

## Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: Desenvolvimento de Spray-Cooling para Preparação de Partículas de Parafina  
Bolsista: Fagner de Oliveira Cardoso  
Orientador(a): Marcio Yuji Nagamachi  
Período a que se refere o relatório: Agosto de 2015 a Julho de 2016

### Resumo

O processo de *spray cooling* é um dos métodos mais eficientes para o preparo de partículas esféricas de parafina, as quais são empregadas em grãos-combustíveis de motores-foguete híbridos. A sua sensibilidade exige que as correlações entre os seus parâmetros e as variáveis do processo sejam bem estabelecidas. As principais variáveis do processo são: as vazões de ar comprimido e de parafina fundida. As correlações são determinadas durante o processo de calibração das vazões, e uma correlação entre o diâmetro médio de Sauter das partículas e as variáveis do processo são estabelecidas através de números adimensionais.

### 1. Introdução

O *spray cooling* é um processo de preparo de partículas esféricas de parafina destinadas ao emprego em grãos-combustíveis de motores-foguete híbridos. Elas são preparadas com tamanho, forma e distribuição definidos e alta reprodutibilidade [1]. A parafina sempre teve grande aplicação industrial, inclusive como grão-combustível em motores-foguete híbridos [2] e [3]. Porém, o seu emprego na forma de partículas esféricas é recente, e tem por objetivo tornar o grão mais resistente para aplicação em propulsores espaciais. O objetivo deste trabalho é estabelecer correlações entre os parâmetros do processo e as suas principais variáveis: a vazão de ar comprimido e de parafina fundida. A correlação entre o diâmetro médio de Sauter e essas variáveis foi obtida através dos números adimensionais do processo  $We$  e  $ALR$ .

## 2. Materiais e Métodos

A parafina é fornecida na forma de *pellets* pela Petrobrás (LOTE: 0314/497) e foi utilizada sem tratamento adicional. As partículas de parafina foram preparadas em um Mini Spray-Dryer B-290 da Buchi, acoplado a um banho termostático Haake (DC3) (com glicerina como fluido circulante) e a um desumidificador B-296 da Buchi, conforme mostra a Figura 1. O ar comprimido é filtrado antes de ingressar no sistema. A caracterização granulométrica das partículas de parafina foi feita por espalhamento da luz de laser com o MasterSizer 2000 da Malvern (c/ água destilada como dispersante). A micrografia das partículas foi conduzida por meio de um estéreo-microscópio Discovery V12 da Carl Zeiss, com resolução superior a 200 x.



Figura 1 – Equipamento de Spray Cooling

### 2.1. Funcionamento do *spray cooling*

A parafina é adicionada no reservatório da Fig. 2 onde ela é fundida, e mantida sob aquecimento a  $370 \pm 1$  K. A parafina fundida flui pelo tubo de injeção e é injetada na saída do bocal do atomizador, conforme mostra a Fig. 2. A parafina fundida colide com o ar comprimido na saída do bocal e se converte em gotículas esféricas, formando um *spray* com o ar.

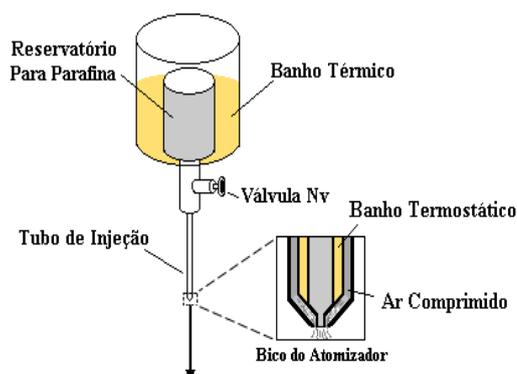


Figura 2 – Representação esquemática do reservatório e do bocal

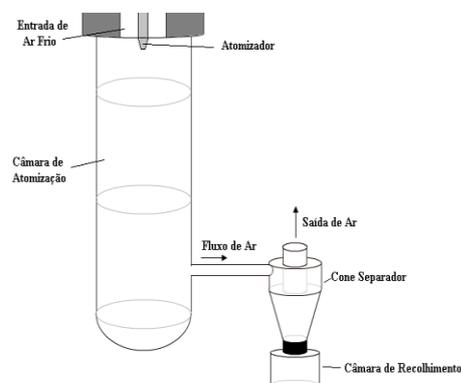


Figura 3 – Representação esquemática da câmara e do ciclone de separação

Ar frio é ventilado para o interior da câmara onde entra em contato com o *spray* formado pelo ar e pelas gotículas de parafina fundida. Essas gotículas se solidificam e se transformam em partículas esféricas de parafina. As partículas de parafina são então separadas do ar por meio de um ciclone separador, conforme mostra a Fig. 3.

### 3. Resultados e discussão

Foram realizadas inicialmente as calibrações das vazões para a determinação dos coeficientes das válvulas do rotâmetro e do injetor. Com os resultados obtidos, foram preparadas partículas de parafina com diferentes ajustes de parâmetros e caracterizadas.

#### - Calibração da vazão de ar comprimido e determinação de $C_r$

As vazões de ar comprimido  $\Phi_r$  foram calibradas e correlacionadas, por meio da Eq. 1, com os coeficientes da válvula  $C_r$ . A pressão do ar à montante  $P_m$  e à jusante do rotâmetro  $P_r$  foram medidos nesses ensaios.

$$\Phi_r = C_r \cdot \sqrt{2 \cdot R \cdot T_r \cdot \ln \left( \frac{P_m}{P_r} \right)} \quad \text{Eq. 1}$$

A temperatura  $T_r$  é igual à temperatura ambiente e  $R$  é a constante universal para o ar (todas em unidades do SI). Os coeficientes da válvula  $C_r$ , obtidos a cada ajuste, foram correlacionados com a leitura do rotâmetro  $L_r$ , conforme mostra a Fig. 4:

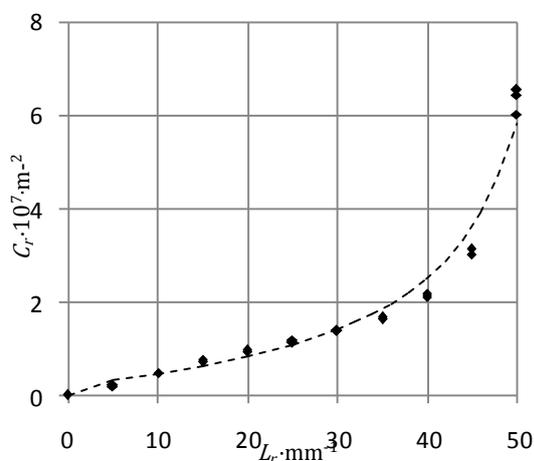


Figura 4 – Correlação do coeficiente  $C_r$  em função de  $L_r$

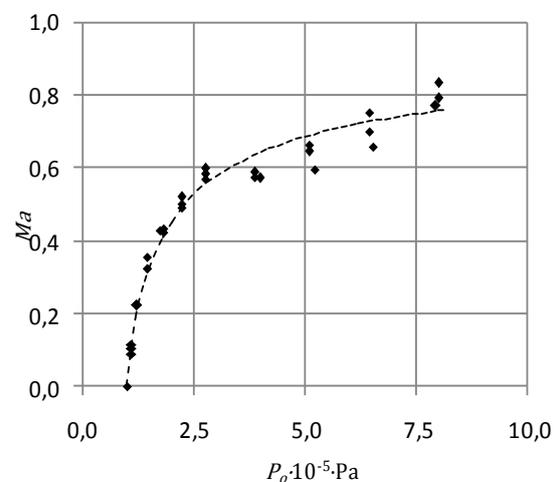


Figura 5 – Correlação de  $Ma$  em função de  $P_o$

A velocidade do ar na saída do bocal é obtida a partir do número de Mach  $Ma$ . Este último foi determinado e correlacionado com a pressão de estagnação  $P_o = P_r$ , conforme mostra a Fig. 5.

- *Calibração da vazão de injeção da parafina fundida*

A determinação do coeficiente da válvula  $C_v$  foi feita por norma com água à temperatura ambiente. As vazões de água  $\emptyset_l$  foram calibradas e correlacionadas, através da Eq. 2, com os coeficientes da válvula  $C_v$ . A cota de nível do reservatório de água  $z_a$  na Eq. 2, foi medida a cada ensaio e  $g$  é a aceleração da gravidade (em unidades do SI).

$$\emptyset_l = C_v \cdot \sqrt{2 \cdot g \cdot z_a} = C_v \cdot \lambda \quad \text{Eq. 2}$$

A vazão  $\emptyset_l$  foi correlacionada com o parâmetro  $\lambda = (2 \cdot g \cdot z_a)^{1/2}$ , conforme mostra a Fig. 6. Os coeficientes de válvula  $C_v$ , obtidos da Fig. 6, foram correlacionados com a abertura da válvula do injetor  $n_v$ , conforme mostra a Fig. 7.

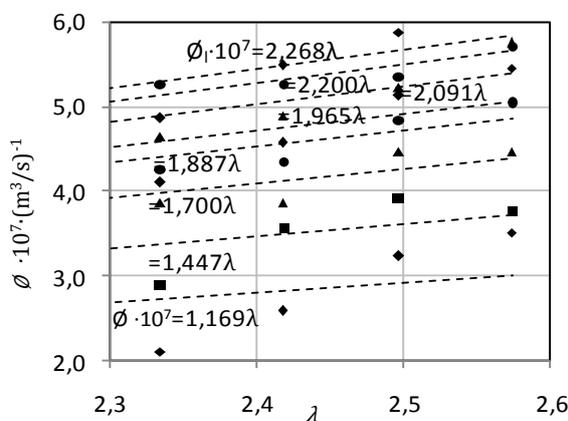


Figura 6 – Correlação de  $\emptyset_l$  com o parâmetro  $\lambda$

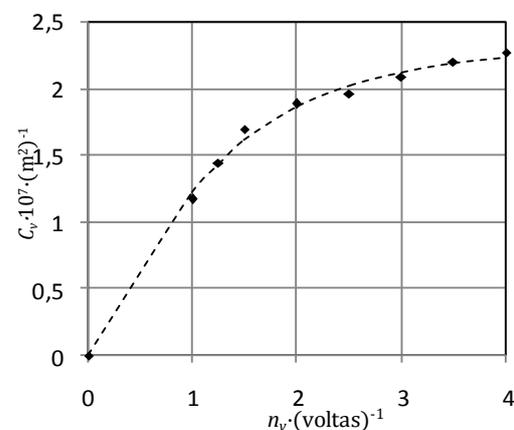


Figura 7 – Correlação de  $C_v$  com a abertura da válvula  $n_v$

- *Determinação do efeito de pressurização/aspiração e da pressão relativa da câmara*

Os coeficientes obtidos nas duas calibrações anteriores foram utilizados nos cálculos das vazões empregadas nos ensaios com a parafina. A vazão de parafina líquida é expressa pela Eq.3.

$$\emptyset_l = F_v \cdot C_v \cdot \sqrt{2 \cdot \left( g \cdot z_a - \frac{\Delta P_c + \Delta P_{ea}}{\rho_l} \right)} \quad \text{Eq. 3}$$

Essa equação é diferente da Eq. 2, pois a parafina é mais viscosa do que a água  $F_v \neq 1$  e os ensaios ocorrem com a câmara fechada  $\Delta P_c \neq 0$ . O efeito de pressurização/aspiração  $\Delta P_{ea}$  foi obtido em ensaio específico para a água, parafina fundida, e sem nenhum líquido,

conforme mostra a Fig. 8. Pode-se observar na Fig. 8 que o efeito de pressurização (valores positivos) mais pronunciado ocorre com a parafina fundida. Isso indica que há oposição ao fluxo da parafina fundida para baixas vazões de ar. Por outro, o efeito de aspiração (valores negativos) é o menos pronunciado, o que indica que a sua contribuição para o fluxo da parafina fundida é pequeno.

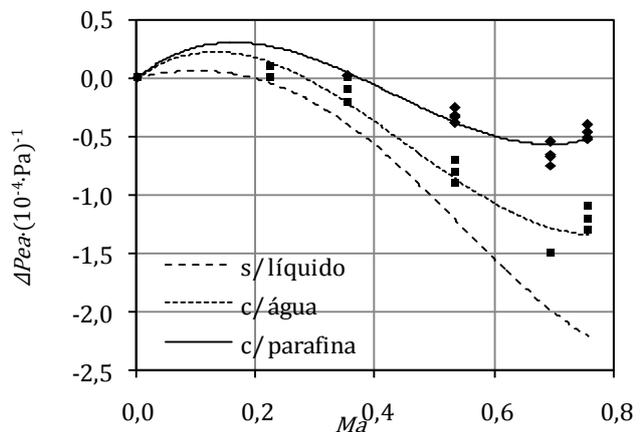


Figura 8 – Efeito de pressurização/aspiração

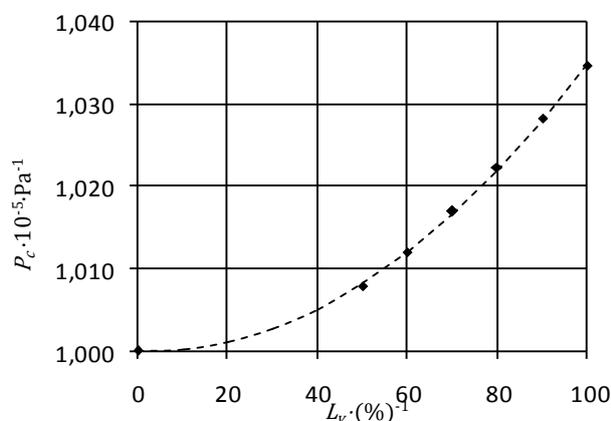


Figura 9 – Correlação de  $P_c$  com a potência do ventilador

A pressão na câmara  $P_c$ , mais alta do que a pressão atmosférica, se opõe ao fluxo de parafina fundida e reduz a sua vazão. A pressão  $P_c$  foi correlacionada com a potência do ventilador  $L_v$ , conforme ilustra a Fig. 9. A pressão relativa  $\Delta P_c$  é obtida por:

$$\Delta P_c = P_c - P_{atm} \quad \text{Eq. 4}$$

- Determinação do fator de correção da viscosidade  $F_v$

O fator de correção de viscosidade  $F_v$  é utilizado para líquidos mais viscosos, como é o caso da parafina fundida, e para escoamentos em regime laminar:

$$F_v = 0,0027 \cdot Re_v \quad Re_v < 106 \quad \text{Eq. 5}$$

$$F_v = \exp\left(0,05594 - \frac{127,0}{Re_v} - 0,02339 \cdot \ln(Re_v)\right) \quad 106 \leq Re_v < 556 \quad \text{Eq. 6}$$

$$F_v = \exp\left(-0,3433 - \frac{112,1}{Re_v} - 0,03300 \cdot \ln(Re_v)\right) \quad 556 \leq Re_v < 40000 \quad \text{Eq. 7}$$

$$F_v = 1 \quad Re_v > 40000 \quad \text{Eq. 8}$$

, em que o número de Reynolds da válvula  $Re_v$  é definido por:

$$Re_v = \frac{17250 \cdot \rho_l \cdot \Phi_l}{\sqrt{C_v} \cdot \mu_l} \quad \text{Eq. 9}$$

, em que:  $\rho_l$  e  $\mu_l$  densidade e a viscosidade da parafina fundida, e  $C_v$  coeficiente da válvula sem correção de viscosidade.

- Determinação do número de Weber e do ALR

As vazões obtidas foram utilizadas para os cálculos de dois adimensionais que estão diretamente relacionados com a quebra da parafina fundida em gotículas: o número de Weber definido por:

$$We = \frac{\rho_l \cdot v_g^2 \cdot D_l}{\sigma_l} \quad \text{Eq. 10}$$

, em que:  $\rho_l$  e  $\sigma_l$  densidade e tensão superficial da parafina fundida,  $D_l$  diâmetro do tubo injetor. A velocidade do gás é obtida a partir do número de Mach da Fig. 5. O adimensional ALR é definido por:

$$ALR = \frac{w_g}{w_l} \quad \text{Eq. 11}$$

, que corresponde à razão da vazão mássica do ar comprimido pela vazão mássica da parafina fundida. A Tab. 1 mostra os resultados obtidos para os dois adimensionais, juntamente com os valores do diâmetro médio de Sauter  $D_{32}$ .

**Tabela 1 – Dados experimentais de  $D_{32}$  e dos adimensionais We e ALR**

$L_r$ ·(mm) <sup>-1</sup>	$n_v$ ·(voltas) <sup>-1</sup>	$L_v$ ·(% ) <sup>-1</sup>	$W_g$ ·10 <sup>-5</sup>	ALR			$D_{32}$ ·(µm) <sup>-1</sup>		
				1°	2°	3°	1°	2°	3°
20	1,0	70	1,510	1,080	0,973	0,424	39,2	35,1	39,7
20	2,0	70	1,510	0,539	0,383	0,438	37,7	38,3	37,8
20	3,0	70	1,510	0,345	0,296	0,408	34,8	37,0	33,4
20	4,0	70	1,510	0,318	0,383	0,647	37,2	38,3	38,7
30	1,0	100	3,326	1,197	0,960	1,201	27,7	25,9	27,8
30	2,0	100	3,326	0,490	0,470	0,508	31,1	28,5	31,1
30	3,0	100	3,326	0,427	0,541	0,497	34,0	31,3	31,3
30	4,0	100	3,326	0,474	0,577	0,500	26,8	26,1	28,9
40	1,0	100	5,410	1,677	1,878	1,803	25,6	24,7	27,5

40	2,0	100	5,410	0,738	0,736	0,736	26,7	25,3	28,2
40	3,0	100	5,410	0,586	0,690	0,773	34,1	30,5	32,4
40	4,0	100	5,410	0,569	0,613	0,737	30,3	29,5	33,2
50	1,0	100	6,322	2,300	2,750	3,111	29,0	27,9	28,5
50	2,0	100	6,322	1,604	1,393	1,477	25,3	26,9	26,4
50	3,0	100	6,322	1,081	1,481	1,605	26,4	26,1	27,2
50	4,0	100	6,322	1,216	1,409	1,365	32,5	33,4	32,0

- Determinação da correlação do diâmetro médio de Sauter com os adimensionais

A correlação do  $\ln(D_{32})$  com os adimensionais  $ALR$  e  $We$  é dado pela Eq. 12 abaixo, na qual  $a$  e  $b$  são as constantes a serem determinadas para a parafina fundida.

$$\ln D_{32} = a \cdot ALR + b \quad \text{Eq. 12}$$

Os gráficos abaixo mostram as correlações dos dados de  $\ln(D_{32})$  da Tab. 1 em função de  $ALR$  para os quatro valores distintos de  $We$ .

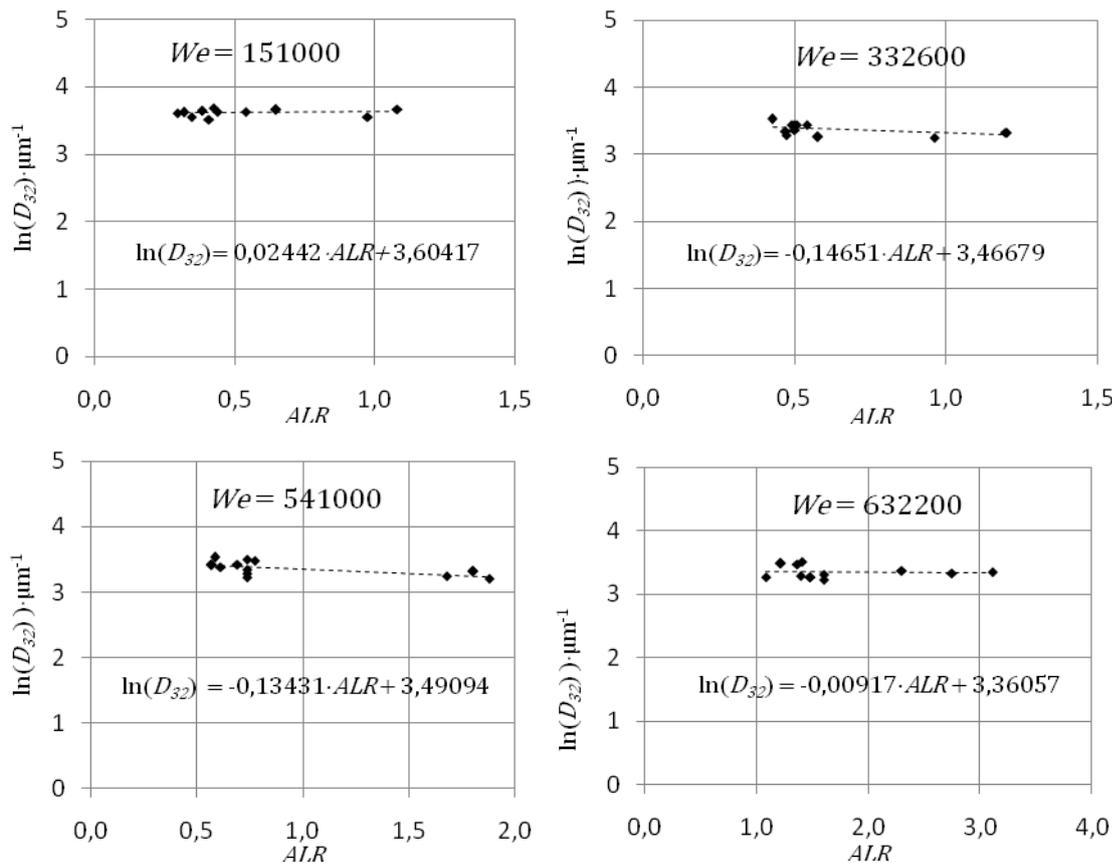


Figura 10 – Correlações de  $\ln D_{32}$  com  $ALR$  para  $We$  constante.

Os coeficientes angulares  $a$  da Fig. 10 foram correlacionados com  $We$  e estão apresentados na Fig. 11. O coeficiente angular obtido é  $a = -0,066$ . Os coeficientes lineares  $b$  da Fig. 10 foram correlacionado em função de  $We$  e estão apresentados na Fig. 12.

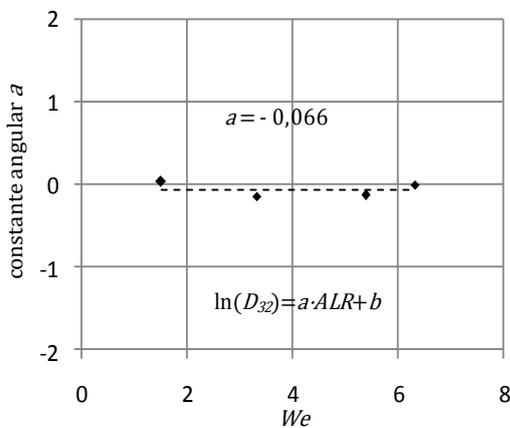


Figura 11 – Correlação de  $a$  com  $We$

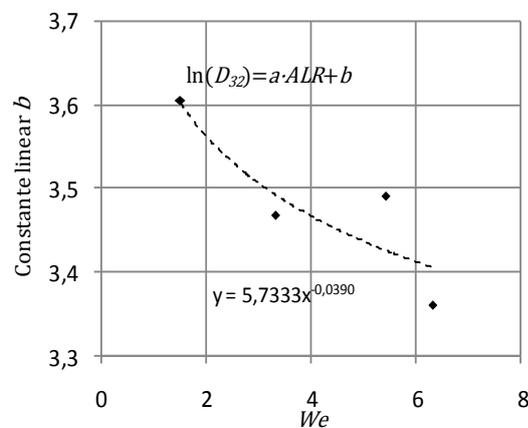


Figura 12 – Correlação de  $b$  com  $We$

A Eq. 13 mostra a correlação obtida:

$$\ln(D_{32}) = -0,066 \cdot ALR + 5,733 \cdot We^{-0,0390} \quad \text{Eq. 13}$$

#### - Caracterização das partículas de parafina

A Tab. 2 mostra os resultados da análise granulométrica das partículas de parafina preparadas por *spray cooling*. As partículas foram preparadas com diferentes vazões de parafina líquida (aberturas de válvula)  $n_v$  e de ar comprimido (leitura do rotômetro)  $L_r$ . A Fig. 13 mostra as partículas de parafina produzidas com diferentes aberturas da válvula  $n_v$  da parafina líquida. Nota-se a formação de partículas esféricas em todos os casos e um aumento do diâmetro com o aumento da abertura da válvula  $n_v$ . Os diâmetros observados são semelhantes ao obtidos por análise granulométrica com o Mastersizer 2000.

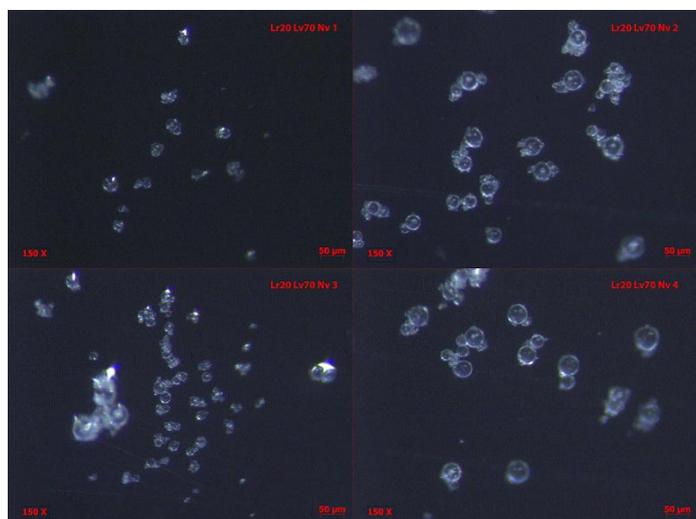


Figura 13 – Micrografia das partículas de parafina

A Tabela 2 apresenta dados de análise granulométrica das partículas de parafina em termos dos diâmetros  $D_{0.9}$  (c/ 90% passante) e  $D_{3.2}$  (diâmetro médio de Sauter), esse último fornece o diâmetro esférico equivalente mais adequado para representação de distribuição do tamanho de partículas [4]. A Tab. 2 ainda mostra que o diâmetro médio de Sauter  $D_{32}$  também se reduz com o aumento da vazão de ar comprimido.

O aumento da vazão do ar implica em um aumento da velocidade de colisão do ar com as gotas de parafina fundida. Isso produz deformações crescentes nas gotas, que não são observadas nas partículas obtidas. Isso pode ser explicado pela tensão superficial na superfície das gotas que restabelecem a sua forma original esférica para as partículas.

Outro aspecto é o diâmetro crítico, o qual representa o maior diâmetro da gota que resiste ao choque do ar a uma dada velocidade. Esse parâmetro é normalmente expresso em termos do número de Weber, o qual também

representa a resistência à deformação da gota provocada pela ação da tensão superficial na superfície das gotas.

**Tabela 1 - Distribuição de tamanho de partículas**

$L_T$ ·(mm) <sup>-1</sup>	$n_v$ ·(voltas) <sup>-1</sup>	$L_v$ ·(% ) <sup>-1</sup>	$D_{32}$	$D_{09}$
			·(μm) <sup>-1</sup> 1°	·(μm) <sup>-1</sup> 1°
20±1	1,0±0,1	70±1	39 ± 3	87 ± 14
20±1	2,0±0,1	70±1	37,7 ± 0,3	92 ± 6
20±1	3,0±0,1	70±1	35± 2	95 ± 11
20±1	4,0±0,1	70±1	37,2 ± 0,8	90 ± 6
30±1	1,0±0,1	100±1	28 ± 1	65 ± 5
30±1	2,0±0,1	100±1	31 ± 1	68 ± 4
30±1	3,0±0,1	100±1	34 ± 2	71 ± 6
30±1	4,0±0,1	100±1	27 ± 1	59 ± 1
40±1	1,0±0,1	100±1	26 ± 1	63 ± 2
40±1	2,0±0,1	100±1	27 ± 1	61,7 ± 0,7
40±1	3,0±0,1	100±1	34 ± 2	72 ± 4
40±1	4,0±0,1	100±1	30 ± 2	71 ± 1
50±1	1,0±0,1	100±1	29,0 ± 0,5	71 ± 5
50±1	2,0±0,1	100±1	25,3 ± 0,8	66 ± 6
50±1	3,0±0,1	100±1	26,4 ± 0,6	66 ± 10
50±1	4,0±0,1	100±1	32,5 ± 0,7	77,4± 0,8

#### 4. Conclusões

O preparo de partículas de parafina por *spray cooling* se mostrou um método eficiente, com alto rendimento e alta reprodutibilidade. O método é capaz de produzir partículas esféricas de parafinas com tamanho, forma e distribuição bem definidas. As vazões de parafina fundida e de ar comprimido são as principais variáveis e as suas correlações com os parâmetros do processo foram estabelecidas durante as calibrações. A correlação do diâmetro médio de Sauter  $D_{32}$  com os adimensionais  $We$  e  $ALR$  também foi obtida. O número de Weber  $We$  é o



adimensional que mais afeta o diâmetro médio das partículas, o que mostra que esse adimensional é o que melhor representa esse processo. Os resultados e dados experimentais obtidos neste trabalho estão já sendo utilizados em outro projeto PIBIC visando a modelagem e a simulação do *spray cooling*.

## 5. Divulgação dos Resultados

Os resultados deste trabalho serão divulgados por meio de apresentações em congressos e submissão de artigos para publicação em revistas especializadas.

## Referências

- [1] F. E. de M. Junior, “Desenvolvimento, caracterização e aplicação de microcápsulas de ácido ascórbico obtidas por spray chilling,” 2013.
- [2] U. Teipel, “Particle technology: Design of particulate products and dispersed systems,” *Chem. Eng. Technol.*, vol. 27, no. 7, pp. 751–756, 2004.
- [3] U. Teipel, “Processing of Emulsions of Explosive Melts,” *Propellants, Explos. Pyrotech.*, vol. 17, pp. 214–217, 1992.
- [4] Holdich Richard. *Fundamentals of Particle Technology* [Livro]. - Midland Information Technology & Publishing, 2002.