas vezes é indesejável. Várias são as aplicações em que a granulação é desejada. Nestes casos, tamanho e distribuição de tamanho de grânulos, forma dos grânulos, regularidade de forma, homogeneidade de composição e resistência mecânica dos grânulos são propriedades a serem observadas(Voigt e Fahr, 2000). A aglomeração de pós é utilizada em áreas tais como tecnologia cerâmica, metalurgia do pó, química, farmacêutica, alimentação, fertilizantes, engenharia ambiental, etc. Este trabalho não tratará da aplicação da granulação a nenhuma área específica.

As técnicas e equipamentos de aglomeração são conhecidos há muito tempo. A maioria das patentes já expirou. Os equipamentos de granulação seguem princípios semelhantes, apresentando ligeiras diferenças de projeto, muitas vezes apenas para se distinguirem um do outro, embora os fabricantes aleguem existir diferenças de eficiência. A maior parte dos equipamentos foi projetada para uso industrial, para granulação de grande quantidade de pós. Em escala de laboratório, a granulação de pós é uma necessidade, mas granuladores de laboratório para pequenas quantidades, na faixa de 50 a 200 g. de material, não são tão comuns.

A proposta do presente trabalho é criar um modelo de granulador de dimensões reduzidas para trabalho em escala de laboratório. Seus módulos de granulação

serão baseados em projeto existente comercialmente e seus módulos de controle serão montados a partir de dispositivos existentes no comércio nacional.

## **1.2 – Objetivo Geral**

O objetivo geral é a construção de um aglomerador de pós por cisalhamento para granulação de pequenas quantidades, sem preocupação com a obtenção de propriedades específicas de grânulos, mas com o ganho de conhecimento sobre o processo de granulação, o domínio da construção de suas partes e a influência de parâmetros operacionais sobre as características dos grânulos.

## **1.3 - Objetivos Específicos**

- Desenvolver módulo físico de granulação (cuba, impelidor e cortador) para pequenas quantidades.
- Integrar sistemas de automatização, potência e controle comerciais ao sistema de comando elaborado para a máquina.
- Efetuar testes de granulação com alguns pós no aparelho para levantar seu comportamento de operação.
- Caracterização de grânulos produzidos com a máquina para compreender a influência dos parâmetros operacionais e das partes constitutivas da máquina sobre estas características.

## **1.4 – Justificativa**

Em diversas áreas da técnica que envolvem o processamento de materiais finamente particulados, a aglomeração desempenha papel importante, seja para evitar defeitos estruturais no produto acabado, para facilitar o processamento das matérias primas, ou mesmo para preservar a saúde da força de trabalho. Em escala de laboratório, em que as matérias primas são trabalhadas em quantidades limitadas, há certa dificuldade de se encontrar equipamentos adequados. A construção de um equipamento voltado para essa finalidade é desejada.

## CAPÍTULO 2

### REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Este Capítulo reúne informações fundamentais sobre aglomeração de pós. Definições, aplicações, mecanismos de aglomeração, tecnologias de granulação e equipamentos utilizados são apresentados. Como a aglomeração é aplicada em numerosas áreas, e este trabalho tem a intensão de ser genérico, não serão apresentadas informações de qualquer área ou aplicação específica.

#### 2.1- Definições de Aglomeração e de Aglomerado de pó

Existem diversas definições de aglomeração. Cada uma delas diretamente relacionada à técnica empregada para sua execução. Este trabalho usará uma definição genérica.

Define-se como aglomeração de um pó a formação de ajuntamentos de partículas, resultante da adesão entre elas. Os aglomerados são os ajuntamentos das partículas. Aglomeração e granulação são termos equivalentes, assim como aglomerados e grânulos. Eles serão usados a partir de agora indistintamente.

#### 2.2- Aplicações da Aglomeração

A aglomeração de pós é empregada em muitas áreas da indústria. Em cada caso, tem-se um objetivo diferente, aplica-se uma técnica distinta de granulação e os grânulos possuem características distintas.

Medicamentos sólidos, comprimidos e pós, são misturas de ingredientes diferentes. A homogeneidade das misturas só pode ser garantida por granulação. Do contrário, a segregação natural dos componentes faria com que cada dose administrada tivesse composição diferente. Além do mais, a granulação permite que o tempo de absorção de substâncias ativas seja controlado. Manipulando o tempo que o aglomerado se desfaz no estômago do paciente, através do uso de diferentes ingredientes e de parâmetros de granulação, controla-se a taxa com que a substância ativa é disponibilizada para o organismo absorver.

Na área de nutrição humana e animal, muitos alimentos são fornecidos na forma granulada por ser mais atraente ou mais cômodo para quem consome. Os

fertilizantes são fornecidos granulados. Os minérios, como o minério de ferro, podem ser granulados, antes da etapa de extração. A granulação, às vezes, pode ser realizada apenas com a intenção de aumentar a densidade aparente do pó, diminuindo custos com embalagens (G. Nassetti, 1990).

Em muitas fábricas que trabalham com pós, a granulação é realizada para diminuir a quantidade de poeira em suspensão, como forma de melhorar a saúde da força de trabalho.

Na metalurgia do pó e na tecnologia cerâmica, a granulação de pós é necessária por alguns motivos destes comentados e por outros a serem mencionados a seguir. Pós granulados fluem com mais facilidade. Isso é desejável em diversas ocasiões. Nas etapas de carregamento e descarregamento dos pós, a melhor fluidez do pó acelera o transporte. A movimentação do pó promove segregação, que pode ser evitada pela sua granulação (A.C. Anders *et al.*, 1989 A). A maior fluidez também ajuda no preenchimento de matrizes de compactação, garantindo menores gradientes de densidade da peça (G. Nassetti, C. Palmonari, 1992). Como a granulação também aumenta a densidade aparente do pó, ela também permite a obtenção de corpos verdes mais densos (A.C. Anders *et al.*, 1989 B).

### **2.3 - Mecanismos de aglomeração**

Mecanismo de aglomeração é aquilo que causa a adesão entre partículas, que leva à formação dos aglomerados. Segundo Rumpf (1966 *apud* Pietsch, 2002), os mecanismos de aglomeração podem ser classificados em cinco grupos e vários subgrupos, como vistos a seguir:

#### **2.3.1- Formação de pontes sólidas entre as partículas**

Neste caso, as partículas são ligadas umas às outras por meio de um contato sólido que podem ser formado de diversas maneiras, tais como sinterização, fusão parcial, reação química, endurecimento de ligantes, recristalização e deposição de partículas coloidais.

### 2.3.1.1- Sinterização

Pode ocorrer por fase sólida ou por fase líquida, quando o material é aquecido. No primeiro caso, em temperaturas em torno de 2/3 do ponto de fusão, ocorre a difusão entre os átomos das partículas vizinhas. Isto forma um pescoço entre que as mantêm unidas. Em materiais vítreos, o pescoço se forma por fluxo viscoso. A Fig. 2.1(a) ilustra a formação de uma ponte sólida formada entre duas partículas por sinterização em fase sólida(Dittgen *et al.*, 1980). No caso da sinterização por fase líquida, uma das fases presentes no material se transforma em líquido. É este líquido que forma pontes entre partículas vizinhas. Quando o sistema é resfriado as pontes se solidificam. As Figs 2.1 (b,c,f) ilustram a aparência de pontes sólidas formadas por sinterização em fase líquida. As Figs. (b,c) ilustram casos em que há variação da quantidade de líquido formado. A Fig. 2.2(f) representa a união de diversas partículas por uma grande porção de líquido solidificado.

### 2.3.1.2- Fusão Parcial

Em situações em que as partículas do pó sofrem atrito, o calor gerado nos pontos de contato pode ser tal que produz a fusão de pequenas porções de material que são logo solidificados. Porém, antes disso, o líquido forma uma ponte entre as partículas, que solidifica, unindo-as. A Fig. 2.1(a) ilustra esta situação(Stricker, 1987).

### 2.3.1.3- Reação Química

A reação química entre diferentes materiais pode resultar em produtos sólidos formados no contatos entre as partículas. Esta situação ocorre somente em casos de materiais que reagem e em temperaturas que favoreçam a reação. Somente as partículas de reagentes que mantêm contato são unidas pelas pontes sólidas. A fig. 2.2(c) ilustra esta situação.

### 2.3.1.4- Endurecimento de Ligantes

Ligantes são substâncias diferentes daquelas do sistema de partículas que se deseja aglomerar que têm a função de promover a ligação entre as partículas. Os ligantes geralmente são adicionados de promover a aglomeração. Porém, é possível que estejam presentes como impureza.

Se estes ligantes forem adicionados em estado líquido, eles tendem a se espalhar pela superfície das partículas e formar pontes entre elas. Se endurecerem, as pontes se transformam em sólidas ligações entre as partículas. As Figs. 2.1(b,c,f) ilustram esta situação.

#### **2.3.1.5- Recristalização**

Pontes sólidas entre partículas também podem se formar pela cristalização de material a partir da saturação de soluções. Soluções líquidas adicionadas a pós podem se saturar seja que variação da temperatura, seja por sua evaporação. Se isso ocorrer, um sólido se cristalizará. Estes cristais poderão unir diferentes partículas ao formar pontes entre elas. As Figs. 2.1(c,f) ilustram esta situação.

#### **2.3.1.6- Deposição de Partículas Coloidais**

Se o líquido adicionado ao pó formar uma suspensão coloidal, as partículas desta suspensão se depositam preferencialmente nos pontos de contato entre as partículas primárias, se o líquido evaporar. A força de capilaridade do líquido em evaporação compacta as partículas coloidais, formando a ponte sólida. As Figs. 2.1 (c,f) ilustram esta situação.

### **2.3.2- Forças de Adesão e de Coesão**

Estes mecanismos operam quando existe algum ligante no material, seja adicionado ou naturalmente presente. São exemplos os ligantes de alta viscosidade e as camadas de adsorção.

#### **2.3.2.1- Ligantes Altamente Viscosos**

O ligante existente une partículas primárias. Se adesão entre o ligante e as partículas é boa, esta ligação é preservada. A coesão do ligante, ou seja a capacidade que tem o ligante de se manter íntegro, é responsável por manter o aglomerado, ao resistir às tensões que atuam no sentido de desfazê-lo. Aglomerados formados por este mecanismo são representados pelas Figs 2.1(b,c,f).

#### **2.3.2.2- Camadas de Adsorção**

Átomos e moléculas presentes na atmosfera podem formar uma camada adsorvida de poucos átomos de espessura. Quando diferentes partículas se tocam,

as camadas adsorvidas se interpenetram e as forças entre as moléculas das camadas podem exercer força de magnitude suficiente para deformar a área de contato das partículas. Este mecanismo é responsável pela aglomeração espontânea de partículas.

**2.3.3- Tensão Superficial e Pressão Capilar**

São exemplos deste mecanismo as pontes líquidas e a pressão capilar.

**2.3.3.1- Pontes Líquidas**

Este é o caso em que a aglomeração ocorre por via úmida, técnica comum usada na fabricação de pisos e revestimentos cerâmicos, em que água é usada como aglomerante. Contudo, esse mecanismo pode resultar de líquido condensado a partir de um vapor. Se a presença de líquido não é tanta que possa preencher os espaços entre as partículas, meniscos são formados. Estas são as pontes líquidas. Estas pontes mantêm as partículas unidas. Se o líquido evaporar, a força de atração cessa e outro mecanismo será responsável por manter o aglomerado. As Figs. 2.1(b,c) ilustram o caso.

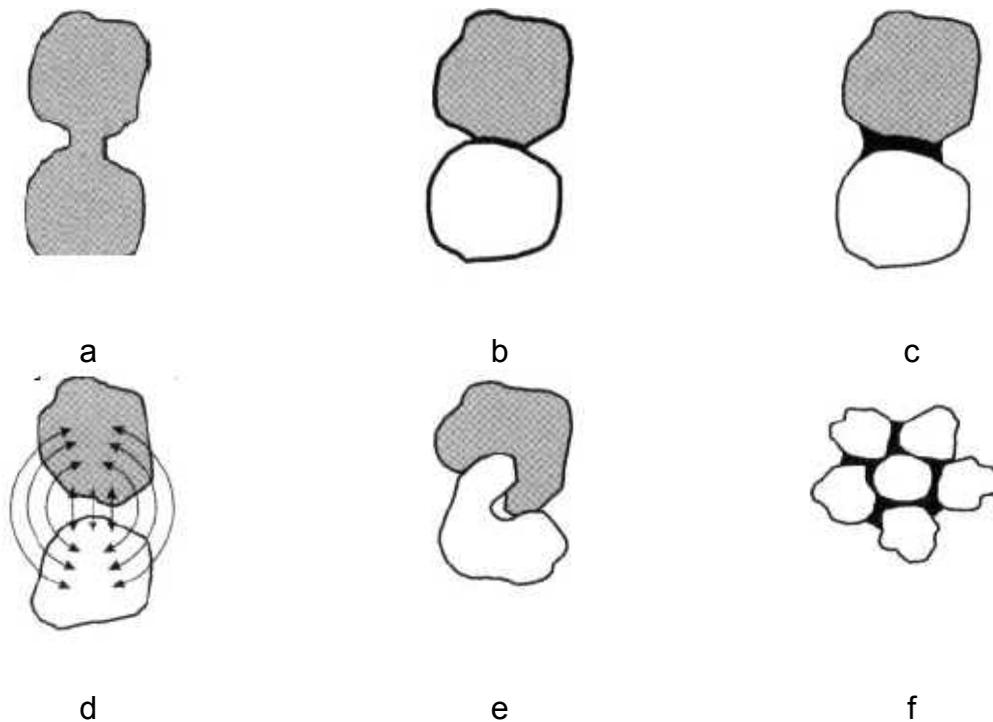


Figura 2.1: Representação dos diferentes tipos de mecanismos de aglomeração de partículas.

### 2.3.3.2- Pressão Capilar

Quando o volume de líquido é suficiente para inundar os espaços vazios entre as partículas, forma-se uma concavidade negativa na superfície do líquido. Ela é responsável pela formação de uma pressão negativa que mantém o conjunto de partículas sob compressão, formando o aglomerado. Como no caso anterior, se evaporado o líquido, cessa a compressão e outro mecanismo terá que manter o conjunto coeso. Geralmente, este mecanismo e o das pontes líquidas ocorrem simultaneamente. Por exemplo, se houver muito líquido no material, a pressão capilar predomina. Se o líquido for evaporando, a pressão capilar vai sendo substituída por pontes líquidas. A Fig. 2.1(f) ilustra este caso.

### 2.3.4- Forças de Atração Entre Sólidos.

Este mecanismo engloba os casos em que as forças de atração entre as partículas ocorrem por forças originadas entre as partículas ou entre as partículas e camadas a elas adsorvidas. São exemplos as forças eletrostáticas, de Van Der Waals, magnéticas, forças de valência e de não valência. Estas forças de curto alcance e de baixa intensidade. Sua intensidade é máxima nos pontos de contato entre as partículas, ou em pontos em que a proximidade das superfícies é maior. Por isso, estes mecanismos predominam para partículas finas. Geralmente são responsáveis por aglomeração indesejada. Estão genericamente representadas na Fig. 2.1(d).

#### 2.3.4.1- Forças de Van-Der-Waals

Na superfície das partículas, forças de curto alcance, oriundas de átomos e moléculas localizadas próximas à superfície exercem atração sobre outras moléculas e partículas ao redor. Estas são as forças de Van-Der-Waals.

#### 2.3.4.2- Forças de Valência

Quando uma partícula é fraturada, muitas ligações são rompidas. Imediatamente, novas ligações são formadas entre os átomos das novas superfícies e de sua vizinhança. Contudo, se a área da superfície de fratura é extensa, nem todas as ligações são restauradas, e as duas superfícies fraturadas podem voltar a se unir, forçando a aglomeração.

#### **2.3.4.3- Associação Não Valente**

Ocorre com o intermédio de algum aditivo orgânico ou água. Forças na superfície das partículas adsorvem compostos orgânicos e estes interagem com outros compostos adsorvidos sobre outras partículas. Outra variação é que os compostos adsorvidos interajam com moléculas de água e estas interajam com outros compostos adsorvidos sobre outras partículas.

#### **2.3.4.4- Atração Eletrostática**

Em materiais ligados ionicamente, cargas superficiais atraem outras partículas de superfície também polarizadas. O fornecimento de elétrons às superfícies de partículas também cria polarização capaz de exercer atração.

#### **2.3.4.5- Atração Magnética**

Caso limitado a materiais ferromagnéticos, os quais possuem polarização permanente de intensidade capaz de exercer atração para formar aglomerados.

#### **2.3.5- Forças de Bloqueio**

A Fig. 2.1(e) ilustra este caso. A ligação de bloqueio atua quando há contato entre partículas. Se as tensões nos pontos de contato forem altas o suficiente para promover deformação do material, o conjunto de contatos deformados promove o travamento das partículas, mantendo-as unidas. Este mecanismo é o responsável pela aglomeração promovida por forças de compactação. A força compressiva deforma os pontos de contato, geralmente formados nas rugosidades superficiais. As forças elásticas residuais existentes em cada contato pode impedir o movimento das partículas, mesmo quando a força externa é cessada. Em algumas ocasiões, as forças elásticas residuais não são capazes de causar o travamento e os aglomerado se desfaz tão logo a força de compactação externa é cessada. Pós de partículas esferoidais e pouco rugosas são difíceis de serem compactados devido ao número reduzido de contatos deformados (de forças residuais elásticas) e da geometria que não favorece o travamento das partículas.

## 2.4- Fatores que Influenciam os Mecanismos de Aglomeração

Alguns dos mecanismos de aglomeração de partículas apresentados acima são espontâneos, outros podem necessitar de ativação. Quando se deseja aumentar o tamanho das partículas um destes mecanismos deve ser corretamente selecionado. Porém, alguns efeitos indesejáveis de aglomeração podem surgir. Nestes casos, mecanismos de inibição devem ser previstos.

O tamanho das partículas é critério importante para a aglomeração. A superfície delas varia com a segunda potência do seu tamanho, enquanto seu volume varia com a terceira potência do tamanho das partículas. Assim, se o tamanho das partículas está na ordem dos picômetros ou dos nanômetros, haverá predominância das forças de adesão natural das partículas que estiverem em contato mútuo ou próximas entre si. Este fenômeno sempre causa a adesão de partículas muito finas de modo que aglomerados soltos são formados. O que pode ser desejável ou indesejável.

A tendência natural de adesão pode ser aumentada com a elevação da umidade do pó. A aplicação de força externa também pode contribuir para reforçar esta tendência. Dependendo da magnitude e da natureza desta força podem ocorrer: melhoria na estrutura (por cisalhamento e baixa ou média compressão) ou deformação plástica e ruptura frágil (devido à alta força externa). Forças externas em materiais de alta resistência são aplicáveis em face da baixa plasticidade. O efeito de forças externas pode ser amplificado pela elevação da temperatura do material. A aglomeração à quente é preferível para os materiais que contenham metais e para os minerais.

Nem sempre os mecanismos espontâneos de aglomeração são suficientes para promover o efeito desejado. Em casos assim, a solução é fortalecer os mecanismos espontâneos, ou viabilizar outro mecanismo. Neste último caso, o uso de ligantes é uma opção muito utilizada.

Ligantes são componentes adicionados antes ou durante a aglomeração para aumentar a força de adesão do particulado. Eles devem ser selecionados em

compatibilidade com a natureza do material sólido. Por exemplo, para aglomeração de produtos alimentícios ou farmacêuticos, os ligantes usados devem ser oficialmente aprovados por órgãos de saúde pública; os materiais utilizados para aglomerar pós metálicos destinados à recirculação em usinas siderúrgicas não podem conter enxofre; e assim, outras especificidades são observadas.

Os ligantes podem ser divididos em orgânicos ou inorgânicos. Uma vez aplicado no pó, eles podem formar na estrutura do aglomerado filmes, pontes ou matriz. As pontes são formadas nos pontos de contato entre as partículas. Água é o ligante mais usado.

Os ligantes do tipo matriz preenchem os espaços vazios, reduzindo drasticamente a porosidade da área superficial acessível. O cimento é um típico ligante que forma matriz. Água e outros líquidos podem atuar como matriz ligante de aglomerados saturados. No entanto, este mecanismo de ligação é temporário e tende a desaparecer durante a etapa de pós-tratamento, de modo que as superfícies se tornam acessíveis novamente pela abertura dos poros.

Lubrificantes reduzem o coeficiente de atrito entre as partículas de uma massa e isso resulta em alta densidade ou baixa porosidade do aglomerado. Em aglomeração sob pressão, eles reduzem o atrito entre o material a ser compactado e a ferramenta, gerando uma estrutura mais uniforme e menor variação da densidade. Facilitam o ato da ejeção da peça promovendo maior vida útil a esta. Contudo, os lubrificantes são, na maioria das vezes, contaminantes, por isso, é preferível usar aqueles que, em pequenas quantidades, são eficazes.

## **2.5 - Situações em que a aglomeração é indesejada**

Dentre os diversos mecanismos de aglomeração existentes, alguns são espontâneos e atuam continuamente, promovendo granulação de pós sem que se deseje. Isso modifica o comportamento do pó de forma indesejável. Por isso, em tais situações, a granulação deve ser evitada. Em certos casos, a natureza do material ou do pó favorece a ação de mecanismos de aglomeração, como segue:

- Para sólidos finamente divididos –Mecanismo: forças moleculares e elétricas e/ou camadas de adsorção.

- Para plásticos –Mecanismo: forças eletrostáticas.
- Para os minérios –Mecanismo: forças magnéticas.
- Para pós úmidos–Mecanismo: pontes líquidas e forças capilares, de fibras e interligadas.
- Para materiais com baixo ponto de fusão –Mecanismo: fusão parcial e solidificação

Quando o material com que se está trabalhando apresenta tais características e a granulação é indesejada, adotam-se algumas medidas de precaução para se evitar a aglomeração ou destruir os aglomerados formados tão logo quando são criados. Medidas possíveis são:

- Cubos de borracha ou bolas misturadas ao pó. A agitação do pó faz com que as esferas quebrem os aglomerados que se formem.
- Instalação de pincéis, jatos de ar ou ultrassom sob leitos de tela pelo qual o pó atravessa.
- Modificação da amplitude da tela de peneiras

## 2.6- Características dos Grânulos

Pós são aglomerados porque nesta forma exibem características atraentes em determinados contextos, como em seu processamento, por exemplo. Essas características são resultados de alguns parâmetros, ou propriedades. Em geral, os parâmetros mais importantes dos aglomerados são: tamanho e distribuição de tamanho dos grânulos, forma dos grânulos, homogeneidade dos grânulos, fluidez, resistência mecânica dos grânulos, densidade dos grânulos e do pó granulado, compacidade do pó granulado e porosidade dos grânulos. Algumas destas propriedades estão relacionadas.

- **Forma dos grânulos:** depende da técnica de granulação utilizada. Grânulos produzidos por pastilhamento apresentam formato irregular, enquanto que aqueles formados por cisalhamento são mais arredondados. Por tombamento (cisalhamento), é possível aumentar a esferoidicidade dos grânulos. Grãos mais esferoidais apresentam maior fluidez.
- **Tamanho e distribuição de tamanho de grânulos:** Podem ser controlados pelos parâmetros do processo de granulação. Grânulos maiores estão

relacionados à maior densidade aparente do pó granulado. Distribuição de tamanho de grânulos mais larga também. Isso é importante se o objetivo da granulação é diminuir o volume específico dos pós por motivo de diminuir custos com embalagem e armazenagem.

- **Homogeneidade dos grânulos:** Caso o pó seja formado por pós diferentes, é importante que a composição global do pó seja reproduzida nos grânulos. Isto é importante para evitar segregação dos componentes devido à movimentação do material.
- **Fluidez do granulado:** Esta propriedade é importante no manejo do pó. Quanto maior a fluidez, mais fácil e rápida é a movimentação do pó e mais homogêneos são os corpos prensados feitos com esse granulado. A forma esférica dos grânulos e o maior tamanho médio dos grânulos também aumentam a fluidez.
- **Porosidade dos grânulos:** A maioria dos mecanismos de formação de aglomerados não consegue fazer com que os grânulos sejam completamente densos. Sendo assim, os grânulos apresentam uma porosidade interna. Os poros podem ser classificados em dois grupos: abertos e fechados. Poros fechados são aqueles que não têm comunicação com a superfície do grânulo. Abertos são aqueles que se comunicam com a superfície. A Figura 2.2 exibe os dois tipos. Se o poro aberto possui no mínimo duas comunicações com a superfície, ele é dito penetrante. Os poros abertos fazem os aglomerados serem permeáveis a fluidos. O minério de ferro, por exemplo, deve ser granulado e ter poros abertos para facilitar o contato do material com o gás que fará a redução química do minério.
- **Densidade dos grânulos e do granulado:** A razão entre a massa de uma determinada quantidade de pó granulado e o volume que ela ocupa é denominada densidade aparente do granulado. Esta é uma propriedade importante para dimensionamento de embalagens e de determinação de custos de armazenagem e de embalagens. A densidade aparente também é influenciada pelo tamanho, distribuição de tamanho e forma dos grânulos. A densidade do grânulo é determinada pela distribuição de tamanho das partículas primárias do pó, pelo mecanismo de granulação e pelos parâmetros do processo de granulação.

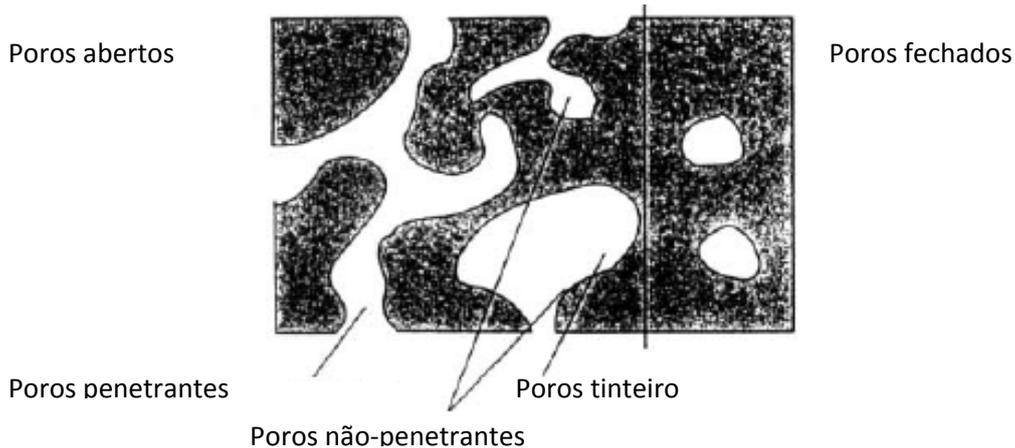


Fig. 2.2 - Esquema de representação dos diferentes tipos de poros(adaptado de Pietsch, 2002).

- **Resistência mecânica:** O mecanismo de aglomeração é o principal determinante da resistência do grânulo. Além disso, o tamanho de partícula também influencia. Quanto menor o tamanho da partícula, maior é o número de contato entre as partículas. A resistência mecânica que os grânulos devem ter depende do uso que se dará a ele. Ela deve ser tal que resista às tensões características de seu manuseio. Contudo, devem romper quando tensões maiores foram aplicadas. Por exemplo, durante a compactação dos pós em matrizes, os grânulos devem ser destruídos para aumentar a densidade do corpo. Assim, a resistência mecânica deve ser inferior à pressão de compactação empregada. Teoricamente, a resistência mecânica dos grânulos é representada pela sua resistência à tração. Entretanto, este é um ensaio difícil de realizar em grânulos tão pequenos e em um grande número deles. Assim, outros testes são aplicados. Em geral, os ensaios de resistência não são padronizados e são planejados de acordo com a aplicação ou o processamento que será empregado no granulado. Um teste típico de resistência é feito deixando que uma certa quantidade de grânulos caia de uma dada altura um número pré-determinado de vezes. O pó é peneirado e a massa da fração de grânulos menor do que certo tamanho representa a resistência. Quanto maior a fração de grânulos abaixo deste tamanho característico, menor é a resistência dos grânulos.
- **Compacidade:** É a medida da capacidade que tem um pó de aumentar sua densidade ao ser compactado. A compacidade de um pó depende de sua densidade aparente, da densidade dos grânulos e da resistência mecânica dos grânulos. Quanto menor sua densidade aparente e granular, maior é o volume de

espaço vazio que será ocupado quando o pó for compactado. Quanto menor a resistência mecânica dos grânulos, menor será a pressão que aumentará a densidade devido ao colapso dos grânulos.

A Tabela 2.1 resume como varia algumas características de pós em função do tamanho médio de suas partículas primárias.

Tabela 2.1 - Influência do tamanho das partículas primárias sobre algumas características importantes de pós granulados(adaptado de Pietsch, 2002).

Características do pó	Com a Redução do tamanho da partícula primária
Densidade (espaço de preenchimento)	Decresce
Facilidade de mistura	Decresce
Tendência de segregação	Decresce
Fluidez	Decresce
Tendência de aglomeração indesejada	Aumenta
Perdas por poeira	Aumenta
Comportamento de ignição e explosividade	Aumenta

## 2.7- Técnicas de Aglomeração

A lista de técnicas de aglomeração é extensa. Nesta seção, algumas delas serão apresentadas. Aquelas que fazem uso de pressão e/ou temperatura, como sinterização e pastilhamento, não serão tratadas porque fogem muito ao escopo deste trabalho.

### 2.7.1- *Spray Drying* (Secagem por *Spray*):

O processo consiste em produzir pó granulado a partir de uma solução saturada, ou de uma suspensão contendo as partículas que se deseja aglomerar. A solução ou suspensão é bombeada e injetada em uma câmara vertical na forma de *spray*. Este *spray*, injetado de cima para baixo, penetra na câmara aquecida e o líquido da solução ou suspensão é evaporado. No primeiro caso, a solução torna-se supersaturada e o sólido é precipitado ou cristalizado, na forma de um aglomerado. No segundo caso, as partículas da suspensão são aproximadas por pressão capilar e também formam um aglomerado. Os aglomerados caem no fundo do recipiente,

para depois sofrerem secagem completa e seleção por tamanho. Um exemplo de aplicação desta técnica é na produção de leite em pó. Características desta técnica são:

- a) A alimentação (solução ou suspensão) deve ser bombeável e dispersível em gotas.
- b) O tamanho das partículas é limitado a 1 mm de diâmetro ou menos.
- c) O sistema prevê recuperação e/ou reciclagem de grandes agregados oriundos de adesão descontrolada.
- d) O processo é passível de operação contínua e automação em grande escala.

A Figura 2.3 mostra a imagem de um granulador *spray dryer*, exibindo as diversas partes do equipamento completo, desde o bombeamento da solução/suspensão, até o peneiramento do produto granulado, seco. A Figura 2.4 ilustra a forma e tamanho típico de granulados produzidos por *spray drying*.

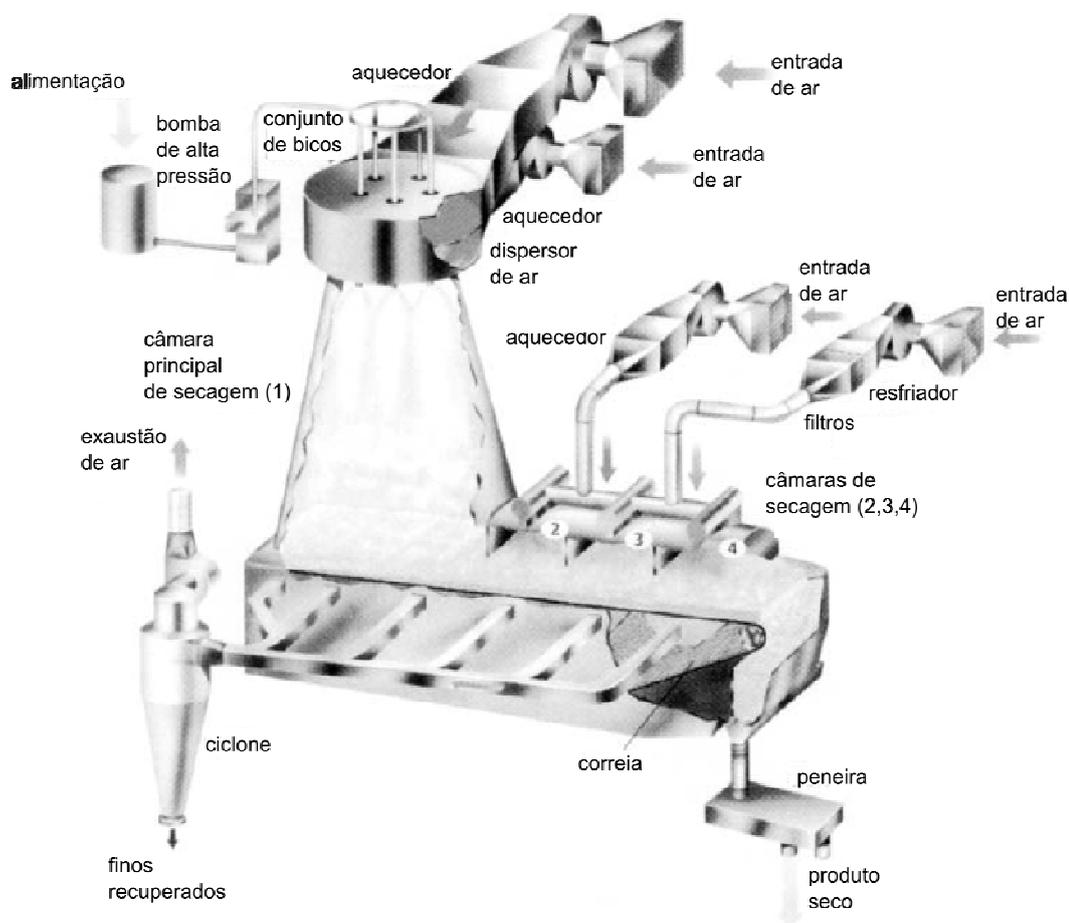


Figura 2.3: Diagrama esquemático do granulador tipo *spray dryer* (adaptado de Pietsch, 2002).

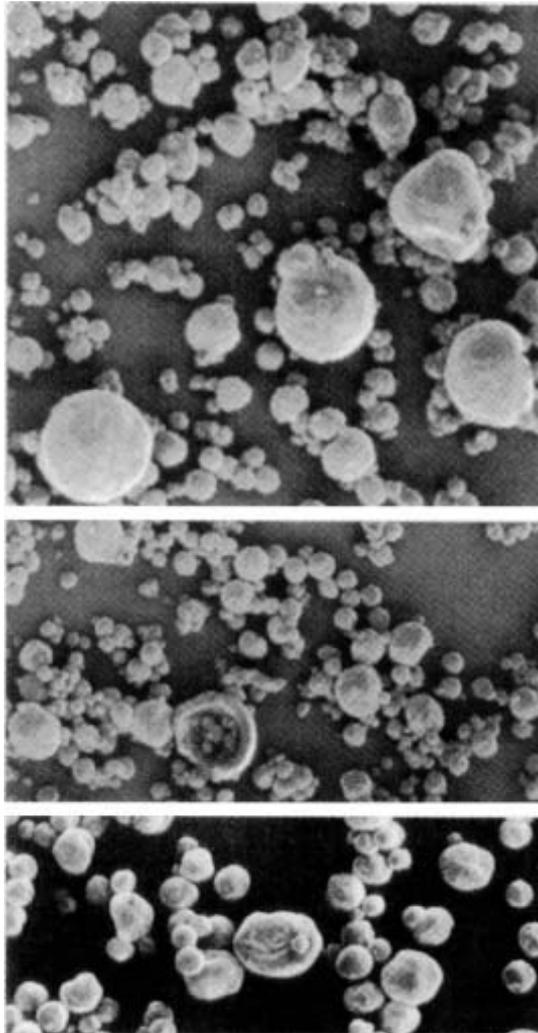


Figura 2.4: Formas e tamanhos típicos de grânulos formados por spray drying de soluções ou emulsões (Pietsch, 2002).

### 2.7.2- Leito Fluidizado

Neste, uma camada de pó seco é colocada dentro de um recipiente, sobre uma placa perfurada. Ar é soprado por baixo da placa e passa pelos orifícios dela, formando pequenos jatos de ar que incidem sob a camada de pó. Dependendo da pressão de ar, diversas situações são possíveis para a camada de pó, como ilustrado na Figura 2.5. O caso ideal é aquele da fluidização suave. Um *spray* de líquido incide sobre a parte superior da camada fluidizada, como ilustra a figura 2.6.

As gotículas de ligante colidem seguidamente contra as partículas do leito fluidizado, formando aglomerados que crescem com a incorporação de novas partículas. A pressão capilar exercida pelo líquido aproxima as partículas umas das outras, dando resistência ao aglomerado (Neumerkelet *al.*, 1999). Aglomerados formados assim são menos resistentes e menos densos do que aqueles formados por aglomeração por cisalhamento.

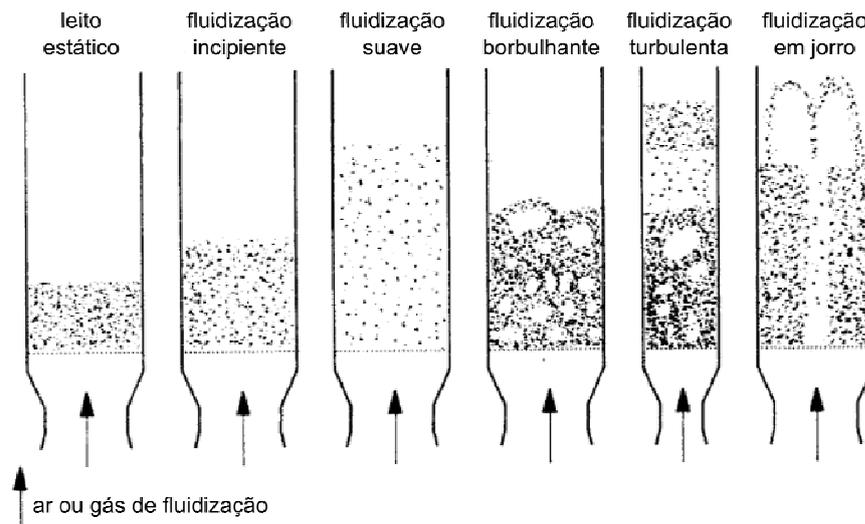


Figura 2.5: Tipos de fluidização de pó dependendo da pressão de gás (adaptado de Pietsch, 2002).



Figura 2.6: *Spray* de líquido ligante incidindo sobre uma camada de pó fluidizado (Pietsch, 2002).

### **2.7.3- *Tumble/Growth* (Aglomeração por cisalhamento)**

É uma técnica em que as partículas, misturadas a um agente ligante, são submetidas a movimento turbulento (estocástico), dentro de qualquer ambiente que possa ser adaptado como aglomerador. O ligante pode ser previamente misturado ao pó, ou ser aspergido sobre ele durante a agitação.

Partículas e ligantes formam núcleos de aglomerados (nucleação) que podem crescer com a incorporação de outras partículas que colidam com os núcleos (crescimento). Nos aglomerados, as partículas assumem posições tais que maximizem a força de atração entre elas. Caso a força de atração entre essas partículas seja inferior às forças envolvidas na colisão, os aglomerados podem se partir, ou deformar pelo deslocamento de partículas para posições mais estáveis. No primeiro caso, os fragmentos poderão crescer, gerando novos aglomerados. No segundo caso, tem-se a formação e crescimento de aglomerados estáveis (Leuenberger, 1982).

As taxas de nucleação e de crescimento de aglomerados dependem da distribuição de tamanho das partículas, do tipo e da quantidade de ligante e dos parâmetros de aglomeração, principalmente, da força de cisalhamento (agitação) empregada. A força de cisalhamento é a responsável pela fragmentação de aglomerados pouco resistentes e pelo estabelecimento de um limite superior para o tamanho do aglomerado. Quanto mais intensa é a agitação, mais densos são os aglomerados obtidos. A aglomeração por cisalhamento pode ser classificada segundo a intensidade da agitação empregada em duas categorias: baixo e alto cisalhamento.

#### **2.7.3.1- Aglomeração por baixo cisalhamento**

A aglomeração por baixo cisalhamento é feita geralmente em misturadores adaptados. Geralmente são tambores cilíndricos ou cônicos que giram em torno de seu eixo, alinhado horizontalmente ou inclinadamente. Podem ainda ser discos inclinados que giram em torno de seu eixo. O pó descreve movimentos típicos. Ele acompanha o giro do dispositivo, até atingir certa altura, para então cair para um nível inferior, repetindo o movimento. Líquido ligante pode ser aspergido a meia altura da cascata de pó, enquanto a alimentação deste é feita pouco abaixo deste

ponto. Defletores e outros artifícios podem ser empregados para intensificar a agitação do pó. Os aglomerados grandes formados podem ser selecionados e retirados de dentro do tambor ou do disco. As Figuras 2.7(a,b) ilustram casos de aglomeradores de baixo cisalhamento.

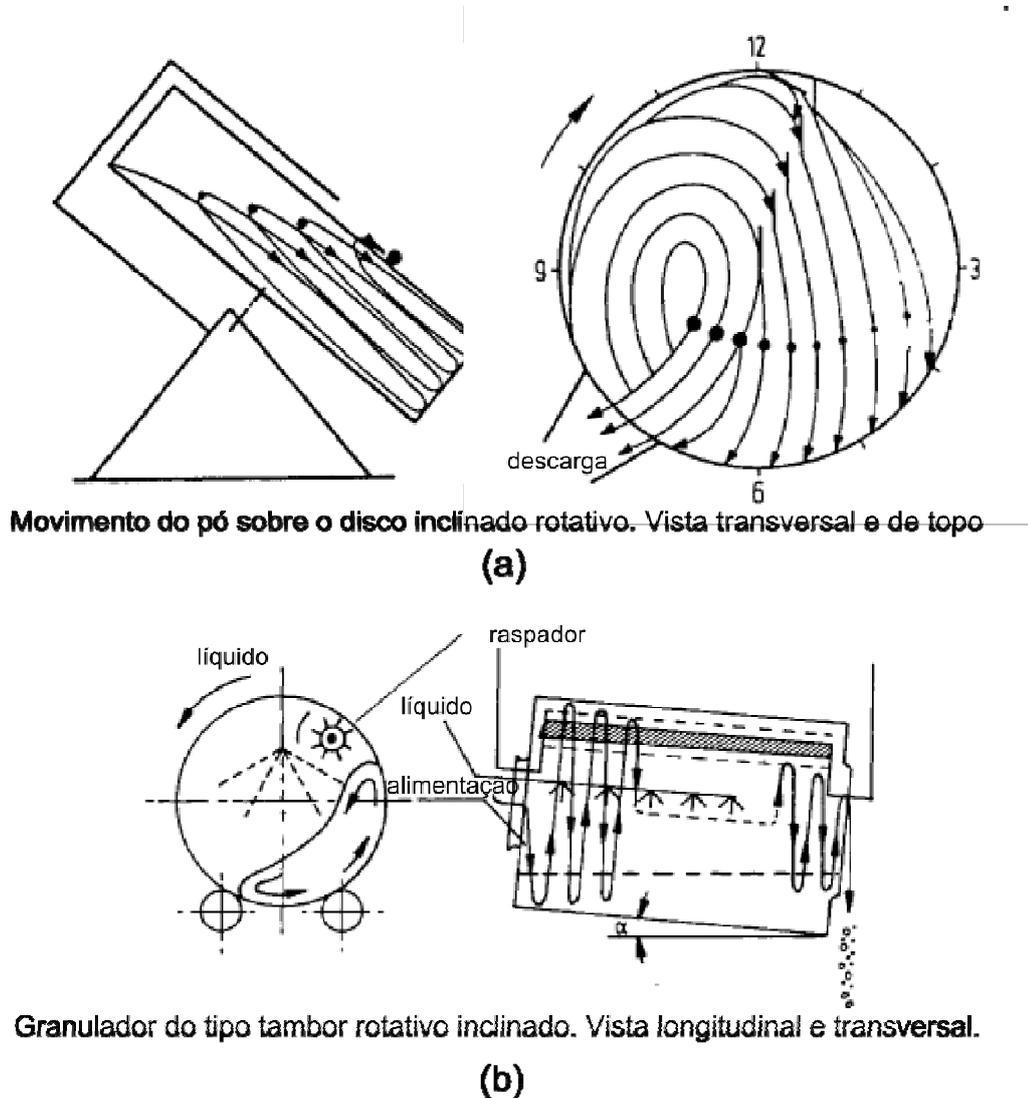


Figura 2.7: Diagrama esquemático de aglomeradores de baixo cisalhamento dos tipos disco rotativo (a) e tambor rotativo (b) (adaptado de Pietsch, 2002).

### 2.7.3.2- Aglomeração por alto cisalhamento

Existem muitos modelos de equipamentos que fazem este tipo de aglomeração. Dois tipos bastante comuns são aqueles do tipo tambor estático, com impelidores rotativos, e do tipo tambor rotativo, com impelidores rotativos. Os impelidores movem-se em alta velocidade para promover agitação vigorosa do pó.

Existem muitos modelos distintos. A Figura 2.8 (a) mostra o esquema de um aglomerador de tambor rotativo horizontal e a Figura 2.8 (b) mostra uma fotografia dos impelidores com aspersores integrados.

A Figura 2.9 (a) mostra uma fotografia de um aglomerador do tipo tambor vertical estático com impelidores e raspadores móveis. Os raspadores servem para evitar que crostas de partículas com líquido se formem nas paredes do tambor. O movimento dos impelidores é tal que todo o tambor é percorrido, não restando pontos cegos de pó no interior do tambor, como mostra a Figura 2.9 (b). Em algumas ocasiões, lâminas cortadoras que giram em alta velocidade são instaladas vertical ou horizontalmente, descrevendo movimento rotativo, como as lâminas de um aparelho liquidificador doméstico. Essas lâminas giram intermitentemente e têm a função de cortar aglomerados de maior tamanho, aumentando o número de pequenos aglomerados a crescer.

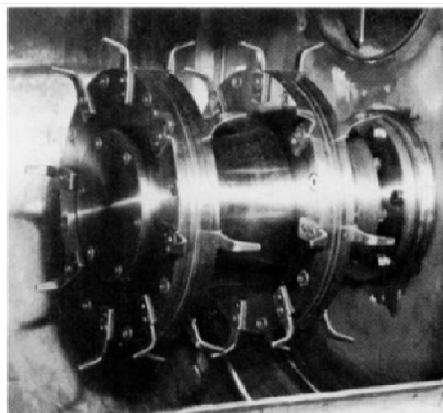
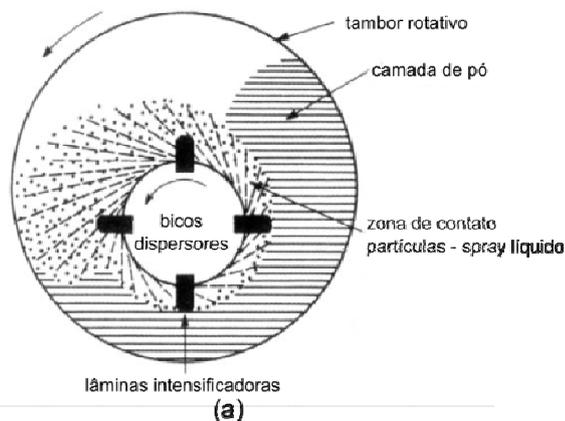


Figura 2.8: Esquema de tambor e impelidores rotativos (a) e impelidores com as lâminas e bicos de injeção de líquido (b) (adaptado de Pietsch, 2002).

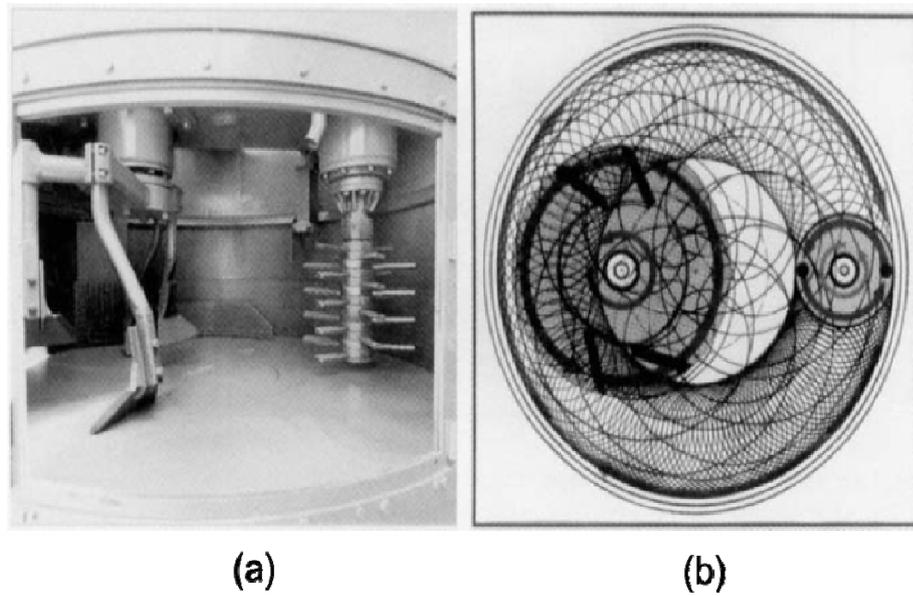


Figura 2.9: Interior do tambor com impelidor e raspadores (a) e área coberta pelo movimento deles pelo tambor (b) (Pietsch, 2002).

**CAPÍTULO 3**  
**METODOLOGIA**

A execução do trabalho pode ser dividida em três etapas, que são: montagem do equipamento, teste do equipamento vazio, e testes de granulação. O fluxograma mostrado na Fig. 3.1 ilustra a sequência de execução do trabalho.

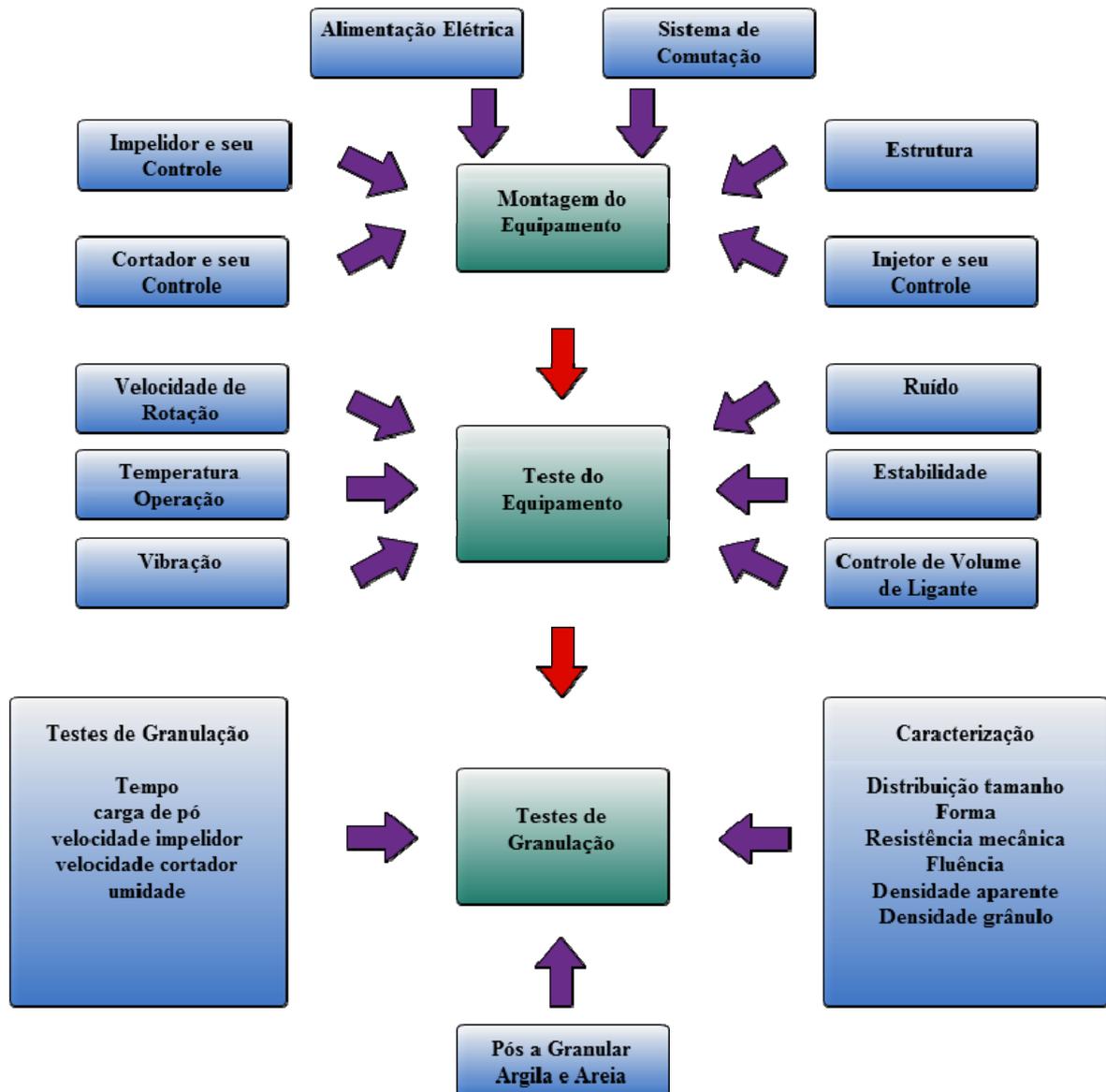


Figura 3.1: Fluxograma de execução do trabalho

### 3.1- Montagem do Equipamento

O equipamento é o conjunto de sistema. Sistema é um conjunto de peças com função determinada. Os sistemas são: estrutura, sistema impelidor, sistema cortador e sistema injetor de ligante, com seus respectivos controladores, sistema comutador e o sistema de alimentação elétrica.

#### 3.1.1- estrutura

É formada por um bloco de madeira com 200 mm de aresta e 30 mm de espessura sobre qual todas as outras partes são montadas, por hastes metálicas de aço carbono em forma de U, vara metálica roscada  $\frac{1}{4}$  de polegada, um disco metálico de 150 mm de diâmetro externo e 130 mm de diâmetro de furo central, sobre o qual o vaso de granulação é montado, e a fuselagem é feita de uma chapa de aço inoxidável de 1 mm de espessura. A estrutura tem a função de conter as partes e de servir de base para as demais bases.

#### 3.1.2- Sistema Impelidor, Vaso de Granulação e Seu Controle

O sistema impelidor é constituído de hélice impelidora, motor elétrico, acoplamento entre motor e hélice, inversor de frequência, jarro de inox e tampa de Tecnil.

O jarro de granulação foi construído a partir de fervedor de líquidos da marca TRAMONTINA de 120 mm de diâmetro, com capacidade para 1,4L. A tampa do jarro foi construída em TECNIL usinado. Um visor de acrílico foi inserido na tampa de TECNIL.

A hélice impelidora foi construída em aço inoxidável a partir de uma folha de 0,3 mm de espessura. Seu desenho foi desenvolvido especificamente para este equipamento. Conectado à hélice há um eixo de aço inox 316 com 33 mm de comprimento. Este eixo se conectará ao sistema de acoplamento que liga a hélice ao motor elétrico.

O sistema de acoplamento entre a hélice impelidora e o motor elétrico que a faz girar é constituído de dois segmentos. Um está fixo no fundo do jarro de granulação. O outro está fixo ao eixo do motor. Ambos se acoplam por encaixe. Este

acoplamento foi adaptado daquele existente em aparelhos liquidificadores domésticos.

O motor elétrico foi escolhido observando critérios tais como tamanho reduzido, torque suficiente, facilidade de controle de velocidade e robustez. Para tanto, optou-se por um modelo trifásico do fabricante IBRAM Ind. E Com. Ltda, com potência de 1/3 HP (0,33 KW), carcaça 63, rotação nominal de 1780 RPM, tensão nominal de 220V, frequência nominal de 60Hz, proteção IP 54 e classe de isolamento F.

O inversor de frequência modelo CFP 075 fabricado pela PROVOLT foi escolhido para controlar a velocidade do motor que impulsiona a hélice impelidora. Ele é compatível com o motor. Possui alimentação monofásica de 220V e saída trifásica de 220V. A Fig. 3.2 exibe uma imagem do modelo.



Figura 3.2: Vista superior do inversor de frequência CFP 075.

### 3.1.3- Sistema Cortador e Seu Controle

O sistema cortador, ou *chopper*, tem a função, como próprio nome indica, de cortar os grânulos que são criados pelo sistema impelidor de pós. Este corte controla a distribuição de tamanho de grânulos, ao limitar seu tamanho máximo, e aumenta a

resistência mecânica dos grânulos. O cortador é composto por um motor elétrico de alta velocidade e de uma hélice de duas pétalas.

O motor elétrico de alta velocidade foi adaptado de uma micro retífica MALLORY. Ele possui controle próprio de rotação que varia entre 300 e 35.000 RPM. É alimentada por 127 VAC. A hélice de duas pétalas foi adaptada de um turbo misturador doméstico. Ligada à hélice, há um eixo de inox que se conecta à tampa do jarro granulador e ao motor.

### **3.1.4- Sistema Injetor de Ligante e Seu Controle**

O sistema injetor de ligante, feito aqui para água, consiste das seguintes partes: bico nebulizador, recipiente de armazenamento e conduto de líquido, que formam o circuito de líquido; e sistema acionador de líquido, composto de solenoide, haste de transmissão e circuito eletrônico de controle.

O reservatório de líquido ligante é uma seringa plástica hipodérmica descartável de 25 ml de capacidade. O conduto de líquido que conduz a água da seringa ao bico injetor é uma mangueira fina de plástico com 2,7 mm de diâmetro externo. O bico nebulizador é um bico utilizado por aparelhos de nebulização manuais.

Para acionamento mecânico do bico nebulizador usa-se uma haste metálica que funciona como alavanca. A haste está ligada a um solenoide que é utilizado originalmente como acionador de motor de partida em automóveis. Quando acionado, o solenoide move a haste, que aciona o bico nebulizador, criando uma névoa de ligante dentro do jarro de granulação.

O controle da taxa de injeção de ligante é feito controlando-se a taxa de acionamento do solenoide. Para tal, desenvolveu-se um circuito eletrônico temporizador para determinar os intervalos de tempo entre acionamentos seguidos do solenoide. O circuito eletrônico foi construído com as seguintes peças: um CI 555 (circuito integrado 555), quatro resistores carbono (1k $\Omega$ , (2)10 k $\Omega$  e 220  $\Omega$ ) encapsulados por filme metálico, dois Potenciômetros simples de 100K $\Omega$ , um capacitor eletrolítico de 10  $\mu$ F, dois diodos 1N4007, um transistor TIP 42C, um relé RT 1-1230 e Conector 8 bornes para PCI (placa de circuito impresso).

### 3.1.5- Sistema Comutador

Este sistema não fora inicialmente previsto, porém, no decorrer da execução, verificou-se que poderia surgir a necessidade de controlar a ativação sequencial dos sistemas injetor de ligante e cortador de grânulos. Este sistema comutador permite que o controle destes sistemas possa ser manual ou automático. No segundo caso, os sistemas funcionam alternadamente e o circuito permite controlar o tempo de funcionamento de cada sistema. Este circuito proporciona o controle através do pulso de onda quadrada exibido no pino 3 de um CI 555. Os componentes do circuito são: um CI 555 (circuito integrado 555), cinco resistores carbono ((2)1k $\Omega$ , (2)2k7 $\Omega$ , 470  $\Omega$ ) encapsulados por filme metálico, um potenciômetro simples de 5 K $\Omega$ , um potenciômetro duplo de 50 K $\Omega$ , um capacitor eletrolítico de 1000  $\mu$ F 16V, três diodos 1N4007, um transistor TIP 42C, um relé DPDT 628 12V 15 A com dois contatos reversíveis e um conector 8 bornes para PCI (placa de circuito impresso).

### 3.1.6- Sistema de Alimentação Elétrica

A alimentação do sistema é de 220 V monofásico, feita através de um cabo de força de 25 mm<sup>2</sup> reforçado, com um *plug* de tomada 2P+T padrão brasileiro em uma extremidade, e na outra extremidade um terminal tipo fêmea que faz conjunto com um *plug* de tomada embutido na fuselagem da máquina. A proteção contra surtos de corrente é feita por um fusível de vidro de 20 A, em cada fase, alojados em seus respectivos porta-fusível. Foi usado um interruptor bipolar duplo de 30 A como botão de controle liga-desliga geral para habilitar eletricamente a máquina. Um transformador com primário 220V e secundário 127V alimenta todas as cargas de 127V.

O sistema de controle de injeção de líquido é alimentado por uma bateria selada 7AH. Para recarregar a bateria, um circuito eletrônico foi desenvolvido para trabalhar em regime de flutuação (recarrega enquanto trabalha ou em repouso até o nível máximo de tensão admitido pela bateria), composto por dois diodos 1N3006, um resistor 15R 20 W, dois conectores 3 bornes para PCI, um transformador com primário 220/127V e secundário 18-18V/1. O transformador é ligado diretamente na rede de energia elétrica 220 V, somente interceptado pelo fusível de proteção. Isto

faz com que a bateria seja recarregada tão logo a máquina seja conectada à rede elétrica, sem que seja necessário ligar o botão geral.

### **3.2- Teste do Equipamento Vazio**

Após a montagem do equipamento, alguns testes e ajustes foram feitos, mesmo com o equipamento sem carga, com o objetivo de completar a configuração e para verificar se o funcionamento ocorria conforme a previsão. Os testes foram: criar uma escala de velocidade para o impelidor principal, criar uma escala de velocidade para o cortador, criar escala para controle de injeção de ligante, medição de temperatura de operação, medição de nível de ruído gerado pelo equipamento em operação, vibração mecânica do equipamento em funcionamento.

#### **3.2.1- Medição de velocidade de rotação do impelidor e do cortador**

A velocidade de rotação da hélice impelidora e da lâmina cortadora são parâmetros operacionais que devem ser conhecidos e controlados. Estas velocidades correspondem àquelas de seus respectivos motores. A velocidade do motor que impele a hélice é controlada pelo inversor de frequência. A variação da frequência do inversor altera a velocidade do motor através da variação da velocidade do campo girante do estator. Esta é chamada de velocidade síncrona que se relaciona em proporção direta com a frequência e inversa com a quantidade de polos do motor (Nascimento Junior, 2007). Por isso, ao variar a frequência no inversor, varia-se a velocidade do motor associado a ele. Assim, tornou-se imperativa a determinação da relação entre a frequência do sinal exibido na saída trifásica do inversor e a velocidade desenvolvida no eixo do motor.

A velocidade da lâmina cortadora é controlada pela própria micro retífica que a impele. Em ambos os casos, deve-se produzir uma escala de velocidades em RPM, já que o inversor de frequência fornece valores de frequência e a micro retífica não possui escala de velocidade.

A medição de velocidades foi feita por um tacômetro mecânico analógico que registra velocidades de 40 a 50.000 RPM em 3 escalas de intervalos múltiplos de 1, 10 e 100 vezes. A Figura 3.3 exibe uma imagem do instrumento. Para medir a

velocidade, basta conectar o tacômetro diretamente ao eixo dos respectivos motores.

Para determinar a relação entre velocidade de rotação e frequência do inversor, o motor foi colocado a girar com diferentes frequências e a velocidade correspondente àquela frequência foi medida. Produziu-se desta forma uma curva RPM x Frequência. Esta curva foi usada para elaboração de uma escala de velocidades. Para o caso da micro retífica, o botão que regula sua velocidade de rotação foi ajustado em diferentes posições de uma escala própria que varia entre 1 e 6 e a velocidade de giro correspondente foi medida com o tacômetro, de modo a se produzir uma escala de velocidades.

### **3.2.2- Medição de Temperatura de Operação**

A parte que mais gera calor no equipamento é o motor trifásico que impele a hélice. A temperatura de sua carcaça, próxima ao enrolamento do estator foi medida por um termopar do tipo K que equipa um multímetro. A temperatura máxima atingida em um tempo de funcionamento de 3 horas foi registrada.

### **3.2.3- Nível de Vibração da Máquina**

Consistiu de observar se a máquina vibrava nitidamente ao se variar a velocidade de rotação dos motores, a ponto de provocar algum deslocamento.



Figura 3.3: tacômetro analógico usado para determinação de escalas de velocidade de rotação da hélice impelidora e da lâmina cortadora.

#### **3.2.4- Teste de Estabilidade dos Dispositivos Fixados à Fuselagem.**

Este foi outro teste visual. Ele tem por objetivo verificar se a vibração da máquina em funcionamento é suficiente para forçar alguma parte fixada à fuselagem a ponto de causar folgas ou ruídos.

#### **3.2.5- Emissão de Ruídos**

A emissão de ruído pela máquina em funcionamento foi determinado por um decibelímetro DL -4020 TYPE II IEC 651, escala  $L_0 = 30 - 100$  dB /  $H_i = 60 - 130$  dB de curva de tempo de resposta A e C, FAST/SLOW (rápido-lenta). O aparelho é mostrado na Figura 3.4. O equipamento foi devidamente calibrado e a medição foi realizada em ambiente de baixo ruído para evitar outras fontes de ruído que pudessem distorcer o valor medido.



Figura 3.4: Decibelímetro DL 4020 usado para medição de ruído.

### 3.2.6- Ajuste do controle de Injeção de Ligante

O ligante é injetado no vaso de granulação por pulsos, gerados pelo sistema de controle sobre o solenoide. O volume de ligante injetado em um dado intervalo de tempo pelo sistema injetor é controlado por dois parâmetros: o volume de líquido injetado por pulso e o número de pulsos naquele dado tempo, que é determinado pela frequência de pulsação. O controle de ambos os parâmetros é feito por dois potenciômetros pertencentes ao circuito eletrônico de controle de volume de líquido. Escalas foram feitas em ambos os potenciômetros.

Os potenciômetros foram ajustados em diferentes combinações de valores e os volumes de líquido injetados em cada combinação foram determinados. Desta maneira uma correlação entre valores das escala dos potenciômetros e taxa de injeção de líquido foi determinada.

### 3.3- Testes de Granulação

O objetivo dos testes de granulação foi verificar se o equipamento era capaz de granular pós e o perfil de granulação destes pós, assim como este perfil de granulação depende de alguns parâmetros de granulação. Os materiais granulados foram selecionados por serem de fácil obtenção, de poderem ser granulados com água como ligante, em princípio, e porque são usados como matéria prima para fabricação de produtos que envolvem a granulação como uma das etapas de seu processamento. Entretanto, não foi objetivo destes testes obter perfis de granulação que fossem comparáveis àqueles necessários para quaisquer aplicações envolvendo estes materiais ou qualquer outro.

### **3.3.1- Materiais**

Argila vermelha e areia foram usadas como materiais a serem granulados. Estes materiais são descritos a seguir.

#### **3.3.1.1- Argila**

A argila utilizada foi adquirida em loja de material de construção, fornecida pela empresa ARGIMAX, em sacos de 20kg. O material foi submetido a peneiramento com peneira de 42Mesh (45 ABNT), correspondente à abertura de 355  $\mu\text{m}$ . A fração passante foi utilizada.

#### **3.3.1.2- Areia**

A areia foi adquirida em jazida da região. Ela passou apenas pela seleção de tamanho por peneiramento. A fração passante em peneira de 42Mesh (45 ABNT), correspondente à abertura de 355  $\mu\text{m}$ , foi utilizada.

#### **3.3.1.3- Argila e Areia**

A mistura de argila e areia foi preparada com a pesagem de ambos os componentes, já na fração de tamanho definitiva, em partes iguais, seguida pela mistura em moinho de bolas rotativo por 90 minutos de agitação. Poucas esferas cerâmicas foram adicionadas para evitar a moagem do material.

#### **3.3.1.4- Caracterização dos Materiais**

A argila teve sua umidade e índices de plasticidade determinados. A umidade contida na argila foi determinada por diferença de peso entre uma amostra recém-extraída do saco e outra retirada de estufa em 168°C por 24 horas.

Os índices de plasticidade foram determinados conforme a norma NBR 7180-84. A densidade foi determinada seguindo a norma NBR 6508-84. A densidade batida da argila foi determinada preenchendo-se totalmente um recipiente de volume conhecido com o pó que foi vibrado para aumentar sua compactação. A densidade batida é a razão entre a massa do pó e o volume do recipiente.

### 3.3.2- Pré-Testes de Granulação

Como o comportamento de granulação da máquina era inicialmente desconhecido, testes iniciais, denominados pré-testes, foram realizados com o intuito de selecionar faixas de valores de parâmetros operacionais que fossem adequados à granulação. Desta maneira, intervalos de valores de tempo de granulação, umidade, carga de pó, velocidade de rotação de impelidor e de cortador foram selecionados para serem explorados nos testes principais.

### 3.3.3- Testes de Granulação

Os pré-testes revelaram que a areia pura não era granulada pela máquina usando água como ligante. Revelaram ainda que a mistura de areia e argila tinha comportamento de granulação muito parecido com aquele da argila pura. Para evitar repetição de experimentos, apenas a argila pura passou a ser usada nos ensaios principais de granulação.

A Tabela 3.1 resume os parâmetros usados nos testes de granulação. Cada teste de granulação é usado para investigar a influência de, no mínimo, um parâmetro de granulação. Os seguintes parâmetros operacionais foram explorados nos testes de granulação da argila pura:

- Tempo de granulação: Os tempos de 1, 3, 10, 20 e 30 minutos de granulação foram utilizados.
- Quantidade de pó: Quantidades de 50 e 100 g de argila foram utilizadas.
- Velocidade do impelidor: Velocidades de 787 e 1779 RPM foram utilizadas.
- Velocidade do cortador: Velocidades de 7000 e 10000 RPM foram utilizadas.
- Quantidade de ligante: a quantidade de ligante é identificada pela percentagem de água presente na mistura argila + água a ser granulada. Foram utilizadas quantidades de 13,5; 19,0 e 21,0% de água.
- Reprodutibilidade: Este teste consiste em verificar se, repetido o ensaio de granulação com os mesmos parâmetros, as características dos granulados produzidos se repetem. Dois conjuntos de dois experimentos foram utilizados para avaliar a capacidade que tem a máquina de reproduzir resultados de granulação.

### 3.3.4- Procedimentos para Execução de Ensaio de Granulação

Os seguintes passos devem ser seguidos para realizar uma granulação com o equipamento:

- a) Conectar a máquina à rede de energia elétrica (220 V/ 60 Hz) através de tomada de força compatível com o plug do cabo de força. Neste momento inicia-se a recarga flutuante da bateria.

Tabela 3.1: Parâmetros operacionais usados nos ensaios de granulação.

Índice	Quantidade de Pó (g)	Velocidade do Impelidor (RPM)	Velocidade do Cortador (RPM)	Tempo de Granulação (min.)	Quantidade de Ligante (%)	Tipo de Experimento	
PD1	100	1779	10000	3	19,0	TG, QP, VI, VC, QL, RP	
PD2	50					QP	
PD3	100	787	7000	1	19,0	QL	
PD4						QL	
PD5		VI					
PD6		VC					
PD7		TG					
PD8		TG					
PD9	1779	10000	10000	20	19,0	TG, RP	
PD10						RP	
PD12						RP	
PD13						3	RP
						20	TG

TG: tempo de granulação; QP: quantidade de pó; VI: velocidade do impelidor; VC: velocidade do cortador; QL: quantidade de líquido; RP: reprodutibilidade

- b) Comutar o botão liga geral da posição "0" para a posição "1". Neste momento o cooler passa a funcionar.
- c) Conectar o cordão de força do motor que move a lâmina cortadora à tomada de tensão disponível na fuselagem da máquina.
- d) Abrir o compartimento de carga de granulação (vaso), retirando as duas porcas tipo borboleta e sacar a tampa, retirando-a dos prisioneiros.
- e) Carregar o vaso de granulação com a quantidade de pó definida para o teste. Caso haja necessidade, o vaso pode ser removido do seu assento na máquina.

- f) Montar o vaso no assento com a tampa, fixando-a com as porcas borboletas. Apenas encostar para não atrapalhar a rotação do motor. Observar se o acoplamento está encaixado devidamente.
- g) Carregar o reservatório (seringa esterilizável) com a quantidade de ligante definida de acordo com a quantidade de pó à granular.
- h) Posicionar o mecanismo de injeção de ligante na tampa da máquina. Isto é feito ao se inserir as extremidades do conduto no orifício da seringa e do bico nebulizador.
- i) Selecionar a quantidade e a velocidade de aplicação do líquido ligante, ajustando os potenciômetros de controle de injeção.
- j) Ligar o motor do impelidor principal através da tecla I/O do inversor de frequência.
- k) Selecionar e/ou ajustar a velocidade do impelidor principal através da IHM do inversor de frequência, conforme tabela de relação frequência X velocidade.
- l) Selecionar o modo de operação, manual ou automático, através da chave apropriada para esta função. Se em modo manual, atuar diretamente nas chaves habilitadoras do injetor de líquido (esquerda) ou do cortador (direita). Se em modo automático, o funcionamento destas cargas se dará, intermitentemente, iniciando pelo injetor, com duração de operação definida pelos ajustes feitos através dos potenciômetros destinados a esta função.
- m) Monitorar o tempo de granulação e efetuar o desligamento quando findar o tempo determinado, pois a máquina não está equipada com temporizador de desligamento, devendo estas ações serem executadas pelo operador.

### **3.3.5- Caracterização dos Grânulos**

Após os ensaios de granulação, as seguintes características dos grânulos e da operação de granulação são determinadas: rendimento da granulação, forma dos grânulos, fluidez, distribuição de tamanho de grânulos, resistência mecânica, densidade aparente do granulado, densidade do grânulo e observação da estrutura interna do grânulo.

Após a operação de granulação, o pó é classificado em duas partes: a fração granulada e a fração não granulada. Apenas a fração granulada é submetida à caracterização.

Após a realização do experimento PD13, o teor de umidade das frações granulada e não granulada foi determinado medindo-se a massa de amostras retiradas destas frações antes e depois de aquecimento em 110°C por 24 horas. O objetivo era saber se a umidade distribuiu-se igualmente pelo pó durante a granulação.

#### 3.3.5.1- Rendimento da Granulação

Nem todo o pó colocado no jarro de granulação é granulado. Uma parte deposita-se sobre as paredes do jarro e em seu fundo, formando uma crosta. O rendimento da granulação é definido com a percentagem em massa do pó colocado no jarro que é granulada, que é determinado pela relação (1), em que  $m_g$  e  $m_i$  são as massas da fração granulada e inicial, respectivamente.

$$R\% = \frac{m_g}{m_i} 100 \quad (1)$$

#### 3.3.5.2- Forma dos Grânulos

A forma dos grânulos foi determinada por observação direta dos grânulos sob estéreo-microscópio.

#### 3.3.5.3- Fluidez

A fluidez foi determinada pela vazão do pó granulado através da abertura de um funil de plástico. A operação consiste em selecionar uma amostra de massa 10g na fração granulada e verter no funil com a extremidade fechada. Em seguida, a extremidade é aberta, permitindo a saída dos grânulos, e o tempo necessário para o esvaziamento do funil é medido por um cronômetro. A razão entre a massa, em gramas, e o tempo de vazão, em segundos, é a fluidez, conforme a relação (2). Este processo é repetido três vezes e o valor médio é adotado. Se ocorrer travamento de grãos, interrompendo o fluxo, o funil é vibrado com a mão para produzir a continuidade do fluxo. A Fig. 3.5 ilustra as dimensões do funil usado. A superfície do

funil que faz contato com os grânulos tem baixa rugosidade, típica de superfícies produzidas por moldagem por injeção de polímeros.

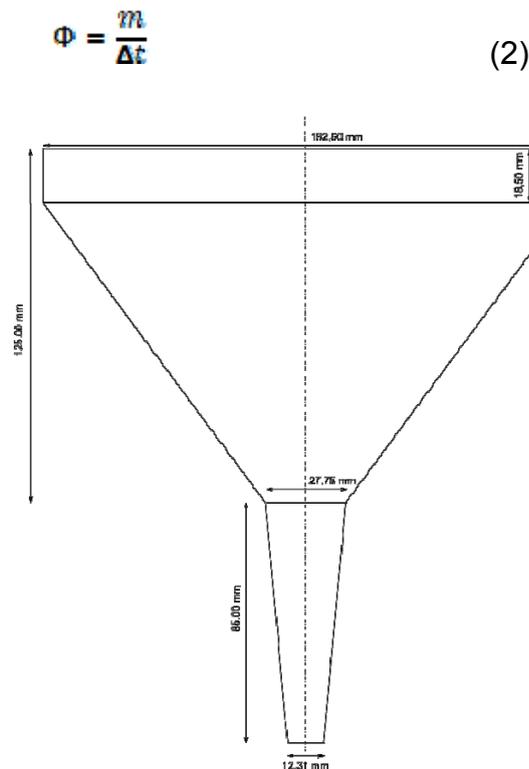


Figura 3.5: Dimensões do funil usado na medição de fluidez.

### 3.3.5.4- Distribuição de Tamanho de Grânulos

A distribuição de tamanho dos grânulos foi determinada com o uso de uma cascata de onze peneiras com as seguintes aberturas de malha, em  $\mu\text{m}$ , na ordem, de cima para baixo: 6300, 4750, 2360, 2000, 850, 425, 355, 250, 150, 75 e 0 (o fundo).

Toda a fração granulada é pesada e colocada sobre a malha da peneira do topo da cascata, a de abertura 6300  $\mu\text{m}$ . Em seguida, a cascata é colocada a vibrar por um minuto. Em seguida, a massa dos grânulos retidos em cada peneira e no fundo foi medida e a porcentagem destas massas em relação à massa total é calculada. A distribuição de tamanho é o conjunto destes valores e pode ser representada graficamente por um histograma.

### 3.3.5.5- Resistência Mecânica

A resistência mecânica de um pó granuloso talvez seja sua propriedade mais importante. Neste trabalho, a resistência mecânica é representada pela resistência que os grânulos têm ao choque.

A determinação da resistência mecânica tem início com a separação e pesagem da fração de grânulos maiores do que 850  $\mu\text{m}$  (fração de todo o pó granuloso retida na peneira com esta abertura). Essa fração dos grânulos é elevada a uma altura de 0,8 m e deixada cair sobre um anteparo rígido. Depois, os grânulos são recolhidos e colocados novamente sobre a malha da peneira de 850  $\mu\text{m}$ . A percentagem da massa que passou pela malha, em relação à massa inicial representa a resistência mecânica à colisão, como mostra a relação (3), em que  $m_p$  é a massa passante na peneira e  $m_i$  é a massa inicial. Quanto maior a massa passante, maior terá sido o número de grânulos que quebraram devido à colisão. Portanto, menor a resistência do pó granuloso.

$$RM\% = \frac{m_p}{m_i} 100 \quad (3)$$

### 3.3.5.6- Densidade Aparente do Granulado

Esta medição consiste em colocar uma amostra do pó granuloso em um recipiente de volume conhecido, até encher o recipiente por completo. A densidade aparente é a razão entre a massa dos grânulos e o volume do recipiente.

### 3.3.5.7- Densidade de grânulo

A densidade de um grânulo é a razão entre sua massa e seu volume. Para realizar esta medida, de cada experimento, três grânulos foram selecionados que aparentavam ser os mais esféricos. O exame da esfericidade do grânulo consistiu na observação com o estereomicroscópio e a observação da rotação do grânulo sobre uma superfície plana e rígida. Quanto mais regular o movimento, mais esférico é o grânulo. Em seguida, o diâmetro de cada um dos três grânulos é determinado com um micrômetro e sua massa é medida em uma balança de precisão. A densidade média dos três grânulos e o desvio padrão das medidas individuais foram calculados.

### **3.3.5.8- Observação da Estrutura Interna dos Grânulos**

Um grânulo de cada experimento foi selecionado e fraturado. A superfície de fratura foi observada sob um estéreo-microscópio. Procura-se observar a presença de poros e de heterogeneidades na estrutura dos grânulos.

## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este Capítulo exhibe e discute os resultados obtidos no estudo na mesma ordem apresentada no Capítulo anterior, de Metodologia: Os resultados na montagem do equipamento, do teste do equipamento vazio e de ajuste de parâmetros e dos testes funcionais.

#### 4.1- Montagem do Equipamento

##### 4.1.1- Estrutura do Equipamento

A estrutura da máquina é composta de bloco de madeira, haste em U, varas rosqueadas, disco metálico vazado e fuselagem de aço inox. A Fig. 4.1 exhibe estas partes, exceto a fuselagem, fixadas. O bloco de madeira é a base de todas as outras peças. Todas as partes, direta ou indiretamente, são ligadas a ele. As vibrações geradas pelas partes móveis do equipamento chegam ao bloco de madeira e este causa seu amortecimento parcial. A haste em U serve de base para a instalação do motor trifásico e as varas rosqueadas servem de suporte para a fixação do disco metálico vazado. Este disco serve de assento para o jarro de granulação. Na Fig. 4.1, o motor trifásico e o jarro e sua tampa estão fixados em seus respectivos lugares.



Figura 4.1- Base de madeira ao qual são fixados a haste em U, as varas rosqueadas, o disco metálico e a fuselagem da máquina.

A Fig. 4.2 exibe a fuselagem de inox do equipamento. A fuselagem serve para conter e isolar as partes do equipamento, protegendo-as do contato e da poeira. Serve ainda como sustentação de dispositivos de comando, como *knobs* de pontenciômetros, de *leds* e da interface do inversor de potência, dos *plugs* de alimentação elétrica e do ventilador. A fuselagem é fixada à estrutura através de parafusos e rebites.



Figura 4.2: Fuselagem, de aço inox do equipamento, mostrando dispositivos de comando e ventilador fixados a ela.

#### 4.1.2- Sistema Impelidor, Vaso de Granulação e Seu Controle

A Fig. 4.3 exibe o jarro de granulação de inox já pronto para ser usado e sua tampa de TECNIL. Em sua preparação, o jarro original foi cortado para ter sua altura diminuída; sua alça foi retirada e recolocada em posição invertida e seu fundo foi vazado para fixação de uma das partes do acoplamento. A tampa possui um rebaixo para facilitar seu encaixe ao jarro, dois furos para fixação às varas rosqueadas, um visor de acrílico com furo para fixação do bico nebulizador e outro furo arredondado para fixação do sistema cortador.

O sistema impelidor é composto de hélice e seu eixo, sistema de acoplamento da hélice e do motor; o motor trifásico e seu controle de velocidade. A hélice impelidora é mostrada na Fig. 4.4. Ela foi desenhada com cinco pétalas largas para propiciar maior contato com os aglomerados em formação e que estes rolassem

sobre as pétalas, e também para dificultar que os grânulos caíssem para a região abaixo da hélice, onde permaneceriam sem mais participar do processo de aglomeração. O eixo da hélice é fixado em seu centro por ponto de solda. O comprimento do eixo é tal que faz a parte inferior das pétalas girarem rentes ao fundo do vaso de granulação, reduzindo o volume “morto” desta região.



a



b

Figura 4.3: Jarro de granulação com alça invertida e acoplamento fixado no fundo (a). Tampa de TECNIL com rebaixo de encaixe, visor de acrílico e furo para fixação de sistema cortador (b).



Figura 4.4: Hélice impelidora de inox e cinco pétalas com eixo central.

O sistema de acoplamento entre a hélice e o motor é constituído de duas partes. Uma delas é fixada ao fundo do jarro de granulação. É nesta parte que o eixo da hélice se prende. A outra parte é fixada ao eixo do motor trifásico. As duas partes se acoplam por encaixe macho-fêmea. Os eixos da hélice e do motor se prendem às partes do acoplamento por meio de parafusos. A Fig. 4.5 exibem ambas as partes do acoplamento, presas ao fundo do vaso de granulação e ao eixo do motor trifásico.



a



b

Figura 4.5: Acoplamento macho fixado no fundo do jarro de granulação (a); e acoplamento fêmea preso ao eixo do motor (b). Os dois acoplamentos se encaixam. O motor trifásico é visto assentado sobre a haste em U.

O controle de velocidade do motor trifásico é feito por meio de inversor de frequência. O comando de variação de frequência é realizada em interface homem-máquina fixada na fuselagem do equipamento. A interface possui, além de botões de incremento e decremento da frequência, um visor que exibe o valor da frequência. A Fig. 4.6 exibe o inversor de frequência fixado ao bloco de madeira e a interface de comando, fixada à fuselagem.



a



b

Figura 4.6: Inversor de frequência para controle de velocidade do motor trifásico fixado ao bloco de madeira (a); e interface para fixação da frequência do inversor fixada à fuselagem (b).

#### 4.1.3- Sistema Cortador e Seu Controle

O sistema cortador é formado pela lâmina cortadora e seu eixo e de seu motor. A Fig. 4.7(a) mostra a lâmina cortadora. Trata-se de uma lâmina com duas pétalas com gumes nas laterais opostas, ligadas por um eixo. Este eixo está conectado à micro retífica que serve como seu motor. Ambos são fixados verticalmente à tampa de TECNIL do vaso granulador. A lâmina gira dentro do vaso a uma distância de 70mm da superfície inferior da tampa do vaso. O controle de velocidade do motor da retífica é feito por um controle existente no corpo das própria máquina. A Fig. 4.7(b) exhibe a micro retífica fixada à tampa de TECNIL.



a



b

Figura 4.7: Lâmina cortadora presa à tampa de TECNIL do vaso de granulação (a). Motor da lâmina cortadora fixada na parte superior da tampa de TECNIL.

#### 4.1.4- Sistema Injetor de Ligante e Seu Controle

Este sistema é constituído de seringa reservatório, conduto, bico nebulizador, solenoide e haste metálica acionadora e sistema de controle. A Fig. 4.8(a) exhibe a seringa reservatório, o bico nebulizador e o conduto que leva o ligante da seringa ao bico.

O bico nebulizador, quando pressionado, cria uma névoa de finas gotas. Ele é alimentado por um furo em sua parte superior e o bico de onde parte a névoa é posicionado dentro do vaso granulador, de modo a que a névoa seja direcionada para baixo. O bico está fixado no visor de acrílico. O acionamento do bico nebulizador é feito por uma haste horizontal que pressiona o bico para baixo.

A Fig. 4.8(b) exhibe o bico nebulizador fixo à tampa. A haste acionadora horizontal é presa à direita a uma haste presa à parte superior da fuselagem por um parafuso que permite sua rotação ao ser acionada. À esquerda, a haste horizontal está presa por parafuso a outra haste que passa por um buraco na fuselagem e está conectada ao eixo do solenoide. Quando o solenoide é acionado, seu eixo se move para baixo, puxando a haste presa a ela. Este movimento puxa para baixo também a haste horizontal. Este movimento comprime o bico nebulizador e produz a névoa. O retorno do bico nebulizador à posição original é feito pela ação de uma mola presa à tampa de TECNIL, em uma extremidade, e à haste horizontal, na outra extremidade. Ao retornar à posição de origem, o bico é alimentado automaticamente com mais ligante, tornando desnecessária a ação humana de apertar a seringa.



a



b

Figura 4.8: Seringa reservatório de ligante, conduto e bico nebulizador (a). Bico fixado à tampa do vaso e haste acionadora do bico (b).

O sistema de controle de taxa de injeção de ligante é constituído de um circuito eletrônico que controla a frequência e intensidade dos impulsos do solenoide. O solenoide é está fixado verticalmente a uma haste metálica em U, presa ao bloco de madeira. Seu eixo está ligado à haste vertical que se conecta à haste acionadora horizontal. Ver Fig. 4.9(a). O circuito eletrônico que comanda a frequência de atuação do solenoide é mostrado na Fig. 4.9(b).

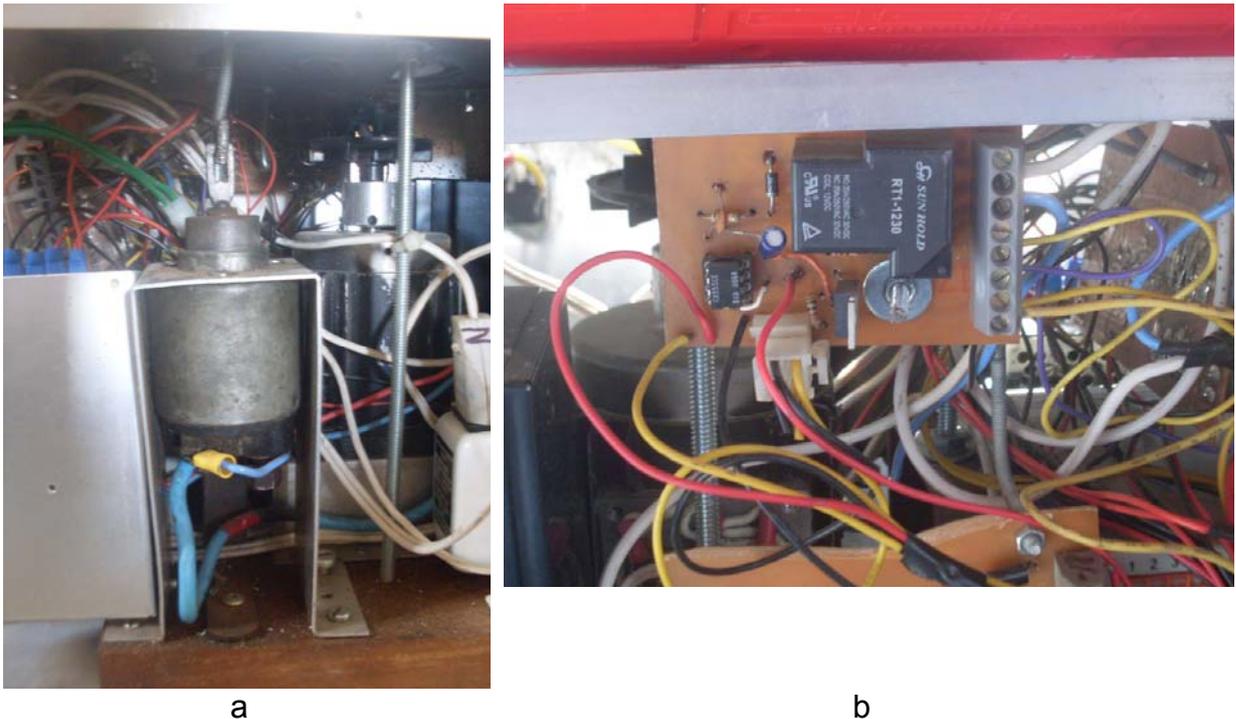


Figura 4.9: Solenoide acionador do bico nebulizador (a); e circuito eletrônico que controla a frequência de acionamento do solenoide (b). Este acionamento injeta ligante no vaso de granulação.

#### 4.1.5- Sistema de Comutação Injetor-Cortador

A atuação dos sistemas cortador e injetor de ligante nem sempre deve ser simultânea. Dependendo, do caso, estes sistemas devem atuar alternadamente. Um sistema comutador foi implantado que tem a função de controlar a atuação entre a injeção de ligante e o acionamento da lâmina cortadora. O sistema comutador permite o controle manual e automático. O controle manual consiste em permitir ao operador da máquina escolher qual sistema deseja acionar, se um deles, ambos ou nenhum, e por quanto tempo. O controle automático faz com que os sistemas injetor e cortador atuem alternadamente, sem a intervenção do operador. Cabe a este a escolha do período de atuação de cada um.

A Figura 4.10 mostra chaves instaladas na fuselagem da máquina pertencentes ao sistema comutador. A chave geral, superior, de três posições permite selecionar entre os modos manual e automático. Na posição central, a máquina é desabilitada. À direita, o modo manual é selecionado. Neste modo, a atuação dos sistemas injetor e cortador é feita manipulando as duas mais abaixo. O operador escolhe os sistemas a acionar e o tempo de acionamento.



Figura 4.10: Chaves de comutação dos sistemas cortador e injetor. A chave superior escolhe entre os modos manual e automático. As duas chaves inferiores comanda o acionamento dos sistemas no modo manual.

No modo automático, a chave geral deve estar na posição à esquerda. O circuito eletrônico mostrado na Fig. 4.11(a) controla o tempo de acionamento alternado dos sistemas cortador e injetor. O ajuste de tempo de acionamento de cada sistema é feito por dois potenciômetros instalados na fuselagem da máquina. Ver Fig. 4.11(b). O acendimento dos *leds* à direita dos potenciômetros indica qual dos sistemas está sendo acionado no momento.

#### 4.1.6- Sistema de Alimentação Elétrica

A Fig. 4.12 exhibe a tomada de alimentação da rede elétrica, os dois fusíveis de proteção e a chave geral liga/desliga fixados à fuselagem. A Fig. 4.13(a) mostra a bateria que alimenta o circuito controlador de injeção de ligante à esquerda, escura, o circuito carregador desta bateria no centro e o transformador que alimenta este

circuito, abaixo e no centro. A Fig. 4.13(b) mostra, à direita, o transformador 220V/127v que alimenta as cargas de 127V no equipamento.

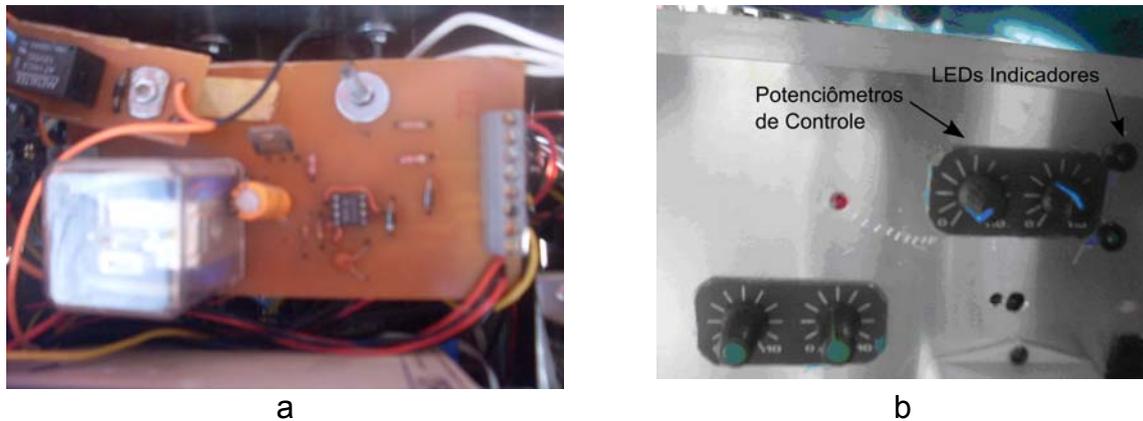


Figura 4.11: Circuito eletrônico de comutação automática (a). Potenciômetros de ajuste de tempo de acionamento automático e leds indicadores de acionamento (b).



Figura 4.12: Plugue fêmea de alimentação da máquina aglomeradora com três pinos, fusíveis de proteção e chave geral liga/desliga.



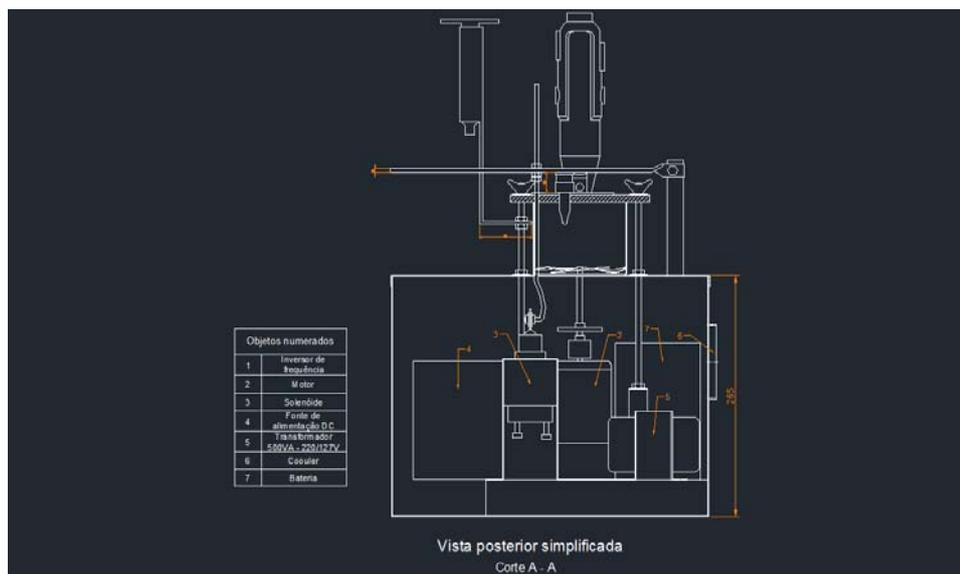
Figura 4.13: Bateria 12V, seu circuito carregador e transformador que alimenta este circuito (a). Transformador que alimenta as cargas de 127V à direita (b)

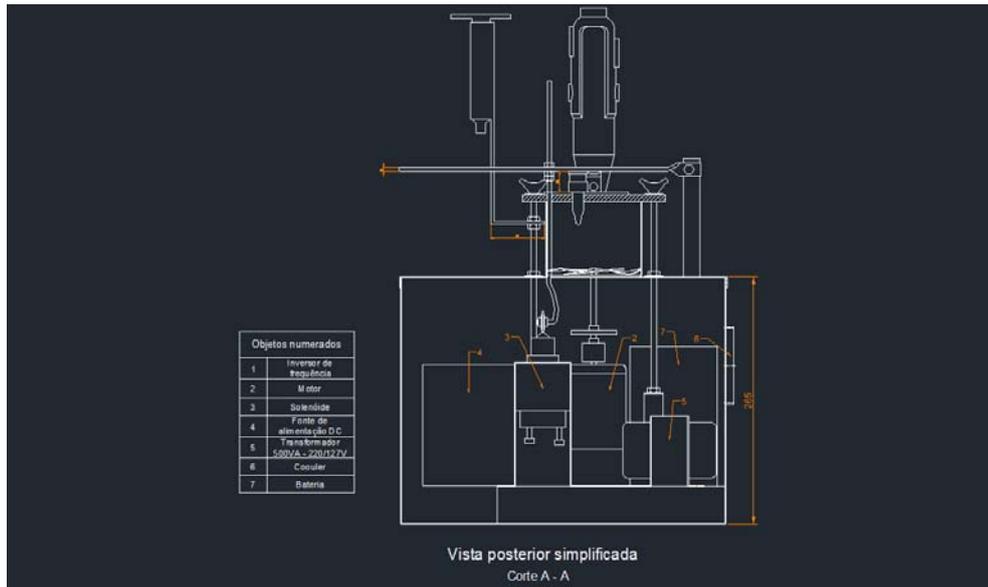
### 4.1.7- A Montagem Completa

A Fig. 4.14 exibe uma imagem da máquina após a montagem ser concluída. Neste estado, testes operacionais com a máquina vazia são feitos para verificar seu funcionamento e calibrar alguns parâmetros operacionais. A Fig.4.15 traz desenhos esquemáticos do aglomerador em diferentes vistas.

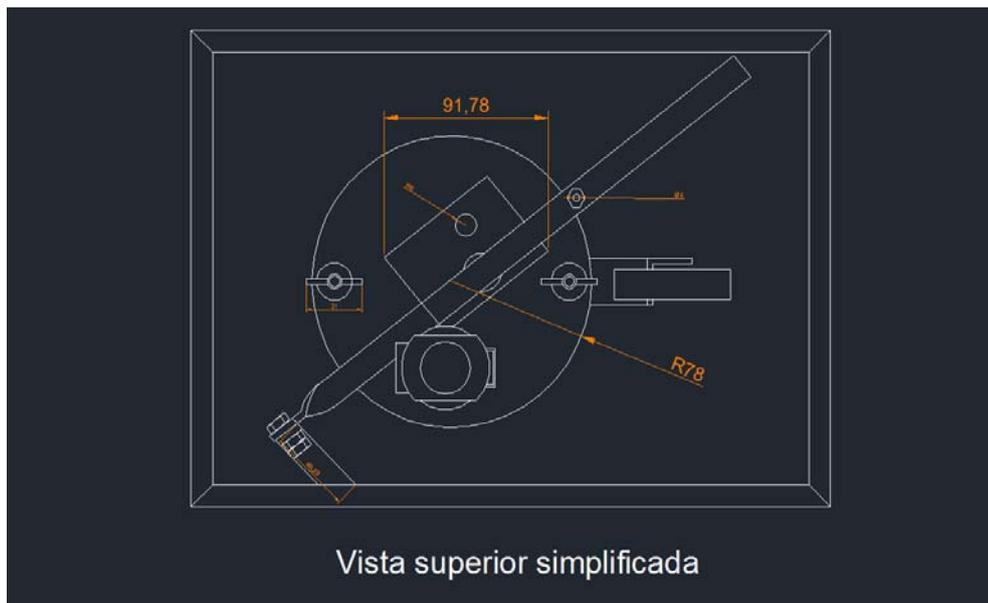


Figura 4.14: Aglomerador completamente montado.

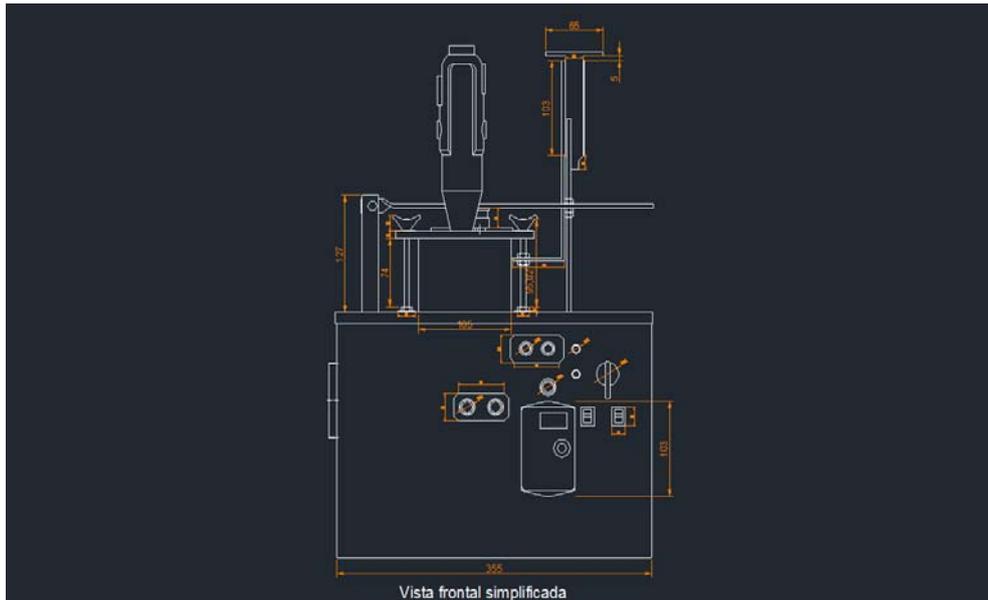




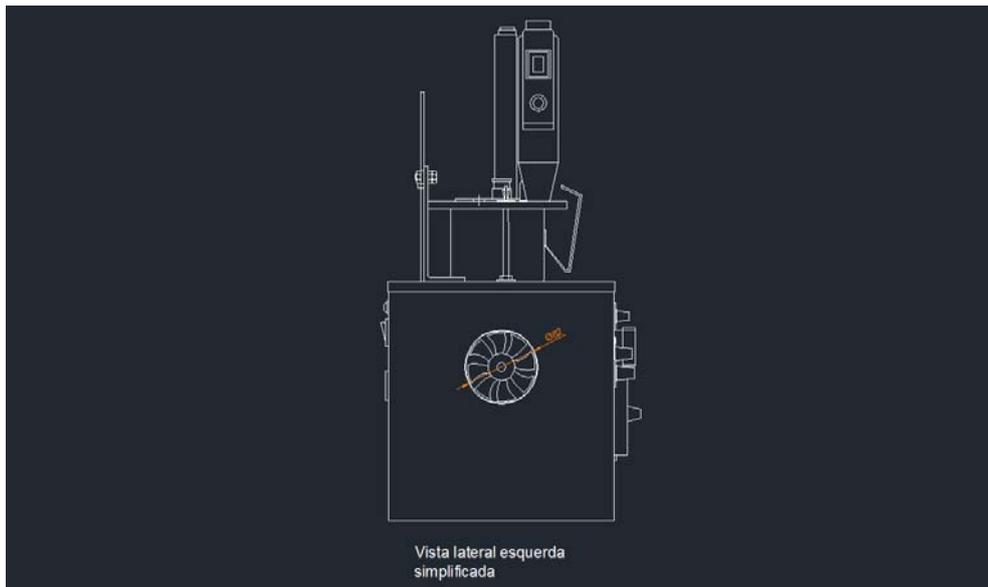
b



c



d



e

Figura 4.15: Desenhos esquemático da máquina montada com todas as suas partes em vistas diferentes.

## 4.2- Teste do Equipamento Vazio e Ajuste de Parâmetros

Antes de colocar a máquina para aglomerar pós, alguns parâmetros devem ser ajustados, pois são importantes na operação, e a máquina deve ser testada para verificar seu funcionamento conforme planejado. Os seguintes parâmetros foram ajustados: velocidades da hélice impelidora e da lâmina cortadora, controle de injeção de líquido. Os seguintes pontos foram investigados para verificar o funcionamento da máquina: emissão de ruídos, estabilidade mecânica das partes do equipamento, nível de vibração e temperatura de funcionamento.

### 4.2.1- Ajuste de Velocidade da Hélice Impelidora

A velocidade de rotação da hélice impelidora é a própria velocidade de rotação do motor trifásico. A velocidade de rotação do motor é controlada pelo inversor de frequência. Este controle é feito ajustando a frequência na interface do inversor, pressionando os botões de incremento e decremento. O valor da frequência é mostrado no visor.

Torna-se necessário verificar a velocidade de rotação em RPM para cada valor de frequência ajustado no inversor. Para isto, o tacômetro foi usado para medir a velocidade de rotação do eixo do motor para cada valor de frequência possível no inversor. Com os valores, um gráfico pode ser elaborado que mostra a relação entre frequência e velocidade de rotação. Este gráfico é mostrado na Fig. 4.16. Com ele, pode-se saber qual a velocidade de rotação correspondente a cada frequência do inversor. Como esperado, a relação é linear.

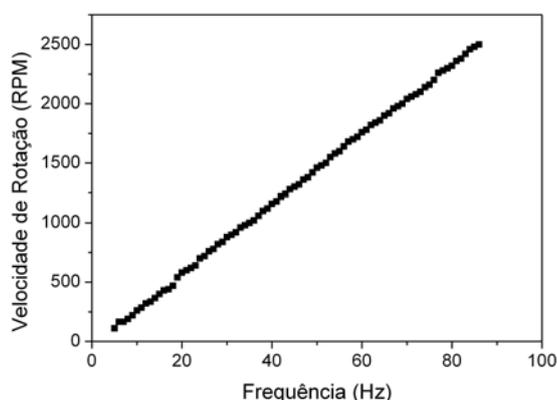


Figura 4.16: Relação linear entre Frequência e velocidade de rotação da hélice impelidora.

#### 4.2.2- Ajuste de Velocidade da Lâmina Cortadora

A lâmina cortadora possui a velocidade de rotação do motor da micro retífica. Esta velocidade é controlada por um botão giratório que permite o ajuste de seis valores diferentes, numerados por números entre 1 e 6. A velocidade foi ajustada nas seis posições possíveis e foi medida com o tacômetro. O gráfico da velocidade em cada posição da escala está mostrado na Fig. 4.17. A Fig. 4.18 mostra uma medição de velocidade de rotação da micro retífica pelo tacômetro.

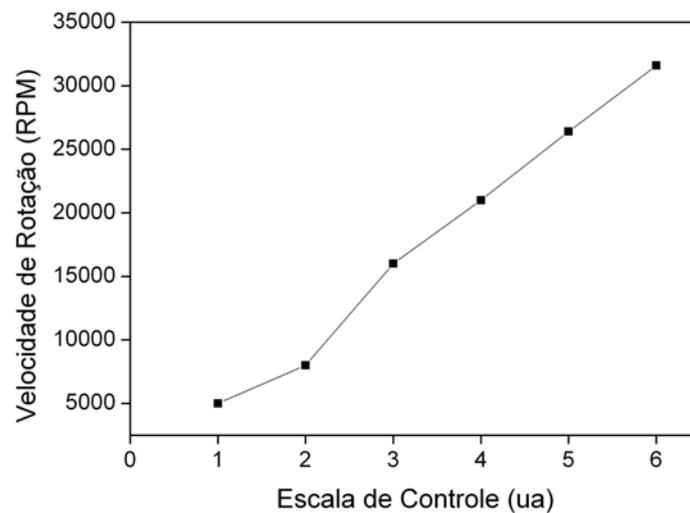


Figura 4.17: Velocidade de rotação da lâmina cortadora em cada posição do ajuste de velocidade.



Figura 4.18: Medição de velocidade da micro retífica pelo tacômetro.

### 4.2.3- Controle de Injeção do Líquido

O acionamento do bico nebulizador é feito, em última instância, pelo solenoide. O acionamento do solenoide é controlado por um circuito eletrônico através de dois parâmetros: a frequência de pulsos e sua intensidade. Estes dois parâmetros é controlado por dois potenciômetros fixados na fuselagem da máquina. A Fig. 4.11(b) mostra os potenciômetros, pintados de verde.

Uma escala de 0 a 10 foi criada em cada potenciômetro. Em seguida foram feitas medidas de volume injetado de ligante para diferentes combinações de ajuste dos potenciômetros. Várias combinações não se mostraram úteis, pois não foram capazes de injetar líquido. Percebeu-se que frequências muito altas não permitiam que o bico tivesse tempo de injetar e se recuperar, enquanto que frequências muito baixas não geravam impulsos fortes o suficiente para injetar.

A Tabela 4.1 mostra os volumes de líquido injetados para as diferentes combinações de potenciômetros. 35% das combinações testadas não resultam em resultados úteis. Várias combinações resultaram em valores muito próximos.

### 4.2.4- Emissão de Ruídos

Esta medição foi executada de acordo com a Norma Regulamentadora NR-15. O valor de emissão de ruídos observado foi de 90,5 dB. Segundo esta norma, o operador pode ser submetido a este nível de ruído por até 3 horas diárias. Passando desse tempo, deve trabalhar com itens especiais de proteção. A Figura 4.19 ilustra o momento da medição de ruído emitido pela máquina.

### 4.2.5- Estabilidade Mecânica

A verificação da estabilidade consiste em ligar a máquina e observar se partes fixas da máquina permanecem firmes, e se as partes móveis não apresentam desbalanceamento. O teste mostrou que nenhuma parte demonstrou necessitar de ajustes e correções.

### 4.2.6- Vibração da Máquina

A vibração produzida pelas partes móveis da máquina é imperceptível a olho nu. O bloco de madeira que serve como base cumpre sua função de absorver vibrações.

Tabela 4.1: Combinações de potenciômetros que controlam o injetor de líquido e a taxa de injeção respectivamente a cada combinação.

Índice	P1	P2	Vol. Ligante ml/min	Índice	P1	P2	Vol. Ligante ml/min	Índice	P1	P2	Vol. Ligante ml/min	Índice	P1	P2	Vol. Ligante ml/min
1	0	0	15,7	32	4	3	14	63	10	8	NI	94	3	4	21
2	1	0	15,4	33	5	3	12	64	9	9	NI	95	3	5	22,8
3	2	0	16	34	6	3	8	65	10	9	NI	96	3	6	28
4	3	0	19	35	7	3	4,2	66	10	10	NI	97	3	7	47,1
5	4	0	18,1	36	8	3	NI	67	0	1	13,1	98	3	8	NI
6	5	0	13,1	37	9	3	NI	68	0	2	16	99	3	9	NI
7	6	0	16	38	10	3	NI	69	0	3	16,9	100	3	10	NI
8	7	0	10	39	4	4	16,2	70	0	4	20,2	101	4	5	22,5
9	8	0	NI	40	5	4	17,2	71	0	5	24	102	4	6	34
10	9	0	NI	41	6	4	18,2	72	0	6	26	103	4	7	32
11	10	0	NI	42	7	4	10	73	0	7	29	104	4	8	NI
12	1	1	13,2	43	8	4	NI	74	0	8	34	105	4	9	NI
13	2	1	13,8	44	9	4	NI	75	0	9	17,8	106	4	10	NI
14	3	1	13,7	45	10	4	NI	76	0	10	16,9	107	5	6	31,2
15	4	1	11	46	5	5	18	77	1	2	14	108	5	7	33
16	5	1	1,5	47	6	5	23	78	1	3	14,2	109	5	8	NI
17	6	1	1	48	7	5	11	79	1	4	16	110	5	9	NI
18	7	1	1	49	8	5	NI	80	1	5	20,2	111	5	10	NI
19	8	1	NI	50	9	5	NI	81	1	6	28	112	6	7	37
20	9	1	NI	51	10	5	NI	82	1	7	37	113	6	8	NI
21	10	1	NI	52	6	6	28	83	1	8	13	114	6	9	NI
22	2	2	3,1	53	7	6	0,1	84	1	9	2	115	6	10	NI
23	3	2	8,5	54	8	6	NI	85	1	10	0	116	7	8	38
24	4	2	17	55	9	6	NI	86	2	3	16,5	117	7	9	43,1
25	5	2	13,6	56	10	6	NI	87	2	4	19,1	118	7	10	45,1
26	6	2	17	57	7	7	NI	88	2	5	24,2	119	8	9	0
27	7	2	7	58	8	7	NI	89	2	6	31	120	8	10	0
28	8	2	NI	59	9	7	NI	90	2	7	40	121	9	10	0
29	9	2	NI	60	10	7	NI	91	2	8	18				
30	10	2	NI	61	8	8	NI	92	2	9	0				
31	3	3	8	62	9	8	NI	93	2	10	0				

Obs. NI → Não Injetou



Figura 4.19: Momento da medição de nível de ruído produzido pela máquina.

#### 4.2.7- Temperatura de Funcionamento e Corrente Total

O motor trifásico é a parte da máquina que alcança a maior temperatura. O equipamento foi ligado e a temperatura foi medida em diversos instantes. Percebeu-se que a temperatura evoluiu da temperatura ambiente e estabiliza-se em torno de 55°C. A classe de isolamento deste motor é F, conforme informação constante em sua placa. A temperatura medida está abaixo daquela tolerada por esta classe de isolamento.

A corrente total consumida pela máquina variou entre 0,32A, com carga mínima, a 0,55A com carga máxima.

#### 4.3- Ensaios de Granulação

Nesta parte do trabalho, ensaios de granulação de diferentes pós foram feitos com diferentes parâmetros operacionais. Os objetivos destes testes foram: verificar se a máquina consegue aglomerar os pós utilizando água como ligante; como o pó se movimenta na máquina para formar os grânulos; quais os principais parâmetros de granulação e em quais valores estes parâmetros devem ser ajustados para produzir granulação e; qual a influência de vários parâmetros operacionais sobre as características dos pós granulados.

Estes ensaios estão divididos em duas partes: o pré-teste e os ensaios que investigam a influência dos parâmetros operacionais.

### 4.3.1- Pré-Testes

#### 4.3.1.1- Granulação de Pós Diferentes

Testes iniciais foram feitos com argila pura, areia pura e mistura areia e argila em iguais quantidades em massa. Os testes revelaram que a areia pura não é granulada pela máquina com água como ligante. Este resultado confirma que a água não é bom ligante para areia, ao contrário do que ocorre com a argila. Os mecanismos de granulação responsáveis pela ligação entre as partículas de areia pela água, que neste caso seriam a força de capilaridade e as pontes líquidas, não criam resistência mecânica suficiente para resistir aos esforços mecânicos gerados pela hélice impelidora e pela lâmina cortadora.

A aglomeração de argila pura e da mistura argila e areia foram granuladas e apresentaram, em exame visual, características parecidas. Devido a isto, os demais testes foram realizados apenas com argila pura. A granulação de argila e de sua mistura com areia confirma o fato de que a água é excelente ligante da argila. Sabe-se que as moléculas de água estabelecem ligações com as cargas elétricas superficiais das partículas de argila. Mesmo se as partículas de materiais não argilosos, como a areia, estiverem misturadas à argila, a força proporcionada por estas ligações é suficiente para promover a aglomeração.

#### 4.3.1.2- Valores de Parâmetros Operacionais que Promovem Granulação.

Testes preliminares também exploraram intervalos de valores de determinados parâmetros operacionais para verificar se a granulação era possível. Verificou-se que colocando-se menos de 50g de pó de argila para granulação, ela ocorria, mas uma quantidade relativamente alta de material caía para baixo da hélice impelidora e permanecia sem ser granulada, assim como outra fração aderida às paredes do vaso de granulação, devido à força centrípeta do movimento do pó. Assim, 50 g é a carga mínima recomendável para granulação desta máquina, para argila, para não se trabalhar com rendimentos muito baixos.

Verificou-se também que a granulação de quantidades superiores a 200g não eram recomendadas, uma vez que produzia esforço demasiado sobre a hélice impelidora, causando sua deformação. Isto faz com que a hélice encoste no fundo

do vaso granulador. Por estes motivos, granulações foram feitas com cargas de 50 g e 100 g de pó.

Experimentos de granulação foram realizados também com diferentes quantidades de ligante (água). Estes experimentos revelaram que quantidades superiores a 22% em peso de água não eram recomendadas. A umidade excessiva fazia a massa aderir facilmente às paredes do vaso de granulação, impelida pelo movimento de rotação imposto ao material. Uma camada espessa era formada, diminuindo o rendimento da operação de granulação.

Outros testes foram feitos com variação da velocidade de rotação da hélice impelidora e da lâmina cortadora. Diferentes valores resultaram em granulações visualmente similares. Assim, optou-se por usar as velocidades padrão de 1779RPM para a hélice cortadora e de 10000RPM para a lâmina cortadora.

O tempo de aglomeração é outro parâmetro operacional que foi objeto de investigação. Verificou-se que em 1 minuto de granulação, a presença de aglomerados já era perceptível. O tempo de 3 minutos foi fixado como o período padrão de granulação, mas diferentes tempos foram utilizados para verificar sua influência sobre as propriedades dos grânulos.

#### **4.3.1.3- Movimento do Pó no Vaso de Granulação e Evolução da Aglomeração**

O visor de acrílico instalado na tampa do vaso granulador permite a visão do material durante o funcionamento da máquina. A observação do movimento do pó revela detalhes do processo de aglomeração e informações que possibilitaram mudanças de procedimento para aumento da eficiência da granulação.

Inicialmente, planejava-se girar a hélice impelidora com a velocidade desejada desde o primeiro momento, ao mesmo tempo em que o bico nebulizador injetava ligante sobre o pó. Contudo, percebeu-se que ao girar com alta velocidade, a hélice impelidora lançava para cima uma nuvem de partículas que se concentrava na periferia do vaso. O bico nebulizador jogava o líquido onde a quantidade de pó era pequena. Assim, parte do ligante olhava a hélice e não as partículas, e a homogeneização do ligante no pó demorava.

Uma mudança de procedimento foi feita para corrigir este problema. Para corrigir este problema, a hélice impelidora girava em baixa rotação, apenas para revolver o pó, enquanto todo o ligante era injetado. Após a injeção de todo o líquido, a hélice permanecia em baixa rotação por um minuto para melhorar a homogeneização e a velocidade da hélice impelidora era aumentada para seu valor final.

Com essa mudança de procedimento, o sistema automático de comutação não foi utilizado, pois neste caso se revelou improdutivo.

O pó seco, cisalhado em baixa ou em alta rotação, não se aglomera. A granulação ocorre somente quando é molhado. Sendo assim, o próprio sistema de injeção de líquido, para este caso particular, poderia ser retirado da máquina, e substituído pela umidificação do pó em uma etapa realizada fora da máquina. O pó umidificado seria então colocado na máquina apenas para granular.

Quando o pó molhado é agitado, imediatamente aglomerados de partículas começam a aparecer e crescer. De início, os grânulos têm formato irregular. À medida que se movem, e rolam sobre as pétalas da hélice, ganham formato mais esférico. Os grânulos são lançados para cima pela hélice. Parte deles atinge a lâmina que gira em alta rotação próxima à parede do vaso e são cortados. A lâmina cortadora atua no sentido de limitar o tamanho máximo de grânulo e aumentar a densidade de grânulo, visto que quanto maior o número de colisões que os grânulos sofrem, especialmente aquelas de maior energia, maior será o empacotamento das partículas em seu interior.

#### **4.3.2- Influência de Parâmetros Operacionais Sobre as Características dos Grânulos**

A influência dos seguintes parâmetros sobre as características do granulado foi investigada: Quantidade de pó, umidade de pó, tempo de granulação, velocidade da hélice impelidora, velocidade da lâmina cortadora. As seguintes propriedades foram determinadas: Distribuição de tamanho de grânulo, resistência mecânica, densidade aparente, densidade de grânulo, fluidez, rendimento da aglomeração. A Tabela 4.2 resume todos os resultados, conforme experimentos descritos na subseção 3.3.3 e

resumidos na Tabela 3.1. Nas subseções seguintes, os resultados serão apresentados com mais detalhes.

Tabela 4.2: Características dos pós granulados produzidos em cada experimento.

<b>Experimento</b>	<b>PD1</b>	<b>PD2</b>	<b>PD3</b>	<b>PD4</b>	<b>PD5</b>	<b>PD6</b>	<b>PD7</b>	<b>PD8</b>	<b>PD9</b>	<b>PD10</b>	<b>PD12</b>	<b>PD13</b>
<b>Características</b>												
Densidade Aparente g/cm <sup>3</sup>	1,1	1,2	1,1	1,2	1,2	1,1	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2	1,2
Rendimento (%)	75,3	62,3	71,5	76,5	63,1	81,8	75,6	76,9	68,0	66,5	68,2	42,1
Resistência Fração passante (%)	0,2	0,0	0,0	0,1	0,1	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0
Fluidez (g/s)	16,7	25,0	1,7	16,1	5,6	13,5	14,3	19,2	20,8	17,2	16,9	22,2
Densidade Média de Grânulo (g/cm <sup>3</sup> )	1,6	1,2	1,3	1,7	1,4	1,7	1,5	2,1	1,6	1,6	1,6	2,1
Desvio Padrão Percentual da Densidade de Grânulo	23,4	39,1	23,3	3,8	23,5	19,0	10,6	7,6	9,2	16,7	0,9	20,4
<b>Distribuição Percentual de Tamanho de Grânulo (Abertura de peneiras em µm)</b>												
6300	0,0	0,0	0,8	0,0	4,4	1,2	0,0	0,0	0,0	2,3	0,0	0,0
4750	6,2	0,7	3,3	0,4	18,9	5,9	1,5	0,7	3,7	9,9	3,0	0,0
2360	47,0	17,3	4,6	24,1	25,2	70,2	27,5	41,7	37,2	28,5	39,7	2,0
2000	6,2	6,4	0,4	10,6	2,4	8,9	8,5	14,9	10,9	3,4	11,2	7,5
850	19,2	24,2	1,7	57,4	6,7	11,0	30,1	40,6	43,3	10,3	41,0	74,3
425	5,3	6,4	1,0	6,9	1,9	1,1	4,8	1,9	4,7	3,9	4,5	12,7
355	1,2	1,5	0,4	0,1	0,6	0,2	0,9	0,1	0,2	1,1	0,2	1,0
250	4,5	6,7	8,4	0,1	7,3	0,7	6,2	0,1	0,0	6,5	0,2	1,8
150	6,0	14,1	19,1	0,1	14,5	0,3	11,2	0,1	0,1	13,5	0,1	0,6
75	3,3	15,6	33,9	0,2	12,3	0,2	7,4	0,0	0,1	13,6	0,1	0,2
0 (fundo)	1,0	7,1	26,6	0,1	5,7	0,1	1,9	0,0	0,0	7,1	0,0	0,0

Observações devem ser feitas sobre as medições de duas características: densidade média de grânulo e resistência mecânica ao choque. A densidade dos grânulos foi determinada pela média das densidades de três grânulos da mesma amostra que exibiam formato esférico, conforme descrito na subseção 3.3.5.7.

Percebe-se que os valores médios de densidade variaram de modo incomum para esta característica e que essa variação não era amparada por observações da estrutura interna dos grânulos. Além disso, os valores de dispersão dos três valores usados para o cálculo da densidade média de cada amostra variam bastante entre as amostras. Esta variação é atribuída à suposição de que o volume dos grânulos pode ser razoavelmente aproximado pelo volume de uma esfera. Embora a escolha de grânulos que tivessem formato esférico tenha sido rigorosa, pequenos desvios deste formato introduzem erros significativos no resultado.

Por esta razão, os valores de densidade de grânulo exibidos não são suficientemente precisos para revelar a influência de algum parâmetro operacional, prestando-se a ser referência da magnitude da densidade.

A resistência mecânica ao choque é avaliada pela fragmentação sofrida pelos grânulos ao caírem de uma determinada altura sobre uma superfície rígida. Os valores mostram que para todos os casos, as medições são iguais a zero. Conclui-se que quase todas as amostras possuem grânulos resistentes ao esforço ao foram submetidos e que este esforço não foi o suficiente para promover uma diferenciação entre as amostras. Assim, esta característica é outra que não se revelou útil para avaliar a influência dos parâmetros sobre as características dos grânulos. Um esforço mais intenso deveria ter sido utilizado.

Pode-se observar na Tabela 4.2 que a fluidez das amostras PD3 e PD5 são bastante inferiores àquelas das demais amostras. Esta diferença é explicada pela ocorrência da interrupção do fluxo pelo travamento dos grânulos. Ainda que o fluxo seja retomado pela agitação do funil, o tempo total de esvaziamento do funil aumenta e isto influencia a média de três valores. Como em outros casos comentados, o procedimento adotado de medição desta característica precisa de adaptações. A medição de fluência deve refletir a tendência que tem os grânulos de travarem (*bridging*), mas o valor da vazão do pó, quando o travamento não ocorre,

não pode ser “contaminado” com esta ocorrência. Assim, nos casos das amostras PD3 e PD5, as medidas de fluidez não podem ser usadas para extrair conclusões.

#### 4.3.2.1- Influência da Quantidade de Pó Sobre as Características do Granulado

Foram feitas granulações com duas quantidades distintas de pó, ou carga de granulação. Todos os demais parâmetros operacionais foram mantidos iguais. As cargas são de 50 g (amostra PD2) e 100 g (amostra PD1).

A Tabela 4.3 exibe características apenas destas duas amostras. A Fig. 4.20 exibe as distribuições de tamanho de grânulos. A Fig. 4.21 exibe imagens típicas de seus grânulos e a Fig. 4.22 exibe imagens da estrutura interna típica dos grânulos

Tabela 4.3: características dos granulados das amostras PD1 e PD2, com cargas de 100 e 50 g, respectivamente

Experimento Características	PD1 (100g)	PD2 (50g)
Densidade Aparente g/cm <sup>3</sup>	1,1	1,2
Rendimento (%)	75,3	62,3
Resistência Fração passante (%)	0,2	0,0
Fluidez (g/s)	16,7	25,0
Densidade Média de Grânulo (g/cm <sup>3</sup> )	1,6	1,2
Desvio Padrão Percentual da Densidade de Grânulo	23,4	39,1

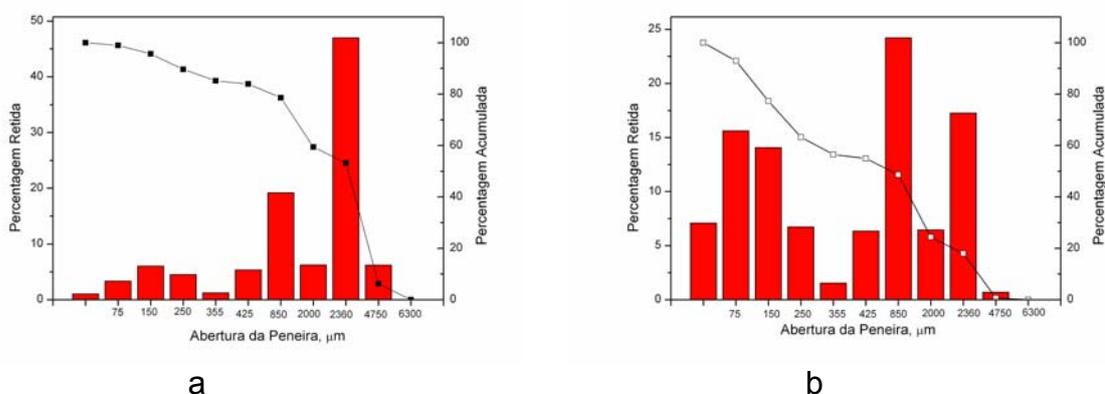


Figura 4.20: Distribuição de tamanho de grânulos nas formas diferencial e acumulada das amostras PD1 (a), com carga de 100g e PD2 (b), com carga de 50g.

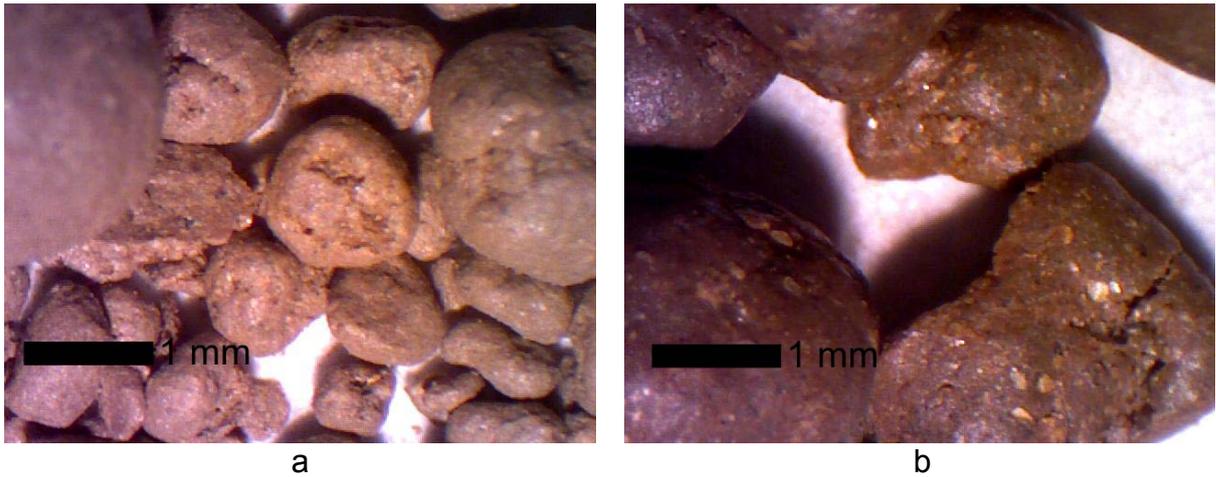


Figura 4.21: Imagens de grânulos típicos das amostras PD1 (a), com carga de 100g, e PD2 (b), com carga de 50g.

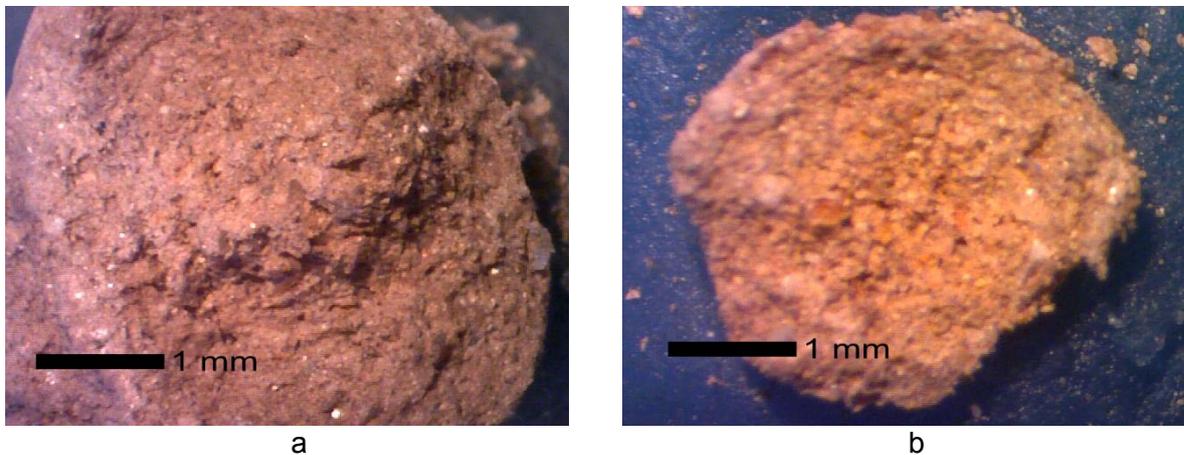


Figura 4.22: Aspecto das estruturas internas dos grânulos de PD1 (a), com 100g de carga, e PD2 (b), com 50g de carga.

A forma dos grânulos é irregular de contornos arredondados. A estrutura interna não mostra a existência de poros grandes. Na imagem do grânulo da amostra PD1, na Fig. 4.22(a), é possível ver estrias. Elas são formadas pelo fluxo plástico da argila úmida decorrente das colisões e cortes. Estas estrias são comuns.

A largura da curva de distribuição de tamanho de grânulos da amostra PD2 é mais larga, enquanto que a amostra PD1 possui uma população de grânulos grandes maior. Não há como afirmar que esta diferença seja causada pela carga de pó.

A densidade aparente de PD2 é ligeiramente superior, enquanto que a fluidez é bastante mais elevada. Este é um resultado surpreendente, uma vez que grânulos maiores fluem com mais facilidade e a amostra PD1 tem uma população de grânulos grandes maior.

O rendimento da granulação da amostra PD1 é superior. Isto já foi adiantado na subseção 4.3.1.2. A fração de pó que fica retida abaixo da hélice impelidora é maior para menores cargas de pó.

#### 4.3.2.2- Influência da Velocidade da Hélice Impelidora Sobre as Características do Granulado

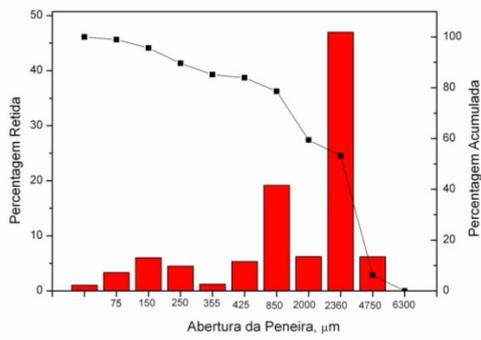
Duas amostras foram preparadas com velocidades diferentes da hélice impelidora, as amostras PD1 com 1779 RPM e PD5, com 787 RPM. Os demais parâmetros foram mantidos iguais.

A Tabela 4.4 exibe características apenas destas duas amostras. A Fig. 4.23 exibe as distribuições de tamanho de grânulos. A Fig. 4.24 exibe imagens típicas de seus grânulos e a Fig. 4.25 exibe imagens da estrutura interna típica dos grânulos

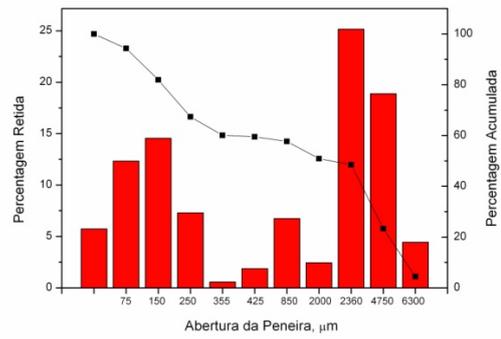
Tabela 4.4: características dos granulados das amostras PD1 e PD5, com velocidades da hélice impelidora de 1779 RPM e 787 RPM, respectivamente.

<b>Experimento</b>	<b>PD1 (1779 RPM)</b>	<b>PD5 (787 RPM)</b>
<b>Características</b>		
Densidade Aparente g/cm <sup>3</sup>	1,1	1,2
Rendimento (%)	75,3	63,1
Resistência Fração passante (%)	0,2	0,1
Fluidez (g/s)	16,7	5,6
Densidade Média de Grânulo (g/cm <sup>3</sup> )	1,6	1,4
Desvio Padrão Percentual da Densidade de Grânulo	23,4	23,5

Tanto a forma dos grânulos quanto sua estrutura interna não apresentam diferenças significativas, como mostram as Figs. 4.24 e 4.25, respectivamente.



a



b

Figura 4.23: Distribuição de tamanho de grânulos nas formas diferencial e acumulada das amostras PD1 (a), com velocidade de 1779 RPM, e PD5 (b), com velocidade de 787 RPM.

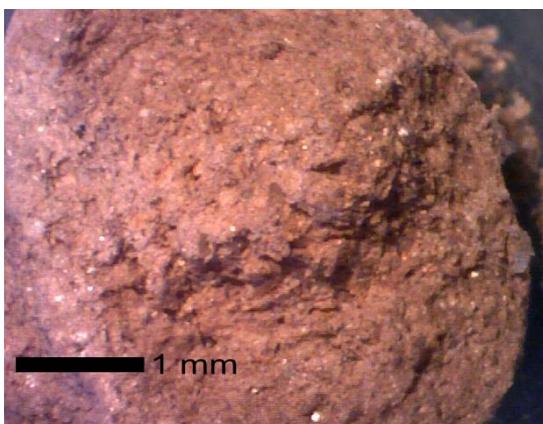


a

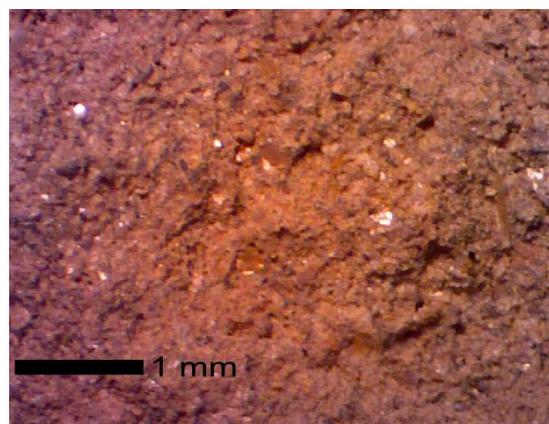


b

Figura 4.24: Imagens de grânulos típicos das amostras PD1 (a), com velocidade de 1779 RPM, e PD5 (b), com velocidade de 787 RPM.



a



b

Figura 4.25: Aspecto das estruturas internas dos grânulos de PD1 (a), com velocidade de 1779 RPM, e PD5 (b), com velocidade de 787 RPM.

A curva de distribuição de tamanho de grânulos da amostra PD2, granulada em menor velocidade, é mais larga do que aquela da amostra PD1. Na verdade, ela é bastante parecida com a distribuição de tamanho de grânulo da amostra PD2, que tem carga de 50g. A menor velocidade da hélice agita menos o material. A intensidade do esforço aplicado aos grânulos também é menor. A consequência disso parece ser uma distribuição de tamanho larga, com grande população de grânulos mais finos.

A densidade aparente de PD5 é ligeiramente superior. A pequena diferença indica que esta propriedade não é afetada nem por esta, nem por nenhum dos demais parâmetros operacionais investigados. A fluidez da amostra PD5 foi afetada pelo travamento do pó durante a medição.

O rendimento da granulação da amostra PD1 é superior. A menor agitação do material provocada pela menor velocidade contribuiu para deixar material sem participar do processo, seja por facilitar a formação da crosta nas paredes laterais, seja por facilitar o acúmulo de material no fundo do vaso, abaixo da hélice impelidora.

#### **4.3.2.3- Influência da Velocidade da Lâmina Cortadora Sobre as Características do Granulado**

Duas amostras foram preparadas com velocidades diferentes da lâmina cortadora, as amostras PD1, com 10000 RPM, e PD6, com 7000 RPM. Os demais parâmetros foram mantidos iguais.

A Tabela 4.5 exhibe características apenas destas duas amostras. A Fig. 4.26 exhibe as distribuições de tamanho de grânulos. A Fig. 4.27 exhibe imagens típicas de seus grânulos e a Fig. 4.28 exhibe imagens da estrutura interna típica dos grânulos

Tanto a forma dos grânulos quanto sua estrutura interna não apresentam diferenças significativas, como mostram as Figs. 4.27 e 4.28, respectivamente. Linhas de fluxo (estrias) são vistas também na estrutura da amostra PD6.

As curvas de distribuição de tamanho de grânulos de ambas as amostras são estreitas. A velocidade da lâmina cortadora pode influenciar a distribuição de tamanho de grânulo de duas maneiras. Quanto maior a velocidade da lâmina, maior

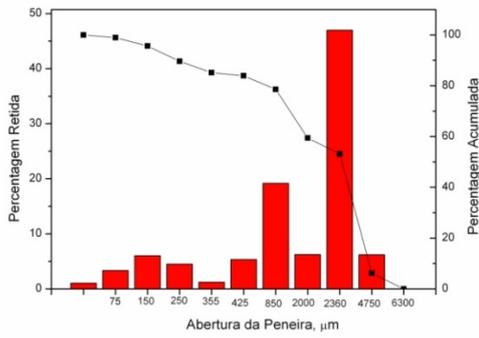
a energia de que dispõe para cortar. Quanto maior a velocidade, maior o número de giros por segundo, logo maior o número de grânulos que a lâmina pode cortar. Contudo, se a energia da lâmina em 7000 RPM já é suficiente para cortar os grânulos, então o aumento da velocidade não terá influência. Se a velocidade média dos grânulos for pequena, quando eles estão na região em que se encontra a lâmina cortadora, em comparação com a velocidade da lâmina, então não importa o número de giros que a lâmina complete em um dado tempo, ela provavelmente irá cortar os grânulos que passem em sua área de atuação. Nesta condição a velocidade da lâmina cortadora não terá muita influência. As semelhanças entre as curvas de distribuição de tamanho apontam para esta conclusão.

Tabela 4.5: características dos granulados das amostras PD1 e PD6, com velocidades da hélice impelidora de 10000 RPM e 7000 RPM, respectivamente.

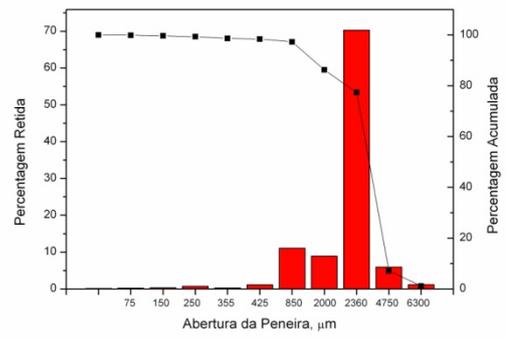
<b>Experimento</b>	<b>PD1 (10000 RPM)</b>	<b>PD6 (7000 RPM)</b>
<b>Características</b>		
Densidade Aparente g/cm <sup>3</sup>	1,1	1,1
Rendimento (%)	75,3	75,6
Resistência Fração passante (%)	0,2	0,0
Fluidez (g/s)	16,7	13,5
Densidade Média de Grânulo (g/cm <sup>3</sup> )	1,6	1,7
Desvio Padrão Percentual da Densidade de Grânulo	23,4	19,0

A densidade aparente das amostras têm valores iguais. Isto é esperado para distribuições de tamanho de grânulo semelhantes. A fluidez das duas amostras também apresenta valores aproximados.

O rendimento das granulações possui valores próximos. Aquele da amostra PD6 é ligeiramente superior. Não se tem como afirmar que esta diferença é significativa e produzida pela velocidade da lâmina.



**a**



**b**

Figura 4.26: Distribuição de tamanho de grânulos nas formas diferencial e acumulada das amostras PD1 (a), com velocidade de 10000 RPM, e PD6 (b), com velocidade de 7000 RPM.

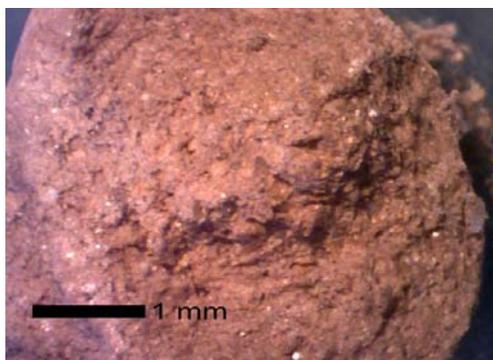


**a**



**b**

Figura 4.27: Imagens de grânulos típicos das amostras PD1 (a), com velocidade de 10000 RPM, e PD6 (b), com velocidade de 7000 RPM.



**a**



**b**

Figura 4.28: Aspecto das estruturas internas dos grânulos de PD1 (a), com velocidade de 10000 RPM, e PD6 (b), com velocidade de 7000 RPM.

#### 4.3.2.4- Influência da Quantidade de Ligante Sobre as Características do Granulado

Duas amostras foram preparadas com velocidades diferentes da lâmina cortadora, as amostras PD1, com 10000 RPM, e PD6, com 7000 RPM. Os demais parâmetros foram mantidos iguais.

A Tabela 4.6 exibe características apenas destas três amostras. A Fig. 4.29 exibe as distribuições de tamanho de grânulos. A Fig. 4.30 exibe imagens típicas de seus grânulos e a Fig. 4.31 exibe imagens da estrutura interna típica dos grânulos

Tabela 4.6: características dos granulados das amostras PD1, PD3 e PD4, com 19%, 13,5% e 21% de umidade, respectivamente.

<b>Experimento</b>	<b>PD1 (19%)</b>	<b>PD3 (13,5%)</b>	<b>PD4 (21%)</b>
<b>Características</b>			
Densidade Aparente g/cm <sup>3</sup>	1,1	1,1	1,2
Rendimento (%)	75,3	71,5	76,5
Resistência Fração passante (%)	0,2	0,0	0,1
Fluidez (g/s)	16,7	1,7	16,1
Densidade Média de Grânulo (g/cm <sup>3</sup> )	1,6	1,3	1,7
Desvio Padrão Percentual da Densidade de Grânulo	23,4	23,3	3,8

A forma e a estrutura interna dos grânulos das três amostras não diferem significativamente, como mostram as Figs. 4.30 e 4.31, respectivamente.

A curva de distribuição de tamanho de grânulos da amostra PD3, granulada com 13,5% de umidade, mostra que ela possui a granulação mais fina de todas as amostras. As outras duas possuem largura estreita com a população de grânulos grandes, principalmente aquela da amostra PD4.

A água atua como ligante da argila. Os índices de plasticidade identificam comportamentos plásticos de misturas argila e água. O limite de plasticidade é definido como sendo o teor de água existente em um corpo alongado de argila água submetido ao rolamento, quando ela exibe fraturas. Interpreta-se que esta quantidade de ligante não consegue mais prover a mistura da plasticidade necessária para ela se deformar ao ser submetida ao esforço empregado.

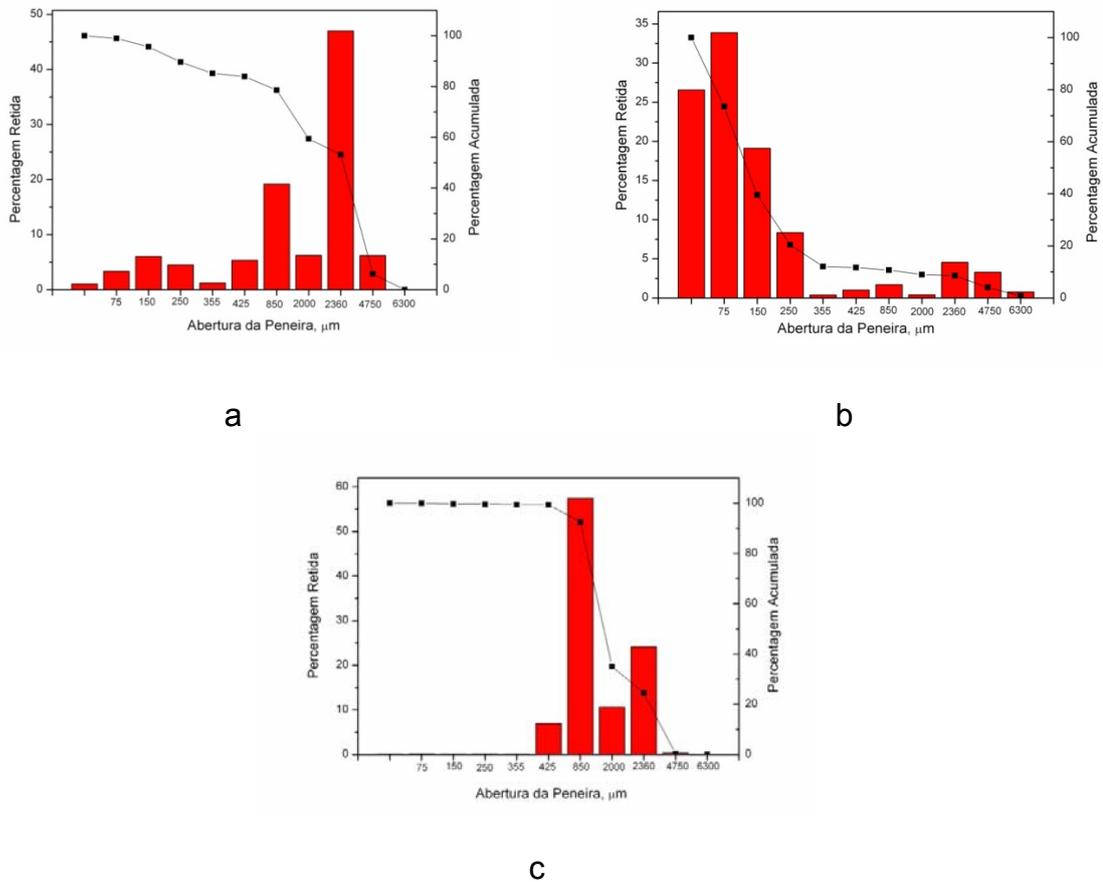


Figura 4.29: Distribuição de tamanho de grânulos nas formas diferencial e acumulada das amostras PD1 (a), com 19%, PD3 (b), com 13,5%, e PD4 (c), com 21% de umidade.

O limite de plasticidade desta argila usada foi determinado em 28,3%. Todas as misturas preparadas neste trabalho possuem teor de água abaixo deste índice. Quanto menor a quantidade de água, maior será a facilidade dos grânulos se fragmentarem ao sofrerem esforço. Isto explica a maior população de grânulos finos na amostra com menor teor de água. Os grânulos quebram mais facilmente ao sofrerem as colisões contra a hélice impelidora e a lâmina cortadora.

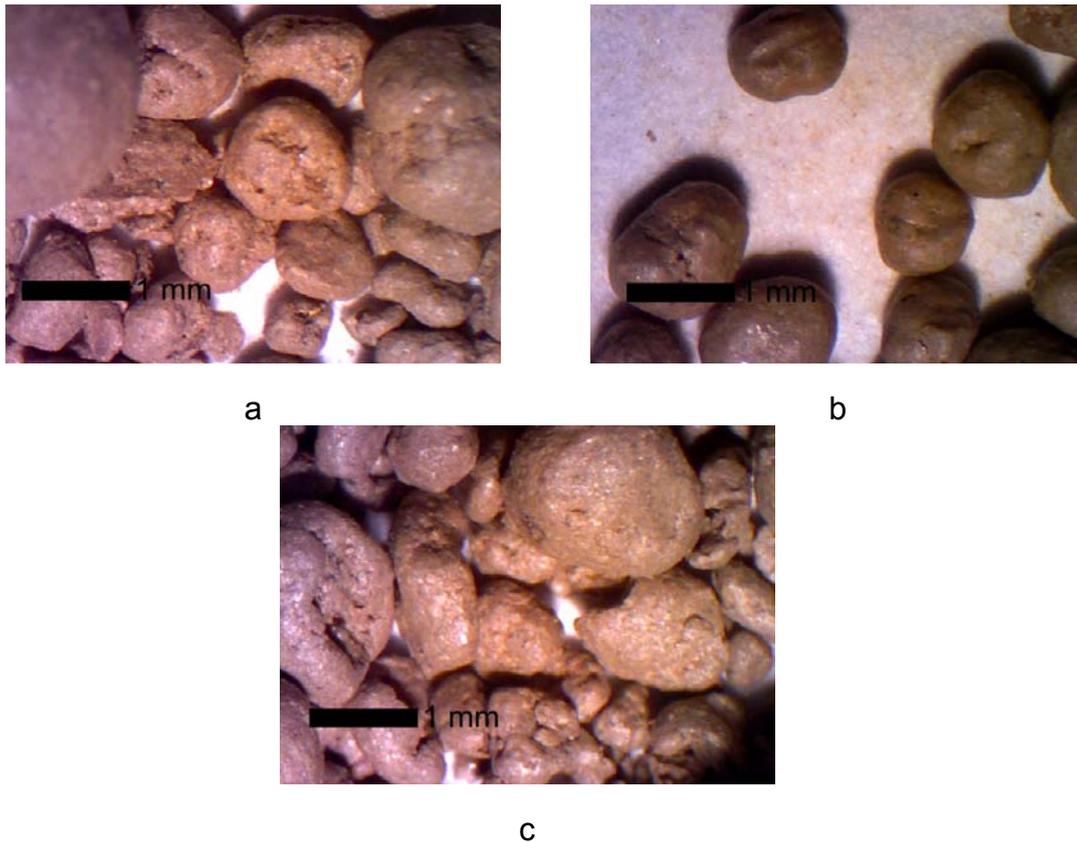


Figura 4.30: Imagens de grânulos típicos das amostras PD1 (a), com 19%, PD3 (b), com 13,5%, e PD4 (c), com 21% de umidade.

A densidade aparente parece não ter sido afetada pelos teores de ligante utilizados. A fluidez das amostras PD1 e PD4 exibe valores muito próximos. Aquela de PD3 não pode ser considerada por motivos discutidos na subseção 4.3.2. A proximidade da fluidez de PD1 e PD4 está de acordo com os valores de densidade aparente e com a curva de distribuição de tamanho de grânulo. Todas muito parecidas.

O rendimento das granulações de PD1 e PD4 exibe valores aproximados e superiores àquela da amostra PD3, com menos água. Constatou-se em experimentos de pré-teste que teores de água acima de 22% promove a formação de uma crosta de material nas paredes laterais do vaso. Isto diminui o rendimento. Por outro lado, com teores baixos de água, a fragmentação dos grânulos pode ser tão alta que os pequenos fragmentos de grânulos podem ser considerados material não granulado. Isto também levaria à diminuição do rendimento. Isto pode ter sido o causador do rendimento ligeiramente menor da amostra com 13,5% de água.

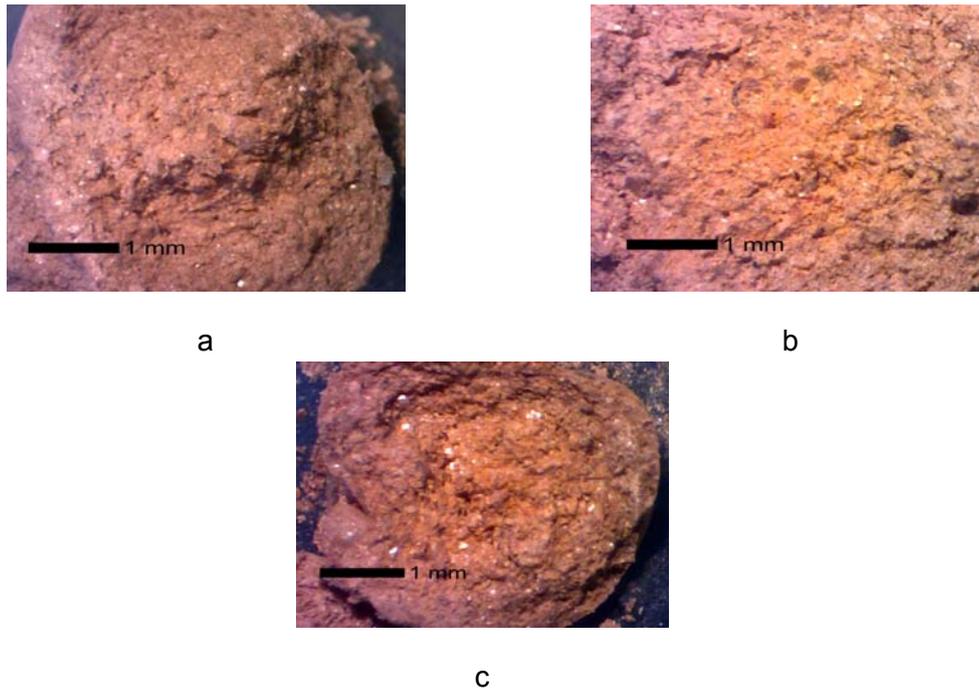


Figura 4.31: Aspecto das estruturas internas dos grânulos de PD1 (a), com 19%, PD3 (b), com 13,5%, e PD4 (c), com 21% de umidade.

#### 4.3.2.5- Influência do Tempo de Granulação Sobre as Características do Granulado

Granulações foram feitas com os seguintes tempos, em minutos, e respectivas amostras: 1 (PD7), 3 (PD1), 10 (PD8), 20 (PD9) e 30 (PD13). Os demais parâmetros foram mantidos iguais.

A Tabela 4.7 exhibe características destas amostras. A Fig. 4.32 exhibe as distribuições de tamanho de grânulos. A Fig. 4.33 exhibe imagens típicas de seus grânulos e a Fig. 4.34 exhibe imagens da estrutura interna típica dos grânulos.

A forma arredondada dos grânulos independe do tempo de granulação, porém, percebe-se que quanto mais longa a granulação, mais suave torna-se o contorno dos grânulos, e mais esférica ela se torna. A rugosidade superficial é outro aspecto a observar. Nas amostras granuladas por 1 e 3 minutos, percebe-se a rugosidade maior da superfície dos grânulos, em comparação com aquelas das amostras granuladas por 10, 20 e 30 minutos. A Fig. 4.33(b), da amostra granulada por um minuto, mostra a rugosidade fina da superfície do grânulo. Já a rugosidade das

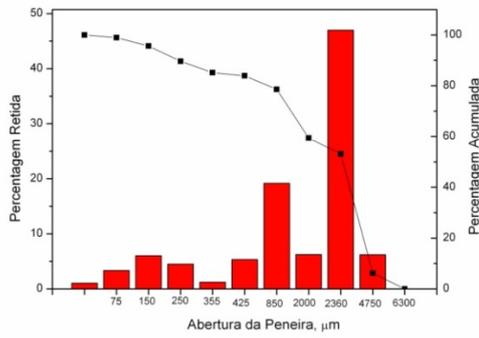
superfícies dos grânulos das amostras granuladas por 10, 20 e 30 minutos é muito menor, como mostram as Figs. 4.33(c,d,e).

Tabela 4.7: características dos granulados das amostras PD1, PD7, PD8, PD9 e PD13, granuladas por 3, 1, 10, 20 e 30 minutos, respectivamente.

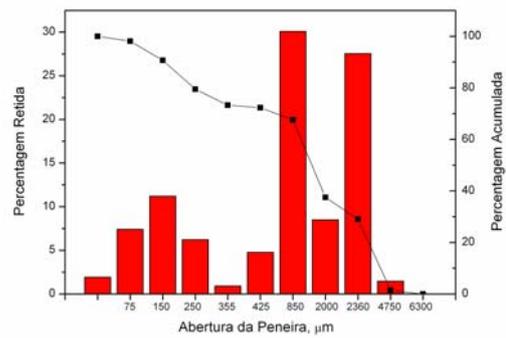
<b>Experimento</b>	<b>PD1 (3)</b>	<b>PD7 (1)</b>	<b>PD8 (10)</b>	<b>PD9 (20)</b>	<b>PD13 (30)</b>
<b>Características</b>					
Densidade Aparente g/cm <sup>3</sup>	1,1	1,2	1,2	1,2	1,2
Rendimento (%)	75,3	75,6	76,9	68,0	42,1
Resistência Fração passante (%)	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0
Fluidez (g/s)	16,7	14,3	19,2	20,8	22,2
Densidade Média de Grânulo (g/cm <sup>3</sup> )	1,6	1,5	2,1	1,6	2,1
Desvio Padrão Percentual da Densidade de Grânulo	23,4	10,6	7,6	9,2	20,4

A estrutura dos grânulos das amostras preparadas por 10, 20 e 30 minutos aparenta apresentar trincas. Não se pode afirmar se seriam trincas pré-existentes ou se foram causadas pelo faturamento dos grânulos para sua observação. Em qualquer dos casos, as trincas não são vistas nas estruturas dos grânulos produzidos em um e três minutos. Pode-se afirmar que em grânulos produzidos por tempos mais longos de granulação, o aparecimento de trincas é mais fácil.

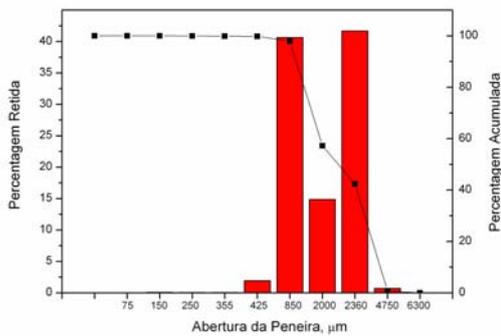
.O exame das curvas de distribuição de tamanho de grânulo mostra bem a evolução do tamanho dos grânulos durante o processo. Em todas as amostras há uma grande população de grânulos entre 850 e 2360  $\mu\text{m}$ , porém a largura das curvas varia conforme o tempo de granulação. Ver Fig. 4.32.



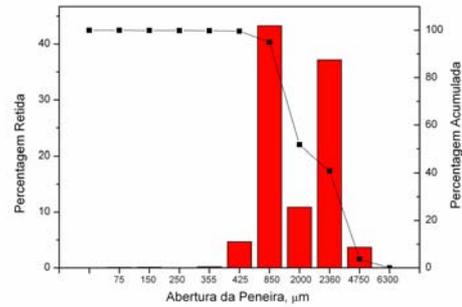
a



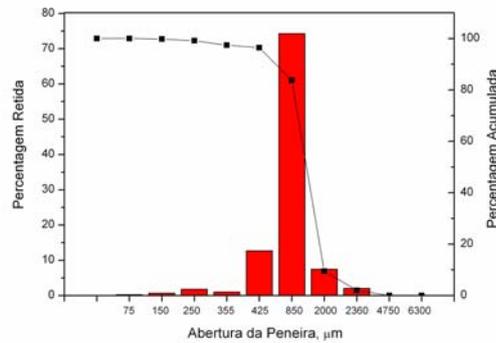
b



c



d



e

Figura 4.32: Distribuição de tamanho de grânulos nas formas diferencial e acumulada das amostras PD1 (a), com 3, PD7 (b), com 1, PD8 (c), com 10, PD9 (d), com 20 e PD13 (e), com 30 minutos de granulação.

A largura da curva de distribuição diminui com o aumento do tempo de granulação. Com um minuto, a largura é máxima. Com 30 minutos, tem-se a menor largura (Fig. 4.32(e)). Verifica-se também que o tamanho médio de grão diminui à medida que o tempo de granulação aumenta de 10 para 30 minutos.

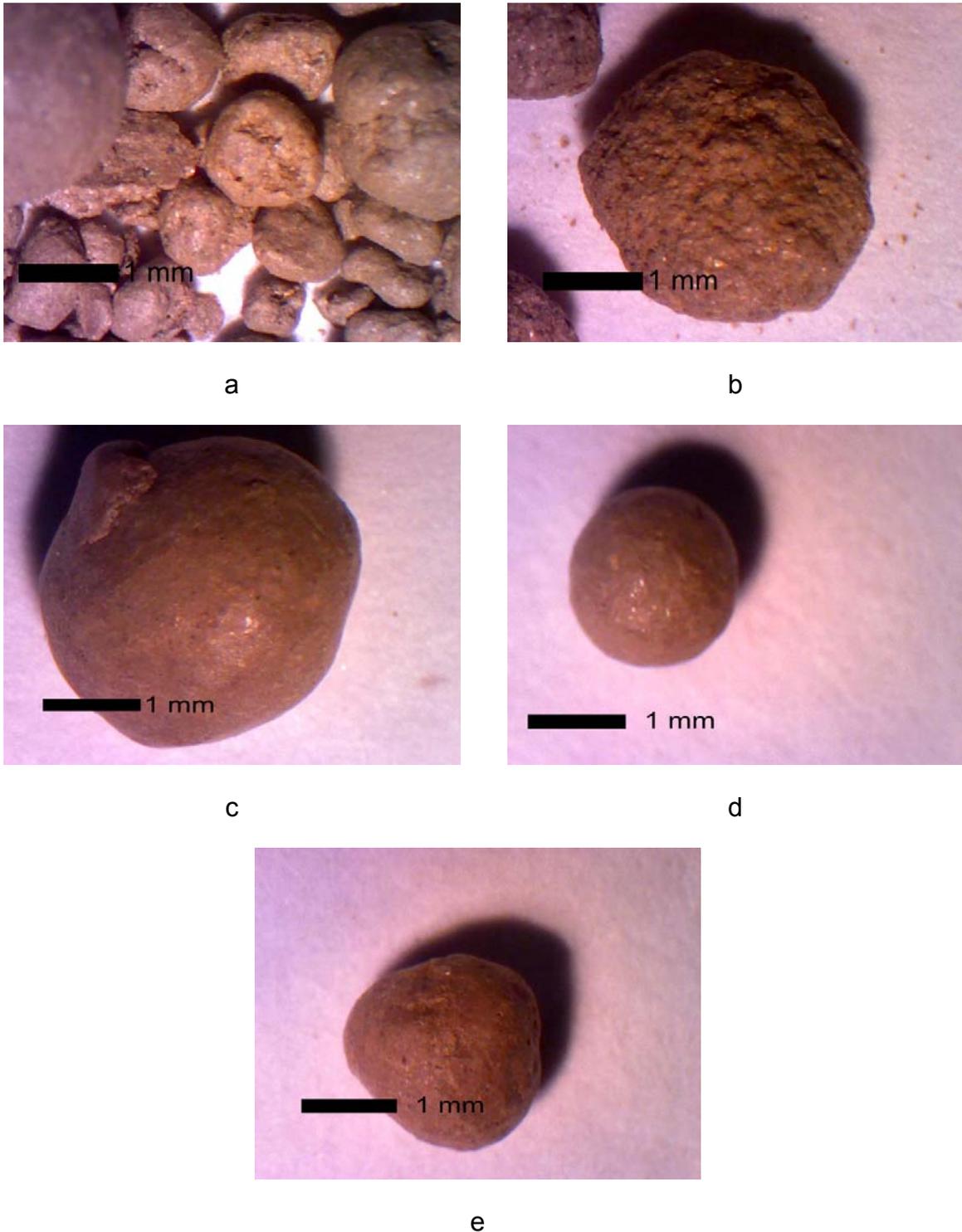


Figura 4.33: Imagens de grânulos típicos das amostras PD1 (a), com 3, PD7 (b), com 1, PD8 (c), com 10, PD9 (d), com 20 e PD13 (e), com 30 minutos de granulação.

Examinando a mudança da distribuição, pode-se concluir que já com um minuto de granulação, grânulos de larga faixa de tamanho são formados. Com três minutos, a população de grânulos grandes aumenta, mas a curva de distribuição ainda é larga. Isto pode significar que os grânulos pequenos estão se unindo aos

maiores. Este processo prossegue, até que em dez minutos de granulação, o tamanho dos grânulos concentra-se entre 850 e 2360 $\mu$ m (Fig. 4.32(c)).

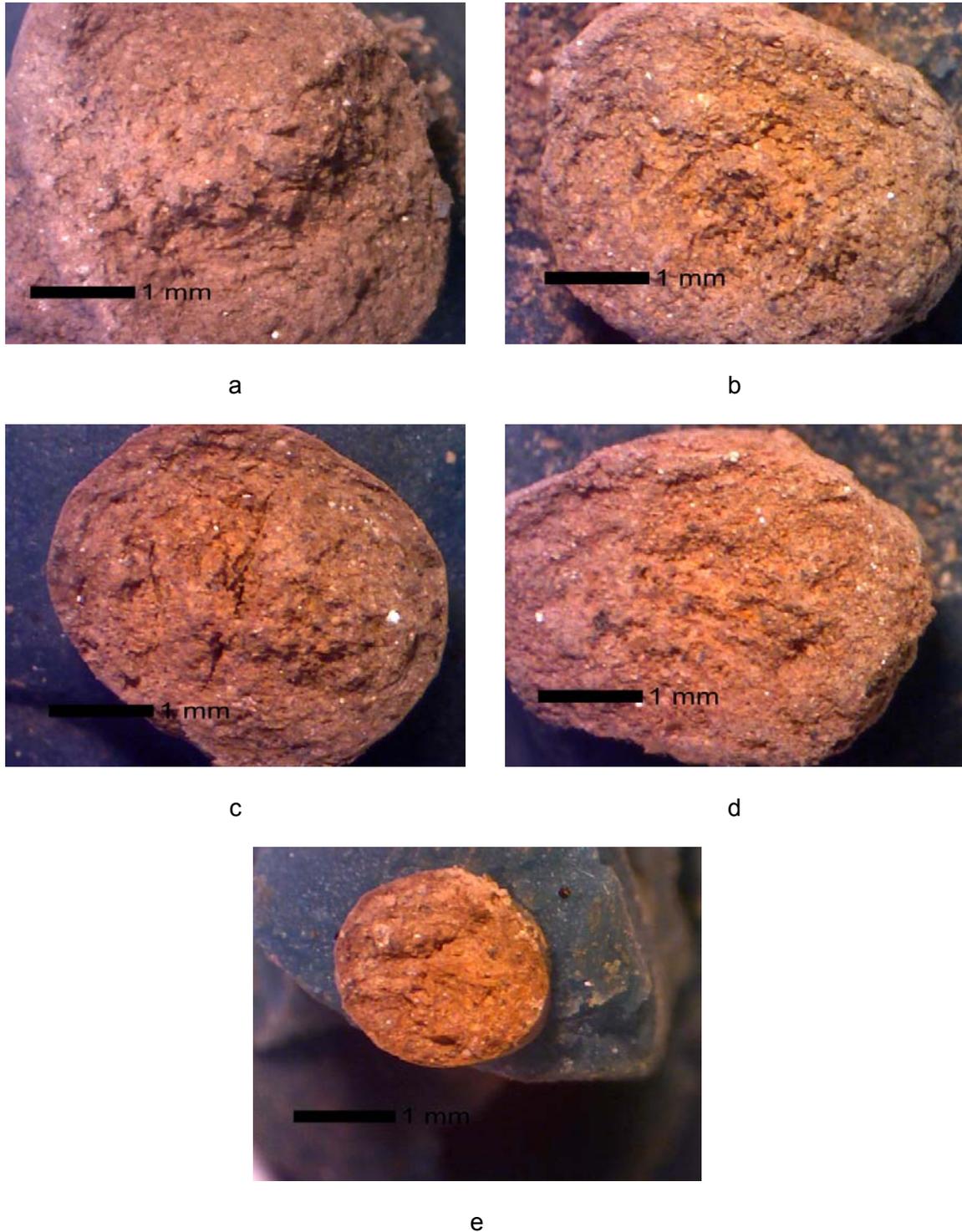


Figura 4.34: Aspecto das estruturas internas dos grânulos de PD1 (a), com 3, PD7 (b), com 1, PD8 (c), com 10, PD9 (d), com 20 e PD13 (e), com 30 minutos de granulação.

A partir de dez minutos de granulação, as mudanças que ocorrem são de leve diminuição do tamanho médio e diminuição da largura da curva de distribuição. Isto deve ocorrer devido à ação da lâmina cortadora. Esta corta os grãos maiores, impedindo que cresçam além do limite de  $2360\mu\text{m}$ . Os fragmentos tornam a crescer até atingir o tamanho limite. Isto causa a população de grânulos se concentrar próximo ao tamanho limite. Além disso, o tamanho limite sofre diminuição, até chegar a 30 minutos na casa dos  $850\mu\text{m}$ .

A densidade aparente praticamente não se alterou com o tempo de granulação. As medidas de fluidez mostram claramente que ela aumenta com o tempo de granulação. A diminuição da largura da curva de distribuição, bem como o aumento da esfericidade dos grânulos e a diminuição da rugosidade superficial são responsáveis por este comportamento.

O rendimento das granulações comporta-se inversamente à fluidez. Ele diminui com o aumento do tempo de granulação. Torna-se menor do que 50% após 30 minutos. A razão para a queda do rendimento é a deposição de material nas paredes laterais do vaso, que é cumulativa. Aliás, esta deposição pode também contribuir para a concentração da população de grânulos na faixa de maior tamanho, caso os grânulos menores fiquem mais facilmente aderidos à camada lateral depositada.

#### **4.3.2.6- A Reprodutibilidade das Características dos Grânulos nos Ensaios de Granulação.**

A operação de aglomeração de pós deve ter como uma de suas características a capacidade de produzir grânulos com características iguais, sempre que os mesmos parâmetros operacionais forem usados. Isto é, a máquina deve ser capaz de reproduzir resultados. Para testar esta característica, dois pares de amostras foram usados. Cada par possui os mesmos parâmetros operacionais. O primeiro par é formado pelas amostras PD1 e PD10. Ambas foram granuladas por 3 minutos. O outro par é formado pelas amostras PD9 e PD12. Ambas foram granuladas por 20 minutos.

A Tabela 4.8 exibe características destas amostras. A Fig. 4.35 exibe as distribuições de tamanho de grânulos. A Fig. 4.36 exibe imagens típicas de seus grânulos e a Fig. 4.37 exibe imagens da estrutura interna típica dos grânulos.

As curvas de distribuição de tamanho de grânulos dos dois pares de amostras revelam comportamentos diferentes. No primeiro par, as curvas indicam comportamentos semelhantes, mas largas distintas. Isto é, embora a distribuição de tamanho de grânulos da amostra PD10 seja mais larga, ela já possui as mesmas características da curva da amostra PD1: distribuição bimodal com população de grânulos concentrada em torno de 2360  $\mu\text{m}$ , mas uma segunda população em torno de 180  $\mu\text{m}$ .

Tabela 4.8: características dos granulados das amostras PD1, PD10, granuladas por 3 minutos e PD9, PD12, granuladas por 20 minutos, respectivamente.

<b>Experimento</b> <b>Características</b>	<b>PD1 (3)</b>	<b>PD10 (3)</b>	<b>PD9 (20)</b>	<b>PD12 (20)</b>
Densidade Aparente g/cm <sup>3</sup>	1,1	1,2	1,2	1,2
Rendimento (%)	75,3	66,5	68,0	68,2
Resistência Fração passante (%)	0,2	0,1	0,0	0,0
Fluidez (g/s)	16,7	17,2	19,2	22,2
Densidade Média de Grânulo (g/cm <sup>3</sup> )	1,6	1,6	2,1	2,1
Desvio Padrão Percentual da Densidade de Grânulo	23,4	16,7	7,6	20,4

.No segundo par, as curva de distribuição de tamanho de grânulos mostra grande similaridade. Isto demonstra a excelente capacidade que tem a máquina de reproduzir a distribuição de tamanho de grânulos para 20 minutos de granulação. Esta mesma capacidade não é vista para o tempo de 3 minutos. Conclui-se que o tempo de granulação é um fator importante para determinar a reprodutibilidade desta característica. Em tempos curtos, os grânulos ainda estão em formação. Embora a distribuição de tamanho já esboce uma tendência, diferenças ainda são significativas. À medida que a aglomeração prossegue, estas diferenças são diminuídas.

A reprodutibilidade da forma dos grânulos e na sua estrutura interna para as amostras granuladas por 20 minutos é também muito alta. Para as amostras granuladas por 3 minutos, as estruturas internas dos grânulos se equivalem. As formas dos grânulos também se equivalem, porém a rugosidade superficial difere bastante.

Os grânulos da amostra PD10 são bem mais rugosos, como aqueles da amostra PD7, granulada por 1 minuto, como mostra a Fig. 4.33.(b). na Fig. 4.36(b), pode-se ver que a rugosidade é causada por partículas primárias de argila que aderem à superfície dos grânulos. Este é o mecanismo principal de crescimento de grânulos neste estágio inicial do processo de granulação.

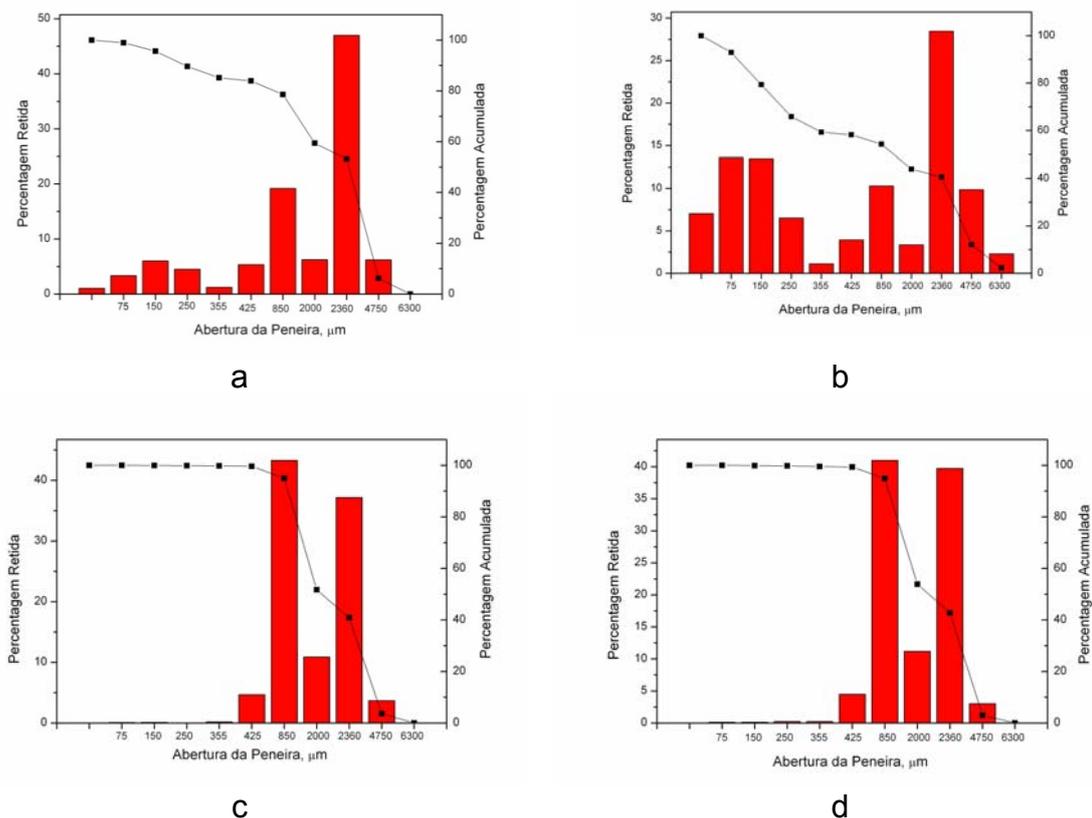


Figura 4.35: Distribuição de tamanho de grânulos nas formas diferencial e acumulada das amostras PD1 (a), PD10 (b), granuladas por 3 minutos e PD9 (c), PD12 (d), granuladas por 20 minutos, respectivamente.

Pode-se concluir que a rugosidade verificada na amostra PD7 tenha a mesma origem. Quando não houver mais partículas primárias de argila, este mecanismo

cessa, e o mecanismo de crescimento de grânulo passa a ser dominado pela coalescência de grânulos, ou seja, a união entre grânulos. Enquanto isto, a rugosidade superficial dos grânulos diminui.

A maior reprodutibilidade das amostras granuladas por 20 minutos também se verifica para o rendimento do processo. A fluência foi reproduzida, independente do tempo de granulação.

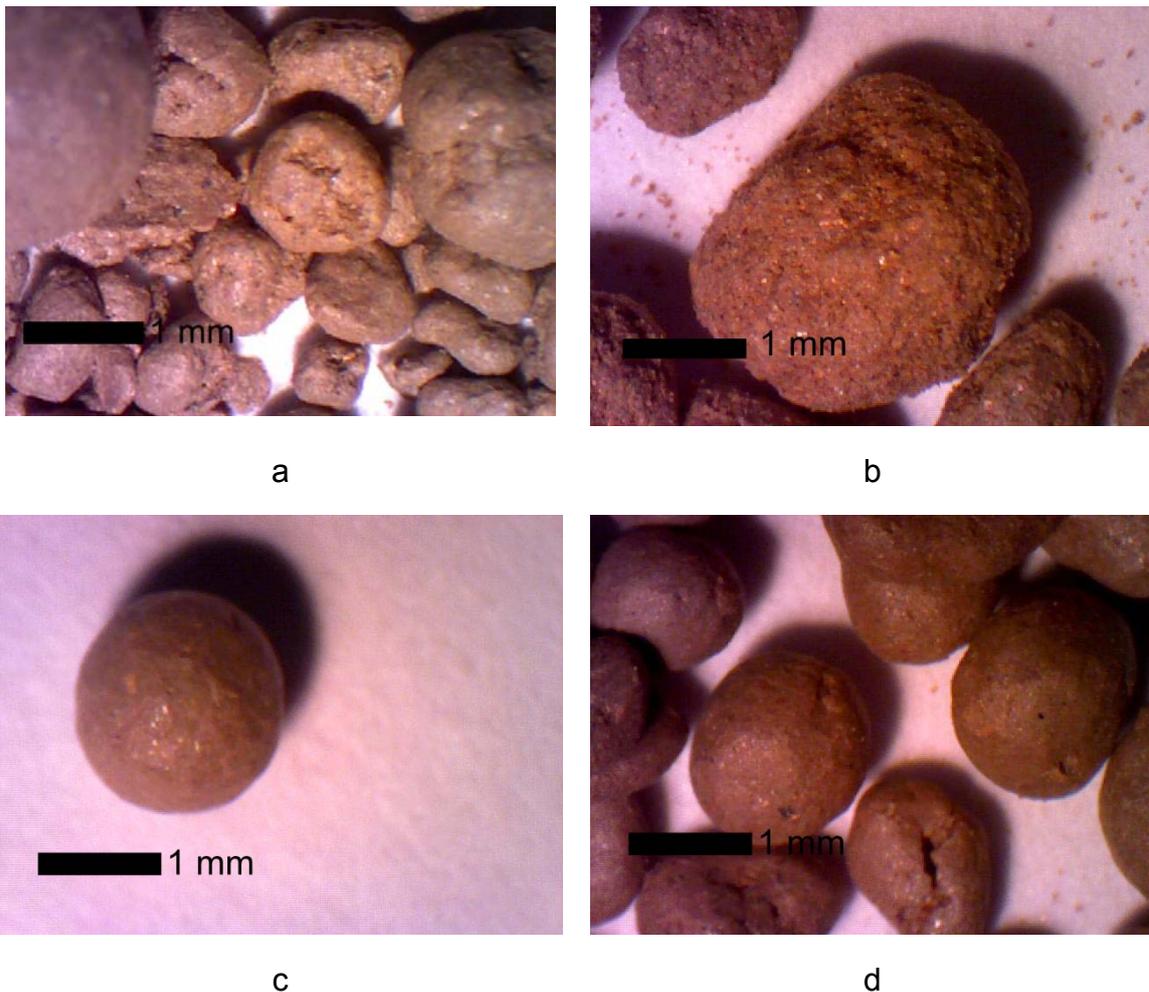


Figura 4.36: Imagens de grânulos típicos das amostras PD1 (a), PD10 (b), granuladas por 3 minutos e PD9 (c), PD12 (d), granuladas por 20 minutos, respectivamente.

#### 4.3.3- Observações sobre a umidade e a densidade dos pós em granulação

Após a granulação da amostra PD13, a umidade das frações granulada e não granulada foi determinada. A umidade utilizada nesta granulação foi de 19%. Após o processo, que durou 30 minutos, a fração granulada possuía 15,2% de umidade e a

fração não granulada possuía 22,4%. Isso mostra que a umidade se distribui diferentemente no pó.

A fração que se prende às paredes do vaso retém a umidade, e até torna-se mais úmida, enquanto que a fração que permanece em movimento perde umidade. A perda de umidade pode ocorrer por evaporação, auxiliada pelo movimento dos grânulos ao ar no interior do jarro, e pela transferência direta de líquido causada pelas colisões dos grânulos contra as pétalas da hélice impelidora, as lâminas do cortador e as paredes do jarro.

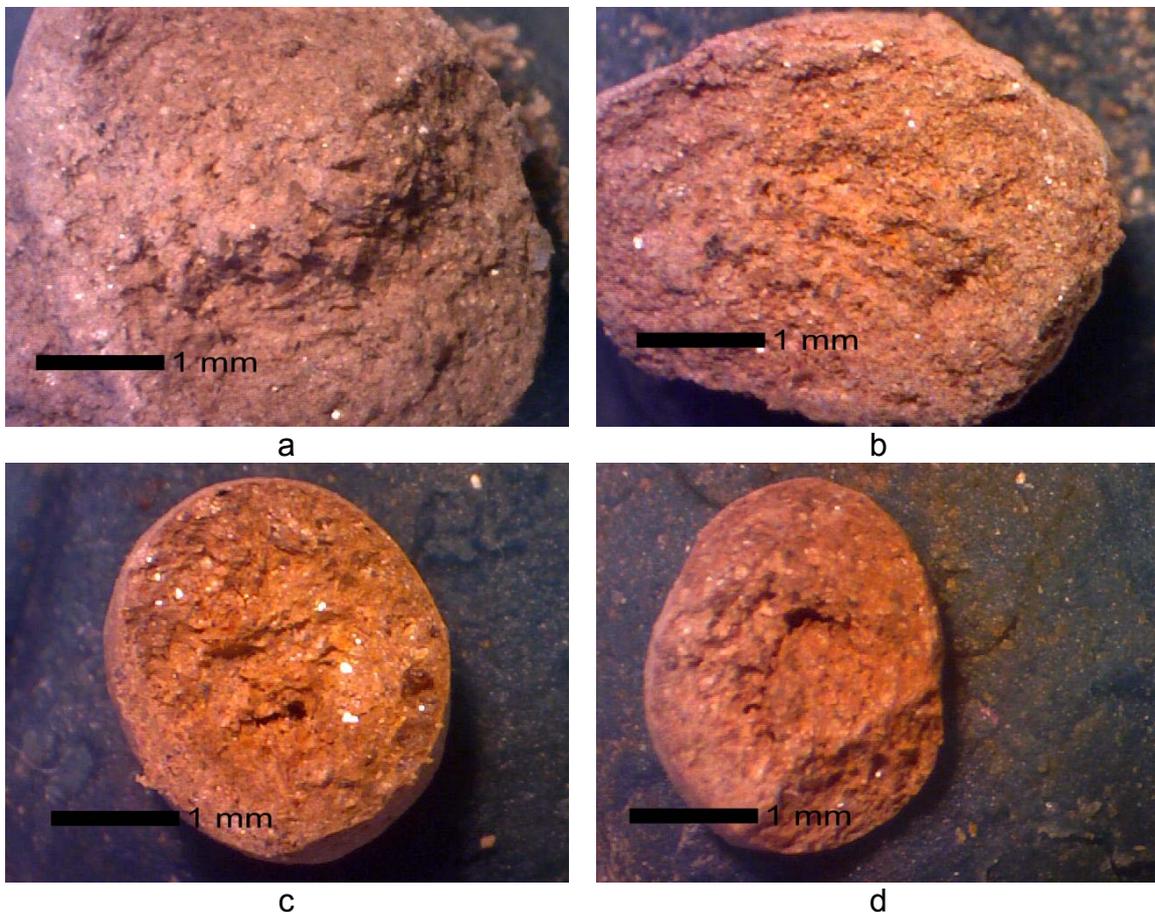


Figura 4.37: Aspecto das estruturas internas dos grânulos de PD1 (a), PD10 (b), granuladas por 3 minutos e PD9 (c), PD12 (d), granuladas por 20 minutos, respectivamente.

Os índices de plasticidade da argila são mostrados na Tabela 4.9. O limite de plasticidade do pó é de 28,4%. A umidade inicial usada na amostra PD13 é de 19%. Verificou-se que a fração granulada desta amostra umidade de apenas 15,2%, quase metade do limite de plasticidade. Este limite representa a umidade mínima

que a argila deve ter para sofrer deformação (alongamento), sem apresentar trincas e fraturas.

Tabela 4.9: Índices de plasticidade da argila.

Limite de liquidez	Limite de plasticidade	Índice de plasticidade
51,4%	28,4%	23,0%

As colisões sofridas pelos grânulos durante a granulação deformam plasticamente e isto molda a forma dos grânulos. O valor de umidade, bem abaixo do limite de plasticidade, contribui para a diminuição do tamanho de grânulo. Os grânulos diminuem de tamanho graças à fragmentação causada pelas colisões e pela ação da lâmina cortadora. Esta fragmentação será tanto mais fácil quanto mais baixa for a umidade do grânulo. Isto já foi comprovado pela amostra PD3, com apenas 13,5% de umidade inicial. PD3 possui a maior população de grânulos finos de todas as amostras. Baseando-se nesta constatação, o controle da umidade pode ser usado para acelerar a diminuição do tamanho de grânulos. O controle poderia ser feito permitindo a troca de ar entre o interior e o exterior do vaso, ou ainda aquecendo o ar em seu interior.

Outra observação interessante refere-se à densidade do material antes e depois da granulação. A tabela 4.10 exhibe os valores de densidade média de partícula argilosa, da densidade batida do pó de argila, da densidade média da argila granulada e da densidade média dos grânulos de argila.

Tabela 4.10: Densidades da argila antes e depois da granulação.

Densidade Média de Partícula	Densidade Batida da Argila	Densidade Aparente do Granulado	Densidade Média de Grânulo
2,66 g/cm <sup>3</sup>	1,05 g/cm <sup>3</sup>	1,2 g/cm <sup>3</sup>	1,6 g/cm <sup>3</sup>

Na forma batida, a densidade do pó de argila é de 1,05 g/cm<sup>3</sup>. A granulação consegue aumentar a densidade da argila em 20%, em média. Isto demonstra que a granulação de pós é uma maneira de reduzir custos de armazenagem. Pós granulados ocupam menos espaço do que pós não granulados.

Embora a densidade de grânulo não tenha grande precisão, como já discutido na subseção 4.3.2, seu valor médio pode ser usado aqui como ordem de grandeza

para comparação. Todas as medidas de densidade de grânulo concordam que seu valor é superior à densidade do granulado. O valor médio da densidade do grânulo é de 1,6 g/cm<sup>3</sup>. Este valor é 33% maior do que a densidade do granulado e é 60% da densidade média das partículas da argila. A operação de granulação equivale a compactar o pó de argila.

## CAPÍTULO 5

### CONCLUSÕES

A máquina granuladora foi montada com sucesso. Todos os seus sistemas funcionaram conforme planejado. O teste de funcionamento sem carga mostrou que a máquina é estável, não produz sobreaquecimento, nem vibrações acima do aceitável. O ruído que gera permite sua operação por longo tempo sem qualquer proteção.

Os sistemas de controle permitem o ajuste satisfatório da velocidade da hélice impelidora e da lâmina cortadora, além da quantidade de ligante injetado.

Testes revelaram que areia pura não é granulada com água como ligante e que argila misturada com areia, na proporção 1:1, consegue ser granulada com água assim como a argila pura. Os testes determinaram ainda que na granulação de argila, a mistura com o ligante pode ser feita em uma etapa à parte, fora do vaso de granulação. O importante é que a água se misture homoganeamente à argila.

Os procedimentos usados para determinação de características dos granulados como resistência mecânica ao choque, fluidez e densidade de grânulo precisam ser mais trabalhados porque não apresentaram resultados esperados. O teste de resistência deve ser capaz de discriminar o nível de resistência melhor ao submeter os grânulos a cargas de magnitude adequadas. O teste de fluidez deve separar fluidez da tendência de travamento por *bridging*. O teste de densidade de grânulo apresenta dispersão muito elevada.

O mecanismo de aglomeração do pó de argila segue os passos descritos na literatura para o processo de alto cisalhamento. O ligante une partículas primárias do material por força de capilaridade e pontes entre as partículas. Os aglomerados crescem ao incorporar novas partículas. Este processo é acelerado pelo movimento do material, promovido pelo impelidor. Ao mesmo tempo, a alta energia do impelidor deforma plasticamente os grânulos. Isto molda e aumenta o empacotamento das partículas nos grânulos.

Outro mecanismo de crescimento de grânulo, que passa a predominar, quando não houver mais partículas primárias isoladas em número significativo, é a união entre aglomerados por colisão. Aglomerados crescidos são cortados pela lâmina cortadora. Os fragmentos dos aglomerados atingidos pela lâmina voltam a crescer. A lâmina cortadora impõe limite de tamanho aos grânulos. A fragmentação dos grânulos é influenciada pela unidade do grânulo. Quanto menor o teor de ligante, menos resistente é o grão.

A máquina granuladora opera com cargas entre 50 e 200 g. Para quantidades menores, o rendimento cai bastante. Para quantidades maiores, ocorrem problemas de movimentação da hélice impelidora.

A velocidade da hélice impelidora influenciou a distribuição de tamanho dos grânulos. Velocidade maior da hélice aumenta o número de grânulos maiores e a diminuição da largura da curva de distribuição. Já a velocidade da lâmina cortadora, para os valores ensaiados, não mostrou causar efeito sobre as características dos grânulos.

A quantidade de ligante mostrou ser importante para controle do tamanho médio e da distribuição de tamanho de grânulos. Quanto menor a umidade, mais facilmente os grânulos podem ser fragmentados. Os ensaios mostraram que a umidade não se distribui uniformemente no material granulado. A fração do pó que se deposita no fundo e na parede do vaso é mais úmida. A fração de material que permanece em movimento, sendo granulada, perde água continuamente. O controle da umidade pode ser usado para acelerar o processo de granulação e/ou o tamanho limite de grânulo.

Com menos de um minuto depois que a hélice impelidora foi colocada na velocidade planejada, o material está granulado e os grânulos apresentam formato arredondado. Contudo, a distribuição de tamanho de grânulo é larga, possuindo considerável população de grãos finos. Com o passar do tempo, a população de grãos grandes cresce e a largura da curva diminui. Posteriormente, o tamanho médio de grânulo cai, mas a largura da curva continua pequena. A reprodutibilidade das características dos grânulos é melhor para tempos longos de granulação. Porém, o rendimento cai, devido à deposição de uma camada de material na parede lateral do vaso.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Wolfgang Pietsch, *Agglomeration Processes Phenomena, Technologies, Equipment*, Wiley-VCH Verlag GmbH, Weinheim, 2002.

G. Nasseti, (1990), Innovative Systems for the Preparation of Ceramic Tile Bodies, *Tile & Brick*, Ed. Verlag Schmid, Freiburg, 3:15-20.

G. Nasseti, C. Palmonari, (1992), Dry Fine-grinding & Granulation vs Wet Grinding & Spray Drying for preparation of a redware mix for fast single-fired vitrified Tile, *94<sup>o</sup> Annual meeting and exposition*, Minneapolis –USA, 12-16

A.C. Anders, G Ghorra, R.V. Rigutto, (1989), Wet Vs Dry Processing: Granulation of Ceramic Powders ( 2<sup>nd</sup> in a series), *Ceram. Eng.Sci. Proc.*, 10:18-15.

Goldszal Alexandre, Bousquet Jacques,(2001), *Wet agglomeration of powders: from physics toward process optimization*, Powder Technology 117 221–231.

Catálogo site do fabricante <http://www.keyinternational.com/pdf/5KG-000D.pdf>. Acessado em 05/06/2011.

Site do Instituto de Pesos e Medidas do Estado de São Paulo [www.ipem.sp.gov.br/5mt/unidade.asp?vpro=uso](http://www.ipem.sp.gov.br/5mt/unidade.asp?vpro=uso)

Acessado em 01/03/2011

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT (1984) *Grãos de solo que passam por peneira- Determinação da massa específica*:NBR 6508-84. Rio de Janeiro-RJ

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT (1984) *Solo: Determinação do Limite de Liquidez* :NBR 6459-84. Rio de Janeiro-RJ

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT (1984) *Solo: Determinação do Limite de Plasticidade*: NBR 7180-84. Rio de Janeiro-RJ

Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT (1984) *Solo: Análise Granulométrica*: NBR 7181-84. Rio de Janeiro-RJ

Nascimento Junior, G. C. do (2007) *Máquinas elétricas: teorias e ensaios*. 2<sup>a</sup> Ed. São Paulo: Érica, 260p.

HERVIEU, P. e DEHONT, F. (1994) Granulation of Pharmaceutical Powders by Compaction: an Experimental Study. *Drug. Dev. Ind. Pharm.*, v.20, n. 1, p. 65-74.

VOIGT, R. e FAHR, A. *Pharmazeutische Technologie*. 9. überarb. Aufl., Stuttgart: Deutscher Apotheker, 2000.