



FCTUC FACULDADE DE CIÊNCIAS  
E TECNOLOGIA  
UNIVERSIDADE DE COIMBRA

DEPARTAMENTO DE  
ENGENHARIA MECÂNICA

## **Micronização de Partículas num *Jet Mill***

Dissertação apresentada para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia  
Mecânica na Especialidade de Energia e Ambiente

**Autor**

**João Manuel Rosa Pimenta**

**Orientadores**

**Professor Doutor José Carlos Miranda Góis**

**Professor Doutor José Leandro Simões de Andrade Campos**

**Júri**

**Presidente** Professor Doutor Pedro de Figueiredo Vieira Carvalheira  
Professor Auxiliar da Universidade de Coimbra

**Vogais** Professor Doutor José Carlos Miranda Góis  
Professor Auxiliar da Universidade de Coimbra  
Professor Doutor José Leandro Simões de Andrade Campos  
Professor Associado da Universidade de Coimbra  
Professor Doutor Ricardo António Lopes Mendes  
Professor Auxiliar da Universidade de Coimbra

**Coimbra, Setembro, 2013**



À minha Mãe.



## **Agradecimentos**

Ao Professor Doutor José Andrade Campos e Professor Doutor José Carlos Góis, por toda a disponibilidade e empenho demonstrado ao longo do trabalho.

À minha família, por todo o constante carinho, apoio e motivação que me transmitiram.

Aos meus amigos, sem os quais todo o percurso académico e pessoal ao longo destes anos perderia o seu encanto.

Às minhas colegas de laboratório, por toda a sua ajuda e companheirismo.



## Resumo

O objectivo deste trabalho consiste no estudo e análise do processo de micronização de partículas num *jet mill*. Este tipo de moinho permite a micronização de partículas micrométricas sem qualquer contaminação pelos materiais de moagem. O projecto deste tipo de equipamento foi efectuado com o recurso à modelação simples de movimento de partículas, no interior de um escoamento, aplicado à separação ciclónica. Os resultados numéricos provaram que estávamos em condições de poder otimizar o projecto e construir um equipamento demonstrativo. A sua construção implicou também a selecção de materiais e o estudo comparativo com outros equipamentos congéneres.

A validação experimental foi efectuada utilizando materiais como o nitrato de amónio e o carbonato de cálcio, sendo analisada a granulometria do material antes e após o processo de micronização, através de imagens obtidas num microscópio. Na realização dos ensaios, variou-se o número de jactos do *jet mill* e o tempo de funcionamento do processo, por forma a estabelecer perfis de funcionamento mais favoráveis à micronização das partículas. A componente energética do processo foi também considerada na análise efectuada.

Os resultados comprovaram a validade do projecto efectuado e da sua construção. Demonstraram também que este tipo de equipamento se adequa mais à desaglomeração de partículas do que à sua micronização, quando se trata de partículas de escala micrométrica.

**Palavras-chave:** *Jet mill*, micronização de partículas, desfloculação, escoamento de partícula micrométricas, modelos de Stokes, carbonato de cálcio, nitrato de amónio, rendimento energético.





## Abstract

The aim of this work is the study and analyze of the process of micronization of particles in a *jet mill*. This type of milling allows the micronization of particles without any contamination by grinding materials. The design of this type of equipment has been carried out with the use of simple modeling of motion of particles within a flow, applied to the cyclonic separation. Numerical results proved that we were in a position to optimize the design and build a demonstrator equipment. Its construction also involved the selection of materials and the comparative study with other existing equipment.

The experimental validation was carried out using materials such as ammonium nitrate and calcium carbonate, and the particle size of the material before and after the micronization process was analyzed through images obtained in a microscope. In the tests ranged, the number of jets and *jet mill* operating time of the process were optimized in order to establish the most favorable operation profiles for micronization of the particles. The energy component of the process was also considered in the analysis.

The results confirmed the validity of the design and its construction. Also it was demonstrated that this type of equipment is more adequate to the deagglomeration of the particles than to their micronization, if the original particles are yet in a micrometer scale.

**Keywords** *Jet mill* micronization particle deflocculation, micrometer particle flow, Stokes models, calcium carbonate, ammonium nitrate, energy efficiency.



---

## Índice

Índice de Figuras .....	xi
Índice de Tabelas .....	xiii
Simbologia.....	xv
1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1. Partículas - classificação .....	1
1.2. Redução de partículas .....	2
1.3. Síntese histórica do processo de moagem.....	4
1.4. Métodos e tipos de moagem .....	6
1.5. Aplicação à moagem de nitrato de amónio e carbonato de cálcio.....	8
1.6. Objectivo e estrutura da tese.....	10
2. FUNDAMENTOS DO ESCOAMENTO PARTÍCULA-AR .....	13
2.1. Caracterização de uma partícula .....	13
2.1.1. Dimensão de uma partícula .....	14
2.1.2. Porosidade .....	14
2.1.3. Forma e área frontal.....	15
2.1.4. Área de superfície.....	15
2.1.5. Massa volúmica .....	16
2.2. Movimento de uma partícula arrastada por um fluido.....	16
2.3. Equações fundamentais de separação ciclónica.....	21
2.4. Aplicação da separação ciclónica às partículas de nitrato de amónio (NA) e carbonato de cálcio (CC).....	23
3. <i>JET MILL</i> .....	29
3.1. Descrição do <i>jet mill</i> .....	30
3.2. Principais parâmetros estruturais e operacionais do <i>jet mill</i> .....	32
3.3. Equipamento periférico.....	37
3.4. Descrição de um ensaio tipo .....	40
4. REDUÇÃO GRANULOMÉTRICA .....	45
4.1. Tempos de funcionamento e débitos mássicos .....	46
4.2. Relação entre redução granulométrica e energia absorvida.....	53
5. CONCLUSÕES .....	59
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	61
ANEXO A .....	63
APÊNDICE A .....	65
APÊNDICE B.....	71



## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1. Fluxo do escoamento em torno de uma partícula esférica (Coulson et al., 2002). .....	2
Figura 1.2. Fases dos processos: a) “top-down” e b) “bottom-up” (Adaptado de Raab et al., 2011).....	3
Figura 1.3. Moinho de trituração de pedra, movido a água (Adaptado de Vegt, 2007). .....	5
Figura 1.4. Representação esquemática de um <i>jet mill</i> (Adaptado de Sturtevant, 2013). .....	8
Figura 2.1. Velocidade terminal para cada formato da partícula.....	19
Figura 2.2. Influência do diâmetro da partícula na distância percorrida e no tempo de relaxação.....	20
Figura 2.3. Zona de separação ciclónica do processo de micronização. ....	22
Figura 3.1. <i>Jet mill</i> utilizado na realização do trabalho.....	31
Figura 3.2. Câmara de micronização do <i>jet mill</i> utilizado na realização do trabalho.....	32
Figura 3.3. Tubo de exaustão inferior da câmara de micronização do <i>jet mill</i> utilizado na realização do trabalho.....	33
Figura 3.4. Montagem dos tubos exaustores. ....	34
Figura 3.5. Regulação da distância dos tubos de exaustão: a) câmara totalmente aberta; b) posição intermédia; c) câmara totalmente fechada.....	35
Figura 3.6. Chanfro do tubo de exaustão superior.....	35
Figura 3.7. Desenho de projectivo construtivo do <i>jet mill</i> (com tubo de injeção de material).....	37
Figura 3.8. Reguladores de pressão do sistema. ....	38
Figura 3.9. Sistema de distribuição de ar para os jactos.....	38
Figura 3.10. Formato e montagem do colo sónico utilizado no <i>jet mill</i> . .....	39
Figura 3.11. Desenho projecto do colo sónico utilizado no <i>jet mill</i> . ....	39
Figura 3.12. Esquema pneumático da instalação.....	40
Figura 3.13. Microscópio e sistema de luz utilizado. ....	41
Figura 3.14. Balança utilizada para as pesagens. ....	41
Figura 3.15. Carbonato de cálcio colocado directamente na câmara. ....	42
Figura 3.16. Material base: a) Nitrato de amónio, b) Carbonato de cálcio. ....	43
Figura 3.17. <i>Jet mill</i> pronto para a realização do ensaio. ....	43
Figura 4.1. Débito mássico do <i>jet mill</i> .....	47

Figura 4.2. Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, antes do processo de micronização com 3 jactos: a) ampliação $\times 4$ ; b) ampliação $\times 10$ ; c) ampliação $\times 40$ ; d) ampliação $\times 100$ . .....	50
Figura 4.3. Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 30 segundos de micronização com 3 jactos: a) ampliação $\times 4$ ; b) ampliação $\times 10$ ; c) ampliação $\times 40$ ; d) ampliação $\times 100$ . .....	51
Figura 4.4. Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 90 segundos de micronização com 3 jactos: a) ampliação $\times 4$ ; b) ampliação $\times 10$ ; c) ampliação $\times 40$ ; d) ampliação $\times 100$ . .....	52
Figura 4.5. Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 300 segundos de micronização com 3 jactos: a) ampliação $\times 4$ ; b) ampliação $\times 10$ ; c) ampliação $\times 40$ ; d) ampliação $\times 100$ . .....	53
Figura 4.6. Exemplo da redução granulométrica verificada na partícula. ....	54
Figura B.1. Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, antes do processo de micronização com 1 jacto: a) ampliação $\times 4$ ; b) ampliação $\times 10$ ; c) ampliação $\times 40$ ; d) ampliação $\times 100$ .....	71
Figura B.2. Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 30 segundos de micronização com 1 jacto: a) ampliação $\times 4$ ; b) ampliação $\times 10$ ; c) ampliação $\times 40$ ; d) ampliação $\times 100$ .....	72
Figura B.3. Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 90 segundos de micronização com 1 jacto: a) ampliação $\times 4$ ; b) ampliação $\times 10$ ; c) ampliação $\times 40$ ; d) ampliação $\times 100$ .....	72
Figura B.4. Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 300 segundos de micronização com 1 jacto: a) ampliação $\times 4$ ; b) ampliação $\times 10$ ; c) ampliação $\times 40$ ; d) ampliação $\times 100$ .....	73
Figura B.5. Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, antes do processo de micronização com 6 jactos: a) ampliação $\times 4$ ; b) ampliação $\times 10$ ; c) ampliação $\times 40$ ; d) ampliação $\times 100$ .....	73
Figura B.6. Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 30 segundos de micronização com 6 jactos: a) ampliação $\times 4$ ; b) ampliação $\times 10$ ; c) ampliação $\times 40$ ; d) ampliação $\times 100$ .....	74
Figura B.7. Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 90 segundos de micronização com 6 jactos: a) ampliação $\times 4$ ; b) ampliação $\times 10$ ; c) ampliação $\times 40$ ; d) ampliação $\times 100$ .....	74
Figura B.8. Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 300 segundos de micronização com 6 jactos: a) ampliação $\times 4$ ; b) ampliação $\times 10$ ; c) ampliação $\times 40$ ; d) ampliação $\times 100$ .....	75

---

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1. Coeficientes de Baturin, em função da forma da partícula (Baturin, 1972). ....	19
Tabela 2.2. Valores dos parâmetros constantes no processo. ....	24
Tabela 2.3. Resultados dos parâmetros caracterizadores do movimento da partícula de nitrato de amónio. ....	24
Tabela 2.4. Resultados dos parâmetros caracterizadores do movimento da partícula de carbonato de cálcio. ....	25
Tabela 2.5. Diâmetros mínimos de separação das partículas de NA e CC, em função do número de jactos activos. ....	26
Tabela 3.1. Parâmetros estruturais e operacionais descritos na literatura. ....	30
Tabela 3.2. Valores de débito mássico de material de um <i>jet mill</i> , em função do diâmetro da câmara de micronização e da granulometria do material base. ....	33
Tabela 4.1. Massa de carbonato de cálcio recolhida em cada em ensaio. ....	47
Tabela 4.2. Valores finais do raio, volume e massa da partícula ....	54
Tabela 4.3. Energia necessária para a redução granulométrica de uma partícula ....	55
Tabela 4.4. Energia necessária para a redução granulométrica de um quilo de material ....	55
Tabela 4.5. Potência consumida pelos jactos ....	56
Tabela 4.6. Eficiência energética do <i>jet mill</i> ....	56





---

## SIMBOLOGIA

$\Delta t$  – Tempo de circulação da partícula [s]

$\eta$  – Eficiência energética do *jet mill* [%]

$\mu$  – Viscosidade dinâmica do ar [Pa.s]

$\rho_{ar}$  – Massa volúmica do ar [ $\text{kg/m}^3$ ]

$\rho_{CC}$  – Massa volúmica do carbonato de cálcio [ $\text{kg/m}^3$ ]

$\rho_{NA}$  – Massa volúmica do nitrato de amónio [ $\text{kg/m}^3$ ]

$\rho_p$  – Massa volúmica da partícula [ $\text{kg/m}^3$ ]

$\sigma_{rut}$  – Tensão de ruptura do carbonato de cálcio [Pa]

$\tau$  – Tempo de relaxação da partícula [s]

$A_{cs}$  – Área de secção do colo sónico [ $\text{m}^2$ ]

$A_{ext}$  – Área de exaustão do material da câmara [ $\text{m}^2$ ]

$A_{ja}$  – Área de secção do jacto [ $\text{m}^2$ ]

$C_0$  – Coeficiente de descarga

$C_D$  – Coeficiente aerodinâmico da partícula

$D$  – Resistência aerodinâmica da partícula [N]

$F_c$  – Força centrífuga da partícula [N]

$F_g$  – Força gravítica da partícula [N]

$I_p$  – Força de impulsão da partícula [N]

$M_{ar}$  – Massa molar do ar [ $\text{kg/mol}$ ]

$P_{cs}$  – Potência no colo sónico [W]

$P_{ja}$  – Potência nos jactos de admissão de ar [W]

$Re$  – Número de Reynolds

$R_g$  – Constante dos gases perfeitos [ $\text{J}/(\text{mol.K})$ ]

$T_{ar}$  – Temperatura do ar [K]

$U$  – Velocidade do fluido em relação à partícula [m/s]

$U_{ar\theta}$  – Velocidade angular do ar [rad/s]

$U_{ar}$  – Velocidade do ar [m/s]

- $U_{ar_r}$  - Velocidade radial do ar [m/s]  
 $U_{ext}$  - Velocidade do ar à saída da câmara [m/s]  
 $U_{ja}$  - Velocidade do ar no interior do jacto [m/s]  
 $U_{jm}$  - Velocidade no interior da câmara de micronização [m/s]  
 $U_{p\theta}$  - Velocidade angular da partícula [rad/s]  
 $U_{p_r}$  - Velocidade radial da partícula [m/s]  
 $U_{t_{St}}$  - Velocidade terminal de Stokes [m/s]  
 $U_{t_o}$  - Velocidade terminal de uma partícula esférica [m/s]  
 $U_{t_*}$  - Velocidade terminal de uma partícula não esférica [m/s]  
 $V$  - Volume da partícula [m<sup>3</sup>]  
 $V_f$  - Volume final da partícula [m<sup>3</sup>]  
 $V_i$  - Volume inicial da partícula [m<sup>3</sup>]  
 $\dot{V}_{cs}$  - Débito volúmico de ar do colo sónico [m<sup>3</sup>/s]  
 $\dot{V}_{jcs}$  - Débito volúmico de ar a jusante do colo sónico [m<sup>3</sup>/s]  
 $W$  - Trabalho energético [J]  
 $Z$  - Espaço percorrido pela partícula [m]  
 $c_p$  - Calor específico a pressão constante [J/(kg.K)]  
 $c_v$  - Calor específico a volume constante [J/(kg.K)]  
 $d_{cs}$  - Diâmetro do colo sónico [m]  
 $d_{ext}$  - Diâmetro externo da câmara de micronização [m]  
 $d_{int}$  - Diâmetro interno da câmara de micronização [m]  
 $d_p$  - Diâmetro da partícula [m]  
 $g$  - Aceleração gravítica [m/s<sup>2</sup>]  
 $h$  - Altura da câmara de micronização [m]  
 $h_c$  - Altura de classificação das partículas [m]  
 $k$  - Coeficiente de Baturin  
 $m_p$  - Massa da partícula [kg]  
 $\dot{m}_{cs}$  - Débito mássico de ar do colo sónico [kg/m<sup>3</sup>]  
 $n$  - Número de revoluções do ar  
 $p$  - Pressão a jusante do colo sónico [Pa]  
 $p_0$  - Pressão a montante do colo sónico [Pa]

$p_{\text{chocada}}$  – Pressão chocada no colo sónico [Pa]

$r$  – Raio ciclónico [m]

$r_{\text{ext}}$  – Raio do tubo de exaustão [m]

$r_{ja}$  – Raio do jacto [m]

$r_p$  – Raio da partícula [m]



# 1. INTRODUÇÃO

## 1.1. Partículas - classificação

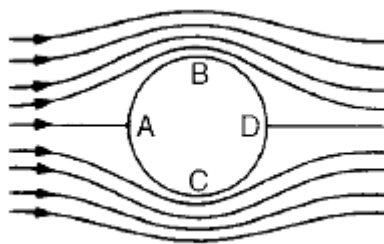
Para uma melhor compreensão do presente trabalho, é necessário que sejam definidos alguns dos termos mais relevantes. Uma partícula define-se como um pequeno objecto que, em termos de transporte e propriedades, comporta-se como um todo. As partículas finas caracterizam-se como aquelas que possuem uma dimensão compreendida entre 2,5 e 0,1  $\mu\text{m}$ , sendo que as nanopartículas são caracterizadas por possuírem dimensões entre 1 e 100 nm (Inam, 2010).

No presente trabalho, o termo fluido é sempre associado ao ar, visto ser o fluido usado para a realização de todo o trabalho. Considerando que uma partícula esférica se encontra exposta a um escoamento (Figura 1.1), este será caracterizado pelo número de Reynolds ( $Re$ ), definido pela razão entre as forças de inércia e as forças viscosas, dado pela seguinte equação:

$$Re = \frac{d_p \cdot \rho_{ar} \cdot U}{\mu} \quad (1.1)$$

onde  $\rho_{ar}$ , simboliza a massa volúmica do ar,  $U$  a velocidade do ar em relação à partícula,  $\mu$  a viscosidade dinâmica do ar e  $d_p$  o diâmetro da partícula. Pela equação (1.1), facilmente se verifica que o valor do número de Reynolds é directamente proporcional ao diâmetro da partícula, isto implica, no caso das partículas finas, que o valor da sua força de inércia será relativamente baixo, consequentemente, o valor do número de Reynolds será também consideravelmente baixo.

Na Figura 1.1 podemos observar que nos pontos  $A$  e  $D$ , o fluido é obrigado a parar o seu trajecto, e atinge a sua velocidade máxima nos pontos  $B$  e  $C$ . A energia cinética será máxima nos pontos  $B$  e  $C$  e nula em  $A$  e  $D$ , sendo que a pressão diminui de  $A$  para  $B$  e de  $A$  para  $C$ , aumentando de  $B$  para  $D$  e de  $C$  para  $D$ . Nos pontos  $A$  e  $D$  a pressão será igual.



**Figura 1.1.** Fluxo do escoamento em torno de uma partícula esférica (Coulson et al., 2002).

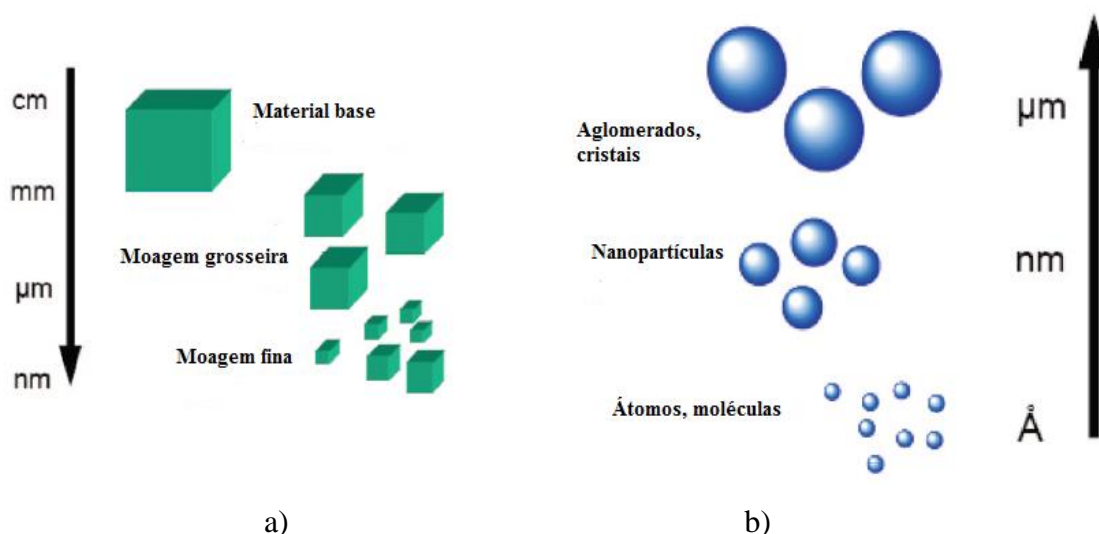
Sabendo que um fluido viscoso, quando passa sobre a superfície da partícula, sofre um atraso na camada limite, que se forma na proximidade da superfície. A camada limite aumenta de espessura com o aumento da distância à área frontal da partícula. Se a pressão diminui na direção da pressão da corrente, o atraso impingido ao fluido será menor e a camada limite será, conseqüentemente, mais fina. Se a pressão estiver a aumentar, ocorrerá um maior atraso e a espessura da camada limite aumentará mais rapidamente.

## 1.2. Redução de partículas

O mecanismo do processo de redução de partículas é extremamente complexo, embora tenha havido, em anos recentes, várias tentativas para uma análise mais pormenorizada do problema. Se um bloco único de material for sujeito a um impacto brusco, geralmente partir-se-á, dando lugar a algumas partículas relativamente grandes e a um certo número de partículas pequenas, sendo poucas as partículas de tamanho intermédio. Com o aumentar da energia de impacto, as partículas maiores irão ficar de tamanho bastante mais pequeno e serão mais numerosas, sendo que o número de partículas finas também aumenta, embora o seu tamanho não sofra grandes alterações. Podemos concluir que o tamanho das partículas finas está intimamente ligado à estrutura interna do material, e que o tamanho das partículas maiores está relacionado com o processo pelo qual se efectua a redução de partículas.

A alteração do tamanho de partículas pode ser obtida a partir de dois métodos: o “top-down” e o “bottom-up” (Figura 1.2). No método “top-down”, que traduzido significa de cima para baixo, o produto final é obtido através da eliminação do excesso de material existente, até atingirmos a escala nanométrica. O “bottom-up”, ou seja, de baixo

para cima, designa precisamente o oposto, a construção do material é feita a partir dos seus componentes básicos, isto é, moléculas ou átomos.



**Figura 1.2.** Fases dos processos: a) “top-down” e b) “bottom-up” (Adaptado de Raab et al., 2011).

Os processos de moagem, tipicamente mecânicos e físicos, são aplicações do método de “top-down”, enquanto o método de “bottom-up”, é normalmente aplicado em processos físico-químicos de fase líquida (processo de precipitação e processo sol-gel, por exemplo), ou de fase gasosa (processos de deposição química ou física de vapores). Estes dois métodos são comumente utilizados pela indústria para a obtenção de nanopartículas, e consequentemente, nanomateriais (Hornyak et al., 2008).

Ambos os métodos possuem as suas vantagens e desvantagens. O método “top-down”, apresenta como grande vantagem o facto de conseguir obter nanopartículas, partindo de um material base com dimensões muito superiores, e uma vez definidos e aperfeiçoados os métodos de redução, os custos de produção tendem a baixar de forma significativa. Entre outras, as desvantagens deste método consistem na complexidade e custos inerentes à optimização dos processos para que possa ser obtido um produto final satisfatório. A utilização deste método implica, na maioria dos processos, que o material sofra danos na sua cristalografia, ocorra dissipação de calor, e sejam geradas imperfeições na superfície do mesmo. Neste método existe também a limitação física do material, no sentido em que só é possível efectuar a redução até, no máximo, uma escala nanométrica, contrariamente ao método “bottom-up”, que permite partir de uma escala atómica e atingir as dimensões do material base (Hornyak et al., 2008).

O método “bottom-up” possui duas grandes vantagens, os processos utilizados induzem muito poucos defeitos ao material, e, muitas das vezes, os átomos depositados organizam-se espontaneamente, formando estruturas bem definidas de tamanho nanométrico. Em contrapartida, os processos que recorrem a este método, não apresentam muita robustez nos produtos finais obtidos, e quando comparado com o método “top-down”, torna-se um processo muito moroso para a obtenção de nanopartículas (Hornyak et al., 2008).

Entre estes dois métodos, o “bottom-up” aparenta ser o mais vantajoso na redução de partículas, embora seja de facto, o menos utilizado pela indústria, sendo que o método “top-down” é dominante na indústria mundial da nanotecnologia.

No presente trabalho será utilizado um processo de moagem a jacto, *jet mill*, que utiliza o método “top-down”, visto que o objectivo é micronizar o material por forma a obter partículas cada vez mais pequenas.

### **1.3. Síntese histórica do processo de moagem**

O processo de moagem foi uma das primeiras invenções do Homem. Ao longo do tempo, com o fim da fase nómada, o Homem sentiu necessidade de plantar e cultivar alimentos, assim como processá-los por forma a conservá-los durante um largo período de tempo. Neste ponto de vista, o processo de moagem, define-se como uma das bases da evolução da Humanidade, no sentido em que trouxe a necessidade de desenvolver ferramentas e utensílios capazes de reduzir o tamanho dos materiais. A moagem de grãos e sementes é um processo realizado à mais de 75.000 anos, suspeitando-se que o povo grego foi o primeiro a conceber um moinho comercial. Mesmo durante a fase da Idade da Pedra, a moagem consistia em colocar o trigo entre duas pedras, processo não muito diferente do de um moinho de vento ou água dos dias de hoje (Vegt, 2007).

Num moinho de vento ou a água, a pedra inferior está fixa e a pedra superior encontra-se apoiada num eixo, sendo que a altura entre a pedra inferior e superior podia ser regulada em função das necessidades do moleiro. Ambas as pedras tinham superfícies rugosas, e com o movimento da pedra superior, o trigo existente entre as duas pedras era então moído. O trigo era inserido na zona de moagem através de um orifício existente no centro da pedra superior, saindo pela periferia em formato de farinha. Posteriormente os moinhos foram adaptados a outras áreas industriais, como na fabricação de pasta de papel,



corte de madeiras, e na produção de minério. A descrição de alguns destes processos de moagem pode ser encontrada nas obras de George Bauer, também conhecido como Georgius Agricola, onde temos o exemplo de um moinho movido a água para a trituração de minério (Figura 1.3) (Vegt, 2007).



**Figura 1.3.** Moinho de trituração de pedra, movido a água (Adaptado de Vegt, 2007).

No final do século XVIII e início do século XIX, com a Revolução Industrial, presenciou-se a maior mudança tecnológica, socioeconómica e cultural, começando no Reino Unido, mas rapidamente propagou-se pelo mundo inteiro. Durante este período, a economia, baseada até então em trabalho manual, foi substituída por uma economia dominada essencialmente pela indústria e por processos mecanizados. Não há dúvidas que o desenvolvimento de muitas das máquinas ainda hoje utilizadas, está fortemente ligado às primeiras décadas da Revolução Industrial, mais propriamente entre 1775 e 1830. O desenvolvimento de máquinas e ferramentas puramente metálicas deu-se nas duas primeiras décadas do século XIX, surgindo novas indústrias, em diversas áreas, com métodos de produção mais modernos, melhorando os mecanismos antigamente usados, nomeadamente os moinhos (Vegt, 2007).

Actualmente, muitos produtos são produzidos através de moinhos automatizados, nas mais diversas áreas, como o minério, química, alimentar e farmacêutica. A granulometria exigida para os materiais destas indústrias teve um efeito na sua taxa de produção e na procura de energia. Do ponto de vista energético, a redução de partículas torna-se um processo altamente ineficiente, visto que apenas 0,1-0,2% da energia fornecida ao moinho surge como aumento da energia de superfície nas partículas (Coulson et al., 2002). Da mesma forma que os moinhos primórdios exigiam grandes quantidades de energia, sob a forma de água (Figura 1.3) ou vento, também os processos de moagem dos nossos dias requerem grandes quantidades de energia eléctrica. Um estudo realizado pela National Materials Advisory Board (NMAB), demonstrou que, só nos Estados Unidos da América, as indústrias utilizam anualmente cerca de 32 biliões kWh de energia eléctrica nos processos de redução de partículas (NMAB, 1981). Por este motivo, a pesquisa e desenvolvimento dos processos de moagem de partículas tem incidido, essencialmente, no seu consumo energético.

#### **1.4. Métodos e tipos de moagem**

O processo de moagem pode ser dividido maioritariamente em três tipos, moagem fina, grosseira e por activação mecânica. Estes tipos de moagem distinguem-se pela energia que é transmitida pelo moinho aos mecanismos de moagem e ao material que se pretende moer. A moagem grosseira tem por objectivo a redução do material, enquanto a moagem por activação mecânica consiste, basicamente, nas mudanças estruturais do material moído, por forma a aumentar a reactividade das suas partículas. A moagem fina define-se como um processo intermédio entre a moagem grosseira e a por activação mecânica, uma vez que efectua a redução do material e altera a estrutura do mesmo (Boldyrev et al., 1996).

A eficiência de um processo de moagem é altamente influenciada pela forma como a carga é aplicada e pela sua grandeza, mas, é também importante a natureza da força que é aplicada, por exemplo, se se trata de uma força compressiva, de impacto, ou de corte. Se a força aplicada não for suficiente para ultrapassar o valor do limite elástico do material, este será apenas comprimido (utilização de uma força compressiva) e a energia armazena-se nas partículas. Assim que a carga é retirada, a partícula irá se expandir novamente até atingir a sua forma original, sem que se tenha realizado trabalho útil; a

energia reflecte-se sob a forma de calor, não ocorrendo redução de tamanho. Se aplicarmos uma força com valor ligeiramente superior ao da resistência do material ao esmagamento, ocorrerá a fractura da partícula, obtendo assim uma utilização o mais eficiente possível da energia. Qualquer processo de moagem que utilize ferramentas para a realização do processo (como por exemplo, o moinho de esferas ou o moinho de martelos) tem, por forma a obter resultados satisfatórios na redução de partículas, que respeitar esta condição, caso contrário, não ocorrerá qualquer tipo de moagem do material (Coulson et al., 2002).

O processo de moagem num ambiente laboratorial, segundo uma tónica de estudo e optimização de processos, tem como objectivo estudar todas as variáveis e condicionantes envolvidas. O conhecimento adquirido nos testes a nível laboratorial, é imprescindível para a transição e aplicação do processo a uma escala industrial, sendo que num ambiente laboratorial, a margem de erro é ampla, contrariamente a um ambiente industrial, onde o mínimo erro pode comportar problemáticas e custos elevadíssimos para a empresa. Nessa óptica, muitos dos processos de moagem consistem em mecanismos sistemáticos e repetitivos, sendo que quando extrapolados para um ambiente industrial, é natural que os mesmos sejam automatizados, por forma a obter uma redução de custos e tempos de produção.

A moagem de um material pode ser realizada a seco ou a húmido. Considera-se que a moagem é efectuada a seco quando o teor de humidade do material é inferior a 4% em massa. A moagem húmida é, por norma, um processo utilizado em moinhos de baixa velocidade, tendo, quando comparada com a moagem a seco, as seguintes vantagens:

- a capacidade da instalação é maior;
- a formação de poeiras é eliminada;
- o manuseamento dos sólidos é mais fácil;
- a remoção do produto fica facilitada;
- a potência consumida é inferior em cerca de 20-30%.

Na moagem húmida verifica-se, como desvantagem, um desgaste no material que realiza o processo de moagem cerca de 20% superior, daí ser por vezes necessário a secagem do produto (Coulson et al., 2002).

Um dos cruciais problemas de moagem é a contaminação devida à erosão dos materiais das maxilas dos agentes mecânicos que executam a moagem. Este problema é conhecido desde a antiguidade na moagem do trigo, em virtude de não se admitir que a

farinha possuísse concentrações de silicatos ou outros materiais prejudiciais à saúde humana. Este foi o motivo principal para que as mós dos moinhos fossem executadas preferencialmente em rocha calcárias. Esta razão levou a que muitos autores procurassem realizar as operações de moagem, utilizando os materiais que são moídos. Esta operação só se pode obter com choques e fricções, de forma intensa e repetitiva entre as próprias partículas, a existência de um ciclone com injeção e abrasão circular entre as partículas circulantes poderia resolver este problema, dando-se o nascimento do *jet mill* como evolução natural de um ciclone aerodinâmico (Figura 1.4). Na Figura 1.4 é dado um exemplo de um *jet mill* com muita utilização na indústria, sendo também descritos todos os seus principais constituintes e esquematizado o processo de funcionamento do mesmo.

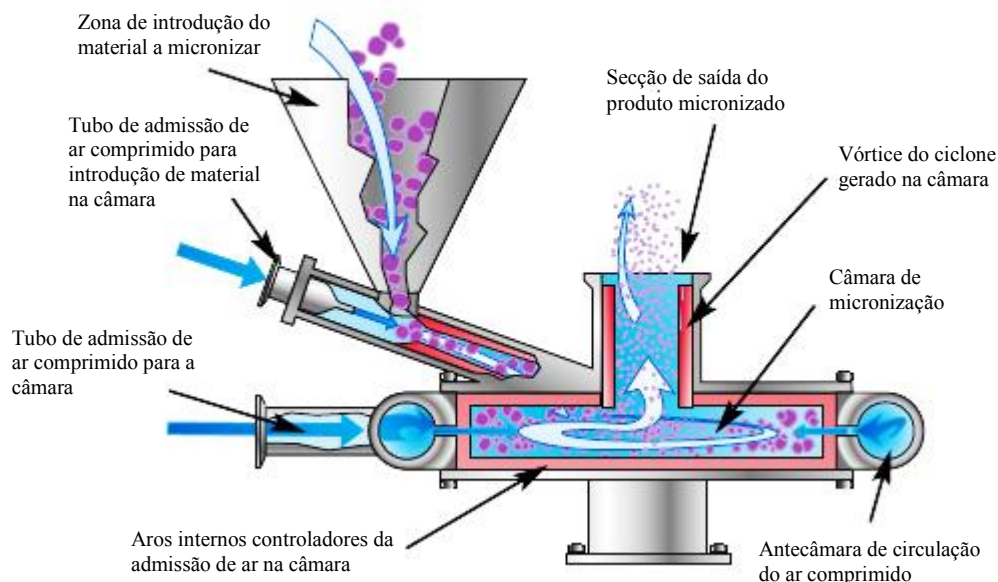


Figura 1.4. Representação esquemática de um *jet mill* (Adaptado de Sturtevant, 2013).

## 1.5. Aplicação à moagem de nitrato de amónio e carbonato de cálcio

O nitrato de amónio (NA) é um composto químico cuja fórmula molecular é  $\text{NH}_4\text{NO}_3$ , e é, a nível comercial e aplicabilidade, dos mais importantes compostos de amónio. É extensivamente utilizado na área de fertilizantes à base de nitrogénio e em explosivos. Enquanto fertilizante, age como uma fonte de iões de amónia e nitrato, vitais para as plantas, no campo dos explosivos e propergóis, o NA é o principal componente de explosivos em muitas industriais da área, uma vez que o ião de nitrato é uma fonte de

oxigénio e encontra sua aplicação como um oxidante. Várias composições de NA como, por exemplo, óleo combustível de nitrato de amónio (ANFO) e amatol (mistura de trinitrotolueno com nitrato de amónio), são explosivos conhecidos. No entanto, a sua utilização no campo dos propergóis e pirotecnia é bastante limitada, ao contrário do nitrato de potássio, que é o principal constituinte do pó preto ou pólvora e também conhecido para ser usado nos primeiros foguetes sólidos ou perclorato de amónio, que é o principal oxidante dos mais recentes propergóis sólidos. O uso restrito de NA em propergóis deve-se à baixa velocidade de combustão e baixo desempenho, tais como em geradores de gases para as turbo bombas de motores de *rockets* de combustível líquido ou accionadores de emergência para aviões a jacto (Oommen, et al., 1999).

O NA deve ser considerado como um forte explosivo quando se encontra sob as seguintes condições: reforçado por um explosivo de alta velocidade, confinado em altas temperaturas, e na presença de material oxidável. Embora NA não queime por si só, é um oxidante suficientemente forte e capaz de suportar a combustão. Como a maioria dos materiais energéticos, a termólise de NA depende de vários factores, nomeadamente, pressão, temperatura e condições experimentais como tamanho da amostra, taxa de aquecimento, a pureza da amostra, presença de substâncias estranhas e técnicas de monitoramento (Oommen, et al., 1999).

O carbonato de cálcio (CC) é um composto muito utilizado na indústria, sendo estimado que entre 15 a 20 milhões de toneladas são produzidas anualmente, sendo que metade desta quantidade é contabilizada como CC em pó. A sua fórmula química é  $\text{CaCO}_3$ , resultante da reacção do óxido de cálcio com o dióxido de carbono (Jones, 2011).

Devido ao seu relativo baixo custo, o CC é usado extensivamente em indústrias, sendo que as suas típicas aplicações são encontradas em agregados e aditivos. Tradicionalmente, aditivos funcionais são materiais que fornecem uma funcionalidade específica para uma formulação, por exemplo, a adição de CC para formulações de cimento, que posteriormente será quimicamente tratado para formar o óxido de cálcio necessário, ou a utilização como um pigmento de cor em materiais como papel e tintas (Jones, 2011).

A redução granulométrica destes materiais, efectuada com recurso a um *jet mill*, implica um aumento significativo da sua área de superfície. Quanto mais pequenas

forem as partículas do material usado, mais eficiente e rápida será a reacção química, obtendo assim um aproveitamento máximo do material, tanto em massa como em energia.

## 1.6. Objectivo e estrutura da tese

O trabalho aqui apresentado tem como objectivo primordial o estudo e optimização sobre o processo de micronização de material, recorrendo a um *jet mill*. Entende-se por micronização, o processo de reduzir a granulometria de um determinado material até uma escala micrométrica. A utilização de um *jet mill* para a redução granulométrica, deve-se essencialmente ao facto de não haver qualquer tipo de contaminação do material, a redução e classificação do material ocorre simultaneamente no interior do *jet mill*, garantindo-lhe uma grande vantagem face a outros mecanismos e processos de moagem.

O *jet mill* garante também que ocorra a desfloculação do material moído. Entende-se por desfloculação a ausência de associação entre partículas, que ocorre quando as forças repulsivas entre as partículas são predominantes, ou seja, as partículas repelem-se umas às outras, permanecendo como partículas isoladas durante a fase de suspensão, suspensão essa que ocorre durante um longo período de tempo. Se as forças repulsivas prevalecerem, as partículas do material irão se separar ou desflocular, acabando por formar sedimentos mais densos e compactos. (Wasan, 2013).

Uma vez que o processo de moagem do *jet mill* é realizado num escoamento bifásico partícula-ar e, sabendo que o mesmo adquire o formato de um ciclone, no Capítulo 2 é feita uma análise teórica sobre os principais parâmetros para a caracterização de uma partícula, é também analisado o movimento das partículas quando arrastadas por um fluido e introduzidas as equações características da separação ciclónica. Por último, são aplicados todos estes conceitos aos materiais utilizados, nitrato de amónio e carbonato de cálcio.

A descrição dos parâmetros construtivos e operacionais do *jet mill* utilizado para a micronização do material é feita no Capítulo 3, sendo também descrito o procedimento experimental para a realização dos ensaios.

No Capítulo 4 são expostos os resultados obtidos a partir da moagem de material no *jet mill*, em função das condicionantes de funcionamento que foram variadas,

assim como a discussão dos mesmos. É também realizada uma análise da correlação entre a redução granulométrica e a energia absorvida durante o processo. São também abordadas as dificuldades encontradas durante a realização dos ensaios.

As conclusões dos pontos fulcrais deste trabalho, englobando a sistematização dos resultados obtidos e possíveis propostas de melhoria para a realização de trabalhos futuros, que abordam a temática da moagem de material num *jet mill*, são referidas no Capítulo 5.





## 2. FUNDAMENTOS DO ESCOAMENTO PARTÍCULA-AR

O escoamento dentro do *jet mill* é considerado como um escoamento bifásico partícula-ar. As características neste tipo de escoamentos variam em função das propriedades geométricas e dos materiais das partículas nelas contidas. As propriedades geométricas das partículas (dimensão, granulometria ou forma) afectam o comportamento e distribuição destas no escoamento, enquanto as propriedades materiais (absortividade, ductilidade ou condutibilidade térmica) influenciam o comportamento que as partículas têm entre elas, nomeadamente, o atrito e erosão que estas sofrem.

No presente capítulo serão abordados os seguintes tópicos:

- caracterização de uma partícula;
- movimento de uma partícula arrastada por um fluido;
- equações fundamentais da separação ciclónica de partículas;
- aplicação dos conceitos aos materiais utilizados.

Todos os pontos acima mencionados estão relacionados entre si, e são fundamentais para a compreensão e análise do escoamento bifásico e das partículas nele presentes. Nos subcapítulos seguintes, iremos abordar estes pontos separadamente.

### 2.1. Caracterização de uma partícula

Essencialmente, existem dois grandes motivos pelo qual deve ser feita a caracterização de uma partícula, permite ter um melhor controlo da qualidade do produto que se pretende obter, e permite também, ter uma melhor compreensão dos seus comportamentos e processos.

Não obstante a sua composição química, a caracterização das partículas está frequentemente relacionada com as suas propriedades físicas, uma vez que estas influenciam, por exemplo, a sua solubilidade, a facilidade com que se movimentam num fluido, a sua compressibilidade e a sua abrasividade. No presente trabalho, serão estudados

apenas os parâmetros considerados mais importantes, nomeadamente, a dimensão, massa volúmica, área frontal, forma, área de superfície e porosidade da partícula.

### **2.1.1. Dimensão de uma partícula**

Este parâmetro é, sem dúvida, o mais importante na caracterização de uma partícula, visto que influencia directamente as propriedades materiais do produto final, como por exemplo:

- a taxa de reactividade ou dissolução de um catalisador;
- na textura de produtos alimentares;
- na viscosidade de sprays nasais;
- na compactação de materiais cerâmicos.

As partículas são objectos tridimensionais e muito raramente tomam a forma de esferas perfeitas, como tal, é impossível definir a sua dimensão com base num diâmetro ou raio. Por forma a facilitar o processo de medição da dimensão de uma partícula, é frequente e conveniente utilizar o conceito de esferas equivalentes. Este conceito resume-se ao facto de definir a dimensão da partícula com base no diâmetro de uma esfera equivalente, que possui as mesmas propriedades da partícula em estudo, como por exemplo, o mesmo volume, peso ou área.

A descrição mais completa de uma substância granulada é obtida pela distribuição dos seus tamanhos. Estes podem ser obtidos, entre outras técnicas, por métodos de medição directa (microscopia e peneiramento), ou por métodos de escoamento (sedimentação gravitacional e centrífuga). No método de medição directa, a dimensão da partícula é directamente medida, usando instrumentos de precisão. O método de escoamento, utilizado no presente trabalho, promove a separação das partículas de acordo com a velocidade de queda livre das partículas num fluido. A dimensão é assim expressa como o diâmetro da esfera cuja velocidade de queda no fluido é igual à velocidade da queda livre da partícula, sob condições físicas semelhantes (diâmetro de *Stokes*).

### **2.1.2. Porosidade**

Entende-se por porosidade de uma partícula a fracção de espaços vazios nela contidos e define-se pela relação entre o volume ocupado pelos poros e o volume total da partícula. Os poros podem ser classificados por aqueles que não contribuem para o

transporte de matéria através da partícula ou por aqueles que contribuem, designam-se por poros isolados e poros interconectados, respectivamente.

Dependendo do meio poroso, a porosidade pode variar de próximo de zero até perto da unidade. Tomando como exemplo, metais e alguns tipos de pedras vulcânicas que possuem porosidades muito baixas, por contraste com filtros fibrosos ou isolantes térmicos, que se caracterizam por materiais muito porosos.

### **2.1.3. Forma e área frontal**

Estes dois parâmetros podiam ter sido abordados individualmente, mas como estão fortemente interligados, optou-se por fazer uma análise conjunta. Define-se como área frontal de uma partícula, a área da secção transversal projectada num plano, quando esta é vista de frente. É então fácil compreender que a área projectada vai estar directamente associada à forma da partícula.

O formato da partícula é um parâmetro que merece igualmente relativa atenção, no sentido que tem um impacto significativo na performance e/ou processamento do material. A forma da partícula pode influenciar, por exemplo, a reactividade e solubilidade de produtos farmacêuticos, e as propriedades de sinterização de produtos cerâmicos.

Estes parâmetros são fundamentais no estudo do comportamento da partícula, quando esta é submetida a um escoamento, visto ser um factor condicionante no cálculo do coeficiente aerodinâmico, na força de resistência aerodinâmica e na velocidade terminal da partícula, analisadas em detalhe no subcapítulo 2.2.

### **2.1.4. Área de superfície**

A área de superfície define-se como a soma da área de todas as faces planas ou curvas de uma partícula. A área de superfície aumenta à medida que a partícula vai diminuindo de tamanho. É importante ter este factor em consideração, uma vez que permite-nos avaliar o comportamento e a capacidade absorptiva da partícula. Num caso de flutuação de partículas num escoamento, este parâmetro relaciona-se com a concentração e tamanho das partículas presentes no escoamento.

### 2.1.5. Massa volúmica

A massa volúmica é uma característica própria de cada material, como tal é considerada como uma propriedade específica do mesmo. É obtida pela razão entre a massa da partícula e o volume por ela ocupado. A massa volúmica pode ser denominada por efectiva, na qual o volume da partícula que é considerado não tem em conta a porosidade nele existente, ou massa volúmica aparente, em que é considerado não só o volume da partícula, mas também o volume ocupado pelos poros nela existentes.

Podemos também quantificar a massa volúmica de um material considerando, não uma partícula isolada, mas um amontoado de partículas. Num amontoado de partículas, estas nunca encaixam na perfeição umas nas outras, deixando espaços vazios entre as mesmas que serão ocupados por ar. Assim, a massa volúmica de um amontoado de partículas é determinada, tendo em conta, não só a massa e o volume das partículas, mas também a massa e o volume de ar que se encontra entre as mesmas.

## 2.2. Movimento de uma partícula arrastada por um fluido

Em muitos processos, a separação de partículas de vários tamanhos e formas depende da instabilidade no comportamento das partículas quando expostas à acção de um fluido em movimento.

A força de atrito que é exercida na partícula, em consequência da passagem do fluido por toda a sua superfície é denominada por força de resistência aerodinâmica,  $D$ , e é dada pela seguinte equação:

$$D = C_D \cdot \frac{1}{2} \cdot \rho_{ar} \cdot (U_{pr} - U_{ar_r})^2 \cdot \pi \cdot r_p^2 \quad (2.1)$$

Pela equação (2.1), podemos verificar que a força de resistência aerodinâmica é directamente influenciada pelo coeficiente aerodinâmico da partícula,  $C_D$ , a massa volúmica do ar,  $\rho_{ar}$ , a velocidade radial da partícula e do ar,  $U_{pr}$  e  $U_{ar_r}$ , respectivamente. A área frontal da partícula é também uma condicionante no cálculo de  $D$ , sabendo que as partículas têm um formato esférico, este parâmetro é introduzido na equação (2.1) pelo produto  $\pi \cdot r_p^2$ , sendo  $r_p$  o raio da partícula.

Considerando como válida a lei de Stokes,  $C_D = 24/Re$ , visto que para partículas de pequenas dimensões o número de Reynolds ( $Re$ ) toma valores muito baixos ( $Re \leq 0,5$ ), temos que  $D$  pode também ser dado por:

$$D = 6 \cdot \pi \cdot \mu \cdot r_p \cdot (U_{pr} - U_{ar}) \quad (2.2)$$

Onde  $\mu$  simboliza a viscosidade dinâmica do ar.

A partícula está também sujeita a uma força gravítica,  $F_g$ , e a uma força de impulsão imposta pelo fluido,  $I_p$ , descritas na seguinte equação:

$$F_g - I_p = m_p \cdot g - V_p \cdot \rho_{ar} \cdot g = V_p \cdot (\rho_p - \rho_{ar}) \cdot g = \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot r_p^3 \cdot (\rho_p - \rho_{ar}) \cdot g \quad (2.3)$$

em que  $\rho_p$  define-se como a massa volúmica da partícula e  $g$  corresponde à aceleração gravítica.

A velocidade terminal de uma partícula,  $U_t$ , corresponde ao valor máximo de velocidade que esta adquire quando em movimento num fluido, e segundo a lei de Stokes,  $U_{tst}$ , é obtida quando a seguinte condição é imposta:

$$D = F_g - I_p \Leftrightarrow 6 \cdot \pi \cdot \mu \cdot r_p \cdot U_{tst} = \frac{4}{3} \cdot \pi \cdot r_p^3 \cdot (\rho_p - \rho_{ar}) \cdot g \quad (2.4)$$

resolvendo a equação (2.4) em ordem a  $U_{tst}$ , vem que:

$$U_{tst} = \frac{d_p^2 \cdot (\rho_p - \rho_{ar}) \cdot g}{18 \cdot \mu} \quad (2.5)$$

Podemos verificar, pela equação (2.5), que os parâmetros que influenciam o valor da velocidade terminal de uma partícula são o seu diâmetro,  $d_p$ , e a sua densidade, assim como a densidade e viscosidade dinâmica do ar.

Assumindo que a partícula é largada com velocidade nula, à cota  $z = 0$ , num dado instante  $t = 0$ , sendo  $U$  a velocidade da partícula nesse instante  $t$ , a equação do movimento da partícula é:

$$\underbrace{\frac{4}{3} \cdot \pi \cdot r_p^3 \cdot \rho_p \cdot \frac{dU}{dt}}_{\text{Força de aceleração}} = \underbrace{\frac{4}{3} \cdot \pi \cdot r_p^3 \cdot (\rho_p - \rho_{ar}) \cdot g}_{\text{Força gravítica - Força de Impulsão}} - \underbrace{C_D \cdot \frac{1}{2} \cdot \rho_{ar} \cdot U_t^2 \cdot \pi \cdot r_p^2}_{\text{Força de resistência aerodinâmica}} \quad (2.6)$$

simplificando, podemos também escrevê-la da seguinte forma:

$$\frac{dU}{dt} + C_D \cdot \frac{3}{4} \cdot \frac{\rho_{ar}}{\rho_p} \cdot \frac{1}{d_p} \cdot U_t^2 = \frac{\rho_p - \rho_{ar}}{\rho_p} \cdot g \quad (2.7)$$

Conforme dito anteriormente, uma vez que as partículas têm pequenas dimensões e foi considerada como válida a lei de Stokes ( $C_D = 24/Re$ ), a equação (2.7) passa a ser expressa por:

$$\frac{dU}{dt} + \frac{18 \cdot \mu}{\rho_p \cdot d_p^2} \cdot U_t = \frac{\rho_p - \rho_{ar}}{\rho_p} \cdot g \quad (2.8)$$

tendo como solução:

$$U = U_t \cdot \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}}\right) \quad (2.9)$$

A equação (2.9) permite-nos determinar a velocidade de uma dada partícula num dado instante  $t$ .

A principal característica de um escoamento bifásico partícula-ar reside no facto de, tanto o ar como as partículas terem de interagir entre eles, sendo que ambos possuem diferentes velocidades e temperaturas. Uma partícula que se encontre num escoamento com uma velocidade e temperatura diferentes da sua, está sujeita a uma força de arrasto e trocas de calor impostas pelo gás responsável pelo escoamento. Como tal, existe uma tendência para que os valores da velocidade e temperatura das duas fases se aproximem, sendo que a taxa de aproximação destes parâmetros depende da diferença dos valores de cada um, num dado ponto (Rudinger, 1980). Este fenómeno é comumente designado por relaxação, e caracterizado por um tempo de relaxação,  $\tau$ , dado por:

$$\tau = \frac{d_p^2 \cdot \rho_p}{18 \cdot \mu} \quad (2.10)$$

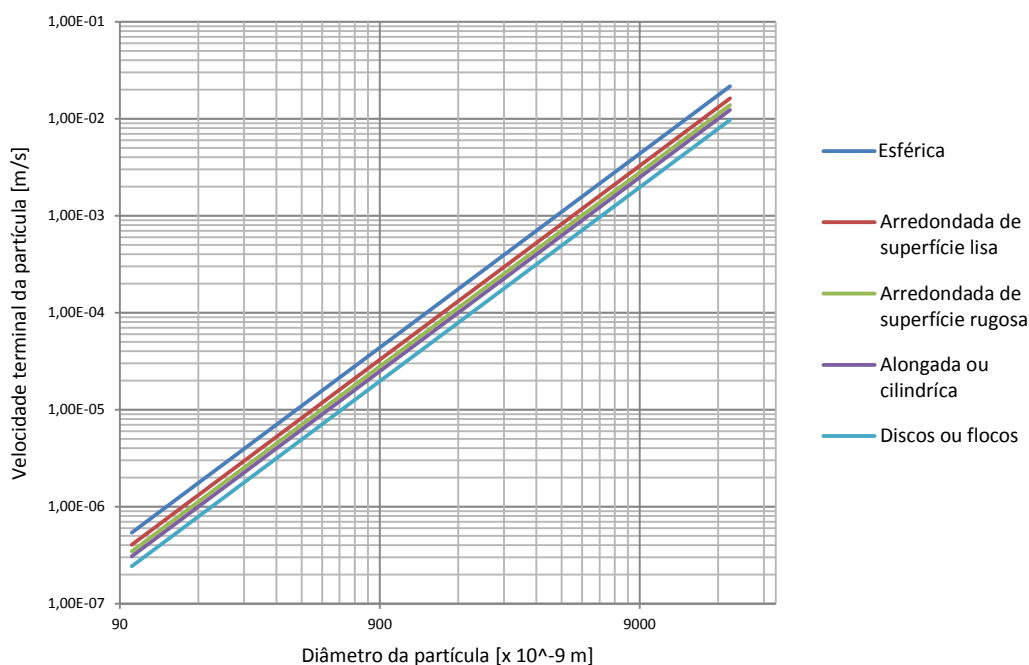
É importante referir que, durante toda a análise até aqui efectuada, foram sempre consideradas partículas com forma esférica. Recorrendo aos coeficientes de Baturin  $k$ , identificados na Tabela 2.1, podemos relacionar a velocidade terminal das partículas esféricas,  $U_{t_o}$ , com a das não esféricas,  $U_{t_*}$ , através da equação:

$$U_{t_*} = k \cdot U_{t_o} \quad (2.11)$$

**Tabela 2.1.** Coeficientes de Baturin, em função da forma da partícula (Baturin, 1972).

Forma da partícula	$k$
Esférica	1
Arredondada de superfície lisa	0,75
Arredondada de superfície rugosa	0,64
Alongada ou cilíndrica	0,57
Discos ou flocos	0,45

Com base nos valores da Tabela 2.1, podemos relacionar as velocidades terminais da partícula, em função da sua forma, expostas na Figura 2.1.

**Figura 2.1.** Velocidade terminal para cada formato da partícula.

Conforme podemos verificar pela Figura 2.1, caso a partícula tenha uma forma diversa da esférica, o valor da sua velocidade terminal será afectado, visto que esta depende da forma e direcção que a partícula adoptar durante a queda. Com o reduzir do factor de esfericidade da partícula, esta demorará muito mais tempo a adquirir uma velocidade terminal considerável.

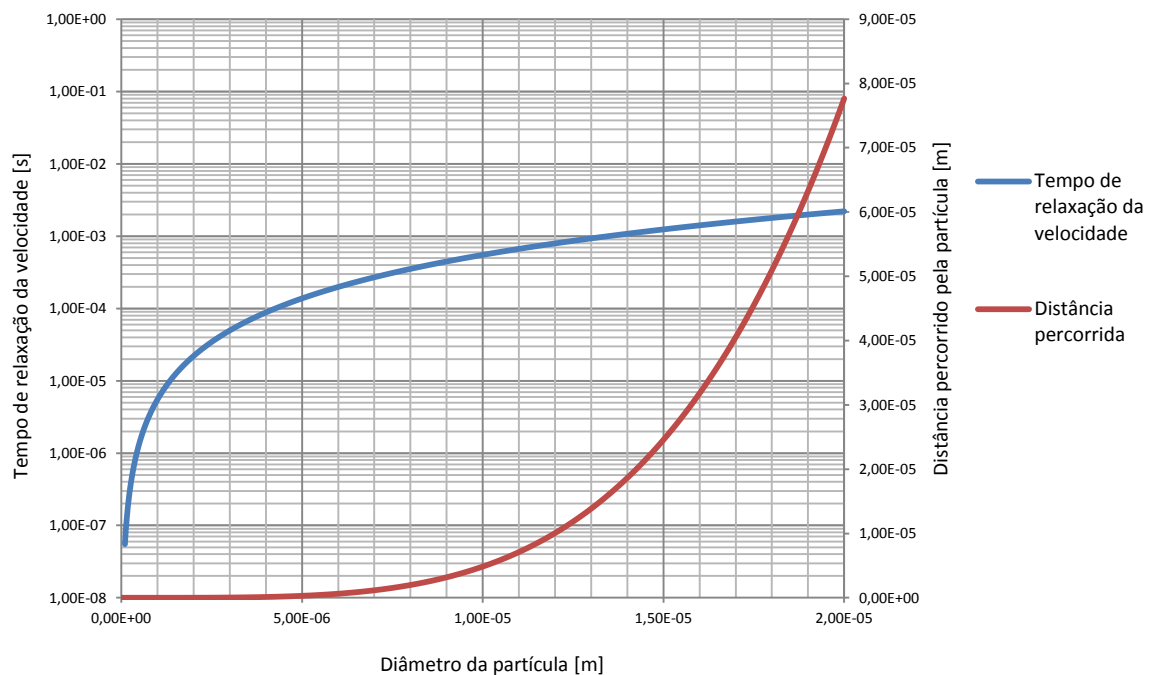
O espaço percorrido pela partícula,  $Z$ , durante um determinado intervalo de tempo é dado pela equação:

$$Z = \int_0^t U \cdot dt = U_{t_{st}} \cdot \left[ t - \tau \cdot \left( e^{-\frac{t}{\tau}} - 1 \right) \right] \quad (2.12)$$

quando  $t = \tau$ , a equação passa a tomar a seguinte forma:

$$Z = U_{t_{st}} \cdot \tau \cdot (2 - e^{-1}) \quad (2.13)$$

Recorrendo às equações (2.10) e (2.13), é possível relacionar o comportamento destes dois parâmetros em função do diâmetro da partícula, ilustrado na Figura 2.2.



**Figura 2.2.** Influência do diâmetro da partícula na distância percorrida e no tempo de relaxação.

Nas equações que foram aqui apresentadas para a força de resistência aerodinâmica e a velocidade terminal, admitiram-se os seguintes pontos:

- a queda da partícula não é afectada pela presença de outras partículas presentes no fluido (esta condição denomina-se por “queda livre”, caso contrário, denominar-se-ia por “queda dificultada”);
- as paredes limitantes do escoamento não exercem um efeito de retardação considerável na partícula;
- considerou-se um meio contínuo, ou seja, a partícula tem dimensões muito superiores quando comparada com o livre percurso médio das moléculas do fluido, caso contrário, as partículas podiam



ocasionalmente “escorregar” entre as moléculas e adquirir valores de velocidades superiores aos calculados.

### 2.3. Equações fundamentais de separação ciclónica

O princípio da separação ciclónica reside no facto de usar a força centrífuga para separar as partículas maiores das mais pequenas. O fluido é injectado a alta velocidade para uma câmara circular, descrevendo um movimento ciclónico. A aceleração centrífuga do fluido, força as partículas mais densas a movimentarem-se para a zona exterior do ciclone, e, conseqüentemente as menos densas movimentam-se para o centro, onde são posteriormente colhidas. A condição que define uma boa eficiência deste processo, consiste na velocidade de migração das partículas para o centro, em função do tempo de permanência do fluido no interior da câmara.

A separação ciclónica rege-se pela relação entre a força de resistência aerodinâmica e a força centrífuga a que a partícula fica sujeita.

Analisemos a força centrífuga a que a partícula está submetida. Sabendo que as partículas possuem dimensões muito pequenas, podemos assumir que as mesmas acompanham perfeitamente o escoamento, como tal, as velocidades angulares da partícula e do ar serão iguais, ou seja,  $U_{p\theta} = U_{ar\theta}$ , respectivamente. A força centrífuga da partícula,  $F_c$ , é então dada pela equação:

$$F_c = m \cdot \frac{U_{p\theta}^2}{r} = \frac{1}{6} \cdot \pi \cdot d_p^3 \cdot \rho_p \cdot \frac{U_{p\theta}^2}{r} \quad (2.14)$$

Salientar apenas que  $r$  simboliza o raio de circulação no ciclone, e todas as outras variáveis tomam os significados já referidos anteriormente.

Considerando a equação (2.2), admitindo o modelo da distância crítica na zona de separação,  $U_{ar,r} \ll U_{p,r}$  e  $U_{p,\theta} = U_{j,a}$ , onde  $U_{ar,r}$  e  $U_{p,r}$  simbolizam, respectivamente, a velocidade radial do ar e da partícula, e  $U_{j,a}$  significa a velocidade do ar no interior do jacto de admissão. Temos então que a força de resistência aerodinâmica toma a seguinte equação:

$$D = 3 \cdot \pi \cdot \mu \cdot d_p \cdot U_{p,r} \quad (2.15)$$

A separação ocorre quando a força centrífuga iguala o valor da força de resistência aerodinâmica, assim, igualando (2.14) a (2.15)vem:

$$3. \pi. \mu. d_p. U_{pr} = \frac{1}{6} \cdot \pi. d_p^3 \cdot \rho_p \cdot \frac{U_{ja}^2}{r} \quad (2.16)$$

de onde se obtém:

$$U_{pr} = \frac{dr}{dt} = \frac{1/6 \cdot \pi. d_p^3 \cdot \rho_p \cdot \frac{U_{ja}^2}{r}}{3. \pi. \mu. d_p} \quad (2.17)$$

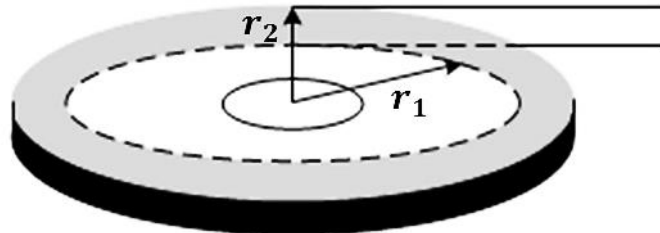
simplificando temos:

$$r \cdot \frac{dr}{dt} = \frac{d_p^2 \cdot \rho_p}{18. \mu} \cdot U_{ja}^2 \quad (2.18)$$

relembrando a equação (2.10) podemos escrever:

$$r \cdot dr = \tau \cdot U_{ja}^2 \cdot dt \quad (2.19)$$

Na Figura 2.3, temos um esquema da zona assumida como a zona de separação ciclônica, que corresponde, no interior da câmara de micronização de um *jet mill*, a que está compreendida entre os raios  $r_2$  e  $r_1$ :



**Figura 2.3.** Zona de separação ciclônica do processo de micronização.

O tempo de transição das partículas de  $r_2$  para  $r_1$  é dado por  $t_2$  e  $t_1$ , respectivamente, assim, integrando a equação (2.19) temos:

$$\int_{r_1}^{r_2} r \cdot dr = \int_{t_1}^{t_2} \tau \cdot U_{ja}^2 \cdot dt \Leftrightarrow \frac{1}{2} \cdot (r_2^2 - r_1^2) = \tau \cdot U_{ja}^2 (t_2 - t_1) \quad (2.20)$$

obtemos assim o tempo de permanência das partículas no ciclone, correspondente à sua passagem da partícula do ponto  $r_2$  para  $r_1$ , dado por:

$$t_2 - t_1 = \frac{1}{2} \cdot \frac{r_2^2 - r_1^2}{\tau \cdot U_{ja}^2} \quad (2.21)$$

Se o tempo definido na equação (2.21) tomar um valor superior ao tempo de passagem de ar no ciclone, existe uma elevada probabilidade de que esta não seja separada. Assim, para que ocorra separação da partícula, o tempo de circulação ( $\Delta t$ ) do ar no ciclone tem que respeitar a seguinte condição:

$$\Delta t > t_2 - t_1 \quad (2.22)$$

O percurso médio do ar no interior do ciclone é dado por:

$$2 \cdot \pi \cdot \left( \frac{r_2 + r_1}{2} \right) \cdot n \quad (2.23)$$

em que  $n$  representa o número de revoluções do ar no interior do ciclone.

O tempo de circulação do ar no interior do ciclone é dado pela equação:

$$\Delta t = \frac{2 \cdot \pi}{U_{p\theta}} \cdot \left( \frac{r_2 + r_1}{2} \right) \cdot n > \frac{1}{2} \cdot \frac{r_2^2 - r_1^2}{\tau \cdot U_{jm}^2} \quad (2.24)$$

simplificando temos:

$$\pi \cdot n > \frac{1}{2} \cdot \frac{r_2 - r_1}{\tau \cdot U_{ja}} \quad (2.25)$$

Substituindo a equação (2.10) na equação (2.25), obtemos o valor mínimo de diâmetro da partícula que o ciclone consegue separar:

$$d_p \geq 3 \cdot \sqrt{\frac{\mu(r_2 - r_1)}{\pi \cdot n \cdot \rho_p \cdot U_{ja}}} \quad (2.26)$$

## 2.4. Aplicação da separação ciclónica às partículas de nitrato de amónio (NA) e carbonato de cálcio (CC)

Uma vez descritas as equações características do processo de separação ciclónica, podemos agora aplica-las aos materiais que iremos utilizar.

Sabendo que o fluido utilizado no processo é o ar, na Tabela 2.2, encontram-se as variáveis consideradas como constantes ao longo de todo processo.

**Tabela 2.2.** Valores dos parâmetros constantes no processo.

Parâmetro	Simbologia	Valor
Aceleração gravítica [m/s <sup>2</sup> ]	$g$	9,81
Temperatura do ar [K]	$T_{ar}$	298
Massa volúmica do ar [kg/m <sup>3</sup> ]	$\rho_{ar}$	1,184
Massa volúmica do Nitrato de Amónio [kg/m <sup>3</sup> ]	$\rho_{NA}$	1725
Massa volúmica do Carbonato de Cálcio [kg/m <sup>3</sup> ]	$\rho_{CC}$	2930
Viscosidade dinâmica do ar [Pa.s]	$\mu$	1,74x10 <sup>-5</sup>
Constante dos gases perfeitos [J/(mol.K)]	$R_g$	8,31
Massa molar do ar [kg/mol]	$M_{ar}$	0,0289

Neste capítulo, serão admitidos uma gama de valores parametrizados para o valor do diâmetro inicial da partícula, e a partir destes poderemos determinar os restantes valores pretendidos para caracterizar o movimento das partículas escoamento. Os resultados obtidos para as partículas de nitrato de amónio e carbonato de cálcio encontram-se na Tabela 2.3 e Tabela 2.4, respectivamente.

**Tabela 2.3.** Resultados dos parâmetros caracterizadores do movimento da partícula de nitrato de amónio.

$d_p$ [µm]	$U_{t_{st}}$ [m/s]	$Re$	$\tau$ [1/s]	$Z$ [m]
1	5,40x10 <sup>-5</sup>	3,67x10 <sup>-6</sup>	5,51x10 <sup>-6</sup>	4,85x10 <sup>-10</sup>
2	2,16x10 <sup>-4</sup>	2,94x10 <sup>-5</sup>	2,20x10 <sup>-5</sup>	7,77x10 <sup>-9</sup>
3	4,86x10 <sup>-4</sup>	9,92x10 <sup>-5</sup>	4,96x10 <sup>-5</sup>	3,93x10 <sup>-8</sup>
5	1,35x10 <sup>-3</sup>	4,59x10 <sup>-4</sup>	1,38x10 <sup>-4</sup>	3,03x10 <sup>-7</sup>
10	5,40x10 <sup>-3</sup>	3,67x10 <sup>-3</sup>	5,51x10 <sup>-4</sup>	4,85x10 <sup>-6</sup>
25	3,37x10 <sup>-2</sup>	5,74x10 <sup>-2</sup>	3,44x10 <sup>-3</sup>	1,90x10 <sup>-4</sup>
50	1,35x10 <sup>-1</sup>	4,59x10 <sup>-1</sup>	1,38x10 <sup>-2</sup>	3,03x10 <sup>-3</sup>
100	5,40x10 <sup>-1</sup>	3,67	5,51x10 <sup>-2</sup>	4,85x10 <sup>-2</sup>

**Tabela 2.4.** Resultados dos parâmetros caracterizadores do movimento da partícula de carbonato de cálcio.

$d_p$ [ $\mu\text{m}$ ]	$U_{tst}$ [m/s]	$Re$	$\tau$ [1/s]	$Z$ [m]
1	$9,17 \times 10^{-5}$	$6,24 \times 10^{-6}$	$9,36 \times 10^{-6}$	$1,40 \times 10^{-9}$
2	$3,67 \times 10^{-4}$	$4,99 \times 10^{-5}$	$3,74 \times 10^{-5}$	$2,24 \times 10^{-8}$
3	$8,26 \times 10^{-4}$	$1,69 \times 10^{-4}$	$8,42 \times 10^{-5}$	$1,13 \times 10^{-7}$
5	$2,29 \times 10^{-3}$	$7,80 \times 10^{-4}$	$2,34 \times 10^{-4}$	$8,75 \times 10^{-7}$
10	$9,17 \times 10^{-3}$	$6,24 \times 10^{-3}$	$9,36 \times 10^{-4}$	$1,40 \times 10^{-5}$
25	$5,73 \times 10^{-2}$	$9,75 \times 10^{-2}$	$5,85 \times 10^{-3}$	$5,47 \times 10^{-4}$
50	$2,29 \times 10^{-1}$	$7,80 \times 10^{-1}$	$2,34 \times 10^{-2}$	$8,75 \times 10^{-3}$
100	$9,17 \times 10^{-1}$	6,24	$9,36 \times 10^{-2}$	$1,40 \times 10^{-1}$

O débito mássico no colo sónico,  $\dot{m}_{cs}$ , é dado pela seguinte equação:

$$\dot{m}_{cs} = C_0 A_{cs} p_0 \sqrt{\frac{\gamma M_{ar}}{R_g T_{ar}} \left( \frac{2}{\gamma + 1} \right)^{\frac{\gamma+1}{\gamma-1}}} \quad (2.27)$$

em que  $C_0$  é o coeficiente de descarga,  $A_{cc}$  é área de secção do colo sónico,  $p_0$  é a pressão a montante do colo sónico. A variável  $\gamma$  é dada pela razão entre calor específico a pressão constante,  $c_p$ , e o calor específico a volume constante,  $c_v$ , à temperatura de 298 K, assim:

$$\gamma = \frac{c_p}{c_v} = \frac{1,004}{0,718} = 1,398 \quad (2.28)$$

Sabendo que o colo tem uma secção circular perfeita, que implica  $C_0=1$ , com um diâmetro  $d_{cs}=1\text{mm}$ , e  $p_0=5 \times 10^5$  Pa, substituindo na equação (2.27), temos:

$$\dot{m}_{cs} = C_0 \left( \pi \frac{d_{cs}^2}{4} \right) p_0 \sqrt{\frac{\gamma M_{ar}}{R_g T_{ar}} \left( \frac{2}{\gamma + 1} \right)^{\frac{\gamma+1}{\gamma-1}}} = 9,18 \times 10^{-4} \text{ kg/s} \quad (2.29)$$

Aplicando a equação de estado dos gases ideais, e admitindo que a pressão absoluta a jusante do colo sónico é  $p=1,5 \times 10^5$  Pa, podemos então determinar o débito volúmico a jusante do colo,  $\dot{V}_{jcs}$ , assim:

$$p = \frac{\dot{m}_{cs}}{\dot{V}_{jcs}} \cdot \frac{R_g}{M_{ar}} \cdot T_{ar} \Leftrightarrow \dot{V}_{jcs} = \frac{\dot{m}_{cs}}{p} \cdot \frac{R_g}{M_{ar}} \cdot T_{ar} = 5,25 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s} \quad (2.30)$$

Uma vez conhecido o valor do débito volúmico, podemos determinar a velocidade de admissão de ar para a câmara, ou seja, a velocidade do ar à saída do jacto,

$U_{ja}$ . Sabendo que o jacto de admissão tem secção circular, com um raio de admissão,  $r_{ja}=2,5\times 10^{-3}$  m, temos:

$$\dot{V}_{jcs} = A_{ja} \cdot U_{ja} \Leftrightarrow U_{ja} = \frac{\dot{V}_{jcs}}{\pi \cdot r_{ja}^2} = 26,71 \text{ m/s} \quad (2.31)$$

Obtemos assim o valor da velocidade do ar em cada um dos jactos. Existe uma variação de secção entre os jactos e a câmara, mas uma vez admitido o modelo monodimensional, essa variação não é tida em conta. A aplicação do modelo de simplificação monodimensional, onde é considerado que existe preservação das equações de conservação de massa e que a pressão se mantém constante no interior da câmara, permite que o valor da velocidade do ar no interior da câmara do *jet mill*,  $U_{jm}$ , seja obtido em função do número de jactos que estiverem activos durante o processo.

Uma vez determinada a velocidade de admissão de ar na câmara, podemos determinar qual o valor mínimo de diâmetro da partícula para que ocorra separação. Relembrando a equação (2.26), considerou-se que a área mais desfavorável está compreendida entre  $r_2=5\times 10^{-3}$  m e  $r_1=4,5\times 10^{-3}$  m, e o número de revoluções foi admitido  $n=3$  (Fulga et al., 2009). Com base nestes critérios, elaborou-se a Tabela 2.5, na qual podemos observar, em função do número de jactos activos, os valores de diâmetro mínimo que as partículas deverão possuir, para que ocorra a separação ciclónica.

**Tabela 2.5.** Diâmetros mínimos de separação das partículas de NA e CC, em função do número de jactos activos.

Número de jactos activos	$U_{jm}$ [m/s]	$d_{p_{NA}}$ [μm]	$d_{p_{CC}}$ [μm]	$\tau$ [1/s]	$\Delta t$ [s]
1	26,71	$1,34\times 10^{-6}$	$1,03\times 10^{-6}$	$9,93\times 10^{-6}$	$3,35\times 10^{-2}$
2	53,42	$9,50\times 10^{-7}$	$7,29\times 10^{-7}$	$4,97\times 10^{-6}$	$1,68\times 10^{-2}$
3	80,13	$7,75\times 10^{-7}$	$5,95\times 10^{-7}$	$3,31\times 10^{-6}$	$1,12\times 10^{-2}$
4	106,84	$6,71\times 10^{-7}$	$5,15\times 10^{-7}$	$2,48\times 10^{-6}$	$8,38\times 10^{-3}$
5	133,55	$6,01\times 10^{-7}$	$4,61\times 10^{-7}$	$1,99\times 10^{-6}$	$6,70\times 10^{-3}$
6	160,26	$5,48\times 10^{-7}$	$4,21\times 10^{-7}$	$1,66\times 10^{-6}$	$5,59\times 10^{-3}$

É importante referir que os valores dos diâmetros das partículas de NA e CC, foram determinados considerando que estas se encontram na zona de separação ciclónica

( $r_2=5\times 10^{-3}$  m e  $r_1=4,5\times 10^{-3}$  m). Pela equação (2.26), facilmente se verifica que, à medida que as partículas se vão movimentando para a secção de saída da câmara, conseqüentemente o valor de  $r_2$  e  $r_1$  irá diminuir, implicando que o valor do diâmetro das partículas sofra uma redução significativa, i.e., só saem quando as suas dimensões ficam fortemente reduzidas.





### 3. JET MILL

O *jet mill* é um aparelho cujo objectivo consiste, essencialmente, na fragmentação e desaglomeração de materiais, por forma a obter partículas com dimensões compreendidas entre 5  $\mu\text{m}$  e 10  $\mu\text{m}$ . Quando comparado com outros mecanismos de moagem, o *jet mill* oferece diversas vantagens. Num *jet mill* podemos obter materiais com partículas de muito pequenas dimensões, < 10  $\mu\text{m}$ , combinando com uma distribuição de partículas muito restrita; a temperatura mantém-se praticamente constante durante todo o processo e toma sempre valores baixos, devido ao facto de o ar estar em constante recirculação; a elevada turbulência que se gera no interior da câmara, resultando numa elevada transmissão de calor e elevada perda de massa entre as partículas; não há qualquer tipo de contaminação no processo de micronização do *jet mill*, uma vez que o material é micronizado por ele próprio (Muller et al., 1996).

A granulometria das partículas obtidas e o tempo de permanência das mesmas no *jet mill*, caracterizadores do processo de moagem, resultam da fragmentação sucessiva das partículas e da capacidade de separação do ciclone gerado. Com o aumento da velocidade de admissão do ar, aumenta também a velocidade de impacto entre as partículas, conseqüentemente, aumenta também a eficiência do processo de fragmentação. A granulometria obtida, após o processo de micronização, é de extrema importância, uma vez que esta influencia directamente a qualidade do produto final (Muller et al., 1996).

Além da qualidade do produto obtido, é importante referir que a micronização num *jet mill* é um processo com muito baixa eficiência energética. Segundo vários autores, apenas 2% a 5% da energia total do processo é utilizada para a micronização (Mebtoul et al., 1996; Alfano et al.; Lecoq et al., 2003). O grande foco de desenvolvimento do *jet mill* reside, essencialmente, em torná-lo mais eficiente energeticamente, reduzindo assim o seu consumo energético. Gommeren et al., (2000) desenvolveu um projecto para um *jet mill*, cujo objectivo seria reduzir o seu consumo energético, em cerca de 50%. O desenvolvimento de um *jet mill* mais eficiente energeticamente, optimizando também a qualidade do produto final, implica o estudo aprofundado dos seus parâmetros estruturais

e/ou operacionais. São muitos os investigadores que incidiram os seus estudos nesta área, estando alguns mencionados na Tabela 3.1.

**Tabela 3.1.** Parâmetros estruturais e operacionais descritos na literatura.

<b>Autor</b>	<b>Parâmetros estruturais</b>	<b>Parâmetros operacionais</b>
<b>Teng</b>		- Pressão de alimentação - Pressão na câmara - Débito de material na alimentação
<b>Katz &amp; Kalman</b>	- Ângulo do jacto - Diâmetro do jacto - Altura da classificação	- Débito de ar no jacto - Débito de ar na alimentação - Débito de material
<b>Midoux</b>	- Diâmetro da câmara - Formato dos jactos - Número de jactos - Ângulo dos jactos	- Débito volumétrico de ar - Débito de material
<b>Tuunila</b>	- Número de jactos - Influência do ângulo dos jactos	- Débito de ar no processo - Débito de ar na alimentação - Débito de material na alimentação - Remoer o material
<b>Muller</b>	- Número de jactos	- Débito de ar no processo - Pressão na câmara - Débito de material
<b>Han</b>	- Ângulo dos jactos - Ângulo de alimentação	- Débito de material

Os estudos apresentados na Tabela 3.1, indicam apenas uma estimativa qualitativa dos parâmetros que condicionam de forma mais directa o resultado do processo de micronização. Uma estimativa quantitativa, no sentido de quantificar a redução das partículas sob influência destes parâmetros, pode apenas ser obtida com recurso a simulações computacionais.

### **3.1. Descrição do jet mill**

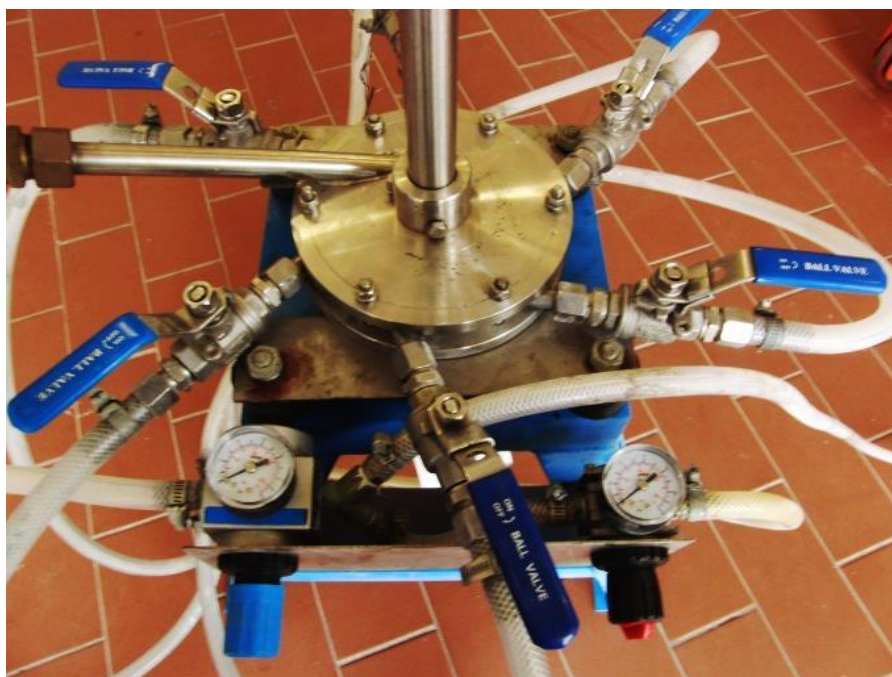
No *jet mill* utilizado para a realização deste trabalho (Figura 3.1), a redução e classificação das partículas ocorrem simultaneamente dentro da câmara de micronização. O fluido é admitido para o interior da câmara através dos 6 jactos colocados na sua periferia. Cada jacto possui no seu interior, um colo sónico, o qual gera um incremento da velocidade do ar e uma redução da pressão a jusante do mesmo. Os jactos estão distribuídos uniformemente pela periferia da câmara, e dispostos para que o ar, quando

entre na câmara, descreva um movimento ciclónico, dando assim início ao processo de micronização.

O material é colocado num recipiente e posteriormente é admitido para o interior da câmara através do ar que circula no tubo de injeção de material. Este tubo possui duas válvulas reguladoras de caudal, sendo que uma controla a admissão de ar para o tubo, e outra controla a admissão de material para o interior da câmara.

A fragmentação das partículas que se realiza no interior da câmara, resultante dos sucessivos choques partícula-partícula, ocorre maioritariamente na zona mais exterior da câmara. A classificação das partículas ocorre na zona mais interior da câmara, onde as partículas chegam já com dimensões muito reduzidas. À medida que as partículas se vão movimentando para o centro da câmara, adquirem velocidades cada vez mais elevadas, conseqüentemente, haverá uma maior intensidade nos choques sofridos, resultando numa maior fragmentação.

O ar e as partículas, já micronizadas, acabam por abandonar a câmara através de uma secção de saída que esta possui no seu centro. Dois sacos colectores, colocados nos tubos de exaustão inferior e superior, permitem efectuar a recolha das partículas micronizadas, deixando passar o ar para o exterior. Ao *jet mill* estão agrupados dois manómetros, que controlam a pressão de admissão de material para a câmara e a pressão de admissão de ar para os jactos.

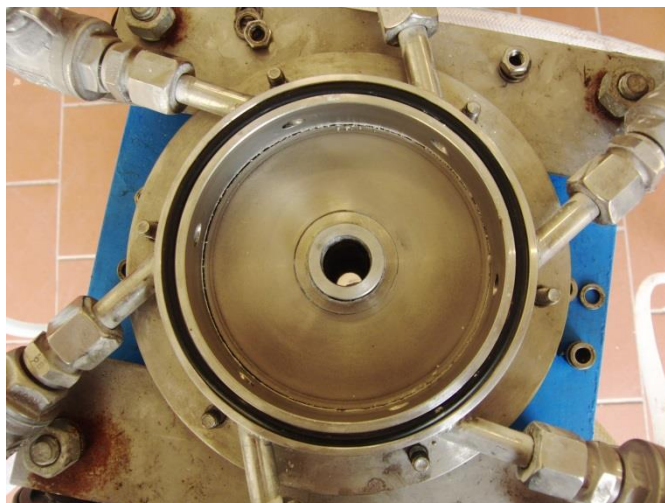


**Figura 3.1.** *Jet mill* utilizado na realização do trabalho.

### 3.2. Principais parâmetros estruturais e operacionais do *jet mill*

O *jet mill* utilizado permite a alteração de alguns parâmetros estruturais, mais propriamente, o número de jactos utilizados e a altura de classificação das partículas, sendo que todos os outros parâmetros estruturais não são passíveis de serem alterados por motivos de restrições construtivas. Os parâmetros operacionais estão dependentes dos estruturais, visto serem estes que condicionam as capacidades e limitações do *jet mill*.

O diâmetro externo da câmara ( $d_{ext}=100$  mm) de micronização (Figura 3.2), que corresponde à dimensão máxima da área de micronização, encontra-se directamente relacionado com outros factores que podem ajudar a melhorar, de forma significativa, a eficiência do processo de micronização.



**Figura 3.2.** Câmara de micronização do *jet mill* utilizado na realização do trabalho.

Os valores de débito volúmico de ar e débito mássico de material utilizados no processo de micronização, são determinados em função do diâmetro da câmara de micronização do *jet mill*. Com o aumento do diâmetro da câmara de micronização, maior será a capacidade do *jet mill* em comportar mais material e ar, fazendo com o processo de micronização seja mais eficiente e se micronize mais quantidade de material. Campos, (2011) verificou de facto que, com um incremento significativo no diâmetro da câmara, obtemos um incremento significativo nos valores de débito mássico de material concluindo também, que a granulometria do material base é fundamental para a obtenção de bons resultados no processo de micronização (Tabela 3.2). Na Tabela 3.2 (vd. Campos, 2011)

estão inseridos apenas alguns exemplos, sendo que os dados completos do estudo podem ser consultados no Anexo A.

**Tabela 3.2.** Valores de débito mássico de material de um *jet mill*, em função do diâmetro da câmara de micronização e da granulometria do material base.

Material	Granulometria do material base [ $\mu\text{m}$ ]	Granulometria do produto final [ $\mu\text{m}$ ]	Diâmetro da câmara [mm]	Débito mássico de material [kg/s]
Acetanilida	100% - 44 $\mu\text{m}$	5 $\mu\text{m}$ avg.	25	0,23
Pó de Prata	85% - 44 $\mu\text{m}$	100% - 10 $\mu\text{m}$	50	1,36
Ferrite de Bário	100% - 841 $\mu\text{m}$	100% - 6 $\mu\text{m}$	100	2,72
Óxido de Alumínio	100% - 44 $\mu\text{m}$	100% - 3 $\mu\text{m}$	200	13,61
Perclorato de Amónio	100% - 177 $\mu\text{m}$	3.2 $\mu\text{m}$ avg.	375	226,80
Criolite	100% - 44 $\mu\text{m}$	3.0 $\mu\text{m}$ avg.	750	453,59
Enxofre	100% - 74 $\mu\text{m}$	2.0 $\mu\text{m}$ avg.	900	1360,78
Dióxido de Titânio	100% - 44 $\mu\text{m}$	100% - 1 $\mu\text{m}$	1050	1814,37

Outro parâmetro estrutural com relativa importância é o diâmetro interno ( $d_{\text{int}}=16$  mm) do tubo inferior de exaustão da câmara de micronização (Figura 3.3), que corresponde à zona de saída do material e do ar.

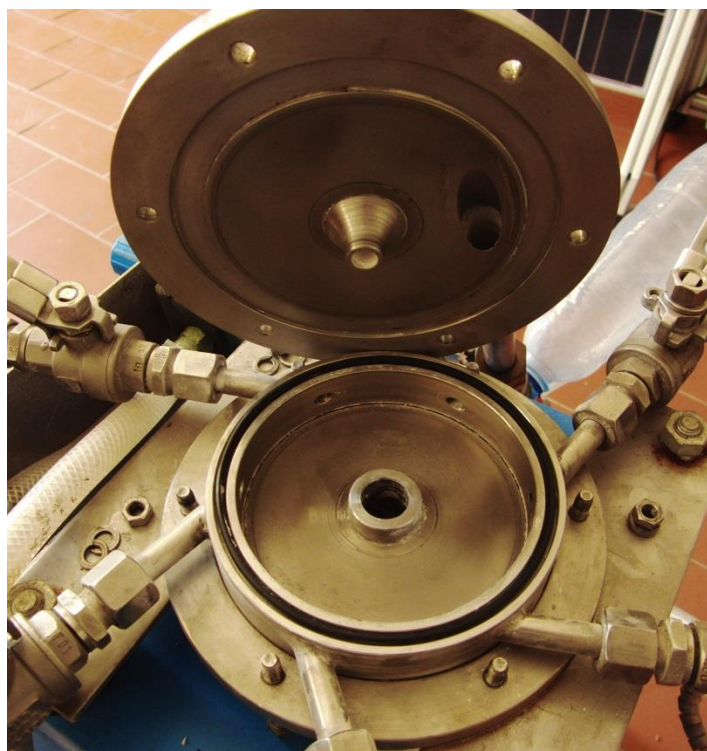


**Figura 3.3.** Tubo de exaustão inferior da câmara de micronização do *jet mill* utilizado na realização do trabalho.

Conforme mencionado anteriormente, o ar descreve um movimento ciclónico quando no interior da câmara, como tal, a partícula irá descrever um movimento circular, possuindo uma determinada velocidade angular. O valor da velocidade angular da partícula

é incrementado à medida que esta se aproxima do centro da câmara. Se a partícula possuir uma velocidade elevada, os choques entre partículas serão mais intensos, incrementando a fragmentação das partículas e melhorando assim o processo de micronização.

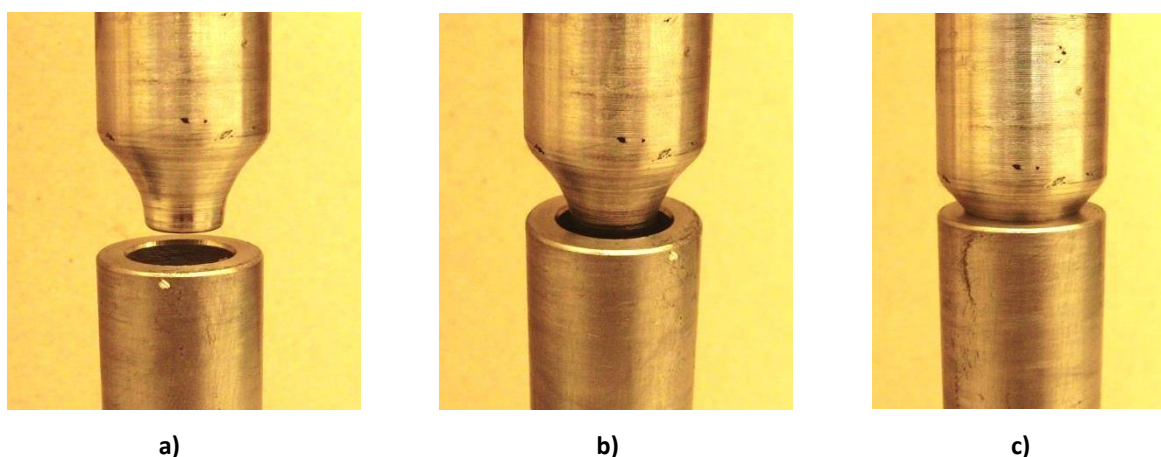
A altura da câmara de micronização ( $h=17$  mm) é considerada como um parâmetro relevante uma vez que influencia a altura de classificação das partículas,  $h_c$ . A classificação das partículas é feita em função da distância entre o tubo de exaustão superior e inferior. O tubo de exaustão superior é montado no tampo da câmara de micronização, e o tubo de exaustão inferior é montado na base da câmara de micronização (Figura 3.4).



**Figura 3.4.** Montagem dos tubos exaustores.

A altura da câmara permite variar a distância a que podem ser colocados os tubos de exaustão, sendo que se os tubos estiverem completamente encostados, considera-se que a câmara está fechada, não havendo saída nem de material nem de ar. Considera-se a câmara completamente aberta quando o tubo de exaustão inferior está ao mesmo nível que a base da câmara (Figura 3.5). O tubo de exaustão superior tem uma posição fixa, sendo apenas variada a altura do tubo inferior.

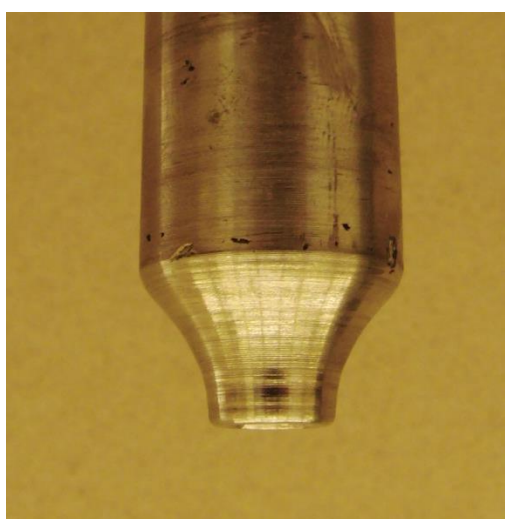




**Figura 3.5.** Regulação da distância dos tubos de exaustão: a) câmara totalmente aberta; b) posição intermédia; c) câmara totalmente fechada.

Assim é natural que quanto mais próximos estiverem os tubos, melhor será a classificação das partículas e, conseqüentemente melhor será o processo de micronização. Isto acontece porque as partículas de dimensões mais baixas, devido à sua pouca massa, circulam na camada superior do escoamento, uma vez que este terá mais facilidade em suspendê-las, contrariamente às partículas de grandes dimensões. A altura de classificação pode variar entre 0 mm e 12 mm, sendo que a posição  $h_c=0$  mm equivale a ter a câmara fechada, e para  $h_c=12$  mm considera-se a câmara completamente aberta.

Chanfrou-se a extremidade do tubo de exaustão superior que fica no interior da câmara de micronização (Figura 3.6). Isto garante que, tanto o material como o ar, sejam expelidos, por efeito de venturi, pelo tubo de exaustão inferior.



**Figura 3.6.** Chanfro do tubo de exaustão superior.

O número de jactos de um *jet mill* influencia a velocidade e quantidade de ar que é admitido na câmara. Quanto maior for a débito de ar introduzido na câmara, mais eficiente será o processo, uma vez que há um incremento significativo da velocidade do ar no seu interior. Isto pode ser verificado recorrendo à equação (2.31), que fornece a velocidade do ar em cada jacto, sendo que a multiplicação desse valor pelo número de jactos activos permite determinar a velocidade do ar no interior da câmara. O *jet mill* utilizado dispõe de um máximo de 6 jactos, numerados de 1 a 6 (Figura 3.7).

O ângulo de alimentação, formado entre o jacto e a direcção radial da câmara, e o ângulo entre jactos, formado entre o eixo de cada jacto, são parâmetros também condicionantes. Tuunila et al. (1998) concluiu que o ângulo de alimentação óptimo é de 43°, não diferindo muito do valor obtido por Katz e Kalman (2007) que foi de 45°. Contudo, Midoux et al. (1999) considerou que o valor ideal do ângulo estaria compreendido entre 30° e 38°. Han et al. (2002), recorrendo a uma simulação bidimensional do *jet mill*, concluíram que os ângulos de alimentação e dos jactos têm pouca influência no processo de micronização, embora tenham também concluído que o valor óptimo para o ângulo entre jactos é de 60°. Katz e Kalman (2007) concluíram que para jactos com diâmetro pequeno, um ângulo de alimentação de 45°, elevados débitos volúmicos de ar e pequenos débitos mássicos de alimentação de material, conduzem a um processo de micronização satisfatório. Os jactos do *jet mill* usado possuem um ângulo de alimentação de 45° e um ângulo entre jactos de 60°.

O desenho construtivo, ilustrado na Figura 3.7, demonstra todos os parâmetros construtivos acima descritos. No Apêndice A encontram-se todos os desenhos construtivos do *jet mill* utilizado.



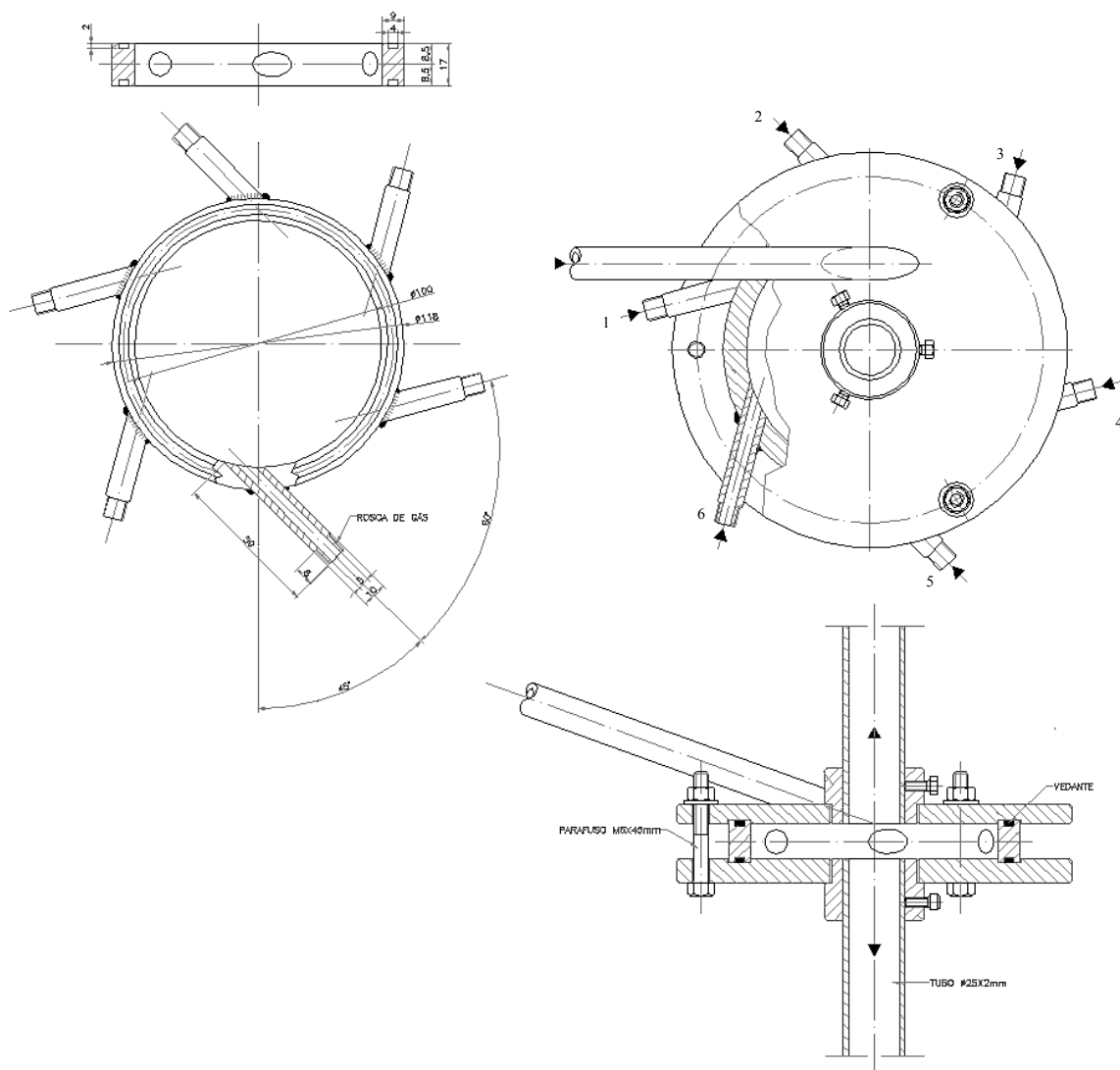


Figura 3.7. Desenho de projectivo construtivo do *jet mill* (com tubo de injeção de material).

### 3.3. Equipamento periférico

Por forma a controlar e melhorar as condições de funcionamento do *jet mill*, foi necessário equipá-lo com mecanismos e equipamentos que o permitissem. Foram instalados dois manómetros (Figura 3.8) por forma a controlar a pressão do ar no *jet mill*, e foram também introduzidos colos sónicos nos jactos de admissão de ar.



Figura 3.8. Reguladores de pressão do sistema.

O compressor de ar está directamente ligado ao manómetro  $R_1$ , que regula a pressão máxima da instalação e a pressão de admissão de material,  $P_1$ . O ar comprimido admitido em  $R_1$ , diverge para o sistema de admissão de material e para  $R_2$ . O regulador de pressão  $R_2$  tem a si ligado um sistema de distribuição do ar (Figura 3.14), fornecendo ar comprimido a todos os jactos, controlando assim a pressão de admissão de ar nos jactos,  $P_2$ , e consequentemente, a pressão no interior da câmara.



Figura 3.9. Sistema de distribuição de ar para os jactos.

A condição  $P_1 > P_2$  tem que ser imposta por forma a garantir que, quando os jactos estão activos, o material é introduzido na câmara de micronização. Se esta condição não for respeitada, o material não é introduzido mas sim expelido pelo tubo de admissão de material. O compressor tem uma capacidade de produzir ar comprimido até uma pressão máxima de  $6 \times 10^5$  Pa, sendo então este o limite máximo de pressão permitido no sistema.

No interior de cada jacto existe um colo sónico, este define-se como um regulador de caudal, constituído por uma câmara de tranquilização e uma secção de saída constante, através da qual o ar é escoado à velocidade do som. O débito torna-se somente dependente da pressão e da temperatura a montante, e desde que se mantenha chocado na secção do colo, o seu valor não é alterado pela diferença de pressão a jusante. O valor da pressão para que escoamento se mantenha chocado é dada por:

$$\frac{p_{\text{chocada}}}{p_0} = \left( \frac{2}{\gamma + 1} \right)^{\gamma/(\gamma-1)} \quad (3.1)$$

em que  $p_{\text{chocada}}$  corresponde à pressão chocada e  $p_0$  simboliza a pressão a montante do colo. Todas as outras variáveis presentes na equação tomam o significado já anteriormente mencionado. O débito mássico de ar no colo é dado pela equação (2.27). Para que as equações (2.27) e (3.1) sejam aplicáveis, a pressão chocada tem de ser superior à pressão a jusante do colo.

O diâmetro do colo sónico introduzido no interior de cada jacto do *jet mill* (Figura 3.10 e Figura 3.11) pode também ser considerado como um parâmetro estrutural. O posicionamento de um colo sónico no interior de cada jacto permite que haja uma redução de pressão e um incremento da velocidade do ar a jusante do colo. O diâmetro do colo sónico foi mantido constante ao longo de todo o processo.

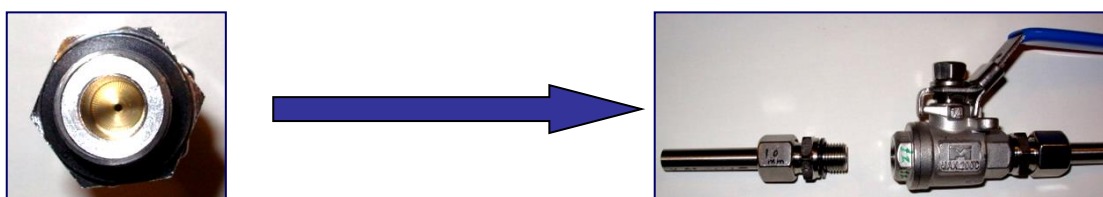


Figura 3.10. Formato e montagem do colo sónico utilizado no *jet mill*.

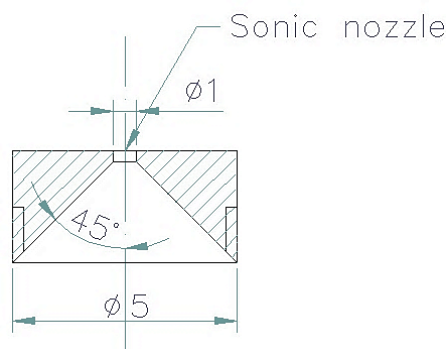


Figura 3.11. Desenho projecto do colo sónico utilizado no *jet mill*.

Na

Figura 3.12 é apresentado um esquema pneumático de todos os equipamentos periféricos agrupados ao *jet mill*.

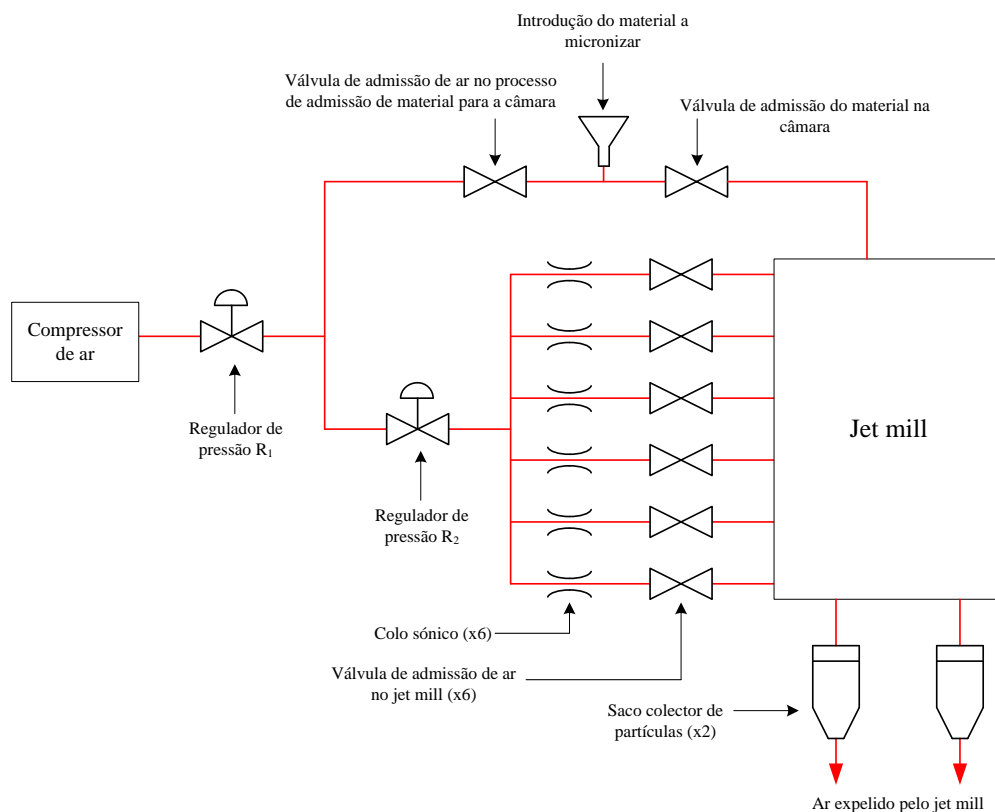


Figura 3.12. Esquema pneumático da instalação.

### 3.4. Descrição de um ensaio tipo

Na realização deste trabalho, por forma a estudar o processo de micronização das partículas no *jet mill*, foram realizados diversos ensaios em que se variaram os seguintes parâmetros: a massa de material existente na câmara, o número de jactos activos durante o processo, e por último, o tempo de micronização.

Inicialmente, com recurso a um microscópio da marca *Apex Microscopes*, e a um software *Minisee* que permite ligar o mesmo a um computador, o material é analisado e fotografado. A escala introduzida nas fotografias foi obtida com recurso a uma objectiva micrométrica da marca *Nikon*, com uma capacidade máxima de medida de 10  $\mu\text{m}$ . Este passo permite-nos ter um grau comparativo do diâmetro das partículas antes e depois de serem micronizadas. É importante salientar que foi montado um sistema de iluminação

LED (Light-Emitting Diode) no microscópio (Figura 3.13). Foram colocados dois LED's na parte superior e um na base do microscópio, isto permite que a disposição da luz seja feita de forma a realçar as partículas, conferindo quase um efeito de relevo na imagem retirada do microscópio.



**Figura 3.13.** Microscópio e sistema de luz utilizado.

Posteriormente, efectuou-se a pesagem do material e dos sacos colectores. A pesagem foi feita numa balança electrónica *Kern PCB* (Figura 3.14) com uma capacidade máxima de pesagem de 250 g, uma capacidade de leitura de 0,001 g, e uma margem de erro de  $\pm 0,003$  g, conferindo assim um elevado grau de precisão na pesagem do material e dos sacos colectores.

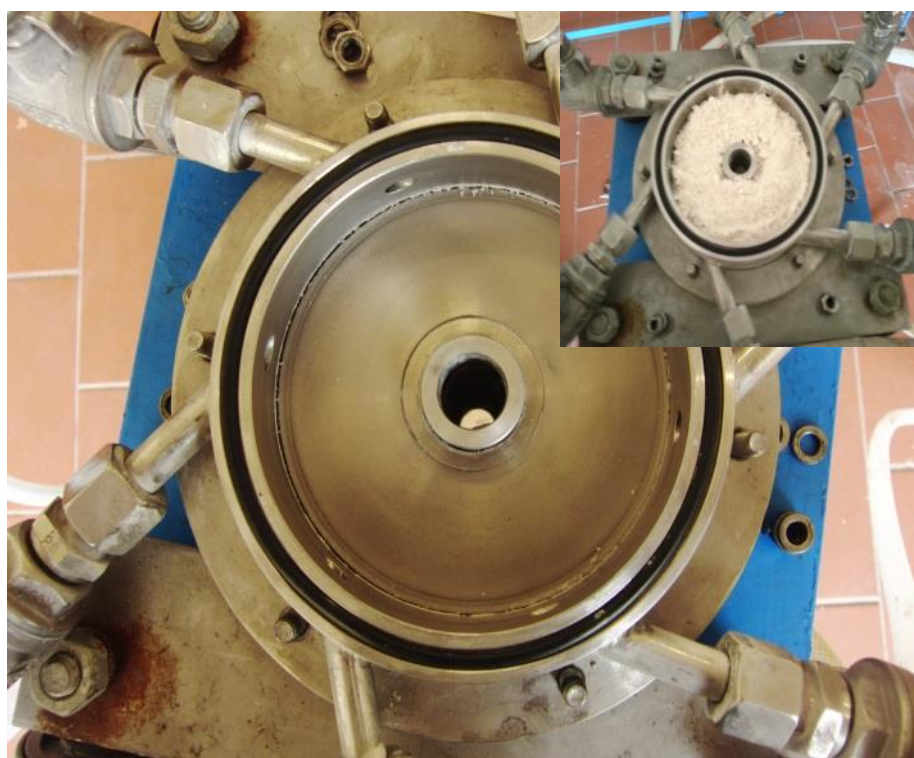


**Figura 3.14.** Balança utilizada para as pesagens.

A preparação do *jet mill* para o ensaio, começa por calibrar a altura de classificação, lembrando uma vez mais que o tubo de exaustão superior está fixo, fazendo com que a altura seja apenas regulada pelo ajuste do tubo inferior. Estando definida e ajustada a altura de classificação, são abertas as válvulas dos jactos que pretendemos que estejam activos durante o processo, e por último, abrir a válvula de admissão de ar comprimido para o *jet mill* para que este fique a trabalhar no vazio. Este

passo permite ajustar os manómetros para a pressão pretendida durante a micronização, mal os manómetros estejam à pressão pretendida, o sistema é novamente desligado.

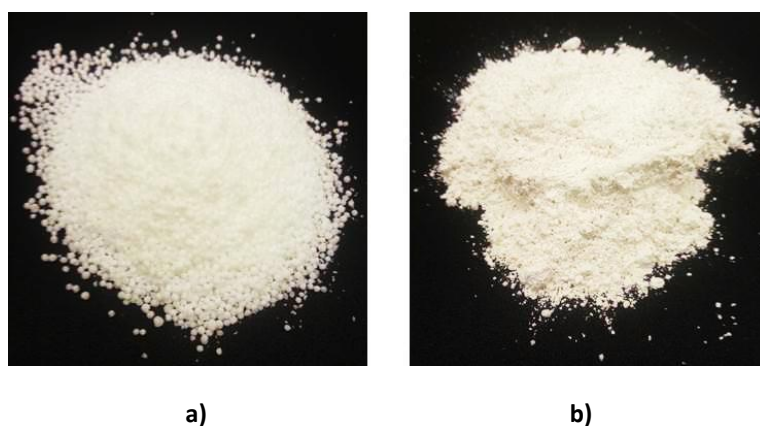
Verificou-se que o carbonato de cálcio, quando colocado no reservatório de alimentação de material para o *jet mill*, obstruía a tubagem de alimentação de material para o interior da câmara. Isto deve-se ao facto de o tubo de alimentação não possuir diâmetro suficiente para escoar o material para o interior da câmara, ficando assim compactado no interior do tubo e obstruindo a passagem, tanto de material como de ar. Por forma a contornar esta situação e para que o *jet mill* funcionasse sem qualquer impedimento, optou-se por retirar a tampa superior do *jet mill*, e introduzir directamente o material na câmara (Figura 3.15).



**Figura 3.15.** Carbonato de cálcio colocado directamente na câmara.

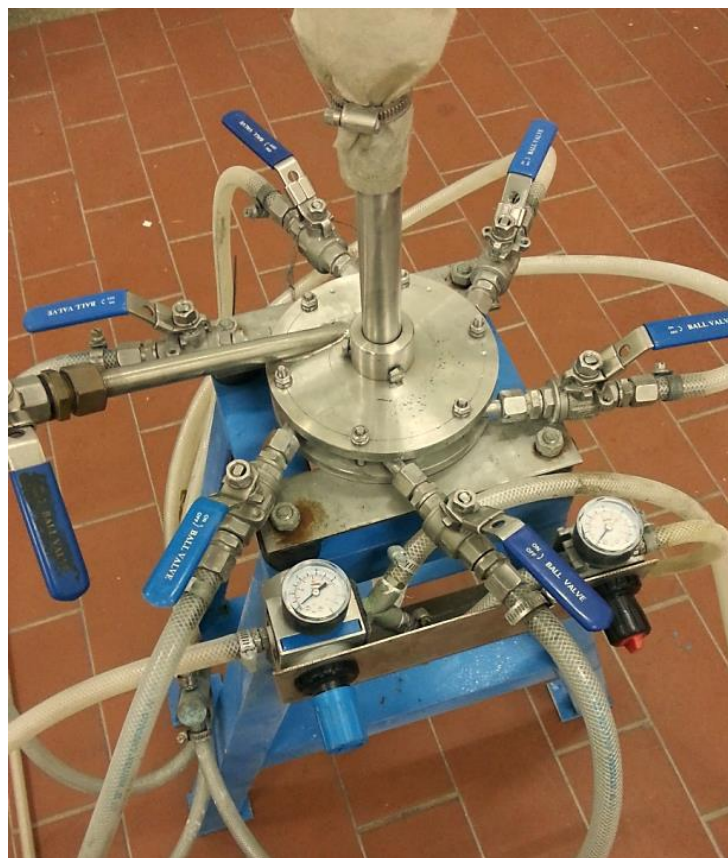
Nos ensaios realizados com nitrato de amónio este problema já não se colocou, uma vez que o formato do material base do nitrato de amónio (pequenas esferas) (Figura 3.16(a)) possui uma granulometria muito superior à do material base de carbonato de cálcio (pó) (Figura 3.16(b)), permitindo assim que o material fluísse livremente pela tubagem de alimentação.





**Figura 3.16.** Material base: a) Nitrato de amónio, b) Carbonato de cálcio.

Finalmente, e antes de dar início ao processo, basta apenas colocar os sacos colectores nos tubos de exaustão, sendo que cada saco tem capacidade de filtrar partículas até uma dimensão máxima de  $100\ \mu\text{m}$ . Estando os sacos colocados e as válvulas dos jactos abertas, podemos então abrir a válvula geral de admissão de ar comprimido para o sistema, dando início ao processo de micronização (Figura 3.17).



**Figura 3.17.** Jet mill pronto para a realização do ensaio.

O tempo de funcionamento do sistema é cronometrado e pré-estabelecido, sendo que a válvula geral de admissão de ar é imediatamente fechada mal o tempo seja atingido.

Após a conclusão do processo de micronização, são retirados e pesados novamente os sacos colectores, por forma a quantificar as perdas de material existente. O saco inferior, por norma, recebe praticamente a massa toda de pó inserida. Seguidamente, é retirado uma amostra do pó micronizado e fotografado ao microscópio com as diversas lentes de graduação, que permitem ampliações de  $\times 4$ ,  $\times 10$ ,  $\times 40$  e  $\times 100$ .

Este procedimento foi continuamente repetido para a realização de todos os ensaios



## 4. REDUÇÃO GRANULOMÉTRICA

Por forma a estudar o processo de redução granulométrica do *jet mill* utilizado, alteraram-se alguns dos parâmetros de funcionamento do *jet mill*, nomeadamente, o tempo de funcionamento e o número de jactos activos durante o processo.

Face à velocidade a que o jacto debita o ar para o interior da câmara de micronização (equação (2.31)), e sabendo que o *jet mill* possui um máximo de seis jactos, estipulou-se estudar o processo de micronização utilizando 1, 3 e 6 jactos activos, implicando velocidades de micronização de 26,71 m/s, 80,13 m/s e 160,26 m/s, respectivamente. Para o ensaio com um jacto, activou-se o jacto número 1, visto que este é coincidente com a zona por onde o material é admitido na câmara, impingindo de forma imediata o movimento ciclónico às partículas. No ensaio com três jactos, activaram-se os jactos 1, 3 e 5, por forma a criar uma distribuição uniforme na admissão do ar na câmara de micronização. No ensaio com seis jactos, naturalmente, todos os jactos foram activados.

Face às dimensões da câmara de micronização e à velocidade de micronização do fluido no interior da câmara, o processo de micronização no *jet mill* utilizado será relativamente rápido. Assim, optou-se por definir o tempo total de funcionamento do *jet mill* em 5 minutos, dividindo-o em 3 intervalos: o primeiro com duração de 30 segundos, posteriormente 90 segundos e finalmente um último com duração de 300 segundos. No final de cada intervalo de tempo, foi recolhida e pesada a massa de material já micronizado, expelido pelo *jet mill*.

A quantidade de massa introduzida no *jet mill* foi constante em todos os ensaios, aproximadamente 30 g.

Após alguns testes realizados previamente, verificou-se que a altura de classificação de 5 mm era a melhor opção, sendo que esta foi igual em todos os ensaios.

O ar comprimido fornecido ao *jet mill* possuía alguma humidade, este factor alienado às propriedades higroscópicas do nitrato de amónio, impossibilitaram que a micronização fosse concluída com sucesso. Verificou-se que o nitrato de amónio, ao absorver a humidade do ar durante o processo, solidificava junto à secção de saída,

impossibilitando que o material micronizado saísse da câmara. Por sua vez, o processo de micronização do carbonato de cálcio ocorreu sem qualquer tipo de problema.

#### 4.1. Tempos de funcionamento e débitos mássicos

Uma vez considerado válido o modelo monodimensional, a determinação da velocidade do ar na secção de saída da câmara de micronização,  $U_{\text{ext}}$ , pode ser efectuada através de um factor multiplicador, obtido da relação entre as áreas de entrada e saída do ar. A área de entrada do ar no câmara corresponde à área do jacto, dada por:

$$A_{ja} = \pi \cdot r_{ja}^2 = \pi \times 2,5 \times 10^{-3} = 1,96 \times 10^{-5} \text{m}^2 \quad (4.1)$$

A determinação da área de secção de saída é obtida relacionando o raio do tubo de exaustão,  $r_{\text{ext}}$ , com a altura de classificação das partículas no interior da câmara, ou seja:

$$A_{\text{ext}} = \pi \cdot r_{\text{ext}} \cdot h_c = \pi \times 8 \times 10^{-3} \times 5 \times 10^{-3} = 1,26 \times 10^{-4} \text{m}^2 \quad (4.2)$$

A velocidade do ar à saída pode então ser determinada pela seguinte equação:

$$U_{\text{ext}} = U_{jm} \cdot \frac{A_{\text{ext}}}{A_{ja}} = 26,71 \times \frac{1,26 \times 10^{-4}}{1,96 \times 10^{-5}} = 171,25 \text{ m/s} \quad (4.3)$$

Obtemos assim a velocidade de saída do ar do interior da câmara, sendo que esta, tal como a velocidade de entrada, será também incrementada em função do número de jactos que estiverem activos durante o processo de micronização.

Comprovou-se de facto que, com a extremidade tubo superior chanfrada, o material é todo recolhido pelo saco colocado no tubo inferior (vd Figura 3.4).

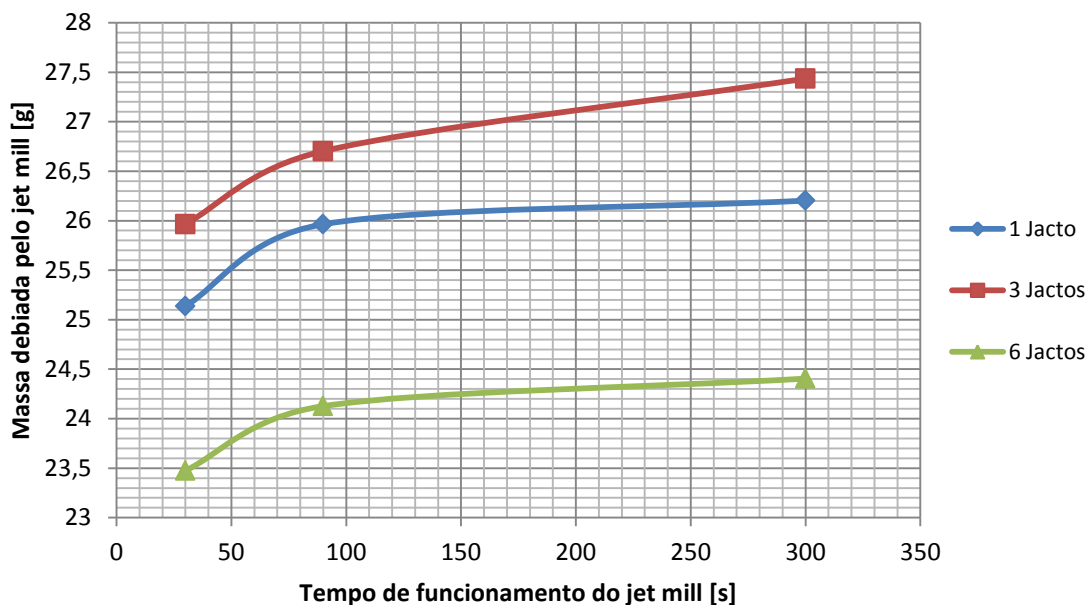
Na Tabela 4.1 encontram-se os resultados obtidos no processo de micronização do carbonato de cálcio. Os valores de tempo de funcionamento e de massa recolhida correspondentes a cada ensaio, apresentados na Tabela 4.1, são valores cumulativos, ou seja, o tempo e a massa recolhida vão sendo somados aos valores anteriores.

**Tabela 4.1.** Massa de carbonato de cálcio recolhida em cada em ensaio.

Nº jactos	$U_{jm}$ [m/s]	$U_{ext}$ [m/s]	Massa inicial [g]	Massa recolhida [g]			Massa perdida [g]
				30 [s]	90 [s]	300 [s]	
1	26,714	175,25	30,284	25,138	25,964	26,203	4,081
3	80,13	513,75	30,754	25,966	26,703	27,436	3,318
6	160,26	1027,49	30,335	23,475	24,127	24,405	5,93

Entende-se por perda de massa como a diferença entre o valor inicial e o valor final de massa medido. A perda de massa é uma constante durante todo o processo, independentemente das variáveis que são alteradas. Isto deve-se, fundamentalmente, ao facto de os sacos colectores acumularem, nas suas paredes, algum do material micronizado. Esta camada de material que se vai aglomerando no interior do saco possui a vantagem de funcionar como uma camada protectora, no sentido em que, visto que a filtragem máxima dos sacos é de 100  $\mu\text{m}$ , com a formação dessa camada, as partículas com dimensões inferiores a esse valor ficarão também retidas dentro do saco.

Relacionando a massa recolhida com os intervalos de tempo de funcionamento, podemos obter o débito mássico do *jet mill* (Figura 4.1).



**Figura 4.1.** Débito mássico do *jet mill*

A Figura 4.1 permite-nos verificar que o processo de micronização num *jet mill* é relativamente rápido, uma vez que grande percentagem de massa é debiada nos primeiros 30 segundos.

Podemos observar que para o ensaio realizado com 1 jacto activo, o valor do débito de material do *jet mill* é satisfatório até aos primeiros 90 segundos, havendo uma estagnação no débito após esse tempo de funcionamento. Com 3 jactos activos, o processo torna-se significativamente eficiente, visto que para este número de jactos activos, não se verifica uma estagnação tão acentuada no débito de material. No caso do ensaio realizado com 6 jactos activos, o caso mais desfavorável, ocorre o menor débito de material.

As diferenças dos valores de massa recolhida, verificadas entre os três ensaios, devem-se fundamentalmente à velocidade de saída do ar da câmara. No caso de utilizarmos 1 jacto, a velocidade de saída atinge um valor subsónico, que embora satisfatório, não é suficientemente elevado para garantir a continuidade do processo, verificando então a estagnação no débito de material. Quando estão activos 3 jactos, a velocidade do ar à saída adquire valores nominalmente supersónicos, garantindo assim um débito contínuo e significativo de material, quando comparado com os restantes ensaios. De referir que este valor nominal não é de certeza o valor real (uma vez que sabemos que um tubo chocado, atinge o seu valor máximo para a velocidade de escoamento igual à velocidade do som). A utilização de 6 jactos é de todo desfavorável, uma vez que, sendo a velocidade à saída nominalmente supersónica, esta é de tal forma elevada que dificulta a saída do ar, e consequentemente, de material.

Isto é justificado pela elevada velocidade do ar interior da câmara, ou seja, embora a velocidade tangencial das partículas se mantenha constante durante todo o processo, a velocidade angular será incrementada à medida que a partícula se aproxima do vórtice do ciclone (coincidente com a secção de saída das partículas do *jet mill*), adquirindo valores extraordinariamente elevados, que impedem a partícula de abandonar a câmara pelo tubo de exaustão. Torna-se portanto evidente, que a eficiência de um processo de micronização não é directamente proporcional ao número de jactos utilizados no processo, mas sim proporcional à velocidade que cada jacto confere ao escoamento, podendo estabelecer-se como velocidade máxima, a velocidade máxima permitida no colo sónico.

O registo de imagens obtidas pelo microscópio, antes e durante o processo de micronização, permitem que seja feita uma comparação na granulometria do material, por forma a comprovar se ocorreu micronização do material. Aqui são apenas expostas as imagens referentes ao ensaio com 3 jactos (Figura 4.2 à Figura 4.5), visto ser aquele em que

---

se obtiveram melhores resultados. As fotografias relativas aos processos de micronização com 1 e 6 jactos podem ser consultadas no Apêndice B.

Após analisadas as imagens referentes a todos os ensaios, verifica-se que ocorreu micronização do material no *jet mill*, mas também uma significativa desaglomeração das partículas.

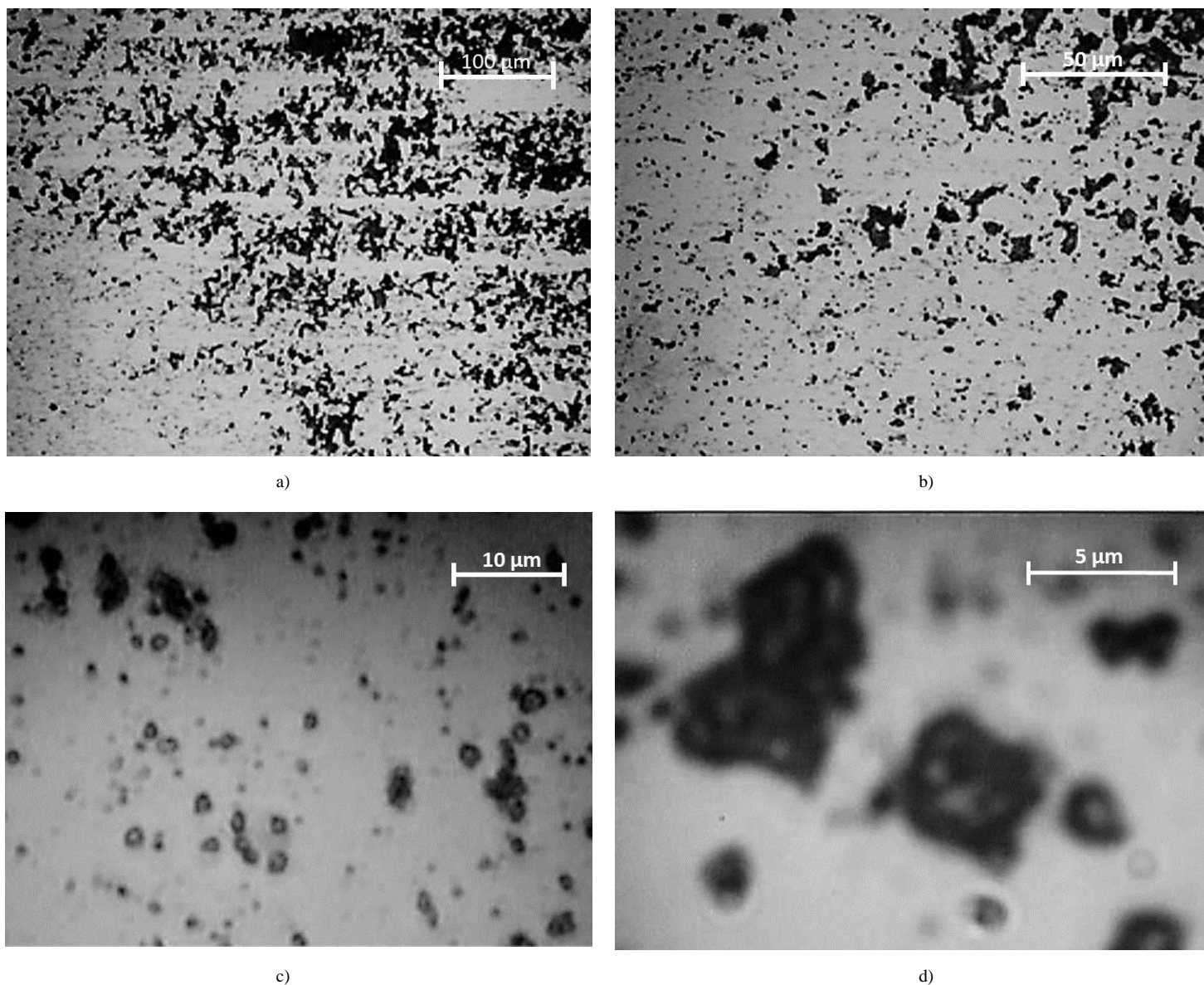
Conforme dito anteriormente, o processo de micronização no *jet mill* consiste num escoamento com uma elevada velocidade, onde as partículas ficaram sujeitas a constantes impactos partícula-partícula. Os sucessivos choques sofridos pelas partículas, e a alta velocidade induzida pelo escoamento, conduzem a que a esta vá adquirindo um formato cada vez mais aerodinâmico, ou seja, um formato esférico. Observando e comparando as imagens registadas antes e após o processo de micronização, verificou-se que as partículas adquiriram um formato esférico muito mais acentuado, concluindo-se assim que, houve de facto micronização do material.

Podemos também verificar que houve uma clara e evidente desaglomeração das partículas. As imagens com maior ampliação permitem observar que, antes do processo de micronização, existem apenas aglomerados de partículas, não sendo possível distingui-las individualmente. Quando analisamos as imagens após o processo de micronização, é possível fazer uma distinção clara das partículas, uma vez que podemos observar todos os seus contornos e formas.

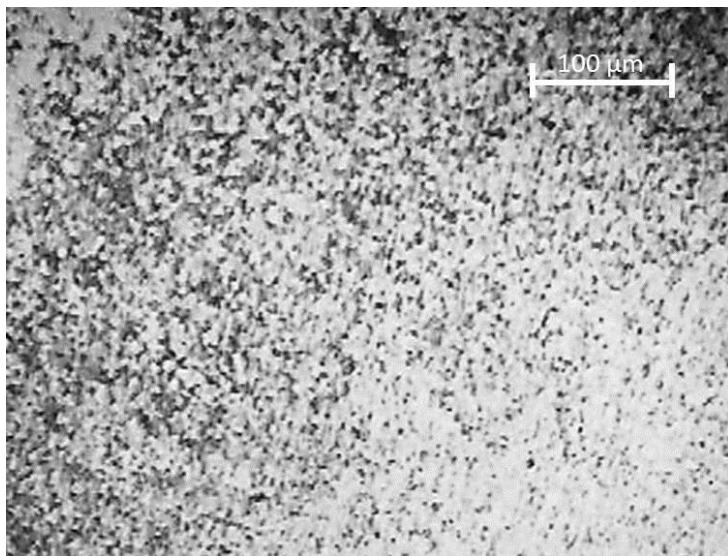
No ensaio realizado com apenas um jacto activo, verifica-se uma ligeira micronização e desaglomeração das partículas, uma vez que, quando analisadas as imagens, não existe uma mudança significativa na granulometria do material. Isto seria de esperar, visto que a velocidade do escoamento à entrada não é muito elevada, e com apenas um jacto, o ciclone que se forma dentro da câmara não é uniforme, conduzindo por isso a resultados pouco distintos entre as partículas iniciais e finais.

Observando as imagens relativas ao ensaio com três jactos activos, conclui-se claramente, que ocorreu desaglomeração e micronização das partículas. Neste ensaio, a velocidade do escoamento na câmara aproxima-se do valor ideal (conforme comprovado pela Figura 4.1), e a formação do ciclone é também efectuada de forma uniforme, conferindo assim bons resultados na micronização do material, notando-se também uma certa uniformidade nos resultados obtidos ao longo de todo processo

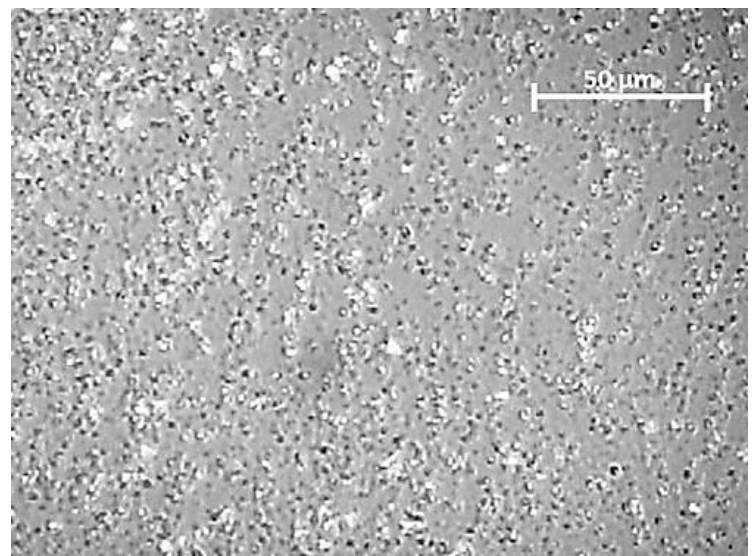
O ensaio realizado com seis jactos, embora evidencie a ocorrência de desaglomeração e micronização do material, os resultados só se tornam evidentes após os 90 e 300 segundos de funcionamento. Isto ocorre porque a velocidade do escoamento é de tal forma elevada, conduzindo a que o tempo de formação de um escoamento uniforme entre as partículas e o ar seja mais lento. Sendo que no restante período de tempo, e uma vez estabelecido um escoamento uniforme, o processo de micronização e a desaglomeração das partículas é efectuada de forma eficaz.



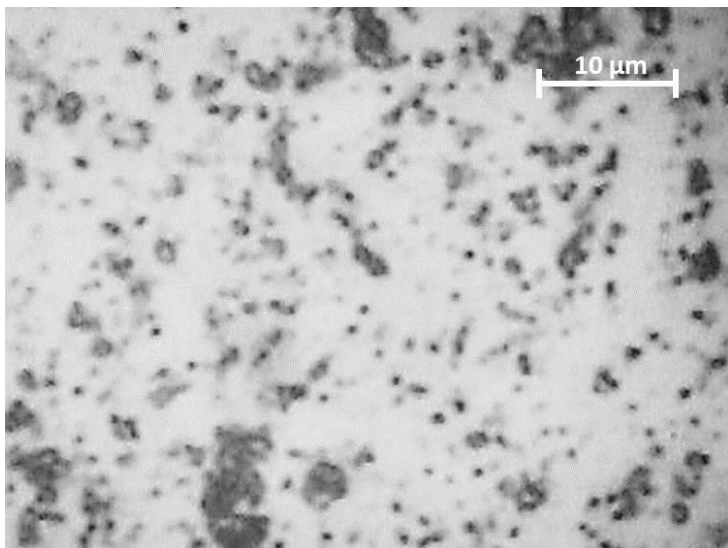
**Figura 4.2.** Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, antes do processo de micronização com 3 jactos: a) ampliação  $\times 4$ ; b) ampliação  $\times 10$ ; c) ampliação  $\times 40$ ; d) ampliação  $\times 100$ .



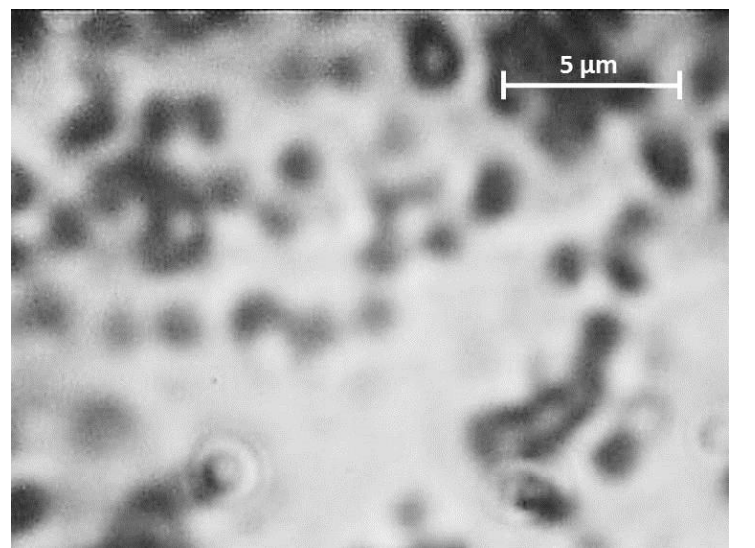
a)



b)

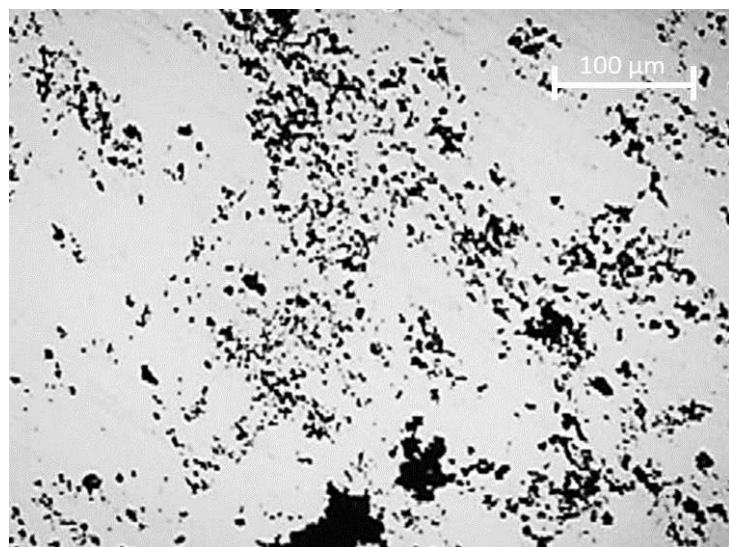


c)

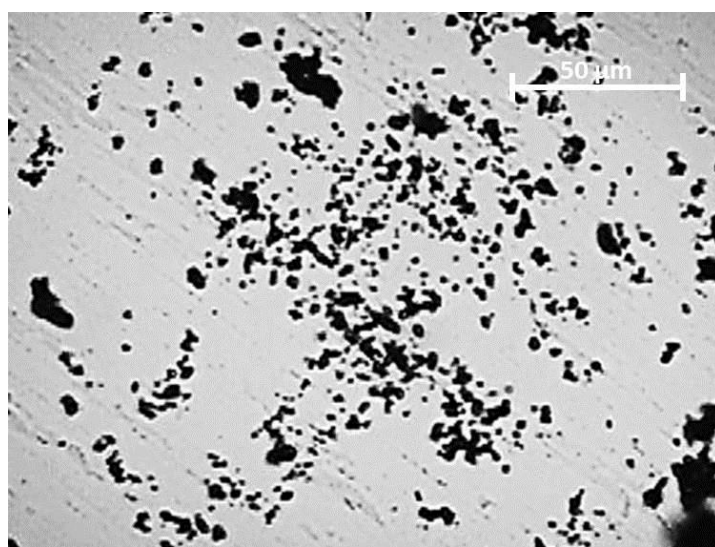


d)

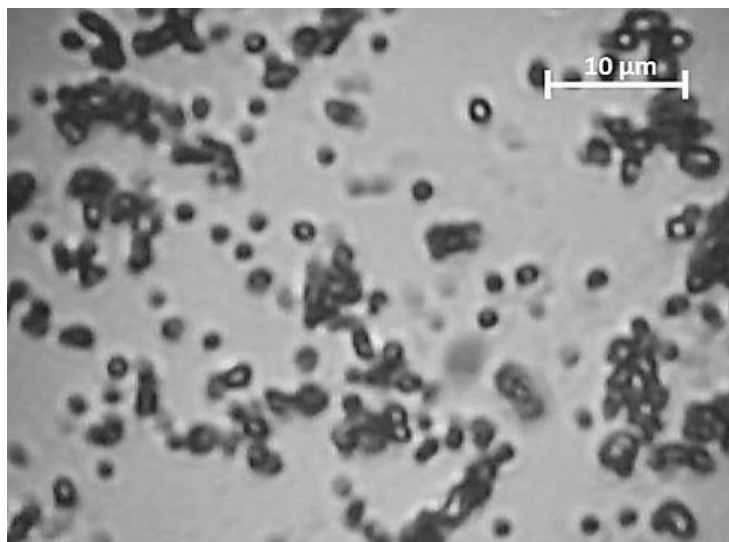
**Figura 4.3.** Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 30 segundos de micronização com 3 jactos: a) ampliação  $\times 4$ ; b) ampliação  $\times 10$ ; c) ampliação  $\times 40$ ; d) ampliação  $\times 100$ .



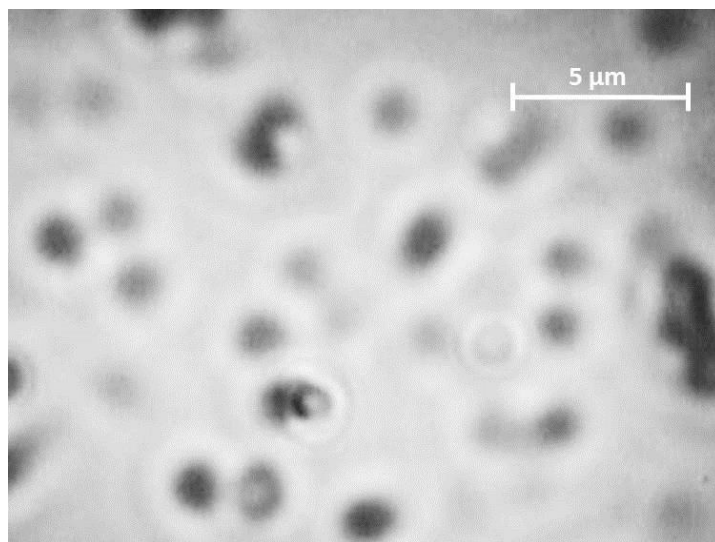
a)



b)



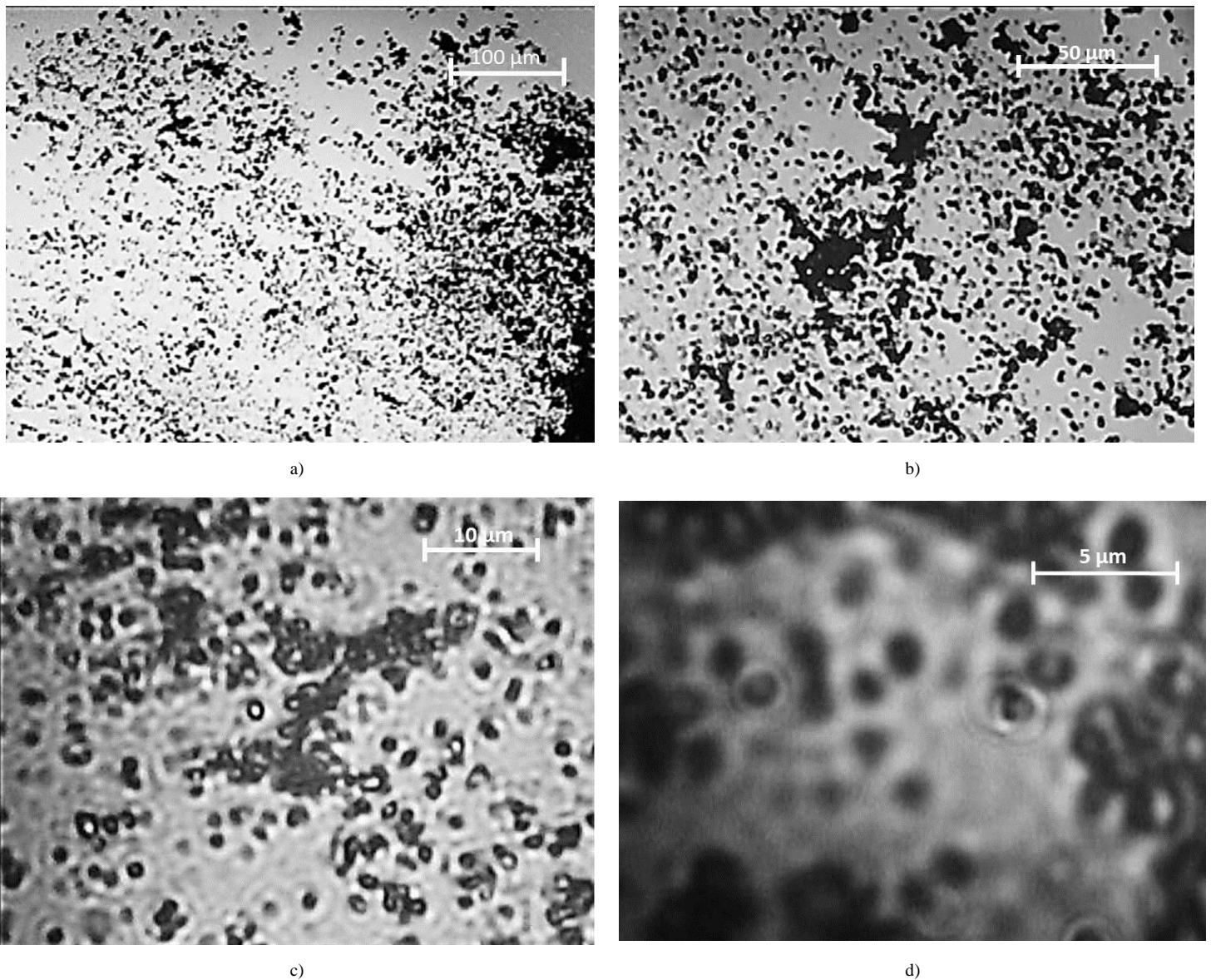
c)



d)

**Figura 4.4.** Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 90 segundos de micronização com 3 jactos: a) ampliação  $\times 4$ ; b) ampliação  $\times 10$ ; c) ampliação  $\times 40$ ; d) ampliação  $\times 100$ .





**Figura 4.5.** Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 300 segundos de micronização com 3 jactos: a) ampliação  $\times 4$ ; b) ampliação  $\times 10$ ; c) ampliação  $\times 40$ ; d) ampliação  $\times 100$ .

## 4.2. Relação entre redução granulométrica e energia absorvida

Os processos de redução granulométrica realizados com recurso a um *jet mill*, encontram-se, por norma, associados a uma elevada ineficiência energética. É portanto, fundamental determinar qual a energia consumida no processo de micronização do *jet mill* utilizado. A determinação da energia despendida para que ocorra o processo de micronização pode ser efectuada em função da perda de volume sofrida pela partícula (Figura 4.6).

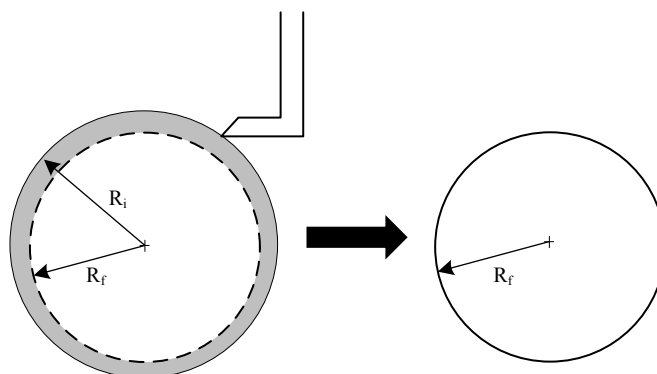


Figura 4.6. Exemplo da redução granulométrica verificada na partícula.

O trabalho energético ( $W$ ) dependido em qualquer processo traduz-se pelo produto entre uma força e uma distância (Bohic, 2007). Esta relação pode também ser obtida relacionando o valor da tensão de ruptura do material ( $\sigma_{rut}$ ) com a redução de volume da partícula, dado pela diferença entre o volume inicial e final da partícula. Considerando que as partículas possuem um formato esférico, temos então que o valor da energia necessária para que ocorra a redução granulométrica de cada partícula, é dado pela seguinte equação:

$$W = \sigma_{rut} \cdot V = \sigma_{rut} \cdot (V_i - V_f) = \sigma_{rut} \cdot \frac{4}{3} \cdot \pi (r_i^3 - r_f^3) \quad (4.4)$$

Naturalmente, o raio inicial da partícula será constante, contrariamente ao valor do raio final, que será influenciado pela intensidade do processo de micronização realizado na câmara do *jet mill*. Após a análise às imagens retiradas antes do processo de micronização, concluiu-se que o raio e volume inicial da partícula têm, respectivamente, o seguinte valor:  $r_i = 5 \mu\text{m}$  e  $V_i = 523,60 \mu\text{m}^3$ . Os valores correspondentes ao raio final da partícula, e respectivo volume, relativos a cada ensaios, foram também obtidos através da análise das imagens adquiridas por microscópio, assim como valor da massa de cada partícula, considerando que  $\rho_p = 2930 \text{ kg/m}^3$ , apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2. Valores finais do raio, volume e massa da partícula

nº jactos	$r_f [\mu\text{m}]$			$V_f [\mu\text{m}^3]$			$m_p [\text{kg}]$		
	30 [s]	90[s]	300[s]	30 [s]	90 [s]	300 [s]	30 [s]	90 [s]	300 [s]
1	3,00	2,50	2,00	113,10	65,45	33,51	$3,31 \times 10^{-13}$	$1,92 \times 10^{-13}$	$9,82 \times 10^{-13}$
3	1,50	1,00	1,00	14,14	4,19	4,19	$4,14 \times 10^{-14}$	$1,23 \times 10^{-14}$	$1,23 \times 10^{-14}$
6	2,50	2,00	2,00	65,45	33,51	33,51	$1,92 \times 10^{-14}$	$9,82 \times 10^{-14}$	$9,82 \times 10^{-14}$

Conhecidos os valores dos volumes inicial e final da partícula e considerando que o valor da tensão de ruptura do carbonato de cálcio é 1,32 MPa (Smith, 2010,) podemos então aplicar a equação (4.4), por forma a determinar qual a energia necessária para efectuar a redução granulométrica de uma partícula, estando os resultados obtidos expostos na Tabela 4.3.

**Tabela 4.3.** Energia necessária para a redução granulométrica de uma partícula

<i>nº jactos</i>	<i>W [J/part]</i>		
	30 [s]	90 [s]	300 [s]
1	$5,42 \times 10^{-10}$	$6,05 \times 10^{-10}$	$6,47 \times 10^{-10}$
3	$6,72 \times 10^{-10}$	$6,86 \times 10^{-10}$	$6,86 \times 10^{-10}$
6	$6,05 \times 10^{-10}$	$6,47 \times 10^{-10}$	$6,47 \times 10^{-10}$

Uma vez determinada a energia necessária para que ocorra a redução granulométrica da partícula, e sabendo que, através da massa de cada partícula, podemos determinar qual o número de partículas existentes por cada quilograma de material micronizado, obtém-se o valor da energia necessária para micronizar um quilograma de material (Tabela 4.4).

**Tabela 4.4.** Energia necessária para a redução granulométrica de um quilo de material

<i>nº jactos</i>	<i>n<sub>p</sub>[part/kg]</i>			<i>W [J/kg]</i>		
	30 [s]	90 [s]	300 [s]	30 [s]	90 [s]	300 [s]
1	$3,02 \times 10^{12}$	$5,21 \times 10^{13}$	$1,02 \times 10^{13}$	1635,19	3153,58	6588,74
3	$2,41 \times 10^{13}$	$8,15 \times 10^{13}$	$8,15 \times 10^{13}$	16235,12	55863,48	55863,48
6	$5,21 \times 10^{13}$	$1,02 \times 10^{13}$	$1,02 \times 10^{13}$	3153,58	6588,74	6588,74

Pelos resultados obtidos na Tabela 4.4, podemos verificar que o consumo energético da redução de partículas é fortemente influenciado com a eficiência do processo de micronização, ou seja, quanto maior for a redução granulométrica do material, maior será a quantidade de energia despendida no processo.

A eficiência do processo pode ser obtida pela razão entre a potência consumida no colo sónico ( $P_{cs}$ ) e a potência consumida pelo número total de jactos activos do *jet mill* ( $P_{ja}$ ), temos então:

$$\eta = \frac{P_{cs}}{P_{ja}} \quad (4.5)$$

O valor do débito volúmico no colo sónico é dado por:

$$\dot{V}_{cs} = \dot{m}_{cs} \cdot \rho_{ar} = 9,18 \times 10^{-4} \times 1,184 = 10,87 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s} = 1,087 \text{ l/s} \quad (4.6)$$

Considerando um compressor de ar da marca *Atlas Copco*, que debita um caudal de 45 l/s, com uma pressão de 25 bar e uma potência de 37 kW, podemos então determinar qual o valor da potência necessária no colo para garantir as condições de funcionamento estabelecidas, assim:

$$P_{cs} = \frac{\dot{V}_{cs}}{45 \times 25} \times 37000 = 35,75 \text{ W} \quad (4.7)$$

O valor de potência relativo aos jactos pode ser determinado pelo produto entre a energia despendida por quilograma de material (Tabela 4.4) e o débito mássico do mesmo (Figura 4.1). Os resultados obtidos encontram-se na Tabela 4.5.

**Tabela 4.5.** Potência consumida pelos jactos

<i>nº jactos</i>	<i>P<sub>ja</sub> [W]</i>		
	30 [s]	90 [s]	300 [s]
1	1,37	0,91	0,56
3	14,05	16,57	5,11
6	2,47	1,77	0,53

Podemos então determinar, pela equação (4.5) qual a eficiência de todo o processo de micronização, para cada um dos ensaios, estando os resultados apresentados na Tabela 4.6:

**Tabela 4.6.** Eficiência energética do *jet mill*

<i>nº jactos</i>	<i>η [%]</i>		
	30 [s]	90 [s]	300 [s]
1	3,83	2,54	1,61
3	13,10	15,45	4,76
6	1,15	0,82	0,25

Analisando os valores da Tabela 4.6, podemos observar que com o incrementar do tempo de funcionamento, a eficiência energética vai diminuindo, demonstrando de facto que o tempo de micronização de um *jet mill* é relativamente curto. É também possível

verificar que, para o ensaio com 3 jactos, onde se obtiveram melhores resultados, tanto no débito mássico, como na redução granulométrica de partículas, verifica-se uma melhoria muito significativa na de eficiência energética. Quando comparado com os restantes ensaios, o ensaio realizado com 3 jactos apresentou sempre melhores resultados, e com significativas diferenças, demonstrando assim que o processo de micronização no *jet mill* com 3 jactos é sem dúvida a melhor opção.



## 5. CONCLUSÕES

No presente trabalho foi estudado o processo de micronização, recorrendo a um *jet mill*, em que o fluido utilizado foi ar comprimido. Testou-se a micronização de dois materiais, o nitrato de amónio e o carbonato de cálcio.

Foi apenas possível caracterizar o processo de redução granulométrica nos ensaios realizados com carbonato de cálcio. O ar comprimido utilizado, possuía relativa humidade, este factor, aliado às propriedades higroscópicas do nitrato de amónio, impossibilitaram a realização dos ensaios com este material. Assim, e sabendo que o fluido utilizado no processo de moagem do *jet mill* é um dos factores a ter em conta, visto que este pode condicionar de forma significativa os resultados obtidos. A solução para este problema passa por, caso colocar um mecanismo de secagem do ar, ou, alterar o fluido utilizado durante o processo de micronização.

Os resultados obtidos permitiram concluir que o *jet mill* efectua, com sucesso, a desaglomeração das partículas, por sua vez, a micronização do material já não é tão clara que ocorra. Contudo, a granulometria inicial do carbonato de cálcio era consideravelmente pequena ( $\approx 5 \mu\text{m}$ ), sendo este um factor condicionante na obtenção de bons resultados na sua micronização. A utilização de um material com granulometria inicial mais elevada, poderia surtir resultados mais evidentes sobre a capacidade de micronização do *jet mill*.

As condições para um bom funcionamento, obtendo resultados satisfatórios no produto final, foi estabelecida para um número ideal de jacto igual a 3, com uma altura de classificação das partículas de 5 mm.

A análise granulométrica ficaria mais completa e perceptível se as imagens do material fossem obtidas recorrendo à microscopia electrónica de varrimento, por forma a obter uma maior exactidão na medição das dimensões das partículas.

A criação de uma câmara pleno, assim como um sistema melhorado de admissão de material para câmara, são também propostas de melhoria que iriam garantir resultados mais satisfatórios em trabalhos futuros.

A redução granulométrica num *jet mill* é um processo com elevado consumo energético, uma vez que, uma diminuição de poucos microns na granulometria, implica

uma eficiência máxima de 15%. A maximização da eficiência energética do *jet mill*, continua ainda a ser um campo de investigação no qual se deve insistir, por forma a torná-lo um mecanismo viável não só no que toca aos resultados obtidos, como a nível energético, tornando-o assim muito mais apelativo para a indústria.



---

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alfano, G., Saba, P., Surracco, M. (1996), “Development of a New Jet Mill for Very Fine Mineral Grinding”. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 44-45. pp. 327-336.
- Bohic, M.. (2007), “Caracterisation de la Surface de Pigments Traités par des Polyesters Acrylique”. *PhD Thesis*. Ecole des Mines de Paris, France.
- Boldyrev, V. V., Pavlov, S. V., Goldberg, E. L. (1996), “Interrelation Between Fine Grinding and Mechanical Activation”. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 44-45. pp. 181-185..
- Campos, J. (2011), “Relatório Privado”, *Parceria com Innovnano*. Coimbra.
- Coulson, J. M., Richardson, J. F., Harker, J. H., Backhurst, J. R. (2002), “Chemical Engineering – Particle Technology and Separation Processes”, 5<sup>th</sup> edition. *Butterworth-Heinemann*. Vol. 2. Oxford.
- Fulga, I., Străjescu, E. (2009), “Contributions to Fluid Dynamics in Jetmills by a New Aerodynamic Model of Supersonic Flow”. *UPB Scientific Bulletin, Series D*. Vol. 71. pp. 191-206.
- Gommeren, H. J. C., Heitzmann, D. A., Moolenaar, J. A. C., Scarlett, B. (2000), “Modelling and Control of a Jet Mill Plant”. *Powder Technology*. Vol. 108. pp.147-154.
- Han, T., Kalman, H, Levy, A. (2002), “DEM Simulation of Particle Comminution in Jet Milling”. *Particulate Science and Technology: An International Journal*. Vol. 20. pp. 325-340.
- Hornyak, G. L., Moore, J. J., Tibbals, H. F., Dutta, J. (2008), “Fundamentals of Nanotechnology”. *Taylor & Francis Group*. USA.
- Inam, M. A. (2010), “Particle Sizing and Product Quality in Production of Fine and Nano Particles by Means of Wet Grinding Process”. *PhD Thesis*. Université de Toulouse, France.
- Jones, P. (2011), “On Improving the Cost-Effective Dispersion of Calcium Carbonate in Polypropylene for Impact Resistance”, *EngD Thesis*, University of Birmingham, United Kingdom.
- Katz, A., Kalman, H. (2007), “Preliminary Experimental Analysis of a Spiral Jet Mill Performance”. *Particle & Particle Systems Characterization*. Vol. 24. pp. 332-338.
- Lecoq, O., Chouteau, N., Mebtoul, M., Large, J. F., Guigon, P. (2003), “Fragmentation by High Velocity Impact on a Target: a Material Grindability Test”. *Powder Technology*. Vol. 133. pp. 113-124.

- Mebtoul, M., Large, J. F., Guigon, P. (1996), “High Velocity Impact of Particles on a Target – an Experimental Study”. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 44-45. pp. 77-91.
- Midoux, N., Hošek, P., Pailleres, L., Authelin, J. R. (1999), “Micronization of Pharmaceutical Substances in a Spiral Jet Mill”. *Powder Technology*. Vol. 104. pp. 113-120.
- Müller, F., Polke, R., Schädel, G. (1996), “Spiral Jet Mills: Hold Up and Scale Up”. *International Journal of Mineral Processing*. Vol. 44-45. pp. 315-326.
- NMAB (National Materials Advisory Board), (1981), “Comminution and Energy Consumption”. *National Academy Press*. Vol. 364. Washington
- Oommen, C., Jain, S. R. (1999), “Ammonium Nitrate: A Promising Rocket Propellant Oxidizer”. *Journal of Hazardous Materials*. Vol. A67. pp. 253-281.
- Raab, C., Simkó, M., Fiedeler, U., Nentwich, M., Gázsó, A. (2011), “Production of Nanoparticles and Nanomaterials”. *Nano Trust Dossiers*. Vol. 006. pp. 1-4.
- Rudinger, G. (1980), “Fundamentals of Gas-Particle Flow”. *Elsevier Scientific Publishing Company*. Netherlands.
- Smith, B. J., Gomez-Heras, M., Viles, H. A., Cassar, J. (2010), “Limestone in the Built Environment: Present-Day Challenges for the Preservation of the Past”. *The Geological Society*. Vol. 331. London.
- Sturtevant, (2013), “Fine Milling Equipment”. *Jet mill Micronizer*. Acedido a 20 de Maio de 2013, em <http://www.sturtevantinc.com/micronizer.php>
- Teng, S., Wang, P., Zhang, Q., Gogos, C. (2011), “Analysis of Fluid Energy Mill by Gas-Solid Two-Phase Flow Simulation”. *Powder Technology*. Vol. 208. pp. 684-693.
- Tuunila, R., Nyström, L. (1998), “Technical Note Effects of Grinding Parameters on Product Fineness in Jet Mill Grinding”. *Minerals Engineering*. Vol. 11. pp. 1089-1094.
- Vegt, O. M. (2007), “Jet Milling From a Particle Perspective Predicting Particle Fracture Based on Mechanical Material Properties”. *PhD Thesis*. Rijksuniversiteit Groningen.

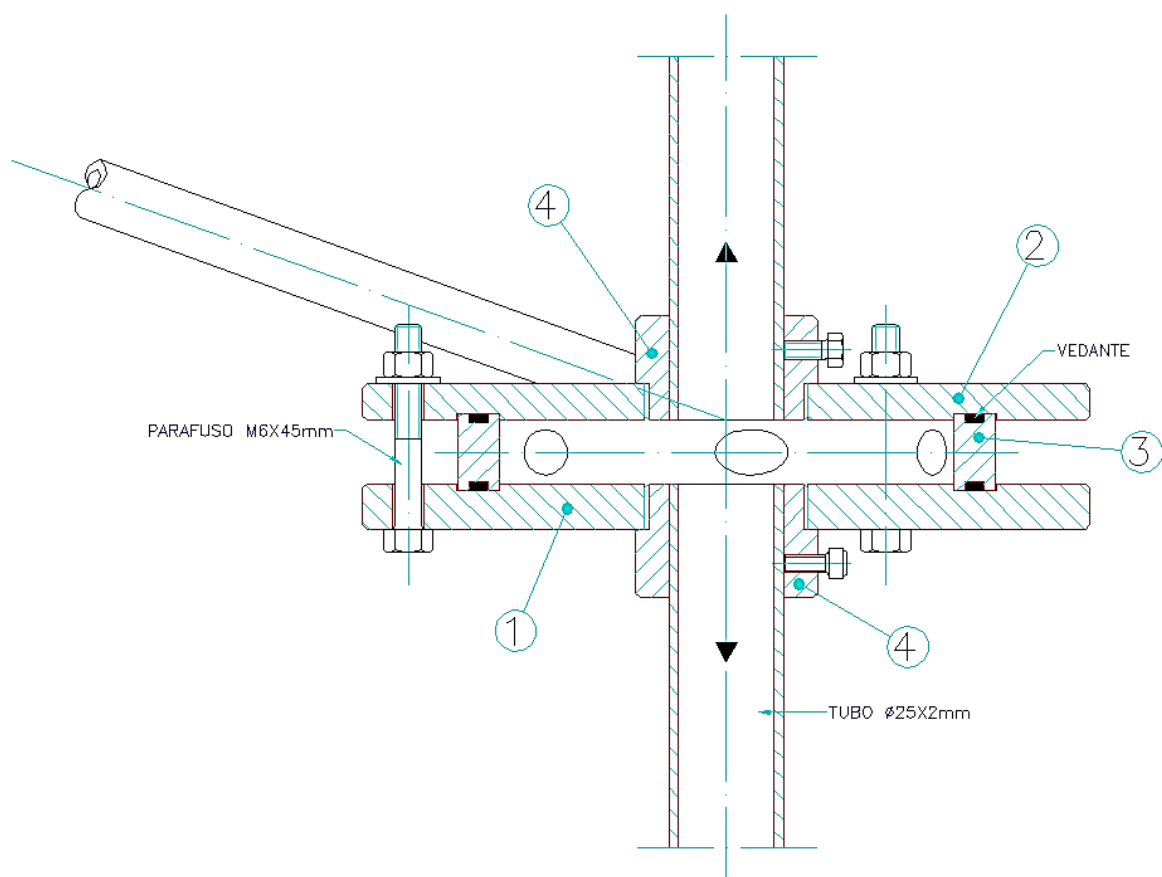
## ANEXO A

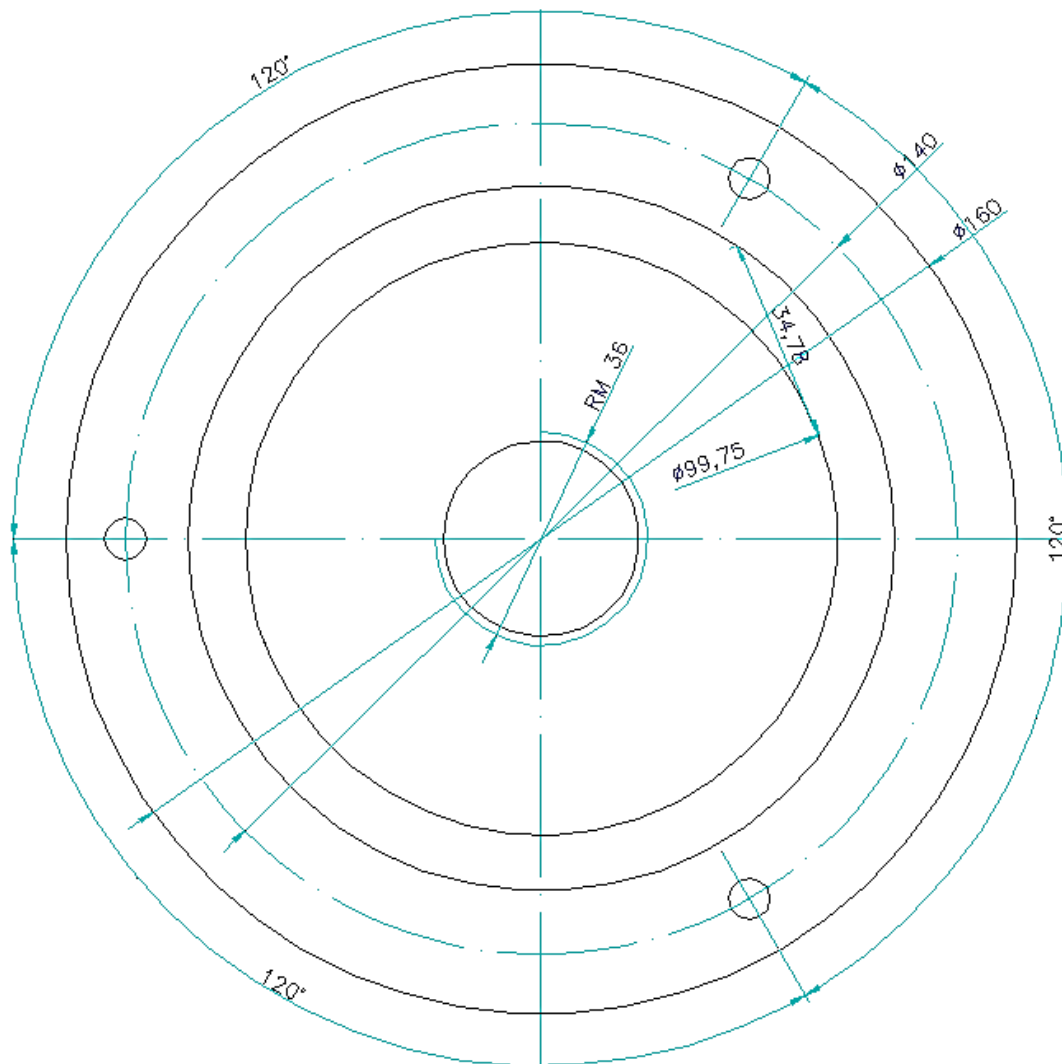
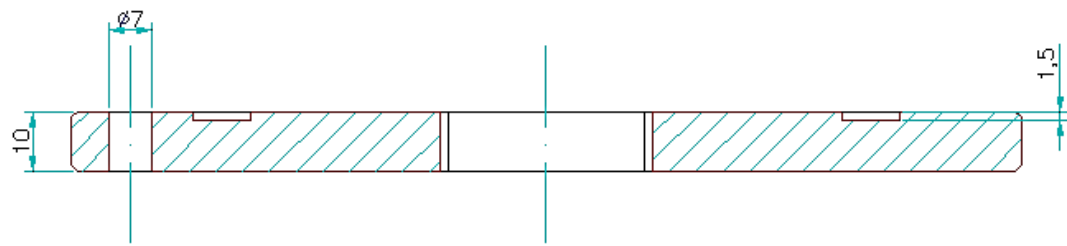
Valores de referência para projectos industriais:

Material	Granulometria do material base [µm]	Granulometria do produto final [µm]	Diâmetro da câmara [mm]	Débito mássico de material [kg/s]
Acetanilide	100% - 44 µm	5 µm avg.	25	0,23
Aluminum Oxide	100% - 44 µm	100% - 3 µm	200	13,61
Ammonium Perchlorate	100% - 177 µm	3.2 µm avg.	375	226,80
Barium Ferrite	100% - 841 µm	100% - 6 µm	100	2,72
Barium Titanate	100% - 841 µm	100% - 44 µm	50	0,45
Barytes	100% - 74 µm	3-4 µm avg.	750	816,47
Bentonite	100% - 74 µm	100% - 37 µm	100	2,27
Bismuth Trioxide	100% - 74 µm	2.1 µm avg.	200	36,29
Carbon Black	100% - 149 µm	75% - 15 µm	200	20,41
Chrome Oxides	100% - 44 µm	6.5 µm avg.	200	13,61
Chromium Carbide	75% - 74 µm	100% - 44 µm	100	1,36
Cobalt	15 µm avg.	1.5 µm avg.	200	27,22
Copper Chromate	94% - 44 µm	1.0 µm avg.	100	2,72
Copper Oxide	100% - 37 µm	1.25 µm avg.	200	40,82
Cryolite	100% - 44 µm	3.0 µm avg.	750	453,59
Cupric Sulfate	100% - 44 µm	10.0 µm avg.	100	1,81
Dolomite	25% - 149 µm	100% - 44 µm	900	1088,62
Ferrite	43% - 44 µm	100% - 10 µm	100	2,27
Graphite	100% - 44 µm	100% - 3 µm	200	9,07
Gypsum	50% - 44 µm	100% - 15 µm	200	27,22
Iron Oxide	100% - 10 µm	100% - 1 µm	100	1,36
Iron Oxide Pigment	90% - 44 µm	3.0 µm avg.	750	453,59
Lead Chromate	100% - 100 µm	100% - 5 µm	200	54,43
Magnesium Oxide	100% - 1410 µm	3.2 µm avg.	200	22,68
Mica	100% - 149 µm	100% - 44 µm	200	6,80
Molybdenum	100% - 44 µm	7.0 µm avg.	100	5,44
Paladium	100% - 74 µm	4.2 µm avg.	100	4,54
Phenolic Resin	50% - 841 µm	100% - 44 µm	200	6,80
Pigments	100% - 1410 µm	100% - 10 µm	200	20,41
Polyvinyl Resin	100% - 841 µm	100% - 12 µm	200	27,22
Potassium Chloride	100% - 841 µm	100% - 10 µm	200	40,82
Potassium Perchlorate	100% - 1410 µm	2.3 µm avg.	200	34,02
Silicon Dioxide	100% - 74 µm	100% - 6 µm	200	4,54
Silver Powder	85% - 44 µm	100% - 10 µm	50	1,36

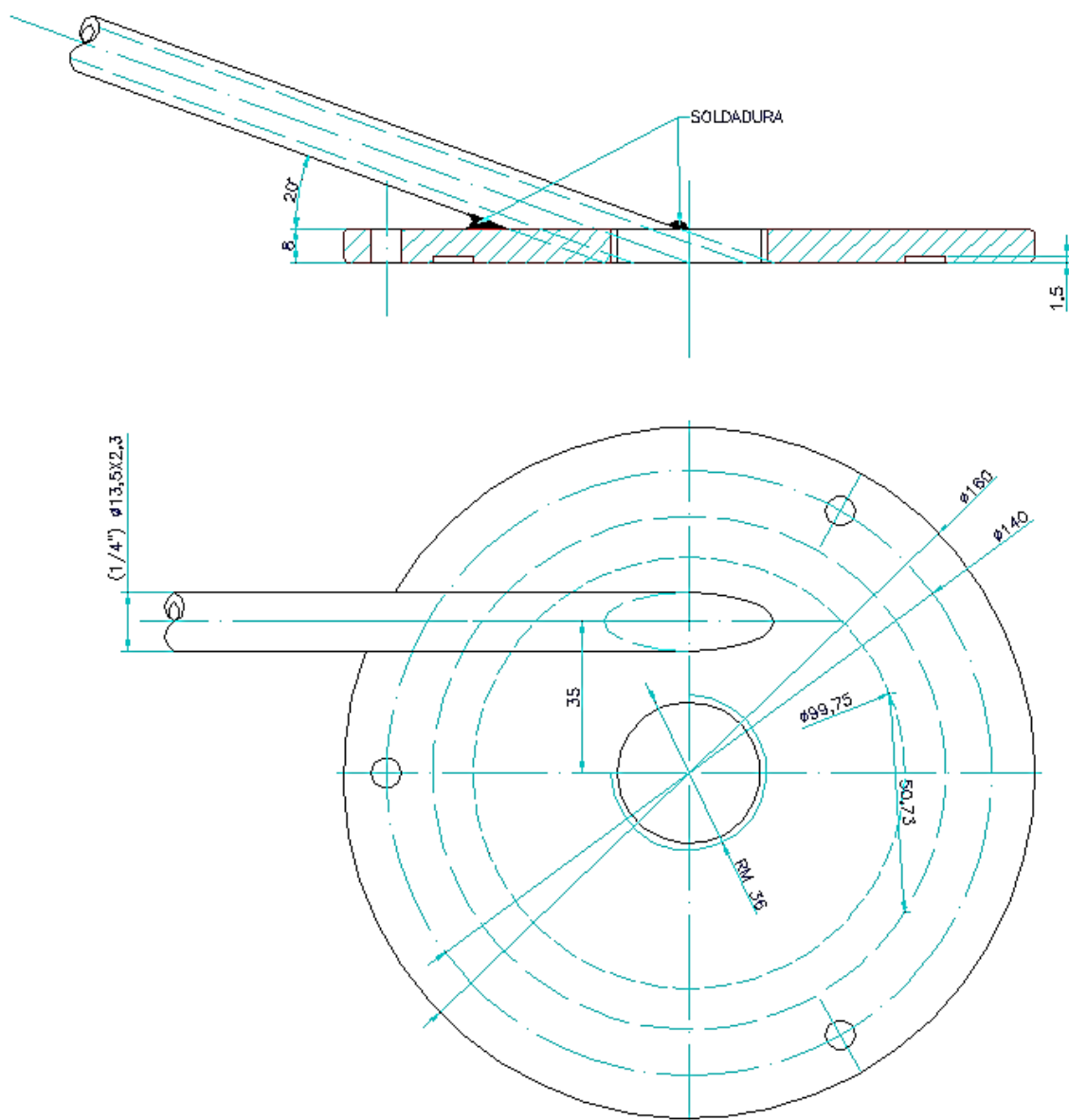
<b>Sulfur</b>	100% - 74 µm	2.0 µm avg.	900	1360,78
<b>Talc</b>	100% - 841 µm	2.0 µm avg.	750	907,18
<b>Titanium Dioxide</b>	100% - 44 µm	100% - 1 µm	1050	1814,37
<b>Titanium Oxide</b>	100% - 177 µm	0.5 µm avg.	200	9,07
<b>Toner</b>	100% - 149 µm	7.0 µm avg.	200	27,22
<b>Tungsten Carbide</b>	100% - 595 µm	95% - 149 µm	200	4,54
<b>Uric Acid</b>	100% - 25 µm	1.0 µm avg.	50	0,45
<b>Yttrium Oxide</b>	75% - 149 µm	3.0 µm avg.	200	13,61
<b>Zinc Oxide</b>	40% - 44 µm	100% - 44 µm	375	136,08
<b>Zirconium Oxide</b>	100% - 44 µm	100% - 1.5 µm	200	22,68

## APÊNDICE A

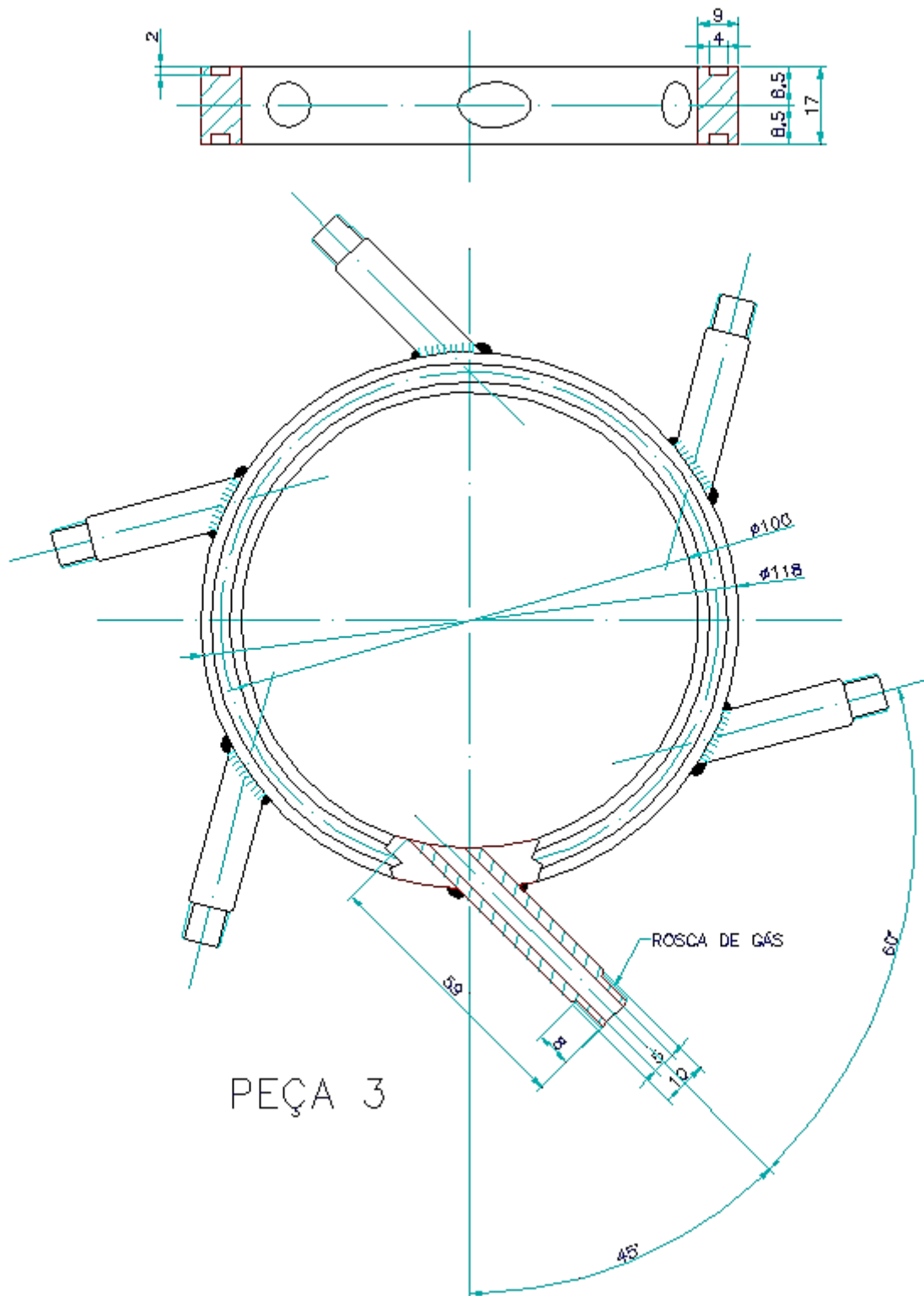




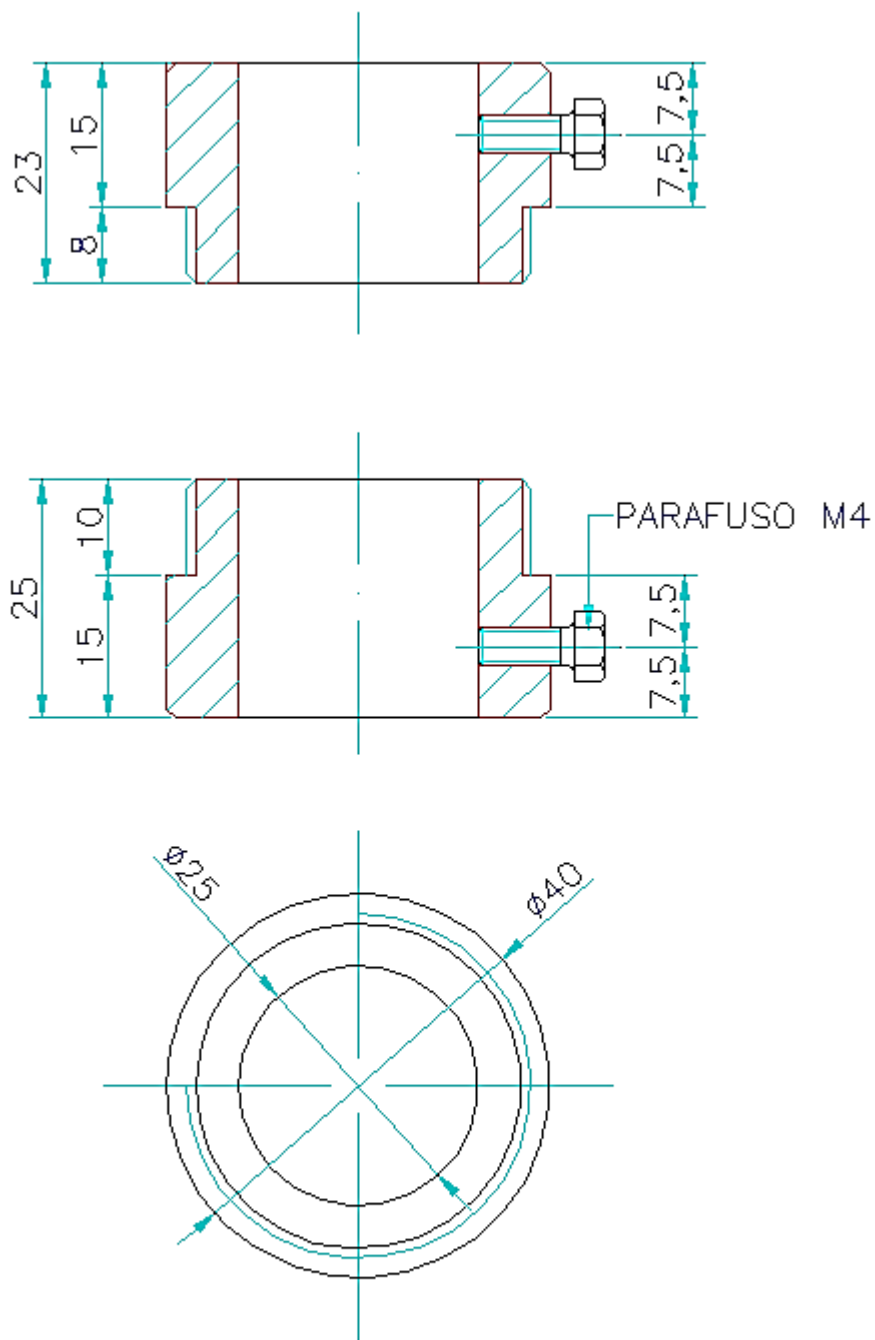
PEÇA 1



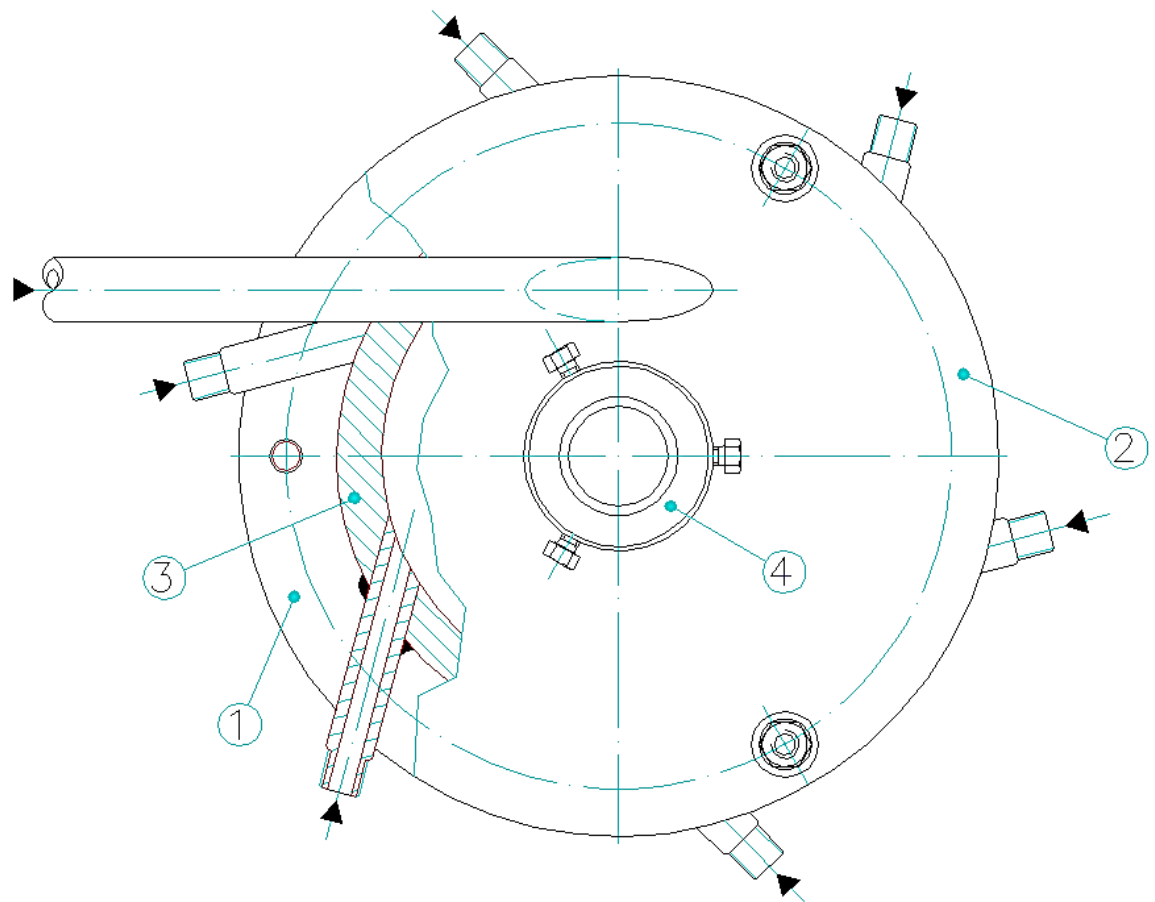
PEÇA 2



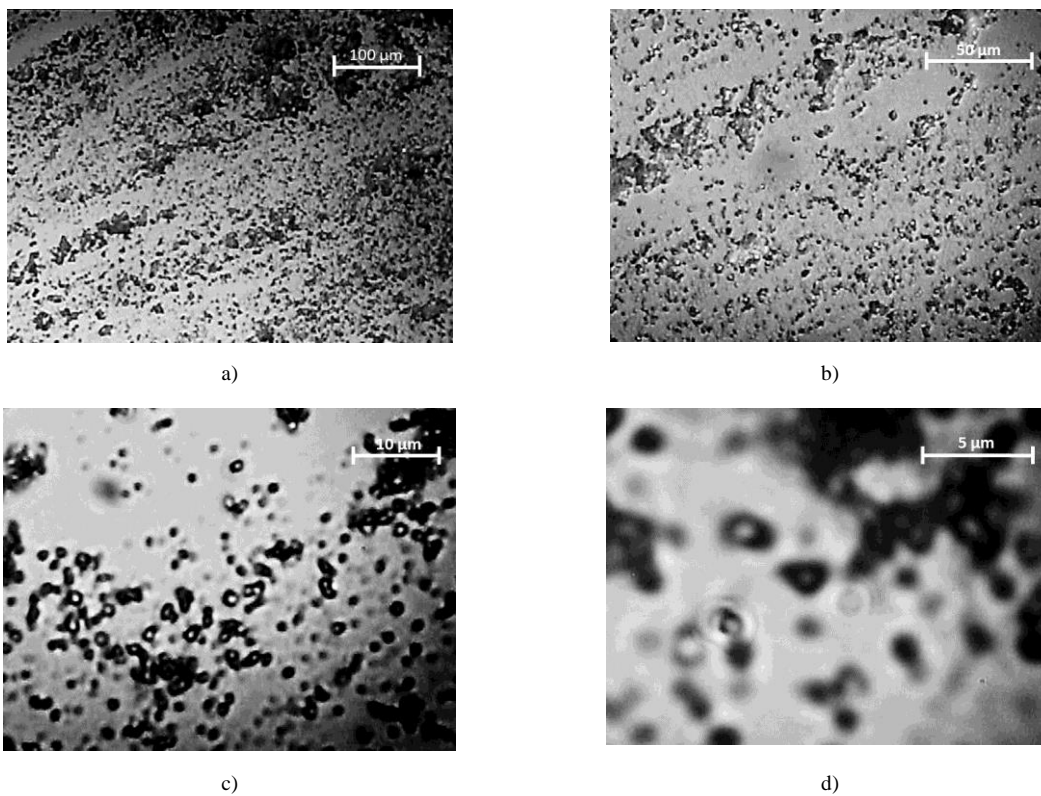




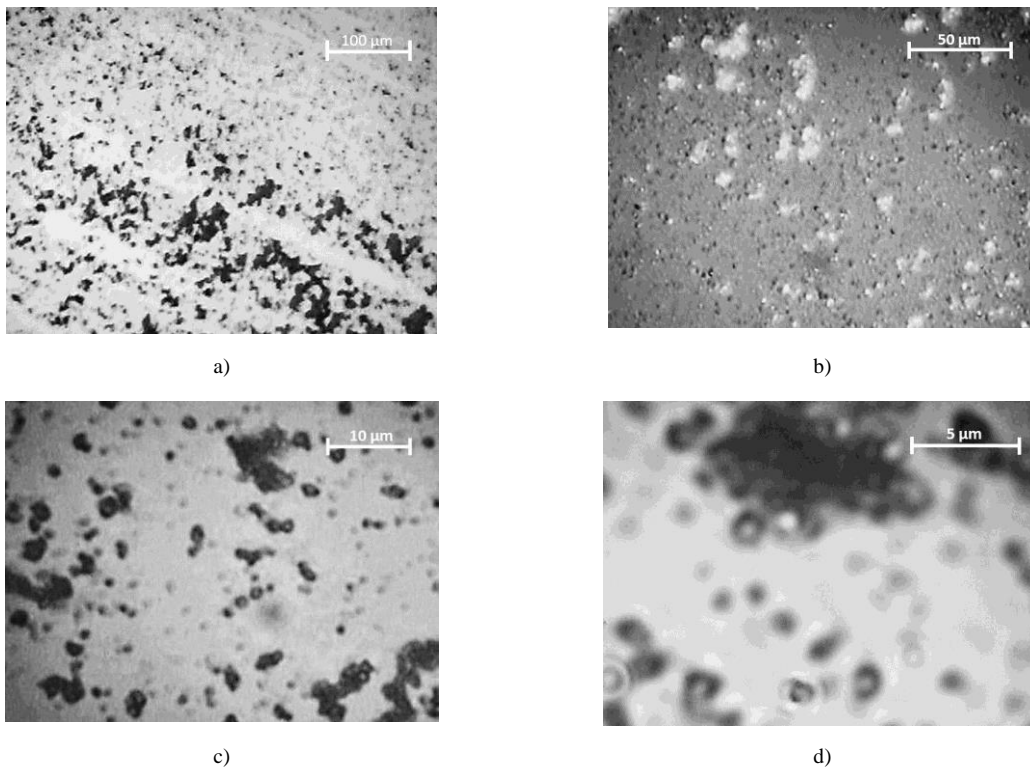
PEÇA 4



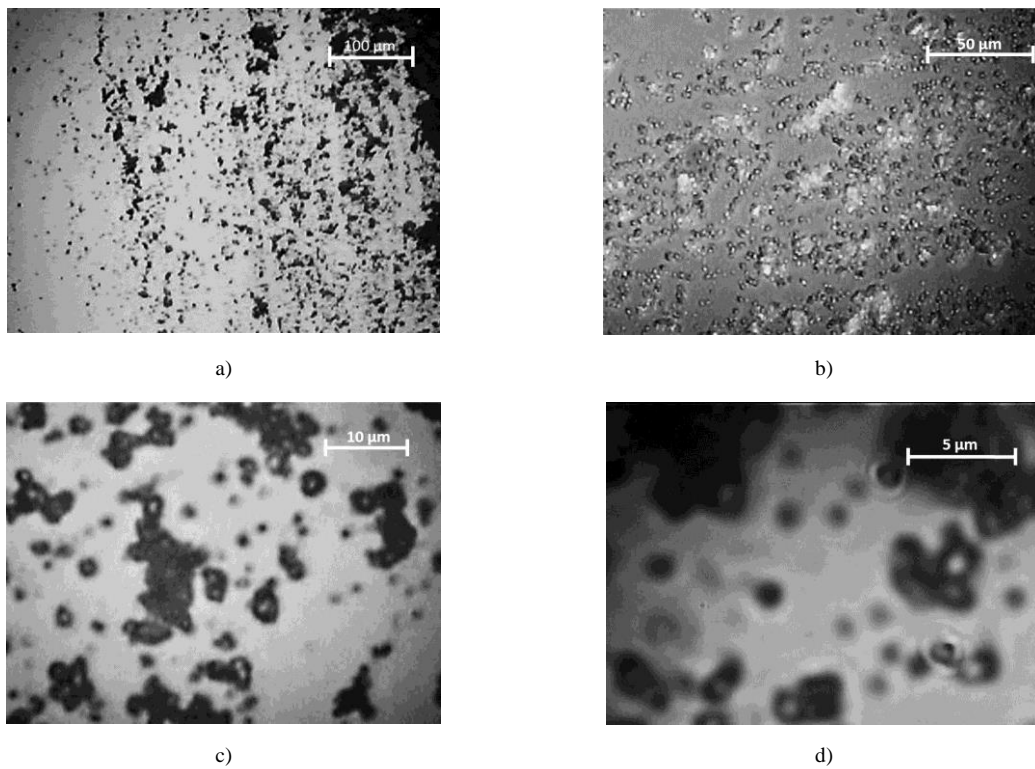
## APÊNDICE B



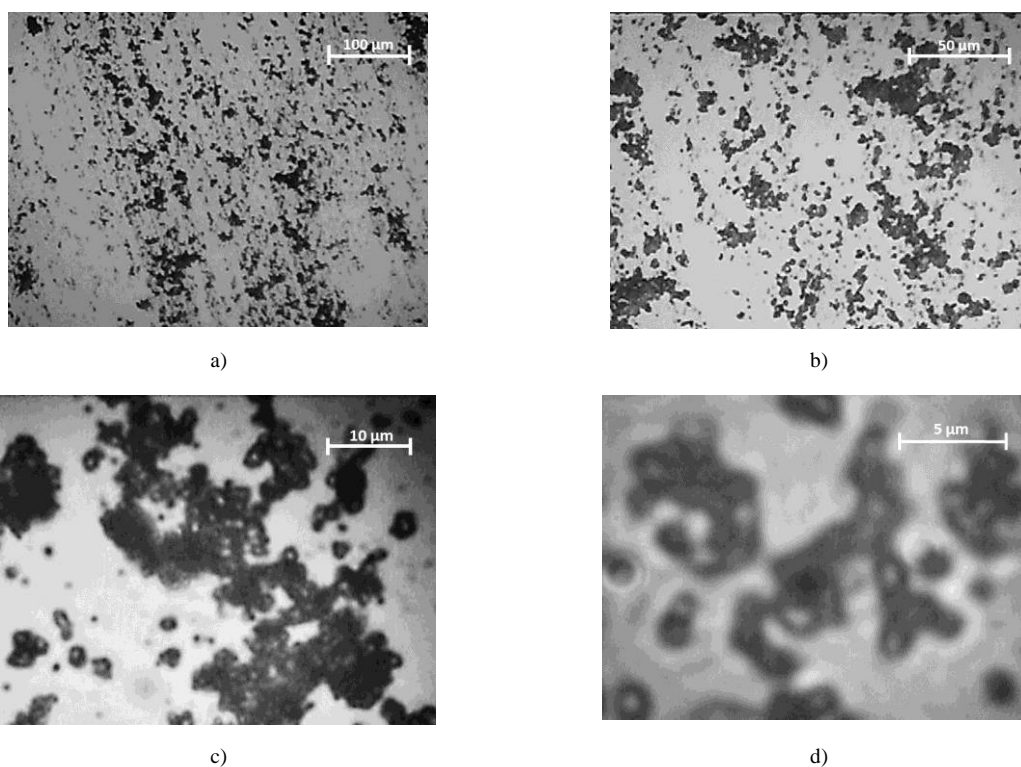
**Figura B.1.** Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, antes do processo de micronização com 1 jacto:  
a) ampliação  $\times 4$ ; b) ampliação  $\times 10$ ; c) ampliação  $\times 40$ ; d) ampliação  $\times 100$



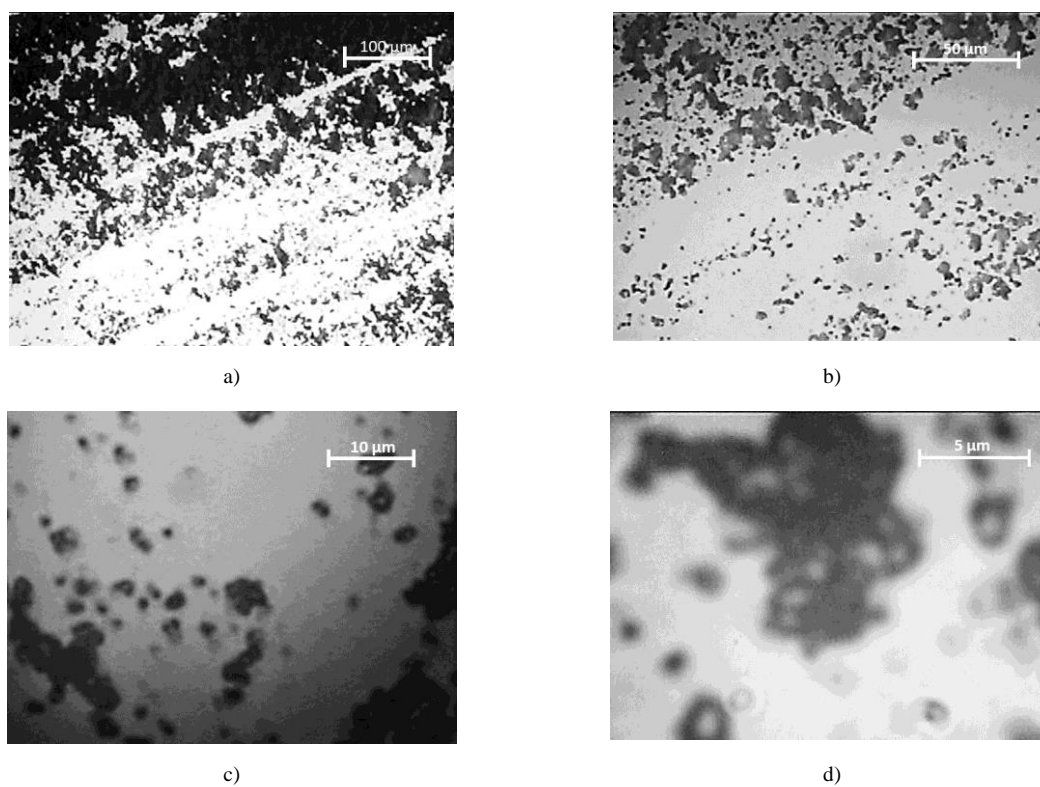
**Figura B.2.** Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 30 segundos de micronização com 1 jacto: a) ampliação  $\times 4$ ; b) ampliação  $\times 10$ ; c) ampliação  $\times 40$ ; d) ampliação  $\times 100$



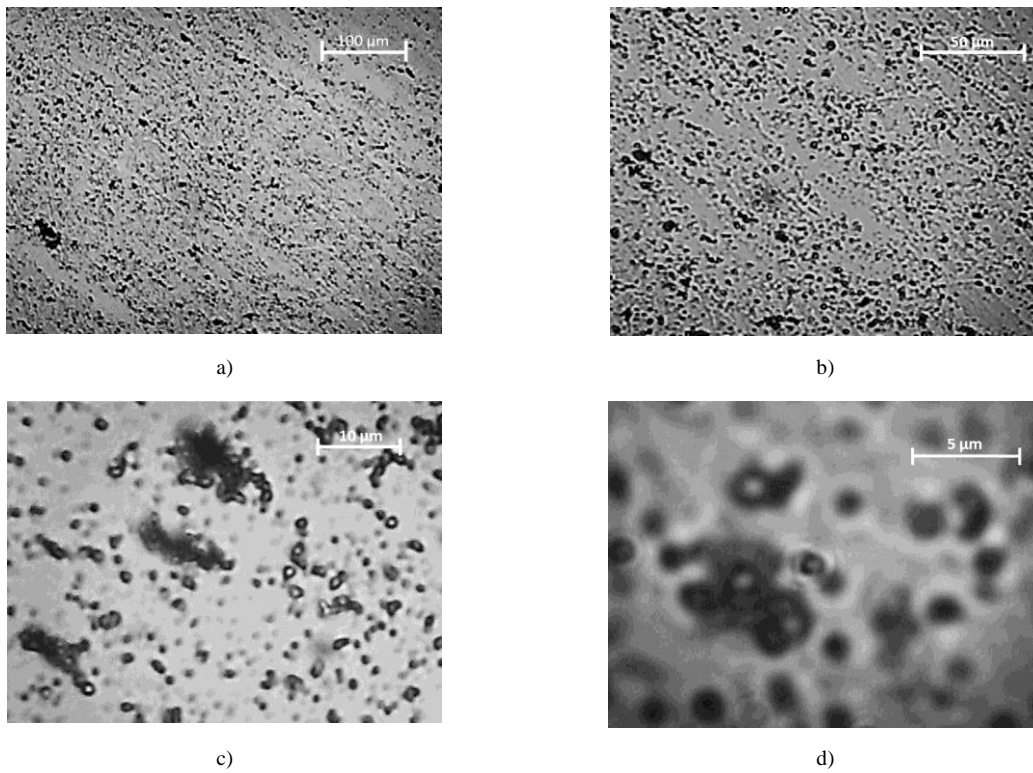
**Figura B.3.** Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 90 segundos de micronização com 1 jacto: a) ampliação  $\times 4$ ; b) ampliação  $\times 10$ ; c) ampliação  $\times 40$ ; d) ampliação  $\times 100$



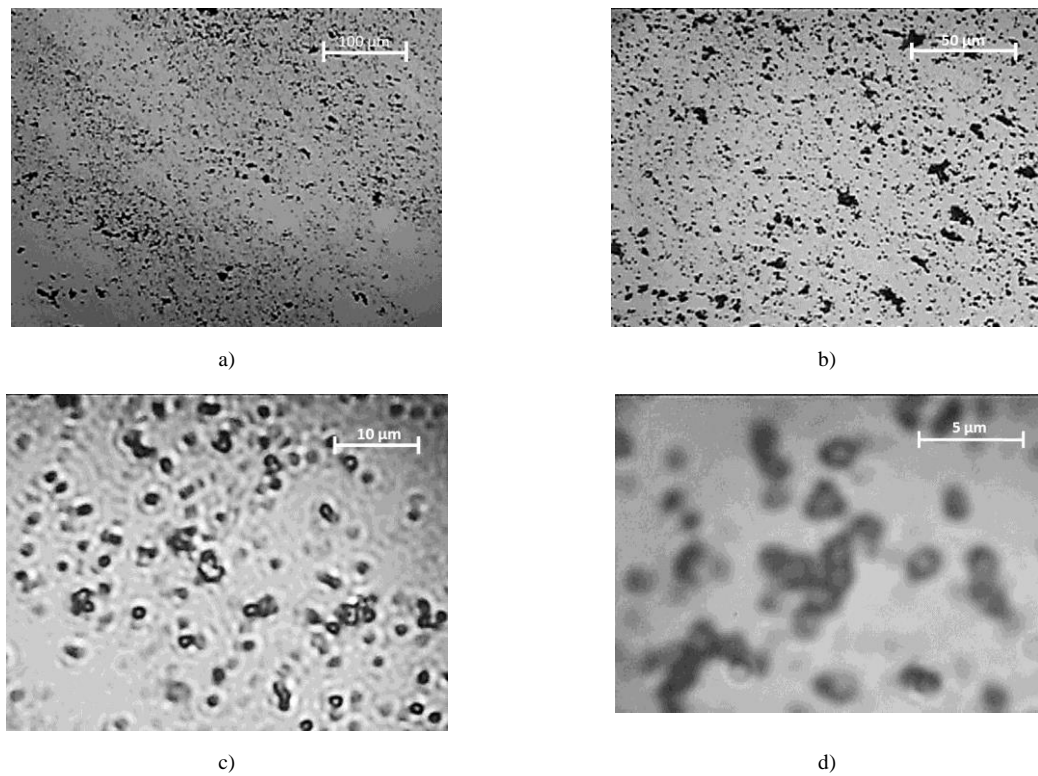
**Figura B.4.** Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 300 segundos de micronização com 1 jacto: a) ampliação  $\times 4$ ; b) ampliação  $\times 10$ ; c) ampliação  $\times 40$ ; d) ampliação  $\times 100$



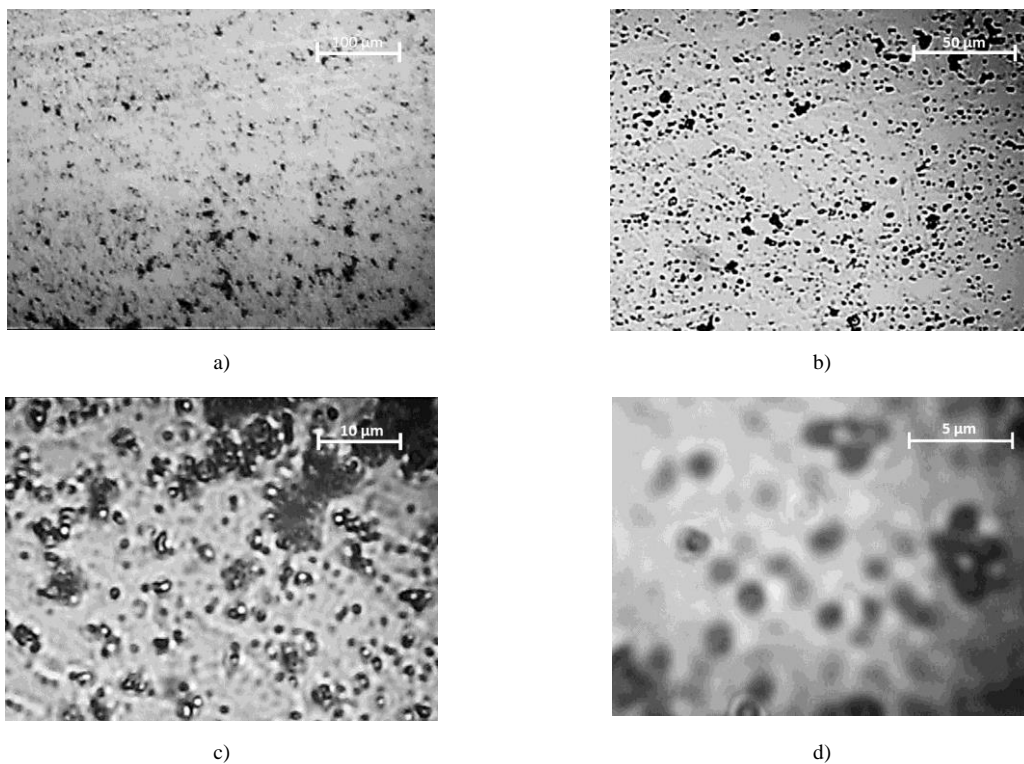
**Figura B.5.** Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, antes do processo de micronização com 6 jactos: a) ampliação  $\times 4$ ; b) ampliação  $\times 10$ ; c) ampliação  $\times 40$ ; d) ampliação  $\times 100$



**Figura B.6.** Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 30 segundos de micronização com 6 jactos: a) ampliação  $\times 4$ ; b) ampliação  $\times 10$ ; c) ampliação  $\times 40$ ; d) ampliação  $\times 100$



**Figura B.7.** Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 90 segundos de micronização com 6 jactos: a) ampliação  $\times 4$ ; b) ampliação  $\times 10$ ; c) ampliação  $\times 40$ ; d) ampliação  $\times 100$



**Figura B.8.** Imagens do carbonato de cálcio ao microscópio, após 300 segundos de micronização com 6 jactos: a) ampliação  $\times 4$ ; b) ampliação  $\times 10$ ; c) ampliação  $\times 40$ ; d) ampliação  $\times 100$