

ESTUDO E DESENVOLVIMENTO DE PARTICULAS DE PARAFINA PELA TÉCNICA DE *SPRAY-COOLING*

F. O. Cardoso¹; G. A. Pereira²; K. P. Cardoso³; M. Y. Nagamachi⁴

1- Departamento de Engenharia de Controle e Automação – Faculdade de Tecnologia São Francisco,

Av. Siqueira Campos, 1174 – CEP: 12307-000 – Jacareí - SP – Brasil

Telefone: (12) 3947-4853 - Email: fagneroc@gmail.com

2- Departamento de Engenharia de Controle e Automação – Faculdade de Tecnologia São Francisco

Av. Siqueira Campos, 1174 – CEP: 12307-000 – Jacareí - SP – Brasil

Telefone: (12) 3947-4853 - Email: guilhermeaugust777@gmail.com

3- Departamento de Química – Instituto Tecnológico de Aeronáutica

Praça Mal. Eduardo Gomes, 50 – CEP: 12228-900 – São Jose dos Campos - SP – Brasil

Telefone: (12) 3947-4853 – Email: kamila@ita.br

4- Divisão de Química – Instituto de Aeronáutica e Espaço

Praça Mal. Eduardo Gomes, 50 – CEP: 12228-015 – São Jose dos Campos - SP – Brasil

Telefone: (12) 3947- 4497– Email: marciomyn@iae.cta.br

RESUMO: *Spray-Cooling* é uma técnica conceituada na literatura para a produção de material particulado através do processo de atomização. Estas partículas são desenvolvidas com tamanho e morfologias controladas, uma vez que se tem conhecimento dos parâmetros que influenciam este processo, sendo as vazões de líquido e de ar comprimido as variáveis mais influentes na distribuição de tamanho de partículas. Desta forma, este projeto tem por objetivo estudar e desenvolver partículas de parafina utilizando o processo de *Spray-Cooling*, para isso serão estabelecidas as correlações dos parâmetros com o diâmetro médio de Sauter, assim como números adimensionais envolvidos no processo.

PALAVRAS-CHAVE: *Spray-Cooling*; *Spray-Chilling*, partículas, parafina.

ABSTRACT: *Spray-cooling* is a highly regarded technique in the literature to the production of particulate materials by the atomization procedure. These particles are prepared with size and morphology controlled, once aware about the parameters and variables present in this method, being the liquid and compressed air flows the most influential variables in the particles size distribution. Thus, this project has the objective to study and develop paraffin particles using the *Spray-Cooling* process, for that, the parameters correlations with the Sauter mean diameter will be established, as well as the dimensionless numbers involved in the process.

KEYWORDS: *Spray-Cooling*; *Spray-Chilling*, particles; paraffin;

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de partículas pode ser realizado por diferentes técnicas, como cristalização por emulsão [1], fluidização [2], sol-gel, *Spray-Dryer*, *Spray-Chilling* [3] dentre

outros. *Spray-Chilling* ou *Spray-Cooling*, consiste em uma técnica de processamento de partículas com morfologia e distribuição de tamanhos controlados, uma vez que todos os parâmetros influentes no processo podem ser ajustados conforme o resultado esperado. Além de se tratar, de um procedimento de fácil

reprodução, segurança, alta reprodutibilidade e confiabilidade [3]. Devido a versatilidade da técnica de *Spray-Cooling*, a mesma tem sido aplicada em diversos setores da indústria, desde a produção de fármacos [4,5], indústria de alimentos [3], resfriamento de equipamentos eletrônicos [6], materiais bélicos dentre outros [7,8].

O processo de *Spray-Cooling* baseia-se na atomização de um líquido que choca-se com ar comprimido a alta velocidade, formando uma névoa ou spray. As gotículas geradas se solidificam quando entram em contato com um fluxo de ar refrigerado transformando-as em partículas. Este modelo de atomização é conhecido como *Air-assisted* e é recomendado para fluídos com alta viscosidade [9].

Com isso este projeto, tem como objetivo estudar a técnica de *Spray-Cooling*, relacionando seus parâmetros principais e avaliando a influência destes na distribuição de tamanho de partículas.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

A parafina empregada neste trabalho foi adquirida junto a Petrobrás e utilizada conforme recebida (LOTE: 0314/497). As partículas de parafina foram preparadas em um Mini Spray Dyer B-290. Este equipamento foi acoplado a um banho termostático Haake (DC3), responsável por manter a parafina fundida, um Desumidificador (Büchi B-296) e um compressor, conforme Figura 1.



Figura 1. Equipamento de Spray Dyer acoplado a um Banho Termostático e Desumidificador.

2.1. Preparo das partículas de parafina

Com o equipamento devidamente calibrado, adicionou-se a cera de parafina em um reservatório aquecido a temperatura de 370 ± 1 K, responsável por fundir a parafina, conforme Figura 2. Após a completa fusão, a mesma escoou pelo tubo de injeção por gravidade [10], onde colide-se com ar comprimido expandido a altas velocidades no bocal de atomização, formando as gotículas de parafina, conforme descrito por Sanjay e colaboradores [11]. As gotículas de parafina se solidificam devido à presença de um ar refrigerado que circula pela câmara de atomização. O fluxo de ar direciona estas partículas para o cone separador, onde ocorre a secagem e separação do material. Este sistema é representado pelas Figuras 2 e 3.

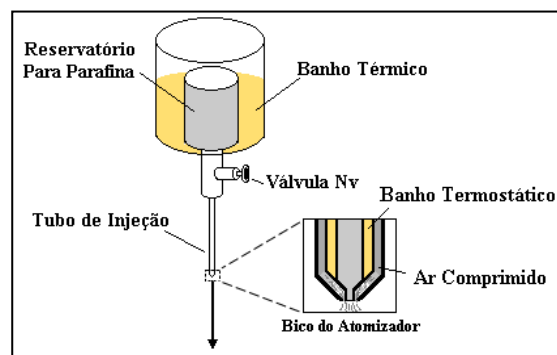


Figura 2. Esquematização do sistema de fusão e injeção da parafina.

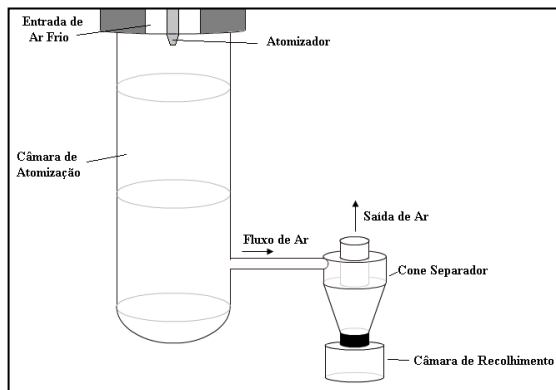


Figura 3. Esquematização da Câmara de Atomização, Cone Separador e Câmara de Recolhimento.

A fim de se controlar a distribuição do tamanho das partículas, correlações entre o diâmetro das partículas, número de voltas da válvula de injeção do líquido (N_v), vazão de ar comprimido controlada pelo rotâmetro (L_r), e a potência do ventilador que é o responsável por fornecer ar frio para solidificar as gotas (L_v) foram realizadas. Todas as amostras preparadas estão descritas na Tabela 1, onde é possível ver a combinação de cada parâmetro: N_v , L_r e L_v .

Após o preparo de cada amostra, uma alíquota foi separada para caracterização. A caracterização granulométrica das partículas foi realizada em um equipamento de difração a laser MasterSize 2000 (Malvern), tendo água destilada como dispersante. Já a morfologia das partículas foi determinada em um estereomicroscópio Discovery V12 da Carl Zeiss, com resolução de 150X. Todas as amostras foram realizadas em triplicata para garantir a reprodutividade e confiabilidade dos resultados.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os conjuntos de amostras de partículas de parafina foram produzidas para combinações dos parâmetros N_v (1, 2, 3 e 4), L_r (20, 30, 40 e 50 mm) e L_v (70 e 100%). Todas as amostras apresentaram morfologia esférica bem definida, um desses conjuntos de amostras está representado na Figura 4.

Micrografia das partículas de parafina produzidas com os parâmetros N_v 1 – 4, L_r 20mm e L_v 70%. Esta morfologia está diretamente relacionada a tensão superficial na superfície das gotas revertendo o efeito de deformação causado pela colisão da mesma com o ar comprimido a alta velocidade, conforme descrito por Sanjay e colaboradores [11]. Todos os demais conjuntos de amostras apresentaram a mesma morfologia com distinção apenas no diâmetro das partículas e podem ser vistos na Tabela 1, assim como suas combinações de parâmetros.

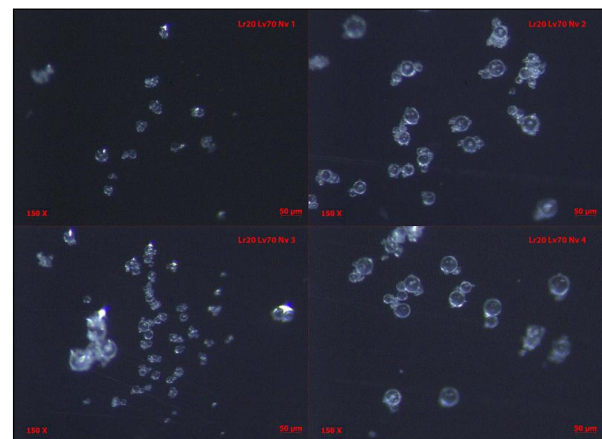


Figura 4. Micrografia das partículas de parafina produzidas com os parâmetros N_v 1 – 4, L_r 20mm e L_v 70%.

Na Tabela 1 é possível observar os resultados referentes a distribuição de tamanhos de cada amostra através do D_{32} (diâmetro médio de Sauter), sendo diâmetro esférico equivalente mais adequado para representação das distribuições dos tamanhos de partículas [1,12]; o qual apresentou uma faixa de 24,5 μ m à 41 μ m de diâmetro. Partículas com diâmetros menores, ou maiores, podem ser adquiridas a partir de novos experimentos modificando o diâmetro e configuração do bico de atomização [13].

É possível obter relações diretas entre o tamanho das partículas com números adimensionais, associados a formação de spray e a quebra das partículas [9,13]. A Equação 1

descreve um desses adimensionais que é o número de Weber (We):

$$We = \frac{\rho_l \cdot v_g^2 \cdot D_l}{\sigma_l} \quad (1)$$

onde ρ_l e σ_l referem-se a densidade e tensão superficial da parafina fundida respectivamente, D_l o diâmetro do tubo injetor e v_g é a velocidade do ar obtida a partir do número de Mach (Ma). A Razão Ar/Líquido (ALR) é definida pela Equação 2:

$$ALR = \frac{w_g}{w_l} \quad (2)$$

que corresponde à razão da vazão mássica do ar comprimido (w_g) pela vazão mássica da parafina fundida (w_l).

A correlação do $\ln(D_{32})$ com os adimensionais ALR e We é dada pela Equação 3, na qual a e b são as constantes a serem determinadas para a parafina fundida.

$$\ln(D_{32}) = a \cdot ALR + b \quad (3)$$

A Figura 5. Correlação de $\ln(D_{32})$ com ALR para We constante, mostra a correlação de dados de $\ln(D_{32})$ da Tabela 1 em função de ALR para We constante, onde observa-se que não há grandes variações do $\ln(D_{32})$ para diferentes valores de ALR.

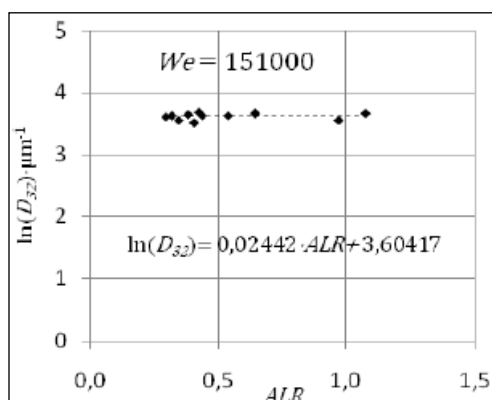


Figura 5. Correlação de $\ln(D_{32})$ com ALR para We constante.

Para outros valores de We, dados pela variação de L_r descritos na Tabela 1, repetiu-se o processo da Figura 5, possibilitando determinar as constantes a e b da Equação 3, gerando com isso a correlação descrita na Equação 4:

$$\ln(D_{32}) = -0,066 \cdot ALR + 5,733 \cdot We^{-0,0390} \quad (4)$$

A partir de dados obtidos na calibração do equipamento, são calculadas a velocidade do gás e o número de Mach Ma, as quais estão relacionadas diretamente com os efeitos de pressurização/aspiração ΔP_{ea} já relatados na literatura [10]. Estes efeitos consistem na dificuldade e/ou facilidade de escoamento do líquido dada pelo aumento da pressão na saída do tubo de injeção. A Figura 6. Efeito de pressurização/aspiração, mostra a correlação de Ma e ΔP_{ea} para testes com parafina, água e o sistema sem líquido.

É possível observar que para valores positivos, o efeito presente é o de pressurização (dificuldade do escoamento do líquido), o qual tem maior interação sobre a parafina para baixas vazões de ar comprimido (baixos valores do rotâmetro L_r) quando comparada com a água e o sistema sem líquido. Este efeito indica oposição ao fluxo de parafina fundida e ocorre devido as características físico-químicas do fluido: viscosidade, densidade e tensão superficial, sendo a última a mais influente para o líquido de parafina [14]. Observa-se que com o aumento da vazão de ar (altos valores de L_r), tem-se o efeito de aspiração (valores negativos) que tem funções contrárias ao efeito de pressurização, facilitando com isso o escoamento do líquido.

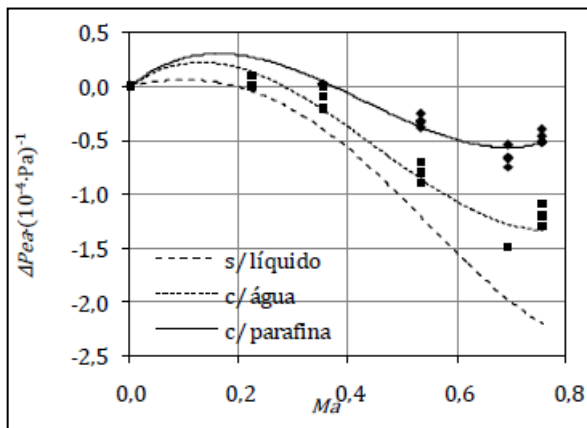


Figura 6. Efeito de pressurização/aspiração.

Tabela 1. Dados experimentais de D32 e dos adimensionais We e ALR

L_r (mm)	N_v (voltas)	L_v (%)	We (10^5)	ALR			$D_{32}(\mu m)$		
				1	2	3	1	2	3
20	1	70	1,510	1,080	0,973	0,424	39,2	35,1	39,7
20	2	70	1,510	0,539	0,383	0,438	37,7	38,3	37,8
20	3	70	1,510	0,345	0,296	0,408	34,8	37,0	33,4
20	4	70	1,510	0,318	0,383	0,647	37,2	38,3	38,7
30	1	100	3,326	1,197	0,960	1,201	27,7	25,9	27,8
30	2	100	3,326	0,490	0,470	0,508	31,1	28,5	31,1
30	3	100	3,326	0,427	0,541	0,497	34,0	31,3	31,3
30	4	100	3,326	0,474	0,577	0,500	26,8	26,1	28,9
40	1	100	5,410	1,677	1,878	1,803	25,6	24,7	27,5
40	2	100	5,410	0,738	0,736	0,726	26,7	25,3	28,2
40	3	100	5,410	0,586	0,690	0,773	34,1	30,5	32,4
40	4	100	5,410	0,569	0,613	0,737	30,3	29,5	33,2
50	1	100	6,322	2,300	2,750	3,111	29,0	27,9	28,5
50	2	100	6,322	1,604	1,393	1,477	25,3	26,9	26,4
50	3	100	6,322	1,081	1,481	1,605	26,4	26,1	27,2
50	4	100	6,322	1,216	1,409	1,365	32,5	33,4	32,0

4. CONCLUSÕES

Foi possível concluir que a técnica de *Spray-Cooling* mostrou-se eficiente no preparo de partículas de parafina, com boa reprodutibilidade e rendimento, pois é possível obter distribuições de partículas com tamanho e morfologia bem definidas. Obteve-se correlações entre os parâmetros do processo, as vazões do líquido e do ar comprimido durante as calibrações, sendo a última a mais atuante no processo de produção de partículas de parafina. Correlacionou-se o diâmetro médio de Sauter com os adimensionais ALR e

We , sendo o último o de maior influência no diâmetro das partículas e o que melhor representa o processo. Estudos mais aprofundados devem ser realizados visando outras faixas de diâmetro de partículas bem como melhorar a compreensão sobre o efeito de aspiração/pressurização.

5. AGRADECIMENTOS

Ao CNPq, por disponibilizar a bolsa PIBIC; ao IAE por disponibilizar o espaço para estudos; ao ITA por andamento neste

projeto vinculado; a AEB por fornecer recursos para a compra do Mini Spray Dryer.

6. REFERÊNCIAS

- [1] CARDOSO, K. P.; NAGAMACHI, M. Y.; KAWACHGI, E. Y.; ARAÚJO, T. B.; NUNES, R. F. Thermogravimetric Analysis of the Decomposition of a Paraffin Particle/HTPB Fuel Grain for Hybrid Rocket Motors. Aerospace Sciences Meeting, 2015.
- [2] BARESCHINO, P.; PEPE, F.; SALATINO, P. Shear-Assisted Fluidized Bed Powder-Coating. Engineering Conferences Internacional, 2010.
- [3] JUNIOR, F. E. de M. Desenvolvimento, caracterização e aplicação de microcápsulas de ácido ascórbico obtidas por spray chilling, Pirassununga – SP, 2013.
- [4] OLIVEIRA, S. O. Desenvolvimento e caracterização de micropartículas lipídicas sólidas carregadas com hidrolisado proteico obtidas por Spray Chilling, Pirassununga – SP, 2014.
- [5] MASCHKE, A.; BECKER, C. EYRICH, D.; KIERMAIER, J.; BLUNK, T.; GÖPFERICH, A. Development of a spray congealing process for the preparation of insulin-loaded lipid microparticles and characterization thereof. European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics 65, 2006.
- [6] HSIEH, S.; LEU, H.; LIU, H.; Spray cooling characteristics of nanofluids for electronic power devices. Nanoscale Research Letters, 2015.
- [7] TEIPEL, U. Particle technology: Design of particulate products and dispersed systems. Chemical Engineering Technology, V. 27, No. 7, 2004.
- [8] TEIPEL, U. Processing of Emulsions of Explosive Melts. Propellants, Explosives, Pyrotechnics, V. 17, 1992.
- [9] LEFEBVRE, A. H. Atomization and sprays. Purdue University, Indiana. V. Único, P.7, 105,106, 1989.
- [10] ASHGRIZ, N. Handbook of Atomization and Sprays. New York: Springer Science, V. Único, P.200, 842, 2011.
- [11] SANJAY, P.; SRINIVASA, T. N.; Effect of Aspiration Pressure on Convergent Nozzle Employed for Gas Atomization of Liquid Metals. International Journal for Scientific Research & Development, 2016.
- [12] HOLDICH, Richard. Fundamentals of Particle Technology. Midland Information Technology & Publishing, 2002.
- [13] BAIK, S.; BLANCHARD, J. P.; CORRADINI, M. L. Development of Micro-Diesel Injector Nozzles via Microelectromechanical Systems Technology and Effects on Spray Characteristics, University of Wisconsin. Madison, 2003.
- [14] Boca Raton: CRC Taylor & Francis, V. Único, P.8-13, 8-14, 2006.