



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA  
CENTRO TECNOLÓGICO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

Rossane Mailde Santos

**Modelagem e simulação numérica da dinâmica de redistribuição de umidade  
em pó atomizado armazenado em silos para manufatura de revestimentos  
cerâmicos**

Florianópolis

2024

Rossane Mailde Santos

**Modelagem e simulação numérica da dinâmica de redistribuição de umidade  
em pó atomizado armazenado em silos para manufatura de revestimentos  
cerâmicos**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação  
em Engenharia Química da Universidade Federal  
de Santa Catarina como requisito parcial para a  
obtenção do título de Doutora em Desenvolvimento  
de Processos Químicos e Biotecnológicos

Orientador: Prof. Marinho Bastos Quadri, Dr.  
Coorientador: Prof. Agenor de Noni Jr., Dr.

Florianópolis

2024

Ficha catalográfica gerada por meio de sistema automatizado gerenciado pela BU/UFSC.  
Dados inseridos pelo próprio autor.

Santos, Rossane Mailde

Modelagem e simulação numérica da dinâmica de redistribuição de umidade em pó atomizado armazenado em silos para manufatura de revestimentos cerâmicos / Rossane Mailde Santos ; orientador, Marinho Bastos Quadri, coorientador, Agenor de Noni Junior, 2024.

134 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Florianópolis, 2024.

Inclui referências.

1. Engenharia Química. 2. Modelagem e simulação de processos. 3. Silo. 4. Transferência de calor e massa em meios porosos. 5. Manufatura de porcelanato. I. Quadri, Marinho Bastos . II. Junior, Agenor de Noni. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. IV. Título.

Rossane Mailde Santos

**Modelagem e simulação numérica da dinâmica de redistribuição de umidade em pó atomizado armazenado em silos para manufatura de revestimentos cerâmicos**

O presente trabalho em nível de Doutorado foi avaliado e aprovado, em 26 de abril de 2024, pela banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof. Adriano da Silva, Dr.  
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Marcelo Dal Bó, Dr.  
Instituto Federal de Santa Catarina/Criciúma-SC

Prof. Thauan Gomes, Dr.  
Instituto Federal de Santa Catarina/Gaspar-SC

Certificamos que esta é a versão original e final do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de Doutora em Engenharia Química.

Insira neste espaço a  
assinatura digital

Coordenação do Programa de Pós-Graduação

Insira neste espaço a  
assinatura digital

Prof. Marinho Bastos Quadri, Dr.  
Orientador

Florianópolis, 2024.

Dedico esta tese aos meus pais,  
os pilares de minha vida.

## AGRADECIMENTOS

A concretização dessa tese foi possível graças àqueles que colaboraram direta ou indiretamente com o desenvolvimento desta pesquisa, na forma de relações profissionais ou pessoais. Desse modo, meus sinceros agradecimentos:

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela bolsa concedida (142071/2019-6) e a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo financiamento durante o período sanduíche (PIPC 88881.207634/2018-01).

À Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) que na figura do Programa de Pós-graduação em Engenharia Química proporcionou a estrutura necessária para pesquisa e estudos. A *Technische Universität Hamburg (TUHH)* pela recepção cuidadosa durante o período sanduíche na Alemanha.

Ao orientador Prof. Dr. Marinho Bastos Quadri e ao coorientador Prof. Dr. Agenor de Noni Jr. pela disponibilidade, paciência e dedicação. As discussões e aconselhamentos contribuíram bastante com a melhoria do trabalho e a clareza necessária para encarar o desafio dessa pesquisa. Ao Prof. Dr. Stefan Heinrich pela valiosa cooperação e por conceder a estrutura laboratorial no *Institute of Solids Process Engineering and Particle Technology (SPE)*. A Ma. Carine Lourenço Alves pela excelente contribuição na produção científica.

Aos colaboradores que conduziram medições industriais, fundamentais para o trabalho: Rariel Pavei Jacinto, Renê De Oliveira, Rangel Tomasi Batista, José Eduardo Tavares Cordioli, Marcelo Tavares Cordioli, Ricardo De Luca Romancini, Radamez Daros Darolt, Vicente De Lorenzi e Ramon Pereira.

Ao pessoal do Laboratório de Sistemas Porosos (LASIPO) pela convivência amigável durante esse tempo. E aos colegas da *TUHH* que proporcionaram uma experiência agradável em Hamburgo e uma saudável troca cultural.

Aos meus pais, Raimundo e Hortencia, a minha irmã Roseny e ao meu irmão Helcio pelo apoio incondicional e sincero incentivo. Ao Rodrigo, pelo companheirismo, paciência e suporte emocional. Agradeço a compreensão de todos nos momentos de ausência e dificuldades.

As conexões com as pessoas e as instituições foram de suma importância para meu aprimoramento acadêmico e como ser humano. Muito obrigada a todos.

"As máquinas não geram força; elas apenas nos permitem aproveitar ao máximo as forças da natureza a nosso favor. [...] Como a força não pode ser criada, também não pode ser destruída. Ela pode se dispersar em várias direções e se dividir de forma a se tornar evanescente para nossas percepções. [...] Também pode ser convertida em calor pelo atrito, mas nunca é perdida. Cada movimento, cada respiração, cada palavra que pronunciamos, produz uma força que gera pulsações, transmitidas a partículas de ar e distribuídas, tornando-se imperceptíveis para nossos sentidos, ainda que elas sejam demonstradas, como testemunhas de nossas palavras e ações, pela análise, esse poderoso instrumento da razão humana".

Sommerville, Mary (1780 – 1872)  
*On the Connection of the Physical Sciences*

## RESUMO

A produção de porcelanato exige a formação de um pó atomizado homogêneo, essencial para evitar defeitos de fabricação nas peças. Um modelo fenomenológico simulou a homogeneização de umidade e estabilização de temperatura do pó armazenado em silo industrial. O método de sorção dinâmica de vapor mediu os pontos de equilíbrio entre a fase sólida e a água a 20 °C, 40 °C e 50 °C. A simulação de um grânulo de porcelanato submetido às condições da câmara de sorção suplementou os experimentos para determinação de coeficientes de difusão da água no material. O balanço de massa em meio poroso incluiu a adsorção, com a premissa de difusividade variável. A minimização de erros quadráticos entre os resultados experimentais cinéticos e os valores previstos pelo modelo estimou coeficientes de difusão efetivos a temperaturas de 20 °C, 40 °C e 50 °C em um intervalo de atividade de água entre 0,0 e 0,9. Os dados experimentais cinéticos e de equilíbrio a diferentes temperaturas possibilitaram a avaliação de parâmetros energéticos, tais quais a entalpia de adsorção isostérica e energia de ativação. Experimentos realizados em um protótipo de escala 1:12 em relação a um silo industrial com alimentação centralizada determinaram a distribuição granulométrica do pó ao longo do raio. Uma abordagem multiescala retratou o pó de porcelanato armazenado no silo industrial como um meio poroso (intergranular) não uniforme composto de grânulos finos, intermediários e grossos (intragranular), distribuídos no raio segundo uma função matemática representativa do estado segregado. O balanço de massa intragranular considerou as diferentes condições iniciais de umidade para cada tamanho de grânulo. Os fluxos intragranulares de entrada e saída de água repercutiram no balanço de massa intergranular. O método de elementos finitos solucionou numericamente as equações intra- e intergranulares acopladas à equação de transferência de calor. Dados operacionais de um silo industrial validaram o modelo. O modelo de Guggenheim-Anderson-de Boer representou satisfatoriamente a isoterma de tipo II revelada experimentalmente. Os modelos de Henderson, Chung-Pfost e as versões modificadas também se ajustaram bem aos dados experimentais. O modelo de transferência de massa com resistência externa para um único grânulo estimou coeficientes de difusão efetivos médios de  $4,73 \times 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  a  $8,37 \times 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  com energia de ativação média de  $(59,2 \pm 3,82) \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ . O modelo com coeficiente de difusão variável ajustou melhor os dados cinéticos da câmara de sorção de vapor. Na simulação do silo industrial, a diferença no teor de umidade entre grânulos grossos e finos reduziu de 3,19% para 1,62% e 0,88% a tempos de armazenamento de 24h e 48h, respectivamente. As estimativas da temperatura de saída concordaram com as medições (erro máximo de 17%). Gradientes térmicos mais elevados evidenciaram o efeito de resfriamento à medida que o teor de umidade aumentou em todos os grânulos na parede, observado como água condensada no sistema real. O modelo multiescala viabilizou a simulação da redistribuição de umidade em pó atomizado de porcelanato armazenado em silos. O controle de temperatura para redução dos gradientes térmicos pode melhorar a homogeneização de umidade do pó.

**Palavras-chave:** Modelagem. Simulação. Silo. Pó atomizado. Porcelanato.



## ABSTRACT

The production of porcelain stoneware tiles requires the formation of a homogeneous atomized powder, essential to prevent manufacturing defects in the final product. A phenomenological model simulated moisture homogenization and temperature stabilization of atomized porcelain powder stored in an industrial silo. Dynamic vapor sorption method measured equilibrium points between the solid phase and water at 20 °C, 40 °C e 50 °C. The simulation of a porcelain granule subjected to the sorption chamber conditions supplemented the experiments to determine the diffusion coefficients of water in the material. Mass balance in porous media included adsorption, as well as the premise of a non-constant diffusivity. The minimization of quadratic errors between the kinetic experimental results and the values predicted by the model estimated the effective diffusion coefficients at 20 °C, 40 °C e 50 °C in water activity varying from 0.0 to 0.9. Experimental data at different temperatures allowed the evaluation of energetic parameters, e.g. isosteric enthalpy of adsorption and Arrhenius' activation energy. Experiments conducted on a 1:12 scale prototype with centralized feed determined the mass fraction distribution of porcelain powder along its radius. A multiscale approach portrayed the porcelain powder stored in an industrial silo as a non-uniform porous media (intergranular) composed of fine, intermediate, and coarse granules (intragranular), distributed along the radius according to a mathematical function representing the segregated state. The intragranular mass balance accounted for the varying initial moisture content conditions across different granule sizes. Intergranular mass balance accounted input and output intragranular water fluxes. Finite element method numerically solved intra- and intergranular equations coupled to the heat transfer equation. Operational data of an industrial silo validated the model. The Guggenheim-Anderson-de Boer model satisfactorily represented the Type II adsorption isotherm. Henderson, Chung-Pfost, and their modified versions also fitted the experimental data well. The mass transfer model with external resistance for a single granule estimated effective diffusion coefficients varying from  $4.73 \times 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  to  $8.37 \times 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ , with mean activation energy of  $(59.2 \pm 3.82) \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ . The model incorporating a non-constant diffusion coefficient provided a superior fit to the kinetic data. The difference in moisture content between coarse and fine granules decreased from 3.19% to 1.62% and 0.88% after 24 hours and 48 hours of storage, respectively. Temperature estimates closely matched measurements, with a maximum error of 17%. Higher thermal gradients demonstrated the cooling effect as moisture content increased across all granules near the wall, evident in the formation of condensed water in the actual system. The multiscale model enabled the simulation of moisture redistribution in the atomized porcelain powder stored in silos. Temperature control to reduce thermal gradients may improve the moisture homogenization of the powder.

**Keywords:** Modeling. Simulation. Silo. Spray-dried powder. Porcelain stoneware

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Fluxograma de um processo por via úmida da indústria cerâmica.....	27
Figura 2 – Pó atomizado de porcelanato observado de um microscópio eletrônico de varredura.....	29
Figura 3 – Esquema do processo de atomização de um grão cerâmico.....	30
Figura 4 – Algumas geometrias de tremonhas.....	35
Figura 5 – Padrões de fluxo de sólidos armazenados: fluxo de massa e fluxo de funil. .....	36
Figura 6 – Ângulo de repouso em um silo.....	38
Figura 7 – Distribuição granulométrica típica em um silo com alimentação centralizada de material em pó composto por partículas de diferentes tamanhos. ....	41
Figura 8 – Alguns tipos de distribuidores: a) cone; b) peneira cônica; c) tubos; d) tubo rotatório; e) correia móvel. ....	42
Figura 9 – Tipos de <i>inserts</i> : a) Cônico; b) Cone dentro de cone e c) Bullet. ....	43
Figura 10 – Esquema do fenômeno de migração de umidade.....	44
Figura 11 – Diagrama psicrométrico a pressão atmosférica de 101,325 kPa. ....	45
Figura 12 – Esquema de níveis de detalhamento sugerido por Sherzer <i>et al.</i> (2017) para análise multiescala.....	46
Figura 13 – Fluxograma ilustrando as principais maneiras de acoplar estudos em pequena e grande escala.....	49
Figura 14 – Distribuição cumulativa do pó atomizado de porcelanato armazenado por 48h para tempos de operação do silo de 2h,4h, 6h,8h e 10h. ....	59
Figura 15 – Diâmetro de maior círculo inscrito e diâmetro de menor círculo circunscrito em uma partícula.....	60
Figura 16 – Determinação da esfericidade dos grânulos por processamento de imagem: a) escala de cinza e b) marcação individual dos grânulos pelo método de Otsu (1979). ....	61
Figura 17 – Esquema do equipamento para medida de equilíbrio de sorção de vapor de água no pó atomizado de porcelanato. ....	62
Figura 18 – Grânulos no recipiente dentro da câmara de análise por sorção dinâmica de vapor. ....	65
Figura 19 – Distribuição granulométrica cumulativa do pó atomizado de porcelanato. .....	68

Figura 20 – Protótipo utilizado para medir a distribuição granulométrica do pó atomizado de porcelanato ao longo do raio. ....	69
Figura 21 – Configuração experimental para medida de distribuição granulométrica do pó atomizado de porcelanato ao longo do raio de um protótipo: (a) Subdivisão das regiões central, meio e parede; (b) enchimento do protótipo; (c) tampa com buracos para os amostradores; (d) amostradores posicionados em cada local com um suporte auxiliar no topo do protótipo; (e) análise granulométrica das amostras. ....	69
Figura 22 – Domínio de cálculo representando o raio de um silo em escala industrial com as subdivisões indicadas, onde $p_1 = 0,435$ m e $p_2 = 0,885$ m. ....	71
Figura 23 – Esquema resumindo a estratégia de acoplamento das equações de transferência de massa e calor. ....	77
Figura 24 – Esboço do silo industrial monitorado para validação do modelo. Dimensões estão em metros. ....	78
Figura 25 – Progressão da concentração de água no centro do grânulo para o estudo de malha. ....	80
Figura 26 – Estudo de malha em $t = 60$ h para: (a) raio do silo e (b) raio adimensional do grânulo fino. ....	80
Figura 27 – Medidas de equilíbrio entre o vapor de água e pó atomizado de porcelanato a três temperaturas: (a) $20$ °C (b) $40$ °C e (c) $50$ °C. ....	82
Figura 28 – Modelos de isoterma de sorção de umidade ajustados aos dados experimentais a $20$ °C. ....	83
Figura 29 – Valores experimentais e previstos da umidade de equilíbrio a $20$ °C para os modelos (a) GAB, (b) Henderson e (c) Chung-Pfost. ....	85
Figura 30 – Pontos experimentais de adsorção/dessorção e modelo GAB ajustado a $20$ °C, $40$ °C e $50$ °C. ....	86
Figura 31 – Histerese relativa de sorção a $20$ °C, $40$ °C e $50$ °C. ....	88
Figura 32 – Atividade de água <i>versus</i> a saturação nos poros do pó atomizado de porcelanato a $20$ °C. A linha tracejada representa a saturação do poro estimada do modelo de Henderson extrapolado. ....	90
Figura 33 – Esquema da estrutura porosa típica do pó atomizado de porcelanato e o estado da água durante a adsorção. ....	91
Figura 34 – Pressão capilar <i>versus</i> saturação de poro. ....	91
Figura 35 – Ajuste linear da variação da entalpia de adsorção isostérica líquida com a umidade de equilíbrio. ....	93

Figura 36 – Melhores ajustes da solução da equação de transferência de massa: (a) UR = 80 % a 20 °C, (b) UR = 20 % a 40 °C e (c) UR = 80 % a 50 °C.....	94
Figura 37 – Coeficiente de difusão efetivo ( <i>Deff</i> ) do grânulo de porcelanato a 20 °C, 40 °C e 50 °C. As linhas entre intervalos de 0,1 de atividade de água representam a variação linear de <i>Deff</i> em cada passo, com os pontos representando a média.....	95
Figura 38 – Linhas de tendência exponencial da variação do coeficiente de difusão com a temperatura para cada valor de atividade de água. ....	98
Figura 39 – Fração mássica, em porcentagem, de grânulos finos, intermediários e grossos ao longo do raio adimensional do protótipo de silo, onde $r' = 0$ representa o eixo axissimétrico. ....	99
Figura 40 – Distribuição granulométrica no silo industrial para as bateladas 1, 2 e 3. ....	101
Figura 41 – Umidade dos grânulos de porcelanato ao longo do raio do silo. ....	103
Figura 42 – Umidade média do pó atomizado de porcelanato armazenado em um silo industrial prevista pelo modelo e a umidade do pó atomizado coletado ao longo da operação do silo industrial.....	104
Figura 43 – Umidade do pó atomizado de porcelanato previsto pelo modelo nas regiões do silo: (a) central; (b) meio e (c) parede. (d) Média de umidade dos grânulos comparada aos dados industriais. ....	105
Figura 44 – Nível de homogeneização de umidade entre os grânulos grossos e finos e os pontos experimentais do silo industrial. ....	106
Figura 45 – Perfil do teor de umidade ao longo do raio adimensional dos grânulos grossos nas posições do silo: (a) R = 0 m (região central) e (b) R = 1,35 m (região da parede). ....	107
Figura 46 – Perfil de temperatura no raio do silo.....	108

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Classificação de silos verticais em diferentes normas técnicas em relação à razão altura por diâmetro. ....	34
Quadro 2 – Classificação de escoabilidade pelo ângulo de repouso. ....	38
Quadro 3 – Classificação de escoabilidade pelo índice de Hausner. ....	39
Quadro 4 – Tipos de abordagem de modelos aplicados em sistemas de armazenamento. ....	50
Quadro 5 – Modelos de isoterma de sorção e os parâmetros de ajuste. ....	63

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Coeficientes polinomiais para o cálculo de massa específica, condutividade e capacidade térmica da fase fluida. ....	75
Tabela 2 – Valores dos parâmetros ajustados e parâmetros estatísticos de cada modelo testado a 20 °C, 40 °C e 50 °C. ....	84
Tabela 3 – Energia de ativação e coeficiente pré-exponencial da equação de Arrhenius para cada valor de atividade de água. ....	97
Tabela 4 – Fração mássica média medida por região do protótipo do silo. ....	100
Tabela 5 – Temperatura de saída da simulação comparada aos dados de saída do silo industrial.....	109

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABS	acrilonitrila butadieno estireno
DEM	método de elementos discretos
DVS	sorção dinâmica de vapor
FEM	método de elementos finitos
FHH	isoterma de Frenkel, Halsey e Hill
GAB	isoterma de Guggenheim, Anderson e de Boer
PARDISO	solucionador direto e paralelo de matriz esparsa
SSE	soma dos erros quadráticos
RMSE	raiz quadrada do erro médio

## LISTA DE SÍMBOLOS

$a_w$	atividade de água (–)
$a_{w,0}$	atividade de água inicial (–)
$a_{w0,j}$	atividade de água inicial de grânulo $j$ (–)
$A_{Ch}, B_{Ch}, C_{Ch}$	parâmetros de isoterma de Chung-Pfost (–)
$A'_{Ch}, B'_{Ch}, C'_{Ch}$	parâmetros de isoterma de Chung-Pfost modificada (–)
$A_{Ha}, n_{Ha}$	parâmetros de isoterma de Halsey (–)
$A_{He}, n_{He}$	parâmetros de isoterma de Henderson (–)
$A'_{He}, B'_{He}, n'_{He}$	parâmetros de isoterma de Henderson modificada (–)
$A'_{Os}, B'_{Os}, n'_{Os}$	parâmetros de isoterma de Oswin modificada (–)
$A_{Os}, n_{Os}$	parâmetros de isoterma de Oswin (–)
$b_1, c_1$	parâmetros da equação de coeficiente de difusão efetivo (–)
$c_{0,j}$	concentração inicial de água no grânulo $j$ (mol·m <sup>-3</sup> )
$c_{w,j}$	concentração de água no grânulo $j$ (mol·m <sup>-3</sup> )
$C_{p,s}$	capacidade térmica da fase sólida (J·kg <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
$C_{p,fl}$	capacidade térmica da fase fluida (J·kg <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
$C_{GAB}, K_{GAB}$	parâmetros de isoterma GAB (–)
$C_w$	concentração de água na fase gasosa (mol·m <sup>-3</sup> )
$C_{w,b}$	concentração de água no <i>bulk</i> (mol·m <sup>-3</sup> )
$C_{w,s}$	concentração de água adsorvida (mol·kg <sup>-1</sup> )
$C_{w,sat}$	concentração de saturação de vapor de água no ar (mol·m <sup>-3</sup> )
$d_{ins}$	diâmetro de um círculo inscrito na área de um grânulo (m)
$d_{cir}$	diâmetro de um círculo circunscrito na área de um grânulo (m)
$D_0$	fator de proporcionalidade pré-exponencial (m <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> )
$D_{eff}$	coeficiente de difusão efetivo (m <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> )
$D_{eff,g}$	coeficiente de difusão efetivo intragranular (m <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> )
$D_m$	coeficiente de difusão molecular (m <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> )
$D_{w,air}$	coeficiente de difusão da água no ar (m <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> )
$D_{w,g}$	coeficiente de difusão intragranular (m <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> )
$E_a$	energia de ativação (J·mol <sup>-1</sup> )
$f_c$	fator de escala (–)



$h_{ext}$	coeficiente convectivo de transferência de calor ( $W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$ )
$H$	diferença relativa entre isoterma de adsorção e curva de dessorção (–)
$j$	índice representativo do tamanho de grânulo (–)
$k_r$	coeficiente de transferência de massa externo, na região intergranular ( $m \cdot s^{-1}$ )
$k_w$	coeficiente de transferência de massa externo ( $m \cdot s^{-1}$ )
$M_w$	massa molar da água ( $kg \cdot mol^{-1}$ )
$\mathbf{n}$	vetor normal (–)
$N_j$	fluxo molar na superfície dos grânulos ( $mol \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}$ )
$N_w$	fluxo molar de água ( $mol \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}$ )
$P$	pressão de vapor de água no material (Pa)
$P_0$	pressão de vapor de água (Pa)
$P_c$	pressão capilar (Pa)
$Q$	termo fonte de energia ( $J \cdot m^{-3} \cdot s^{-1}$ )
$r$	coordenada radial (m)
$r'$	raio adimensional do silo (–)
$r_d$	raio da gotícula de água (m)
$r_j$	raio adimensional do grânulo (–)
$r_{g,j}$	raio do grânulo (m)
$r_{hd}$	razão altura por diâmetro do silo (–)
$R$	raio do silo (m)
$R_g$	raio médio dos grânulos (m)
$R_{gas}$	constante universal de gases ( $J \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}$ )
$R_w$	termo fonte ( $mol \cdot m^{-3} \cdot s^{-1}$ )
$R_{w,j}$	termo fonte intragranular ( $mol \cdot m^{-3} \cdot s^{-1}$ )
$RH_0$	umidade relativa inicial (%)
$S_w$	saturação de água (–)
$S_{b,j}$	área específica ( $m^{-1}$ )
$t$	tempo (s)
$T$	temperatura (K)
$T_0$	temperatura inicial (K)
$V_{dom}$	volume do domínio ( $m^3$ )
$V_m$	volume molar de água ( $m^3 \cdot mol^{-1}$ )
$V_t$	volume total de poros ( $m^3$ )

$V_w$	volume total de água nos poros ( $m^3$ )
$X_0$	umidade inicial ( $kg \cdot kg^{-1}$ )
$X_{0,j}$	umidade inicial do grânulo $j$ ( $kg \cdot kg^{-1}$ )
$X_{eq}$	umidade de equilíbrio ( $kg \cdot kg^{-1}$ )
$X_{eq,a}$	umidade de adsorção ( $kg \cdot kg^{-1}$ )
$X_{eq,d}$	umidade de dessorção ( $kg \cdot kg^{-1}$ )
$X_{mFHH}, n_{FHH}$	parâmetros de isoterma de Frenkel-Halsey-Hill (–)
$X_{mGAB}$	parâmetro de isoterma de GAB ( $kg \cdot kg^{-1}$ )
$z$	coordenada $z$ (m)

### Letras gregas

$\alpha_0, \alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$	coeficientes do polinômio (–)
$\beta_0, \beta_1, \beta_2, \beta_3, \beta_4$	coeficientes do polinômio (–)
$\gamma$	tensão interfacial ( $N \cdot m^{-1}$ )
$\gamma_0, \gamma_1, \gamma_2, \gamma_3, \gamma_4, \gamma_5$	coeficientes do polinômio (–)
$\Delta H_{st}$	entalpia isostérica de adsorção ( $kJ \cdot mol^{-1}$ )
$\Delta H_{n,st}$	entalpia isostérica líquida de adsorção ( $kJ \cdot mol^{-1}$ )
$\Delta H_{vap}$	entalpia de vaporização ( $kJ \cdot mol^{-1}$ )
$\varepsilon_g$	porosidade intragranular (–)
$\varepsilon_t$	porosidade total (–)
$\varepsilon_b$	porosidade intergranular (–)
$\kappa_{eff}$	condutividade térmica efetiva ( $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ )
$\kappa_{fl}$	condutividade térmica da fase fluida ( $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ )
$\kappa_s$	condutividade térmica da fase sólida ( $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ )
$\rho$	densidade do grânulo ( $kg \cdot m^{-3}$ )
$\rho_s$	densidade da fase sólida ( $kg \cdot m^{-3}$ )
$\rho_{fl}$	densidade da fase fluida ( $kg \cdot m^{-3}$ )
$\rho_g$	densidade aparente do grânulo ( $kg \cdot m^{-3}$ )
$\rho_w$	densidade da água ( $kg \cdot m^{-3}$ )
$\Phi$	esfericidade (–)
$\chi_j$	fração mássica (–)
$\Omega$	domínio de cálculo (–)
$\Omega_s$	superfície do domínio de cálculo (–)

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>21</b>
1.1	JUSTIFICATIVA.....	23
1.2	OBJETIVO GERAL.....	24
1.3	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	24
1.4	ESTRUTURA DA TESE.....	25
<b>2</b>	<b>REVISÃO DA LITERATURA</b> .....	<b>27</b>
2.1	PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE REVESTIMENTOS CERÂMICOS.....	27
2.1.1	<b>Matéria-prima e dosagem</b> .....	<b>27</b>
2.1.2	<b>Moagem</b> .....	<b>28</b>
2.1.3	<b>Atomização</b> .....	<b>29</b>
2.1.4	<b>Armazenamento</b> .....	<b>30</b>
2.1.5	<b>Conformação</b> .....	<b>31</b>
2.1.6	<b>Secagem</b> .....	<b>31</b>
2.1.7	<b>Esmaltação e decoração</b> .....	<b>32</b>
2.1.8	<b>Queima</b> .....	<b>32</b>
2.2	ARMAZENAMENTO DE MATERIAL GRANULAR EM SILOS.....	33
2.2.1	<b>Definição e classificação dos silos</b> .....	<b>33</b>
2.2.2	<b>Escoamento de material particulado em silos</b> .....	<b>35</b>
2.2.3	<b>Problemas no projeto e operação de silos</b> .....	<b>39</b>
2.2.3.1	<i>Segregação</i> .....	40
2.2.3.2	<i>Técnicas de minimização da segregação</i> .....	41
2.2.4	<b>Transferência de calor e massa em silos</b> .....	<b>43</b>
2.3	ESTADO DA ARTE.....	47
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>59</b>
3.1	DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES DO PÓ ATOMIZADO DE PORCELANATO.....	59
3.1.1	<b>Características do pó atomizado de porcelanato</b> .....	<b>59</b>
3.1.2	<b>Isoterma de sorção de umidade: experimentos</b> .....	<b>61</b>
3.1.3	<b>Isoterma de sorção de umidade: modelos</b> .....	<b>62</b>
3.1.4	<b>Entalpia de adsorção isostérica</b> .....	<b>63</b>
3.1.5	<b>Coefficiente de difusão efetivo</b> .....	<b>64</b>

3.2	ANÁLISE DO PÓ ATOMIZADO DE PORCELANATO ARMAZENADO EM SILOS	67
<b>3.2.1</b>	<b>Procedimento experimental</b>	<b>67</b>
<b>3.2.2</b>	<b>Modelagem matemática</b>	<b>70</b>
3.2.2.1	<i>Transferência de massa em meio poroso</i>	70
3.2.2.1.1	Transferência de massa intergranular	71
3.2.2.1.2	Transferência de massa intragranular	72
3.2.2.2	<i>Transferência de calor em meio poroso</i>	75
3.2.2.3	<i>Configuração numérica</i>	76
3.2.2.4	<i>Validação</i>	77
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	<b>79</b>
4.1	ANÁLISE DE INDEPENDÊNCIA DE MALHA	79
4.1.1	<b>Estudo de malha 1</b>	<b>79</b>
4.1.2	<b>Estudo de malha 2</b>	<b>80</b>
4.2	PROPRIEDADES DO PÓ ATOMIZADO DE PORCELANATO	81
4.2.1	<b>Isoterma de sorção</b>	<b>82</b>
4.2.2	<b>Adsorção de umidade e saturação de poros</b>	<b>88</b>
4.2.3	<b>Entalpia de adsorção isostérica</b>	<b>92</b>
4.2.4	<b>Coeficiente de difusão efetivo</b>	<b>93</b>
4.2.5	<b>Considerações parciais</b>	<b>98</b>
4.3	REDISTRIBUIÇÃO DE UMIDADE EM PÓ ATOMIZADO DE PORCELANATO ARMAZENADO EM SILOS	99
4.3.1	<b>Distribuição granulométrica</b>	<b>99</b>
4.3.2	<b>Redistribuição de umidade</b>	<b>102</b>
4.3.3	<b>Perfil de temperatura</b>	<b>107</b>
4.3.4	<b>Considerações parciais</b>	<b>109</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÃO</b>	<b>111</b>
5.1	SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS	112
	<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>114</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Cerâmica é um tipo de material constituído de fases inorgânicas iônicas-covalentes, consolidadas a altas temperaturas e formadas por compostos químicos como óxidos, boretos, nitretos, carbetos, silicetos ou uma mistura deles. Esse tipo de material normalmente tem baixa tenacidade, com dureza elevada, alto ponto de fusão e apresenta alta resistência química a diversos compostos em temperatura ambiente (BOCH; NIÈPCE, 2007).

Dois níveis de estrutura impactam nas propriedades dos materiais cerâmicos. Em escala atômica, eles são amorfos ou policristalinos. Em escala maior, a microestrutura refere-se a natureza e distribuição de elementos estruturais ou fases no material. Enquanto algumas propriedades como ponto de fusão, coeficiente de expansão térmica, ou se o material é magnético, ferroelétrico, semicondutor são características intrínsecas a nível atômico, existem outras que são dependentes da microestrutura do sólido, como a resistência mecânica, constante dielétrica, condutividade elétrica e que são de grande interesse industrial (RAHAMAN, 2017).

A produção de materiais cerâmicos passa por transformação desde os primórdios da civilização até a mais recente revolução industrial. O progresso acontece conforme as demandas por novos objetos surgem e também com o desenvolvimento tecnológico da humanidade nas diversas áreas. O objetivo da fabricação de peças cerâmicas é produzir um produto sólido de determinada forma a partir de matérias-primas adequadas e que possua propriedades químicas e físicas que o tornem aplicável na atividade-fim para a qual foi concebido. O método de processamento em pó é o mais comum para produção industrial de peças cerâmicas. Materiais de construção, componentes eletrônicos, utensílios domésticos, entre outros, são exemplos de aplicações dos materiais cerâmicos (REED, 1995).

Na construção civil, os revestimentos cerâmicos são utilizados para revestir paredes, pavimentos, fachadas ou bancadas (RODRIGUEZ *et al.*, 2004). Globalmente, a produção, o consumo e o volume de importação/exportação de revestimentos em 2022 continuaram a tendência de queda de 2020 e 2021. A crise energética, a inflação e a redução de demanda depois do crescimento pós-pandemia impactaram negativamente o mercado de revestimentos cerâmicos. Mesmo assim, o faturamento dos 25 maiores grupos da indústria cerâmica do mundo aumentou significativamente (alguns casos com aumentos superiores a 20%), pois

compensaram os custos de produção mais elevados com o aumento de preços e promovendo produtos de maior valor. O setor de revestimentos é muito relevante no cenário da indústria brasileira. O país ocupa a terceira posição como maior produtor e consumidor do mercado global, bem como foi o sétimo maior exportador do mundo em 2022. Investir em tecnologia e pesquisa constitui uma necessidade fundamental para a competitividade das empresas, cuja diferenciação entre concorrentes é determinada por minuciosos detalhes na cadeia produtiva. Além disso, tal aporte propicia a inovação tanto em produtos quanto em maquinários industriais, fomentando a utilização mais eficiente de recursos. Simultaneamente, esses investimentos visam a mitigação dos impactos ambientais, especialmente no que concerne à redução das emissões de carbono pela indústria de revestimentos (BARALDI, 2023).

Placa cerâmica é definida pela norma técnica brasileira ABNT NBR ISO 13006:2020 como uma placa fina de argila e outras matérias-primas inorgânicas, conformada pelos métodos de extrusão, prensagem à temperatura ambiente ou ainda outros processos, que em seguida, passa pelas etapas de secagem e queima a temperaturas suficientes para desenvolver as propriedades requeridas. Essas placas são normalmente usadas como revestimento e podem ser esmaltadas ou não esmaltadas. Mais especificamente, o porcelanato é uma placa cerâmica parcialmente vitrificada com coeficiente de absorção de água igual ou inferior a uma fração de massa de 0,5%. A absorção de água é a porcentagem de água impregnada em uma placa, medida conforme a ABNT NBR ISO 10545-3 (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2020a). As propriedades requeridas para que as placas cerâmicas sejam fabricadas segundo o padrão de qualidade exigido pelas normas técnicas brasileiras incluem aspectos dimensionais, como espessura, retitude dos lados, ortogonalidade e planicidade da superfície; aspectos de qualidade da superfície, ou seja, as placas não devem apresentar defeitos visíveis que prejudiquem a aparência; características físicas, como baixa absorção de água, alta resistência mecânica, alta resistência à abrasão e resistência a choque térmico; e também características químicas como resistência ao manchamento e resistência a ataque químico. Os limites das propriedades requeridas dependem do grupo ao qual a placa cerâmica pertence (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2020b).

As propriedades do porcelanato são obtidas graças à modernização da indústria cerâmica nas últimas décadas. Em todas as etapas do processo, é crucial manter a homogeneidade do material. Na seleção de matérias-primas, deve-se evitar

variação de tonalidade e na composição; o tamanho de partícula deve ser controlado na moagem e, durante a atomização, a barbotina<sup>1</sup> deve ter viscosidade uniforme. A massa ainda passa algumas horas em repouso nos silos para que ocorra a homogeneização da umidade. No restante das operações, como a prensagem, a sinterização e posteriores etapas de decoração e acabamento, deve-se garantir a redução da porosidade interna com a mínima variação da densidade aparente, evitando deformações e desvios na ortogonalidade do produto final (HECK, 1996).

## 1.1 JUSTIFICATIVA

No armazenamento de pó cerâmico atomizado, é necessário que o material permaneça no silo por um tempo mínimo para que a umidade seja homogeneizada. Durante o carregamento do silo, a temperatura do pó ainda é alta e o processo de evaporação é adicionado ao efeito de difusão da umidade entre os grânulos de diferentes tamanhos. O tempo de homogeneização de umidade é alto e às vezes até insuficiente para que seja feita de maneira apropriada. A segregação dificulta esse processo, já que os grânulos maiores e com umidade mais alta tendem a ficar junto às paredes, enquanto os menores e com umidade mais baixa tendem a permanecer no centro do silo. Esse fenômeno atrapalha a homogeneização, já que os grânulos de tamanhos específicos têm uma distribuição preferencial dentro do silo. Inclusive, se a segregação ocorre concomitantemente ao tipo de fluxo de funil, situação comum na operação de descarregamento do silo, os grânulos menores tendem a sair primeiro, amplificando ainda mais o problema de heterogeneidade da carga (SANTOS *et al.*, 2007).

A aparente simplicidade da função básica de um silo, que é armazenar um produto de interesse, esconde um sistema dinâmico de alta complexidade, no qual os diferentes fenômenos de transporte ocorrem simultaneamente em um meio composto por grande quantidade de partículas em estado segregado. A transferência de massa ocorre na escala dos grânulos, mas também percorre o pó armazenado como um todo, na escala do silo. Além disso, a estabilização térmica possivelmente exerce alguma influência na transferência de massa e deve ser considerado de algum modo. Investigar um sistema em estado transiente envolve o conhecimento prévio das

---

<sup>1</sup> Suspensão aquosa de material cerâmico.

propriedades do material em equilíbrio com a umidade do ar. O levantamento desses dados é um passo imperativo para a construção de um modelo fenomenológico e que sirva de base para o desenvolvimento de estudos futuros.

A modelagem matemática é uma ferramenta com bastante potencial para investigação científica desse sistema, especialmente com a capacidade computacional dos dias atuais, um recurso importante para execução de métodos numéricos utilizados na solução de problemas complexos. A modelagem matemática de material granular considerando a segregação e a transferência de umidade entre os grânulos ainda é um problema desafiador para a ciência, que necessita do desenvolvimento de uma estratégia adequada para simulação. Naturalmente, a obtenção de dados experimentais e operacionais são de interesse de pesquisa para a construção de um modelo que possa ser validado.

A pesquisa em modelagem matemática tem a capacidade de proporcionar uma compreensão mais profunda sobre a fenomenologia envolvida na homogeneização de umidade do pó atomizado de porcelanato. Atrelada a isso, a simulação é instrumental para a formulação de estratégias visando mitigar o desafio operacional relacionado à não-homogeneização nos silos. Diante do exposto, destaca-se que a área de modelagem e simulação está inteiramente alinhada aos princípios da Indústria 4.0, particularmente em relação ao conceito de virtualização das operações fabris.

## 1.2 OBJETIVO GERAL

Desenvolver um modelo fenomenológico do processo de homogeneização de umidade e estabilização de temperatura do pó atomizado – utilizado para produção de porcelanato – armazenado em um silo de escala industrial.

## 1.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

O desenvolvimento desta pesquisa foi delineado pelos seguintes objetivos específicos:

- a) medir o equilíbrio de adsorção e dessorção do pó atomizado de porcelanato com a umidade, por meio da técnica de sorção dinâmica de vapor.



- b) selecionar os modelos de adsorção que representem os dados experimentais de modo mais adequado, baseando-se nos parâmetros estatísticos de qualidade de ajuste.
- c) desenvolver um modelo fenomenológico de um grânulo poroso do material exposto em uma câmara de adsorção de umidade.
- d) estimar coeficientes de difusão efetivos, dependentes da temperatura e da atividade de água, do vapor de água em um grânulo, por meio do ajuste do modelo fenomenológico a dados experimentais.
- e) construir um protótipo de silo em escala de bancada para medir a distribuição granulométrica radial com alimentação centralizada.
- f) medir a distribuição granulométrica do pó atomizado em diferentes alturas do silo em escala industrial.
- g) medir a umidade média de entrada e de saída do pó atomizado armazenado em um silo industrial, acompanhando a umidade dos grânulos finos, intermediários e grossos.
- h) medir a temperatura média de entrada e de saída do pó atomizado armazenado em um silo industrial durante a operação.

#### 1.4 ESTRUTURA DA TESE

O Capítulo 1 contextualiza o tema da tese no cenário da indústria de revestimentos cerâmicos, bem como o papel da ciência na modernização do setor. O Capítulo 2 trata de uma revisão da literatura geral resumindo o processo de fabricação do porcelanato, os fenômenos físicos associados aos sistemas de armazenamento de material granular e as considerações sobre o estado da arte no tema dessa pesquisa.

Esse trabalho foi realizado em duas linhas de investigação que se complementam: a primeira envolve a determinação de propriedades do pó atomizado utilizado na fabricação de porcelanato, enquanto a segunda refere-se ao desenvolvimento do modelo de redistribuição de umidade no silo.

Dessa forma, o Capítulo 3 descreve os materiais e métodos utilizados nas duas vertentes separadas pelas seções 3.1 e 3.2. A primeira consiste na determinação de propriedades de equilíbrio e coeficientes de difusão da interação entre os grânulos do pó de porcelanato e a umidade. A segunda inclui os procedimentos para construção de um protótipo de silo para medida da segregação ao longo do raio, além dos

modelos matemáticos necessários para a simulação do problema e os correspondentes métodos numéricos utilizados para a solução do sistema.

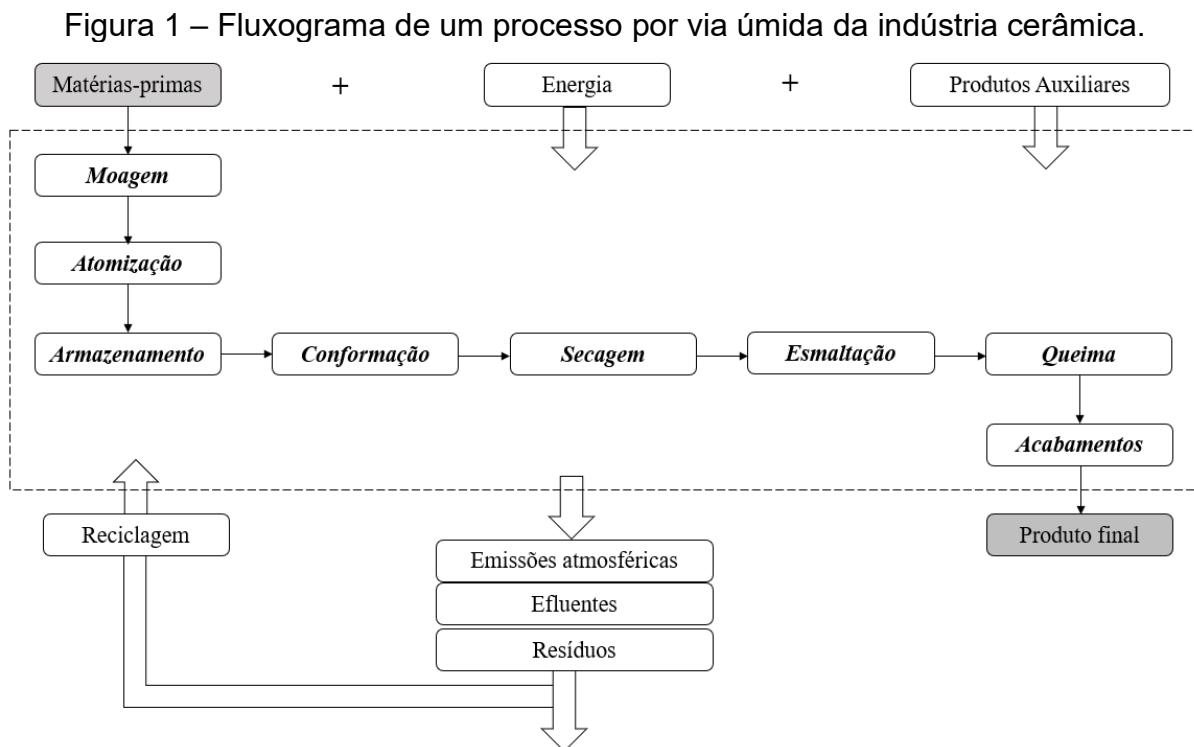
O Capítulo 4 abrange os resultados e discussão das duas linhas de pesquisa, iniciando com a análise de independência das malhas utilizadas na solução numérica. Em seguida, na seção 4.2, os resultados relativos à determinação da isoterma de sorção de umidade e do coeficiente de difusão da água no pó atomizado de porcelanato são discutidos. A seção 4.3 traz os resultados das simulações da redistribuição de umidade no pó armazenado no silo – como os perfis de umidade e de temperatura.

Finalmente, o Capítulo 5 sumariza o estudo com as conclusões gerais e as sugestões para desenvolvimento de pesquisas futuras.

## 2 REVISÃO DA LITERATURA

### 2.1 PROCESSO DE FABRICAÇÃO DE REVESTIMENTOS CERÂMICOS

Em geral, a fabricação de revestimentos ocorre por meio do processamento de pó cerâmico. Esta revisão trata do processo por via úmida, na qual as matérias-primas são preparadas na presença de água. A Figura 1 mostra um fluxograma do processo por via úmida, desde a matéria-prima até o produto final, as operações unitárias e outros insumos necessários para produção, como energia e produtos auxiliares (e.g. água, combustíveis, aditivos, moldes), assim como a geração de resíduos, efluentes e emissões atmosféricas, que podem passar por algum sistema de reciclagem para reaproveitamento parcial de energia, material e redução de impacto no meio ambiente (REED, 1995).



Fonte: elaborado pela autora

#### 2.1.1 Matéria-prima e dosagem

A massa a ser beneficiada é preparada com determinada composição de matéria-prima que é dividida em três tipos: plásticas, fundentes e refratárias. O

porcelanato é classificado como um produto cerâmico triaxial, porque é constituído essencialmente pela mistura desses três componentes. Cada um possui uma funcionalidade que resulta nas características adequadas do produto final (OLIVEIRA; HOTZA, 2015).

As matérias-primas plásticas são principalmente constituídas por argilas, que são minerais aluminossilicatos hidratados, cuja estrutura é formada por dois tipos de camada: alumínio em coordenação octaédrica e silício em coordenação tetraédrica. Esse fator somado a alta superfície específica e a própria natureza química faz com que a argila forme uma pasta plástica depois de misturada com certa quantidade de água. A pasta é uma suspensão homogênea e é adequada para o posterior processo de conformação e moldagem. A matéria-prima fundente é formada por feldspatos, minerais como calcitas, dolomitas e argilas carbonáticas. A finalidade de adicionar esse tipo de componente na massa cerâmica é a redução da temperatura de queima, por meio da formação de uma fase vítrea. As matérias-primas refratárias são compostas principalmente de quartzos e quartzitos com elevado teor de sílica e o efeito desse tipo de componente na massa cerâmica é a redução do tempo de secagem (BOCH; NIÈPCE, 2007; OLIVEIRA; HOTZA, 2015).

Os aditivos são comumente acrescentados nas massas cerâmicas para que apresentem alguma característica desejada como melhoria da adesão ou pigmentação (MACEDO *et al.*, 2008). A dosagem é a etapa determinante da composição da massa cerâmica que deve ser preparada e posteriormente processada.

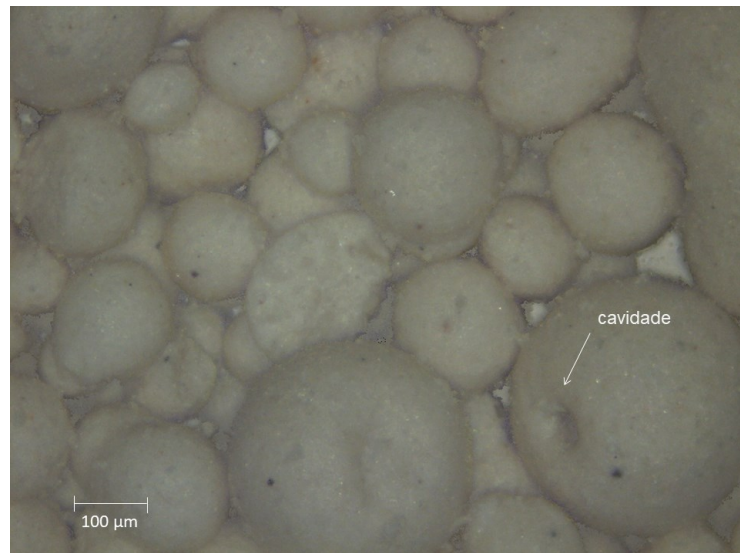
### **2.1.2 Moagem**

A moagem tem o objetivo de reduzir o tamanho das partículas e pode ser realizada a seco ou a úmido. Na tecnologia a úmido, o líquido inibe a reaglomeração de partículas após a redução de tamanho, além de promover melhor homogeneização da mistura e formação de pó com características granulométricas adequadas. A vantagem do processo de moagem a seco é o menor gasto energético (FRANCIS; STADLER; ROBERTS, 2016).

### 2.1.3 Atomização

Após a moagem, a suspensão contendo matéria-prima e água passa pela secagem por atomização (*spray-drying*), que consiste em conduzir um fluxo de ar quente pela suspensão pulverizada. A alta taxa de transferência de calor e massa nesse tipo de processo devido à grande superfície de contato por volume de gotícula resulta na formação de grânulos. A formulação da barbotina e a operação do secador devem ser feitas de modo a produzir grânulos uniformes e que sejam deformáveis durante a compactação (BERTRAND *et al.*, 2005; LUKASIEWICZ, 1989).

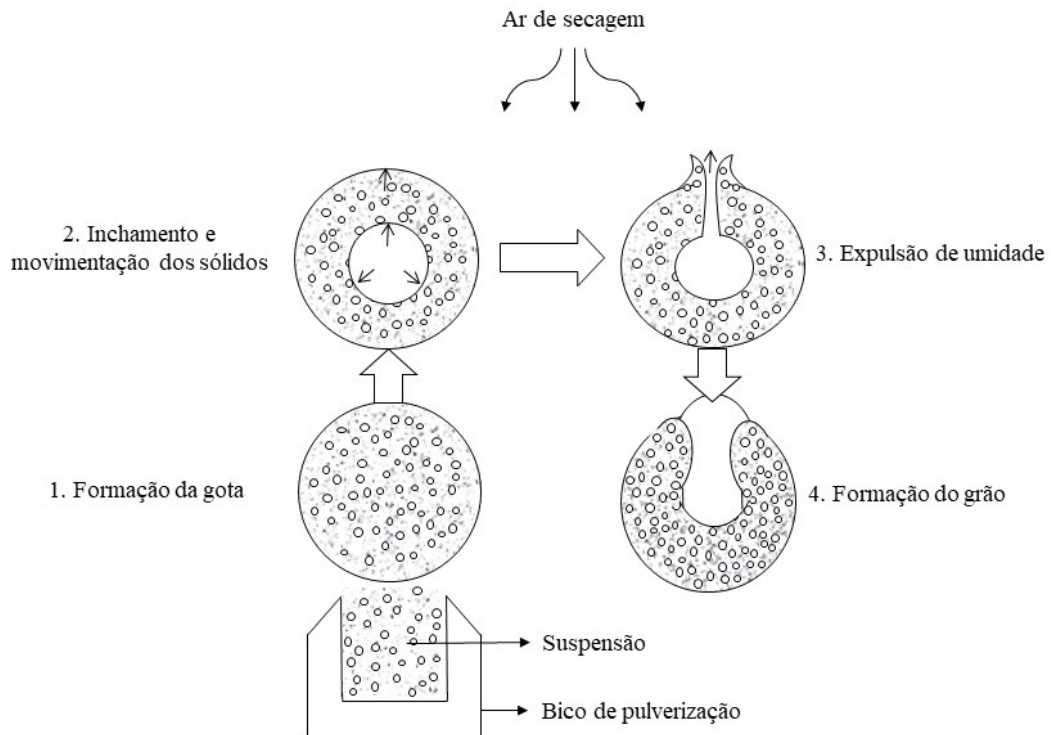
Figura 2 – Pó atomizado de porcelanato observado de um microscópio eletrônico de varredura.



Fonte: elaborado pela autora

Os grânulos normalmente apresentam um formato esférico com uma cavidade interna, como pode ser observado na Figura 2. Os mecanismos que levam a formação dos grãos são mostrados na Figura 3. Primeiro, as partículas se avolumam, por causa da formação de um filme de baixa permeabilidade, aumentando a resistência a evaporação e também a temperatura interna. Em seguida, os sais solúveis se precipitam na superfície do grão e, após a evaporação da água, o líquido com sólidos insolúveis migra para a superfície por capilaridade. A porosidade interna do grão é formada pela evaporação desse líquido (RIBEIRO; VENTURA; LABRINCHA, 2001).

Figura 3 – Esquema do processo de atomização de um grão cerâmico.



Fonte: adaptado de Ribeiro, Ventura e Labrincha (2001).

Os grânulos podem ser caracterizados essencialmente por dois aspectos dependentes entre si: tamanho e morfologia. Eles resultam em outras propriedades, como a escoabilidade, densidade, porosidade e rugosidade. Durante a atomização, a morfologia pode ser controlada e os principais parâmetros que a afetam são o tamanho, a distribuição granulométrica e a aglomeração das partículas iniciais. O tamanho dos grânulos é afetado por parâmetros como tamanho das gotículas e concentração da suspensão (STUNDA-ZUJEVA; IRBE; BERZINA-CIMDINA, 2017).

#### 2.1.4 Armazenamento

As etapas que precedem a conformação devem preparar a massa cerâmica de modo a minimizar defeitos de fabricação do produto final. Se o pó cerâmico não é homogêneo e não possui umidade uniformemente distribuída, podem ocorrer falhas durante a prensagem como distorções geométricas e variações de densidade na peça conformada (RICHERSON; LEE, 2018).

Depois da atomização, os grânulos possuem umidade residual de aproximadamente 5 a 7% e o teor de umidade é maior conforme o tamanho dos

grânulos aumenta. Assim, além do armazenamento, os silos tem a função de estabilização e homogeneização da umidade dos grânulos. Os silos são estruturas que podem armazenar várias toneladas de material e normalmente as indústrias possuem várias unidades para consumir o pó cerâmico durante o processo. Essa etapa leva pelo menos algumas dezenas de horas para que finalmente o pó seja utilizado na conformação da peça cerâmica. Além do tempo significativo, é muito comum ocorrer problemas no carregamento e descarregamento do silo devido a segregação entre partículas finas e grossas, gerando oscilações indesejadas na distribuição granulométrica do pó (AMORÓS *et al.*, 2002; SANTOS *et al.*, 2007).

### **2.1.5 Conformação**

A conformação é a etapa em que a peça cerâmica adquire forma e pode ser feita por diferentes métodos, como por exemplo colagem, prensagem e extrusão. A escolha depende do produto final desejado, da produtividade necessária para atender as demandas da fábrica, dos sistemas de preparo do material cerâmico granulado, do suporte técnico e também de fatores econômicos. Na prensagem, o pó é alimentado em um molde e compactado a alta pressão. Durante o procedimento, a microestrutura da peça deve ser cuidadosamente controlada para evitar defeitos no produto final, especialmente ocasionados por gradientes de densidade, gerados pela não-uniformidade dos grânulos (AMORÓS ALBERO, 2000; REED, 1995).

### **2.1.6 Secagem**

A peça verde, chamada assim após a conformação, passa pela etapa de secagem, onde a umidade residual que estava presente na massa cerâmica é eliminada. A água na superfície externa da peça evapora primeiro e a água presente na parte interna da estrutura move-se para a superfície. Durante a secagem, a frente de evaporação fica gradualmente mais interna, aumentando a resistência a difusão da água e reduzindo a taxa de secagem. A peça pode sofrer alterações indesejadas como deformação devido a distribuição irregular do peso, encolhimento anisotrópico, empenamento, formação de trincas e ainda mudanças físico-químicas. Por esse motivo, as taxas de secagem e a distribuição de temperatura nas peças devem ser

controladas de acordo com o tipo de equipamento utilizado (ASAMI, 1993; KING, 2002).

### **2.1.7 Esmaltação e decoração**

Durante a esmaltação, um material vítreo é aplicado na placa cerâmica com a finalidade de impermeabilizar, aumentar a resistência mecânica e ao desgaste e também aplicar características estéticas no produto. O processo consiste na aplicação de camadas de água, engobe, esmalte e tinta. O engobe é o material que fica entre o suporte cerâmico e o esmalte, servindo para adequar as propriedades físico-químicas do suporte e esmalte, conferir coloração branca ao suporte, além de reduzir o custo de esmalte aplicado e também eventuais manchas provocadas pela migração de umidade até o esmalte (BARBOSA *et al.*, 2008).

Atualmente, a decoração digital é muito difundida nas indústrias e apresenta vantagens como impressão com alta resolução, variedade de gráficos sem paradas, estabilidade de tom e qualidade consistente, flexibilidade dos lotes de produção e ausência de meios físicos para impressão de cada tipo de decoração desejada (BRESCIANI; RICCI, 2018).

### **2.1.8 Queima**

Depois da secagem, o material cerâmico é queimado a temperaturas próximas a 1200 °C, dependendo da composição e do tipo do produto final. Durante a queima, um líquido viscoso é formado ou a fase sólida desenvolve mobilidade atômica que permite reações químicas e a sinterização. A força motriz da sinterização é relacionada à redução da energia livre de superfície, ocasionada pela eliminação da área superficial interna dos poros. Inicialmente, as partículas começam a se unir entre si por meio de gargalos côncavos, que, em seguida, são suavizados. A microestrutura é essencialmente uma rede de partículas interligadas e poros contínuos em forma de canais. Nesse estágio, o crescimento de grãos se torna mais significativo e os canais acabam se fechando, formando poros isolados. Em alguns casos, esses poros isolados são cada vez mais reduzidos à medida que a queima continua (DEJONGHE; RAHAMAN, 2003; KING, 2002).



Após a queima, a peça pode ainda passar por algum acabamento, como polimento ou prosseguir até o produto chegar ao consumidor final. Cada operação tem o potencial de introduzir pequenas falhas microestruturais no material cerâmico que podem persistir ao longo da fabricação ou gerar um defeito cada vez mais evidente ao final do processo. Por exemplo, partículas aglomeradas causam porosidade residual na microestrutura do produto, o pó cerâmico não homogeneizado inibe o crescimento de grãos durante a sinterização, reduzindo a uniformidade da microestrutura do produto final, entre outros problemas (RAHAMAN, 2017).

## 2.2 ARMAZENAMENTO DE MATERIAL GRANULAR EM SILOS

Na indústria cerâmica, a etapa de armazenamento do pó formado após a atomização é realizada principalmente com o intuito de homogeneizar a umidade entre as diferentes frações granulométricas das partículas, procedimento que pode durar até 48h. Essa é uma das etapas cruciais para assegurar a produção de peças cerâmicas de alta qualidade durante a conformação (AMORÓS *et al.*, 2002; RICHERSON; LEE, 2018; SANTOS *et al.*, 2007). O tempo de armazenagem é também um fator que afeta o tipo de fluxo no descarregamento do silo e favorece a obstrução da saída causada pela compactação das partículas e formação de arcos coesivos (BATISTA, 2009).

### 2.2.1 Definição e classificação dos silos

Silo é uma estrutura construída a base de materiais como concreto armado, madeira, argamassa armada, chapas metálicas, alvenaria de blocos cerâmicos, entre outros, com a finalidade de armazenar e conservar um produto industrial ou agrícola, na forma de sólidos granulares ou pulverulentos. Deve ser preferencialmente descarregado por gravidade ou por meio de dispositivos mecânicos ou pneumáticos. A região onde o produto fica armazenado é denominada como célula, cuja seção transversal pode assumir geometria circular, quadrada, retangular ou poligonal. O silo ainda pode ser unicelular ou multicelular quando apresenta uma ou mais células, respectivamente (BATISTA, 2009).

Unidades de armazenamento são utilizadas em várias áreas da indústria, e silos bem projetados oferecem vantagens na linha de produção e fornecimento como (CALIL JUNIOR; CHEUNG, 2007):

- a) melhor conservação do produto;
- b) economia da logística da produção até o consumo final;
- c) uso mais eficiente da área industrial, por estocar grande quantidade do produto em área relativamente pequena.

Os critérios de classificação de silos são baseados no material de construção, no método de construção e na própria geometria do equipamento. Quanto ao material de construção, tem-se silos de concreto armado ou protendido, alvenaria, chapas de madeira, chapas metálicas lisas, corrugadas ou conformadas e também silos fabricados com materiais ecológicos, como compósitos de fibras (LOPES NETO, 2009). Em relação ao método de construção, a altura em relação ao solo é utilizada como referência para classificar os silos como elevados, subterrâneos e semi-subterrâneos (CALIL JUNIOR; CHEUNG, 2007).

A classificação no que concerne à geometria de um silo não é congruente entre diferentes autores e normas técnicas ao redor do mundo, apesar de comumente se basearem na razão altura por diâmetro do silo ( $r_{hd}$ ), como mostrado no Quadro 1. Existem silos verticais, subdivididos em esbeltos, medianamente esbeltos e baixos; e os silos horizontais, cujas dimensões longitudinais são predominantes em relação às outras (DECKERS; GOMES, 2020).

Quadro 1 – Classificação de silos verticais em diferentes normas técnicas em relação à razão altura por diâmetro.

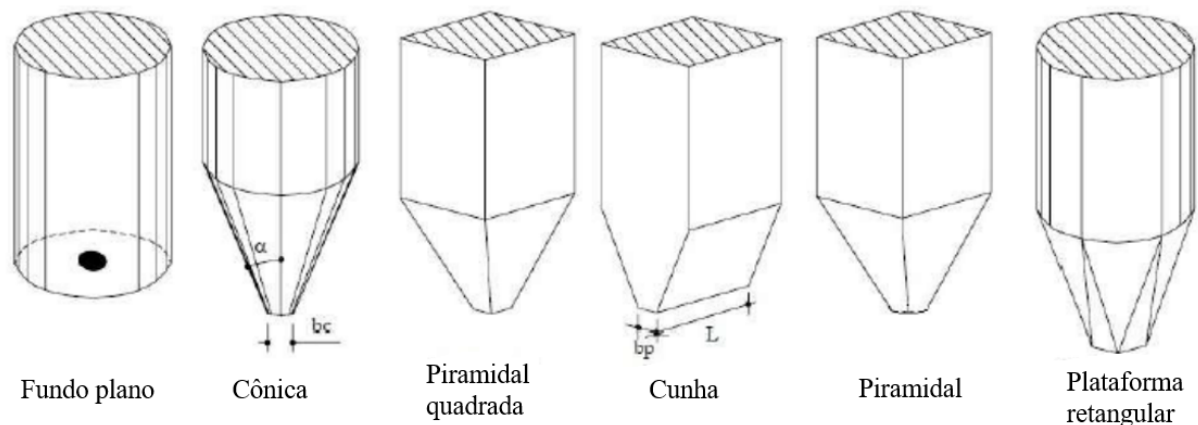
Norma	Referência	Classificação		
		Baixo	Medianamente esbelto	Esbelto
AS 3774 – 1996	Australian Standart (1996)	$1 < r_{hd}$	$1 \leq r_{hd} \leq 3$	$r_{hd} > 3$
EN 1991 – 4	The European Union (2006)	$0,4 \leq r_{hd} < 1$	$1 \leq r_{hd} < 2$	$r_{hd} \geq 2$
ISO 11697: 1995	International Organization for Standardization (1995)	$1,5 < r_{hd}$	–	$r_{hd} \geq 1,5$
ACI 313 – 97	Aprahamian <i>et al.</i> (1991)	$2,0 \leq r_{hd}$	–	$r_{hd} > 2$

Fonte: elaborado pela autora

Existem ainda outras características geométricas para classificação, como por exemplo o formato do corpo do silo e também o formato do fundo, que pode ser plano, cônico, piramidal, entre outros (LOBATO, 2013).

O fundo do silo, também referido como tremonha, tem uma determinada geometria que define o escoamento de saída do material. A Figura 4 mostra algumas das geometrias comumente adotadas. As paredes dessa estrutura podem ser inclinadas ou planas, com saída concêntrica ou excêntrica (VIEIRA, 2009). Os parâmetros como a inclinação das paredes e o formato da tremonha são calculadas segundo as indicações de normas técnicas para evitar a obstrução na saída e promover um fluxo constante do produto durante o descarregamento (APRAHAMIAN *et al.*, 1991; DEUTSCHE NORM, 2005; THE EUROPEAN UNION, 2006).

Figura 4 – Algumas geometrias de tremonhas.



Fonte: adaptado de Silva (2019)

Obstruções ao escoamento representam um risco à integridade estrutural dos silos e ocorrem quando partículas são interligadas por forças coesivas, formando um domo através da saída da tremonha. Um arco obstrutivo também pode se originar mecanicamente quando grânulos maiores ficam presos no canal de saída e os espaços vazios entre eles são preenchidos por grânulos finos (MEDEIROS, 2012).

### 2.2.2 Escoamento de material particulado em silos

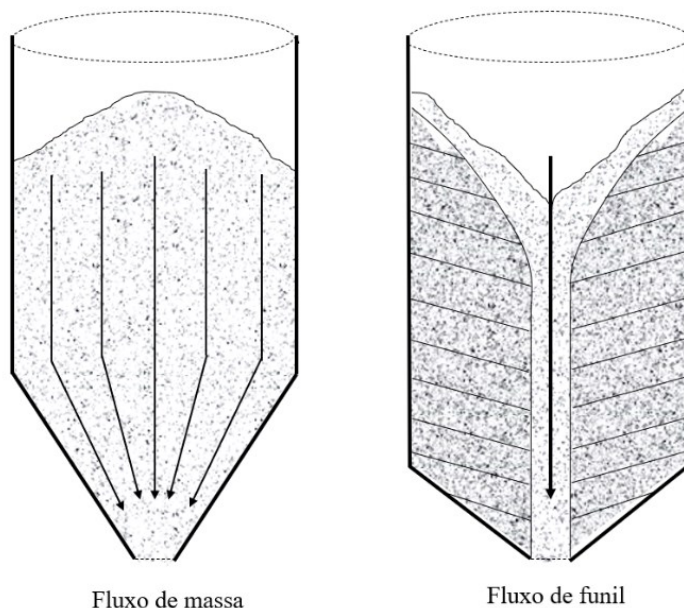
O escoamento de sólidos particulados difere do escoamento de líquidos pelo menos em três aspectos. O primeiro é que nos sólidos há a possibilidade de transferir esforços de cisalhamento em condição estática, pois o ângulo de atrito estático é

maior que zero, característica que explica o empilhamento das partículas. O segundo aspecto é que os sólidos particulados adquirem coesão e conservam uma forma quando submetidos à compressão. O último é que os esforços de cisalhamento dependem da pressão manométrica atuante no sólido (JENIKE, 1964).

Durante o enchimento do silo, uma determinada partícula perde o contato com as outras e cai livremente pelo ar até impactar as partículas em repouso na superfície do material armazenado. Dependendo do ângulo de repouso, a partícula possivelmente vai de encontro à parede. Nesse momento, existem algumas possibilidades que dependem das propriedades do material e das características do silo: a partícula pode ricochetear, deslizar pela superfície ou ficar suspensa no ar. À medida em que o carregamento acontece, outras partículas eventualmente atingem a partícula em questão. Finalmente, a partícula é incorporada ao conjunto armazenado e é consolidada por causa do peso do próprio meio. Durante o descarregamento, a partícula segue o padrão de fluxo do silo e as forças de contato entre as partículas variam drasticamente até sair em queda livre (NIELSEN, 1998).

O escoamento é inerentemente conduzido pela capacidade do produto armazenado de se expandir após ser submetido às cargas que provocam a consolidação dentro do silo. O fluxo ocorre pelo movimento das partículas em contato entre si e também com as paredes do silo. Existem basicamente dois padrões de fluxo: o de funil e o de massa, representados na Figura 5 (MEDEIROS, 2012).

Figura 5 – Padrões de fluxo de sólidos armazenados: fluxo de massa e fluxo de funil.



Fonte: adaptado de Calil Júnior e Cheung (2007)

O fluxo de funil é caracterizado pelo movimento das partículas em direção ao centro do silo, formando um canal por onde elas se deslocam. A região ao redor do canal permanece em repouso, de forma que as paredes do silo não influenciam o perfil de velocidade dentro do canal diretamente. Quando o canal de escoamento coincide com as paredes do silo, tem-se o fluxo de massa. Nesse caso, todas as partículas estão em movimento regular e ordenado (JENIKE, 1964). O padrão de fluxo indica como o sólido armazenado é descarregado durante a produção, como a ocorrência de segregação de partículas, a possibilidade de formação de zonas mortas, a distribuição de pressão e a integridade estrutural do silo (CALIL JUNIOR, 1990).

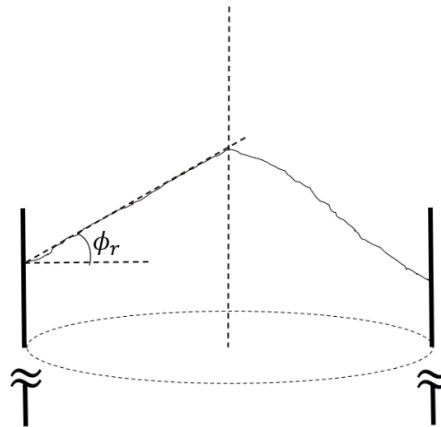
O fluxo de funil não é desejável se o objetivo é a homogeneização do pó para uso subsequente do material na linha de produção. Em processos da indústria cerâmica, o fluxo de massa é almejado porque é uniforme e contínuo. Desse modo, não há formação de zonas mortas dentro do silo, não há canalização do material durante o descarregamento e a distribuição de pressão na seção horizontal do equipamento é razoavelmente uniforme. Outra vantagem é que a segregação das partículas é reduzida, colaborando com uma distribuição granulométrica mais uniforme do pó cerâmico atomizado nas etapas posteriores do processo. Para atingir o padrão de fluxo de massa, o ângulo das paredes que compõem a tremonha deve ser inclinado e o silo projetado fica mais alto. Como as tensões dinâmicas provocadas pelo fluxo na zona de transição são altas, essas paredes também devem ser espessas, o que pode representar maior custo (CAMPOS, 2012; WÓJCIK; TEJCHMAN; ENSTAD, 2012).

Algumas características intrínsecas ao material granular influenciam o comportamento do mesmo durante o armazenamento no silo. A densidade aparente de um material em pó depende do nível de compactação da amostra, de modo que é definida na condição de massa aerada ( $\gamma_a$ ) e massa compactada ( $\gamma_c$ ). A compactação é o processo de aumento da densidade pela atuação de pressão. Dessa maneira, a densidade aparente aerada é a razão entre massa e volume da amostra não consolidada. Já a densidade aparente compactada é a razão entre massa e volume do produto completamente consolidado (CALIL JUNIOR, 1990).

Durante o armazenamento, o material depositado no silo forma um volume com superfície inclinada em um determinado ângulo em relação a um plano horizontal,

como mostrado na Figura 6. Esse é o ângulo de repouso, valor dependente da altura de queda livre, da rugosidade da superfície, dos coeficientes de atrito, do tamanho e da morfologia das partículas, além de fatores como a umidade e a carga elétrica (LI *et al.*, 2017).

Figura 6 – Ângulo de repouso em um silo.



Fonte: adaptado de Calil Júnior e Cheung (2007)

O ângulo de repouso também pode ser utilizado para classificar a escoabilidade do sólido particulado, conforme apresentado no Quadro 2. Materiais que tendem a deslizar menos formam montes com ângulos mais inclinados (CAMPOS, 2012).

Quadro 2 – Classificação de escoabilidade pelo ângulo de repouso.

Ângulo de repouso (°)	Escoamento
25 – 30	Muito livre
30 – 38	Livre
38 – 45	Médio
45 – 55	Coesivo
Maior que 55	Muito difícil

Fonte: Woodcock e Mason (1988)

Outra maneira de classificar a escoabilidade é utilizando o índice de Hausner, que é a razão entre a densidade compactada e a densidade aerada. A coesividade do pó diminui com o aumento do tamanho de partícula. Quando partículas menores são predominantes na distribuição granulométrica do pó, as interações entre elas exercem atuação significativa no empacotamento, de forma que os valores de densidade aerada são menores. À medida que o tamanho de partícula aumenta, a influência da

interação entre as partículas diminui, e então a densidade aerada é maior. Além disso, a distribuição granulométrica tem grande influência no arranjo das partículas durante a compactação. As partículas mais finas tendem a ocupar os espaços vazios entre as partículas maiores. A combinação desses fatores resulta na relação entre o índice de Hausner e o padrão de escoamento apresentado no Quadro 3 (ABDULLAH; GELDART, 1999).

Quadro 3 – Classificação de escoabilidade pelo índice de Hausner.

Índice de Hausner ( $H_r$ )	Escoamento
Menor que 1,25	Livre
1,25 – 1,4	Médio
Maior que 1,4	Difícil

Fonte: Abdullah e Geldart (1999)

A fluidez de um material sólido armazenado também pode ser avaliada por meio de uma célula de cisalhamento, como a metodologia proposta por Jenike (1964), que demonstrou relações matemáticas para determinação da função fluxo, ângulos de atrito e outras propriedades de escoamento de pó a partir de um gráfico da tensão normal *versus* tensão de cisalhamento de um material. Em situações onde há mudança de umidade e/ou temperatura, a função fluxo também passa a ser dependente desses fatores, pois a força coesiva no material não consolidado é modificada. Valores limites de função fluxo são úteis para análise rápida da fluidez e para cálculos de projeto de silos (GASCH, 2005; JENIKE, 1964).

### 2.2.3 Problemas no projeto e operação de silos

Alguns problemas costumam surgir no projeto e operação de silos relacionados a fatores como geometria do equipamento, características do produto armazenado, o modo de carregamento e também o tipo de fluxo desenvolvido durante o descarregamento do silo. É possível agrupar os problemas mais comuns em quatro categorias, que podem estar relacionadas entre si (ROTTER, 2001):

- a) problemas de integridade estrutural: quando as pressões exercidas nas paredes do silo são muito altas, muito baixas ou assimétricas, gerando risco de colapso;

- b) problemas de fluxo: quando o produto armazenado permanece estagnado formando zonas mortas, ou o tipo de fluxo é diferente do previsto no projeto;
- c) problemas de segregação: associado ao carregamento e tipo de fluxo dentro do silo. Essa categoria será mais detalhada na seção 2.2.3.1;
- d) problemas de descarga: além do tipo de fluxo, essa operação pode gerar vibrações e ruídos indesejados e ainda ocorrer obstruções na saída pela formação de domos coesivos.

### 2.2.3.1 Segregação

Durante o carregamento, os grânulos do pó caem do topo do silo pelo efeito da gravidade até que o material acumulado forme um volume em forma de monte com superfície inclinada em um determinado ângulo de repouso. Os grânulos percorrem essa superfície durante o carregamento do silo e em virtude do atrito entre os grânulos já assentados, o ângulo de repouso é preservado em uma configuração de equilíbrio metaestável. Se essa condição for desbalanceada, o monte colapsa, gerando uma avalanche e modificando o ângulo de repouso. A ocorrência depende de eventos prévios de avalanche, das propriedades físicas do material, do tamanho dos grânulos e do conteúdo de umidade (GRAY, 2018; JIAN; NARENDRAN; JAYAS, 2019).

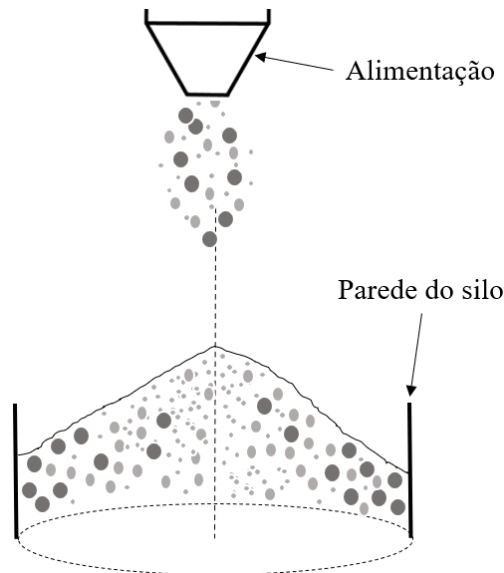
A segregação é o fenômeno oposto à mistura, que induz a separação dos componentes de um sólido particulado. O processo é complexo porque envolve muitos mecanismos, por exemplo, trajetória, deslocamento, percolação, peneiramento, corrente de ar, fluidização, aglomeração, impacto, etc. Esse fenômeno acontece por causa da presença de partículas com diferentes características como tamanho, densidade, formato, textura superficial e carga eletrostática no material granular. Devido a esses atributos, desenvolver um modelo universal para segregação é uma tarefa praticamente impossível. Assim, é necessário identificar previamente os mecanismos mais relevantes (ENGBLOM, 2012; WILLIAMS, 1976).

Em pós contendo grânulos aproximadamente esféricos de diferentes tamanhos, como é o caso do pó cerâmico atomizado, a trajetória individual de cada partícula é diferente por causa das diferenças de *momentum*, da resistência do ar e do atrito. A Figura 7 ilustra a distribuição típica de um material granular contendo partículas de diferentes tamanhos. A velocidade inicial e a direção também são fatores que modificam a trajetória da partícula, de forma que a vazão e o ângulo de



alimentação do silo devem ser escolhidos para reduzir a segregação. As partículas maiores adquirem mais *momentum* e assim elas tendem a percorrer a superfície livre do material acumulado até ir de encontro às paredes do silo. As partículas menores, por outro lado, tendem a permanecer no centro do silo, pois além da trajetória, elas têm maior probabilidade de ocuparem os espaços vazios. Esse mecanismo é uma combinação entre rolamento e peneiramento. A presença de água é outra variável que influencia a segregação, porque o ângulo de repouso é diferente para diferentes conteúdos de umidade (ENGBLOM, 2012; LISS *et al.*, 2004).

Figura 7 – Distribuição granulométrica típica em um silo com alimentação centralizada de material em pó composto por partículas de diferentes tamanhos.



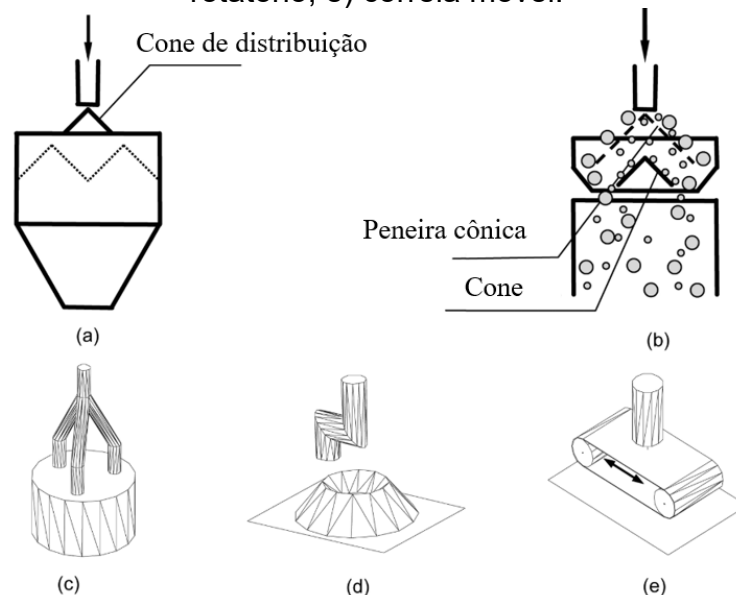
Fonte: adaptado de Jian, Narendran e Jayas (2019)

### 2.2.3.2 Técnicas de minimização da segregação

A segregação pode ser reduzida ao otimizar os equipamentos usados para processar o material granulado ou pela modificação do material em si. Mudanças no material armazenado nem sempre são praticáveis por causa dos processos subsequentes e do risco de comprometer a escoabilidade. A melhor maneira de reduzir a segregação é prevenir a formação do monte empilhado ou diminuir seu tamanho. Diminuir a altura de queda durante a alimentação do silo e usar um distribuidor no carregamento e/ou *inserts* no descarregamento também ajudam a minimizar a segregação (JIAN; NARENDRAN; JAYAS, 2019).

O redirecionamento da alimentação do silo por meio de peças chamadas distribuidores produz montes em diferentes localizações do silo. Isso significa que as partículas mais finas tendem a se espalhar melhor ao longo da seção transversal do equipamento. Os distribuidores podem ser classificados de acordo com a dependência de fonte de energia, e são mostrados na Figura 8. Os distribuidores possuem diversos formatos, como cônico, estrela, peneira cônica, etc. Ao passar por eles, o material pode formar montes com determinados padrões, como por exemplo, uma espécie de anel ou até vários montes de pequena altura (TANG; PURI, 2004; WILLIAMS; ALLEN, 2001).

Figura 8 – Alguns tipos de distribuidores: a) cone; b) peneira cônica; c) tubos; d) tubo rotatório; e) correia móvel.

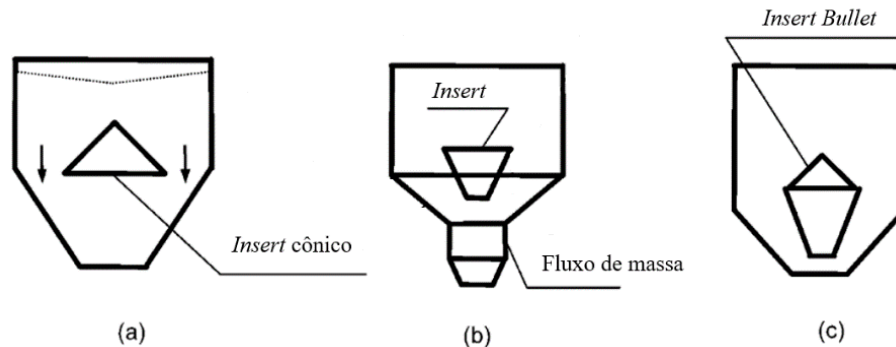


Fonte: adaptado de Tang e Puri (2004)

Os *inserts* auxiliam na redução de segregação durante a descarga do silo, porque o movimento de toda a massa na tremonha promove um certo nível de mistura. As cargas nesses aparatos devem ser avaliadas antes da instalação e basicamente existem três tipos, mostrados na Figura 9: o *insert* cônico expande o canal de escoamento em um silo com fluxo de funil, requerendo projeto e instalação precisos. Nesse caso, não há conversão do fluxo de funil para fluxo mássico. Se essa mudança for necessária, o tipo *bullet* tem essa capacidade, mas há sacrifício do volume de armazenamento do silo. O *insert* do tipo cone dentro de cone também converte o fluxo de funil para fluxo de massa, sem a desvantagem do *bullet*. É importante ressaltar que

apenas a promoção de fluxo mássico não é suficiente para impedir a segregação. De fato, esse fenômeno provavelmente pode ser apenas amenizado e por isso é necessário buscar o máximo de alternativas viáveis em conjunto (ENSTAD; MOSBY, 1998; TANG; PURI, 2004; WILLIAMS; ALLEN, 2001).

Figura 9 – Tipos de *inserts*: a) Cônico; b) Cone dentro de cone e c) Bullet.



Fonte: adaptado de Tang e Puri (2004)

#### 2.2.4 Transferência de calor e massa em silos

O material particulado armazenado em um silo é um meio poroso, definido como um domínio espacial que sempre contém uma parte sólida e uma parte vazia (sem sólido), e que sempre estão presentes em uma amostra representativa do domínio. É possível que a matriz sólida também seja porosa e, nesses casos, além da macroporosidade devido aos espaços vazios entre grânulos, os espaços vazios dentro dos grânulos devem ser considerados, referidos como microporosidade (BEAR, 2018).

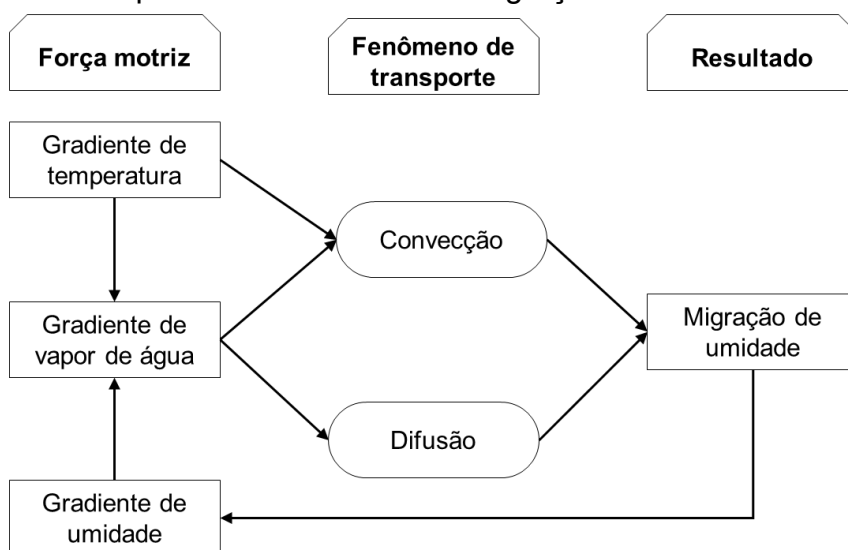
Se o valor de uma determinada propriedade permanece constante para todo o domínio, o meio poroso é dito homogêneo. A heterogeneidade de uma propriedade pode ocorrer ponto a ponto no domínio ou em subdivisões do domínio em regiões definidas. Em análises de maior escala, a abordagem contínua de meios porosos é comumente adotada e o meio poroso é tratado como homogêneo. Os parâmetros físicos – tais quais o coeficiente de difusão, a condutividade térmica, permeabilidade, etc. – são calculados como valores efetivos, de modo a introduzir implicitamente as microestruturas dos poros (CHEN *et al.*, 2022).

A energia térmica pode ser transportada em meio poroso por quatro tipos de mecanismos (desconsiderando a radiação): advecção pelo movimento de uma ou

mais fases fluidas nos poros; condução tanto na fase sólida quanto na(s) fluida(s); difusão de massa e dispersão térmica na fase fluida. Muitos coeficientes de transporte de massa e estados de equilíbrio são dependentes da temperatura e assim, os modelos devem considerar esses efeitos acoplando equações de transporte de calor e massa (BEAR, 2018; CRANK, 1975). Os fenômenos de transporte que ocorrem em um silo incluem: movimento de vapor de água devido a difusão mássica, gradientes de temperatura e de pressão; condução e convecção térmica nos grânulos; mudança de fase da água; escoamento de material granular durante carregamento e descarregamento do silo (ABE; BASUNIA, 1996; LAWRENCE, 2013).

Enquanto o material particulado está armazenado em silos, o processo de transferência de massa, esquematizado na Figura 10, ocorre não somente por causa de diferenças nas condições iniciais de umidade de cada grânulo, mas também pela formação de gradientes de temperatura. A migração de umidade entre os grânulos no silo ocorre em um sistema relativamente fechado, cuja circulação de ar externo é restrita. Assim, o ar confinado está geralmente em equilíbrio termodinâmico com os grânulos e uma isoterma de sorção de umidade é capaz de modelar a interação entre os grânulos e o ar (KHANKARI; PATANKAR; MOREY, 1995). Os balanços de massa e energia realizados neste trabalho, bem como as premissas associadas estão descritas na seção de materiais e métodos.

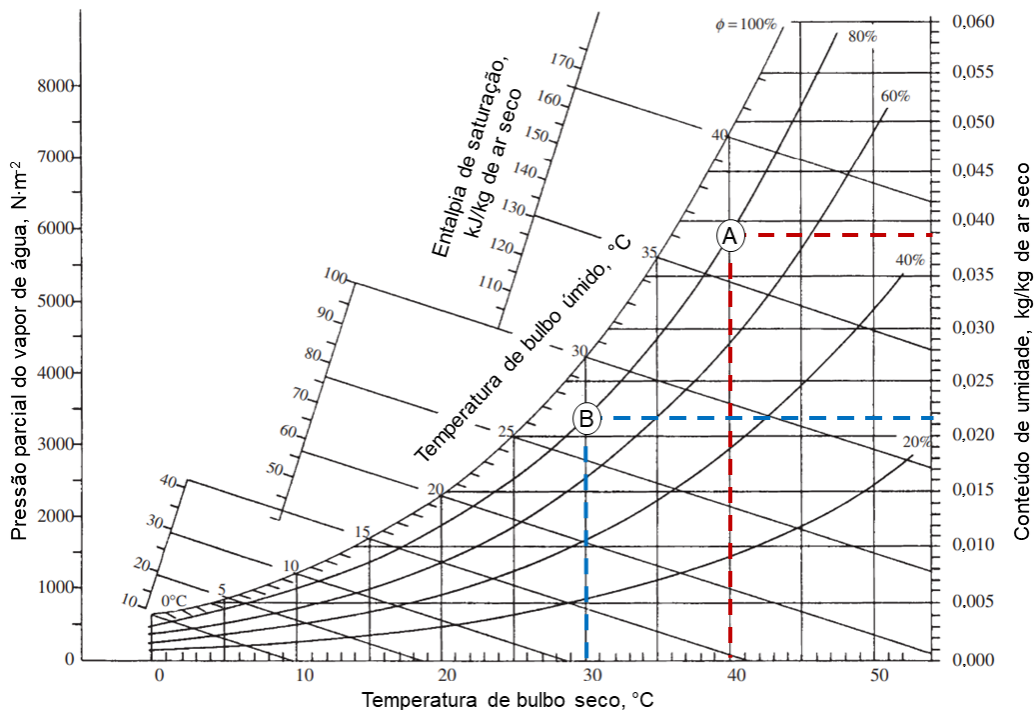
Figura 10 – Esquema do fenômeno de migração de umidade em um silo.



Fonte: adaptado de Khankari, Patankar e Morey (1995)

Como pode ser observado no diagrama psicrométrico, o ar em regiões mais quentes do silo tem maior capacidade de retenção de água do que em regiões mais frias. Por exemplo, observando a Figura 11, o ar a 80% de umidade relativa e 40 °C de temperatura (Ponto A) contém aproximadamente  $0,039 \text{ kg}\cdot\text{kg}^{-1}$  de água, enquanto que o ar a 80% de umidade relativa e 30 °C (Ponto B) contém cerca de  $0,022 \text{ kg}\cdot\text{kg}^{-1}$  de água. Por isso, quando a temperatura do ar diminui durante o resfriamento do material, a água pode migrar para o interior dos grânulos e condensar nas paredes dos silos (LAWRENCE, 2013).

Figura 11 – Diagrama psicrométrico a pressão atmosférica de 101,325 kPa.



Fonte: adaptado de Balmer (2011).

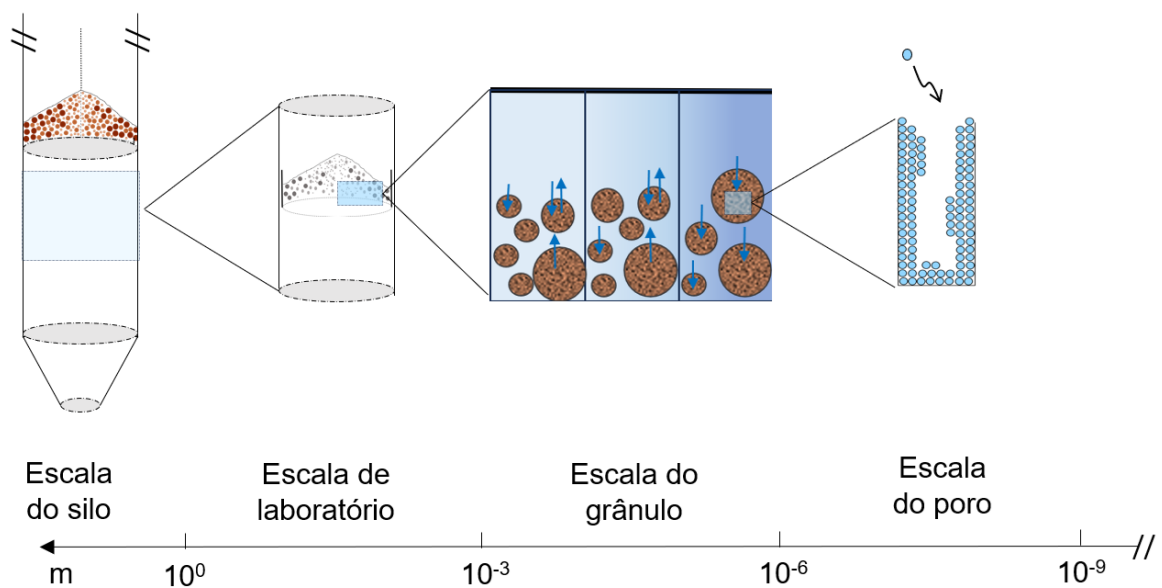
As interações entre a transferência de massa e de calor durante o armazenamento de materiais particulados em silos é complexa e multifacetada, como ilustrado pelo comportamento do ar em diferentes temperaturas dentro do silo e o efeito nos balanços de massa. Além disso, por causa da segregação, o meio poroso formado pelos grânulos deve ser tratado como heterogêneo (THORNTON *et al.*, 2013). Os fenômenos podem ser descritos em várias escalas, desde a molecular até a escala de um equipamento industrial. Incluir mais de uma escala durante a modelagem matemática pode ser útil para determinação de informações ausentes a

respeito do meio poroso ou para análise mais detalhada da condição de grânulos individuais (BEAR, 2018).

A modelagem da homogeneização de umidade de grânulos armazenados em um silo deve considerar a escala do grânulo e a escala do equipamento. A modelagem multiescala é uma técnica adequada para essa finalidade, pois ela se fundamenta na descrição das interações e comportamentos dos materiais em múltiplos níveis de detalhamento, através do conceito de transições de escala. Uma transição de escala é a definição das relações e interfaces entre diferentes escalas para garantir o fluxo de informação e energia entre elas. Isso requer a identificação dos fenômenos e mecanismos relevantes em cada escala e a compreensão de sua interdependência (BARBHUIYA; JIVKOV; DAS, 2023).

A Figura 12 mostra um esquema representando as escalas que podem ser consideradas na modelagem de um material armazenado em um silo industrial, com o nível de detalhamento de modelo aumentando conforme o comprimento da escala diminui (SHERZER *et al.*, 2017). Por exemplo, na escala do poro, interações da água com a superfície da matriz sólida podem ser analisadas; na escala dos grânulos, fluxos de umidade que entram ou saem podem ser calculados; na escala de laboratório, é possível determinar parâmetros que são de difícil obtenção em equipamento industrial; na escala do silo, as características do processo real podem ser avaliadas.

Figura 12 – Esquema de níveis de detalhamento sugerido por Sherzer *et al.* (2017) para análise multiescala.



Fonte: elaborado pela autora

## 2.3 ESTADO DA ARTE

Durante o armazenamento de material granular em silos, múltiplos fenômenos físicos ocorrem simultaneamente. O escoamento, a transferência de calor, o transporte de umidade, a segregação, a interação dos grânulos entre si e com as paredes do silo, além das tensões propagadas são alguns exemplos. O desafio da modelagem matemática reside em contemplar a inter-relação entre esses fenômenos, enquanto se adotam premissas razoáveis que visam simplificar a complexidade do problema de armazenamento em silos. Até o momento, não há na literatura uma equação fundamental para o escoamento de material granular, tal qual a equação de Navier-Stokes para fluidos (DURAN, 2000; JAEGER; NAGEL; BEHRINGER, 1996).

A rápida evolução tecnológica dos últimos anos deve colaborar bastante com os métodos aplicados no estudo desse tipo de problema, tanto do ponto de vista experimental, quanto do computacional. Experimentalmente, câmeras com alta captação de *frames* por segundo junto a técnicas de processamento de imagens podem ser usadas na observação e medida dos campos de velocidade das partículas, ou ainda usadas no treinamento de algoritmos de *deep learning* ou redes neurais artificiais (CHEN *et al.*, 2021; LIAO *et al.*, 2021; SARNO *et al.*, 2018; VU; KATTI; CHIRDON, 2019; XIAO *et al.*, 2021). Métodos de ressonância magnética, radiografia e tomografia também são aplicados para medida de velocidade local da partícula e até o mapeamento da fração de sólidos (BACCHUWAR *et al.*, 2019; FABICH *et al.*, 2018; GRUDZIEŃ; CHANIECKI; BABOUT, 2018; MEHDIZAD *et al.*, 2021).

Técnicas de sondagem avaliam a posição de um traçador ao longo do tempo, como o monitoramento de partículas por emissão de pósitron (MARIGO *et al.*, 2013). Os traçadores devem ser mensuráveis ao mesmo tempo que não devem afetar o comportamento usual do sistema, devendo atender adequadamente a faixa de distribuição granulométrica, formato de partícula, densidade e propriedades coesivas. Para que a análise desse tipo de dado experimental seja feita de maneira estatisticamente confiável, devem ser usadas leis de escala (HERNÁNDEZ; PÉREZ; GAYTÁN-MARTÍNEZ, 2018; WINDOWS-YULE, 2020).

Computacionalmente, existem dois tipos de abordagem da dinâmica de sólidos particulados: a discreta e a contínua. O tratamento discreto, ou lagrangeano, calcula o movimento individual de cada partícula ao longo do tempo. O método de

elementos discretos (DEM<sup>2</sup>) foi inicialmente desenvolvido para a análise de mecânica de rochas por Cundall e Strack (1979). Em escala microscópica, a superfície das partículas é rugosa, logo, o contato entre elas deve considerar a existência do atrito estático e o atrito dinâmico. A consequência do atrito entre as partículas e a consideração de outros mecanismos de dissipação como deformações plásticas e amortecimento viscoso é que o sistema a esse nível não conserva energia (HERRMANN; LUDING, 1998). Vários modelos são desenvolvidos para as forças de contato, o tipo de colisão, o impacto, as interações normais e as tangenciais, as interações com as paredes e as deformações. A ideia central do método de elementos discretos é calcular a equação de movimento de Newton para todas as partículas (THORNTON, 2015; THORSTEN; SCHWAGER, 2005).

O DEM demanda alta capacidade de processamento para calcular um grande número de partículas, e mesmo com a tecnologia atual ainda é uma limitação, visto que a quantidade delas em um sistema como o silo é consideravelmente maior que simulações típicas. Dessa forma, é impraticável resolver um problema em grande escala usando DEM, visto que durante a simulação, é necessário armazenar e atualizar as posições de cada partícula em cada passo de tempo, além de calcular as colisões entre elas e a força resultante do contato (WINDOWS-YULE; TUNUGUNTLA; PARKER, 2016).

É conveniente utilizar o DEM como uma abordagem em pequena escala para determinação de parâmetros de contato entre as partículas e para avaliar propriedades ou funções necessárias para um modelo contínuo. Uma vez formulado, é possível realizar uma simulação em escala maior e assim é feito o acoplamento, que pode ocorrer apenas em algumas regiões do domínio de cálculo. Em problemas com complexidade global, pode-se realizar cálculos iterativos, onde a simulação de partículas é efetuada cada vez que uma função ou propriedade específica é solicitada pelo modelo contínuo. Esse tipo de abordagem é referido como modelagem acoplada em multiescala (CMSM<sup>3</sup>) e a solução deve satisfazer simultaneamente os parâmetros do meio contínuo, como as condições de contorno, velocidades médias e os parâmetros da simulação discreta, como por exemplo, o atrito entre partículas (THORNTON *et al.*, 2013). A Figura 13 mostra as diferentes maneiras de abordar o

---

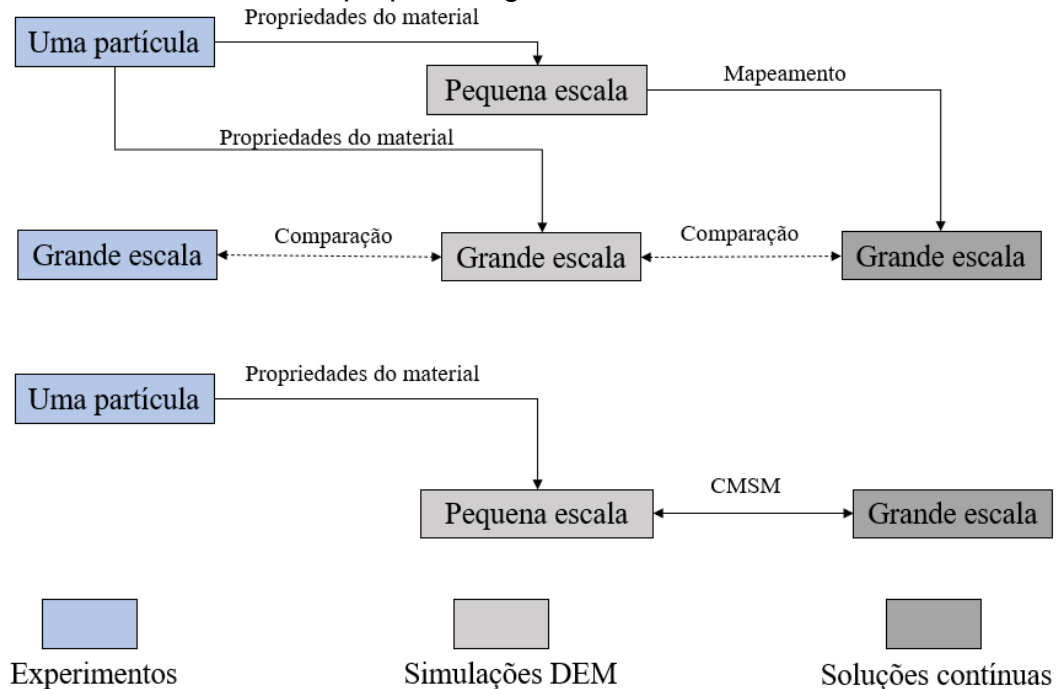
<sup>2</sup>do inglês *discrete element method*.

<sup>3</sup>do inglês *coupled multi-scale modelling*.



problema para acoplar experimentos, simulações por DEM e simulações em meio contínuo.

Figura 13 – Fluxograma ilustrando as principais maneiras de acoplar estudos em pequena e grande escala.



Fonte: adaptado de Thornton *et al.* (2013)

Os sistemas contínuos não dependem do número de partículas, sendo possível relacionar equações empíricas para as tensões com a equação de transporte de *momentum* e fluxos de segregação com equações de transferência de massa (FAN *et al.*, 2017; FORTERRE; POULIQUEN, 2008; GRAY, 2018). As equações diferenciais parciais podem ser resolvidas pelo método de elementos finitos (FEM<sup>4</sup>), que pode ser utilizado em conjunto com o DEM para avaliar o problema em maior escala, devido ao seu menor custo computacional, quando comparado aos elementos discretos. A ideia essencial do método de elementos finitos consiste em subdividir o domínio de cálculo em pequenas regiões e aproximar as soluções localmente, de forma que ao serem reunidas, satisfaçam as condições iniciais e de contorno com um erro de aproximação mínimo (RAO, 2018). Acoplar simulações pelos métodos de elementos discretos e finitos é estratégia muito usada nas pesquisas recentes na área de sólidos granulados

<sup>4</sup> do inglês *finite element method*

(CHUNG *et al.*, 2016; HUANG *et al.*, 2020; LUO; ZHENG; YU, 2017; WANG; OOI, 2015; ZHAO; ZHAO; LAI, 2020; ŽÍDEK *et al.*, 2020).

Os estudos sobre silos são focados principalmente no padrão de escoamento, campos de tensão e ainda, em problemas como a segregação e a formação de arcos coesivos durante a descarga. O Quadro 4 mostra o tipo de abordagem (discreta, contínua ou uma combinação dos dois tipos) utilizado nos modelos de sistemas de armazenamento nos últimos anos.

Quadro 4 – Tipos de abordagem de modelos aplicados em sistemas de armazenamento.

Referência	Escoamento	Calor	Massa	Estrutural
Höhner, Wirtz e Scherer (2015)	discreta			
Jian, Jayas e White (2009)		contínua		
Wang e Ooi (2015)	discreta e contínua			
Chung <i>et al.</i> (2016)				discreta e contínua
Arias Barreto <i>et al.</i> (2017)		contínua	contínua	
Zhang e Li (2017)	contínua			
Luo, Zheng e Yu (2017)	discreta e contínua			
Wan <i>et al.</i> (2018)	discreta			
Yisa <i>et al.</i> (2018)		contínua		
Gallego <i>et al.</i> (2019)	discreta			
Jayachandran, Nitin e Rao (2019)				contínua
Zaki e Siraj (2019)	discreta			
Golshan <i>et al.</i> (2020)	discreta			
Zhao, Zhao e Lai (2020)	discreta e contínua	discreta e contínua		
Žídek <i>et al.</i> (2020)				discreta e contínua

Fonte: elaborado pela autora

Padrões de escoamento são comumente analisados por métodos experimentais e simulação pelo DEM, sendo úteis nas estimativas de atrito entre as partículas e as paredes do silo e também no efeito de diferentes parâmetros geométricos do equipamento (GALLEGO *et al.*, 2019; KOBYŁKA; MOLEND; HORABIK, 2020; WAN *et al.*, 2018; ZAKI; SIRAJ, 2019; ZHANG *et al.*, 2018). A

geometria da partícula também influencia o escoamento e o DEM tem se mostrado adequado para essa situação, mesmo apresentando oscilações residuais de movimento no leito durante uma transição de estado dinâmico para estático (HAN *et al.*, 2019; HÖHNER; WIRTZ; SCHERER, 2015). O modelo estatístico multivariável aplicado em dados experimentais do armazenamento de lascas de madeira determinou que o comprimento e a espessura das lascas foram os fatores críticos para a formação de domo em uma tremonha com formato de cunha (SALEHI *et al.*, 2024). A distribuição do tempo de residência das partículas no silo é outra variável de interesse estudada pela modelagem de padrões de escoamento (GOLSHAN *et al.*, 2020). A adição de aparatos como os *inserts* para a transição de padrão de fluxo de funil para o mássico também foi avaliada com o auxílio da abordagem lagrangeana durante a descarga de esferas de copolímero ABS (acrilonitrila butadieno estireno) (XIAO *et al.*, 2023).

Apesar de existirem várias propostas de modelos de segregação, esse fenômeno ainda precisa ser melhor compreendido, especialmente por causa da grande quantidade de mecanismos que provocam esse efeito (BERTUOLA *et al.*, 2016; GRAY; GAJJAR; KOKELAAR, 2015; LIU; GONZALEZ; WASSGREN, 2019; XIAO *et al.*, 2019; YANG *et al.*, 2021). Se, por um lado, uma representação matemática considerando os diferentes mecanismos é complicada, por outro, existe a dificuldade de escala ao se tratar de grandes equipamentos como o silo. É necessário buscar métodos confiáveis para caracterizar a segregação em um sistema grande utilizando uma pequena quantidade de partículas (JIAN; JAYAS; WHITE, 2009; SALEH; GOLSHAN; ZARGHAMI, 2018).

Em um estudo de caso sobre a segregação de sementes de girassol armazenadas em silo, um impacto financeiro negativo de 6 a 11% foi estimado devido a subutilização do sistema de armazenamento (COETSEE; BEAN, 2024). A segregação durante a alimentação do silo é determinante para a distribuição granulométrica do material na descarga, assim, esse fenômeno também deve ser contemplado em uma análise completa do silo (COMBARROS GARCIA *et al.*, 2016). A dificuldade se dá justamente em implementar um modelo de segregação adequado e que seja possível conectá-lo aos outros fenômenos de transferência. Métodos de carregamento de silos para evitar a segregação também foram investigados em pequena escala, considerando os efeitos de parâmetros operacionais, *e.g.* a quantidade de material fino e vazão de entrada, como também parâmetros

geométricos, e.g. o diâmetro do distribuidor (NOURMOHAMADI-MOGHADAMI *et al.*, 2020a, 2020b). Elaborar um método de modelagem de segregação junto a outros fenômenos de transferência em um silo é um passo importante na direção de avaliar o impacto de distribuidores em uma escala maior.

A abordagem *euleriana* também tem sido usada para calcular o escoamento de material particulado ou em estimativas de campos de tensão, distribuição de pressões e cálculos estruturais no silo, bem como os efeitos térmicos e balanços de energia (CHEN *et al.*, 2018; DING *et al.*, 2015; JAYACHANDRAN; NITIN; RAO, 2019; YISA *et al.*, 2018). O modelo de transferência de calor tem sido aplicado para resolver problemas uni-, bi- e tridimensionais que envolvem sistemas com e sem aeração, comumente em grande escala (ABBOUDA; AYOUB, AMEL AHMED ELMAMOUN DAFAALLA, 2017; NOVOA-MUÑOZ, 2019). Alguns estudos vinculam efeitos de transferência de umidade ao problema de calor, especialmente nos casos em que a aeração é considerada (GAO *et al.*, 2023; HAMMAMI; BEN MABROUK; MAMI, 2016).

Uma parcela das pesquisas tem sido dedicada à simulação de fenômenos acoplados, como o escoamento de material granular e a distribuição simultânea de temperatura e umidade. O acoplamento é frequentemente implementado através da representação do meio granular como um meio contínuo, embora ainda não exista um método universalmente aceito para essa simplificação. Geralmente, o escoamento é tratado como diferentes regimes dependendo das zonas do silo, buscando similaridades com teorias para fluidos (GAO; CHENG; DU, 2018; QUEMADA-VILLAGÓMEZ *et al.*, 2020; TIAN *et al.*, 2018).

Um modelo de transferência de calor e massa em grande escala é solucionável por FEM e é capaz de fornecer informações úteis para a tomada de decisões de projeto e de produção das condições de armazenamento e na busca de alternativas para eventuais problemas (PANIGRAHI *et al.*, 2020). Estudos recentes demonstraram a aplicação de redes neurais artificiais em sistemas de monitoramento e predição em tempo real de variáveis como a umidade, temperatura, umidade relativa do ar e concentração de CO<sub>2</sub> (CORADI *et al.*, 2022; LEAL *et al.*, 2023). Mesmo com o avanço dos métodos de implementação de inteligência artificial, os modelos fenomenológicos são fundamentais para compreender as relações de causa e efeito com base na física do sistema. Por exemplo, a distribuição de umidade e temperatura, bem como a concentração de CO<sub>2</sub> e O<sub>2</sub> foram simuladas a partir de condições iniciais por meio do balanço de massa e energia e dos devidos parâmetros físicos dos grãos

de soja (ARIAS BARRETO *et al.*, 2017). Até as condições climáticas da região no qual o silo está localizado podem ser do interesse de estudos de armazenamento. No caso da aplicação de um modelo tridimensional para predição de temperatura e umidade de sementes de canola acoplado a um modelo de temperatura do solo, foi verificado que a condensação ocorria principalmente junto às paredes do silo-bolsa (JIAN *et al.*, 2015). A modelagem e simulação também colabora com o projeto de silos no sentido de fornecer estimativas robustas e mais confiáveis que métodos de tentativa e erro para determinar *designs* que favoreçam a escoabilidade do material armazenado, dependendo da umidade e do tamanho das partículas (MASSARO SOUSA *et al.*, 2021; OGinni; FASINA, 2018).

As propriedades físicas e o escoamento de partículas sólidas em conjunto com as características geométricas dos silos desempenham um papel fundamental na governança dos fenômenos ocorridos durante o armazenamento. Portanto, uma investigação fenomenológica que considere variáveis como teor de umidade, temperatura, efeitos das pressões, segregação de partículas, entre outros, por meio de uma abordagem acoplada, é altamente indicada para uma avaliação abrangente do processo. Com base nessas informações, é possível aprimorar operações como carga e descarga do silo, entender melhor a dinâmica de escoamento e determinar o tempo necessário para a homogeneização da umidade do material, resultando em melhorias significativas no armazenamento.

No contexto da manufatura de revestimentos cerâmicos, o preparo inadequado do pó, principalmente no que tange a homogeneização do tamanho e umidade dos grânulos, pode ocasionar falhas na etapa de prensagem, gerando distorções dimensionais e variação de densidade no produto final (SOLDATI *et al.*, 2018a). Após a secagem por atomização, os grânulos grossos contêm mais umidade que os mais finos. As diferenças de umidade e temperatura são reduzidas por meio da transferência espontânea de massa e calor durante o armazenamento nos silos (SOLDATI *et al.*, 2018b). O tempo de 48h é normalmente recomendado, apesar de 24h de armazenamento ser uma prática industrial comum. Esse período é muito importante para manter o processo estável, principalmente em relação aos defeitos de forma da peça.

O estudo de transferência de umidade é intrinsecamente relacionado ao conhecimento do estado de equilíbrio do sistema. A isoterma de sorção fornece informação sobre a quantidade de umidade que um material adsorve quando

submetido a um ambiente com determinadas condições de umidade relativa e temperatura. Os dados de equilíbrio podem ser usados para determinação dos gradientes de umidade, que por sua vez, definem a direção e taxa de transferência de massa. Pesquisas sobre o levantamento de dados de isoterma de sorção de vapor de água são extensas, especialmente para área de alimentos (ARSLAN-TONTUL, 2021; BETIOL *et al.*, 2020; GETAHUN *et al.*, 2020; MALLEK-AYADI; BAHLOUL; KECHAOU, 2020; PANIGRAHI; FIELKE; SINGH, 2022; POWER *et al.*, 2020). Artigos publicados recentemente também incluem materiais como madeira (THYBRING *et al.*, 2021; WANG; LU, 2022; ZHANG; RICHMAN, 2021), carvão e xisto (DUAN *et al.*, 2022; LIU *et al.*, 2021; MA *et al.*, 2020), materiais de construção (BABAEI; CASTEL, 2018; WANG *et al.*, 2023), produtos farmacêuticos (NOWAK *et al.*, 2019), entre outros (CHEN *et al.*, 2023; HÄHNEL *et al.*, 2020). Isotermas de sorção de alguns materiais argilosos e óxidos metálicos foi revisado por Rouquerol, Rouquerol e Sing (1999a, 1999b). O modelo de Guggenheim-Anderson-de Boer (GAB) (ANDERSON, 1946; BOER, 1953; GUGGENHEIM, 1966) reproduziu satisfatoriamente o comportamento do equilíbrio do vapor de água no ar para materiais como caulim e bentonita (HAMMOUDA; MIHOUBI, 2014; LOH; WIJEYESEKERA; CIUPALA, 2016).

A progressão da adsorção de água por argilas é controlada por mecanismos físico-químicos e capilares. A baixas umidades relativas, as moléculas de água são deslocadas para os sítios ativos na superfície sólida. À medida que a umidade relativa aumenta, o processo continua até que as moléculas de água ocupem todos os sítios, formando uma monocamada. A condensação capilar começa nos mesoporos dos grânulos a altas umidades relativas (AKIN; LIKOS, 2020; ZHANG; LU, 2018). As transições entre os mecanismos citados podem ser identificadas, mas podem não ocorrer em umidades relativas facilmente distinguíveis, uma vez que mais de um mecanismo pode acontecer concomitantemente. Há métodos quantitativos que podem ser usados para interpretação das zonas de transição nas isotermas de sorção que já foram utilizados com sucesso para materiais argilosos (AKIN; LIKOS, 2017; LEÃO; TULLER, 2014).

A entalpia de adsorção isostérica é uma propriedade termodinâmica que representa a energia de interação entre as moléculas adsorvidas e a superfície sólida (SANG; LIU; ELSWORTH, 2019). É uma quantidade negativa porque a energia é liberada quando as moléculas se ligam à superfície. Maior magnitude indica que o material adsorve mais moléculas (NUHNEN; JANIYAK, 2020).

Experimentos realizados em uma câmara de sorção dinâmica de vapor (DVS<sup>5</sup>) geram os dados de equilíbrio para levantamento da isoterma do sistema estudado. Além disso, dados durante o período de não-equilíbrio do sistema também são armazenados e podem ser úteis para estimativa de um coeficiente de transferência de massa efetivo. Murr (2019) destacou a importância do transporte de vapor de água na cinética de sorção, utilizando a Segunda Lei de Fick para análise do transporte por difusão através de amostras de madeira. Abordagens semelhantes foram aplicadas por diversas pesquisas independentes para diferentes materiais em pó (ENRIONE; HILL; MITCHELL, 2007; KELLY *et al.*, 2016; MAJKA; ROGOZIŃSKI; OLEK, 2019; MURRIETA-PAZOS *et al.*, 2014; RENZETTI *et al.*, 2012; YU *et al.*, 2008). A maioria desses estudos avaliaram a cinética de sorção por meio da solução analítica da equação de transferência de massa sem resistência externa. A inclusão da resistência externa deve ser considerada para obtenção de soluções mais precisas, ou pelo menos a ausência deve ser justificada (THORELL; WADSÖ, 2018). Outra simplificação comum é que o balanço de massa não contabiliza diretamente a porosidade da amostra e uma função representando a adsorção relacionando a quantidade de água adsorvida na fase sólida e a concentração de água na fase gasosa. Observações experimentais publicadas na literatura indicaram um comportamento não-Fickiano para o transporte da água na faixa de altas umidades (ENRIONE; HILL; MITCHELL, 2007; MAJKA; ROGOZIŃSKI; OLEK, 2019; MURRIETA-PAZOS *et al.*, 2014). Modelos mais complexos foram desenvolvidos para melhorar a estimativa dos coeficientes de difusão, por exemplo, acoplando um modelo de reação-difusão com dois tipos de população de água e usando a isoterma de adsorção de Langmuir (ZHAO *et al.*, 2019).

Através do conceito de energia de ativação e da equação de Arrhenius, o coeficiente de difusão varia com a temperatura. A energia requerida é refletida na própria energia de ativação da autodifusão da água. Quando as moléculas se difundem no meio poroso, a comparação entre o valor estimado ao valor de autodifusão fornece informação a respeito do estado da água confinada na estrutura porosa (VAN LOON; MÜLLER; IJIMA, 2005).

Mais pesquisas são necessárias para melhor compreensão dos mecanismos que afetam a interação entre a água e os materiais cerâmicos. A determinação das

---

<sup>5</sup> do inglês *dynamic vapor sorption*

propriedades de equilíbrio e transferência de massa para o caso específico do pó atomizado de porcelanato é necessária para implementação do modelo da redistribuição de umidade no silo. O cenário de pesquisa na área de sistemas de armazenamento é extensivo para produtos da indústria de alimentos, já que a determinação de variáveis como umidade e temperatura são cruciais para o controle de qualidade dos grãos. Desse modo, observa-se uma escassez de dados experimentais ou estudos de modelagem matemática relativos ao armazenamento de pós cerâmicos na literatura científica, sejam em escala de laboratório ou industrial. Essa lacuna deve ser preenchida para o desenvolvimento de estratégias mais eficazes de controle e otimização dos processos que atendam as demandas específicas da área.

A segregação por tamanho de partículas é um fenômeno corriqueiro durante o enchimento do silo, devido à alimentação centralizada. Como o pó de porcelanato é formado por grânulos aproximadamente esféricos de diversos tamanhos, a trajetória de cada um é diferente durante o enchimento do silo. Isso acontece devido às variações de *momentum*, resistência do ar e fricção: grânulos maiores ganham mais *momentum* e rolam pela superfície livre da pilha de pó acumulado, permanecendo próximo às paredes do silo; enquanto isso, os grânulos menores tendem a permanecer na região central da pilha. A velocidade inicial e a direção também são fatores que modificam a trajetória dos grânulos. Avalanches depositam os grânulos da superfície livre em uma camada inferior periodicamente, formando um padrão conhecido na literatura como “árvore de natal” (GRAY, 2018). Minimizar a segregação é possível através de técnicas como a redução da altura de queda dos grânulos, o uso de distribuidores durante o enchimento e o uso de *inserts* durante a descarga do silo (JIAN; NARENDRAN; JAYAS, 2019). Distribuidores redirecionam a trajetória, espalhando os grânulos mais finos por todo o diâmetro do equipamento.

Simular o efeito da segregação na uniformização de umidade é matematicamente desafiador. O método de elementos discretos é comumente aplicado em sistemas granulares, mas a escalabilidade é uma questão substancial para simular problemas em escala real, uma vez que o número de partículas tem considerável ordem de magnitude e a demanda computacional se torna muito custosa ou impraticável (TISCAR *et al.*, 2019; WINDOWS-YULE; TUNUGUNTLA; PARKER, 2016). Uma abordagem contínua não depende do número de partículas do sistema, mas a simplificação do meio poroso não contempla os grânulos individualmente e o



impacto localizado da transferência de massa não pode ser dimensionado (PANIGRAHI *et al.*, 2020).

Sistemas experimentais e modelagem matemática da transferência de calor e massa no armazenamento são comumente desenvolvidos para alimentos, cujas avaliações de umidade e temperatura são cruciais para promover um ambiente adequado para conservação (ARIAS BARRETO *et al.*, 2017; AUGUSTO; FRANCINE; FLORES, 2024; BILHALVA *et al.*, 2023; GAO *et al.*, 2023; NOVOA-MUÑOZ, 2019). Uma suposição prática, mas pouco realista é assumir que o meio poroso é formado por grânulos uniformemente distribuídos. Em casos onde essa simplificação não é possível, como a ocorrência de segregação, um modelo multiescala deve ser capaz de representar o meio poroso composto de grânulos de vários tamanhos.

A abordagem multiescala foi recentemente utilizada para simular a aplicação de ozônio em grãos de amendoim armazenados em um silo (GOMES *et al.*, 2023). Problemas de secagem de alimentos, cujo meio é estruturalmente heterogêneo, também são solucionados por esse tipo de método (ADROVER; BRASIELLO; PONSO, 2019; KOUA; KOFFI; GBAHA, 2019; WELSH; KHAN; KARIM, 2021). A modelagem em multiescala proporciona uma análise com alta resolução e precisão, porém, a correspondência entre a solução numérica e a realidade depende da obtenção de propriedades físicas detalhadas (LI *et al.*, 2023). Dados experimentais sobre a distribuição granulométrica em um silo devido a segregação para materiais granulares são escassos na literatura científica (ASACHI *et al.*, 2018; ENGBLOM *et al.*, 2012; NOURMOHAMADI-MOGHADAMI *et al.*, 2020a). Por exemplo, esse tipo de dado não está disponível para pó atomizado de porcelanato, o que impossibilita a construção de modelos fenomenológicos que considerem a heterogeneidade do meio poroso.

Atualmente, indústrias cerâmicas de ponta já implementam princípios da Indústria 4.0 para digitalizar os processos com o intuito de monitorar as operações e obter avaliações de desempenho e otimização em tempo real. Em um estudo de caso, essa inovação buscava maximizar a eficiência do processo como um todo, incluindo o gerenciamento automático das matérias-primas na etapa de dosagem e o carregamento do silo com o pó cerâmico (CONTINI *et al.*, 2023). A digitalização possibilita a análise dos impactos econômicos e ambientais do processo, como demonstrado na simulação integrada da cadeia de produção de porcelanato (ALVES *et al.*, 2021). Através da minimização da função de custo, cujos gastos de energia

térmica e elétrica foram considerados, um conjunto de parâmetros operacionais na fabricação de porcelanato foi otimizado, e o modelo estimou a redução do consumo de combustível durante a queima em até 30,2% por tonelada de placa (ALVES *et al.*, 2023). O futuro próximo das pesquisas deve ser marcado pela digitalização voltada para a sustentabilidade, cuja viabilidade está intrinsecamente ligada ao avanço do conhecimento em modelos matemáticos corroborados por experimentação validada.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

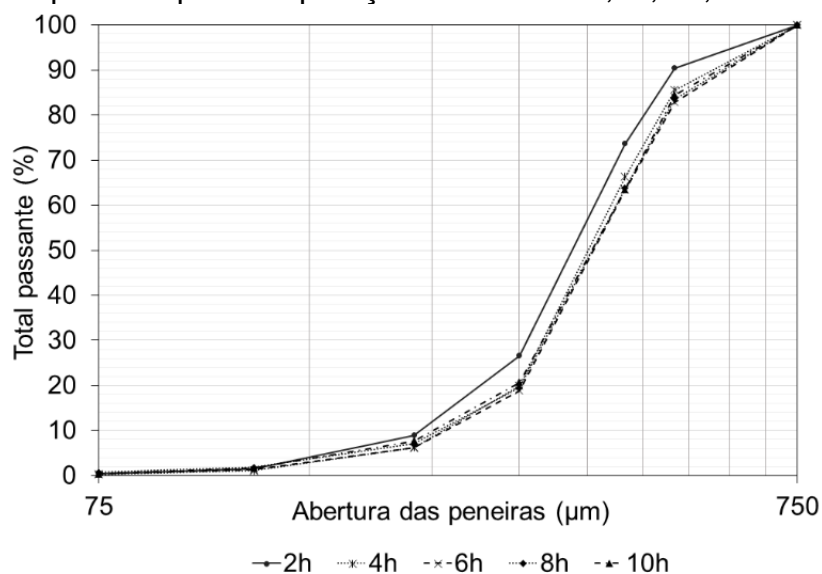
Este capítulo descreve os procedimentos experimentais, equipamentos, modelos matemáticos e os métodos de solução numérica adotados em dois enfoques investigativos. O primeiro refere-se à determinação de propriedades do pó atomizado de porcelanato, como a isoterma de sorção de umidade, a entalpia de adsorção isostérica, a energia de ativação e o coeficiente de difusão efetivo da água. O segundo refere-se ao estudo da fenomenologia da redistribuição de umidade em um silo preenchido com pó atomizado de porcelanato.

#### 3.1 DETERMINAÇÃO DE PROPRIEDADES DO PÓ ATOMIZADO DE PORCELANATO

##### 3.1.1 Características do pó atomizado de porcelanato

Amostras de pó atomizado de porcelanato foram concedidas por um fornecedor industrial e mantidas em um frasco com tampa fechada a temperatura ambiente. Após o armazenamento dos grânulos em um silo com fundo cônico por 48h, a distribuição granulométrica foi determinada por peneiramento para tempos de operação do silo entre 2h e 10h, como mostra a Figura 14.

Figura 14 – Distribuição cumulativa do pó atomizado de porcelanato armazenado por 48h para tempos de operação do silo de 2h,4h, 6h,8h e 10h.



Fonte: elaborado pela autora

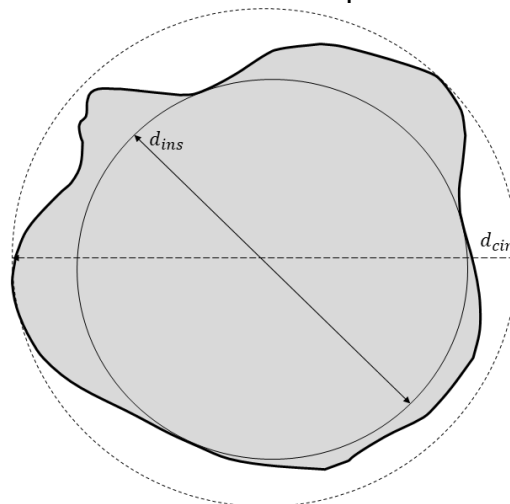
A Figura 14 mostra a distribuição cumulativa por tamanho dos grânulos. É possível observar que todos os grânulos estão abaixo de 750  $\mu\text{m}$  e acima de aproximadamente 75  $\mu\text{m}$ . O tamanho médio de grânulo D50 é  $(380 \pm 10,5) \mu\text{m}$ .

A escolha de uma geometria simplificada e representativa do formato do grânulo como premissa da modelagem matemática passa pelo cálculo da esfericidade, que foi medida de acordo com a definição da Equação (1). A esfericidade pode ser definida como a razão entre a área superficial de uma esfera (com volume igual ao da partícula) e a área superficial dessa partícula; o valor da medida varia entre 0 e 1, onde 1 representa o formato perfeitamente esférico. Diferentes definições e métodos de estimativa já foram propostos na literatura (MOHSEININ, 1986; WOODCOCK; MASON, 1988).

$$\Phi = \frac{d_{ins}}{d_{cir}} \quad (1)$$

Na Equação (1),  $d_{ins}$  é o diâmetro do maior círculo inscrito e  $d_{cir}$  é o diâmetro do menor círculo circunscrito, como indicados na Figura 15.

Figura 15 – Diâmetro de maior círculo inscrito e diâmetro de menor círculo circunscrito em uma partícula.

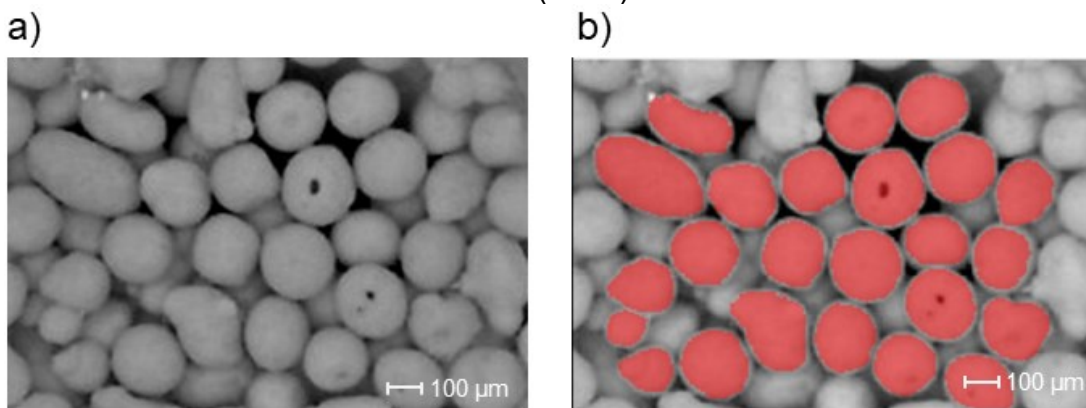


Fonte: adaptado de Mohsenin (1986)

Os diâmetros foram medidos através do processamento de imagem no *software* livre Gwyddion (NEČAS; KLAPETEK, 2012), de acordo com o seguinte procedimento: a imagem foi convertida para escala de cinza (Figura 16a); as fronteiras

entre os grânulos foram definidas no software segundo o método de Otsu (1979); objetos selecionados com menos de 100 pixels foram removidos, assim como os objetos nas laterais da imagem (FERNÁNDEZ-LAVÍN; OVANDO-SHELLEY, 2021). Esse procedimento resultou na seleção de 24 grânulos (Figura 16b), cujas dimensões  $d_{ins}$  e  $d_{cir}$  foram medidas pelo número de pixels. A esfericidade média dos grânulos foi de  $(0,75 \pm 0,10)$ .

Figura 16 – Determinação da esfericidade dos grânulos por processamento de imagem: a) escala de cinza e b) marcação individual dos grânulos pelo método de Otsu (1979).



Fonte: elaborado pela autora

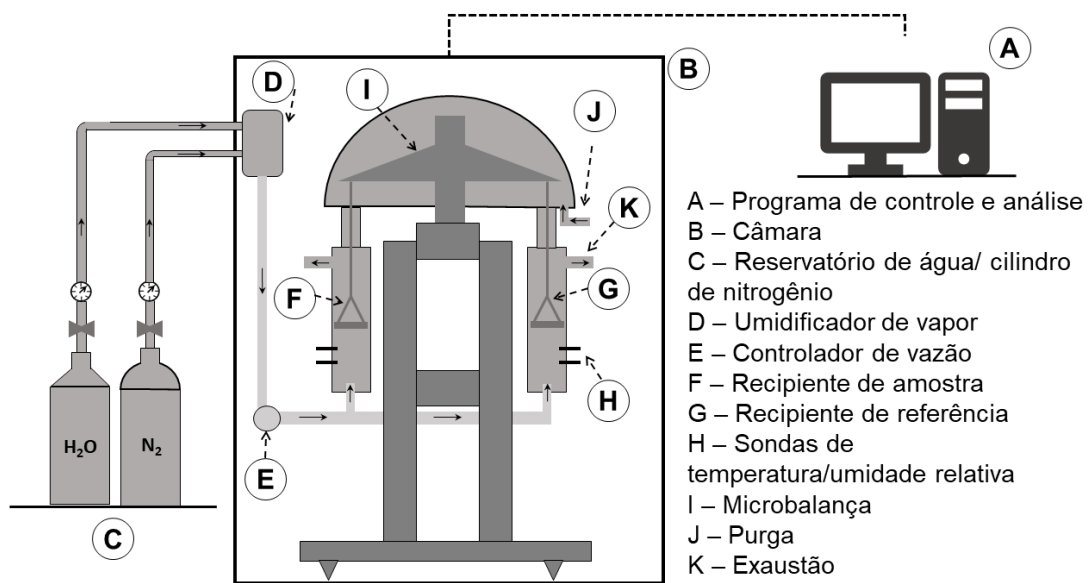
### 3.1.2 Isoterma de sorção de umidade: experimentos

Medidas para obtenção de pontos experimentais da isoterma de sorção de vapor de água foram realizadas por meio da técnica de sorção dinâmica de vapor com o equipamento *DVS Revolution*, da fabricante *Surface Measurement Systems Ltd.*, cujo esquema pode ser visualizado na Figura 17. Gás nitrogênio seco foi utilizado como gás de arraste para expor uma pequena quantidade de amostra do pó atomizado de porcelanato a 10 níveis de umidade relativa (UR) a temperaturas constantes de 20 °C, 40 °C e 50 °C.

Primeiramente, a amostra foi colocada no recipiente e exposta ao gás nitrogênio seco (a temperatura de 20 °C, 40 °C ou 50 °C) para a remoção de toda a umidade residual. A massa utilizada para as medidas foi de  $54 \pm 8$  mg, com resolução da balança de  $\pm 0,0001$  mg. Então, as amostras foram submetidas às umidades relativas pré-determinadas e a massa da amostra foi registrada a cada 60s. A umidade relativa variou de 0 a 90% com um passo de 10% para curva de adsorção. Curvas de

varredura da dessorção foram também medidas para completar o ciclo, com a redução da umidade relativa de 90% a 0% com decréscimo gradual de 10%. Para cada umidade relativa, o equilíbrio foi admitido quando a variação de massa fosse menor que 0,001%. Especificamente para a umidade relativa de 90%, além da condição de equilíbrio assumida anteriormente, foram adicionados 300 minutos de contato entre a amostra e o gás para assegurar que a umidade de equilíbrio fosse alcançada.

Figura 17 – Esquema do equipamento para medida de equilíbrio de sorção de vapor de água no pó atomizado de porcelanato.



Fonte: elaborado pela autora

### 3.1.3 Isoterma de sorção de umidade: modelos

Modelos de isotermas de adsorção listados no Quadro 5 foram ajustados aos dados experimentais para cada temperatura. Eles preveem a relação entre a atividade de água  $a_w$  e a umidade de equilíbrio em base seca (b.s.)  $X_{eq}$  ( $\text{kg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ). Esses modelos foram escolhidos com base em aplicações prévias em sistemas de equilíbrio com umidade ambiente, listado por revisões da literatura recentes (MOZAFFARI MAJD *et al.*, 2022; WANG; GUO, 2020). Como os dados de dessorção não foram obtidos com a amostra saturada com água e, por consequência, os pontos experimentais não representaram o fenômeno de dessorção, os modelos não foram ajustados para esse caso. Os dados experimentais foram analisados utilizando o *Excel® Solver* (MICROSOFT CORPORATION, 2019).

Quadro 5 – Modelos de isoterma de sorção e os parâmetros de ajuste.

Modelo	Expressão	Parâmetros	Ref.
Guggenheim-Anderson-de Boer (GAB)	$X_{eq} = \frac{X_{mGAB} C_{GAB} K_{GAB} a_w}{(1 - K_{GAB} a_w)(1 - K_{GAB} a_w + C_{GAB} K_{GAB} a_w)}$	$X_{mGAB}, C_{GAB}, K_{GAB}$	Anderson (1946), Boer (1953) e Guggenheim (1966)
Henderson	$X_{eq} = [-\ln(1 - a_w)/A_{He}]^{1/n_{He}}$	$A_{He}, n_{He}$	Henderson (1952)
Oswin	$X_{eq} = A_{Os}[a_w/(1 - a_w)]^{n_{Os}}$	$A_{Os}, n_{Os}$	Oswin (1946)
Oswin Modificado	$X_{eq} = (A'_{Os} + B'_{Os}T)[a_w/(1 - a_w)]^{n'_{Os}}$	$A'_{Os}, B'_{Os}, n'_{Os}$	Chen e Morey (1989)
Chung-Pfost	$X_{eq} = A_{Ch} - B_{Ch} \ln[-(T + C_{Ch}) \ln a_w]$	$A_{Ch}, B_{Ch}, C_{Ch}$	Chung e Pfost (1967)
Chung-Pfost Modificado	$X_{eq} = (-1/C'_{Ch}) \ln[(T + B'_{Ch}) \ln a_w / (-A'_{Ch})]$	$A'_{Ch}, B'_{Ch}, C'_{Ch}$	Pfost <i>et al.</i> (1976)
Halsey	$X_{eq} = -\exp[(\ln A_{Ha} - \ln a_w)/n_{Ha}]$	$A_{Ha}, n_{Ha}$	Halsey (1948)
Frenkel-Halsey-Hill (FHH)	$X_{eq} = X_{mFHH} (-\ln a_w)^{-1/n_{FHH}}$	$X_{mFHH}, n_{FHH}$	Frenkel (1975), Halsey (1948) e Hill (1949)

Fonte: elaborado pela autora

O método de Gradiente Reduzido Generalizado (LASDON *et al.*, 1978) foi utilizado para estimativa dos parâmetros dos modelos que minimizaram a soma dos erros quadráticos. A escolha do melhor ajuste baseou-se na análise de resíduos, coeficiente de determinação, soma dos erros quadráticos e raiz quadrada do erro médio, calculados para cada modelo.

### 3.1.4 Entalpia de adsorção isostérica

O calor liberado quando a água é ligada a superfície sólida foi determinado por meio da abordagem indireta, utilizando o modelo de adsorção melhor ajustado e

a Equação (2), que é derivada da relação de Clausius-Clapeyron (ZHANG; RICHMAN, 2021). Na Equação (2),  $a_w$  é a atividade de água,  $T$  é a temperatura absoluta, em K,  $\Delta H_{n,st}$  é a entalpia isostérica líquida de adsorção ( $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$ ) e  $R_{gas}$  é a constante dos gases ( $8,314 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$ ).

$$\left(\frac{\partial \ln a_w}{\partial T^{-1}}\right)_{X_{eq}} = -\Delta H_{n,st}/R_{gas} \quad (2)$$

O inverso da isoterma foi utilizado para calcular e representar em gráfico o logaritmo da atividade de água *versus* o inverso da temperatura para valores fixos de umidade de equilíbrio  $X_{eq}$ , determinando a inclinação da equação linear. A entalpia de adsorção isostérica  $\Delta H_{st}$  é a soma do calor latente de condensação  $\Delta H_{vap}$  (valor negativo da entalpia de vaporização) e a entalpia isostérica líquida de adsorção  $\Delta H_{n,st}$ , escrita como Equação (3) (NUHNEN; JANIAC, 2020).

$$\Delta H_{st} = (-\Delta H_{n,st}) + (-\Delta H_{vap}) \quad (3)$$

### 3.1.5 Coeficiente de difusão efetivo

Para estimar o coeficiente de difusão efetivo do vapor de água no pó atomizado de porcelanato, os dados experimentais da cinética em cada passo de equilíbrio foram ajustados a um modelo matemático considerando que o pó é formado por grânulos esféricos de raio médio  $R_g$  igual a  $(190 \pm 5,25) \mu\text{m}$ . Essa suposição é razoável visto que os grânulos se distribuíram de maneira dispersa no recipiente durante a análise, como mostra a Figura 18.

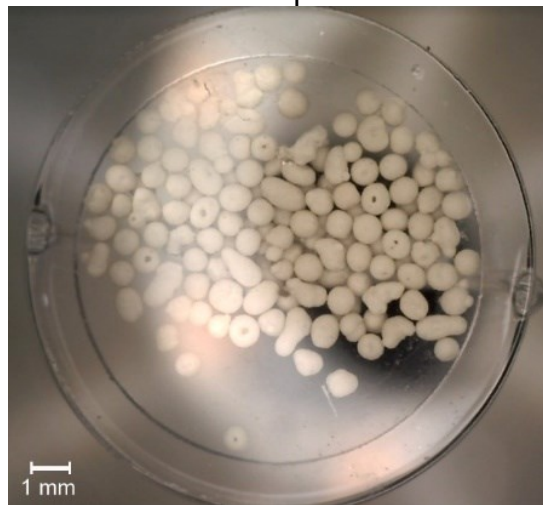
As outras premissas consideradas para o modelo axissimétrico foram:

- a) geometria bidimensional do domínio  $\Omega$ ;
- b) processo de difusão de acordo com a segunda lei de Fick nos poros saturados com gás nitrogênio, cuja força motriz do transporte é a concentração do vapor de água;
- c) efeitos de inchaço ou encolhimento dos grânulos são negligíveis;
- d) a umidade relativa ajustada é alcançada instantaneamente.;



- e) a concentração do vapor de água é constante a uma certa distância da amostra com a presença de uma resistência externa na superfície dos grânulos;
- f) o coeficiente de difusão varia linearmente com a concentração de vapor de água para cada passo de equilíbrio, como mostrado na Equação (4).

Figura 18 – Grânulos no recipiente dentro da câmara de análise por sorção dinâmica de vapor.



Fonte: elaborado pela autora

$$D_{eff} = b_1 a_w + c_1 \quad (4)$$

A premissa f foi assumida por meio de análises sucessivas dos resultados obtidos ao se comparar os ajustes realizados com coeficientes constantes, com variação linear e com variação quadrática.

A equação para a difusão de vapor de água em um meio poroso é escrita de acordo com a Equação (5) (BEAR, 2018):

$$\frac{\partial(\varepsilon_g C_w)}{\partial t} + \frac{\partial(\rho_g C_{w,s})}{\partial t} + \nabla \cdot (-D_{eff} \nabla C_w) = 0 \quad (5)$$

onde  $\varepsilon_g$  é a porosidade do grânulo, igual a 0,30 (SOLDATI *et al.*, 2018b),  $D_{eff}$  é o coeficiente de difusão efetivo ( $m^2 \cdot s^{-1}$ ), que é o parâmetro de ajuste,  $\rho_g$  é a densidade aparente do grânulo ( $kg \cdot m^{-3}$ ), relacionada a densidade da matriz sólida  $\rho_s$  de  $2650 kg \cdot m^{-3}$  (AMORÓS *et al.*, 2011) pela Equação (6).  $C_w$  é a concentração de água na fase

gasosa ( $\text{mol}\cdot\text{m}^{-3}$ ) e  $C_{w,s}$  é a concentração de água adsorvida na superfície do sólido ( $\text{mol}\cdot\text{kg}^{-1}$ ), calculada pela Equação (7).

$$\rho_g = (1 - \varepsilon_g)\rho_s \quad (6)$$

$$C_{w,s} = X_{eq}M_w^{-1} \quad (7)$$

A relação entre a água presente na fase gasosa e a água adsorvida na superfície sólida é dada pela isoterma de adsorção, cuja expressão do modelo de Chung-Pfost modificado foi dividida pela massa molar da água  $M_w$ . A escolha do referido modelo foi baseada em dois aspectos: qualidade de ajuste aos dados experimentais e uma conveniente manipulação matemática para o uso da forma inversa. A Equação (8) expressa a atividade de água em termos de concentração na fase gasosa a uma determinada temperatura em Kelvin, onde  $R_{gas}$  é a constante universal dos gases ( $8,314 \text{ m}^3\cdot\text{Pa}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$ ) e  $C_{w,sat}$  é a concentração de saturação dada pela equação de Tetens (MONTEITH; UNSWORTH, 2007), com aplicação entre  $-50 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  (MURRAY, 1967).

$$a_w = C_w C_{w,sat}^{-1} = C_w \left[ 610,7 R_{gas} T \times 10^{\frac{7,5(T-273,15)}{T-35,85}} \right]^{-1} \quad (8)$$

A condição inicial é expressa como a Equação (9), onde  $a_{w,0}$  é calculado pela forma inversa do modelo de adsorção usando o conteúdo de umidade inicial experimental em base seca  $X_0$ . A Equação (10) é a condição de não-fluxo no eixo de simetria. A Equação (11) é a condição na superfície do grânulo  $\Omega_s$ , onde  $\mathbf{n}$  denota o vetor normal à superfície,  $k_w$  é o coeficiente de transferência de massa externo ( $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ ), e  $C_{w,b}$  é a concentração de vapor de água na fase *bulk* ( $\text{mol}\cdot\text{m}^{-3}$ ), dada pela atividade de água (ajustada para cada passo) multiplicada pela concentração de saturação da água no gás.

$$C_w(0, r, z) = a_{w,0} C_{w,sat}, \forall r, z \in \Omega \quad (9)$$

$$-\mathbf{n} \cdot (-\nabla C_w)|_{r=0} = 0, \forall t \in t > 0 \wedge \forall z \in \Omega \quad (10)$$

$$-\mathbf{n} \cdot (-\nabla C_w)|_{\Omega_s} = k_w(C_{w,b} - C_w), \forall t \in t > 0 \quad (11)$$

O modelo foi implementado no COMSOL *Multiphysics*<sup>®</sup>. A solução numérica foi obtida pelo método de elementos finitos com discretização linear da variável dependente. O *solver* PARDISO<sup>6</sup> foi usado para resolver os sistemas lineares esparsos de forma  $Ax = b$ , usando um algoritmo de fatoração inferior-superior da matriz  $A$  para calcular  $x$  (SCHENK; GÄRTNER, 2004). Uma estimativa de parâmetro para cada umidade relativa determinou os valores de  $b_1$ ,  $c_1$ , e  $k_w$  que melhor se ajustou aos pontos experimentais, *i.e.*, minimizando a soma dos erros quadráticos por meio do método de otimização de Levenberg-Marquardt (LEVENBERG, 1944; MARQUARDT, 1963). O mesmo procedimento foi seguido para todas as umidades relativas e temperaturas para assim analisar seus efeitos no coeficiente de difusão efetivo. A influência da temperatura foi verificada com a Equação (12) (YU *et al.*, 2008):

$$D_{eff} = D_0 \exp[-E_a/(RT)] \quad (12)$$

onde  $D_0$  é o fator pre-exponencial ( $m^2 \cdot s^{-1}$ ),  $E_a$  é a energia de ativação ( $J \cdot mol^{-1}$ ) e  $T$  é a temperatura (K). A linearização da Equação (12), escrita como Equação (13), fornece os valores de  $E_a$  e  $D_0$  pelos valores de inclinação e intercepção da reta, respectivamente. Para obter os parâmetros de Arrhenius, valores médios dos coeficientes de difusão foram calculados para cada passo de umidade relativa correspondente.

$$\ln D_{eff} = \ln D_0 + (-E_a/R)(1/T) \quad (13)$$

## 3.2 ANÁLISE DO PÓ ATOMIZADO DE PORCELANATO ARMAZENADO EM SILOS

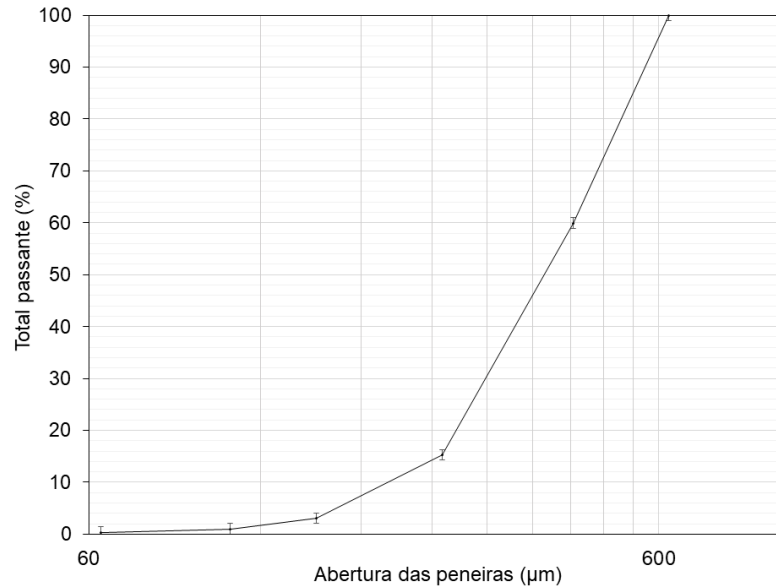
### 3.2.1 Procedimento experimental

Pó atomizado de porcelanato foi concedido por um fornecedor industrial e mantido em sacos plásticos fechados a temperatura ambiente. Como a remessa foi proveniente de um lote diferente em relação ao material caracterizado na seção 3.1.1, um novo ensaio para medida da distribuição granulométrica cumulativa foi realizado.

<sup>6</sup> do inglês, *parallel sparse direct solver*

A Figura 19 mostra a distribuição granulométrica cumulativa, determinada por peneiramento de  $(25 \pm 2)$  g de amostra por um conjunto de peneiras de aço inoxidável, utilizando um agitador eletromagnético (modelo DIST) por 15 minutos em triplicata. Os grânulos foram categorizados como finos, intermediários e grossos baseando-se nos valores de D10, D50 e D90, respectivamente: 200  $\mu\text{m}$ , 380  $\mu\text{m}$  e 570  $\mu\text{m}$ .

Figura 19 – Distribuição granulométrica cumulativa do pó atomizado de porcelanato.

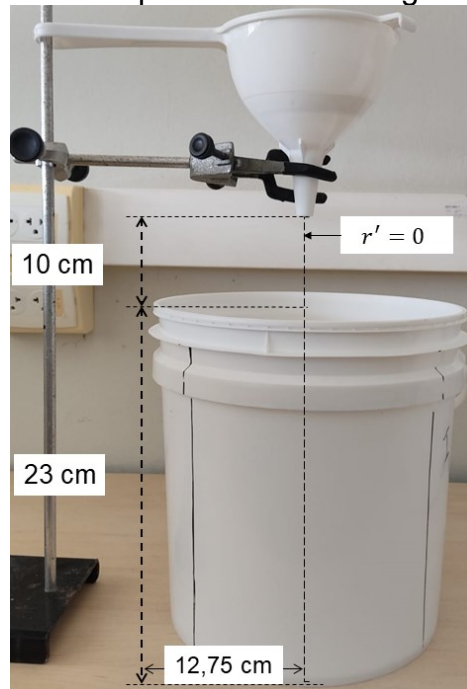


Fonte: elaborado pela autora

A segregação foi mensurada ao longo do raio de um protótipo de silo (12,75 cm) com aproximadamente uma escala de 1:12 do raio de um silo industrial (1,5 m). O protótipo experimental, mostrado na Figura 20, foi enchido utilizando um funil centralizado (eixo axisimétrico indicado como  $r'$ ) com abertura de fundo de 1,2 cm, localizado a 10 cm de altura do topo do protótipo. Depois que o protótipo foi preenchido, a coleta de amostras foi realizada em 9 pontos, localizado em três regiões: central, meio e parede. A Figura 21 ilustra as etapas para coleta de cada amostra, de acordo com o seguinte procedimento:

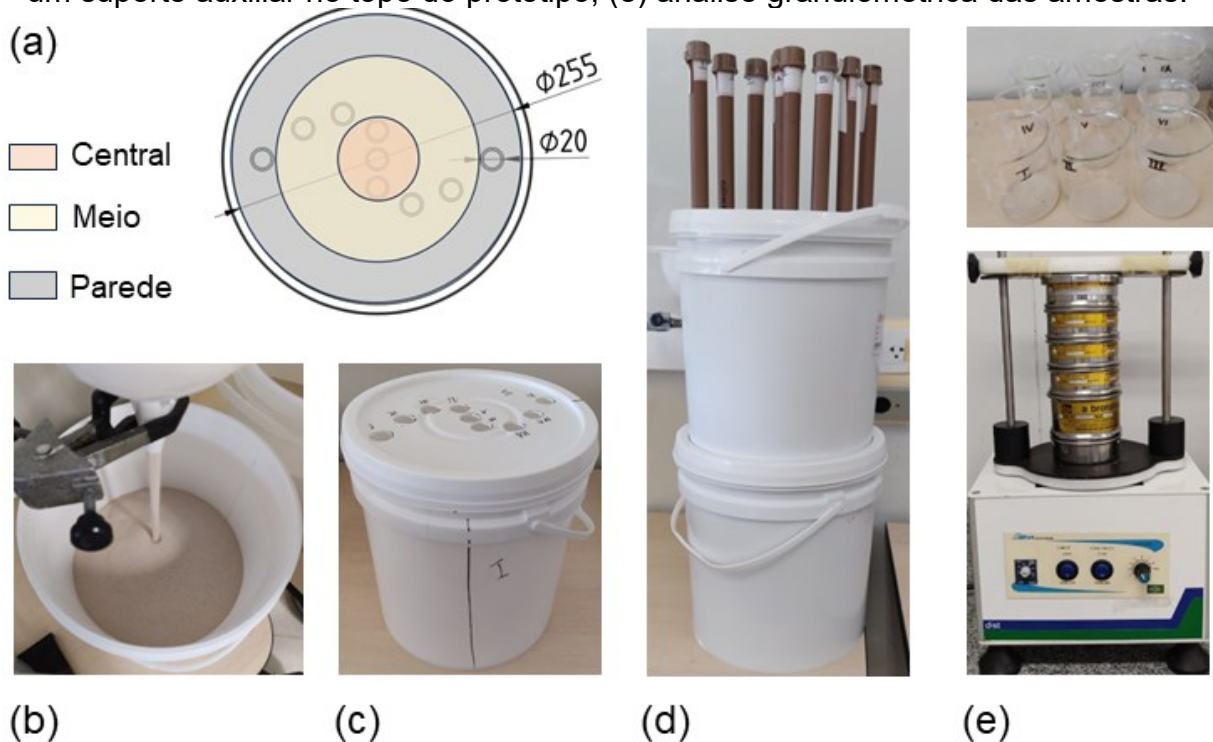
- protótipo enchido com vazão mássica de  $(23 \pm 3) \text{ g}\cdot\text{s}^{-1}$ ;
- protótipo fechado com uma tampa contendo buracos posicionados para receber os amostradores;
- um suporte no topo do protótipo foi utilizado para conduzir os amostradores com mínima perturbação do material armazenado;

Figura 20 – Protótipo utilizado para medir a distribuição granulométrica do pó atomizado de porcelanato ao longo do raio.



Fonte: elaborado pela autora

Figura 21 – Configuração experimental para medida de distribuição granulométrica do pó atomizado de porcelanato ao longo do raio de um protótipo: (a) Subdivisão das regiões central, meio e parede; (b) enchimento do protótipo; (c) tampa com buracos para os amostradores; (d) amostradores posicionados em cada local com um suporte auxiliar no topo do protótipo; (e) análise granulométrica das amostras.



Fonte: elaborado pela autora

- d) os amostradores foram produzidos a partir de tubos de PVC (20 mm de diâmetro e 27 cm de altura) e foram cuidadosamente inseridos em suas respectivas posições;
- e) o material coletado foi colocado em béqueres depois de remover o pó que estava compactado no fundo de cada amostrador.

A granulometria de todas as amostras foi determinada por peneiramento por um conjunto de peneiras de aço inoxidável (aberturas de malha: 425  $\mu\text{m}$ , 250  $\mu\text{m}$ , 150  $\mu\text{m}$ , 106  $\mu\text{m}$  e 63  $\mu\text{m}$ ) com vibração eletromagnética (modelo DIST) por 15 minutos. Esse procedimento foi repetido três vezes.

### **3.2.2 Modelagem matemática**

#### *3.2.2.1 Transferência de massa em meio poroso*

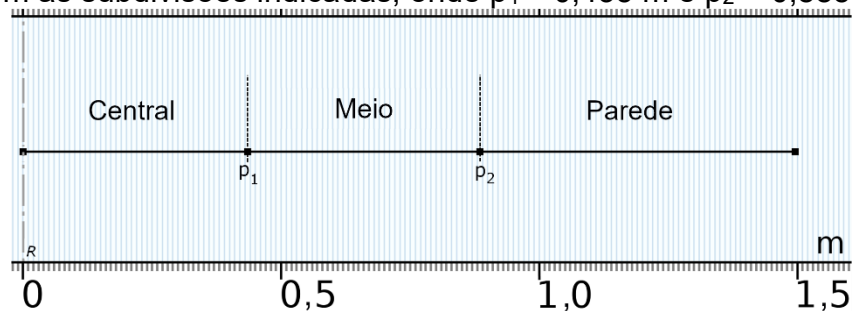
Dois aspectos principais foram considerados para modelar um silo em grande escala contendo pó atomizado de porcelanato: o balanço de massa nos grânulos, referido como intragranular; e o balanço de massa para o meio poroso como um todo, referido como intergranular. As equações foram acopladas vinculando a concentração do vapor de água na zona externa ao grânulo como condição de contorno dos grânulos individuais. Ao mesmo tempo, a contribuição dos grânulos ao balanço do meio poroso foi adicionada através dos fluxos molares.

O pó atomizado de porcelanato foi simulado como um conjunto de grânulos esféricos porosos, categorizados pelos respectivos diâmetros descritos na seção 3.2.1: finos, intermediários e grossos. Outras premissas consideradas do modelo axissimétrico foram:

- a) geometria unidimensional;
- b) processo de difusão de acordo com a segunda lei de Fick nos poros saturados com ar, cuja diferença de potencial é expressa em termos da concentração do vapor de água;
- c) efeitos negligíveis de intumescência ou encolhimento;
- d) grânulos armazenados estáticos;
- e) umidade inicial do ar nos poros intergranulares constante e próximo à saturação (95%).

O domínio de cálculo foi subdividido em três regiões, cada uma contendo uma distribuição granulométrica específica: central, meio e parede. A quantidade de grânulos finos, intermediários e grossos foi determinada experimentalmente, como descrito na seção 3.2.1. A Figura 22 ilustra a geometria com as subdivisões em escala correspondente ao raio do silo industrial.

Figura 22 – Domínio de cálculo representando o raio de um silo em escala industrial com as subdivisões indicadas, onde  $p_1 = 0,435$  m e  $p_2 = 0,885$  m.



Fonte: elaborado pela autora

### 3.2.2.1.1 Transferência de massa intergranular

A Equação (14) é o balanço de massa em termos da concentração molar do vapor de água  $c_w$  ( $\text{mol}\cdot\text{m}^{-3}$ ) no meio poroso (BEAR, 2018), onde  $\varepsilon_b$  é a porosidade intergranular (0,30) (SOLDATI *et al.*, 2018b),  $D_{eff}$  é o coeficiente de difusão efetiva do vapor de água no ar ( $\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ ), calculado pela Equação (15) (MILLINGTON, 1959). Ela corrige o coeficiente de difusão original da água no ar  $D_{w,air}$ , expresso como a Equação (16), que depende da temperatura  $T$  e é aplicável de 282 K a 373 K (MARRERO; MASON, 1972). Um fator de escala  $f_c$  de  $10^3$  corrigiu o transporte de massa no espaço intergranular. A inclusão desse fator acelerou a transferência de massa, que é um método simplificado para incorporar possíveis fenômenos convectivos devido ao movimento dos grânulos no leito.

O termo fonte  $R_w$  contabilizou o fluxo de vapor de água que entra ou sai do meio intragranular ( $\text{mol}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{s}^{-1}$ ). O termo foi definido como a Equação (17), onde o subscrito  $j$  denota cada tamanho de grânulo: finos ( $j = f$ ), intermediários ( $j = i$ ) e grossos ( $j = c$ ).  $N_j$  representa os fluxos molares de cada grânulo ( $\text{mol}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{s}^{-1}$ ) e  $S_{b,j}$  é a área superficial específica exposta à fase fluida no espaço intergranular ( $\text{m}^{-1}$ ), calculada pela Equação (18) (RICHARDSON; HARKER; BACKHURST, 2002). Essa

área depende do raio de cada grânulo  $r_{g,j}$  e da fração mássica correspondente  $\chi_j$ . A fração mássica foi escrita como uma função  $f_j(\chi_j)$  definida por partes para cada tamanho de grânulo, já que os valores experimentais variaram por região do domínio.

$$\frac{\partial(\varepsilon_b C_w)}{\partial t} = \nabla \cdot (D_{eff} \nabla C_w) + R_w \quad (14)$$

$$D_{eff} = \varepsilon_b^{4/3} D_{w,air} \quad (15)$$

$$D_{w,air} = 1,87 \times 10^{-10} f_c T^{2,072} \quad (16)$$

$$R_w = \sum N_j S_{b,j}, \quad j = f, i, c \quad (17)$$

$$S_{b,j} = 3f_j(\chi_j)(1 - \varepsilon_b)/r_{g,j}, \quad j = f, i, c \quad (18)$$

A condição inicial foi escrita como a Equação (19), na qual o ar tem umidade relativa constante e próxima à saturação ( $RH_0 = 95\%$ ) e  $C_{w,sat}$  é a concentração de saturação calculada pela Equação (20), usando a constante universal dos gases  $R_{gas}$  ( $8,31 \text{ m}^3 \cdot \text{Pa} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1}$ ) (MONTEITH; UNSWORTH, 2007).

$$C_w(0, R) = RH_0 C_{w,sat} \quad (19)$$

$$C_{w,sat} = 610,7 R_{gas} T \times 10^{\frac{7,5(T-273,15)}{T-35,85}} \quad (20)$$

As Equações (21) e (22) representam as condições de simetria e de não-fluxo, respectivamente, onde  $\mathbf{n}$  é o vetor normal:

$$-\mathbf{n} \cdot \nabla C_w(t, 0) = 0, t > 0 \quad (21)$$

$$-\mathbf{n} \cdot \nabla C_w(t, 1,5) = 0, t > 0 \quad (22)$$

### 3.2.2.1.2 Transferência de massa intragranular

A modelagem em microescala demandou a adição de uma dimensão extra para resolver a equação de transporte na direção radial. A Equação (23) foi escrita em



termos de um domínio adimensional  $r_j$ , definido na Equação (24). Ela é válida para os grânulos finos (*f*), intermediários (*i*) e grossos (*c*), indicados pelo subscrito *j*.

$$\varepsilon_g \frac{\partial c_{w,j}}{\partial t} + \frac{1}{r_j^2 r_{g,j}^2} \frac{\partial}{\partial r} \left( -r^2 D_{eff,g} \frac{c_{w,j}}{\partial r} \right) = R_{w,j} \quad (23)$$

$$r_j = r/r_{g,j} \quad (24)$$

Na Equação (23),  $\varepsilon_g$  é a porosidade intragranular (0,30) (SOLDATI *et al.*, 2018b),  $c_{w,j}$  é a concentração da água no grânulo,  $r_{g,j}$  são os raios de cada grânulo com o subscrito *j* indicando os tamanhos correspondentes.  $D_{eff,g}$  é o coeficiente de difusão efetivo intragranular, determinado pela Equação (25) (MILLINGTON, 1959), que é uma correção do coeficiente de difusão calculado pela Equação (26) (SANTOS *et al.*, 2023), dependendo da temperatura absoluta *T*.

$$D_{eff,g} = \varepsilon_g^{4/3} D_{w,g} \quad (25)$$

$$D_{w,g} = 1,09 \times 10^5 \exp[-(6,55 \times 10^4)/(R_{gas}T)] \quad (26)$$

O termo  $R_{w,j}$  na Equação (23) representa o fenômeno de adsorção, escrito como Equação (27), onde  $M_w$  é a massa molar da água ( $18 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ ),  $\rho_g$  é a densidade aparente dos grânulos, calculada a partir da porosidade intragranular  $\varepsilon_g$  e a densidade da fase sólida  $\rho_s$  ( $2650 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ), escrita como Equação (28) (GARCÍA *et al.*, 2011).  $X_{eq}$  é a quantidade de água adsorvida na superfície do sólido em base seca. A isoterma de Oswin modificada, escrita como Equação (29), foi escolhida por causa da estabilidade numérica durante a solução. Além disso, constatou-se que a isoterma de Oswin apresentou um ajuste adequado aos dados experimentais para altos valores de atividade de água ( $a_w > 0,8$ ), abrangendo assim a condição de elevada umidade relativa do ar no silo. Os parâmetros da isoterma foram estimados de acordo com os procedimentos descritos na seção 3.1. Uma interpolação linear foi realizada para determinação dos parâmetros devido à variação de temperatura durante a redistribuição de umidade no silo.

$$R_{w,j} = -[(1 - \varepsilon_g) \rho_g / M_w] \frac{\partial X_{eq}}{\partial t} \quad (27)$$

$$\rho_g = \rho_s (1 - \varepsilon_g) \quad (28)$$

$$X_{eq} = [A'_{os} + B'_{os}(T - 273,15)] \left( \frac{a_w}{1 - a_w} \right)^{1/C'_{os}} \quad (29)$$

A atividade de água  $a_w$  é definida pela Equação (30), na qual a concentração no estado de saturação  $C_{w,sat}$  é calculado pela Equação (20).

$$a_w = c_{w,j} / C_{w,sat} \quad (30)$$

As condições iniciais são relacionadas a umidade inicial em base seca  $X_{0,j}$  medidas experimentalmente para cada tamanho de grânulo ( $X_{0,f} = 3,77\%$ ,  $X_{0,i} = 6,05\%$  e  $X_{0,c} = 6,96\%$ ). Através desses valores, a atividade de água inicial nos poros intragranulares foi calculada pela isoterma de Oswin modificada inversa, como mostrado as Equações (31) e (32).

$$c_{0,j}(0, r_j) = a_{w0,j} C_{w,sat}, \quad r_j \in \mathbb{R} / 0 \leq r \leq 1 \quad (31)$$

$$c_{0,j}(0, r_j) = \frac{\{X_{0,j} / [A'_{os} + B'_{os}(T - 273,15)]\}^{C'_{os}}}{1 + \{X_{0,j} / [A'_{os} + B'_{os}(T - 273,15)]\}^{C'_{os}}} C_{w,sat}, \quad r_j \in \mathbb{R} / 0 \leq r \leq 1 \quad (32)$$

A condição de contorno no centro do grânulo estabeleceu um valor finito de concentração, escrito como Equação (33). A Equação (34) é a condição de contorno que representa uma resistência de filme na interface sólido-fluido, expressa em termos de um coeficiente de transferência de massa  $k_r$ .  $N_j$  é o fluxo molar vinculando às equações de transferência de massa intergranular e intragranular.

$$\left( \frac{\partial c_{w,j}}{\partial r} \right) \Big|_{r_j=0} = 0, \quad t > 0 \quad (33)$$

$$\frac{1}{r_{g,j}} \left( \frac{\partial c_{w,j}}{\partial r} \right) \Big|_{r_j=1} = k_r (c_w - c_{w,j}) = N_j, \quad t > 0 \quad (34)$$

### 3.2.2.2 Transferência de calor em meio poroso

O modelo de transferência de calor em meio poroso, mostrado como a Equação (35), foi aplicado para o meio intergranular ao longo do raio do silo em escala industrial, considerando o equilíbrio térmico local entre o fluido e a matriz porosa.

$$(\rho C_p)_{eff} \frac{\partial T}{\partial t} + \nabla \cdot (\kappa_{eff} \nabla T) = Q \quad (35)$$

onde  $(\rho C_p)_{eff}$  é a capacidade térmica volumétrica efetiva e  $\kappa_{eff}$  é a condutividade térmica efetiva, calculadas pelas Equações (36) e (37), respectivamente. As propriedades físicas da matriz sólida, massa específica  $\rho_s$  ( $2650 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ), capacidade térmica  $C_{p,s}$  ( $770 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ) e condutividade térmica  $\kappa_s$  ( $1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ) foram consideradas constantes com a temperatura e seus valores obtidos na literatura (GARCÍA *et al.*, 2011; SOLDATI *et al.*, 2018a). Para a fase fluida, denotada com o subscrito *fl*, os valores do ar saturado e dependentes da temperatura foram considerados, uma vez que a umidade relativa inicial foi de 95%. Ajustes polinomiais com os coeficientes exibidos na Tabela 1 foram expressos como as Equações (38), (39) e (40) (TSILINGIRIS, 2008).

Tabela 1 – Coeficientes polinomiais para o cálculo de massa específica, condutividade e capacidade térmica da fase fluida.

Parâmetro físico	Constante					
	$\alpha_0, \beta_0, \gamma_0$	$\alpha_1, \beta_1, \gamma_1$	$\alpha_2, \beta_2, \gamma_2$	$\alpha_3, \beta_3, \gamma_3$	$\beta_4, \gamma_4$	$\gamma_5$
$\rho_{fl} \text{ (kg}\cdot\text{m}^{-3}\text{)}$	1,29	$-5,54 \times 10^{-3}$	$3,86 \times 10^{-5}$	$-5,25 \times 10^{-7}$	–	–
$k_{fl} \text{ (W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}\text{)}$	$2,40 \times 10^{-2}$	$7,28 \times 10^{-5}$	$-1,79 \times 10^{-7}$	$-1,35 \times 10^{-9}$	$-3,32 \times 10^{-11}$	–
$C_{p,fl} \text{ (J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}\text{)}$	1,00	$2,05 \times 10^{-3}$	$-1,63 \times 10^{-4}$	$6,21 \times 10^{-6}$	$-8,83 \times 10^{-8}$	$5,07 \times 10^{-10}$

Fonte: adaptado de Tsilingiris (2008)

$$(\rho C_p)_{eff} = \varepsilon_b \rho_{fl} C_{p,fl} + (1 - \varepsilon_b) \rho_s C_{p,s} \quad (36)$$

$$\kappa_{eff} = \varepsilon_b \kappa_{fl} + (1 - \varepsilon_b) \kappa_s \quad (37)$$

$$\rho_{fl} = \alpha_0 + \alpha_1(T - 273,15) + \alpha_2(T - 273,15)^2 + \alpha_3(T - 273,15)^3 \quad (38)$$

$$k_{fl} = \beta_0 + \beta_1(T - 273,15) + \beta_2(T - 273,15)^2 + \beta_3(T - 273,15)^3 + \beta_4(T - 273,15)^4 \quad (39)$$

$$C_{p,fl} = \gamma_0 + \gamma_1(T - 273,15) + \gamma_2(T - 273,15)^2 + \gamma_3(T - 273,15)^3 + \gamma_4(T - 273,15)^4 + \gamma_5(T - 273,15)^5 \quad (40)$$

$Q$  é um termo fonte, calculado pela Equação (41) ( $\text{J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{s}^{-1}$ ) e relacionado à entalpia de adsorção isostérica  $\Delta H_{n,st}$ .  $N_w$  é o fluxo de vapor de água que passa pelo meio poroso, calculado do balanço molar e  $V_{dom}$  é o volume do domínio de cálculo considerando a espessura unitária da área circular.

$$Q = \Delta H_{n,st} N_w / V_{dom} \quad (41)$$

A condição inicial é mostrada na Equação (42), onde  $T_0 = 306,03$  K. A condição de contorno no centro do silo foi escrita como a Equação (43), enquanto a Equação (44) expressou a condição de contorno como um fluxo de calor na parede do silo, com coeficiente convectivo externo  $h_{ext}$  ( $25 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ ) e temperatura externa  $T_{ext}$  (293,15 K) (MIRSADEGHI *et al.*, 2013).

$$T(0, R) = T_0, \quad R \in \mathbb{R} / 0 \leq R \leq 1,5 \quad (42)$$

$$\left. \left( \frac{\partial T}{\partial R} \right) \right|_{R=0} = 0, \quad t > 0 \quad (43)$$

$$k_{eff} \left. \left( \frac{\partial T}{\partial R} \right) \right|_{R=1,5} = h_{ext} (T_{ext} - T), \quad t > 0 \quad (44)$$

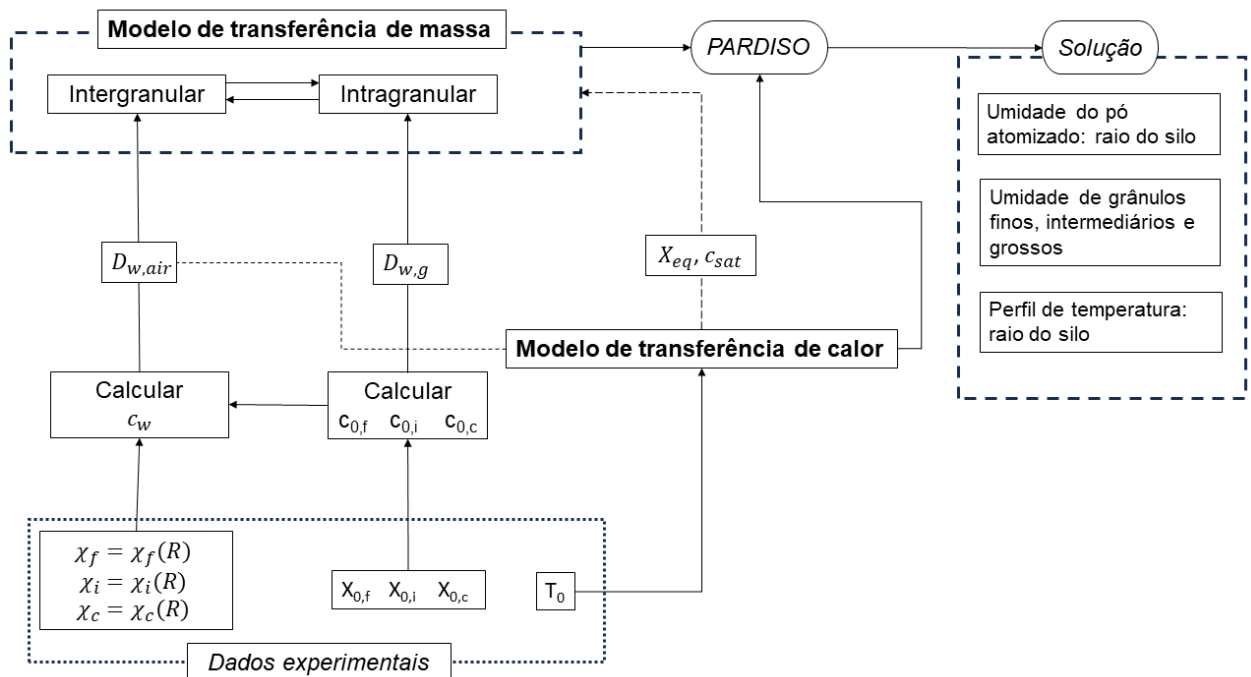
### 3.2.2.3 Configuração numérica

O método dos elementos finitos foi utilizado para resolver o conjunto de equações de transferência de massa e de calor acopladas e montadas no programa COMSOL *Multiphysics*®. Esse método numérico é amplamente aplicado, cuja solução é obtida através das seguintes etapas: discretização do domínio de cálculo em elementos; seleção de um modelo de interpolação que aproxime a solução dentro de cada elemento; obtenção da matriz característica e subsequente montagem das

equações por elemento; incorporação das condições de contorno; e solução do sistema de equações para as variáveis desconhecidas (RAO, 2018).

Elementos lineares para os modelos de transferência de calor e massa foram utilizados no domínio intergranular. Elementos lineares com distribuição de sequência de raiz cúbica foram construídos no domínio intragranular. A Figura 23 mostra a estratégia de modelagem usada para acoplar todos os fenômenos físicos considerados. As equações de balanço de massa intragranular e intergranular, bem como a equação de transferência de calor foram resolvidas de maneira segregada, cujas soluções foram obtidas alternadamente pelo algoritmo PARDISO (SCHENK; GÄRTNER, 2004). A convergência foi atingida quando o erro relativo estimado fosse menor que a tolerância relativa (0,005).

Figura 23 – Esquema resumindo a estratégia de acoplamento das equações de transferência de massa e calor.



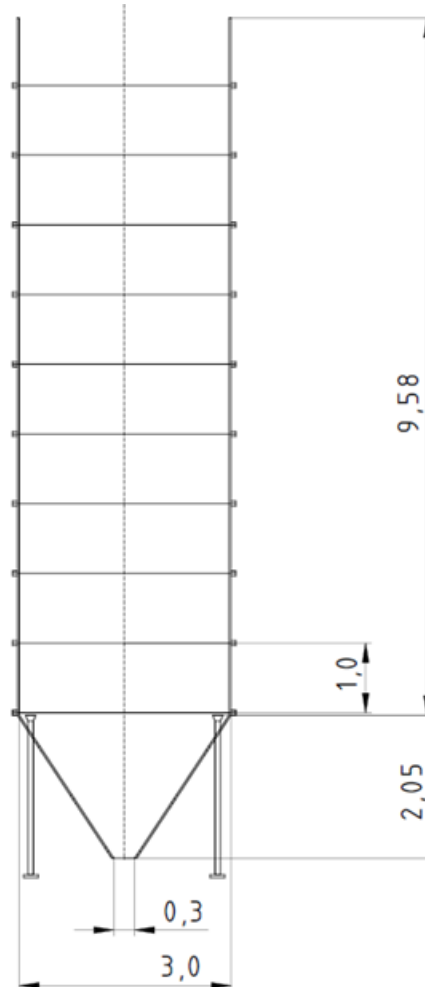
Fonte: elaborado pela autora

### 3.2.2.4 Validação

Um silo industrial (Figura 24) de 60 t a 65 t de capacidade e dimensões de aproximadamente 12 m de altura com 3 m de diâmetro interno foi monitorado durante o descarregamento depois de três tempos de estabilização: 0h de estabilização (batelada 1,  $2h \leq t \leq 10h$ ); 24h de estabilização (batelada 2,  $26h \leq t \leq 34h$ ); 48h de

estabilização (batelada 3,  $50h \leq t \leq 58h$ ). Amostras de pó atomizado de porcelanato foram coletadas a cada 2h durante o descarregamento do silo. A distribuição granulométrica do pó atomizado foi obtida, além da umidade dos grânulos finos, intermediários e grossos. As temperaturas de entrada e saída do pó foram monitoradas para a batelada 2 a cada 1 hora de operação.

Figura 24 – Esboço do silo industrial monitorado para validação do modelo. Dimensões estão em metros.



Fonte: elaborado pela autora

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este capítulo contempla inicialmente o estudo utilizado para determinação da malha na solução numérica dos modelos matemáticos. Em seguida, apresenta os resultados da determinação da isoterma de sorção de umidade realizado pelo método de sorção dinâmica de vapor, os ajustes dos modelos de isoterma de sorção de umidade aos pontos experimentais, a estimativa da entalpia de adsorção isostérica e do coeficiente de difusão efetivo da água no pó atomizado de porcelanato.

Além disso, os resultados das medições de distribuição granulométrica ao longo do raio do protótipo de silo e das simulações da redistribuição de umidade são discutidos. A avaliação dos resultados é realizada com base nos dados medidos no silo industrial.

### 4.1 ANÁLISE DE INDEPENDÊNCIA DE MALHA

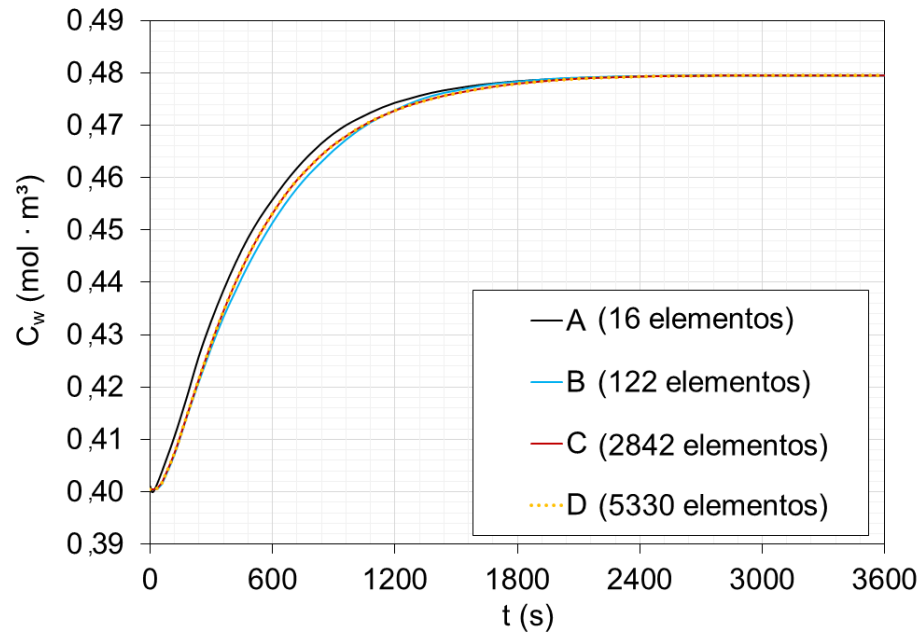
A análise de malha foi realizada em dois momentos: o primeiro estudo de malha refere-se àquela utilizada na solução do modelo de transferência de massa aplicado na determinação do coeficiente de difusão efetivo (seção 3.1.5). O segundo estudo de malha refere-se àquela utilizada na solução do modelo de redistribuição de umidade no silo (seção 3.2.2).

#### 4.1.1 Estudo de malha 1

Quatro malhas (A, B, C e D) foram construídas para comparar a evolução da concentração de água no centro do grânulo com o tempo, como mostrado na Figura 25. Todas as malhas foram não estruturadas, geradas por elementos triangulares a diferentes níveis de refinamento (A: 16 elementos, B: 122 elementos, C: 2842 elementos e D: 5330 elementos).

A Figura 25 mostra a análise das malhas para a simulação na condição de 20 °C e 0,5 de atividade de água. A malha C foi a mais adequada, pois mais refino gerou o mesmo resultado. Procedimento similar foi realizado nas outras condições de simulação a 40 °C e a 50 °C. A qualidade média do elemento em relação a distorção geométrica foi de 0,9193, o que indica elementos triangulares menos distorcidos e uma boa acurácia da solução.

Figura 25 – Progressão da concentração de água no centro do grânulo para o estudo de malha.

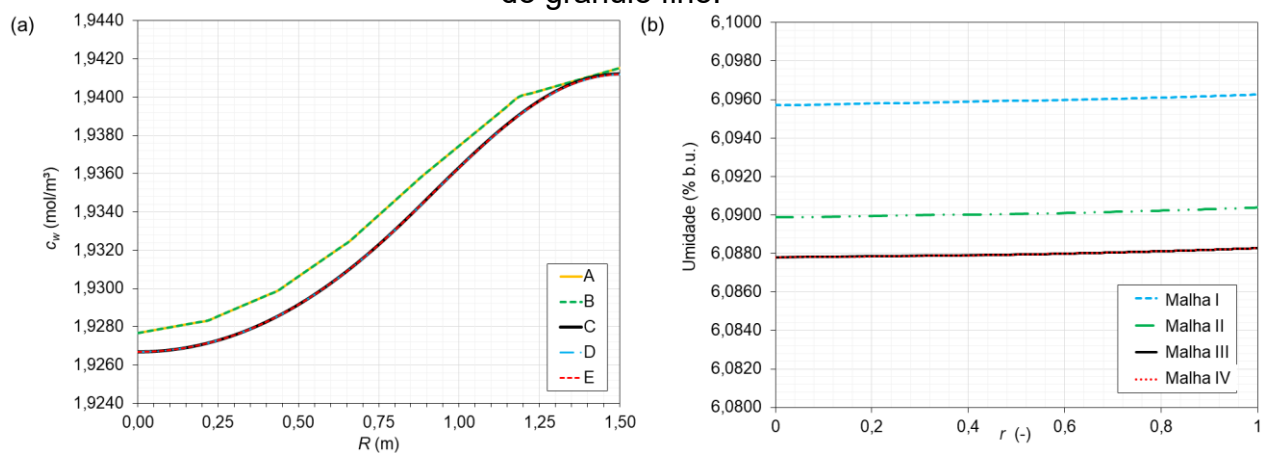


Fonte: elaborado pela autora

#### 4.1.2 Estudo de malha 2

Cinco malhas regularmente distribuídas foram testadas para o domínio representativo do raio do silo: A (6 elementos), B (30 elementos), C (102 elementos), D (1002 elementos) e E (5010 elementos). As malhas I (3 elementos), II (6 elementos), III (12 elementos) e IV (18 elementos) foram testadas para o domínio intragranular, cuja distribuição tinha o padrão de sequência de raízes cúbicas.

Figura 26 – Estudo de malha em  $t = 60$  h para: (a) raio do silo e (b) raio adimensional do grânulo fino.



Fonte: elaborado pela autora



Resultados da concentração de água no espaço intergranular ao longo do raio do silo em  $t = 60\text{h}$  foram comparados entre si, como mostrado na Figura 26a. A variação de umidade tem um intervalo muito estreito para esse problema, por isso é importante representar o perfil com precisão, já que o modelo é sensível a pequenas mudanças na concentração de água. Através do estudo de malha, ficou evidente que a malha C produziu resultados independentes com custo de processamento computacional mínimo. A Figura 26b revelou que a malha III foi apropriada, gerando o mesmo perfil de umidade no raio adimensional dos grânulos finos que a malha IV. Resultados similares foram obtidos para os grânulos intermediários e grossos, de modo que a malha intragranular III foi utilizada para todos os tamanhos.

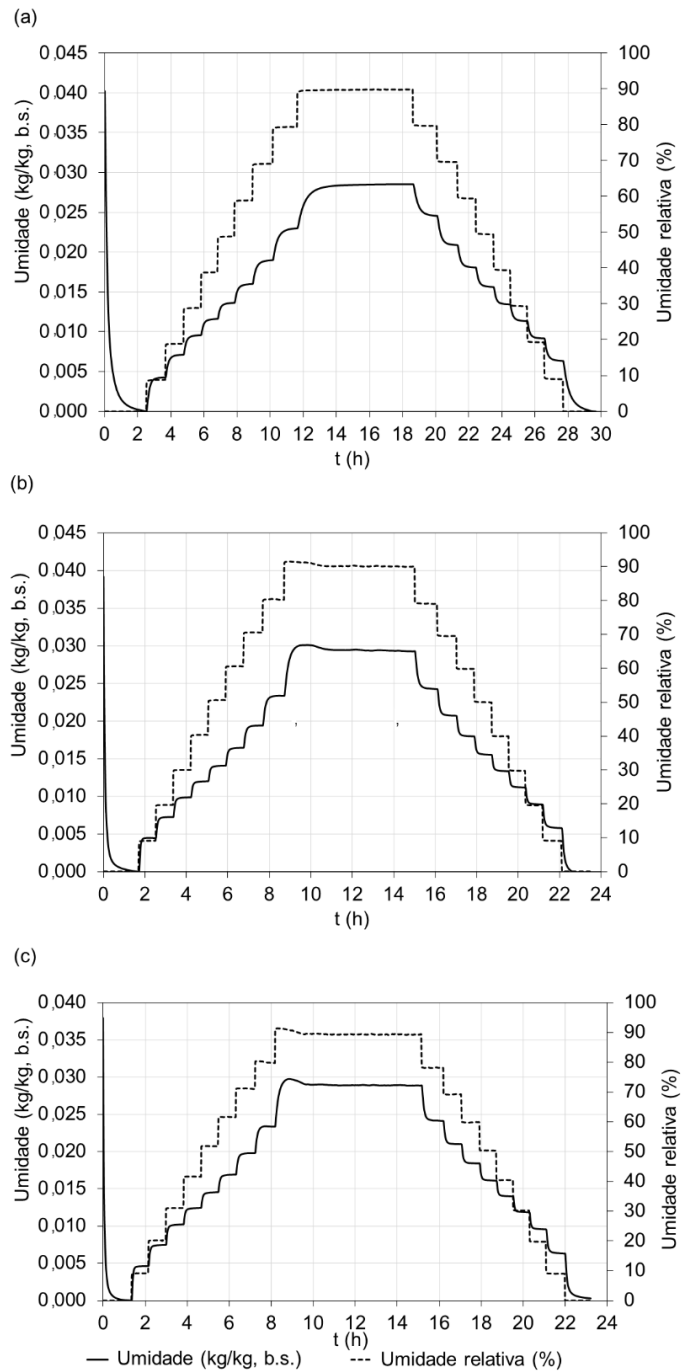
#### 4.2 PROPRIEDADES DO PÓ ATOMIZADO DE PORCELANATO

Os resultados experimentais das isotermas para cada ciclo de adsorção-dessorção é mostrado na Figura 27. Nas primeiras horas, o material foi completamente seco e a massa da amostra seca serviu como a referência de cada corrida experimental realizada. Para temperatura de  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , a massa de referência foi de  $53,811\text{ g}$ , com tempo de secagem de  $2,5\text{ horas}$ . Para a temperatura de  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ , a secagem durou  $1,7\text{ horas}$  e a massa de referência foi igual a  $47,239\text{ g}$ . Para a temperatura de  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ , o tempo de secagem foi de  $1,4\text{ horas}$  e massa de referência de  $62,529\text{ g}$ .

O tempo total do ciclo de adsorção/dessorção foi de  $29,8\text{ horas}$  a  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $23,5\text{ horas}$  a  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $23,2\text{ horas}$  a  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ . É possível observar que o equilíbrio foi alcançado para todos os níveis de umidade relativa, confirmando que o critério estabelecido (variação de massa inferior a  $0,001\%$ ) foi suficiente para a correta determinação dos pontos de equilíbrio. A adição de  $300\text{ minutos}$  para umidade relativa de  $90\%$  assegurou que o ponto de equilíbrio fosse corretamente determinado, especialmente para temperaturas de  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

A diferença entre a massa medida no equilíbrio para cada umidade relativa e a massa de referência foi calculada para todas as temperaturas, resultando nos pontos experimentais do gráfico de umidade de equilíbrio por atividade de água (isotermas mostradas na seção 4.2.1).

Figura 27 – Medidas de equilíbrio entre o vapor de água e pó atomizado de porcelanato a três temperaturas: (a) 20 °C (b) 40 °C e (c) 50 °C.



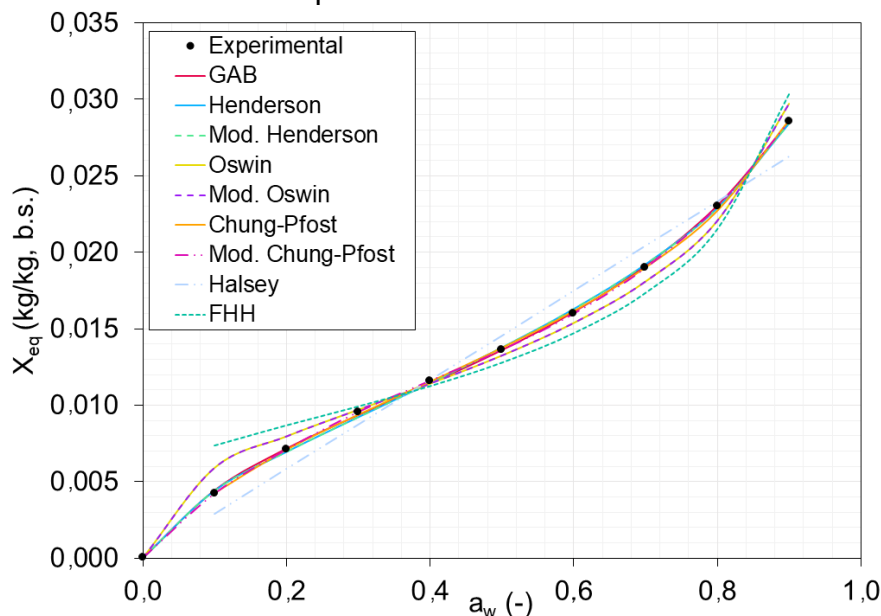
Fonte: elaborado pela autora

#### 4.2.1 Isoterma de sorção

Os dados de equilíbrio foram representados na Figura 28 para cada umidade relativa, resultando nos pontos experimentais que serviram para ajuste das isotermas

de sorção. Os modelos de isoterma ajustados são mostrados na Figura 28. De acordo com a classificação de isotermas de fisissorção, a isoterma de equilíbrio da água no pó atomizado de porcelanato apresentou um formato do tipo II (THOMMES *et al.*, 2015). A transição para a formação de monocamada para multicamada foi gradual, indicando a ocorrência de sobreposição das etapas na cobertura da superfície do sólido. O gráfico da Figura 28 também destaca que os modelos de FHH, Oswin, Oswin modificado e Halsey não se ajustaram tão bem aos dados experimentais quanto os outros modelos. Tendência similar seguida nas temperaturas de 40 °C e 50 °C.

Figura 28 – Modelos de isoterma de sorção de umidade ajustados aos dados experimentais a 20 °C.



Fonte: elaborado pela autora

É válido destacar que para fins de aplicabilidade do modelo de isoterma na modelagem de redistribuição de umidade no silo (indicado na seção 3.2.2.1.2), a isoterma de Oswin e sua versão modificada apresentaram uma vantagem de estabilidade numérica durante a solução do sistema de equações, ao custo de um pequeno aumento do desvio do modelo em relação aos pontos experimentais. A isoterma de Oswin e sua versão modificada se ajustaram melhor aos pontos experimentais para valores de atividade de água intermediários (0,3 e 0,4) e também mais elevados (acima de 0,8) quando comparado ao intervalo de atividade de água menores que 0,2. Através de observação na operação cotidiana, sabe-se que o ar

dentro do silo industrial está próximo a saturação e, portanto, o modelo de isoterma escolhido não comprometeu o modelo de redistribuição de umidade.

Uma análise estatística mais detalhada é mostrada na Tabela 2, cuja qualidade de ajuste é medida em termos da soma dos erros quadráticos (SSE), raiz quadrada do erro médio (RMSE) e coeficientes de determinação ( $R^2$ ). Os modelos de GAB, Chung-Pfost e Henderson (e as versões modificadas) se ajustaram consistentemente bem aos dados experimentais para todas as temperaturas.

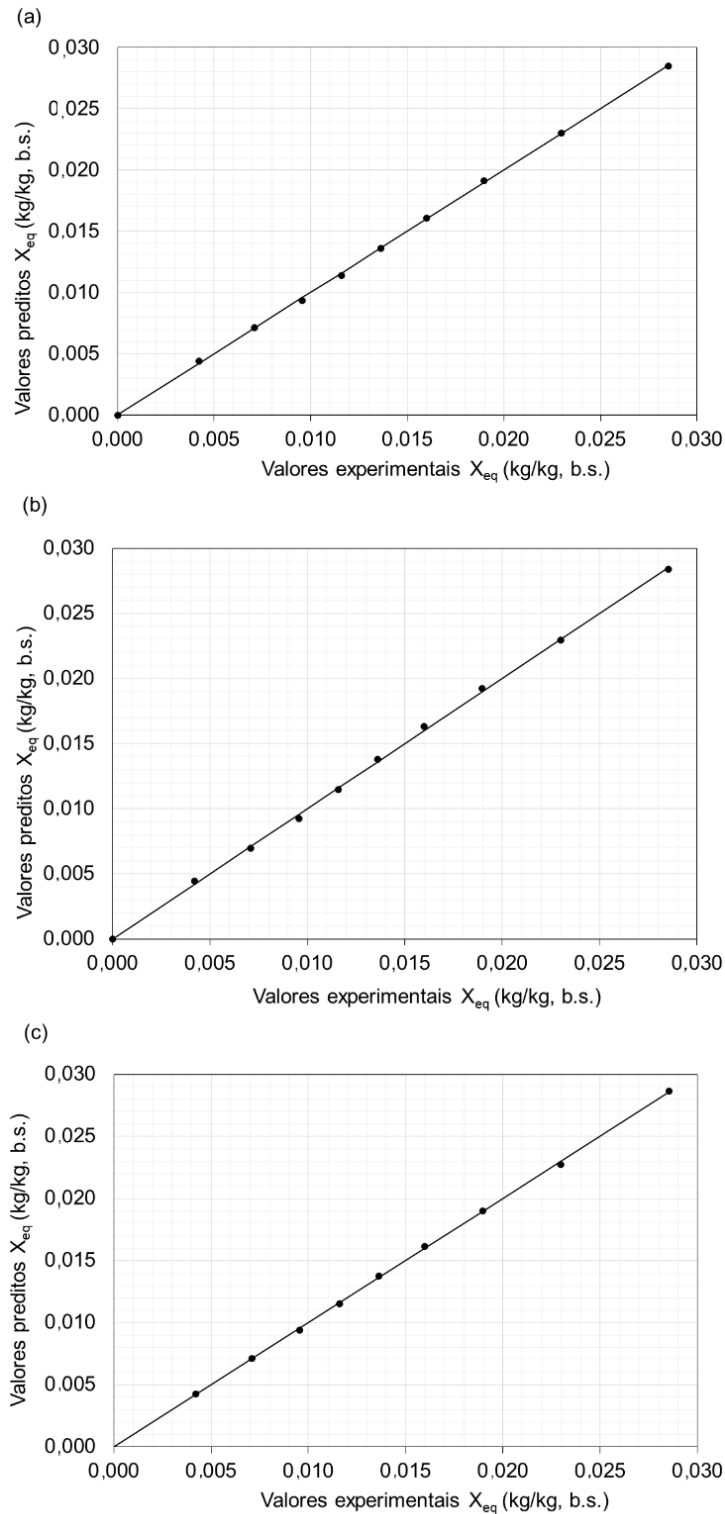
Tabela 2 – Valores dos parâmetros ajustados e parâmetros estatísticos de cada modelo testado a 20 °C, 40 °C e 50 °C.

Modelo	T (°C)	Parâmetros de ajuste			Qualidade de ajuste		
		A, $X_m$	B, K	n, r, C	SSE	$R^2$	RMSE
Henderson	20	$8,375 \times 10^2$	–	1,656	$4 \times 10^{-7}$	0,9994	$2 \times 10^{-4}$
	40	$8,577 \times 10^2$	–	1,673	$4 \times 10^{-7}$	0,9994	$2 \times 10^{-4}$
	50	$1,146 \times 10^3$	–	1,751	$3 \times 10^{-7}$	0,9996	$2 \times 10^{-4}$
Oswin	20	$1,325 \times 10^{-2}$	–	$3,678 \times 10^{-1}$	$7 \times 10^{-6}$	0,9894	$8 \times 10^{-4}$
	40	$1,363 \times 10^{-2}$	–	$3,649 \times 10^{-1}$	$7 \times 10^{-6}$	0,9904	$8 \times 10^{-4}$
	50	$1,396 \times 10^{-2}$	–	$3,502 \times 10^{-1}$	$9 \times 10^{-6}$	0,9872	$9 \times 10^{-4}$
Halsey	20	$3,398 \times 10^1$	–	$9,977 \times 10^{-1}$	$1 \times 10^{-5}$	0,9710	$1 \times 10^{-3}$
	40	$3,505 \times 10^1$	–	1,012	$2 \times 10^{-5}$	0,9697	$2 \times 10^{-3}$
	50	$4,319 \times 10^1$	–	1,068	$1 \times 10^{-5}$	0,9759	$1 \times 10^{-3}$
Henderson Modificada	20	2,857	$3,000 \times 10^{-5}$	1,656	$4 \times 10^{-7}$	0,9994	$2 \times 10^{-4}$
	40	2,738	$3,192 \times 10^{-5}$	1,673	$4 \times 10^{-7}$	0,9994	$2 \times 10^{-4}$
	50	3,548	$3,192 \times 10^{-5}$	1,751	$3 \times 10^{-7}$	0,9996	$2 \times 10^{-4}$
Oswin Modificada	20	$2,191 \times 10^{-3}$	$5,527 \times 10^{-4}$	$3,678 \times 10^{-1}$	$7 \times 10^{-6}$	0,9894	$8 \times 10^{-4}$
	40	$7,607 \times 10^{-3}$	$1,506 \times 10^{-4}$	$3,649 \times 10^{-1}$	$7 \times 10^{-6}$	0,9904	$8 \times 10^{-4}$
	50	$7,607 \times 10^{-3}$	$1,270 \times 10^{-4}$	$3,502 \times 10^{-1}$	$9 \times 10^{-6}$	0,9872	$9 \times 10^{-4}$
Chung-Pfost	20	$3,523 \times 10^{-2}$	$7,899 \times 10^{-3}$	1,869	$2 \times 10^{-7}$	0,9997	$1 \times 10^{-4}$
	40	$4,122 \times 10^{-2}$	$8,039 \times 10^{-3}$	1,880	$9 \times 10^{-8}$	0,9998	$1 \times 10^{-4}$
	50	$4,262 \times 10^{-2}$	$7,876 \times 10^{-3}$	1,941	$5 \times 10^{-7}$	0,9991	$2 \times 10^{-4}$
Chung-Pfost Modificada	20	$8,646 \times 10^2$	$1,986 \times 10^2$	$1,266 \times 10^2$	$2 \times 10^{-7}$	0,9997	$2 \times 10^{-4}$
	40	$8,887 \times 10^2$	$1,806 \times 10^2$	$1,244 \times 10^2$	$9 \times 10^{-8}$	0,9998	$1 \times 10^{-4}$
	50	$8,947 \times 10^2$	$1,576 \times 10^2$	$1,270 \times 10^2$	$5 \times 10^{-7}$	0,9991	$3 \times 10^{-4}$
FHH	20	$1,080 \times 10^{-2}$	–	2,181	$2 \times 10^{-5}$	0,9541	$2 \times 10^{-3}$
	40	$1,191 \times 10^{-2}$	–	2,494	$3 \times 10^{-5}$	0,9427	$2 \times 10^{-3}$
	50	$1,147 \times 10^{-2}$	–	2,285	$3 \times 10^{-5}$	0,9473	$2 \times 10^{-3}$
GAB	20	$1,053 \times 10^{-2}$	$7,252 \times 10^{-1}$	8,181	$2 \times 10^{-7}$	0,9998	$1 \times 10^{-4}$
	40	$1,073 \times 10^{-2}$	$7,256 \times 10^{-1}$	8,580	$3 \times 10^{-7}$	0,9996	$2 \times 10^{-4}$
	50	$1,156 \times 10^{-2}$	$6,936 \times 10^{-1}$	8,340	$3 \times 10^{-7}$	0,9995	$2 \times 10^{-4}$

Fonte: elaborado pela autora

A Figura 29 mostra que os valores previstos de umidade de equilíbrio estão em concordância com os pontos experimentais.

Figura 29 – Valores experimentais e previstos da umidade de equilíbrio a 20 °C para os modelos (a) GAB, (b) Henderson e (c) Chung-Pfost.



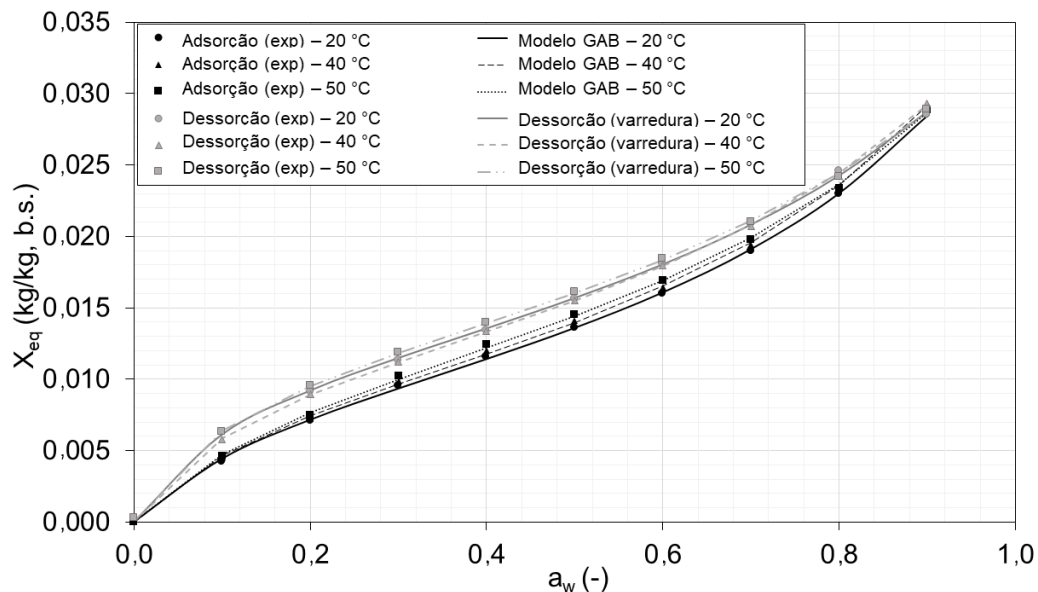
Fonte: elaborado pela autora

A seleção de um modelo que represente os dados experimentais adequadamente deve ser feita considerando aspectos como a qualidade de ajuste, simplicidade algébrica, bem como a interpretação física dos resultados. Devido a

aplicação em um grande intervalo de atividade de água e a capacidade de interpretação física dos parâmetros, o modelo GAB foi escolhido para representar os pontos experimentais a 20 °C, 40 °C e 50 °C na Figura 30.

$X_{mGAB}$  indica o conteúdo de umidade cuja primeira camada de moléculas de água cobre a superfície do sólido, formando uma monocamada fortemente ligada aos sítios ativos. O valor de umidade de monocamada se manteve praticamente constante com a temperatura. Além do valor médio de 0,0109 kg·kg<sup>-1</sup> (b.s.), as moléculas de água apresentam menor interação com a superfície, formando uma multicamada com níveis de energia entre a monocamada e a fase *bulk*.  $C_{GAB}$  mede a força da ligação entre as moléculas da multicamada e os sítios ativos, enquanto  $K_{GAB}$  fornece informação a respeito da estrutura da multicamada (MOZAFFARI MAJD *et al.*, 2022). Os valores de  $C_{GAB}$  e  $K_{GAB}$  (respectivamente, 8,37 e 0,71) indicam a presença de monocamada e de uma multicamada estruturada, cujas moléculas de água diferem da fase *bulk*.

Figura 30 – Pontos experimentais de adsorção/dessorção e modelo GAB ajustado a 20 °C, 40 °C e 50 °C.



Fonte: elaborado pela autora

Os parâmetros avaliados para o pó atomizado de porcelanato mostraram-se coerentes com base em resultados previamente publicados para materiais argilosos. Para uma variedade de três argilas e temperaturas de 40 °C, 50 °C e 60 °C, o conteúdo de umidade de monocamada variou entre 0,0138 e 0,0282 kg·kg<sup>-1</sup> (b.s.),  $C_{GAB}$  entre

7,012 e 9,217 e  $K_{GAB}$  variou entre 0,8217 e 0,8906 (CHEMKHI; ZAGROUBA, 2005). Os parâmetros da isoterma de adsorção foram estimados como  $X_{mGAB} = 0,01 - 0,07$  kg·kg<sup>-1</sup> (b.s.),  $C_{GAB} = 4 - 20$  e  $K_{GAB} = 0,7 - 0,8$ , dependendo do conteúdo de bentonita nas amostras (AKIN; LIKOS, 2020). Hammouda e Mihoubi (2014) calcularam os parâmetros do modelo GAB como  $X_{mGAB} = 0,0034 - 0,0108$  kg·kg<sup>-1</sup> (b.s.),  $C_{GAB} = 9,212 - 160,3$  e  $K_{GAB} = 0,876 - 0,954$  a 30 °C, 50 °C e 70 °C. Além disso, todas as referências supracitadas reportaram isoterma do tipo II, de acordo com a classificação de Thommes *et al.* (2015).

O tamanho do grânulo pode exercer alguma influência na quantidade de água adsorvida, especialmente se a composição e a estrutura dos poros variam com a dimensão (MAJKA; ROGOZIŃSKI; OLEK, 2019; MURRIETA-PAZOS *et al.*, 2014; YEŞILBAŞ; BOILY, 2016). No caso do pó atomizado de porcelanato foi verificado que a cavidade do grânulo é maior em grânulos entre 400 µm e 500 µm quando comparada com a cavidade de grânulos entre 100 µm e 200 µm, de modo que outras características morfológicas e estruturais não apresentaram variação com o tamanho (AMORÓS *et al.*, 2008). Dessa forma, é possível que a isoterma de sorção de umidade do pó atomizado de porcelanato não seja drasticamente afetada se a composição for semelhante e o tamanho dos grânulos estiver no intervalo entre 100 µm e 500 µm.

Duas características podem ser observadas no ciclo de sorção/dessorção mostrado na Figura 30: um crescimento rápido da adsorção de água durante a formação da monocamada ( $0\% \leq UR \leq 20\%$ ); e uma taxa de adsorção moderada por uma grande faixa de umidade relativa, quando ocorre a formação de multicamada. O aumento abrupto da adsorção de água devido a condensação capilar não foi observado experimentalmente, mas os modelos são capazes de fornecer informações a respeito do estado da água no material nas faixas de alta umidade relativa.

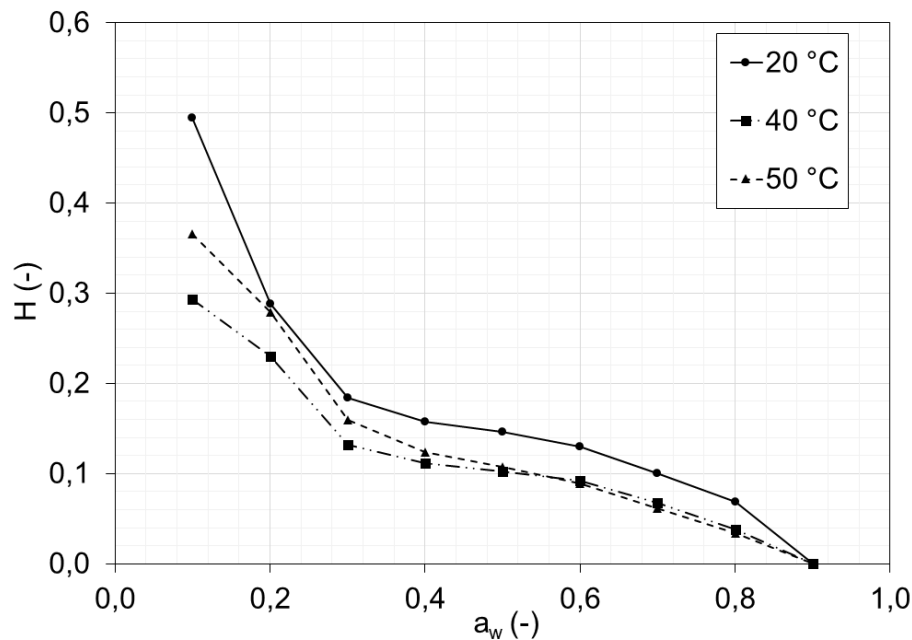
A etapa de dessorção não foi iniciada a partir do sólido saturado, sendo referida como uma curva de varredura (FREDRIKSSON; THYBRING, 2018; VELASCO *et al.*, 2016). O pó atomizado de porcelanato apresentou histerese em toda a extensão de umidade relativa investigada. Pelo fato de a curva de varredura ser analisada, a redução da histerese observada em umidade acima de 80% pode ter sido subestimada. Em cada umidade relativa, a histerese entre a isoterma de adsorção e a curva de dessorção foi calculada como uma diferença relativa e escrita como a Equação (45), onde  $X_{ed,d}$  é o conteúdo de umidade de dessorção e  $X_{eq,a}$  é a umidade

de adsorção. A curva resultante é mostrada na Figura 31 (FREDRIKSSON; THYBRING, 2018).

$$H = (X_{ed,d} - X_{eq,a}) / X_{eq,a} \quad (45)$$

Um comportamento não linear é esperado quando a isoterma de dessorção é calculada a partir de uma curva de varredura (FREDRIKSSON; THYBRING, 2018). Nesse caso, a dessorção começa a partir de uma alta umidade relativa obtida durante a fase de adsorção, quando a isoterma de dessorção deve ser obtida a partir do material saturado. Em geral, a histerese reduziu à medida que a temperatura aumentou, apesar da higroscopicidade do material não ter se alterado de forma substancial.

Figura 31 – Histerese relativa de sorção a 20 °C, 40 °C e 50 °C.



Fonte: elaborado pela autora

#### 4.2.2 Adsorção de umidade e saturação de poros

O estado da água no pó atomizado de porcelanato pode ser investigado através do conceito de saturação expresso como a Equação (46), que é a razão entre o volume total de poros ocupado pela água e o volume total de poros no pó (MA *et al.*, 2020).



$$S_w = V_w / (\varepsilon_t V_t) \quad (46)$$

onde,  $S_w$  é a saturação de água,  $V_w$  é o volume da água nos poros,  $V_t$  é o volume total dos poros e  $\varepsilon_t$  é a porosidade total, que inclui os tipos intergranular e intragranular. Existem diferentes tipos de porosidade relacionados ao material sendo investigado, que foram descritos e experimentalmente quantificados (SOLDATI *et al.*, 2018b). Um poro intergranular contribui para a macroporosidade do material, e depende da eficiência de empacotamento dos grânulos. Um poro intragranular é subdividido em duas categorias: a microporosidade intragranular inclui poros com grandeza entre 0,01 a 1,0  $\mu\text{m}$ ; a macroporosidade intragranular consiste em uma cavidade quase-esférica conectada à superfície do grânulo por uma estrutura de funil.

O volume total de poros e a porosidade total foram experimentalmente determinadas por Soldati *et al.* (2018b) como sendo aproximadamente 0,30 para a porosidade intergranular, 0,15 para a macroporosidade intragranular e 0,15 para a microporosidade intragranular, totalizando uma porosidade igual a 0,60. A saturação de água no pó atomizado pode então ser relacionada ao conteúdo de umidade  $X_{eq}$  pela Equação (47), onde  $\rho_s$  é a massa específica da matriz sólida, igual a 2650  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$  (SOLDATI *et al.*, 2018a) e  $\rho_w$  é a massa específica da água (1000  $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$ ).

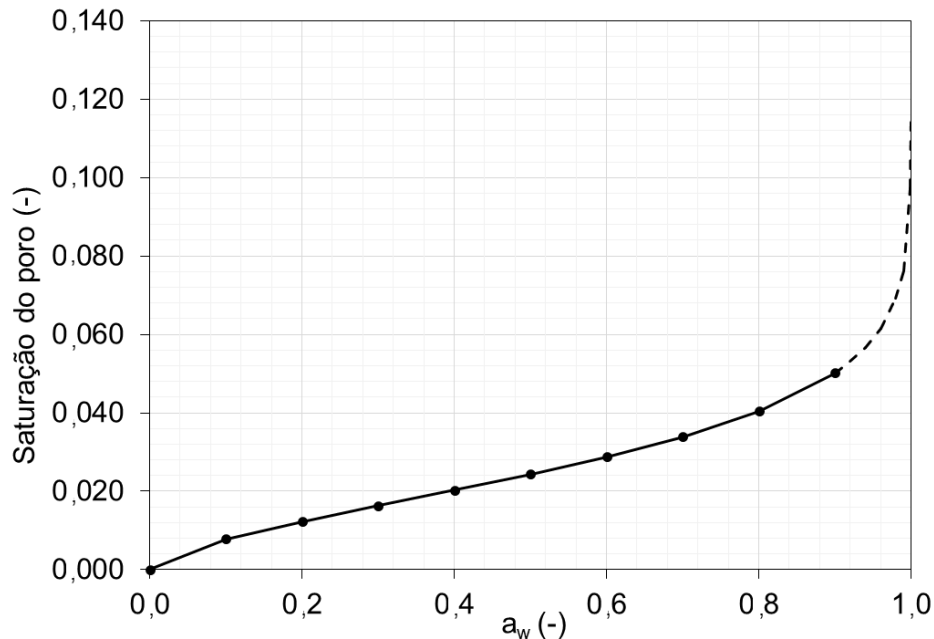
$$S_w = [X_{eq}\rho_s(1 - \varepsilon_t)] / (\varepsilon_t\rho_w) \quad (47)$$

A Figura 32 mostra a relação entre a saturação da água nos poros e a atividade de água a 20 °C. A pressões relativas maiores que 0,9, o modelo de Henderson foi extrapolado e foi possível verificar um aumento acentuado na saturação do poro aproximadamente a partir de 98% de umidade relativa, o que indica o efeito da condensação capilar.

O vapor de água condensa dentro dos poros a pressões menores que a pressão de saturação da fase *bulk*. A umidade relativa é referida como higroscópica entre valores de 0% a 98% e como super-higroscópica quando atinge valores acima de 98%. Essa distinção reflete como a água é absorvida: no intervalo higroscópico, a histerese é controlada pelas forças superficiais e a hidratação de grupos químicos presentes na superfície da fase sólida; na região super-higroscópica, a histerese ocorre devido a heterogeneidade estrutural dos poros que altera a curvatura do

menisco formado durante a mudança de fase (SANG; LIU; ELSWORTH, 2019; THOMMES *et al.*, 2015).

Figura 32 – Atividade de água *versus* a saturação nos poros do pó atomizado de porcelanato a 20 °C. A linha tracejada representa a saturação do poro estimada do modelo de Henderson extrapolado.



Fonte: elaborado pela autora

Visto que a umidade média do pó atomizado de porcelanato é de 7,5% em condições de armazenamento, a saturação dos poros é de aproximadamente 13%. Esse resultado confirma que a água é contida nos microporos dos grânulos. A

Figura 33 mostra um esboço da estrutura porosa e o estado da água nesse espaço durante a adsorção.

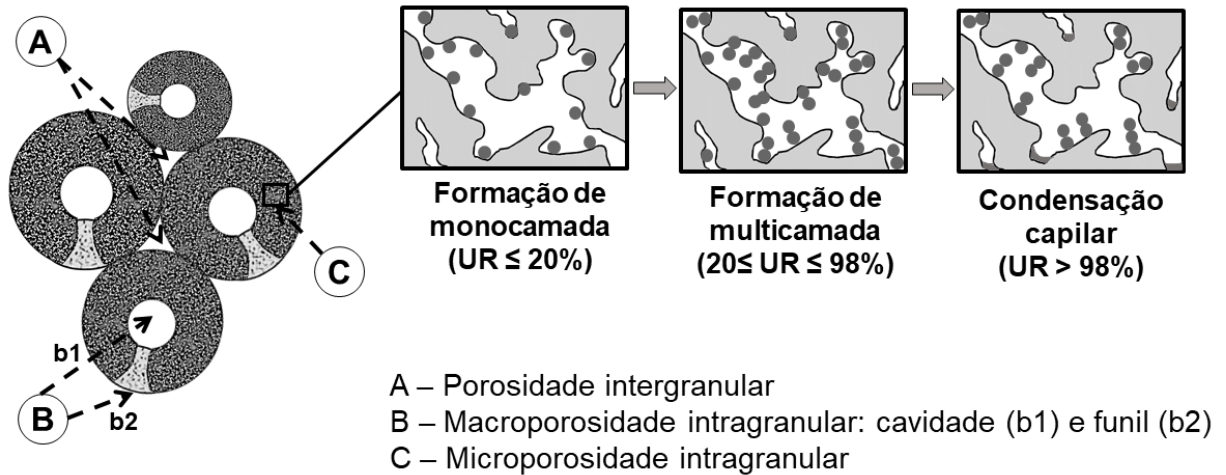
O comportamento da água durante a condensação capilar é melhor descrito pela equação de Kelvin, escrita como a Equação (48). Combinada com a equação de Laplace, escrita como a Equação (49), a pressão capilar  $P_c$  pode ser estimada como a Equação (50) (MA *et al.*, 2020). Assim, a relação entre a pressão capilar e a saturação no poro é exibida na Figura 34.

$$R_{gas}T \ln(P/P_0) = (2\gamma V_m)/r_d \quad (48)$$

$$P_c = (2\gamma)/r_d \quad (49)$$

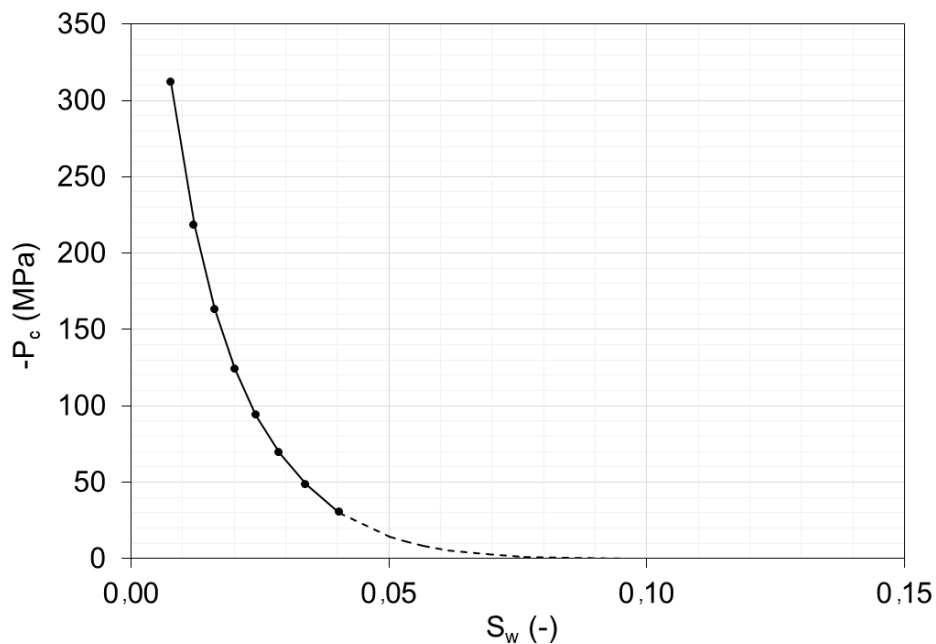
$$P_c = [(R_{gas}T)/V_m] \ln(P/P_0) \quad (50)$$

Figura 33 – Esquema da estrutura porosa típica do pó atomizado de porcelanato e o estado da água durante a adsorção.



Fonte: adaptado de Soldati *et al.* (2018b)

Figura 34 – Pressão capilar *versus* saturação de poro.



Fonte: elaborado pela autora

Nas Equações (48), (49) e (50),  $R_{gas}$  é a constante universal dos gases,  $T$  é a temperatura,  $V_m$  é o volume molar da água,  $r_d$  é o raio da gota de água,  $\gamma$  é a tensão interfacial,  $P$  é a pressão de vapor da água no material e  $P_0$  é a pressão de vapor da água pura.

O gráfico da Figura 34 representa a variação da pressão capilar com a saturação da água. Como esperado, a pressão capilar atinge altos valores de sucção, fato que explica a presença de histerese, uma vez que é mais difícil para as moléculas de água deixarem a superfície sólida.

#### 4.2.3 Entalpia de adsorção isostérica

A Figura 35 mostra a variação linear do logaritmo da entalpia de adsorção isostérica com o conteúdo de umidade. Devido a maior simplicidade de manipulação algébrica e qualidade de ajuste, o modelo de Chung-Pfost foi usado para calcular o calor isostérico. Os altos valores negativos de entalpia de adsorção isostérica em baixa atividade de água são relacionados a maior afinidade entre os sítios na superfície do sólido e as primeiras moléculas de água a ocupá-los. Em seguida, a água é adsorvida em sítios menos acessíveis, reduzindo a energia liberada à medida que mais moléculas são adsorvidas.

O decaimento exponencial típico da entalpia de adsorção isostérica com a umidade é descrito pela Equação (51), determinada por meio do ajuste linear dos pontos mostrados na Figura 35 ( $R^2 = 0,998$ ):

$$\ln(-\Delta H_{n,st}) = -98,6X_{eq} + 1,86 \quad (51)$$

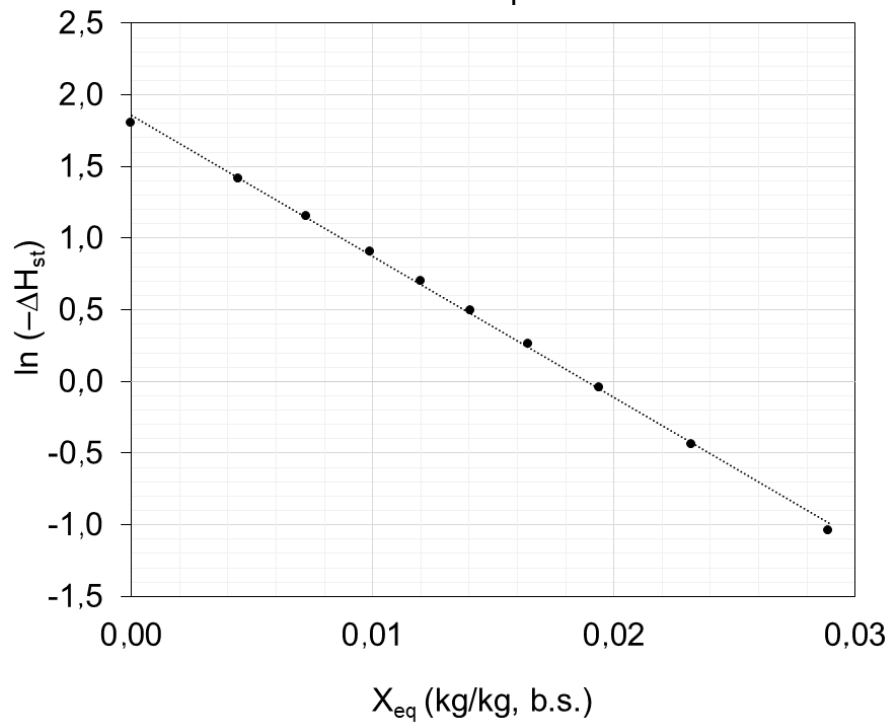
Ou, na forma exponencial, como a Equação (52):

$$-\Delta H_{n,st} = 6,42e^{-98,6X_{eq}} \quad (52)$$

A entalpia de adsorção quando a cobertura da superfície tende a zero foi estimada como aproximadamente  $6,4 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ , reduzindo a  $0,4 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  para conteúdo de umidade de  $0,0289 \text{ kg}\cdot\text{kg}^{-1}$  (em base seca). Valores similares foram estimados para argila tunisina ( $0,5$  a  $6,09 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ) (JHIDER; BAGANÉ, 2019). A energia necessária para remover a monocamada de água adsorvida foi de  $2,27 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ,  $2,23 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  e  $2,05 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  a  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $40 \text{ }^\circ\text{C}$  e  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ , respectivamente. À medida que os poros são preenchidos, a entalpia de adsorção isostérica líquida tende a zero, indicando que as moléculas de água têm a energia de interação como a de água livre (entalpia de condensação, no caso de adsorção e entalpia de vaporização, no caso da dessorção).

O baixo valor de entalpia de adsorção confirma que os grânulos de porcelanato têm baixa higroscopicidade. Isso explica o motivo pelo qual os poros intragranulares não estejam saturados de água mesmo quando a umidade relativa do ar é elevada.

Figura 35 – Ajuste linear da variação da entalpia de adsorção isostérica líquida com a umidade de equilíbrio.



Fonte: elaborado pela autora

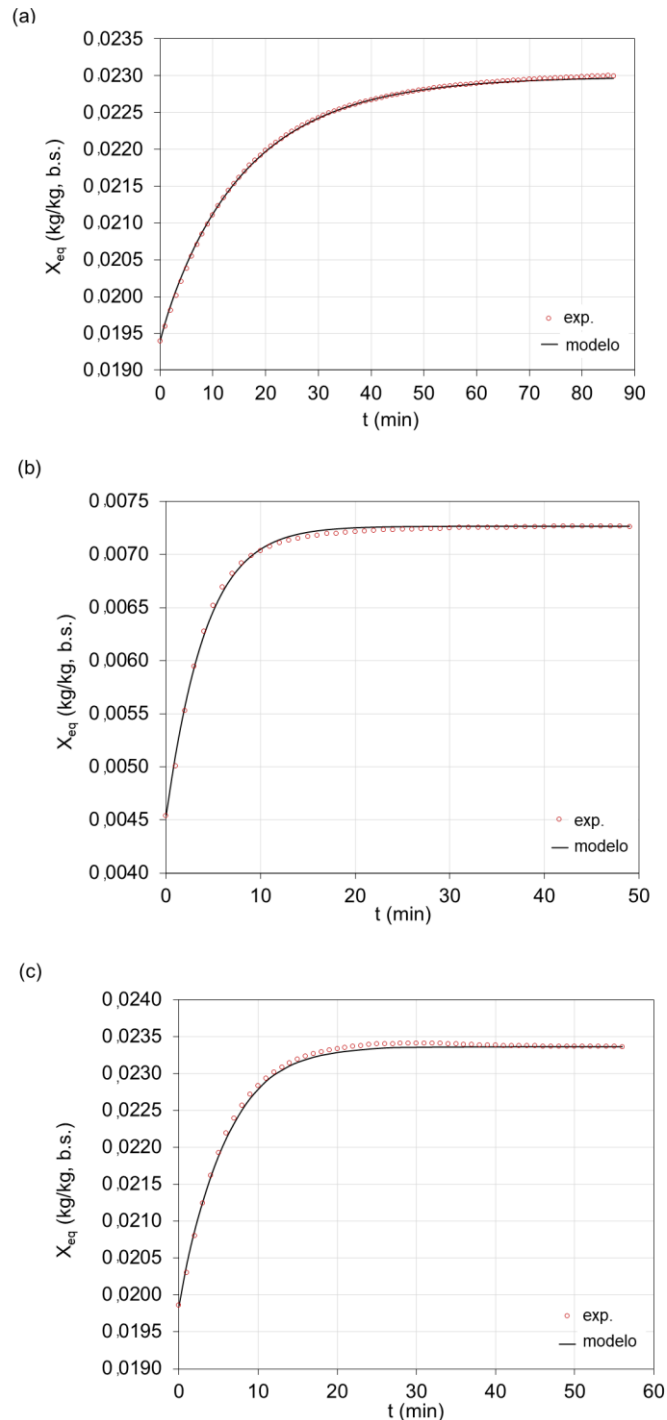
#### 4.2.4 Coeficiente de difusão efetivo

Os coeficientes de difusão de umidade do pó atomizado de porcelanato a 20 °C, 40 °C e 50 °C foram estimados pelo método de mínimos quadrados para umidades relativas entre 0% e 90% usando os dados gerados pelo método de sorção dinâmica de vapor mostrados na Figura 27. O coeficiente de correlação para cada umidade relativa variou entre 0,9812 e 0,9998 a 20 °C, 0,8812 a 0,9981 a 40 °C e 0,8625 e 0,9987 a 50 °C. A Figura 36 mostra os melhores ajustes para cada temperatura: UR = 80% a 20 °C, UR = 20% a 40 °C e UR = 80% a 50 °C.

O coeficiente convectivo de transferência de massa médio do grânulo esférico foi estimado como  $3,9 \times 10^{-4} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  a 20 °C,  $2,5 \times 10^{-4} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  a 40 °C e  $1,9 \times 10^{-4} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  a 50 °C. A camada do gás de transporte ( $\text{N}_2$ ) envolto no grânulo gera uma resistência externa que afeta a adsorção de umidade pela amostra. O valor depende do

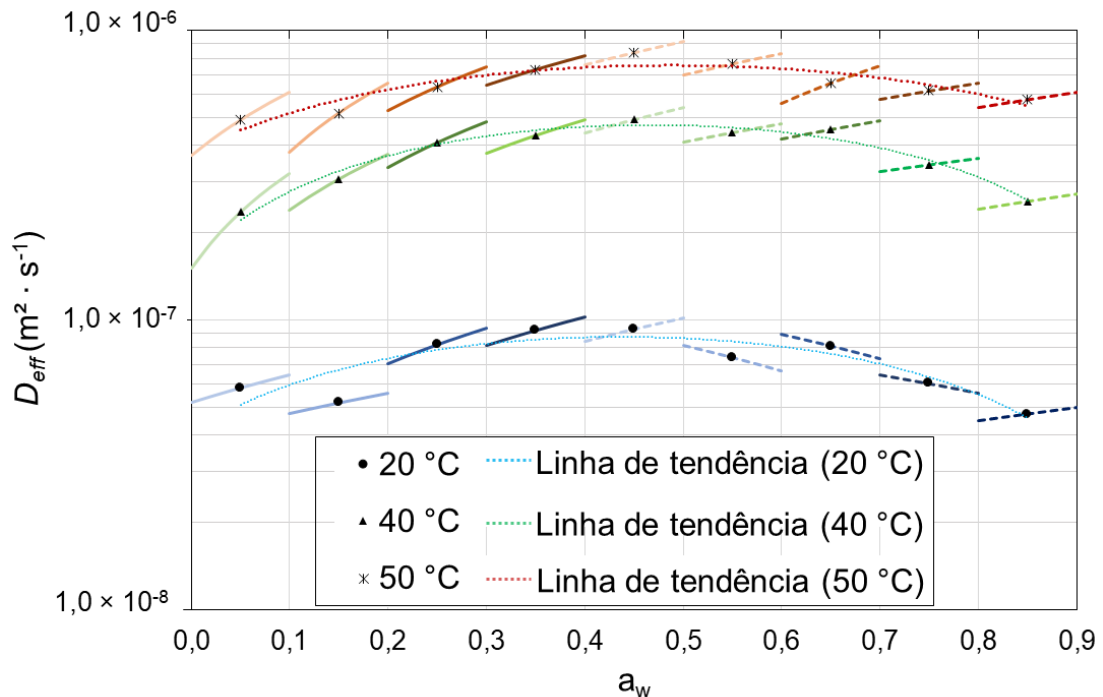
escoamento em torno da geometria da amostra. Por exemplo, a resistência externa foi estimada como  $8 \times 10^{-3} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  para um tecido em forma de placa plana (THORELL; WADSÖ, 2018). A Figura 37 mostra os coeficientes de difusão efetivos estimados em função da atividade de água.

Figura 36 – Melhores ajustes da solução da equação de transferência de massa: (a) UR = 80 % a 20 °C, (b) UR = 20 % a 40 °C e (c) UR = 80 % a 50 °C.



Fonte: elaborado pela autora

Figura 37 – Coeficiente de difusão efetivo ( $D_{eff}$ ) do grânulo de porcelanato a 20 °C, 40 °C e 50 °C. As linhas entre intervalos de 0,1 de atividade de água representam a variação linear de  $D_{eff}$  em cada passo, com os pontos representando a média.



Fonte: elaborado pela autora

Cada passo mostra a variação linear do coeficiente de difusão dentro dos respectivos intervalos de atividade de água. Cada linha representa a Equação (4) com coeficientes  $b_1$  e  $c_1$  determinados pelo método de mínimos quadrados. A variação do coeficiente de difusão foi pequena para o passo de umidade relativa considerado (10%), indicando que a atividade de água tem pouco efeito na velocidade de transferência de umidade. Apesar disso, a variação linear foi importante para obtenção dos melhores ajustes do modelo aos pontos experimentais (ver Figura 36). Para analisar a tendência geral, os valores médios de cada passo são mostrados como pontos no gráfico da Figura 37. A 20 °C, a difusão acelera até a formação da monocamada, alcançando o máximo de  $9,30 \times 10^{-8} m^2 \cdot s^{-1}$ . Então, uma desaceleração progressiva da difusão foi observada à medida que o conteúdo de umidade aumentou, com o coeficiente de difusão reduzido ao seu menor valor de  $4,73 \times 10^{-8} m^2 \cdot s^{-1}$ . A 40 °C, o maior coeficiente de difusão estimado foi de  $4,92 \times 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$ , durante a formação de monocamada e diminuiu a  $2,57 \times 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$  em umidades relativas mais altas. Tendência similar foi observada a 50 °C, cujo coeficiente de difusão alcançou o valor máximo de  $8,37 \times 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$ . O valor médio mínimo foi de  $4,91 \times 10^{-7} m^2 \cdot s^{-1}$ . É

provável que depois de alcançar o valor máximo, o processo difusivo é desacelerado porque a disponibilidade de sítios secundários é reduzida. Por causa da mudança do mecanismo de transporte da água (difusão de vapor para difusão de líquido), é esperado que o coeficiente de difusão diminua mais, conforme a umidade relativa aumente até a zona de condensação capilar.

Se por um lado, resultados comparáveis foram obtidos na literatura para coeficientes de difusão da água em materiais cerâmicos, por outro os valores publicados tinham ordem de magnitude de  $10^4$  a  $10^5$  menores que os valores estimados nesse estudo. Por exemplo, material ligante a base de cimento ( $1,387 \times 10^{-11} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$  a  $3,751 \times 10^{-11} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ ) (BABAE; CASTEL, 2018), bentonita extrudada à vácuo ( $3,3 \times 10^{-12} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$  a  $2,7 \times 10^{-11} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ ) (LOH; WIJEYSEKERA; CIUPALA, 2016) e argila *Opalinus* ( $7,85 \times 10^{-12} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$  a  $3,93 \times 10^{-11} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$ ) (VAN LOON; MÜLLER; IJIMA, 2005). Apesar da solução analítica da Segunda Lei de Fick ter sido aplicada nesses casos, isso é uma simplificação do mecanismo de transporte da água, pois a presença dos poros não é considerada nem o fenômeno de adsorção na superfície sólida, resultando em coeficientes de difusão subestimados. O coeficiente de difusão da água em gás nitrogênio foi medida experimentalmente como  $2,56 \times 10^{-5} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$  a  $34,4 \text{ °C}$  e  $3,03 \times 10^{-5} \text{ m}^2\cdot\text{s}^{-1}$  a  $55,3 \text{ °C}$  (SCHWERTZ; BROW, 1951). Os valores menores estimados nesse estudo são explicados pelo efeito dos poros e seus aspectos geométricos, e.g. tortuosidade, no grânulo. Esse efeito pode ser contabilizado pelo modelo de Millington e Quirk (1961), escrito como a Equação (53), onde  $D_m$  é o coeficiente de difusão molecular da água no nitrogênio. Para uma porosidade de 0,30, esse valor é reduzido por um fator de 0,2008, resultando em um coeficiente de difusão efetivo comparável ao predito pelo modelo aplicado nesse estudo. Valores menores podem estar relacionados ao mecanismo de Knudsen, especialmente para poros intragranulares menores.

$$D_{eff} = D_m \varepsilon_g^{4/3} \quad (53)$$

O efeito da variação de umidade relativa nos valores do coeficiente de difusão efetivos não foi tão expressivo quanto o efeito da temperatura, cujo efeito pode ser relacionado pela equação exponencial de Arrhenius. O aumento de temperatura favoreceu o mecanismo difusivo, como evidenciado pelo aumento do coeficiente de difusão devido ao ganho de mobilidade pelas moléculas de água. Isso implica que



uma maior temperatura causa um processo mais rápido de transferência de massa dentro do silo, acelerando a homogeneização de umidade entre os grânulos.

A Tabela 3 mostra a relação de dependência entre a temperatura e o coeficiente de difusão efetivo, expressa como energias de ativação e coeficientes pré-exponencial para cada patamar de umidade relativa. O gráfico apresentado na Figura 38 mostra as linhas de tendência exponencial da variação dos coeficientes de difusão para cada valor de atividade de água de acordo com a Equação (12) e os valores correspondentes do coeficiente pré-exponencial e da energia de ativação mostrados na Tabela 3.

Tabela 3 – Energia de ativação e coeficiente pré-exponencial da equação de Arrhenius para cada valor de atividade de água.

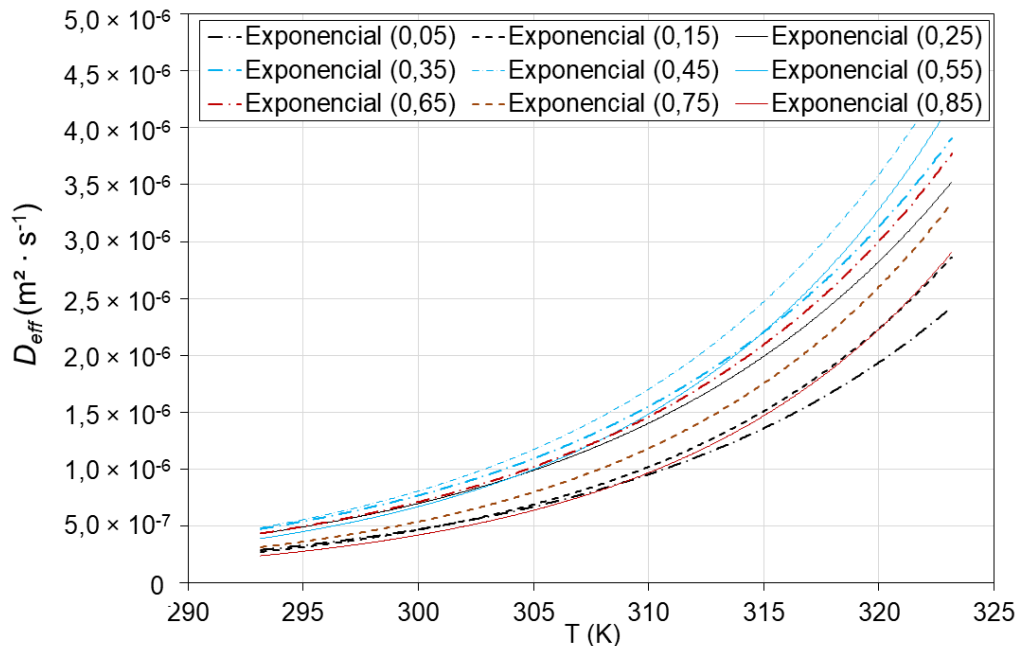
$a_w$	$D_0$ (m <sup>2</sup> /s)	$E_a$ (kJ/mol)	$R^2$
0,05	4,58E+02	55,6	0,9988
0,15	5,31E+03	61,7	0,9916
0,25	5,52E+02	55,0	0,9895
0,35	6,52E+02	55,2	0,9959
0,45	2,71E+03	58,6	0,9943
0,55	1,06E+04	62,5	0,9930
0,65	1,10E+03	56,7	0,9798
0,75	6,83E+03	62,7	0,9962
0,85	2,19E+04	65,5	0,9998

Fonte: elaborado pela autora

O valor médio da energia de ativação foi de  $59,2 \pm 3,82$  kJ·mol<sup>-1</sup> e a média do coeficiente pré-exponencial foi de  $(5,57 \pm 7,06) \times 10^3$  m<sup>2</sup>·s<sup>-1</sup>. A tendência observada é que a energia de ativação é mais baixa até a formação da monocamada e começa a aumentar durante a formação de multicamada, atingindo o maior valor no intervalo entre 80% e 90% de umidade relativa. A energia de ativação da água no gás nitrogênio no *bulk* foi calculada pela inclinação da equação de Arrhenius como aproximadamente 6,83 kJ·mol<sup>-1</sup> (SCHWERTZ; BROW, 1951). Os valores calculados para a difusão da água no pó atomizado de porcelanato indicaram que a água confinada no meio poroso é estruturalmente diferente da água presente no *bulk*, devido à interação com a superfície da fase sólida, possível hidratação de cátions ou até mesmo o rearranjo das

moléculas com a temperatura, que aumenta a energia requerida para as moléculas de água se difundirem de um ponto de equilíbrio para outro.

Figura 38 – Linhas de tendência exponencial da variação do coeficiente de difusão com a temperatura para cada valor de atividade de água.



Fonte: elaborado pela autora

#### 4.2.5 Considerações parciais

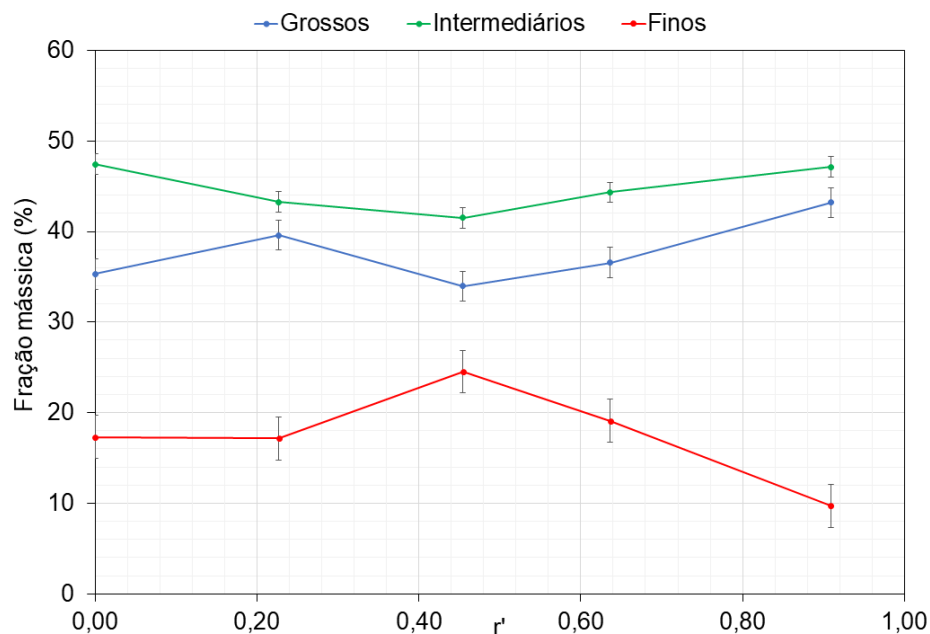
Essa seção reportou resultados que expandem a base de dados disponíveis na literatura para o pó atomizado de porcelanato, particularmente na interação com ar úmido. O modelo representativo dos dados experimentais cinéticos na câmara de sorção dinâmica de vapor pode ser aplicado para estimar coeficientes de difusão efetivos de outros materiais. Estudos futuros podem determinar expressões alternativas para o coeficiente de difusão variável. Essas informações são essenciais para o desenvolvimento de modelos fenomenológicos e podem beneficiar sistemas cujo entendimento detalhado da distribuição de umidade é um conhecimento crítico, como por exemplo armazenamento em silos e operações de prensagem na indústria cerâmica.

### 4.3 REDISTRIBUIÇÃO DE UMIDADE EM PÓ ATOMIZADO DE PORCELANATO ARMAZENADO EM SILOS

#### 4.3.1 Distribuição granulométrica

O estado do leito poroso em relação a quantidade de grânulos finos, intermediários e grossos foi determinado por meio de análise granulométrica ao longo do raio adimensional  $r'$  do protótipo. Os resultados mostrados na Figura 39 são os valores médios de três corridas experimentais. É possível observar a natureza simétrica da alimentação centralizada e a tendência de os grânulos mais grossos percorrerem a superfície da pilha do pó amontoado e se acumularem mais próximo a parede.

Figura 39 – Fração mássica, em porcentagem, de grânulos finos, intermediários e grossos ao longo do raio adimensional do protótipo de silo, onde  $r' = 0$  representa o eixo axissimétrico.



Fonte: elaborado pela autora

Durante o enchimento do silo, os grânulos formaram uma superfície livre inclinada. Para que as amostras pudessem ser coletadas de acordo com o procedimento experimental descrito na seção 3.2.1, a superfície livre foi deformada e isso pode ter causado uma subestimativa da quantidade de grânulos finos acumulados no centro do protótipo ( $r' = 0$ ). De qualquer modo, à medida que o

protótipo foi preenchido, a altura da pilha aumentou, de forma que a altura de queda dos grânulos que saíam do alimentador diminuiu. Assim, os grânulos finos ganharam menos *momentum*, e uma menor quantidade deles se concentraram na região periférica do silo, como esperado para um sistema com alimentação centralizada (ENGBLOM *et al.*, 2012). Por isso, foi possível observar experimentalmente uma quantidade de grânulos finos significativamente menor na região da parede do protótipo ( $r' = 0,91$ ) quando comparada a outras regiões. A tendência dos grânulos com menor diâmetro de permanecer na região central também pode ser verificada para os grânulos intermediários.

Para modelar a distribuição granulométrica no silo cujo domínio de cálculo foi subdividido em três regiões, a média ponderada da fração mássica foi calculada. Quando materiais granulares preenchem um silo, eles escoam pela superfície da pilha de material acumulado e isso espalha os grânulos em áreas mais amplas à medida que ela se distancia do centro. Assim, a área anular de cada ponto de amostragem foi considerada como peso no cálculo da média ponderada, como recomendado em outra análise de distribuição de material granular em um silo (NOURMOHAMADI-MOGHADAMI *et al.*, 2020a). Os pesos foram calculados como: 40% em  $r' = 0,91$ , 30% em  $r' = 0,64$ , 18% em  $r' = 0,45$ , 11% em  $r' = 0,23$ , and 1% em  $r' = 0$ . A fração mássica resultante por região do silo é mostrada na Tabela 4.

Tabela 4 – Fração mássica média medida por região do protótipo do silo.

Tamanho dos grânulos	$\chi_j$ (%)		
	Parede	Meio	Central
Grossos	44 ± 6	35 ± 8	36 ± 4
Intermediários	48 ± 6	45 ± 6	42 ± 3
Finos	8 ± 3	20 ± 3	22 ± 1

Fonte: elaborado pela autora

Os resultados mostrados na Tabela 4 foram incorporados ao modelo de transferência de massa – especificamente na Equação (18) – como funções  $f_j(\chi_j)$  definidas para cada tamanho de grânulo, cujo subíndice  $j$  corresponde a  $c$  para os grossos,  $i$  para os intermediários e  $f$  para os finos. Essa função mudou os valores da fração mássica como indicado na Tabela 4 dependendo da posição no domínio de cálculo. As Equações (54), (55) e (56) mostram a representação matemática de  $f_c(\chi_c)$ ,  $f_i(\chi_i)$  e  $f_f(\chi_f)$ , respectivamente.

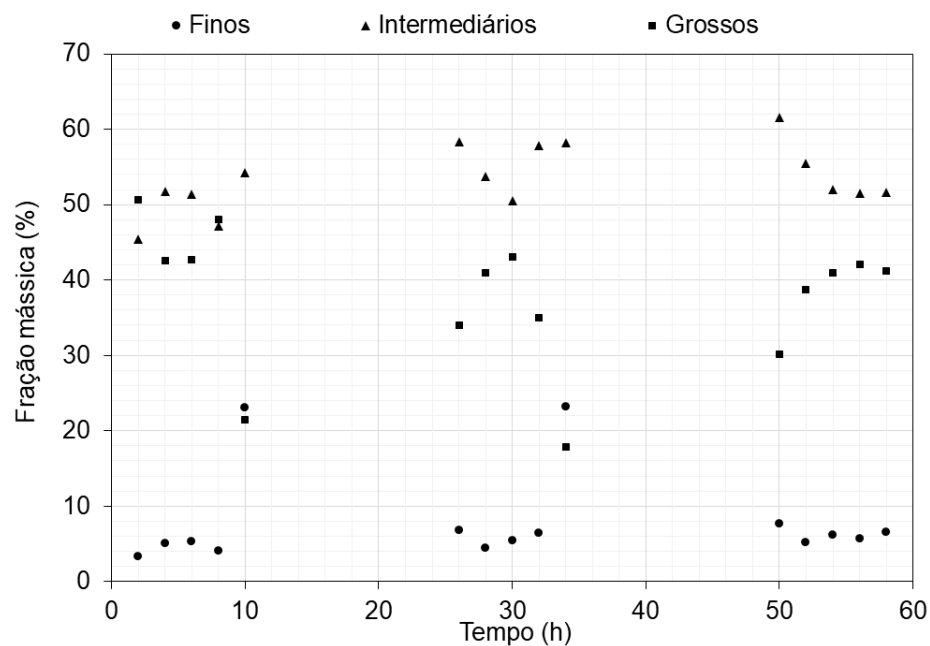
$$f_c(\chi_c) = \begin{cases} 36, \forall R \in \{0 \leq R \leq 0,435\} \\ 35, \forall R \in \{0,435 \leq R \leq 0,885\} \\ 44, \forall R \in \{0,885 \leq R \leq 1,5\} \end{cases} \quad (54)$$

$$f_i(\chi_i) = \begin{cases} 42, \forall R \in \{0 \leq R \leq 0,435\} \\ 45, \forall R \in \{0,435 \leq R \leq 0,885\} \\ 48, \forall R \in \{0,885 \leq R \leq 1,5\} \end{cases} \quad (55)$$

$$f_f(\chi_f) = \begin{cases} 22, \forall R \in \{0 \leq R \leq 0,435\} \\ 20, \forall R \in \{0,435 \leq R \leq 0,885\} \\ 8, \forall R \in \{0,885 \leq R \leq 1,5\} \end{cases} \quad (56)$$

O escoamento granular superficial foi observado experimentalmente no protótipo, reproduzindo o fenômeno que também ocorre quando o silo industrial é alimentado e a pilha de material é formada. Além da diferença de *momentum* entre grânulos de diferentes tamanhos, a altura de queda livre, velocidade inicial e direção também são parâmetros importantes na segregação. Os dados mostrados na **Erro! Autoreferência de indicador não válida.** mostram a granulometria de amostras de pó atomizado de porcelanato durante o descarregamento do silo.

Figura 40 – Distribuição granulométrica no silo industrial para as bateladas 1, 2 e 3.



Fonte: elaborado pela autora

A geometria do silo industrial (silo esbelto de fundo cônico) gera um fluxo de funil. Esta característica revela o efeito de segregação durante a alimentação do silo e pode levar a maiores flutuações no tamanho dos grânulos. A segregação juntamente com o ângulo do cone de descarga dos silos gera zonas estagnadas. Uma vez que essas zonas são erodidas durante o final do descarregamento do silo, observa-se uma descarga excessiva de um certo tamanho de grânulo (JIAN; NARENDRAN; JAYAS, 2019; VOLPATO; SANTOMASO, 2023).

#### 4.3.2 Redistribuição de umidade

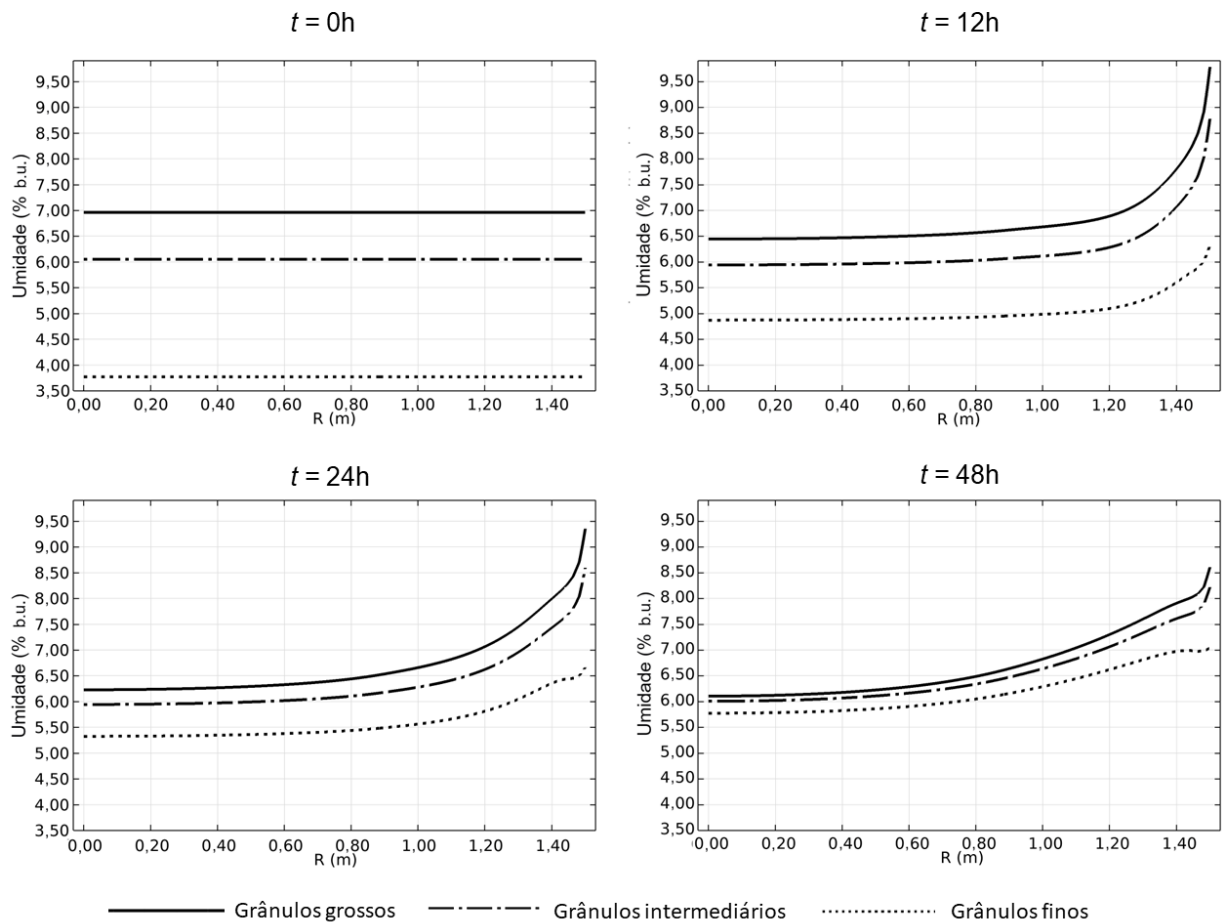
A Figura 41 mostra os resultados simulados do perfil do teor de umidade de cada granulometria do pó de porcelanato ao longo do raio do silo. Os modelos postulados de transferência de calor e massa sugerem como o teor de umidade se redistribui no pó armazenado no silo industrial. No início,  $t = 0h$ , não há diferenças de umidade ao longo do raio do silo para um determinado tamanho de grânulo. As diferenças no teor de umidade são observadas entre grânulos de tamanhos diferentes devido aos efeitos de secagem observados no *spray-dryer*.

Os grânulos grossos começam com teor de umidade de aproximadamente 7,0%, enquanto os grânulos finos começam com cerca de 3,7%. As diferenças de teor de umidade entre grânulos grossos e finos, para uma mesma distância do centro, começam a diminuir. Em outras palavras, um perfil de umidade passa a ser observado em função do raio do silo. Este efeito está associado aos gradientes térmicos devido ao resfriamento do leito de grânulos, que possui menor temperatura na parede do silo. A formação de zona de alta umidade na parede do silo atinge valores em torno de 9,50% para grânulos grossos, 8,75% para grânulos intermediários e 6,25% para grânulos finos.

A dinâmica de migração da água foi mais drástica na região da parede. Enquanto o teor de umidade dos grânulos finos aumentou 3,0%, os grânulos intermediários não regularam o teor de umidade e, em vez disso, ganharam 1,4%. Os grânulos grossos perderam cerca de 0,05% de umidade apenas durante a primeira hora, refletindo seu comportamento em outras regiões. No sistema real, a água pode condensar na parede e até causar problemas de aderência. No modelo, as funções dependentes da temperatura, especialmente a curva de saturação e a isoterma de adsorção, são recalculadas à medida que o silo esfria. Gradientes de temperatura

mais elevados foram formados perto da parede (ver Figura 46). Este efeito não foi previsto nas regiões central e do meio porque o gradiente de temperatura foi menor. O resfriamento afetou todas as funções dependentes da temperatura.

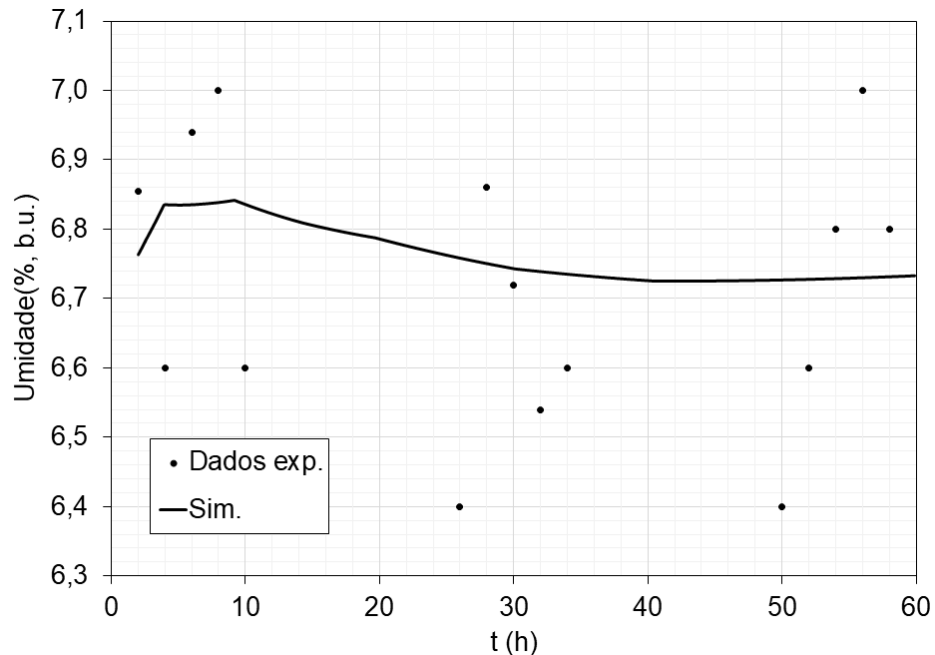
Figura 41 – Umidade dos grânulos de porcelanato ao longo do raio do silo.



Fonte: elaborado pela autora

Embora a redistribuição de umidade tenha sido discutida acima, os valores médios observados no silo industrial para todas as frações granulométricas do pó atomizado de porcelanato não mudam significativamente ao longo do tempo, conforme mostrado na Figura 42, junto com os resultados previstos na simulação. Uma boa concordância entre os valores experimentais e simulados é observada, uma vez que o modelo também indicou que a variação de umidade do pó atomizado de porcelanato como um todo permaneceu praticamente constante. Esse comportamento também foi encontrado na literatura (ALVES *et al.*, 2021).

Figura 42 – Umidade média do pó atomizado de porcelanato armazenado em um silo industrial prevista pelo modelo e a umidade do pó atomizado coletado ao longo da operação do silo industrial.



Fonte: elaborado pela autora

A Figura 43 mostra a variação do teor de umidade para cada tamanho de grânulo nas regiões central, meio e paredes do silo. Os grânulos nas regiões central e do meio (Figura 43a e Figura 43b) comportam-se de forma semelhante entre si porque sua distribuição granulométrica é quase a mesma. A água sai dos grânulos grossos, contribuindo para o aumento da umidade do ar externo, enquanto os mais finos ganham água, pois apresentam inicialmente o menor teor de umidade. Em ambas as regiões, os grânulos intermediários funcionaram como reguladores de umidade, pois perdem e ganham água dos demais grânulos, resultando em baixa variação líquida. Este comportamento dinâmico muda na região da parede (Figura 43c) devido ao gradiente de temperatura. Este efeito é mais evidente para a fração grossa que ganha umidade por até 4 horas de armazenamento antes de perdê-la.

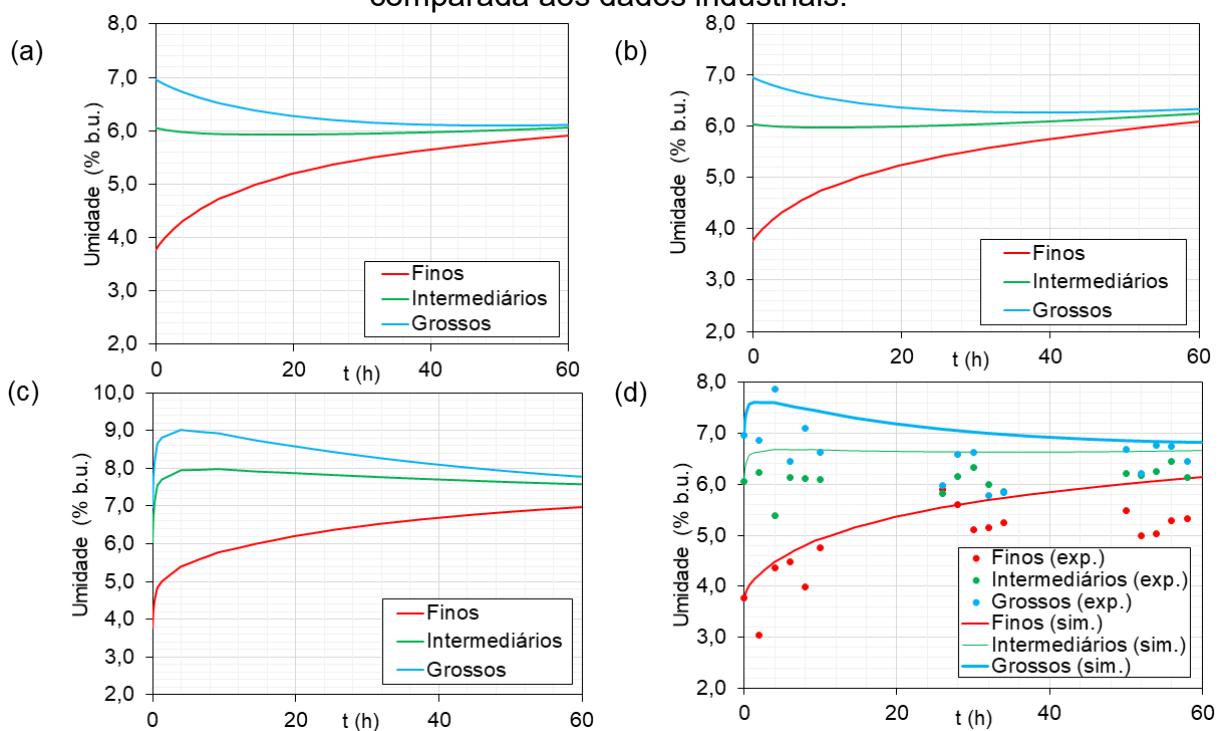
Os valores médios ponderados simulados e experimentais para umidade são mostrados na Figura 43d. O efeito do resfriamento na parede do silo é refletido no resultado da média ponderada, especialmente para os grânulos intermediários e grossos nas primeiras 4 horas. Além disso, a segregação causa a formação de zonas mais úmidas no silo, cuja região da parede possui consideravelmente mais grânulos grossos e intermediários que finos.



O resultado da simulação indica que o aumento de umidade ocorre porque a redução de temperatura faz com que parte da água mude da fase gasosa para água adsorvida nos grânulos localizados na parede do silo. O efeito do resfriamento na parede e a consequente mudança da dinâmica de transferência de massa é visto na média como um aumento de umidade nas primeiras horas, até o gradiente térmico ser reduzido e os grânulos mais úmidos passarem a perder água. Essa umidade é proveniente do ar, que ao ser resfriado, perde a capacidade de retê-la e ela é transferida para os grânulos.

Apesar das simplificações introduzidas pelas premissas do modelo, levando a certas discrepâncias nas previsões, os resultados confirmam um ajuste satisfatório entre o modelo e os dados experimentais.

Figura 43 – Umidade do pó atomizado de porcelanato previsto pelo modelo nas regiões do silo: (a) central; (b) meio e (c) parede. (d) Média de umidade dos grânulos comparada aos dados industriais.



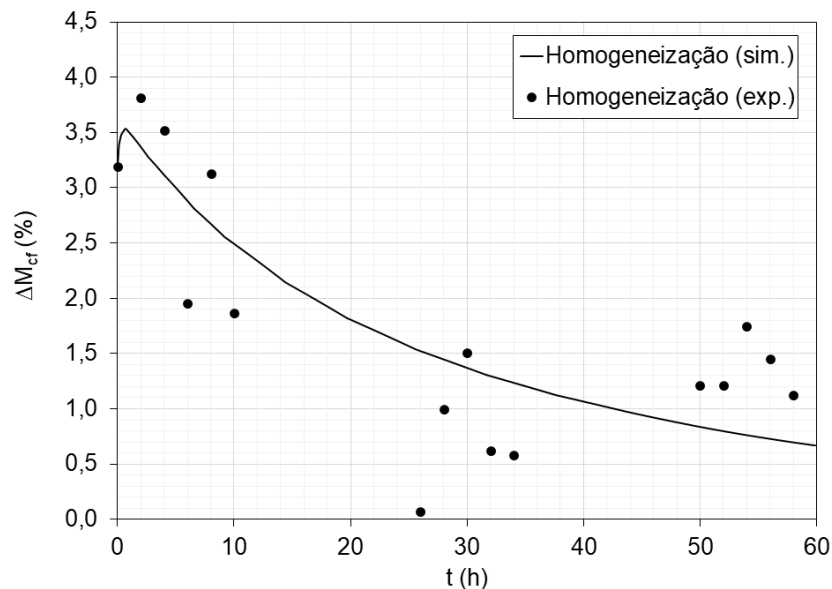
Fonte: elaborado pela autora

O coeficiente de transferência de massa externo  $k_r$  variou de acordo com o tamanho do raio dos grânulos:  $5 \times 10^{-6} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  para os finos,  $1 \times 10^{-5} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  para os intermediários e  $2 \times 10^{-5} \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$  para os grossos. Maior força motriz por área superficial unitária pode ter causado as diferenças nas estimativas, especialmente para os

grânulos finos. Além disso, fatores como os macroporos intragranulares e outros aspectos morfológicos podem ter influenciado os valores de resistência externa. Outra fonte de discrepância poderia ser a umidade experimental perdida por condensação na parede e saída do silo, o que justifica a aparente superestimativa nos resultados simulados.

Neste trabalho, se o nível de homogeneização da umidade for definido como a diferença entre o teor de umidade dos grânulos grossos e finos,  $\Delta M_{CF}$ , o pó está homogêneo quando  $\Delta M_{CF} = 0$ . A Figura 44 mostra os valores simulados e medidos de  $\Delta M_{CF}$ . Os resultados do modelo estão em boa concordância com os dados experimentais. A sensibilidade do modelo foi capaz de descrever e justificar a perda de homogeneidade nas primeiras ~6 horas de armazenamento, graças ao acoplamento dos modelos de transferência de calor e massa e que foi explicado para a Figura 43. O equilíbrio foi aproximado assintoticamente e se o tempo simulado for estendido,  $\Delta M_{CF} \cong 0,1\%$  depois de 180h, apesar da inviabilidade operacional de manter o pó armazenado por um período tão longo.

Figura 44 – Nível de homogeneização de umidade entre os grânulos grossos e finos e os pontos experimentais do silo industrial.



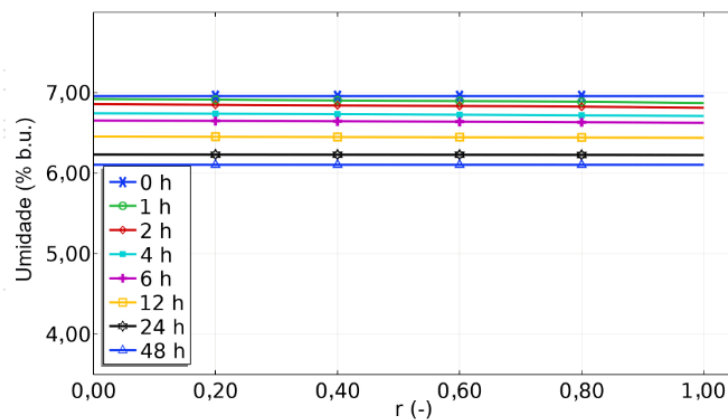
Fonte: elaborado pela autora

O teor de umidade, expresso em base úmida, de grânulos finos, intermediários e grossos foi avaliado em diferentes posições dentro do silo em múltiplos intervalos de tempo. A Figura 45 representa a distribuição de umidade de

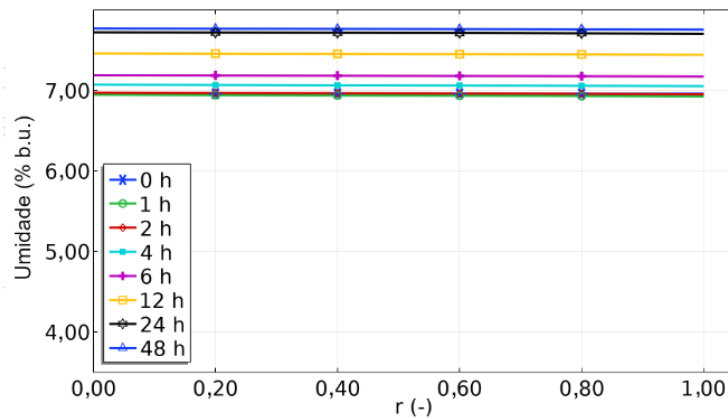
grânulos grossos em pontos de tempo e posições de silo selecionados. Não houve variação significativa entre os perfis de umidade dos grânulos grossos. Tendências semelhantes foram observadas para grânulos finos e intermediários. Esta análise indica que a difusão dentro do domínio intergranular governou predominantemente a dinâmica da umidade devido ao tamanho diminuto dos grânulos individuais.

Figura 45 – Perfil do teor de umidade ao longo do raio adimensional dos grânulos grossos nas posições do silo: (a)  $R = 0$  m (região central) e (b)  $R = 1,35$  m (região da parede).

(a)



(b)

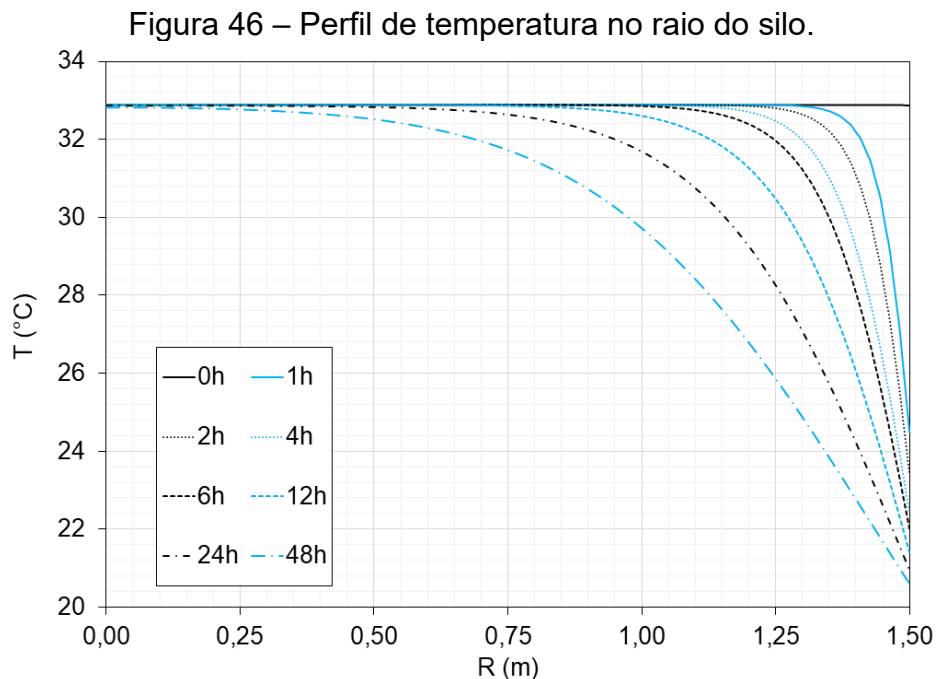


Fonte: elaborado pela autora

### 4.3.3 Perfil de temperatura

O modelo implementou o efeito de variação de temperatura nos coeficientes de transferência de massa (intragranular e intergranular), na curva de saturação do ar úmido, nas propriedades físicas da fase fluida e na isoterma de adsorção. A Figura 46 mostra o perfil de temperatura no raio do silo ao longo do tempo. Nas primeiras horas,

a diferença de temperatura é de quase 10 °C próximo à parede do silo, gerando maior impacto na redistribuição de umidade no material. A temperatura diminui gradativamente na região central do silo e o equilíbrio térmico deve ser alcançado lentamente nas condições de simulação. Isso é esperado porque o modelo não considera os efeitos do escoamento do material granular enquanto o silo é descarregado. Além disso, ocorre a formação de maior espaço livre na zona superior do silo, o que gera gradientes de temperatura na superfície livre do leito poroso, devido às flutuações de temperatura e de umidade relativa. O movimento dos grânulos forma correntes convectivas que devem acelerar o processo de resfriamento na região central do silo, mas um modelo de escoamento granular deve ser acoplado ao modelo de transferência de calor para avaliar a extensão desse efeito.



Fonte: elaborado pela autora

Temperaturas de entrada e de saída do pó atomizado de porcelanato foram medidos durante a operação do silo industrial. Os valores de entrada foram mensurados a cada 1 hora até o carregamento completo do silo. Em seguida, o pó atomizado permaneceu armazenado por 24h e, finalmente, os valores de saída foram obtidos a cada 1 hora até que o silo esvaziasse completamente. A saída do modelo foi calculada como a temperatura média no domínio que vai de  $t = 25h$  a  $t = 34h$ , usando um intervalo de tempo de 1h.

A Tabela 5 mostra os resultados experimentais, a previsão do modelo e o erro percentual. O valor inicial da simulação correspondeu a média das temperaturas de entrada medidas (32,9 °C). O modelo teve desempenho satisfatório para pontos obtidos em tempos operacionais entre 2h e 7h, resultando em desvios inferiores a 1,5%. O modelo superestimou as temperaturas de saída para os horários operacionais de 1h e das 8 a 10h. Especificamente para o tempo operacional de 1h, o erro pode estar relacionado à geometria cônica do fundo do silo, que esfriou mais rápido que o resultado previsto. Para o tempo operacional de 8 a 10h, a exposição da superfície livre ao ar durante a descarga poderia explicar os maiores valores de erro, uma vez que o modelo simulou um leito estático e o silo na condição de totalmente preenchido.

Tabela 5 – Temperatura de saída da simulação comparada aos dados de saída do silo industrial.

Tempo operacional (h)	T <sub>exp</sub> (°C)	T <sub>sim</sub> (°C)	%SE
1	25,5	29,6	16,0
2	29,5	29,5	0,1
3	29,2	29,4	0,8
4	29,2	29,4	0,6
5	29,3	29,3	0,0
6	29,6	29,2	1,2
7	29,1	29,2	0,3
8	28,0	29,1	4,0
9	26,8	29,0	8,4
10	24,8	29,0	16,9

Fonte: elaborado pela autora

#### 4.3.4 Considerações parciais

O modelo desenvolvido é limitado ao silo com alimentação centralizada, por causa do comportamento axissimétrico. Modelar o estado do leito poroso gerado por outros métodos de enchimento do silo invalida essa premissa. A exposição da superfície livre e o escoamento granular durante o descarregamento devem ser considerados para redução de erros. Essas melhorias requerem que o modelo matemático seja descrito em pelo menos duas dimensões para o meio intergranular. Esse estudo contribui com o desenvolvimento de modelos computacionais para avaliar as relações entre as variáveis que afetam a redistribuição de umidade em sistemas de armazenamento. Se algumas propriedades físicas são conhecidas, e.g.,

coeficiente de difusão efetivo, isoterma de equilíbrio, massa específica, porosidade etc., a abordagem multiescala incluindo a segregação pode ser aplicada para qualquer material granular armazenado para simular os fenômenos de transferência de calor e massa. Pesquisas adicionais podem aprimorar o modelo para comparar, por exemplo, o efeito de diferentes distribuidores no nível de homogeneização.

## 5 CONCLUSÃO

O problema de transferência de calor e umidade em um silo armazenando pó atomizado para manufatura de porcelanato foi o objeto de estudo desta pesquisa, que desenvolveu uma estratégia apropriada para modelagem fenomenológica por meio do levantamento de dados experimentais para a construção e validação do modelo.

A implementação do modelo considerando o estado segregado dos grânulos no silo foi viabilizada por meio do acoplamento entre a transferência de umidade intragranular e intergranular, incluindo a transferência de calor. A simulação foi efetivada graças a determinação experimental de propriedades físicas como o equilíbrio de adsorção entre o pó atomizado de porcelanato e o vapor de água e a estimativa de coeficientes de difusão efetivos da água no meio poroso. Adicionalmente, dados operacionais de um silo em escala real foram empregados com êxito para validar o modelo. Estes dados incluíram a temperatura média de entrada e saída, assim como a umidade média do pó atomizado de porcelanato tanto na entrada quanto na saída do silo.

O método de sorção dinâmica de vapor comprovou ser eficiente com medições confiáveis a temperaturas de 20 °C, 40 °C e 50 °C. Os modelos de isoterma de sorção de GAB, Henderson, Chung-Pfost e as correspondentes versões modificadas representaram os pontos experimentais satisfatoriamente. A condensação de água ocorreu em poros intragranulares com 13% de saturação sob condições de armazenamento do pó com umidade média de 7,5% em base úmida. Os coeficientes de difusão efetivos estimados pelo modelo do grânulo poroso variaram de  $4,73 \times 10^{-8} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$  a  $8,37 \times 10^{-7} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ , dependendo da temperatura e da umidade relativa, implicando que os mecanismos de interação entre a água e o sólido mudaram com a atividade. Utilizando a equação de Arrhenius, a energia de ativação média foi calculada como  $(59,2 \pm 3,82) \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ . O pó atomizado de porcelanato caracterizou-se como pouco higroscópico com entalpia de adsorção isostérica líquida máxima de  $6,4 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ .

A abordagem multiescala produziu resultados adequados de variação de umidade em grânulos finos, intermediários e grossos dependendo da posição no raio do silo. A segregação de um silo preenchido por um alimentador centralizado foi incorporada ao modelo por meio de uma subdivisão do domínio de cálculo em regiões. A distribuição granulométrica medida em um protótipo com escala de 1:12 em relação

ao silo industrial mostrou o acúmulo de grânulos mais finos na região central do silo, enquanto os mais grossos se concentraram próximo à parede, reproduzindo a observação em grande escala.

A umidade migrou lentamente para o centro do silo e dos grânulos grossos para os finos, cujo equilíbrio não foi previsto em um prazo factível. O silo industrial não exibiu uma diferença significativa no nível de homogeneização  $\Delta M_{CF}$  entre o pó de porcelanato armazenado por 24h e 48h, apesar de não atingir o equilíbrio. O modelo previu a redução de  $\Delta M_{CF}$  de 3,19% para 1,62% a tempo de armazenamento de 24h e 0,88% para o armazenamento de 48h, atingindo 0,1% depois de 180 h. O modelo evidenciou o efeito da temperatura na dinâmica de transferência de umidade. A variação de temperatura não deve ser negligenciada para avaliar adequadamente a homogeneização de umidade no pó atomizado. Essa informação é útil para implementar modelos de descarregamento de silos, especialmente para determinar condições de contorno na parede, onde a água condensada causa problemas de adesão no silo industrial.

Reduzir a segregação melhora não apenas a homogeneidade de tamanho dos grânulos, mas também pode promover uma transferência de umidade mais uniforme para todas as regiões do silo. Apenas o controle da distribuição granulométrica do pó atomizado de porcelanato no silo não é suficiente para melhorar a homogeneização, por causa do efeito de resfriamento dos grânulos. Os resultados das simulações indicaram que um controle de temperatura com o intuito de reduzir gradientes térmicos elevados pode melhorar a homogeneização de umidade do pó atomizado.

## 5.1 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

Ainda há muitas possibilidades para a pesquisa de sistemas de armazenamento de material granular. Os seguintes tópicos podem ser explorados como trabalhos futuros:

- a) Modelagem discreta do carregamento e descarregamento do silo para determinação dos métodos de mitigação de segregação mais eficientes;
- b) Investigação de técnicas de aumento de escala para estudo de métodos de elementos discretos de um silo industrial;
- c) Desenvolvimento de modelagem contínua do carregamento e descarregamento do silo em escala industrial;



- d) Acoplamento de um modelo de escoamento contínuo aos de transferência de calor e massa;
- e) Acoplamento das abordagens discreta e contínua;
- f) Modelagem bi- ou tridimensional em multiescala da transferência de calor e de umidade;
- g) Treinamento de algoritmos de inteligência artificial para modelagem caixa preta.

Estas áreas oferecem oportunidades para o desenvolvimento de métodos experimentais e computacionais capazes de investigar os fenômenos de transporte acoplados, principalmente na busca pela integração da segregação de grânulos nos modelos. O uso de inteligência artificial é bastante promissor, contudo, é importante ressaltar que a compreensão física dos mecanismos que envolvem o armazenamento do pó atomizado em silos é ditada por observações experimentais descritas pelos modelos fenomenológicos. Tais avanços podem contribuir para a melhoria do processo de fabricação de porcelanato, alinhando-se aos princípios da Indústria 4.0 na busca por eficiência, qualidade e sustentabilidade através da digitalização de informações e da comunicação direta entre os sistemas.

## REFERÊNCIAS

- ABBOUDA, S. K.; AYOUB, AMEL AHMED ELMAMOUN DAFAALLA, S. G. A. Application of heat transfer model for prediction of temperature distribution in stored corn. *In*: 2017, Melaka. **1st International Conference on Sustainability, Technology and Business ICSTB 2018**. Melaka: [s. n.], 2017. p. 54.
- ABDULLAH, E. C.; GELDART, D. The use of bulk density measurements as flowability indicators. **Powder Technology**, v. 102, n. 2, p. 151–165, 1999. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0032-5910\(98\)00208-3](https://doi.org/10.1016/S0032-5910(98)00208-3)
- ABE, T.; BASUNIA, M. A. Simulation of temperature and moisture changes during storage of rough rice in cylindrical bins owing to weather variability. **Journal of Agricultural Engineering Research**, v. 65, n. 3, p. 223–233, 1996. Disponível em: <https://doi.org/10.1006/jaer.1996.0095>
- ADROVER, A.; BRASIELLO, A.; PONSO, G. A moving boundary model for food isothermal drying and shrinkage: General setting. **Journal of Food Engineering**, v. 244, p. 178–191, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.09.018>
- AKIN, I. D.; LIKOS, W. J. Evaluation of Isotherm Models for Water Vapor Sorption Behavior of Expansive Clays. **Journal of Performance of Constructed Facilities**, v. 31, n. 1, 2017. Disponível em: [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)CF.1943-5509.0000899](https://doi.org/10.1061/(ASCE)CF.1943-5509.0000899)
- AKIN, I. D.; LIKOS, W. J. Relationship between water vapor sorption kinetics and clay surface properties. **Journal of Geotechnical and Geoenvironmental Engineering**, v. 146, n. 9, p. 06020015, 2020. Disponível em: [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)GT.1943-5606.0002337](https://doi.org/10.1061/(ASCE)GT.1943-5606.0002337)
- ALVES, C. L.; DE NONI JR, A.; JANSSEN, R.; HOTZA, D.; RODRIGUES NETO, J. B.; GÓMEZ GONZÁLEZ, S. Y.; DOSTA, M. Integrated process simulation of porcelain stoneware manufacturing using flowsheet simulation. **CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology**, v. 33, p. 473–487, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cirpj.2021.04.011>
- ALVES, C. L.; SKORYCH, V.; DE NONI, A.; HOTZA, D.; GÓMEZ GONZÁLEZ, S. Y.; HEINRICH, S.; DOSTA, M. Improving the sustainability of porcelain tile manufacture by flowsheet simulation. **Ceramics International**, v. 49, n. 14, p. 24581–24597, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.01.056>
- AMORÓS ALBERO, J. L. A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial parte I: o preenchimento das cavidades do molde. **Cerâmica Industrial**, v. 5, n. 5, p. 23–28, 2000.
- AMORÓS, J. L.; CANTAVELLA, V.; JARQUE, J. C.; FELÍU, C. Fracture properties of spray-dried powder compacts: Effect of granule size. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 28, n. 15, p. 2823–2834, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2008.05.004>

AMORÓS, J. L.; MALLOL, G.; FELIU, C.; ORTS, M. J. Study of the rheological behaviour of monomodal quartz particle beds under stress. A model for the shear yield functions of powders. **Chemical Engineering Science**, v. 66, n. 18, p. 4070–4077, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ces.2011.05.034>

AMORÓS, J. L.; MALLOL, G.; SÁNCHEZ, E.; GARCÍA, J. Projeto de silos para o armazenamento de materiais na forma de pó: problemas associados à etapa de descarga. **Cerâmica Industrial**, v. 7, n. 1, p. 12–23, 2002.

ANDERSON, R. B. Modifications of the Brunauer, Emmett and Teller equation. **Journal of the American Chemical Society**, v. 68, n. 4, p. 686–691, 1946. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/ja01208a049>

APRAHAMIAN, V. A. *et al.* Standard practice for design and construction of concrete silos and stacking tubes for storing granular materials (ACI 313) and commentary. **ACI Structural Journal**, v. 88, n. 1, p. 113–114, 1991. Disponível em: <https://doi.org/10.14359/3390>

ARIAS BARRETO, A.; ABALONE, R.; GASTÓN, A.; OCHANDIO, D.; CARDOSO, L.; BARTOSIK, R. Validation of a heat, moisture and gas concentration transfer model for soybean (*Glycine max*) grains stored in plastic bags (silo bags). **Biosystems Engineering**, v. 158, p. 23–37, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.BIOSYSTEMSENG.2017.03.009>

ARSLAN-TONTUL, S. Moisture sorption isotherm and thermodynamic analysis of quinoa grains. **Heat and Mass Transfer**, v. 57, n. 3, p. 543–550, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s00231-020-02978-8>

ASACHI, M.; HASSANPOUR, A.; GHADIRI, M.; BAYLY, A. Experimental evaluation of the effect of particle properties on the segregation of ternary powder mixtures. **Powder Technology**, v. 336, p. 240–254, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2018.05.017>

ASAMI, S. Drying of fine ceramics. **Drying Technology**, v. 11, n. 4, p. 733–747, 1993. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/07373939308916861>

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 13006: placas cerâmicas - definições, classificação, características e marcação**. Rio de Janeiro: ABNT, 2020 a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 10545-3: placas cerâmicas - determinação da absorção de água, porosidade aparente, densidade relativa aparente e densidade aparente**. Rio de Janeiro: ABNT, 2020 b.

AUGUSTO, C.; FRANCINE, K.; FLORES, M. M. Monitoring of carbon dioxide and equilibrium moisture content for early detection of physicochemical and morphological changes in soybeans stored in vertical silos. v. 436, n. June 2023, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.137721>

AUSTRALIAN STANDART. **AS 3774: loads on bulk solids container**. Sydney,

Australia: Standards Australia, 1996.

BABAE, M.; CASTEL, A. Water vapor sorption isotherms, pore structure, and moisture transport characteristics of alkali-activated and Portland cement-based binders. **Cement and Concrete Research**, v. 113, p. 99–120, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2018.07.006>

BACCHUWAR, S.; VIDYAPATI, V.; QUAN, K. ming; LIN, C. L.; MILLER, J. D. Quantitative bin flow analysis of particle discharge using X-ray radiography. **Powder Technology**, v. 344, p. 693–705, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2018.12.028>

BALMER, R. T. Thermodynamic charts. *In: Thermodynamic tables to accompany modern engineering thermodynamics*. 1st. ed. [S. l.]: Academic Press, 2011. p. 65–69. *E-book*. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-385038-6.00031-2>

BARALDI, L. World production and consumption of ceramic tiles. **Ceramic world review**, Baggiovara, p. 175, 2023. Disponível em: [https://ceramicworldweb.com/index.php/en/news/The\\_world\\_top\\_ceramic\\_tile\\_manufacturers\\_2022](https://ceramicworldweb.com/index.php/en/news/The_world_top_ceramic_tile_manufacturers_2022)

BARBHUIYA, S.; JIVKOV, A.; DAS, B. B. A review of multi-scale modelling of concrete deterioration: fundamentals, techniques and perspectives. **Construction and Building Materials**, v. 406, p. 133472, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.133472>

BARBOSA, D. S.; SILVA, J. E. da; MACHADO, R. A. F.; HOTZA, D. Controle e automação na indústria cerâmica : estudo de caso na fabricação de porcelanato no Brasil. **Cerâmica Industrial**, v. 13, n. 4, p. 23–30, 2008.

BATISTA, C. de S. **Estudo teórico e experimental do fluxo de sólidos particulados em silos verticais**. 2009. 102 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) - Universidade Federal de Campina Grande, *Campina Grande*, 2009.

BEAR, J. **Modeling phenomena of flow and transport in porous media**. 1st. ed. Cham: Springer International Publishing, 2018. (Theory and Applications of Transport in Porous Media).v. 31 *E-book*. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/978-3-319-72826-1>

BERTRAND, G.; ROY, P.; FILIATRE, C.; CODDET, C. Spray-dried ceramic powders: A quantitative correlation between slurry characteristics and shapes of the granules. **Chemical Engineering Science**, v. 60, n. 1, p. 95–102, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ces.2004.04.042>

BERTUOLA, D.; VOLPATO, S.; CANU, P.; SANTOMASO, A. C. Prediction of segregation in funnel and mass flow discharge. **Chemical Engineering Science**, v. 150, p. 16–25, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ces.2016.04.054>

BETIOL, L. F. L.; EVANGELISTA, R. R.; SANCHES, M. A. R.; BASSO, R. C.; GULLÓN, B.; LORENZO, J. M.; BARRETTO, A. C. da S.; ROMERO, J. T. Influence

of temperature and chemical composition on water sorption isotherms for dry-cured ham. **LWT**, v. 123, p. 109112, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2020.109112>

BILHALVA, N. dos S.; CORADI, P. C.; BIDUSKI, B.; MALLMANN, C. A.; ANSCHAU, K. F.; MÜLLER, E. I. Early detection of quality alterations in corn grains stored in vertical prototype silos using real-time monitoring of carbon dioxide and equilibrium moisture content. **Food and Bioproducts Processing**, v. 140, p. 242–258, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2023.06.008>

BOCH, P.; NIÈPCE, J. C. (org.). **Ceramics materials: process, properties and applications**. 1st. ed. London: ISTE, 2007.

BOER, H. J. de. The dynamical character of adsorption. **Angewandte Chemie**, v. 65, n. 16, p. 431–431, 1953. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/ange.19530651619>

BRESCIANI, A.; RICCI, C. Processo de decoração full digital com esmaltação a seco. **Cerâmica industrial**, v. 23, n. 1, p. 7–12, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.4322/cerind.2018.006>

CALIL JUNIOR, C. **Recomendações de fluxo e de cargas para o projeto de silos verticais**. 1. ed. São Carlos: Escola de Engenharia de São Carlos, 1990.

CALIL JUNIOR, C.; CHEUNG, A. B. **Silos: pressões, fluxo, recomendações para o projeto e exemplos de cálculo**. 1. ed. São Carlos: Escola de Engenharia de São Carlos, 2007.

CAMPOS, M. M. de. **Análise da escoabilidade de pós**. 2012. 126 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal de São Carlos, *São Carlos*, 2012.

CHEMKHI, S.; ZAGROUBA, F. Water diffusion coefficient in clay material from drying data. **Desalination**, v. 185, n. 1–3, p. 491–498, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.desal.2005.04.052>

CHEN, C.-C.; MOREY, R. V. Comparison of four EMC/ERH equations. **Transactions of the ASAE**, v. 32, n. 3, p. 983–990, 1989.

CHEN, J.; YU, Q.; LI, M.; SUN, S.; ZHAN, D.; WANG, Y.; GU, Z.; ZHANG, Y. Preparation of high specific surface area activated carbon fiber by high-temperature vacuum activation and its superior water vapor adsorption for air humidity control. **Journal of Materials Science**, v. 58, n. 6, p. 2469–2493, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10853-023-08205-Z/>

CHEN, L.; HE, A.; ZHAO, J.; KANG, Q.; LI, Z.-Y.; CARMELIET, J.; SHIKAZONO, N.; TAO, W.-Q. Pore-scale modeling of complex transport phenomena in porous media. **Progress in Energy and Combustion Science**, v. 88, p. 100968, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.pecs.2021.100968>

CHEN, Q.; LI, R.; XIU, W. Z.; ZIVKOVIC, V.; YANG, H. Measurement of granular

temperature and velocity profile of granular flow in silos. **Powder Technology**, v. 392, p. 123–129, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.07.007>

CHEN, Z.; LI, X.; YANG, Y.; ZHAO, S.; FU, Z. Experimental and numerical investigation of the effect of temperature patterns on behaviour of large scale silo. **Engineering Failure Analysis**, v. 91, p. 543–553, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2018.04.043>

CHUNG, D. S.; PFOST, H. B. Adsorption and desorption of water vapor by cereal grains and their products Part II: Development of the general isotherm equation. **Transactions of the ASAE**, v. 10, n. 4, p. 552–0555, 1967.

CHUNG, Y. C.; LIN, C. K.; CHOU, P. H.; HSIAU, S. S. Mechanical behaviour of a granular solid and its contacting deformable structure under uni-axial compression – Part I: Joint DEM–FEM modelling and experimental validation. **Chemical Engineering Science**, v. 144, p. 404–420, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CES.2015.11.024>

COETSEE, L.; BEAN, W. L. A multi-method simulation model to investigate the impact of sunflower seed segregation on silos. **Simulation Modelling Practice and Theory**, v. 132, p. 102897, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.simpat.2024.102897>

COMBARROS GARCIA, M.; FEISE, H. J.; STREGE, S.; KWADE, A. Segregation in heaps and silos: comparison between experiment, simulation and continuum model. **Powder Technology**, v. 293, p. 26–36, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.09.036>

CONTINI, G.; PERUZZINI, M.; BULGARELLI, S.; BOSI, G. Developing key performance indicators for monitoring sustainability in the ceramic industry: The role of digitalization and industry 4.0 technologies. **Journal of Cleaner Production**, v. 414, p. 137664, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2023.137664>

CORADI, P. C.; LUTZ, É.; DOS SANTOS BILHALVA, N.; JAQUES, L. B. A.; LEAL, M. M.; TEODORO, L. P. R. Prototype wireless sensor network and Internet of Things platform for real-time monitoring of intergranular equilibrium moisture content and predict the quality corn stored in silos bags. **Expert Systems with Applications**, v. 208, p. 118242, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.eswa.2022.118242>

CRANK, J. **The mathematics of diffusion**. 2nd. ed. London: Oxford University Press, 1975.

CUNDALL, P. A.; STRACK, O. D. L. A discrete numerical model for granular assemblies. **Géotechnique**, v. 29, n. 1, p. 47–65, 1979.

DECKERS, H. P. F.; GOMES, F. C. Desenvolvimento de software para dimensionamento de silos multicelulares de concreto armado. In: DA SILVA-MATOS, R. R. S.; OLIVEIRA, J. E. de M.; PONTES, S. F. (org.). **Avanços científicos e tecnológicos nas ciências agrárias**. 1. ed. Ponta Grossa: Atena Editora, 2020. p. 1–13. *E-book*. Disponível em: <https://doi.org/10.22533/at.ed.6142019031>

DEJONGHE, L. C.; RAHAMAN, M. N. Sintering of ceramics. *In*: SOMIYA, S.; ALDINGER, F.; SPRIGGS, R. M.; UCHINO, K.; KOUMOTO, K.; KANENO, M. (org.). **Handbook of Advanced Ceramics**. 1st. ed. [S. l.]: Academic Press, 2003. v. cap. 4p. 187–264. *E-book*. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-012654640-8/50006-7>

DEUTSCHE NORM. **DIN 1055-87: design loads for buildings - loads in silos bins**. Berlin, Germany: [s. n.], 2005.

DING, S.; LI, H.; OOI, J. Y.; ROTTER, J. M. Prediction of flow patterns during silo discharges using a finite element approach and its preliminary experimental verification. **Particuology**, v. 18, p. 42–49, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.partic.2014.04.015>

DUAN, S.; GENG, L.; LI, G.; LING, X. Water vapour adsorption isotherms of shales: Thermodynamic properties and microstructure. **Fluid Phase Equilibria**, v. 563, n. May, p. 113583, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.fluid.2022.113583>

DURAN, J. **Sands, powders, and grains: an introduction to the physics of granular materials**. New York, NY: Springer, 2000. (Partially Ordered Systems). *E-book*. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/978-1-4612-0499-2>

ENGBLOM, N. **Segregation of powder mixtures in silos with particular reference to dry mineral-based construction materials**. 2012. - Åbo Akademi University, [s. l.], 2012.

ENGBLOM, N.; SAXÉN, H.; ZEVENHOVEN, R.; NYLANDER, H.; ENSTAD, G. G. Segregation of powder mixtures at filling and complete discharge of silos. **Powder Technology**, v. 215–216, p. 104–116, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2011.09.033>

ENRIONE, J. I.; HILL, S. E.; MITCHELL, J. R. Sorption and diffusional studies of extruded waxy maize starch-glycerol systems. **Starch/Staerke**, v. 59, n. 1, p. 1–9, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/STAR.200600557>

ENSTAD, G. G.; MOSBY, J. Segregation of particulate solids in silos. *In*: BROWN, C. J.; NIELSEN, J. (org.). **Silos: fundamentals of theory, behaviour and design**. 1st. ed. London: CRC Press, 1998. p. 856.

FABICH, H. T.; BROX, T. I.; CLARKE, D.; SEYMOUR, J. D.; CODD, S. L.; GALVOSAS, P.; BROWN, J.; SEDERMAN, A. J.; HOLLAND, D. J. Measurements of the velocity distribution for granular flow in a Couette cell. **Physical Review E**, v. 98, n. 6, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1103/PhysRevE.98.062901>

FAN, Y.; JACOB, K. V.; FREIREICH, B.; LUEPTOW, R. M. Segregation of granular materials in bounded heap flow: a review. **Powder Technology**, v. 312, p. 67–88, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.02.026>. Acesso em: 4 maio. 2021.

FERNÁNDEZ-LAVÍN, A.; OVANDO-SHELLEY, E. Mine tailing particles: roundness and sphericity assessment by an image-based program. *In: [S. l.: s. n.]. p. 23–32. E-book*. Disponível em: [https://doi.org/10.1007/978-3-030-79647-1\\_3](https://doi.org/10.1007/978-3-030-79647-1_3)

FORTERRE, Y.; POULIQUEN, O. Flows of dense granular media. **Annual Review of Fluid Mechanics**, v. 40, p. 1–24, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1146/annurev.fluid.40.111406.102142>

FRANCIS, L. F.; STADLER, B. J. H.; ROBERTS, C. C. **Materials processing: a unified approach to processing of metal, ceramics and polymers**. 1st. ed. [S. l.]: Elsevier, 2016. *E-book*. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/C2009-0-64287-2>

FREDRIKSSON, M.; THYBRING, E. E. Scanning or desorption isotherms? Characterising sorption hysteresis of wood. **Cellulose**, v. 25, n. 8, p. 4477–4485, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10570-018-1898-9/>

FRENKEL, Y. I. **Kinetic theory of liquids [in Russian]**. Moscow: [s. n.], 1975.

GALLEGO, E.; FUENTES, J. M.; WIĄCEK, J.; VILLAR, J. R.; AYUGA, F. DEM analysis of the flow and friction of spherical particles in steel silos with corrugated walls. **Powder Technology**, v. 355, p. 425–437, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.07.072>

GAO, G.; WANG, X.; WU, J.; LI, X.; XU, R.; ZHANG, X. An adaptive grain-bulk aeration system for squat silos in winter: Effects on intergranular air properties and grain quality. **Smart Agricultural Technology**, v. 3, n. October 2022, p. 100121, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.atech.2022.100121>

GAO, M.; CHENG, X.; DU, X. Simulation of bulk density distribution of wheat in silos by finite element analysis. **Journal of Stored Products Research**, v. 77, p. 1–8, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2018.02.003>

GARCÍA, E.; DE PABLOS, A.; BENGOCHEA, M. A.; GUAITA, L.; OSENDI, M. I.; MIRANZO, P. Thermal conductivity studies on ceramic floor tiles. **Ceramics International**, v. 37, n. 1, p. 369–375, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2010.09.023>

GASCH, J. G. M. **Densificación y flujo de lechos de partículas de cuarzo**. 2005. - Universitat Jaume I de Castellón, [s. l.], 2005.

GETAHUN, E.; GABBIYE, N.; DELELE, M. A.; FANTA, S. W.; GEBREHIWOT, M. G.; VANIERSCHOT, M. Effect of maturity on the moisture sorption isotherm of chili pepper (Mareko Fana variety). **Heliyon**, v. 6, n. 8, p. e04608, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e04608>

GOLSHAN, S.; ESGANDARI, B.; ZARGHAMI, R.; BLAIS, B.; SALEH, K. Experimental and DEM studies of velocity profiles and residence time distribution of non-spherical particles in silos. **Powder Technology**, v. 373, p. 510–521, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2020.06.093>



GOMES, T.; MENDES DE SOUZA, H.; SAVI BORTOLOTTI, G. D.; ESCOBAR, B. A.; FURTADO, B. G.; ANGIOLETTI, E. Application of ozone in peanut kernels: A multiscale model approach and effects on filamentous fungi decontamination. **Journal of Food Engineering**, v. 357, n. March, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2023.111649>

GRAY, J. M. N. T. Particle segregation in dense granular flows. **Annual Review of Fluid Mechanics**, v. 50, p. 407–433, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1146/annurev-fluid-122316-045201>

GRAY, J. M. N. T.; GAJJAR, P.; KOKELAAR, P. Particle-size segregation in dense granular avalanches. **Comptes Rendus. Physique**, v. 16, n. 1, p. 73–85, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.crhy.2015.01.004>

GRUDZIENÍ, K.; CHANIECKI, Z.; BABOUT, L. Study of granular flow in silo based on electrical capacitance tomography and optical imaging. **Flow Measurement and Instrumentation**, v. 62, n. November 2017, p. 186–195, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2017.11.001>

GUGGENHEIM, E. A. **Applications of statistical mechanics**. 1st ed. ed. [S. l.]: Clarendon Press, 1966.

HÄHNEL, T.; MÖLLMER, J.; KLAUCK, M.; KALIES, G. Vapor adsorption and liquid immersion experiments on carbon molecular sieves. **Adsorption**, v. 26, n. 3, p. 361–373, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S10450-019-00191-6/FIGURES/13>

HALSEY, G. Physical adsorption on non-uniform surfaces. **The Journal of Chemical Physics**, v. 16, n. 10, p. 931–937, 1948. Disponível em: <https://doi.org/10.1063/1.1746689>

HAMMAMI, F.; BEN MABROUK, S.; MAMI, A. Modelling and simulation of heat exchange and moisture content in a cereal storage silo. **Mathematical and Computer Modelling of Dynamical Systems**, v. 22, n. 3, p. 207–220, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/13873954.2016.1157823>

HAMMOUDA, I.; MIHOUBI, D. Thermodynamic and mechanical characterisation of kaolin clay. **Polish Journal of Chemical Technology**, v. 16, n. 1, p. 28–35, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.2478/pjct-2014-0005>

HAN, Y.; JIA, F.; LI, G.; LIU, H.; LI, J.; CHEN, P. Numerical analysis of flow pattern transition in a conical silo with ellipsoid particles. **Advanced Powder Technology**, v. 30, n. 9, p. 1870–1881, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.apt.2019.06.004>

HECK, C. Gres porcelanato. **Cerâmica Industrial**, v. 01, n. 04/05, p. 21–24, 1996.  
 HENDERSON, S. M. A basic concept of equilibrium moisture. **Agric. Eng.**, v. 32, p. 29, 1952.

HERNÁNDEZ, L. G.; PÉREZ, J. G.; GAYTÁN-MARTÍNEZ, M. Tracers used in granular systems: review. **Powder Technology**, v. 340, p. 274–289, 2018.

Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2018.09.025>

HERRMANN, H. J.; LUDING, S. Modeling granular media with the computer. **Cont. Mech. Ther.**, v. 10, n. 4, p. 189–231, 1998.

HILL, T. L. Physical adsorption and the free volume model for liquids. **The Journal of Chemical Physics**, v. 17, n. 6, p. 590–590, 1949. Disponível em: <https://doi.org/10.1063/1.1747341>

HÖHNER, D.; WIRTZ, S.; SCHERER, V. A study on the influence of particle shape on the mechanical interactions of granular media in a hopper using the discrete element method. **Powder Technology**, v. 278, p. 286–305, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2015.02.046>

HUANG, X.; ZHENG, Q.; YU, A.; YAN, W. Shape optimization of conical hoppers to increase mass discharging rate. **Powder Technology**, v. 361, p. 179–189, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2019.09.043>

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 11697: bases for design of structures - loads due to bulk materials**. Genève: [s. n.], 1995.

JAEGER, H. M.; NAGEL, S. R.; BEHRINGER, R. P. Granular solids, liquids, and gases. **Reviews of Modern Physics**, v. 68, n. 4, p. 1259–1273, 1996. Disponível em: <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.68.1259>

JAYACHANDRAN, L. E.; NITIN, B.; RAO, P. S. Simulation of the stress regime during grain filling in bamboo reinforced concrete silo. **Journal of Stored Products Research**, v. 83, p. 123–129, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2019.06.011>

JENIKE, A. W. Storage and flow of solids. **Bulletin of the University of Utah**, v. 53, n. March, p. 209, 1964. Disponível em: <http://www.osti.gov/servlets/purl/5240257/>

JHIDER, N.; BAGANÉ, M. Moisture sorption isotherms and isosteric heat of sorption of Tunisian clay product. **Heat and Mass Transfer**, v.55, p. 571–579, 2019.

JIAN, F.; CHELLADURAI, V.; JAYAS, D. S.; WHITE, N. D. G. Three-dimensional transient heat, mass, and momentum transfer model to predict conditions of canola stored inside silo bags under Canadian Prairie conditions: Part I. Soil temperature model. **Transactions of the ASABE**, v. 58, n. 4, p. 1127–1134, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.13031/trans.58.11052>

JIAN, F.; JAYAS, D. S.; WHITE, N. D. G. Temperature fluctuations and moisture migration in wheat stored for 15 months in a metal silo in Canada. **Journal of Stored Products Research**, v. 45, n. 2, p. 82–90, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2008.09.004>

JIAN, F.; NARENDRAN, R. B.; JAYAS, D. S. Segregation in stored grain bulks: Kinematics, dynamics, mechanisms, and minimization – A review. **Journal of Stored Products Research**, v. 81, p. 11–21, 2019. Disponível em:

<https://doi.org/10.1016/j.jspr.2018.12.004>. Acesso em: 1 fev. 2021.

KELLY, G. M.; O'MAHONY, J. A.; KELLY, A. L.; O'CALLAGHAN, D. J. Water sorption and diffusion properties of spray-dried dairy powders containing intact and hydrolysed whey protein. **LWT - Food Science and Technology**, v. 68, p. 119–126, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2015.11.056>

KHANKARI, K. K.; PATANKAR, S. V.; MOREY, R. V. A mathematical model for natural convection moisture migration in stored grain. **Transactions of the ASAE**, v. 38, n. 6, p. 1777–1787, 1995. Disponível em: <https://doi.org/10.13031/2013.28005>

KING, A. G. **Ceramic technology and processing: a practical working guide**. 1st. ed. Norwich: William Andrew, 2002.

KOBYŁKA, R.; MOLENDĄ, M.; HORABIK, J. DEM simulation of the pressure distribution and flow pattern in a model grain silo with an annular segment attached to the wall. **Biosystems Engineering**, v. 193, p. 75–89, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2020.02.013>

KOUA, B. K.; KOFFI, P. M. E.; GBAHA, P. Evolution of shrinkage, real density, porosity, heat and mass transfer coefficients during indirect solar drying of cocoa beans. **Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences**, v. 18, n. 1, p. 72–82, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jssas.2017.01.002>

LASDON, L. S.; WAREN, A. D.; JAIN, A.; RATNER, M. Design and testing of a generalized reduced gradient code for nonlinear programming. **ACM Transactions on Mathematical Software**, v. 4, n. 1, p. 34–50, 1978. Disponível em: <https://doi.org/10.1145/355769.355773>

LAWRENCE, J. **Three dimensional transient heat, mass, momentum and species transfer stored grain ecosystem model using the finite element method**. 2013. - Purdue University, [s. l.], 2013.

LEAL, M. M.; RODRIGUES, D. M.; DE MORAES, R. S.; ACOSTA JAQUES, L. B.; TIMM, N. da S.; CORADI, P. C. Monitoring of intergranular variables for predicting technical breakage of wheat grains stored in vertical silos. **Journal of Stored Products Research**, v. 102, p. 102115, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jspr.2023.102115>

LEÃO, T. P.; TULLER, M. Relating soil specific surface area, water film thickness, and water vapor adsorption. **Water Resources Research**, v. 50, n. 10, p. 7873–7885, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/2013WR014941>

LEVENBERG, K. A method for the solution of certain non-linear problems in least squares. **Quarterly of Applied Mathematics**, v. 2, n. 2, p. 164–168, 1944.

LI, C.; HONEYANDS, T.; O'DEA, D.; MORENO-ATANASIO, R. The angle of repose and size segregation of iron ore granules: DEM analysis and experimental investigation. **Powder Technology**, v. 320, p. 257–272, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.07.045>

LI, J.; DENG, Y.; XU, W.; ZHAO, R.; CHEN, T.; WANG, M.; XU, E.; ZHOU, J.; WANG, W.; LIU, D. Multiscale modeling of food thermal processing for insight, comprehension, and utilization of heat and mass transfer: a state-of-the-art review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 131, p. 31–45, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2022.11.018>

LIAO, Z.; YANG, Y.; SUN, C.; WU, R.; DUAN, Z.; WANG, Y.; LI, X.; XU, J. Image-based prediction of granular flow behaviors in a wedge-shaped hopper by combining DEM and deep learning methods. **Powder Technology**, v. 383, p. 159–166, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.01.041>

LISS, E. D.; CONWAY, S. L.; ZEGA, J. A.; GLASSER, B. J. Segregation of powders in vertical pipes. **Pharmaceutical Technology**, p. 78–96, 2004.

LIU, A.; LIU, S.; LIU, P.; WANG, K. Water sorption on coal: effects of oxygen-containing function groups and pore structure. **International Journal of Coal Science and Technology**, v. 8, n. 5, p. 983–1002, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/S40789-021-00424-6/>

LIU, Y.; GONZALEZ, M.; WASSGREN, C. Modeling granular material segregation using a combined finite element method and advection–diffusion–segregation equation model. **Powder Technology**, v. 346, p. 38–48, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2019.01.086>

LOBATO, J. C. M. **Caracterização das propriedades de fluxo da lama para fins de dimensionamento de silos - aplicação para tremonhas cônicas**. 2013. - Universidade Federal do Pará, [s. l.], 2013.

LOH, E. W. K.; WIJEYESEKERA, D. C.; CIUPALA, M. A. Moisture desorption studies on polymer hydrated and vacuum extruded bentonite clay mat. **Journal of Heat Transfer**, v. 138, n. 12, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1115/1.4034150/375254>

LOPES NETO, J. P. **Análise teórico-experimental das forças verticais e de atrito em silos cilíndricos**. 2009. 116 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Processos) - Universidade Federal de Campina Grande, *Campina Grande*, 2009.

LUKASIEWICZ, S. J. Spray-drying ceramic powders. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 72, n. 4, p. 617–624, 1989. Disponível em: <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1989.tb06184.x>

LUO, Q.; ZHENG, Q.; YU, A. From micro to macro: a comparative study of DEM and FEM in modelling hopper flow. **Springer Proceedings in Physics**, v. 188, p. 977–985, 2017. Disponível em: [https://doi.org/10.1007/978-981-10-1926-5\\_102](https://doi.org/10.1007/978-981-10-1926-5_102)

MA, X.; SHEN, W.; LI, X.; HU, Y.; LIU, X.; LU, X. Experimental investigation on water adsorption and desorption isotherms of the Longmaxi shale in the Sichuan Basin, China. **Scientific Reports 2020 10:1**, v. 10, n. 1, p. 1–12, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/s41598-020-70222-8>

MACEDO, R. S.; MENEZES, R. R.; NEVES, G. A.; FERREIRA, H. C. Influência de aditivos na produção de blocos cerâmicos. **Cerâmica**, v. 54, p. 373–381, 2008.

MAJKA, J.; ROGOZIŃSKI, T.; OLEK, W. Water sorption and diffusion properties of beech wood dust. **Powder Technology**, v. 346, p. 109–115, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.02.007>

MALLEK-AYADI, S.; BAHLOUL, N.; KECHAOU, N. Mathematical modelling of water sorption isotherms and thermodynamic properties of Cucumis melo L. seeds. **LWT**, v. 131, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.LWT.2020.109727>

MARIGO, M.; DAVIES, M.; LEADBEATER, T.; CAIRNS, D. L.; INGRAM, A.; STITT, E. H. Application of positron emission particle tracking (PEPT) to validate a discrete element method (DEM) model of granular flow and mixing in the Turbula mixer. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 446, n. 1–2, p. 46–58, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.IJPHARM.2013.01.030>

MARQUARDT, D. W. An algorithm for least-squares estimation of nonlinear parameters. **Journal of the Society for Industrial and Applied Mathematics**, v. 11, n. 2, p. 431–441, 1963. Disponível em: <https://doi.org/10.1137/0111030>

MARRERO, T. R.; MASON, E. A. Gaseous diffusion Coefficients. **Journal of Physical and Chemical Reference Data**, v. 1, n. 1, p. 3–118, 1972. Disponível em: <https://doi.org/10.1063/1.3253094>

MASSARO SOUSA, L.; SCHULZ, C. G.; CONDOTTA, R.; FERREIRA, M. C. On the design of conical hoppers for spent coffee grounds: Moisture content and particle-size effects. **Journal of Food Engineering**, v. 300, p. 110537, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2021.110537>. Acesso em: 7 set. 2021.

MEDEIROS, I. F. de. **Características de fluxo e vazão de descarga em silos verticais**. 2012. 80 f. Dissertação (Mestrado em Construções Rurais e Ambiente) - Universidade Federal de Campina Grande, *Campina Grande*, 2012.

MEHDIZAD, M.; FULLARD, L.; GALVOSAS, P.; HOLLAND, D. Quantitative measurement of solid fraction in a silo using SPRITE. **Journal of Magnetic Resonance**, v. 325, p. 1–13, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jmr.2021.106935>

MICROSOFT CORPORATION. **Microsoft Excel**. [S. l.: s. n.]

MILLINGTON, R. J. Gas diffusion in porous media. **Science**, v. 130, n. 3367, p. 100–102, 1959. Disponível em: <https://doi.org/10.1126/science.130.3367.100.b>

MILLINGTON, R. J.; QUIRK, J. P. Permeability of porous solids. **Transactions of the Faraday Society**, v. 57, p. 1200, 1961. Disponível em: <https://doi.org/10.1039/tf9615701200>

MIRSADEGHI, M.; CÓSTOLA, D.; BLOCKEN, B.; HENSEN, J. L. M. Review of

external convective heat transfer coefficient models in building energy simulation programs: Implementation and uncertainty. **Applied Thermal Engineering**, v. 56, n. 1–2, p. 134–151, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.applthermaleng.2013.03.003>

MOHSENIN, N. N. **Physical properties of plant and animal materials: structure, physical characteristics and mechanical properties**. 2nd. ed. New York: Gordon and Breach Science Publishers, 1986.

MONTEITH, J.; UNSWORTH, M. **Principles of environmental physics**. 3rd. ed. [S. l.]: Academic Press, 2007. *E-book*. Disponível em: <https://shop.elsevier.com/books/principles-of-environmental-physics/monteith/978-0-12-505103-3>

MOZAFFARI MAJD, M.; KORDZADEH-KERMANI, V.; GHALANDARI, V.; ASKARI, A.; SILLANPÄÄ, M. Adsorption isotherm models: A comprehensive and systematic review (2010–2020). **Science of the Total Environment**, v. 812, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.151334>

MURR, A. The Relevance of Water Vapour Transport for Water Vapour Sorption Experiments on Small Wooden Samples. **Transport in Porous Media**, v. 128, n. 2, p. 385–404, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11242-019-01253-7>

MURRAY, F. W. On the computation of saturation vapor pressure. **Journal of Applied Meteorology**, v. 6, n. 1, p. 203–204, 1967. Disponível em: [https://doi.org/10.1175/1520-0450\(1967\)006<0203:OTCOSV>2.0.CO;2](https://doi.org/10.1175/1520-0450(1967)006<0203:OTCOSV>2.0.CO;2)

MURRIETA-PAZOS, I.; GALET, L.; PATRY, S.; GAIANI, C.; SCHER, J. Evolution of particle structure during water sorption observed on different size fractions of durum wheat semolina. **Powder Technology**, v. 255, p. 66–73, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2013.10.049>

NEČAS, D.; KLAPETEK, P. Gwyddion: an open-source software for SPM data analysis. **Open Physics**, v. 10, n. 1, p. 181–188, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.2478/s11534-011-0096-2>

NIELSEN, J. Pressures from flowing granular solids in silos. **Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences**, v. 356, n. 1747, p. 2667–2684, 1998. Disponível em: <https://doi.org/10.1098/rsta.1998.0292>

NOURMOHAMADI-MOGHADAMI, A.; ZARE, D.; SINGH, C. B.; STROSHINE, R. L. Filling of a grain silo. Part 1: investigation of fine material distribution in a small scale centre-filled silo. **Biosystems Engineering**, v. 191, p. 145–156, 2020 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2020.01.003>

NOURMOHAMADI-MOGHADAMI, A.; ZARE, D.; STROSHINE, R. L.; KAMFIROOZI, S. Filling of a grain silo. Part 2: a new filling method for uniform distribution of fines in a small scale silo. **Biosystems Engineering**, v. 191, p. 157–167, 2020 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2020.01.001>. Acesso em: 1 fev. 2021.

NOVOA-MUÑOZ, F. Simulation of the temperature of barley during its storage in cylindrical silos. **Mathematics and Computers in Simulation**, v. 157, p. 1–14, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matcom.2018.09.004>

NOWAK, P.; KRUPA, A.; KUBAT, K.; WEGRZYN, A.; HARAŃCZYK, H.;

CIUŁKOWSKA, A.; JACHOWICZ, R. Water vapour sorption in tadalafil-Soluplus co-milled amorphous solid dispersions. **Powder Technology**, v. 346, p. 373–384, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2019.02.010>

NUHNEN, A.; JANIĄK, C. A practical guide to calculate the isosteric heat/enthalpy of adsorption via adsorption isotherms in metal–organic frameworks, MOFs. **Dalton Transactions**, v. 49, n. 30, p. 10295–10307, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1039/D0DT01784A>

OGINNI, O.; FASINA, O. Theoretical estimation of silo design parameters for fractionated loblolly pine grinds – Moisture content and particle size effects. **Industrial Crops and Products**, v. 123, p. 379–385, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.07.005>. Acesso em: 7 set. 2021.

OLIVEIRA, A. P. N. de; HOTZA, D. **Tecnologia de fabricação de revestimentos cerâmicos**. 2. ed. Florianópolis: Editora UFSC, 2015.

OSWIN, C. R. The kinetics of package life: the isotherm. **Journal of the Society of Chemical Industry**, v. 65, n. 12, p. 419–421, 1946. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/jctb.5000651216>

OTSU, N. A threshold selection method from gray-Level histograms. **IEEE Transactions on Systems, Man, and Cybernetics**, v. 9, n. 1, p. 62–66, 1979. Disponível em: <https://doi.org/10.1109/TSMC.1979.4310076>

PANIGRAHI, S. S.; FIELKE, J.; SINGH, C. B. Evaluating isotherms and isosteric heat utilization during sorption characteristics of feed barley. **Journal of Stored Products Research**, v. 96, p. 101955, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.JSPR.2022.101955>

PANIGRAHI, S. S.; SINGH, C. B.; FIELKE, J.; ZARE, D. Modeling of heat and mass transfer within the grain storage ecosystem using numerical methods: A review. **Drying Technology**, v. 38, n. 13, p. 1677–1697, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/07373937.2019.1656643>

PFOST, H. B.; MOURER, S. G.; CHUNG, D. S.; MILLIKEN, G. A. Summarizing and reporting equilibrium moisture data for grains. **Am. Soc. Agric. Eng.**, v. Paper No., 1976.

POWER, O. M.; MAIDANNYK, V.; MCSWEENEY, D. J.; FENELON, M. A.; O'MAHONY, J. A.; MCCARTHY, N. A. Water sorption and hydration properties of high protein milk powders are influenced by enzymatic crosslinking and calcium chelation. **Powder Technology**, v. 364, p. 680–688, 2020. Disponível em:

<https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2020.01.075>

QUEMADA-VILLAGÓMEZ, L. I.; MOLINA-HERRERA, F. I.; CARRERA-RODRÍGUEZ, M.; CALDERÓN-RAMÍREZ, M.; MARTÍNEZ-GONZÁLEZ, G. M.; NAVARRETE-BOLAÑOS, J. L.; JIMÉNEZ-ISLAS, H. Numerical Study to Predict Temperature and Moisture Profiles in Unventilated Grain Silos at Prolonged Time Periods. **International Journal of Thermophysics**, v. 41, n. 5, p. 1–28, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10765-020-02636-5>

RAHAMAN, M. N. **Ceramic processing**. 2nd. ed. Boca Raton: CRC Press, 2017. *E-book*. Disponível em: <https://doi.org/10.1201/9781315157160>

RAO, S. S. Overview of Finite Element Method. **The Finite Element Method in Engineering**, p. 3–52, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-811768-2.00001-8>

REED, J. S. **Principles of ceramics processing**. 2nd. ed. New York: John Wiley & Sons, 1995.

RENZETTI, S.; VOOGT, J. A.; OLIVER, L.; MEINDERS, M. B. J. Water migration mechanisms in amorphous powder material and related agglomeration propensity. **Journal of Food Engineering**, v. 110, n. 2, p. 160–168, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.JFOODENG.2011.07.005>

RIBEIRO, M. J.; VENTURA, J. M.; LABRINCHA, J. A. A atomização como processo de obtenção de pós para a indústria cerâmica. **Cerâmica Industrial**, v. 6, n. 5, p. 34–40, 2001. Disponível em: <http://www.ceramicaindustrial.org.br/journal/ci/article/5876570f7f8c9d6e028b4657>

RICHARDSON, J. F.; HARKER, J. H.; BACKHURST, J. R. **Chemical engineering: particle technology and separation processes**. 5th. ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2002. v. 2*E-book*. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-101097-6.00006-7>

RICHERSON, D. W.; LEE, W. E. **Modern ceramic engineering: properties, processing, and use in design**. 4th. ed. Boca Raton: CRC Press, 2018.

RODRIGUEZ, A. M.; PIANARO, S. A.; BERG, E. A. T.; SANTOS, A. H. dos. Propriedades de matérias-primas selecionadas para a produção de grês porcelanato. **Cerâmica Industrial**, v. 9, n. 1, p. 33–38, 2004.

ROTTER, J. M. **Guide for the economic design of circular metal silos**. 1st. ed. London: CRC Press, 2001. Disponível em: <https://doi.org/10.4324/9780203477816>

ROUQUEROL, F.; ROUQUEROL, J.; SING, K. Adsorption by clays, pillared layer structures and zeolites. *In: Adsorption by Powders and Porous Solids: Principles, Methodology and Applications*. 2nd ed. ed. [S. l.: s. n.]. p. 355–399. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/b978-012598920-6/50012-9>

ROUQUEROL, F.; ROUQUEROL, J.; SING, K. S. W. Adsorption by metal oxides. *In:*



**Adsorption by Powders and Porous Solids: Principles, Methodology and Applications.** 2nd ed. ed. [S. l.]: Elsevier, 1999 b. p. 393–465. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-097035-6.00011-5>

SALEH, K.; GOLSHAN, S.; ZARGHAMI, R. **A review on gravity flow of free-flowing granular solids in silos – basics and practical aspects.** [S. l.]: Elsevier Ltd, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ces.2018.08.028>

SALEHI, H.; TIMMERFORS, J. G.; HAJMOHAMMADI, H.; GARG, V.; BERRY, R. J.; BARLETTA, D.; POLETTI, M.; JÖNSSON, L. J.; BRADLEY, M. S. A.; LARSSON, S. H. The role of particle size and other properties on silo discharge behaviour of chipped wood biomass. **Powder Technology**, v. 432, p. 119174, 2024. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2023.119174>

SANG, G.; LIU, S.; ELSWORTH, D. Water Vapor Sorption Properties of Illinois Shales Under Dynamic Water Vapor Conditions: Experimentation and Modeling. **Water Resources Research**, v. 55, n. 8, p. 7212–7228, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1029/2019WR024992>

SANTOS, B. D. dos; SAVIATO, D.; MARTINS, E.; MELLO, E. de; SARTOR, R.; BARBOSA, T.; CARGNIN, M.; NONI JUNIOR, A. de; MODESTO, C. de O.; TASSI, R. Estudo da influência das variáveis do pó atomizado e da prensa nas características técnicas do produto final. **Cerâmica industrial**, v. 12, n. 6, p. 37–41, 2007.

SANTOS, R. M.; ALVES, C. L.; DE NONI, A.; QUADRI, M. B.; HEINRICH, S. Moisture sorption isotherm and effective diffusion coefficient of porcelain stoneware spray-dried powder. **Powder Technology**, p. 119028, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2023.119028>

SARNO, L.; CARRAVETTA, A.; TAI, Y. C.; MARTINO, R.; PAPA, M. N.; KUO, C. Y. Measuring the velocity fields of granular flows – Employment of a multi-pass two-dimensional particle image velocimetry (2D-PIV) approach. **Advanced Powder Technology**, v. 29, n. 12, p. 3107–3123, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.apt.2018.08.014>

SCHENK, O.; GÄRTNER, K. Solving unsymmetric sparse systems of linear equations with PARDISO. **Future Generation Computer Systems**, v. 20, n. 3, p. 475–487, 2004. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.future.2003.07.011>  
SCHWERTZ, F. A.; BROW, J. E. Diffusivity of water vapor in some common gases. **The Journal of Chemical Physics**, v. 19, n. 5, p. 640–646, 1951. Disponível em: <https://doi.org/10.1063/1.1748306>

SHERZER, G.; GAO, P.; SCHLANGEN, E.; YE, G.; GAL, E. Upscaling cement paste microstructure to obtain the fracture, shear, and elastic concrete mechanical LDPM parameters. **Materials**, v. 10, n. 3, p. 242, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/ma10030242>

SILVA, L. A. da. **Efeito de inserts no padrão de fluxo e vazão.** 2019. 88 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) - Universidade Federal de Campina

Grande, *Campina Grande*, 2019.

SOLDATI, R.; ZANELLI, C.; GUARINI, G.; FAZIO, S.; BIGNOZZI, M. C.; DONDI, M. Characteristics and rheological behaviour of spray-dried powders for porcelain stoneware slabs. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 38, n. 11, p. 4118–4126, 2018 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2018.04.042>

SOLDATI, R.; ZANELLI, C.; GUARINI, G.; PIANCASTELLI, A.; MELANDRI, C.; FAZIO, S.; BIGNOZZI, M. C.; DONDI, M. Pore evolution and compaction behaviour of spray-dried bodies for porcelain stoneware slabs. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 38, n. 11, p. 4127–4136, 2018 b. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2018.04.058>

STUNDA-ZUJEVA, A.; IRBE, Z.; BERZINA-CIMDINA, L. Controlling the morphology of ceramic and composite powders obtained via spray drying – a review. **Ceramics International**, v. 43, n. 15, p. 11543–11551, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.05.023>

TANG, P.; PURI, V. M. Methods for minimizing segregation: a review. **Particulate Science and Technology**, v. 22, n. 4, p. 321–337, 2004 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/02726350490501420>

THE EUROPEAN UNION. **EN 1991-4: Eurocode 1 - actions on structures - part 4 - silos and tanks**. Brussels, Belgium: Per Regulation 305/2011, Directive 98/34/EC, Directive 2004/18/EC], 2006.

THOMMES, M.; KANEKO, K.; NEIMARK, A. V.; OLIVIER, J. P.; RODRIGUEZ-REINOSO, F.; ROUQUEROL, J.; SING, K. S. W. Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report). **Pure and Applied Chemistry**, v. 87, n. 9–10, p. 1051–1069, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1515/pac-2014-1117>

THOMPSON, T. L.; PEART, R. M.; FOSTER, G. H. Mathematical simulation of corn drying: a new model. **Transactions of the ASAE**, v. 11, n. 4, p. 0582–0586, 1968. Disponível em: <https://doi.org/10.13031/2013.39473>

THORELL, A.; WADSÖ, L. Determination of external mass transfer coefficients in dynamic sorption (DVS) measurements. **Drying Technology**, v. 36, n. 3, p. 332–340, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/07373937.2017.1331239>

THORNTON, A. R.; WEINHART, T.; VITALIY, O.; LUDING, S. Multi-scale methods for multi-component granular materials. **Computer methods in materials science**, v. 13, n. 2, 2013.

THORNTON, C. **Granular dynamics, contact mechanics and particle system simulations: a DEM study**. [S. l.: s. n.]. v. 24 Disponível em: <https://doi.org/10.1007/978-3-319-18711-2>

THORSTEN, P.; SCHWAGER, T. **Computational granular dynamics: models and algorithms**. 1. ed. Berlin: Springer, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/3-540-27720-x>

THYBRING, E. E.; BOARDMAN, C. R.; ZELINKA, S. L.; GLASS, S. V. Common sorption isotherm models are not physically valid for water in wood. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 627, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.COLSURFA.2021.127214>

TIAN, T.; SU, J.; ZHAN, J.; GENG, S.; XU, G.; LIU, X. Discrete and continuum modeling of granular flow in silo discharge. **Particuology**, v. 36, p. 127–138, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.PARTIC.2017.04.001>

TISCAR, J. M.; ESCRIG, A.; MALLOL, G.; BOIX, J.; GILABERT, F. A. DEM-based modelling framework for spray-dried powders in ceramic tiles industry. Part I: Calibration procedure. **Powder Technology**, v. 356, p. 818–831, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2019.08.053>

TSILINGIRIS, P. T. Thermophysical and transport properties of humid air at temperature range between 0 and 100 °C. **Energy Conversion and Management**, v. 49, n. 5, p. 1098–1110, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.enconman.2007.09.015>

VAN LOON, L. R.; MÜLLER, W.; IJIMA, K. Activation energies of the self-diffusion of HTO,  $^{22}\text{Na}^+$  and  $^{36}\text{Cl}^-$  in a highly compacted argillaceous rock (Opalinus Clay). **Applied Geochemistry**, v. 20, n. 5, p. 961–972, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2004.10.007>

VELASCO, L. F.; GUILLET-NICOLAS, R.; DOBOS, G.; THOMMES, M.; LODEWYCKX, P. Towards a better understanding of water adsorption hysteresis in activated carbons by scanning isotherms. **Carbon**, v. 96, p. 753–758, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CARBON.2015.10.017>

VIEIRA, L. H. de S. **Estudo teórico e experimental das pressões em tremonhas cônicas e piramidais de silos metálicos esbeltos**. 2009. - Universidade Federal de Lavras, [s. l.], 2009.

VOLPATO, S.; SANTOMASO, A. C. Particle Size Segregation During the Discharge of Binary Mixtures and the Role of Void Saturation. **Chemical Engineering Transactions**, v. 100, n. May, p. 145–150, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3303/CET23100025>

VU, T.; KATTI, K. R.; CHIRDON, W. M. A digital image flow meter for granular flows with a comparison of direct regression and neural network computational methods. **Flow Measurement and Instrumentation**, v. 66, n. December 2018, p. 18–27, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.flowmeasinst.2019.01.014>

WAN, J.; WANG, F.; YANG, G.; ZHANG, S.; WANG, M.; LIN, P.; YANG, L. The influence of orifice shape on the flow rate: a DEM and experimental research in 3D hopper granular flows. **Powder Technology**, v. 335, p. 147–155, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2018.03.041>

WANG, J.; GUO, X. Adsorption isotherm models: Classification, physical meaning,

application and solving method. **Chemosphere**, v. 258, p. 127279, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2020.127279>

WANG, J.; YIO, M. H. N.; ZHOU, T.; WONG, H. S.; DAVIE, C. T.; MASOERO, E. Water sorption isotherms and hysteresis of cement paste at moderately high temperature, up to 80 °C. **Cement and Concrete Research**, v. 165, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CEMCONRES.2022.107076>

WANG, M.; LU, Z. Study on the hygroscopic performances of poplar wood fiber biomass brick. **International Communications in Heat and Mass Transfer**, v. 135, p. 106063, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.ICHEATMASSTRANSFER.2022.106063>

WANG, Y.; OOI, J. Y. A study of granular flow in a conical hopper discharge using discrete and continuum approach. **Procedia Engineering**, v. 102, p. 765–772, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.PROENG.2015.01.183>

WELSH, Z. G.; KHAN, M. I. H.; KARIM, M. A. Multiscale modeling for food drying: A homogenized diffusion approach. **Journal of Food Engineering**, v. 292, p. 110252, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2020.110252>

WILLIAMS, J. C. The segregation of particulate materials: a review. **Powder Technology**, v. 15, n. 2, p. 245–251, 1976. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/0032-5910\(76\)80053-8](https://doi.org/10.1016/0032-5910(76)80053-8)

WILLIAMS, J. C.; ALLEN, T. **Handbook of conveying and handling of particulate solids**. 1. ed. Amsterdam: Elsevier Science Ltd, 2001 b. v. 10E-book. Disponível em: <http://marefateadyan.nashriyat.ir/node/150>

WINDOWS-YULE, C. R. K. Ensuring adequate statistics in particle tracking experiments. **Particuology**, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.PARTIC.2020.10.013>

WINDOWS-YULE, C. R. K.; TUNUGUNTLA, D. R.; PARKER, D. J. Numerical modelling of granular flows: a reality check. **Computational Particle Mechanics**, v. 3, n. 3, p. 311–332, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s40571-015-0083-2>

WÓJCIK, M.; TEJCHMAN, J.; ENSTAD, G. G. Confined granular flow in silos with inserts - full-scale experiments. **Powder Technology**, v. 222, p. 15–36, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2012.01.031>

WOODCOCK, C. R.; MASON, J. S. **Bulk solids handling**. Dordrecht: Springer Netherlands, 1988. E-book. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/978-94-009-2635-6>

XIAO, H.; FAN, Y.; JACOB, K. V.; UMBANHOWAR, P. B.; KODAM, M.; KOCH, J. F.; LUEPTOW, R. M. Continuum modeling of granular segregation during hopper discharge. **Chemical Engineering Science**, v. 193, p. 188–204, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CES.2018.08.039>

XIAO, X.; LI, B.; CHEN, M.; PENG, J.; PENG, R. Research on the effect of the cone-in-cone insert on the discharge behaviour of conical silo. **Powder Technology**, v. 419, p. 118336, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2023.118336>

XIAO, Y.; HAN, Y.; JIA, F.; LIU, H.; LI, G.; CHEN, P.; MENG, X.; BAI, S. Experimental study of granular flow transition near the outlet in a flat-bottomed silo. **Biosystems Engineering**, v. 202, p. 16–27, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.biosystemseng.2020.11.013>

YANG, L. Y. M.; ZHENG, Q. J.; BAI, L.; YU, A. B. Continuum modelling of granular segregation by coupling flow rheology and transport equation. **Powder Technology**, v. 378, p. 371–387, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2020.10.010>

YEŞILBAŞ, M.; BOILY, J. F. Particle Size Controls on Water Adsorption and Condensation Regimes at Mineral Surfaces. **Scientific Reports**, v. 6, n. August, p. 1–10, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/srep32136>

YISA, M. G.; FADEYIBI, A.; ADISA, O. I. O.; ALABI, K. P. Finite element simulation of temperature variation in grain metal silo. **Research in Agricultural Engineering**, v. 64, n. 3, p. 107–114, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.17221/101/2016-RAE>

YU, X.; SCHMIDT, A. R.; BELLO-PEREZ, L. A.; SCHMIDT, S. J. Determination of the bulk moisture diffusion coefficient for corn starch using an automated water sorption instrument. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, n. 1, p. 50–58, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/jf071894a>

ZAKI, M.; SIRAJ, M. S. Study of a flat-bottomed cylindrical silo with different orifice shapes. **Powder Technology**, v. 354, p. 641–652, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2019.06.041>

ZHANG, C.; LU, N. What is the range of soil water density? critical reviews with a unified model. **Reviews of Geophysics**, v. 56, n. 3, p. 532–562, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1029/2018RG000597>

ZHANG, H.; LI, S. DEM simulation of wet granular-fluid flows in spouted beds: numerical studies and experimental verifications. **Powder Technology**, v. 318, p. 337–349, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.05.009>

ZHANG, K.; RICHMAN, R. Wood sheathing durability from moisture sorption isotherm variability due to age and temperature. **Construction and Building Materials**, v. 273, p. 121672, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CONBUILDMAT.2020.121672>

ZHANG, Y.; JIA, F.; ZENG, Y.; HAN, Y.; XIAO, Y. DEM study in the critical height of flow mechanism transition in a conical silo. **Powder Technology**, v. 331, p. 98–106, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.POWTEC.2018.03.024>

ZHAO, S.; ZHAO, J.; LAI, Y. Multiscale modeling of thermo-mechanical responses of granular materials: a hierarchical continuum–discrete coupling approach. **Computer**

**Methods in Applied Mechanics and Engineering**, v. 367, p. 113100, 2020.  
Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CMA.2020.113100>

ZHAO, X.; LI, W.; ZHANG, H.; LI, X.; FAN, W. Reaction-diffusion approach to modeling water diffusion in glutinous rice flour particles during dynamic vapor adsorption. 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s13197-019-03925-0>

ŽÍDEK, M.; ZEGZULKA, J.; JEZERSKA, L.; ROZBROJ, J.; GELNAR, D.; NEČAS, J. Simulation model of loading bin bottom by bulk material. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 154, p. 151–161, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/J.CHERD.2019.12.008>