

Universidade Federal do Triângulo Mineiro

Ana Lúcia Guimarães

Projeto e construção de uma extrusora como alternativa na melhoria da produção de
fertilizantes foliares

Uberaba

2018

Ana Lúcia Guimarães

Projeto e construção de uma extrusora como alternativa na melhoria da produção de fertilizantes foliares

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Mestrado Profissional em Inovação Tecnológica da Universidade Federal do Triângulo Mineiro como requisito para obtenção do título de Mestre. Orientador: Prof. Dr. Ricardo Francisco Pires

Uberaba

2018

**Catálogo na fonte: Biblioteca da Universidade Federal do
Triângulo Mineiro**

G976p Guimaráes, Ana Lúcia
Projeto e construção de uma extrusora como alternativa na
melhoria da produção de fertilizantes foliares / Ana Lúcia Guimaráes.
-- 2018.
77 f. : il., fig., graf., tab.

Dissertação (Mestrado Profissional em Inovação Tecnológica) --
Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Uberaba, MG, 2018
Orientador: Prof. Dr. Ricardo Francisco Pires

1. Adubos e fertilizantes. 2. Adubação foliar. 3. Inovações agríco-
las. 4. Inovações tecnológicas. I. Pires, Ricardo Francisco. II. Univer-
sidade Federal do Triângulo Mineiro. III. Título.

CDU 631.8

ANA LUCIA GUIMARÃES

PROJETO E CONSTRUÇÃO DE UMA EXTRUSORA COMO ALTERNATIVA
NA MELHORIA DA PRODUÇÃO DE FERTILIZANTES FOLIARES

Trabalho de conclusão apresentado ao
Programa de Mestrado Profissional em
Inovação Tecnológica da Universidade Federal
do Triângulo Mineiro, como requisito para
obtenção do título de mestre.

Uberaba, 16 de março de 2018

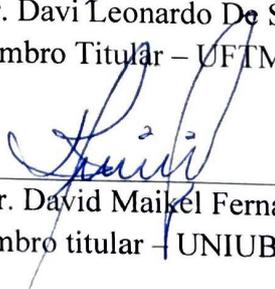
Banca Examinadora:



Prof. Dr. Ricardo Francisco Pires
Orientador – PMPIT – UFTM



Prof. Dr. Davi Leonardo De Souza
Membro Titular – UFTM



Prof. Dr. David Maikel Fernandes
Membro titular – UNIUBE

AGRADECIMENTOS

O tempo passa e nós agradecemos... pela vida. Vida de sonhos e verdades, alegrias e lutas.

Agradeço, sobretudo, à Deus por ser meu guia, por ser Aquele que me dá coragem e sabedoria para lutar pelos meus ideais.

Agradeço à minha mãe, Lucia, pelo infinito amor. Mulher que admiro: batalhadora, forte e sábia. Ao meu pai, Artur, homem de fibra, de coração puro. Obrigada por sempre me concederem sabedoria nas escolhas dos melhores caminhos, coragem para acreditar, força para não desistir e proteção para me amparar. Amados pais, que não mediram esforços para que eu tivesse a melhor oportunidade e me educaram com amor. Vocês fizeram de mim a pessoa que hoje sou, e eu só tenho motivos para agradecer.

Aos meus irmãos, Thiago e Bruna, que acreditaram em mim e me apoiaram nessa jornada, agradeço pelo apoio e pela torcida. Todas as dificuldades e momentos de desespero foram superados e deixados para trás com a ajuda de vocês, que sempre me impulsionam em direção às vitórias dos meus desafios. Sou muito grata a Deus por tê-los na minha vida.

Aos meus amigos, em especial, a Kássia e a Érica. Vocês compartilharam comigo ideias, conhecimento e experiência. Obrigada pelo apoio, orientação, confiança, motivação incondicional e por me mostrarem a direção todas as vezes que eu me perdi pelo caminho. É muito bom poder compartilhar conquistas com vocês ao meu lado. As pessoas entram em nossa vida por acaso, mas não é por acaso que elas permanecem.

Ao professor Ricardo Pires, pela orientação deste trabalho, pela confiança em mim depositada e pelo tempo dedicado em cada reunião.

A todos aqueles que direta e indiretamente contribuíram para a conclusão deste trabalho.

À Universidade Federal do Triângulo Mineiro.

*“Que os vossos esforços desafiem as impossibilidades,
lembrai-vos de que as grandes coisas do homem
foram conquistadas do que parecia impossível.”*
Charles Chaplin

RESUMO

O setor do agronegócio tem se destacado na busca por inovações tecnológicas que atendam às necessidades do mercado, principalmente devido ao exacerbado crescimento populacional e conseqüente ascensão na demanda de produção de alimentos. Neste cenário, a fertilização é aplicada como uma solução para o crescimento sadio dos vegetais, visto que fornecem uma maior quantidade de nutrientes, tornando a planta mais resistente e diminuindo a necessidade da aplicação de defensivos agrícolas. Neste contexto, a técnica de granulação por extrusão surge como uma inovação para o agronegócio. Este trabalho visa aplicar o método para a produção de fertilizantes foliares de alta dispersão (granulados), agregando valor ao produto, avaliando características como solubilidade, homogeneidade, estabilidade, armazenamento, transporte e aplicação. Após o projeto e construção da extrusora monofuso, foram determinados os solventes e aditivos a serem utilizados no processo de extrusão. Na seqüência, foi determinado estatisticamente a condição ótima de operação, a partir de um Planejamento Composto Central (PCC) e posteriormente, foi replicado na extrusora o melhor ensaio, a fim de avaliar os efeitos nas variáveis resposta: tempo de solubilidade, teor de nutrientes e pH, para diferentes velocidades de extrusão. Os solventes escolhidos após estudos de compatibilidade com o fertilizante utilizado foram o álcool anidro e o propilenoglicol; e o aditivo foi o PVP. A partir da análise do PCC optou-se por implementar na extrusora o experimento 3, o qual apresenta 0,5% PVP, 15% de álcool, 2% de propileno e 82,5% do fertilizante foliar, avaliando-se diferentes velocidades de extrusão (30, 45 e 60 Hz). Dentre estas, conclui-se que a mais produtiva foi a de 60 Hz, além de apresentar melhor dispersabilidade em comparação com as demais. As análises de teor de nutrientes e pH comprovaram que não há perdas na composição do produto garantindo o processo de extrusão. Vale ressaltar, que o tempo de solubilidade ao se comparar com o produto padrão não se comportou como esperado, devido à alta compactação da massa. Por outro lado, o processo de extrusão do fertilizante foliar garante ao produto melhor conservação da homogeneidade de distribuição dos componentes, facilidade de escoamento e resistência superior, gerando ganhos operacionais e ambientais, além de garantir também maior valor agregado.

Palavras-Chave: Dispersão. Extrusão. Inovação. Fertilizantes

ABSTRACT

The agribusiness sector has stood out in the search for technological innovations that meet the needs of the market, mainly due to the exacerbated population growth and consequent rise in the demand of food production. In this scenario, fertilization is applied as a solution for the healthy growth of vegetables, as they provide a greater amount of nutrients, making the plant more resistant and reducing the need for the application of pesticides. In this context, the extrusion granulation technique emerges as an innovation for agribusiness. This work aims to apply the method for the production of foliar fertilizers of high dispersion (granulates), adding value to the product, evaluating characteristics such as solubility, homogeneity, stability, storage, transport and application. After the design and construction of the single-phase extruder, the solvents and additives to be used in the extrusion process were determined. Afterwards, the optimum operating condition was determined statistically from a Central Composite Designs (CCD) and afterwards the best test was replicated in the extruder in order to evaluate the effects on the response variables: solubility time, nutrient content and pH, for different extrusion rates. The solvents selected after compatibility studies with the fertilizer used were anhydrous alcohol and propylene glycol; and the additive was the PVP. From the CCD analysis, it was decided to implement in the extruder the experiment 3, which presents 0.5% PVP, 15% alcohol, 2% propylene and 82.5% of the foliar fertilizer, evaluating different rates of extrusion (30, 45 and 60 Hz). Among these, it was concluded that the most productive was 60 Hz, in addition to presenting better dispersibility in comparison with the others. Analyzes of nutrient content and pH proved that there are no losses in the composition of the product guaranteeing the extrusion process. It is worth mentioning that the solubility time when compared with the standard product did not behave as expected due to the high mass compaction. On the other hand, the process of extrusion of the foliar fertilizer guarantees to the product better conservation of the homogeneity of distribution of the components, ease of flow and superior resistance, generating operational and environmental gains, besides also guaranteeing greater added value.

Keywords: Dispersion. Extrusion. Innovation. Fertilizers

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 01 – Disponibilidade de nutrientes presentes no solo em função do pH.....	24
Figura 02 – Representação do processo de granulação	26
Figura 03 – Processo de granulação por via seca.....	28
Figura 04 – Granulador de alta intensidade: Schugi® Flexomix.....	30
Figura 05 – Tecnologias de aglomeração.....	31
Figura 06 – Representação esquemática da extrusora tipo parafuso.....	35
Figura 07 – Representação esquemática do corpo de uma extrusora tipo parafuso...	35
Figura 08 – Extrusor de Tamis.....	36
Figura 09 – Extrusor de Rolos.....	37
Figura 10 – Extrusor de Pistão.....	38
Figura 11 – Componentes de uma extrusora	39
Figura 12 – Tipos de geometria dos pratos de esferonização.....	41
Figura 13 – Projeto da extrusora monofuso nas vistas frontal, lateral e superior.....	43
Figura 14 – Vista lateral, frontal e superior do canhão.....	44
Figura 15 – Extremidade anterior e posterior da rosca extrusora.....	45
Figura 16 – Matriz da extrusora.....	46
Figura 17 – Funil de alimentação da extrusora.....	46
Figura 18 – Espremedor de limão e espátula.....	49
Figura 19 – Solubilização do fertilizante em água.....	50
Figura 20 - Batedeira utilizada para simular o processo de malaxagem.....	51
Figura 21 – Extrusora em escala laboratorial visão lateral e frontal.....	54
Figura 22 – Superfície de resposta do tempo de solubilidade em função da $m^{\text{álcool}}/m^{\text{total}}$ e da $m^{\text{propileno}}/m^{\text{total}}$	58
Figura 23 – Superfície de resposta do custo em função da massa de $m^{\text{PVP}}/m^{\text{total}}$ e da $m^{\text{álcool}}/m^{\text{total}}$	60
Figura 24 – Superfície de resposta do custo em função da $m^{\text{álcool}}/m^{\text{total}}$ e da massa de $m^{\text{propileno}}/m^{\text{total}}$	61

Figura 25 – Superfície de resposta da função objetivo em função da $m^{álcool} / m^{total}$ e da m^{PVP} / m^{total}	64
Figura 26 – Superfície de resposta da função objetivo em função da $m^{álcool} / m^{total}$ e da $m^{propileno} / m^{total}$	64
Figura 27 – Experimento 3.....	65
Figura 28 – Material extrusado ao sair da matriz.....	66
Figura 29 - Pellets obtidos nas velocidades de 30, 45 e 60 Hz.....	66
Figura 30 – Passagem D em % versus tamanho de partícula em μm	69
Figura 31 – Fertilizante foliar antes e depois do processo de aglomeração.....	70

LISTA DE TABELAS

Tabela 01 – Relação dos nutrientes essenciais agrupados em macro e micronutrientes e a forma em que se encontram no solo.....	18
Tabela 02 – Classificação de fertilizantes quanto ao meio de aplicação.....	18
Tabela 03 – Classificação de fertilizantes quanto a composição.....	19
Tabela 04 – Fatores de sucesso para a nutrição foliar.....	21
Tabela 05 – Especificações granulométricas de fertilizantes sólidos.....	25
Tabela 06 – Teste de compatibilidade entre os solventes e o fertilizante foliar.....	48
Tabela 07 – Teste de coesividade entre o fertilizante e os aditivos.....	48
Tabela 08 – Custo por Kg das matérias primas.....	50
Tabela 09 – Resultado de compatibilidade entre o fertilizante foliar e os solventes.....	55
Tabela 10 – Resultado de coesividade entre o fertilizante foliar, o solvente e os aditivos.....	55
Tabela 11 – Matriz do planejamento experimental.....	56
Tabela 12 – Respostas referentes a solubilidade.....	57
Tabela 13 – Efeito das variáveis sob a solubilidade ($R^2 = 0,772$).....	57
Tabela 14 – Respostas referentes ao custo.....	59
Tabela 15 – Efeito das variáveis sob o custo ($R^2 = 0,999$).....	59
Tabela 16 – Avaliação numérica associada às análises qualitativas.....	61
Tabela 17 – Quantificação do aspecto.....	62
Tabela 18 – Resultados da Função objetivo.....	63
Tabela 19 – Efeito das variáveis sob a função objetivo ($R^2 = 0,803$).....	63
Tabela 20 – Frequências e velocidades utilizadas na extrusora.....	65
Tabela 21 – Tempo de solubilidade dos pellets obtidos.....	67
Tabela 22 – Teor de nutrientes para o produto extrusado.....	68
Tabela 23 – Resultados encontrados para densidade, tamanho de partícula, umidade e aspecto.....	70
Tabela 24 – Resultados de solubilidade no Flexomix.....	71

LISTA DE SIGLAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

CNC – Controle Numérico Computorizado

CNA – Confederação da Agricultura e Pecuária do Brasil

MAPA – Ministério da Agricultura, Agropecuária e Abastecimento

PCC – Planejamento Composto Central

pH – Potencial Hidrogeniônico

PIB – Produto Interno Bruto

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 REFERENCIAL TEÓRICO	16
2.1 A SOJA	16
2.2 FERTILIZANTES.....	17
2.2.1 Fertilizantes foliares	19
2.3 MÉTODOS DE GRANULAÇÃO	25
2.3.1 Granulação por via seca	27
2.3.2 Granulação por via líquida	28
2.3.3 Granulação por via úmida	29
2.4 TECNOLOGIAS DE AGLOMERAÇÃO	31
2.5 PROCESSO DE GRANULAÇÃO POR EXTRUSÃO-ESFERONIZAÇÃO.....	32
2.5.1 Malaxagem.....	32
2.5.2. Extrusão	33
2.5.3 Esferonização	40
2.5.4 Secagem.....	41
2.6 ESTADO DA ARTE	42
3 METODOLOGIA	43
3.1 PROJETO E CONSTRUÇÃO DA EXTRUSORA	43
3.2 DETERMINAÇÃO DO FERTILIZANTE FOLIAR.....	46
3.3 DETERMINAÇÃO DO SOLVENTE	47
3.4. DETERMINAÇÃO DO ADITIVO.....	47
3.5 COMPATIBILIDADE DE MISTURA	47
3.6 PLANEJAMENTO COMPOSTO CENTRAL.....	48
3.6.1 Tempo de solubilidade	49
3.6.2 Custo.....	50
3.6.3 Aspecto	51
3.7 TESTES NA EXTRUSORA.....	51
3.8 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS.....	52
3.8.1 Teor de nutrientes	52
3.8.2 Determinação do pH	52
3.8.3. Teste de queda	52
3.9 VIABILIDADE EM ESCALA INDUSTRIAL	53
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	54
4.1 CONSTRUÇÃO DA UNIDADE EXPERIMENTAL PARA A EXTRUSÃO	54

4.2 ANÁLISE DE COMPATIBILIDADE DOS SOLVENTES E ADITIVOS NO FERTILIZANTE FOLIAR	54
4.3 ANÁLISE DO PLANEJAMENTO COMPOSTO CENTRAL	56
4.3.1 Tempo de solubilidade	57
4.3.2 Custo.....	58
4.3.3 Aspecto	61
4.3.4 Função objetivo	62
4.4 TESTES NA EXTRUSORA.....	65
4.4.1 Análises físico-químicas do material extrusado	66
4.5. SCALE UP	68
5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES	72
6 REFERÊNCIAS.....	75

1 INTRODUÇÃO

A constante busca por inovações tecnológicas que atendam às necessidades do mercado traz à tona uma série de pesquisas envolvendo melhorias em diversos setores da indústria. Um setor que se destaca nessa busca é o agronegócio, principalmente devido ao exacerbado crescimento populacional e consequente ascensão na demanda de produção de alimentos. Quanto mais a população aumenta, mais difícil fica suprir as necessidades de consumo da sociedade.

Para acompanhar esse ritmo, o mercado precisa manter a qualidade das *commodities*. Considerando que o processo de nutrição vegetal é afetado pelo cultivo, solo e ambiente, surgiram maneiras de melhorar a produtividade das áreas plantadas. Neste contexto, a fertilização é empregada como uma solução ao crescimento sadio dos vegetais, uma vez que fornecem uma maior quantidade de nutrientes, deixando a planta mais resistente e diminuindo a necessidade de aplicação de defensivos agrícolas.

Segundo o MAPA (2017), a soja é a cultura agrícola brasileira que mais cresceu nos últimos 30 anos, correspondendo a cerca de 49% da área plantada em grãos no Brasil. Seu aumento da produtividade está associado aos avanços tecnológicos, bem como ao manejo e eficiência dos produtores. Além disso, o grão tem grande aplicabilidade no mercado, desde a extração do óleo vegetal ao farelo (subproduto) que é fundamental na fabricação de rações animais.

Neste âmbito, a adubação foliar se destaca como uma ferramenta fundamental para o bom desenvolvimento das plantações de soja e de outras culturas, sendo assim é essencial a compreensão dos fatores que irão influenciar a eficiência da aplicação foliar. Fatores externos, características físicas, químicas e físico-químicas, tais como temperatura, concentração de nutrientes, massa molecular, solubilidade, entre outros, devem ser considerados ao se pensar em avanços nesta área (FERNÁNDEZ, 2015).

Dentre estas características, a solubilidade se destaca como uma das mais importantes. Segundo Fernández (2015), a solubilidade da solução aplicada é um fator essencial, visto que a absorção irá ocorrer apenas quando o composto estiver dissolvido em uma fase líquida sendo capaz de se difundir da superfície para os órgãos da planta. Meios de otimizar o processo de absorção a partir da solubilidade do fertilizante foliar vem sendo estudados através dos granulados dispersíveis, que

aparecem como uma formulação mais eficiente quanto ao tempo de solubilização quando comparados às misturas de pós (KNOWLES, 1998).

Para a produção de formulações dispersíveis empregam-se as técnicas de granulação ou peletização. Ambos os processos têm a finalidade de aglomerar pós finos em partículas maiores, entretanto, os *pellets* diferem-se dos grânulos no que diz respeito às características físicas obtidas, visto que estes apresentam a forma de unidades esféricas. Além disso, os *pellets* passam por duas operações unitárias essenciais: a extrusão e a esferonização, enquanto que os grânulos passam apenas pela extrusão e não necessariamente terão característica física esférica (SANTOS et al., 2004). Na indústria farmacêutica, os *pellets* são vistos como inovação tecnológica, visto que formam produtos mais eficientes e muito mais seletivos em termos de concentração no local de ação que os existentes (MIRANDA, 2014).

Neste contexto, a técnica de granulação por extrusão surge como uma inovação para o agronegócio. Esta dissertação teve a finalidade de aplicar este método para a produção de fertilizantes foliares de alta dispersão (granulados), agregando valor ao produto, visando melhorias, tais como o aumento na solubilidade, homogeneidade, estabilidade, facilidade de armazenamento, transporte e aplicação.

O objetivo geral desta dissertação foi projetar e construir uma extrusora de rosca sem fim (monofuso), como uma alternativa na melhoria da produção de fertilizantes foliares. Os objetivos específicos foram: determinar estatisticamente a condição ótima de operação, a partir de um Planejamento Composto Central (PCC), analisando as variáveis: custo, tempo de solubilidade e aspecto. Posteriormente replicar o melhor ensaio, na unidade experimental avaliando os efeitos nas variáveis resposta: tempo de solubilidade, teor de nutrientes e pH, utilizando-se diferentes velocidades de extrusão. Além disso, foi proposto avaliar a viabilidade de sua aplicação em escala industrial.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

A revisão teórica abordará inicialmente a principal cultura do agronegócio brasileiro: a soja. Neste tópico serão mencionadas também as técnicas de aperfeiçoamento do cultivo de uma cultura, bem como características e classificações dos fertilizantes com foco naqueles destinados à aplicação na parte aérea das plantas: os fertilizantes foliares.

Em um segundo momento serão apresentados conceitos fundamentais referentes ao método de extrusão, suas variações e também a sua aplicação para a granulação de fertilizantes foliares. Além disso serão apresentados trabalhos científicos relevantes que utilizaram tal método, bem como os equipamentos empregados na técnica de extrusão e as principais variáveis envolvidas no processo.

Este tópico será fundamentado em uma revisão da literatura realizada com foco em aplicações no setor farmacêutico, devido à pouca incidência de estudos de extrusão aplicada à produção de fertilizantes. Assim, esses conceitos serão incorporados ao segmento do agronegócio, com foco nos fertilizantes foliares a fim de revolucionar este setor propiciando uma inovação tecnológica.

2.1 A SOJA

O agronegócio brasileiro é responsável por 23% do Produto Interno Bruto (PIB) nacional de acordo com a Confederação da Agricultura e Pecuária do Brasil (CNA) (PORTAL PLANALTO, 2015). O carro chefe desse grande impulso é a soja, liderando como principal produto nesse setor. A importância dessa cultura para a economia nacional pode ser atribuída a diversos fatores, dentre os quais se destacam: estruturação do comércio de produtos do complexo soja, divisas geradas pela exportação deste e o emprego resultante da expansão dessa cultura.

A soja (*Glycine max (L.) Merrill*) é utilizada como matéria prima do setor agroindustrial destinada ao processamento de óleo comestível. O subproduto do processo de extração é o farelo de soja, amplamente empregado na fabricação de rações animais. Mais recentemente a soja também está sendo usada como fonte de energia renovável, para produção de biodiesel (SILVA; LIMA; BATISTA, 2011).

O Brasil é o segundo maior produtor mundial do grão no mundo, responsável por 95 dos 317 milhões de toneladas de grãos, atrás apenas dos Estados Unidos

(108). Na safra 2014/15 os estados brasileiros que mais produziram foram: Mato Grosso, Paraná e Rio Grande do Sul, responsáveis por 62,78% da safra nacional da oleaginosa (EMBRAPA, 2016).

A relevância dessa cultura pode ser verificada pelo aumento das áreas cultivadas, bem como pela utilização de novas tecnologias no manejo e eficiência dos produtos a fim de aumentar o potencial de rendimento dessa cultura.

Dessa maneira, necessita-se de pesquisas com o intuito de aperfeiçoar o cultivo dessa oleaginosa, bem como reduzir os riscos de prejuízos para que não acarrete em limitação no seu desenvolvimento. Dentre essas técnicas destaca-se a utilização de fertilizantes, que visa o suprimento de nutrientes adequados a cultura em questão.

2.2 FERTILIZANTES

A produtividade de uma cultura está relacionada a fatores como correção do solo, suprimento de nutrientes, imprevisibilidade das variações no clima, fatores ambientais e tratos culturais. Os fertilizantes são utilizados com o propósito de melhorar a produção, em função das diferentes necessidades das culturas em rotação.

Define-se fertilizante como: “qualquer material natural ou sintético, sólido ou líquido, capaz de fornecer um ou mais nutrientes essenciais ao bom desenvolvimento e crescimento de uma planta” (GOWARIKER et al, 2009). Conhecendo-se as necessidades nutricionais das plantas seleciona-se o fertilizante mais adequado para a aplicação, a fim de extinguir as deficiências de elementos vitais a sobrevivência dos vegetais.

A quantidade de nutrientes exigida pela planta irá variar, porém todos os tipos de elementos são importantes. Em termos gerais, os nutrientes classificam-se em macro e micronutrientes, sendo que irão se diferenciar conforme a quantidade requerida pela planta.

Os macronutrientes são, geralmente, expressos em porcentagem enquanto que os micronutrientes em partes por milhão, considerando sua forma elementar. A Tabela 01 apresenta os principais nutrientes e suas classificações.

Tabela 01 – Relação dos nutrientes essenciais agrupados em macro e micronutrientes e a forma em que se encontram no solo

Macronutrientes		Micronutrientes	
Elemento	Forma encontrada na solução do solo	Elemento	Forma encontrada na solução do solo
Nitrogênio (N)	NO_3^- , NO_2^- , NH_4^+	Cobre (Cu)	Cu^{2+}
Fósforo (P)	$H_2PO_4^-$, $H_2PO_4^{-2}$	Ferro (Fe)	Fe^{2+}
Potássio (K)	K^+	Manganês (Mn)	Mn^{2+}
Cálcio (Ca)	Ca^{2+}	Zinco (Zn)	Zn^{2+}
Magnésio (Mg)	Mg^{2+}	Cloro (Cl)	Cl^-
Enxofre (S)	SO_4^{-2}	Boro (B)	H_3Bo_3
		Molibdênio (Mo)	MoO_4^{-2}

Fonte: Adaptado de BRASIL (2016)

O fornecimento desses nutrientes pode ocorrer mediante a aplicação via solo, foliar, fertirrigação, hidroponia e sementes, conforme apresentado na Tabela 02 (BRASIL, 2016). Neste trabalho serão enfatizados os fertilizantes via foliar.

Tabela 02 – Classificação de fertilizantes quanto ao meio de aplicação

Via de Aplicação	Descrição
Solo	Produto que se destina à aplicação via raiz (radicular).
Foliar	Produto que se destina à aplicação na parte aérea das plantas.
Fertirrigação	Produto que se destina à aplicação via sistemas de irrigação.
Hidroponia	Produto que se destina à aplicação em sistemas de cultivo sem solo.
Sementes	Produto que se destina à aplicação via tegumento de sementes.

Fonte: Adaptado de BRASIL (2016)

Além do meio de aplicação, existem outros parâmetros importantes de serem ressaltados quanto à classificação dos fertilizantes, tais como: a composição e a natureza física de formulação. Quanto à natureza física, os fertilizantes se classificam em sólidos ou líquidos. A Tabela 03 descreve os tipos de fertilizantes quanto a sua composição (BRASIL, 2016).

Tabela 03 – Classificação de fertilizantes quanto a composição

Via de Aplicação	Descrição
Mineral simples	Produto formado por um composto químico, que contém um ou mais nutrientes necessários às plantas.
Mineral misto	Mistura física de dois ou mais fertilizantes simples, complexos ou ambos.
Mineral complexo	Resultante de dois ou mais compostos químicos, devido a reação química de seus componentes contendo dois ou mais nutrientes.
Orgânico	São fertilizantes provenientes de restos de matéria orgânica ou subprodutos de organismos vivos.
Organomineral	São fertilizantes orgânicos, porém enriquecidos com nutrientes minerais.

Fonte: Adaptado de BRASIL (2016)

A quantidade de cada nutriente do fertilizante apresentado ao consumidor é regida pela Instrução Normativa 05/2007 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), a qual define garantia como a indicação percentual em peso de cada elemento químico, ou de qualquer outro componente do produto, sendo expressa em percentagem mássica quando se tratar de fertilizante sólido, e em percentagem mássica e/ou massa/volume (g/L) no caso do fertilizante fluido (BRASIL, 2007).

2.2.1 Fertilizantes foliares

Os fertilizantes são formados por componentes essenciais para o aumento da produtividade agrícola. Dentre os métodos existentes de fornecimento de nutrientes às plantas, a adubação foliar vem ganhando espaço como uma alternativa mais eficiente, uma vez que através dela a planta é capaz de uma melhor absorção quando comparado à adubação radicular. Segundo Silva (1995) apud Dab Fertilizantes (2016), na aplicação via foliar as plantas absorvem cerca de 90% dos nutrientes, enquanto que na via solo tem-se uma perda de, no mínimo, 50% seja por lixiviação, volatilização ou erosão.

A adubação foliar é responsável pelo fornecimento de nutrientes via pulverização de uma solução ou suspensão na parte aérea das plantas, ou seja, os nutrientes foliares são mobilizados diretamente na folha da planta, com o intuito de garantir um excelente equilíbrio nutricional.

O objetivo da nutrição foliar de plantas é, em sua essência, fornecer macro e micronutrientes cobrindo as deficiências da nutrição via solo. No que se refere aos macronutrientes, a adubação foliar tem uma função complementar e não de substituição à adubação radicular, uma vez que ela irá corrigir eventuais deficiências, como por exemplo, a cobertura de nitrogênio e potássio. Por outro lado, os micronutrientes existem em pequenas quantidades e sua disponibilidade na aplicação via solo é baixa, tornando a aplicação via foliar mais viável, pois as necessidades das plantas são atendidas em poucas pulverizações (FAQUIN, 2002).

Em relação ao método de aplicação de nutrientes, o produtor tem como alternativa a pulverização sobre as folhas com o uso de pulverizadores, junto com a água de irrigação por meio de aspersores ou micro aspersores, ou a pulverização aérea com o uso de aviões agrícolas.

Dentre as vantagens da nutrição foliar pode-se destacar: menores doses de aplicação quando comparado à aplicação via solo, bem como um alto aproveitamento na aplicação, ou seja, há uma maior absorção de nutrientes quando aplicados na folha. Além disso, as formulações são mais eficazes, visto que permite uma fertilização mais racional gerando maior produtividade; há uma redução de custo de aplicação e mão-de-obra, pois podem ser aplicados simultaneamente com defensivos agrícolas (quando compatíveis) e o processo de fabricação é mais simples, uma vez que há pouco investimento em controle e automação de planta comparado a outras formulações químicas (FAQUIN, 2002).

Entretanto, a técnica via foliar apresenta algumas desvantagens; por exemplo a necessidade de nutrientes, geralmente, é alta quando as plantas são pequenas, tornando a área foliar insuficiente para a absorção. Outros quesitos válidos de serem mencionados são o custo de aplicação extra, que pode ser gerado devido a necessidade de reaplicação, e a ausência de efeitos residuais durante a adubação, que também exige uma frequência maior de aplicação (TORRES, 2008).

Ao utilizar os fertilizantes foliares deve-se atentar para alguns fatores que são importantes para que os resultados da adubação sejam satisfatórios, dentre os quais

pode-se citar: os inerentes às folhas, os inerentes aos nutrientes e os fatores externos, de acordo com o descrito na Tabela 04 (FERNÁNDEZ, 2015).

Outros fatores importantes de serem ressaltados são: a aplicação em época correta, visto que há períodos de grande consumo de nutrientes; conhecimento da capacidade de absorção da planta vs. a velocidade de penetração do nutriente, eficácia, estabilidade e compatibilidade da formulação.

Tabela 04 – Fatores de sucesso para a nutrição foliar

Fatores inerentes às folhas	
Parâmetros	Influências
Características estruturais	Quanto maior o número de estômatos melhor a absorção.
Composição química	Quanto menor quantidade de ceras e cutina na folha melhor.
Idade da folha	Quanto mais nova a folha, melhor será a absorção.
Fatores inerentes aos nutrientes	
Mobilidade e Capacidade metabólica entre os nutrientes	Quanto maior a mobilidade e a capacidade metabólica entre os nutrientes melhor será a eficiência de absorção
Fatores externos	
Luz	Quanto maior a intensidade luminosa, maior será a absorção de nutrientes
Temperatura	A faixa de temperatura ideal é de 22 a 30°C. É preferível realizar a pulverização durante a parte mais fresca do dia, quando os estômatos estão abertos.
Umidade	A alta umidade favorece a absorção foliar, uma vez que ela mantém as cutículas hidratadas, evitando a evaporação da solução aplicada.

Fonte: Adaptado de FERNÁNDEZ (2015).

Um fator importante de ser considerado é a compatibilidade físico-química do fertilizante foliar com os agrotóxicos. Essa prática não é regulamentada, entretanto por uma questão de custo, o agricultor opta por realizar a aplicação simultânea. De fato, uma única aplicação poderá minimizar tempo e dinheiro, mas por sua vez essa

mistura pode levar a uma incompatibilidade entre os produtos o que acarretando em perda de nutrientes devido a precipitação de mistura.

Desse modo, os fatores inerentes às folhas, aos nutrientes e ao meio externo interferem direta ou indiretamente na eficiência de aplicação dos fertilizantes afetando a resposta nas culturas. Além disso, as propriedades dos fertilizantes, como a porosidade, solubilidade, tamanho e concentração podem influenciar positivamente ou negativamente tanto na absorção como no transporte de nutrientes para outras partes da planta.

2.2.1.1 Particularidades dos Fertilizantes Foliares

Como abordado anteriormente, a absorção dos nutrientes aplicados via foliar envolve uma gama de variáveis. O desempenho do fertilizante foliar está diretamente relacionado à sua formulação, sendo crucial conhecer suas propriedades e características antes da aplicação. Características físico-químicas, como concentração, solubilidade, pH, ponto de delisquescência (PD), tamanho molecular e carga elétrica, são fatores determinantes na retenção, molhamento, espalhamento e taxa de absorção do nutriente na planta, além dos fatores externos (ambientais) já explicitados.

A concentração de nutrientes contidos no fertilizante foliar é um fator intrínseco à qualidade do mesmo e sempre será expressivamente maior do que a concentração encontrada no interior da planta, proporcionando assim um gradiente de concentração que levará à difusão dos nutrientes através da superfície da folha no momento em que a solução for aplicada (FERNÁNDEZ, 2015).

Schönherr, (2001) e Zhang; Brown, (1999a, b) realizaram estudos em cutículas isoladas e folhas intactas, respectivamente, com o intuito de analisar altas velocidades de penetração em resposta ao aumento das concentrações de alguns elementos minerais. Entretanto, os autores não chegaram à uma relação definida entre a concentração da solução e a velocidade de penetração na superfície.

Segundo Kannan (2010), há uma faixa de concentração ideal da solução de nutrientes a ser aplicada na planta para que a adubação foliar seja eficiente, a qual deverá ser estudada levando em consideração alguns fatores inerentes a cada tipo

de cultura, tais como: melhor tipo de nutriente (macro ou micronutriente), espécie e idade da folha, estado nutricional e condições climáticas em que se encontra a cultura.

Outro parâmetro a ser monitorado é a solubilidade da formulação foliar antes da aplicação, garantindo que os compostos nela presentes estejam apropriadamente dissolvidos ou suspensos (FERNÁNDEZ, 2015). De forma geral, a solubilidade em água, que é o solvente geralmente utilizado, juntamente com a concentração de nutrientes são as características mais importantes quando se refere à qualidade do fertilizante foliar (ALCARDE; GUIDOLIN; LOPES, 1998).

A eficiência de absorção foliar está diretamente relacionada à solubilidade em água da substância aplicada, uma vez que a insolubilização, juntamente com a lixiviação e a volatilização, ocasionam em perdas de parte dos nutrientes aplicados no solo. Isto é justificável, visto que a absorção irá ocorrer apenas quando os compostos utilizados estiverem bem dissolvidos em uma fase líquida na superfície do vegetal, proporcionando a difusão da solução para as demais partes da planta (ALCARDE; GUIDOLIN; LOPES, 1998; FERNÁNDEZ, 2015).

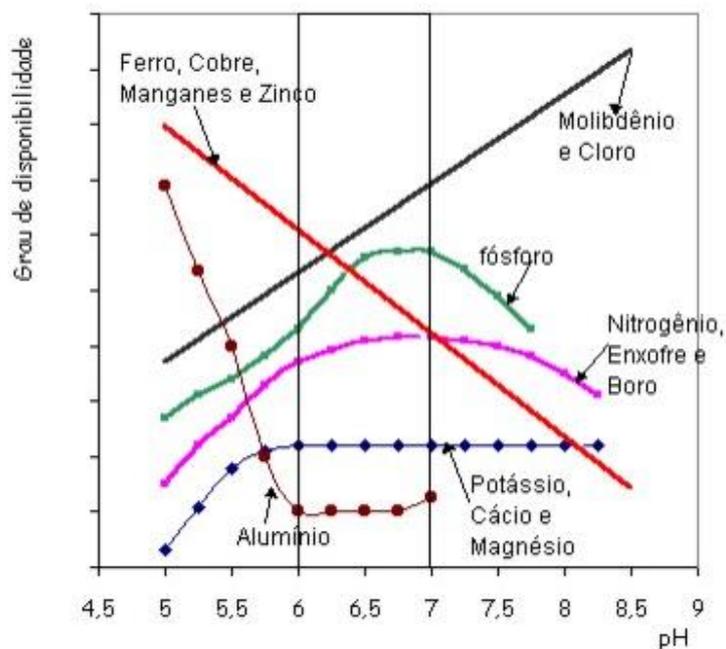
Além disso, as características físico-químicas dos fertilizantes foliares, tais como grau de pureza, porosidade e estrutura cristalina são fundamentais na solubilização (ALCARDE; PONCHIO, 1979).

Segundo Trani et al (2011), adubos de alta solubilidade são mais eficientes, uma vez que previnem problemas de entupimento dos equipamentos por resquícios de sais não dissolvidos, além de permitir a aplicação de menores volumes de solução.

Outro termo relacionado à solubilidade importante de ser destacado é a concentração de saturação, que é a capacidade máxima da solubilidade de uma substância em um solvente específico (FERNÁNDEZ, 2015).

Para adubação define-se pH como o grau de acidez do solo, conforme Figura 01, que é fundamental para determinar a disponibilidade dos nutrientes contidos neste ou a ele adicionados, além de assimilar os nutrientes pelos vegetais (MALAVOLTA, 1979). Apesar de ser evidente que o pH da solução interfira no grau de absorção foliar, não há estudos que confirmem a consistência na resposta da planta. Pode-se dizer que, isoladamente, o pH da solução não permite predizer o grau de penetração, o qual será influenciado expressivamente pelo tipo de nutriente aplicado e pela espécie do vegetal (FERNÁNDEZ, 2015).

Figura 01 – Disponibilidade de nutrientes presentes no solo em função do pH



Fonte: MALAVOLTA, 1979

A carga elétrica também tem sua influência quando o assunto é nutrição foliar. Os nutrientes fornecidos como quelatos ou complexos reagem como se fossem eletrólitos que se dissociam em íons livres, visto que estes compostos não são neutros, em sua maioria, e, por conseguinte, estarão ionizados quando dissolvidos em água. Portanto, a natureza dos cátions e ânions na solução foliar aplicada terá significância fisiológica e deve ser considerada ao se projetar uma formulação foliar (FERNÁNDEZ, 2015).

Outro fator que pode interferir na taxa de penetração do fertilizante na planta é a higroscopicidade do sal. Ou seja, para que ocorra a absorção foliar é necessário que o sal se dissolva, o que será determinado pelo ponto de deliquescência do sal, que é a conversão de uma substância sólida em uma líquida devido à absorção de vapor d'água do ar. Portanto, enquanto a umidade relativa do ar estiver acima do ponto de deliquescência haverá a penetração da solução através dos órgãos da planta, uma vez que o composto aplicado se dissolverá e estará disponível para ser absorvido pela folha. Por outro lado, quando a umidade relativa do ar estiver inferior, a solução irá "secar", causando cristalização do sal e cessando a penetração foliar (DORNELLES, 2005).

Segundo Fernández (2015), o tamanho da molécula na solução irá afetar a velocidade de penetração do fertilizante foliar, como consequência do mecanismo de absorção cuticular.

Um item também importante na qualidade do fertilizante é a uniformidade do tamanho do grão. Este, irá influenciar diretamente na homogeneidade da solução, uma vez que a não uniformidade pode gerar uma segregação e/ou uma seleção das partículas por tamanho ocasionando uma separação dos nutrientes. Assim, os fertilizantes foliares apresentarão granulometrias finas ou grosseiras, sendo que a maioria dos processos de produção dão origem a produtos de granulometria fina (ALCARDE; GUIDOLIN; LOPES, 1998). A Tabela 05 traz as especificações para a granulometria de fertilizantes sólidos, segundo BRASIL (2016).

Tabela 05 – Especificações granulométricas de fertilizantes sólidos

NATUREZA FÍSICA	ESPECIFICAÇÃO GRANULOMÉTRICA		
	Peneira	Passante	Retido
Granulado ou Mistura granulada: produto constituído de partículas em que cada grânulo contenha os elementos declarados ou garantidos do produto	4,800 mm (ABNT 5)	95% mínimo	5% máximo
	1,000 mm (ABNT 18)	5% máximo	95% mínimo
Mistura de Grânulos: produto em que os grânulos contêm, separadamente ou não, os elementos declarados ou garantidos do produto	4,800 mm (ABNT 5)	95% mínimo	5% máximo
	1,000 mm (ABNT 18)	5% máximo	95% mínimo
Microgranulado	2,800 mm (ABNT 7)	90% mínimo	10% máximo
	1,000 mm (ABNT 18)	10% máximo	90% mínimo
Pó	2,000 mm (ABNT 10)	100%	0%
	0,840 mm (ABNT 20)	70% mínimo	30% máximo
	0,300 mm (ABNT 50)	50% mínimo	50% máximo
Farelado	3,3600 mm (ABNT 6)	95% mínimo	5% máximo
	0,500 mm (ABNT 36)	25% máximo	75% mínimo
Farelado Grosso	4,800 mm (ABNT 4)	100%	0%
	1,000 mm (ABNT 18)	20% máximo	80% mínimo

Fonte: BRASIL, 2016

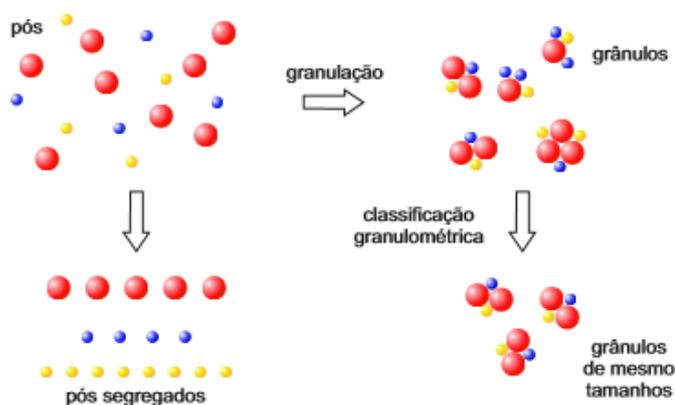
2.3 MÉTODOS DE GRANULAÇÃO

Segundo Bernardes (2006), a granulação é o processo pelo qual partículas de pó muito finas se juntam formando uma partícula maior, denominada grânulo. Essa

operação consiste na formação, cristalização ou aglomeração de um material, e visa a obtenção de grânulos maiores, mais uniformes e com um aspecto físico propício às operações posteriores.

Ao compararmos o granulado a uma mistura de pós, nota-se que o material granulado previne a segregação de componentes da mistura, conforme representado na Figura 02, ou seja, há uma maior conservação da homogeneidade de distribuição, bem como da distribuição granulométrica, além da densidade ser maior, o que irá interferir diretamente no bom desempenho do armazenamento do produto (LE HIR, 1997).

Figura 02 – Representação do processo de granulação



Fonte: Bernardes, 2006

Outras vantagens importantes de serem ressaltadas se referem à melhoria do aspecto e das propriedades físicas dos materiais, uma vez que estas minimizam as ocorrências de empedramento no processo de armazenamento, bem como melhoram a fluidez do material, o que irá garantir uma melhor dosagem e aplicação do produto no campo. Além disso, ainda pode-se citar: a redução de pós nas unidades de formulação e envase, bem como durante a aplicação, o que afeta positivamente no controle de qualidade do ar, na manutenção da higiene local e maior segurança para os aplicadores.

Muito utilizado nas indústrias de fertilizantes, farmacêuticas, alimentícias, químicas, siderúrgicas, mineração, entre outros, o processo de granulação normalmente tem início a partir de uma mistura, via úmida ou via seca, de maneira que os componentes da mistura cheguem à homogeneização (BERNARDES, 2006).

Os métodos de granulação citados apresentam particularidades que podem favorecer ou implicar de forma desvantajosa no processo.

2.3.1 Granulação por via seca

Na granulação por via seca não há presença de um meio líquido e as altas pressões promovem a coesão das partículas, diferentemente do que ocorre na granulação por via úmida, na qual a massa granulada seca é obtida a partir de uma solução ou suspensão, utilizando equipamentos denominados atomizadores (BERNARDES, 2006; COUTO; GONZÁLES; PETROVICK, 2000).

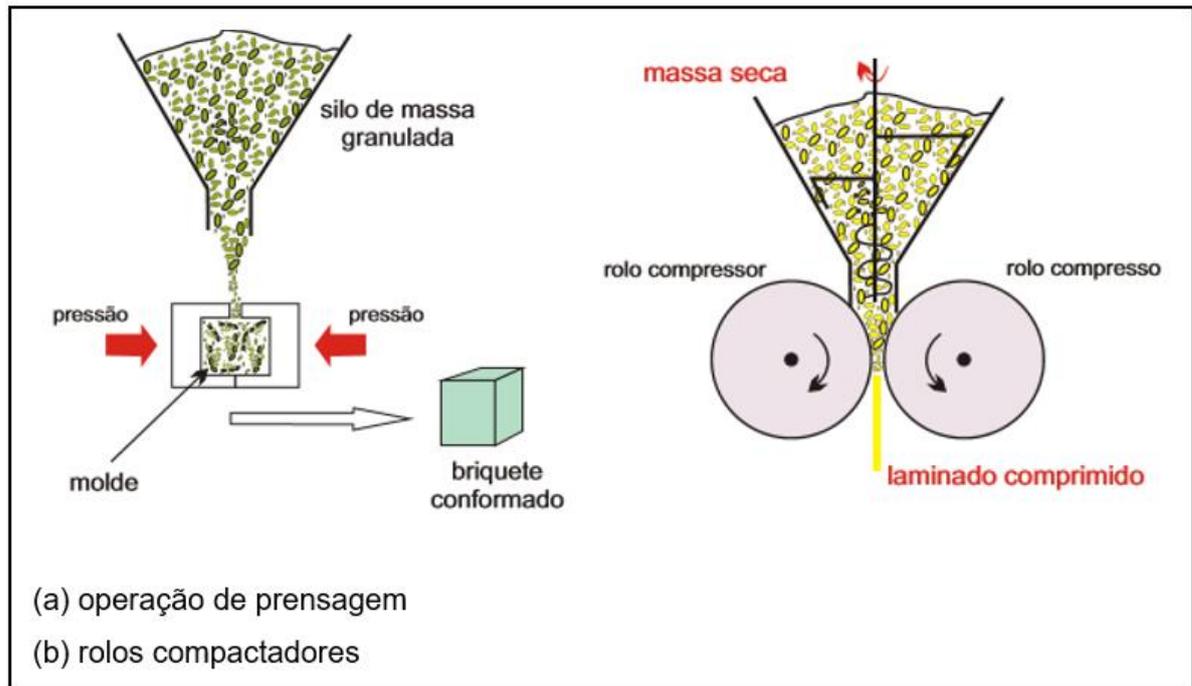
Neste caso há basicamente dois processos principais: a prensagem e a utilização de rolos compactadores.

A prensagem é um processo de conformação capaz de compactar uma mistura de pós dentro de uma matriz rígida ou de um molde flexível, por meio de uma prensa, como mostra a Figura 03-a, formando um briquete. Para que a operação seja realizada de maneira apropriada é importante atentar-se para a preparação da massa, uma vez que, é indispensável que esta possua elevada fluidez, o que irá facilitar o seu escoamento e preenchimento do molde de forma homogênea. Outro fator que deve ser considerado é que a massa tenha uma elevada densidade de preenchimento, pois durante a compactação a quantidade de ar expulsa, ao se aplicar a pressão, deve ser mínima (ALBERO, 2000).

Por outro lado, no método dos rolos compactadores, o pó fino é processado em lâminas, através de sua passagem forçada entre dois rolos metálicos que giram em sentido opostos, produzindo uma folha laminada, conforme Figura 03-b. O rolo compactador também é conhecido como rolo compressor ou cilindro compactador e pode ter sua superfície lisa ou enrugada, o que irá permitir a compactação em formas e texturas variadas (ALLEN; POPOVICH; ANSEL, 2013).

Tanto para a prensagem quanto para os rolos compactadores, é preciso que haja uma desaglomeração da massa compactada, para que então tenha-se a formação dos grânulos. Essa próxima fase de granulação é realizada em granuladores rotativos ou mediante o processo de moagem. Posteriormente a esse procedimento, ocorre uma classificação granulométrica, por meio de peneiras classificatórias (COUTO; GONZÁLES; PETROVICK, 2000).

Figura 03 – Processo de granulação por via seca



Fonte: Bernardes, 2006

Observa-se que na granulação por via seca, a vantagem se deve ao menor número de etapas de operação. Por outro lado, esse procedimento apresenta inconvenientes, diferentemente da granulação por via úmida, tais como: desgaste dos equipamentos e impacto ambiental devido a uma maior geração de pós.

2.3.2 Granulação por via líquida

Neste processo, a massa granulada seca é obtida através de uma solução em um líquido, normalmente a água. Segundo Bernardes (2006), este método só é justificado economicamente se não houverem outros métodos de granulação devidamente viáveis.

Este processo é utilizado em equipamentos denominados *Spray Dryers*, que são atomizadores que irão fornecer grânulos semelhantes a esferas ocas, e é aplicado na obtenção de grânulos para a compactação de comprimidos medicinais, bem como na produção de revestimentos cerâmicos (RAMOS, 2013). A desvantagem deste equipamento consiste no alto custo de aquisição e no alto gasto energético.

2.3.3 Granulação por via úmida

Outro método de granulação é através da via úmida, na qual é imprescindível a adição de um líquido à mistura de pós. A escolha deste líquido deve se basear na compatibilidade com a formulação, bem como na facilidade de volatilização, para que o solvente possa ser removido facilmente na etapa de secagem.

Neste processo merecem destaques: os granuladores de alta intensidade, os granuladores de leito fluidizado e a granulação por extrusão. Vale salientar que na granulação por via úmida tem-se um controle da umidade final do produto. Entretanto, por ser um processo que requer um maior número de etapas e equipamentos, pode-se tornar mais dispendioso.

Os granuladores de alta intensidade nada mais são que equipamentos compostos por uma cuba que contém um eixo central rotativo que providenciará a agitação da massa. Na lateral da cuba há agitadores menores responsáveis por aplicarem uma agitação muito intensa. Dessa forma, a homogeneização do pó é realizada em poucos minutos e o líquido de granulação é injetado diretamente na massa seca.

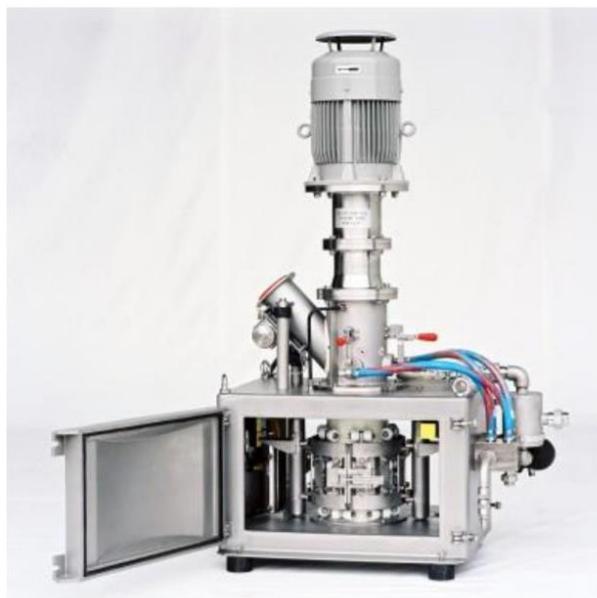
Deve existir um controle de granulometria para que assim que a faixa desejada for atingida o processo seja interrompido, passando a massa diretamente para uma peneira, a qual irá cuidar de reter o material indesejado (grosseiro). Na sequência, o produto segue para o secador de leito fluidizado ou diretamente para os silos de estocagem (BERNARDES, 2006).

A grande vantagem dos granuladores de alta intensidade é que a homogeneização do pó, a adição do líquido e a granulação acontecem em poucos minutos e é necessário um único equipamento. Entretanto, é um processo que exige alto controle, devido à granulação intensiva da massa, ocasionando faixas granulométricas indesejadas, por isso se faz necessário um monitoramento minucioso para que o processo cesse quando a granulometria desejada for alcançada.

No segmento do agronegócio, em especial na produção de defensivos agrícolas, um dos granuladores de alta intensidade mais utilizado é denominado Schugi® Flexomix, demonstrado na Figura 04. O Flexomix é um misturador vertical desenvolvido para atingir uma mistura altamente homogênea de pós e líquidos. O equipamento possui uma câmara de mistura flexível e um eixo com lâminas misturadoras ajustáveis que rodam a alta velocidade (HOSOKAWA, 2018).

Sua velocidade de rotação elevada e mistura turbulenta mantêm a câmara do misturador limpa; fornece a dosagem exata de componentes líquidos e sólidos e é apropriado para meios com viscosidade elevada. Este equipamento produz aglomerados instantâneos com uma estrutura aberta, com ótimas características de fluidez, solubilidade e estrutura porosa em tamanhos de partículas de 0,1 a 1,2 mm.

Figura 04 – Granulador de alta intensidade: Schugi® Flexomix



Fonte: HOSOKAWA, 2018

Por outro lado, os granuladores de leito fluidizado tem o mesmo projeto tanto de concepção quanto de operação dos secadores de leito fluidizado. Nesse equipamento, as partículas de pó são injetadas através de um fluxo de ar, ao mesmo tempo que o líquido de granulação, com aditivos se for o caso, é borrifado no fluxo de pós (Bernardes, 2006). A homogeneização das partículas é realizada através da inserção de ar aquecido na base do equipamento que promove uma movimentação caótica das partículas.

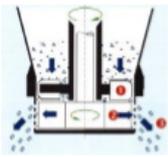
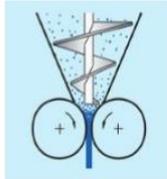
A grande vantagem deste processo é que por ser realizado em um único equipamento, haverá economia de mão-de-obra, tempo e reduzida perda de massa de material, quando comparado aos demais métodos. Além disso, o processo pode ser totalmente automatizado quando as condições que afetam a granulação estiverem otimizadas. Entretanto, os custos para obtenção do equipamento inicialmente são altos e a otimização dos parâmetros que afetam a granulação exigem um estudo extenso e intenso na pesquisa de formulação inicial bem como durante o processo de produção (BERNARDES, 2006).

Por fim, a granulação por extrusão é uma técnica que necessita de mais de uma etapa para a obtenção de grânulos esféricos. É um procedimento muito aplicado na produção de grânulos farmacêuticos com altos teores de princípios ativos, bem como na fabricação de esferas cerâmicas de alta densidade, tais como catalisadores e corpos de moagem.

2.4 TECNOLOGIAS DE AGLOMERAÇÃO

A empresa HOSOKAWA realizou um estudo, no qual foram avaliadas as principais tecnologias de aglomeração e as características que as distinguem, aplicados para a aglomeração de detergentes. A Figura 05 sintetiza as principais propriedades de cada método.

Figura 05 – Tecnologias de aglomeração

Forma do produto final				
Propriedades				
Fluidez	++	+	+	-
Densidade aparente	+/-	+	++	-
Características instantâneas (dispersabilidade)	++	+/-	-	+
Tamanho da partícula	0,2-1,2 mm	0,3-5 mm	0,2-10mm	<0,2 mm
Equipamento/sistema	 Aglomeração do pó por mistura instantânea	 Extrusão	 Compactação	 Secagem por atomização (<i>Spray drying</i>)

Fonte: Do Autor, 2018

Com base na tabela apresentada, nota-se que a utilização de rolos compactadores apresentou o pior resultado de dispersabilidade. Um outro sistema utilizado foi o *Spray Dryer*, o qual forneceu uma resposta negativa para a fluidez e densidade aparente influenciando na eficiência do produto final.

Por outro lado, o Flexomix e a extrusora se mostraram eficazes para todas as propriedades abordadas. Assim, optou-se por utilizar o método da extrusora para os

ensaios em escala laboratorial, visto que o Flexomix é uma tecnologia exclusiva sendo desconhecida as particularidades do equipamento para reprodução e testes.

2.5 PROCESSO DE GRANULAÇÃO POR EXTRUSÃO-ESFERONIZAÇÃO

O processo de extrusão – esferonização é um método de peletização composto por etapas que se assemelham a granulação por via úmida. Dentre estas destacam-se: a malaxagem, a extrusão, a esferonização e a secagem. Basicamente tem-se o preparo de uma massa umidificada (malaxagem) que passa pela extrusora (extrusão), seguida da esferonização, para arredondamento das partículas, posteriormente ocorre a secagem e a classificação granulométrica para a obtenção de pellets com tamanho desejados (ANDREAZZA, 2006).

A tecnologia de extrusão – esferonização apresenta vantagens relevantes ao ser comparada a outras técnicas de peletização, uma vez que os *pellets* produzidos por esse processo proporcionam maior resistência, menor tendência de se esfarelar (friabilidade), rendimento elevado, estreita faixa de distribuição granulométrica, melhor escoamento, alta esfericidade e fácil preparo (RAMOS, 2012).

O bom desempenho dessa técnica depende de uma série de fatores que devem ser levados em consideração, tais como: abertura e modelo do extrusor, velocidade de extrusão, razão de água/produto, bem como a carga do esferonizador e a secagem do produto final. A descrição das operações unitárias que implicam no processo e no produto final serão mencionadas a seguir.

2.5.1 Malaxagem

A malaxagem, também conhecida como preparo da massa, é a primeira operação unitária no processo de extrusão – esferonização. Nesta fase obtém-se uma massa umidificada, resultante da mistura dos pós secos com a adição da solução aglutinante. Vale ressaltar que a solução aglutinante, também denominada líquido de granulação, deve ser compatível com todos os componentes presentes na mistura, bem como deve garantir uma umidade ideal para a massa plástica.

A seleção do líquido de granulação afeta a etapa de extrusão, conseqüentemente a qualidade do produto final. Dessa forma, a escolha correta desse líquido, assim como a sua quantidade é fundamental para a formação de uma massa coesa, que garantirá propriedades mecânicas e estruturais ideais aos *pellets*.

Usualmente a água é o líquido de granulação mais utilizado para essa operação (ANDREAZZA, 2006).

Neste contexto, um dos pontos críticos do processo é a quantidade de líquido utilizado, uma vez que a baixa umidade na massa resulta em grandes quantidades de pós finos nas etapas subseqüentes, ao mesmo tempo que um excesso de líquido irá prejudicar a esferonização, causando agregação dos extrusados, obtendo então esferas de diâmetros elevados (ANDREAZZA, 2006). Dessa forma, a massa úmida deve ter um comportamento reológico ideal, ou seja, consistência adequada para os próximos processos.

2.5.2. Extrusão

A extrusão é a etapa principal do ciclo de peletização. Nesta fase, a massa úmida sofre compactação e é transformada em filamentos cilíndricos (“espaguetes”), denominados extrusados. Isso ocorre, pois, uma força é aplicada sobre a massa contra um orifício de dimensão e abertura definidas (RAMOS, 2012). Características do material extrudido, tais como dureza, resistência, tamanho e diâmetro dos *pellets*, irão variar conforme a umidade da massa, velocidade de extrusão e modelo do extrusor.

O conteúdo de água durante a formação da massa plástica deve ser ideal de modo que realize o efeito lubrificante e garanta que o material extrusado tenha plasticidade necessária para sofrer deformação.

Outra variável significativa é a velocidade de extrusão. Esta irá influenciar diretamente no rendimento de produção, uma vez que implica no efeito do tempo de residência e na qualidade do *pellet* produzido. Uma maior velocidade de extrusão resultará em maior produtividade, o que é favorável economicamente. Entretanto, pode prejudicar a qualidade final do extrusado, uma vez que o aumento da velocidade poderá causar defeitos na sua superfície (RAMOS, 2012).

As deformidades de superfície que mais se pronunciam com o aumento da velocidade de extrusão são a rugosidade e o fenômeno conhecido como *sharkskin*, ou seja, o material extrusado sai da matriz com padrões ondulados ou estriados, o que acarreta uma tensão de corte crítica que poderá resultar em *pellets* de menor qualidade. Ou seja, serão formadas esferas imperfeitas e com diâmetros distintos, que se partirão de forma desigual durante as primeiras fases da esferonização. Dessa

forma, será gerada uma quantidade exacerbada de finos, bem como uma larga faixa de distribuição granulométrica, o que irá interferir no perfil do *pellet* e, conseqüentemente, no desempenho do processo (CALADO, 2015).

Há diversos equipamentos que são empregados para executar o processo de extrusão. Logo, deve-se atentar na escolha do modelo do extrusor e conhecer suas particularidades, visto que este também é um fator que irá influenciar nas características do material extrudido. Os quatros tipos básicos de extrusoras são: parafuso, de cesto e tamis, de rolos e de pistão (DEÓ, 2009).

2.5.2.1 Extrusora parafuso

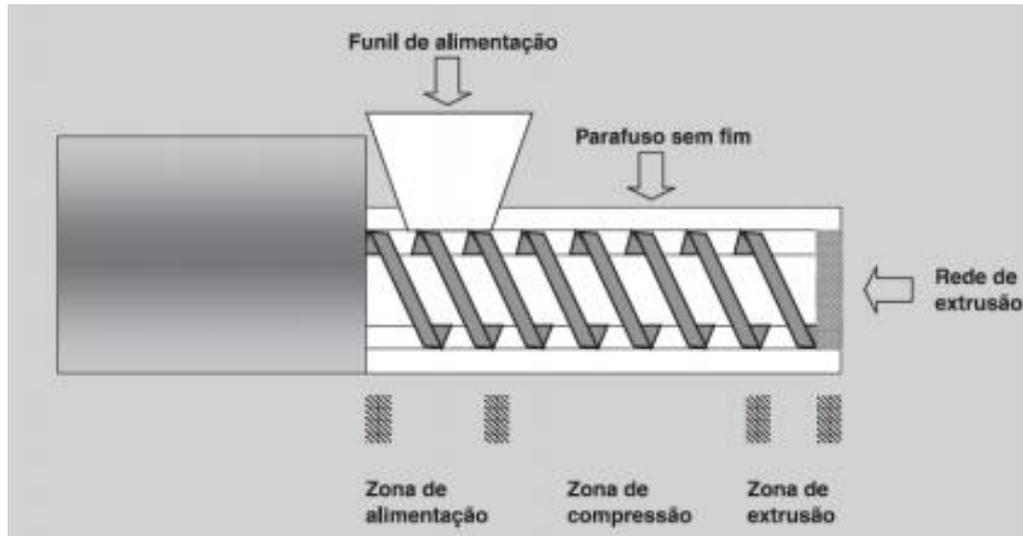
Também conhecida como rosca sem fim ou parafuso de Arquimedes, este modelo tem o propósito de transportar a massa umidificada até a zona de extrusão forçando-a a passar por entre as aberturas da rede. A extrusora utilizada nesse trabalho pertence a essa categoria.

A extrusora parafuso apresenta três áreas principais: zona de alimentação, zona de compressão e zona de extrusão, conforme representado na Figura 06. A zona de alimentação é composta por um funil, que nada mais é que um canal por onde a massa plástica será inserida e transportada, através de um parafuso ou rosca sem fim até a área de compressão.

Já a zona de compressão é responsável pela compactação da massa, expulsando o ar do interior. É importante salientar que normalmente nessa zona os sulcos do parafuso vão ficando menos profundos com o intuito de facilitar o contato do material com a parede do cilindro, como nota-se na Figura 07. Nessa região ocorre o bombeamento da massa até a região de extrusão.

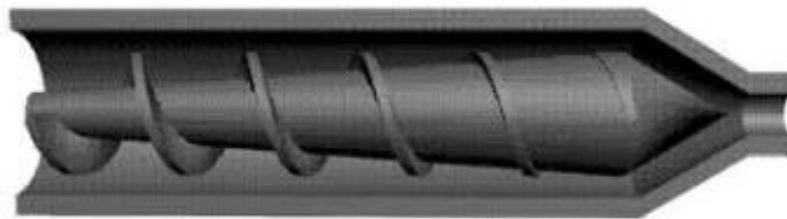
A zona de extrusão apresenta uma placa perfurada, a qual permite a passagem do material, formando o extrusado. Esta é caracterizada por dois parâmetros, a espessura da placa e o diâmetro das perfurações. A alteração de qualquer um desses fatores influencia a qualidade do extrusado, por conseguinte, dos *pellets*. Uma menor espessura acarreta extrusados rugosos e pouco delimitados, enquanto que malhas de maior espessura resultam em extrusados lisos e bem definidos, devido a melhor densificação da massa (BAERT et al., 1993).

Figura 06 – Representação esquemática da extrusora tipo parafuso



Fonte: HICKS e FREESE, 1989

Figura 07 – Representação esquemática do corpo de uma extrusora tipo parafuso



Fonte: HICKS e FREESE, 1989

A matriz é responsável pelo formato final do material extrusado, a qual restringe o fluxo do material ocasionando o desenvolvimento da pressão e do cisalhamento antes da saída do produto. Esses efeitos gerados pela matriz podem ser maiores ou menores dependendo da quantidade de orifícios pré-estabelecidos. Assim, quanto menor a área sobre a qual se aplica a força, maior será a pressão resultante, ou seja, uma maior quantidade de furos na placa acarreta em menor pressão.

A extrusora de parafuso terá sua classificação baseada na quantidade de parafusos nela contidos, podendo ser de rosca simples ou de rosca dupla. A extrusora de rosca simples ou monofuso, apresenta apenas um parafuso em sua estrutura e é o equipamento mais utilizado, uma vez que é simples, barato e eficiente. Por outro lado, o modo como o material é transportado no interior da extrusora, gera um acúmulo de calor, dificultando o controle da temperatura, e conseqüentemente interferindo na velocidade de rotação do parafuso e na umidade final (CHANDA; ROY 1998).

Esse problema é recorrente nas extrusoras monofuso, visto que o material é adicionado continuamente até que o espaço entre o parafuso e a parede cilíndrica esteja completamente preenchido, ocasionando uma maior fricção entre o parafuso e a parede, e conseqüentemente gerando calor. Uma vez que a variação da taxa de alimentação é diretamente proporcional à velocidade de rotação do parafuso, uma maneira de minimizar estes problemas seria diminuir a taxa de alimentação, o que se torna uma desvantagem para o processo (CHANDA; ROY 1998).

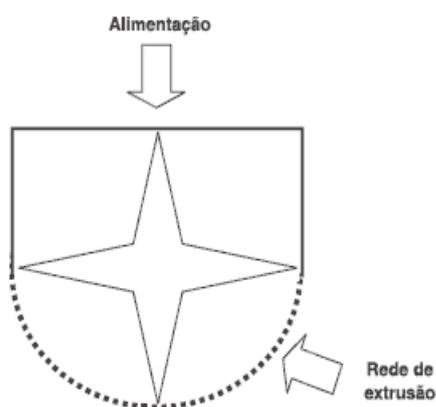
As extrusoras de duplo parafuso têm a vantagem de conduzir melhor a massa umidificada, enquanto que na monofuso ocasiona em um produto mais compacto, ou seja, mais denso. Outro fator preponderante é o calor, o qual na extrusora de duplo parafuso, é controlado independentemente de uma fonte externa, uma vez que o material é transportado com baixo atrito, e não é influenciado pela velocidade do parafuso.

2.5.2.2 Extrusor de Cesto e Extrusor de Tamis

Os extrusores de Cesto e de Tamis funcionam através de uma rede de orifícios que tem funcionamento rotativo ou oscilatório pelo qual a massa úmida é forçada a passar. Segundo Albanez (2012), o que diferencia esses dois tipos de extrusores é o posicionamento dado pela rede de orifícios na câmara, sendo que no extrusor de Tamis ela está no fundo e no extrusor de Cesto ela está localizada nas paredes.

A desvantagem deste modelo de equipamento é a baixa compactação gerada em comparação aos demais tipos. Segundo Déo (2009), a pressão durante o processo é semelhante àquela realizada por um extrusor de parafuso com lâminas de extrusão. A Figura 08 representa um extrusor de Tamis.

Figura 08 – Extrusor de Tamis

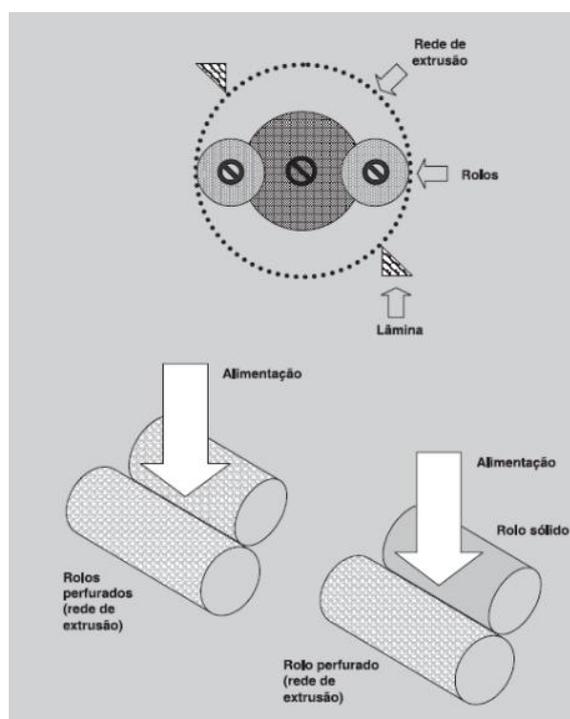


Fonte: Adaptado de Déo, 2009

2.5.2.3 Extrusor de Rolos

O extrusor de rolos, Figura 09, se subdivide em três tipos. O primeiro caso contém uma rede circular perforada, que gira em torno dos rolos, os quais giram em volta dos próprios eixos. O sentido de rotação tanto da rede de extrusão quanto dos rolos é o mesmo. Neste processo, a massa úmida é alimentada e passa pela rede de extrusão, onde os rolos forçam a passagem da massa, fornecendo assim o extrusado.

Figura 09 – Extrusor de Rolos



Fonte: Déo, 2009

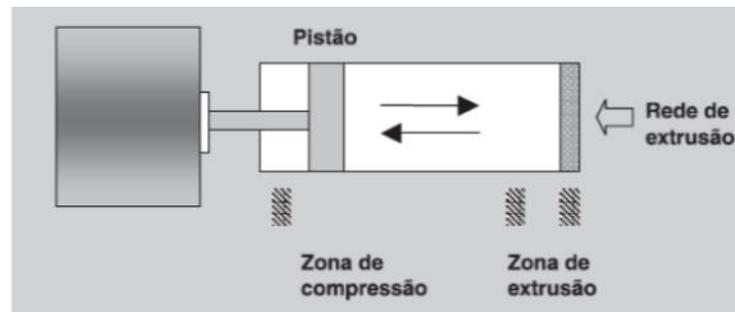
O segundo caso difere-se, pois, o rolo encontra-se na parte externa da rede de extrusão ou dois rolos são furados e denteados, funcionando como engrenagens. Por fim, no terceiro tipo os rolos estão sobre a placa perforada de extrusão que é inerte (Déo, 2009).

2.5.2.4 Extrusor de Pistão

O extrusor de pistão é formado por um sistema cilíndrico, o qual possui um pistão no seu interior, que irá comprimir a massa úmida, promovendo a sua passagem através dos orifícios da placa de extrusão. Neste tipo de extrusor o processo acontece por batelada (de forma não-contínua), uma vez que o reservatório cilíndrico é totalmente preenchido pela massa úmida para só então a extrusão se iniciar com a

aplicação de uma carga suficiente sobre o pistão (SANTOS et al., 2004). A Figura 10 é uma representação esquemática do extrusor tipo pistão.

Figura 10 – Extrusor de Pistão



Fonte: SANTOS et al., 2004

Segundo Wilson e Rough (2007), a escolha do equipamento de extrusão é fundamental, visto que o tipo de extrusor irá influenciar na densidade do produto extrusado. Por exemplo, no caso do extrusor de pistão há a formação de grânulos duros e densos; enquanto que no extrusor radial, o de rolos por exemplo, irá formar grânulos de densidade média e o extrusor de cesto produz grânulos de menor densidade, além de ter o menor aumento de temperatura no decorrer do processo de extrusão.

2.5.2.5 Partes da Extrusora Monofuso

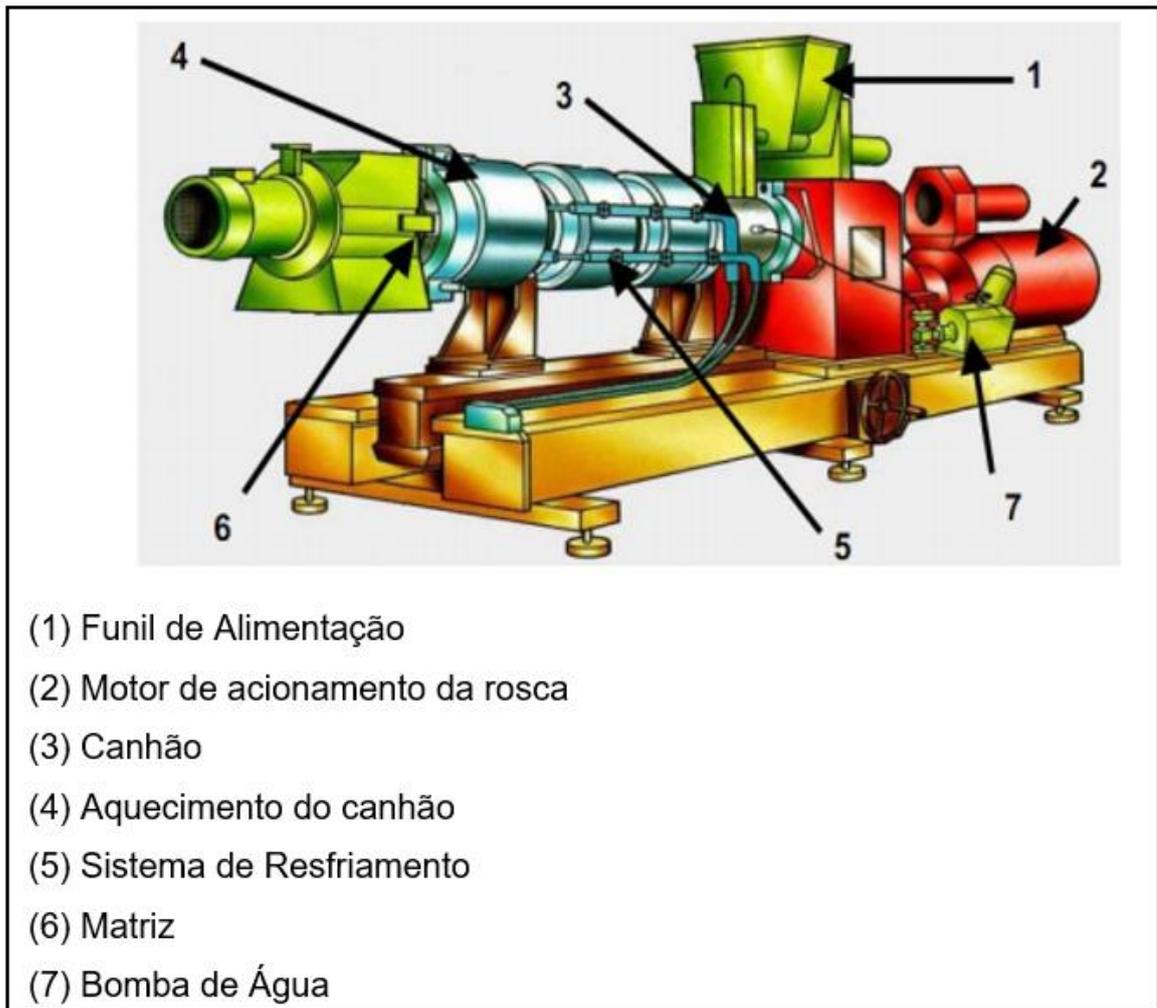
O equipamento utilizado para o processo de extrusão, possui uma estrutura padrão definida, independente do produto a ser extrusado. A estrutura constitui-se de um sistema motriz, um funil de alimentação, um barril, um conjunto de roscas, um sistema de aquecimento e de resfriamento e a matriz da extrusora, conforme descrito na Figura 11.

O sistema motriz é o responsável pelo acionamento da rosca, através de um motoredutor. A velocidade da rosca será em função do ajuste na rotação do motor ou a partir de um inversor de frequência (variador) (OLIVEIRA; LIMA; ASSIS, 2013).

O material a ser extrusado é alimentado através do funil e pode ser realizado manualmente por um operador, ou através de transportadores pneumáticos. Durante o processo de extrusão é importante que o funil esteja tampado para que a operação não seja afetada por corpos estranhos, que podem se misturar ao material, comprometendo a qualidade do produto extrusado (OTTERBACH, 2011).

Outro componente importante no equipamento é o barril. Também conhecido como canhão, é um cilindro (tubo) que envolve a rosca e deve ser fabricado com um material resistente, especialmente aços especiais, uma vez que seu interior deve suportar o desgaste entre o barril e a rosca. O intuito é que este material resista à corrosão e abrasividade, visto que o material processado é friccionado constantemente em sua superfície.

Figura 11 – Componentes de uma extrusora



Fonte: VERCELLINO, 2014

A rosca é o elemento fundamental da extrusora e a sua seleção deve atender características do processo, visto que ela é responsável pela mistura, cisalhamento e condução do material até a matriz. Geralmente, são utilizados materiais resistentes a corrosão, elevadas temperaturas e torção (BABETTO; CANEVAROLO, 2000).

O sistema de aquecimento e arrefecimento realiza o controle de temperatura durante o processo de extrusão. Geralmente são utilizados sensores de temperatura ao longo das diferentes zonas: alimentação, compressão, que está na zona de

resfriamento, e extrusão, a qual se encontra na zona de aquecimento. Para tal, no sistema de aquecimento utiliza-se resistências elétricas que são distribuídas ao longo do canhão, enquanto que no sistema de resfriamento a base é a água.

Por fim, a matriz da extrusora, também conhecida como *flat die*, é o componente responsável pela moldagem do material extrusado ou definição de sua forma sólida.

2.5.3 Esferonização

Finalizada a etapa de extrusão tem-se o extrusado em formato cilíndrico, o qual será encaminhado para a etapa de esferonização, onde será modificado para o formato esferoide. Para tal, é empregado um equipamento denominado esferonizador, que é constituído por um prato rotatório ou placa de fricção, no qual o material será descarregado e dividido em cilindros menores, com comprimento igual ao diâmetro (BAERT et al., 1995).

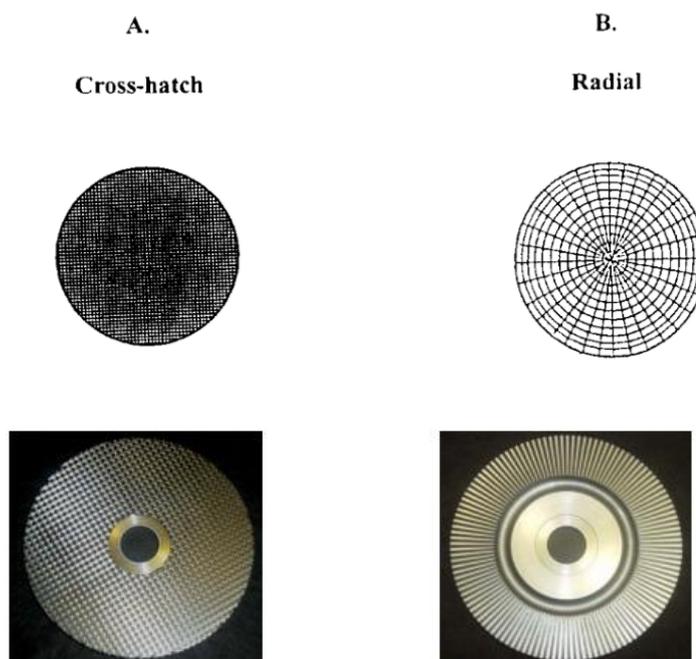
Esses cilindros serão arredondados devido às forças de atrito, ou seja, as forças de fricção do material sobre o prato em agitação, o que confere um movimento de rolamento ao material. As placas de fricção podem ter vários projetos que correspondem a fins específicos. Os mais utilizados são os que apresentam ranhuras do tipo radial ou *cross-hatch*, os quais são mostrados na Figura 12. O design mais comum é o padrão de *cross-hatch* com ranhuras de interseção entre si, formando ângulos retos (ROWE, 1985).

No processo de esferonização existem diferentes etapas, as quais são caracterizadas em função do formato das partículas obtidas. Na primeira fase, o extrusado, que se encontra em formato cilíndrico, é fragmentado em unidades menores, com diâmetro e comprimento iguais a fim de que suas extremidades fiquem arredondadas. Posteriormente, o extrusado passa para o formato de halteres, sendo moldado em elipses. Por fim, o material se encontra na forma esférica (ROWE, 1985).

A qualidade do produto final de extrusão-esferonização irá depender do teor de umidade da formulação. Quando a umidade da formulação é baixa, o produto gerado será pequeno e friável, portanto em contato com o disco do esferonizador, e devido ao desgaste por atrito, será formado um pó fino ao final do processo. Por outro lado, a água em excesso implica na formação de *pellets* de diâmetros elevados, visto que haverá a adesão das partículas menores durante a esferonização, além disso tendem

a ser menos porosos e com maior resistência mecânica (GANDHI, KAUL, PANCHAGNULA,1999).

Figura 12 – Tipos de geometria dos pratos de esferonização



Fonte: ROWE, 1985

2.5.4 Secagem

A última etapa do processo é a secagem, que pode ser feita à temperatura ambiente ou a elevadas temperaturas. Na indústria farmacêutica são utilizados equipamentos como estufa com circulação e renovação de ar, leito fluidizado, temperatura ambiente ou por liofilização (BASHAIWOLDU; PODCZECK; NEWTON, 2004).

A escolha da temperatura e do método utilizado deve ser criteriosa, visto que essa etapa irá determinar algumas características finais dos *pellets*. Quando a secagem for realizada à baixas temperaturas é necessário apenas uma estufa que permita o controle de temperatura e umidade; para temperaturas elevadas pode-se utilizar uma estufa também, porém de preferência com uso de circulação forçada de ar ou que tenha um material higroscópico para a absorção da umidade do ambiente de secagem (SANTOS et al., 2004).

2.6 ESTADO DA ARTE

O processo de extrusão aplicado à produção de fertilizantes foliares de alta dispersão tem poucos estudos registrados na literatura, entretanto, é um processo que vem sendo altamente desenvolvido e utilizado na indústria farmacêutica e de alimentos. Neste sentido, este tópico apresenta alguns estudos encontrados na literatura que foram utilizados como embasamento para o desenvolvimento desta dissertação.

Araújo (2011) realizou a produção de *pellets* contendo extrato de *Pothomorphe umbellata* (Pariparoba) utilizando extrusão, com o objetivo de desenvolver e caracterizar uma forma farmacêutica sólida multiparticulada e avaliar a estabilidade do 4-NC (4-Nerolidilcatecol) nas formulações desenvolvidas. Foi utilizado como líquido de granulação o percolado, dióxido de silício coloidal e polissorbato 80, obtendo-se resultados satisfatórios e um produto de tamanho uniforme e média de 1000 µm.

Ramos (2012) estudou a produção de *pellets* à base de hidroxiapatita com diferentes dimensões e porosidades, utilizando a técnica de extrusão e diferentes diâmetros de fieiras. Os resultados obtidos apresentam que a tecnologia foi útil, permitindo a produção de *pellets* de diferentes dimensões e sua caracterização.

Coutinho (2013), estudou a formulação de *snacks* e farinhas pré-gelatinizadas com os coprodutos de grãos quebrados e farelos de arroz e soja preta a fim de conhecer os efeitos das variáveis de extrusão (umidade e temperatura) em relação às características físicas, químicas e tecnológicas desses produtos, analisados sob diferentes umidades e temperaturas de extrusão.

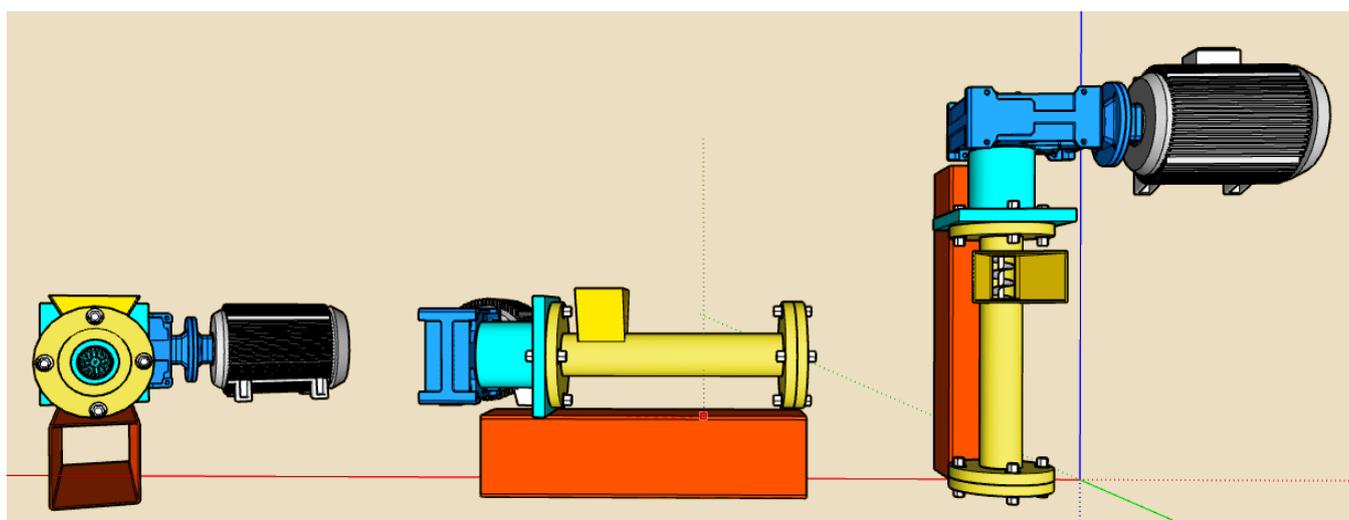
3 METODOLOGIA

Este trabalho foi dividido em etapas subsequentes, com a finalidade de verificar a viabilidade técnica e econômica do processo de extrusão de um fertilizante foliar. Os testes e análises foram realizados em uma empresa do segmento de agronegócio localizada no Complexo Industrial de Uberaba (CIU).

3.1 PROJETO E CONSTRUÇÃO DA EXTRUSORA

Na primeira etapa do trabalho realizou-se o projeto da extrusora monofuso (rosca sem fim), utilizando o *software SketchUP*, conforme mostra a Figura 13. É importante ressaltar que a escolha deste modelo está embasada na revisão literária que afirma que este é o equipamento mais utilizado, barato e eficaz do mercado, dentre os demais.

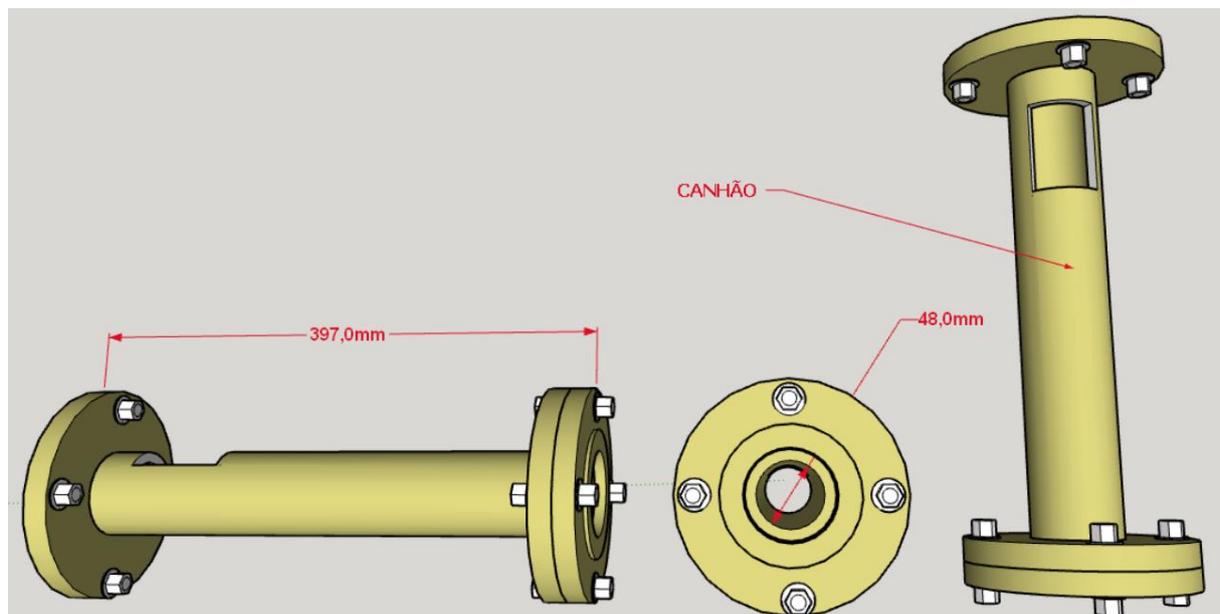
Figura 13 – Projeto da extrusora monofuso nas vistas frontal, lateral e superior



Fonte: Do Autor, 2018

Inicialmente, fabricou-se o cilindro (canhão) que envolve a rosca, o qual foi realizado através do processo de usinagem, utilizando como material o aço carbono 1020, que foi escolhido por ser um material de fácil acesso e baixo custo. As dimensões finais do canhão estão demonstradas na Figura 14. Na sequência, o cilindro foi acoplado a um motoredutor por 4 parafusos.

Figura 14 – Vista lateral, frontal e superior do canhão



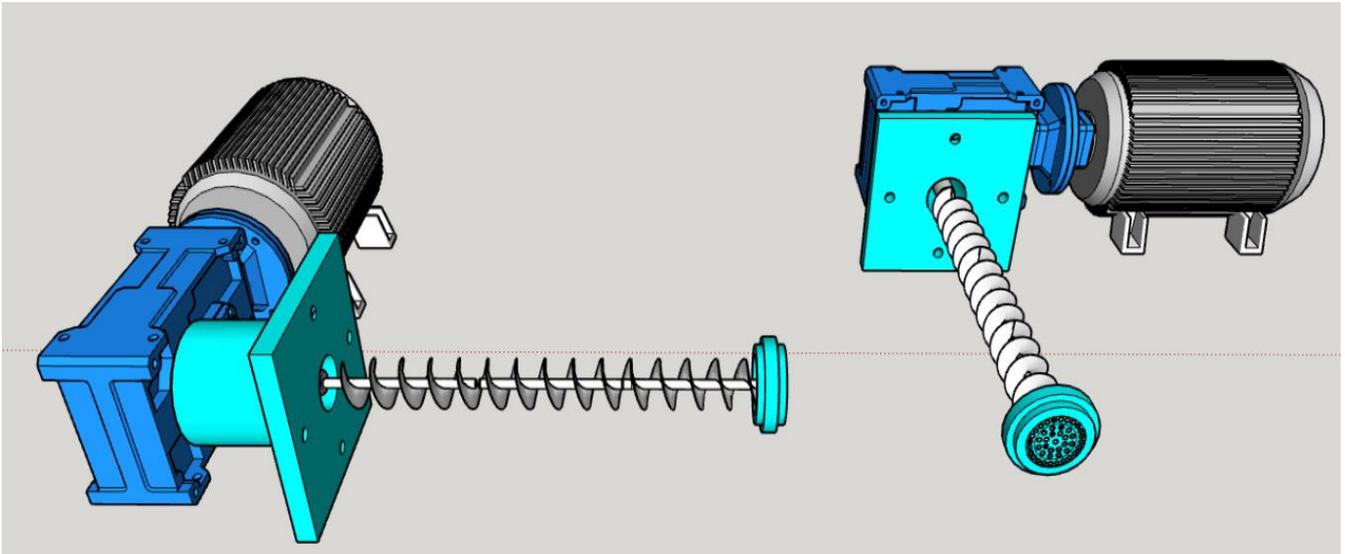
Fonte: Do Autor, 2018

Caso esse processo se mostre viável em escala laboratorial e resolva-se reproduzi-lo em escala industrial o ideal seria um material que resistisse a corrosividade e abrasão, ou seja, um aço especial, sob encomenda, que suportasse o desgaste entre o barril e a rosca.

O segundo componente foi a rosca extrusora. O processo (usinagem), bem como o material empregado (aço carbono) foi o mesmo utilizado para a construção do canhão, entretanto o trabalho foi árduo, visto que não existe uma uniformidade da rosca. Em uma das extremidades o diâmetro do eixo é menor e o passo da rosca é maior. À medida que aumenta-se o diâmetro do eixo, tem-se uma diminuição do passo da rosca. A dificuldade existe, pois, utilizou-se um torno convencional, ao passo que um torno CNC (Controle Numérico Computorizado) facilitaria o processo.

A extremidade anterior da rosca extrusora é acoplada ao motoredutor, por uma chaveta, como mostra a Figura 15. Para o produto não se direcionar para o motoredutor, utilizou-se um retentor para blindar, evitando que o produto entre em contato com o mesmo. Na extremidade posterior da rosca extrusora, têm-se o encaixe dessa com a matriz, responsável por ser a guia do eixo, além de garantir forma ao material extrusado. Para que não haja contato de metal com metal, adicionou-se um material plástico, neste caso, o polipropileno (PP).

Figura 15 – Extremidade anterior e posterior da rosca extrusora



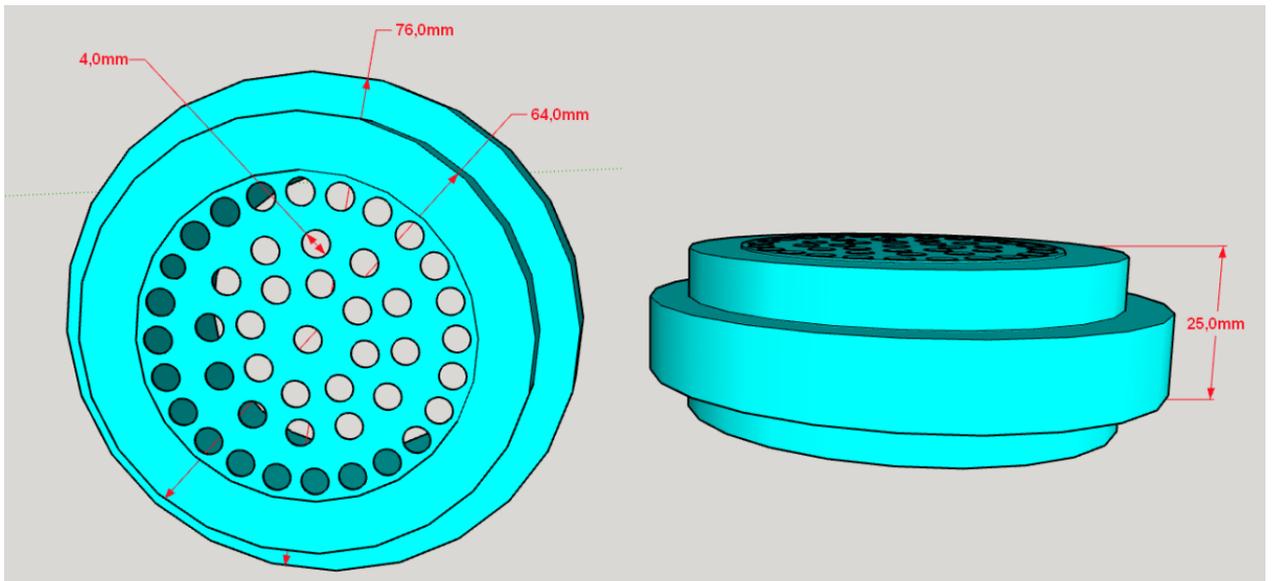
Fonte: Do Autor, 2018

Para o acionamento da rosca é preciso de uma força motriz, para isso utilizou-se um motoredutor. O motoredutor foi acoplado a rosca extrusora, para garantir torque suficiente e constante. É importante salientar que a velocidade de extrusão também foi uma variável de controle, a qual foi controlada através de um inversor de frequência, o qual está ligado diretamente ao motor elétrico. O inversor de frequência é um componente eletrônico, o qual faz a modulação alterando a frequência da onda, o que diretamente afeta sua velocidade.

Para o processo de fabricação da matriz, utilizou-se a usinagem e furação (furadeira de bancada). No processo de furação, utilizou-se uma broca com diâmetro de 4 mm. Optou-se pela maior quantidade de furos que a peça pudesse suportar, sem que a resistência da mesma fosse comprometida, conforme mostrado na Figura 16. A matriz fixa-se ao canhão através de uma rosca, para a realização desse processo utilizou-se a usinagem.

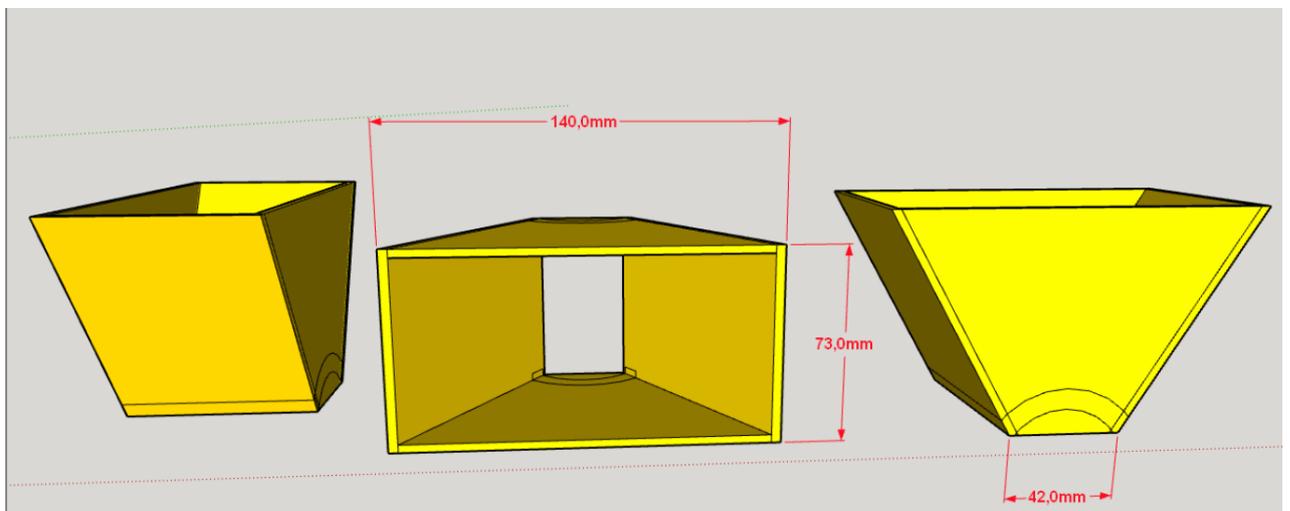
Por fim, construiu-se o funil de alimentação, conforme Figura 17. O material empregado foi chapa de aço carbono. Para fabricação deste bocal alimentador utilizou-se solda elétrica com eletrodo revestido.

Figura 16 – Matriz da extrusora



Fonte: Do Autor, 2018

Figura 17 – Funil de alimentação da extrusora



Fonte: Do Autor, 2018

3.2 DETERMINAÇÃO DO FERTILIZANTE FOLIAR

Na segunda etapa do trabalho, logo após a idealização do projeto, iniciou-se a escolha do fertilizante foliar a ser testado, bem como o solvente a ser utilizado.

Optou-se por utilizar um fertilizante mineral do tipo misto, na forma de pó, composto por nutrientes que fornecem, teoricamente, em sua formulação original 25% de manganês, 4% de zinco, 16,5% de enxofre, 0,5% de boro e 1% de cobre em %m/m.

Este fertilizante foi escolhido por duas razões. Primeiramente por ser destinado à cultura de soja, que é a *commoditie* que mais se destaca na balança comercial, e também por ter sido o produto mais vendido na Safra de 2016, da empresa em questão.

3.3 DETERMINAÇÃO DO SOLVENTE

Essa etapa é considerada a etapa crítica do processo, uma vez que a escolha do solvente ideal para a obtenção de uma massa umidificada influenciará diretamente nas características e na qualidade do produto final.

Os solventes escolhidos e testados neste trabalho foram: água, álcool anidro e propilenoglicol. A água foi escolhida devido seu baixo custo e por ser o solvente usualmente utilizado. O álcool anidro foi selecionado devido a sua evaporação quase instantânea o que facilita o processo pós extrusão, que é a secagem do produto. O propilenoglicol devido às suas propriedades umectantes, fazendo com que a gota permaneça mais tempo na superfície tratada, aumentando a absorção do produto.

3.4. DETERMINAÇÃO DO ADITIVO

Para a obtenção de uma massa coesa deve-se adicionar um ligante para garantir a plasticidade e coesão do material a ser extrusado. Neste cenário, foram testados três espessantes distintos: a goma xantana, o amido e o PVP (polivinilpirrolidona).

Esses aditivos são responsáveis por dar liga às massas fazendo com que o líquido rapidamente assuma uma consistência de gel, contribuindo para a elasticidade, consistência e aspecto ideal do produto.

3.5 COMPATIBILIDADE DE MISTURA

Após selecionados os principais solventes e aditivos a serem utilizados, realizou-se testes preliminares para verificar a compatibilidade destes com o fertilizante foliar. Dessa forma, a etapa de malaxagem foi simulada com o auxílio de um bastão de vidro, promovendo a homogeneização. O propósito foi avaliar

visualmente se a massa formada teria as características estruturais e mecânicas ideais para a extrusão.

Para tal, foram realizados ensaios entre o fertilizante e os três solventes propostos, conforme Tabela 06. A escolha da porcentagem mássica entre eles foi baseada no custo final, visto que grandes quantidades de solventes poderiam onerar o produto.

Tabela 06 - Teste de compatibilidade entre os solventes e o fertilizante foliar

Ensaio	Solventes			Fertilizante foliar
	Água	Álcool Anidro	Propileno	
Teste 1	15%	0%	0%	85%
Teste 2	0%	15%	0%	85%
Teste 3	0%	0%	15%	85%

Fonte: Do Autor, 2018

Posteriormente foram realizados testes entre o fertilizante foliar, o melhor solvente, definido na Tabela 06, e os três aditivos. Os ensaios da Tabela 07 tem o propósito de avaliar a coesividade da massa.

Tabela 07 - Teste de coesividade entre o fertilizante e os aditivos

Ensaio	Fertilizante Foliar	Solvente Escolhido	Aditivo		
			PVP	Goma Xantana	Amido
Teste 1	80%	15%	5%	0%	0%
Teste 2	80%	15%	0%	5%	0%
Teste 3	80%	15%	0%	0%	5%

Fonte: Do Autor, 2018

Nessa etapa, também foi realizado um estudo exploratório para definir os valores mínimos e máximos dos solventes e aditivos.

3.6 PLANEJAMENTO COMPOSTO CENTRAL

Com base nos testes de compatibilidade e simulação da malaxagem foram definidos os melhores solventes e aditivos a serem testados em diferentes razões. Os experimentos foram delineados conforme um planejamento composto central ortogonal (PCC), com 3 repetições no ponto central, totalizando 17 experimentos. Foram analisados os efeitos das variáveis fração mássica de aditivo e fração mássica de solvente sobre as variáveis respostas: tempo de solubilidade, aspecto e custo.

Para os experimentos utilizou-se uma espátula e um espremedor de limão, conforme Figura 18, simulando respectivamente as etapas de malaxagem e extrusão. Na sequência o extrusado passou pelo processo de secagem a temperatura ambiente. Os experimentos realizados foram tratados utilizando o software *Statistica* empregando a Metodologia de Superfície de Resposta associada à Análise Canônica, a fim de determinar a condição ótima de operação.

Figura 18 – Espremedor de limão e espátula



Fonte: Do Autor, 2018

Para apurar o tempo de solubilidade, o extrusado permaneceu em repouso por 24 horas, para secagem em temperatura ambiente.

3.6.1 Tempo de solubilidade

Os fertilizantes sólidos devem ser altamente solúveis para aplicação no campo. Dessa forma, o MAPA exige que esteja apresentado no rótulo e contra rótulo do produto as instruções de uso, as culturas que atendem, bem como a relação dosagem de produto/quantidade de água a ser utilizada (BRASIL, 2016). Baseando-se nesse princípio e escolhendo a cultura da soja, observou-se que o indicado é uma razão de 2 Kg de produto/ 100 L de água.

De acordo com essa recomendação, a análise foi realizada da seguinte forma: colocou-se sob um agitador mecânico, com uma agitação constante de 720 rpm, um béquer de 250mL, no qual foi adicionado 100mL de água previamente medidos com o auxílio de uma proveta. Na sequência, adicionou-se 2g do produto obtido da

extrusão, anteriormente pesado em uma balança semi-analítica. Por fim, o tempo foi cronometrado até completa solubilização.

Essa análise foi realizada com um padrão de cor durante a solubilização da água. A tendência é que inicialmente se forme uma solução turva, e após a completa solubilização do produto na água, haja a formação de um *vortex*, causado pela agitação, e a solução fique quase transparente, conforme Figura 19.

Figura 19 – Solubilização do fertilizante em água



Fonte: Do Autor, 2018

3.6.2 Custo

Foi feita a cotação das matérias primas para análise do preço de custo do produto, conforme apresentado na Tabela 08. A mesma foi realizada obedecendo aos padrões de qualidade e procurando a melhor negociação nas condições de pagamento para a empresa, de acordo com os fornecedores homologados.

Tabela 08 - Custo por Kg das matérias primas

Custo por Kg	
Fertilizante foliar	R\$3,17
Propilenoglicol	R\$6,51
PVP	R\$70,00
Álcool	R\$1,36

Fonte: Do Autor, 2018

Vale ressaltar que o propileno custa U\$1,99. Assim considerou-se que 1 dólar equivale a R\$3,27.

3.6.3 Aspecto

Analisou-se visualmente a presença de finos, a uniformidade e a umidade. O extrusado em questão deve apresentar baixa presença de finos, os espaguetes devem ser uniformes e a umidade não pode ser extrema, pois encareceria o processo de secagem. Aqueles produtos que se enquadrassem nesses parâmetros apresentariam uma consistência ideal.

3.7 TESTES NA EXTRUSORA

Após definir a condição ótima de operação, os melhores experimentos foram replicados na extrusora para verificar o efeito da velocidade de extrusão. Nesta etapa, a malaxagem foi realizada com o auxílio de uma batedeira, como mostra a Figura 20, para garantir absoluta homogeneização, visto que a quantidade de produto utilizada foi maior que nos testes preliminares.

Figura 20 - Batedeira utilizada para simular o processo de malaxagem



Fonte: Do Autor, 2018

A definição da maior e menor velocidade foi feita através da medição do comprimento da extrusora e cronometrando o tempo para uma volta completa. Essa relação foi feita para a menor e para a maior frequência. Vale ressaltar que os experimentos foram realizados em triplicata a fim de minimizar erros experimentais.

3.8 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS

Com a finalidade de verificar a viabilidade desta inovação tecnológica, o extrusado passou por análises físico-químicas a fim de compará-lo ao fertilizante foliar original.

Fatores como o tempo de solubilidade, pH e teor de nutrientes são respostas significativas para a confirmação deste processo como uma inovação, bem como para garantir que o produto, após a extrusão, não perdeu suas características originais.

3.8.1 Teor de nutrientes

Esta análise foi realizada com o propósito de garantir e verificar que a composição do produto se manteve, ou seja, que o teor de nutrientes estava dentro dos limites de tolerância, calculado com base na garantia do produto.

As análises foram procedimentadas de acordo com o Manual Oficial de Fertilizantes e Corretivos de 2014 (BRASIL, 2014). Os procedimentos estão inseridos no Capítulo II, item D, subitens 6, 7 e 8, utilizando um espectrômetro de emissão ótica com plasma indutivamente acoplado (ICP/OES). Para análise dos parâmetros encontrados, comparou-se os limites de tolerância de acordo com as garantias do produto.

3.8.2 Determinação do pH

Para a determinação do pH, foi utilizado um peagâmetro. A análise foi realizada conforme o Manual Oficial de Fertilizantes e Corretivos de 2014, Capítulo II, item D, subitem 6 (BRASIL, 2014).

3.8.3. Teste de queda

Outro fator importante de ser ressaltado refere-se ao envase e transporte do produto final, o qual deve suportar quedas sem que se fragmente. Para tal, os *pellets*, produto da extrusão, foram submetidos a um teste de queda de 1,5 metros, a fim de avaliar sua resistência.

3.9 VIABILIDADE EM ESCALA INDUSTRIAL

O próximo passo foi avaliar a viabilidade do processo de extrusão do fertilizante foliar em escala industrial para validação do método. Para isto, contatou-se empresas do ramo com o intuito de realizar os testes em uma extrusora de grande porte.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados obtidos dos processos de malaxagem e extrusão, considerando os parâmetros de resposta e as particularidades inerentes ao produto, serão apresentados a seguir, de modo a avaliar a correlação entre as variáveis para determinação da condição ótima e validação do processo de extrusão, como alternativa na melhoria da produção de fertilizantes foliares.

4.1 CONSTRUÇÃO DA UNIDADE EXPERIMENTAL PARA A EXTRUSÃO

Com todos os dados de projeto especificados construiu-se o aparato experimental, conforme apresentado na Figura 21, o qual foi utilizado para a realização dos ensaios experimentais.

Figura 21 – Extrusora em escala laboratorial visão lateral e frontal



Fonte: Do Autor, 2018

4.2 ANÁLISE DE COMPATIBILIDADE DOS SOLVENTES E ADITIVOS NO FERTILIZANTE FOLIAR

A Tabela 09 apresenta os resultados de compatibilidade para os diferentes solventes testados com o fertilizante foliar em questão. Pode-se observar que a água é incompatível na mistura, enquanto o álcool anidro e o propileno apresentam-se compatíveis.

A mistura do fertilizante com água em um meio hipertônico (concentração do soluto maior que concentração do solvente), ocasionou em um empedramento da amostra enrijecendo-a, o que dificultou a homogeneização tornando-a inviável para o processo. Ou seja, apesar do fertilizante foliar escolhido ser aplicado no campo dissolvido em água em uma razão de 20g/L de solução (meio hipotônico), quando

utilizada em baixa quantidade, como é proposto, ocorre a hidratação imediata do sulfato inviabilizando-a como solvente.

Tabela 09 – Resultado de compatibilidade entre o fertilizante foliar e os solventes

Ensaio	Solventes			Fertilizante foliar	Compatibilidade
	Água	Etanol Anidro	Propileno		
Teste 1	15%	0%	0%	85%	NÃO
Teste 2	0%	15%	0%	85%	SIM
Teste 3	0%	0%	15%	85%	SIM

Fonte: Do Autor, 2018

Por outro lado, o etanol anidro se mostrou compatível com o fertilizante, pois umidificou a massa e não ocorreu o empedramento do produto formado. Além disso, sua alta volatilização apresentou resultados favoráveis para a secagem do produto. Da mesma forma, o propilenoglicol também foi compatível, assegurando a coesão da massa, além de diminuir a sua friabilidade.

Entretanto quantidades maiores de propilenoglicol dificultam a secagem do produto, da mesma maneira que o álcool anidro não garante a coesividade da mistura. Neste contexto optou-se por utilizar o álcool para umidificar a massa e o propilenoglicol, em menor quantidade, para garantir a coesão.

Para a análise de coesividade dos aditivos no fertilizante foliar optou-se por utilizar o álcool anidro, que se evidenciou como o principal responsável pela umidificação da massa. Analisando a Tabela 10 nota-se que dentre os aditivos testados, apenas o PVP contribuiu para a coesividade da mistura, a qual foi avaliada visualmente.

Tabela 10 – Resultado de coesividade entre o fertilizante foliar, o solvente e os aditivos

Ensaio	Fertilizante Foliar	Álcool anidro	Aditivo			Coesividade
			PVP	Goma Xantana	Amido	
Teste 1	80%	15%	5%	0%	0%	SIM
Teste 2	80%	15%	0%	5%	0%	NÃO
Teste 3	80%	15%	0%	0%	5%	NÃO

Fonte: Do Autor, 2018

A goma xantana possui estabilidade e compatibilidade com a maioria dos sais metálicos e a presença de cadeias laterais e o caráter iônico nas moléculas aumentam a sua hidratação. Portanto, é necessário a presença da água como solvente para hidratar a molécula e produzir alta viscosidade.

Entretanto, como foi visto, a água não pode ser utilizada como solvente e com o álcool anidro não ocorreu a hidratação completa da goma. Neste cenário, a goma xantana não seria útil como aditivo. O mesmo ocorreu para o amido que é um polímero hidrofílico. Quando adicionado ao álcool ocorre seu processo de desidratação, o que apresenta efeito contrário ao esperado, tornando-o inviável para o processo.

Por outro lado, o PVP na presença de álcool formou filmes finos tornando-o interessante para o processo de coesão da massa. O poder adesivo e sua propriedade espessante garantiram uma boa liga para a mistura.

Neste contexto, foram definidos como solventes o álcool e o propilenoglicol e como aditivo o PVP. Para analisar o comportamento dos mesmos em uma mistura com o fertilizante foliar, foi realizado um PCC considerando-os em diferentes concentrações. A Tabela 11 apresenta os níveis das variáveis avaliados no PCC, na forma original e codificada.

Tabela 11 – Matriz do planejamento experimental

Teste	m^{PVP}/m^{total}	$m^{álcool}/m^{total}$	$m^{propileno}/m^{total}$	X ₁	X ₂	X ₃
	X ₁	X ₂	X ₃			
1	0,50%	10,00%	2,00%	-1,00	-1,00	-1,00
2	1,50%	10,00%	2,00%	1,00	-1,00	-1,00
3	0,50%	15,00%	2,00%	-1,00	1,00	-1,00
4	1,50%	15,00%	2,00%	1,00	1,00	-1,00
5	0,50%	10,00%	5,00%	-1,00	-1,00	1,00
6	1,50%	10,00%	5,00%	1,00	-1,00	1,00
7	0,50%	15,00%	5,00%	-1,00	1,00	1,00
8	1,50%	15,00%	5,00%	1,00	1,00	1,00
9	1,00%	12,50%	3,50%	0,00	0,00	0,00
10	1,00%	12,50%	3,50%	0,00	0,00	0,00
11	1,00%	12,50%	3,50%	0,00	0,00	0,00
12	1,50%	12,50%	3,50%	1,00	0,00	0,00
13	0,50%	12,50%	3,50%	-1,00	0,00	0,00
14	1,00%	15,00%	3,50%	0,00	1,00	0,00
15	1,00%	10,00%	3,50%	0,00	-1,00	0,00
16	1,00%	12,50%	5,00%	0,00	0,00	1,00
17	1,00%	12,50%	2,00%	0,00	0,00	-1,00

Fonte: Do Autor, 2018

4.3 ANÁLISE DO PLANEJAMENTO COMPOSTO CENTRAL

O planejamento foi realizado de modo a desempenhar eficientemente os melhores resultados de tempo de solubilidade, aspecto e custo para replicar na extrusora.

4.3.1 Tempo de solubilidade

A Tabela 12 apresenta os resultados da solubilidade para as amostras de fertilizantes de acordo com cada associação de parâmetros avaliada. A formulação original do produto em estudo, sem o processo de extrusão, apresentou tempo de solubilidade igual a 64 segundos, observando-se, portanto, uma redução de até 18,75% no tempo de solubilidade em alguns dos experimentos realizados.

Tabela 12 – Respostas referentes a solubilidade

Testes	X ₁	X ₂	X ₃	Solubilidade (seg)
1	-1,00	-1,00	-1,00	56,00
2	1,00	-1,00	-1,00	52,00
3	-1,00	1,00	-1,00	57,00
4	1,00	1,00	-1,00	95,00
5	-1,00	-1,00	1,00	59,00
6	1,00	-1,00	1,00	57,00
7	-1,00	1,00	1,00	127,00
8	1,00	1,00	1,00	131,00
9	0,00	0,00	0,00	59,00
10	0,00	0,00	0,00	59,00
11	0,00	0,00	0,00	59,00
12	1,00	0,00	0,00	62,00
13	-1,00	0,00	0,00	54,00
14	0,00	1,00	0,00	63,00
15	0,00	-1,00	0,00	55,00
16	0,00	0,00	1,00	57,00
17	0,00	0,00	-1,00	52,00

Fonte: Do Autor, 2018

A Tabela 13 apresenta os resultados obtidos pela regressão, contendo somente os termos que influenciaram significativamente na solubilidade do processo, considerando $\alpha=0,05$, ou seja, 5% de probabilidade de erro, sendo desconsiderados os parâmetros com nível de significância maior que este valor.

Tabela 13 - Efeito das variáveis sob a solubilidade ($R^2 = 0,772$)

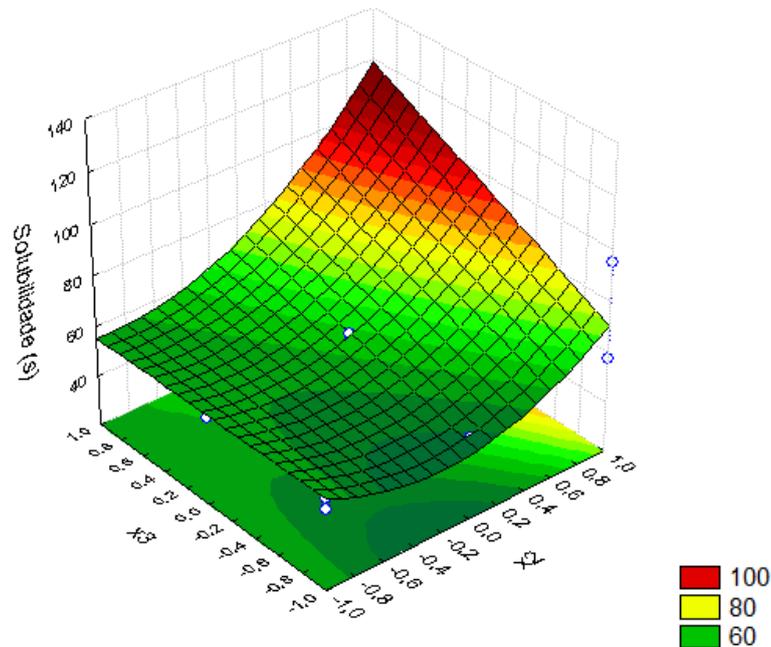
Fator	Efeito	Desvio	Nível de significância
Média	57,4286	5,1951	0,0000
X ₂	38,8000	8,6931	0,0008
X ₂ ²	35,5429	13,5473	0,0222
X ₃	23,8000	8,6931	0,0180
X ₂ .X ₃	24,5000	9,7192	0,0269

Fonte: Do Autor, 2018

Dessa forma, observou-se que o percentual da massa de PVP (X_1) não comprometeu a solubilidade do processo, entretanto os efeitos do etanol (X_2) e do propilenoglicol (X_3) de forma isolada, bem como a interação entre esses foram significativos. O termo quadrático referente à variável do etanol também apresentou alto nível de significância no resultado analisado.

A Figura 22 representa a superfície de resposta referente aos dados da Tabela 12. A variável que mais influenciou foi a massa de álcool pela massa total, de modo que os menores tempos foram obtidos em torno de X_2 igual a -0,3 associado ao menor nível da relação massa de propilenoglicol por massa total, o que pode ser evidenciado na região de tonalidade verde escuro.

Figura 22 – Superfície de resposta do tempo de solubilidade em função da $m^{\text{álcool}}/m^{\text{total}}$ e da $m^{\text{propileno}}/m^{\text{total}}$



Fonte: Do Autor, 2018

A solubilidade pode ainda ter o comportamento do tempo representado pela Equação 1, cujo quadrado do coeficiente de correlação da relação obtido foi de 0,772, o que indica que 77,2% da variabilidade dos dados podem ser explicados pelo modelo fenomenológico.

$$t \text{ (s)} = 57,428 + 19,400 x_2 + 17,771 x_2^2 + 11,900 x_3 + 12,250 x_2 \cdot x_3 \quad (1)$$

4.3.2 Custo

A Tabela 14 apresenta os resultados do custo para as amostras de fertilizantes de acordo com cada associação de parâmetros avaliada. A formulação original do

produto em estudo, sem o processo de extrusão, apresentou custo de R\$3,17/Kg. Observou-se um aumento nesta resposta em todos os experimentos avaliados, o que pode ser explicado pela adição de novos componentes, representados pelo solvente e o aditivo utilizados durante a extrusão. Sendo assim, este aumento no custo já era esperado.

Tabela 14 – Respostas referentes ao custo

Teste	X ₁	X ₂	X ₃	Custo % Aumento
1	-1,00	-1,00	-1,00	6,94
2	1,00	-1,00	-1,00	28,02
3	-1,00	1,00	-1,00	4,08
4	1,00	1,00	-1,00	25,16
5	-1,00	-1,00	1,00	10,10
6	1,00	-1,00	1,00	31,18
7	-1,00	1,00	1,00	7,24
8	1,00	1,00	1,00	28,32
9	0,00	0,00	0,00	17,63
10	0,00	0,00	0,00	17,63
11	0,00	0,00	0,00	17,63
12	1,00	0,00	0,00	28,17
13	-1,00	0,00	0,00	7,09
14	0,00	1,00	0,00	16,20
15	0,00	-1,00	0,00	19,06
16	0,00	0,00	1,00	19,21
17	0,00	0,00	-1,00	16,05

Fonte: Do Autor, 2018

A Tabela 15 apresenta os resultados obtidos pela regressão, contendo somente os termos que influenciaram significativamente no custo do processo, com um nível de significância de 95%.

Tabela 15 - Efeito das variáveis sob o custo ($R^2 = 0,999$)

Fator	Efeito	Erro	p
Média	20,7143	0,0714	0,0000
X ₁ (L)	24,0000	0,1195	0,0000
X ₂ (L)	-3,0000	0,1195	0,0000
X ₃ (L)	3,0000	0,1195	0,0000

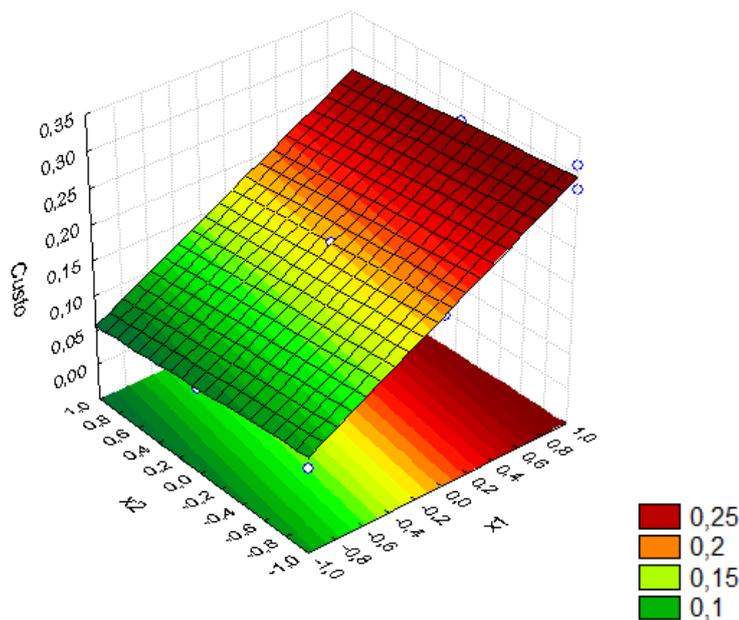
Fonte: Do Autor, 2018

Observou-se que todas as variáveis influenciaram de forma isolada na resposta analisada, conforme já era esperado, visto que são componentes adicionados à formulação padrão. É possível associar a influência da intensidade dos efeitos de

acordo com os valores do custo de matéria prima expressos anteriormente, cujo PVP se mostrou o mais significativo, o que também pode ser observado nas Figuras 23 e 24, que representam a superfície de resposta referente aos dados da Tabela 14, em função de diferentes variáveis.

Analisando a Figura 23 o ponto de ótimo é representado pela cor verde escuro, região onde se tem menores quantidades de PVP e maiores quantidades de álcool resultando em uma menor variação de custo. Na Figura 24 a análise para o álcool e o propileno indica que menores variações de custo são obtidas com menor utilização de propileno e maior utilização de álcool.

Figura 23 – Superfície de resposta do custo em função da massa de m^{PVP}/m^{total} e da $m^{álcool}/m^{total}$



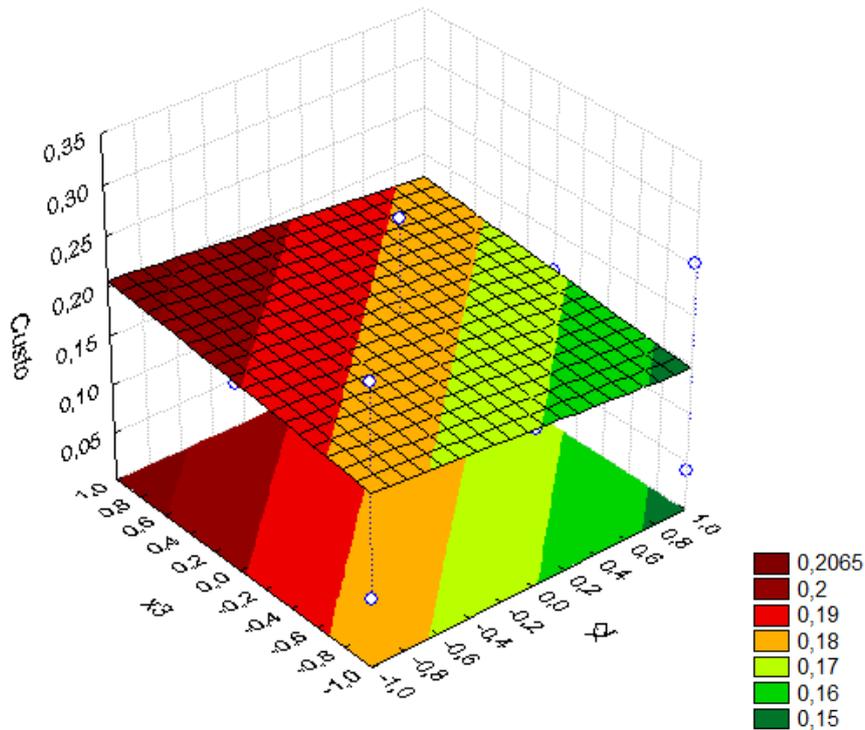
Fonte: Do Autor, 2018

O custo também pode ter seu comportamento representado pela Equação 3, cujo quadrado do coeficiente de correlação da relação obtido foi de 0,999, o que indica que a variabilidade de 99,9% dos dados pode ser explicada pelo modelo.

$$\text{Custo} = 0,176 + 0,105 x_1 - 0,014 x_2 + 0,016 x_3 \quad (3)$$

Vale salientar que mesmo que o preço de custo tenha aumentado, espera-se que o novo produto formado seja vendido como uma inovação e que seu preço de venda seja superior em até 20%.

Figura 24 – Superfície de resposta do custo em função da $m^{\text{álcool}}/m^{\text{total}}$ e da massa de $m^{\text{propileno}}/m^{\text{total}}$



Fonte: Do Autor, 2018

4.3.3 Aspecto

Embora as avaliações relacionadas à variável de aspecto sejam qualitativas, criou-se uma forma de quantificar os dados. Os parâmetros adotados de acordo com a classificação qualitativa dos parâmetros encontram-se na Tabela 16.

Tabela 16 – Avaliação numérica associada às análises qualitativas

	Parâmetro		
Nota	Friabilidade	Formato/Tamanho	Umidade
1	Alta	Não uniforme	Ruim
3	Intermediária	Intermediária	Intermediária
5	Baixa/Inexistente	Uniforme	Ideal

Fonte: Do Autor, 2018

A associação da variável de modo qualitativo aos números identificados na Tabela 16 foi realizada para todos os experimentos. Na Tabela 17, há os valores associados a cada parâmetro e ainda o valor final determinado para o aspecto, que foi obtido pela soma dos três fatores: friabilidade, formato/tamanho e umidade.

Tabela 17 – Quantificação do aspecto

Testes	x1	x2	x3	Friabilidade	Formato/Tamanho	Umidade	Aspecto
1	-1,00	-1,00	-1,00	1	1	1	3
2	1,00	-1,00	-1,00	1	1	1	3
3	-1,00	1,00	-1,00	5	3	3	11
4	1,00	1,00	-1,00	5	5	5	15
5	-1,00	-1,00	1,00	3	1	3	7
6	1,00	-1,00	1,00	3	1	3	7
7	-1,00	1,00	1,00	5	5	1	11
8	1,00	1,00	1,00	5	5	1	11
9	0,00	0,00	0,00	5	3	3	11
10	0,00	0,00	0,00	5	3	3	11
11	0,00	0,00	0,00	5	3	3	11
12	1,00	0,00	0,00	3	5	3	11
13	-1,00	0,00	0,00	1	3	3	7
14	0,00	1,00	0,00	5	5	3	13
15	0,00	-1,00	0,00	3	1	1	5
16	0,00	0,00	1,00	5	5	3	13
17	0,00	0,00	-1,00	3	1	1	5

Fonte: Do Autor, 2018

Na avaliação final da resposta, quanto maior o número obtido, melhor o aspecto do produto. Uma avaliação estatística dos resultados relacionados ao aspecto não foi realizada por não se tratar de uma variável intrinsecamente quantitativa, podendo, desta forma, não se encontrar uma representatividade real da influência dos termos.

4.3.4 Função objetivo

A fim de determinar o melhor experimento para que possa ser reproduzido em escala piloto na extrusora determinou-se a função objetivo, de acordo com a equação 01.

$$F_{\text{objetivo}} = \frac{\text{Aspecto}}{\text{Solubilidade} * \text{Custo}} \quad (01)$$

A Tabela 18 apresenta os resultados da função objetivo para as amostras de fertilizantes de acordo com cada associação de parâmetros avaliada.

Observa-se que o ponto ótimo de operação é aquele no qual tem-se um menor tempo de solubilidade, relacionado a um melhor aspecto e menor custo, possuindo, conseqüentemente, um maior valor na função objetivo. Conforme consta na Tabela 18, destaca-se o experimento 3 dentre os testados.

Tabela 18 – Resultados da Função objetivo

Testes	x1	x2	x3	Função Objetivo
1	-1,0000	-1,0000	-1,0000	0,0077
2	1,0000	-1,0000	-1,0000	0,0021
3	-1,0000	1,0000	-1,0000	0,0473
4	1,0000	1,0000	-1,0000	0,0063
5	-1,0000	-1,0000	1,0000	0,0117
6	1,0000	-1,0000	1,0000	0,0039
7	-1,0000	1,0000	1,0000	0,0120
8	1,0000	1,0000	1,0000	0,0030
9	0,0000	0,0000	0,0000	0,0106
10	0,0000	0,0000	0,0000	0,0106
11	0,0000	0,0000	0,0000	0,0106
12	1,0000	0,0000	0,0000	0,0063
13	-1,0000	0,0000	0,0000	0,0183
14	0,0000	1,0000	0,0000	0,0127
15	0,0000	-1,0000	0,0000	0,0048
16	0,0000	0,0000	1,0000	0,0119
17	0,0000	0,0000	-1,0000	0,0060

Fonte: Do Autor, 2018

A Tabela 19 apresenta os resultados obtidos pela regressão, contendo somente os termos que influenciaram significativamente na função objetivo criada, considerando $\alpha=0,10$, e, portanto, sendo desconsiderados os parâmetros com nível de significância maior que este valor.

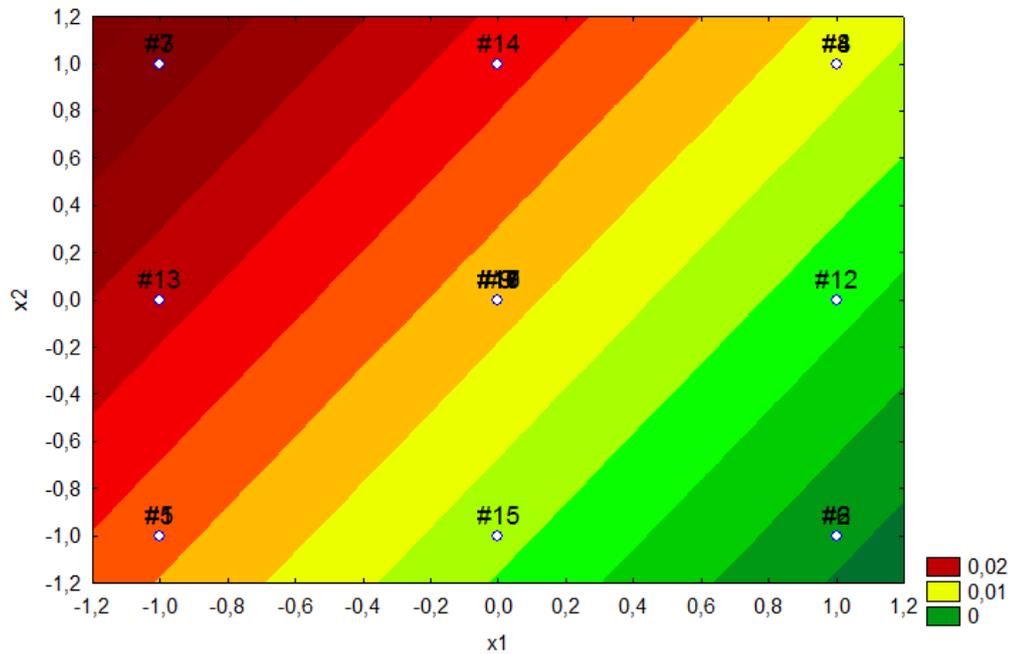
Tabela 19 - Efeito das variáveis sob a função objetivo ($R^2 = 0,803$)

Fator	Efeito	Desvio	Nível de significância
Média	1,09203	0,13350	0,00000
X ₁	-1,50952	0,34813	0,00118
X ₂	1,02016	0,34813	0,01368
X ₁ . X ₂	0,91384	0,38922	0,03863
X ₁ . X ₃	0,74694	0,38922	0,08128
X ₂ . X ₃	-1,11386	0,38922	0,01547

Fonte: Do Autor, 2018

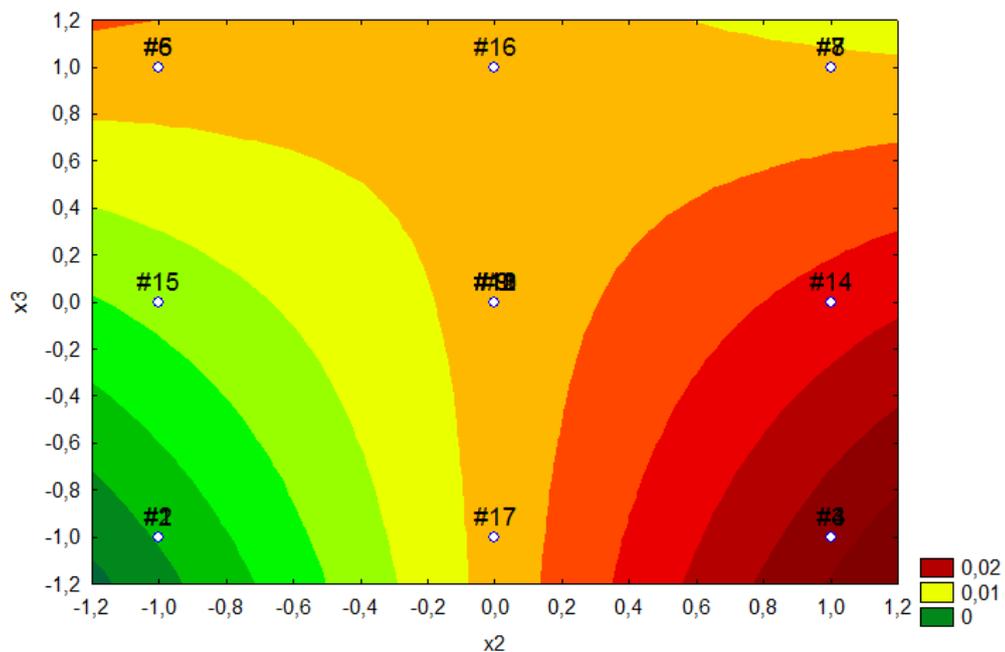
A partir da Tabela 19, observou-se que as variáveis relacionadas à massa de PVP e etanol influenciaram de forma isolada na resposta analisada. Além disso, também houve influência significativa da interação das variáveis: PVP e álcool, PVP e propilenoglicol e etanol e propilenoglicol. As Figuras 25 e 26 representam a superfície de resposta referente aos dados da Tabela 19, em função das diferentes variáveis.

Figura 25 – Superfície de resposta da função objetivo em função da m^{PVP}/m^{total} e da $m^{álcool}/m^{total}$



Fonte: Do Autor, 2018

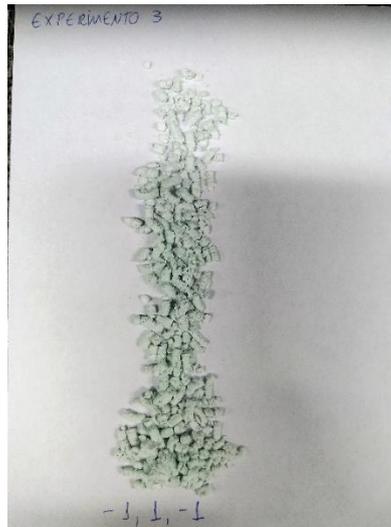
Figura 26 – Superfície de resposta da função objetivo em função da $m^{álcool}/m^{total}$ e da $m^{propileno}/m^{total}$



Fonte: Do Autor, 2018

As Figuras 25 e 26 confirmaram o previsto na Tabela 18: o experimento 3 apresentou os melhores resultados, considerando as três respostas analisadas. A Figura 27 demonstra o fertilizante produzido de acordo com os parâmetros do teste 3.

Figura 27 – Experimento 3



Fonte: Do Autor, 2018

4.4 TESTES NA EXTRUSORA

Após realizadas as análises estatísticas concluiu-se que o melhor ensaio foi o 3, o qual apresenta 0,5% PVP, 15% de álcool, 2% de propilenoglicol e 82,5% do fertilizante foliar. Com a definição da melhor formulação foi possível iniciar os testes na extrusora, na qual foi variada a frequência de extrusão conforme Tabela 20, avaliando-se o tempo de solubilidade, pH e teor de nutrientes, como variáveis resposta.

Tabela 20 -Frequências e velocidades utilizadas na extrusora

Frequência (Hz)	Velocidade (cm/s)
30	2,96
45	3,79
60	5,87

Fonte: Do Autor, 2018

Os testes foram feitos em triplicata utilizando-se uma massa de 300 g, seguindo as proporções previamente especificadas para o experimento 3. Na primeira etapa do processo, a malaxagem, a massa foi preparada com o auxílio de uma bateadeira, a fim de garantir a homogeneidade da mistura.

Na sequência, a amostra foi inserida na extrusora a partir do funil de alimentação, passando pelas três etapas de extrusão: alimentação, compressão e

extrusão. O material extrusado ao sair da matriz de extrusão foi cortado utilizando-se linhas de nylon visando uma maior porosidade do produto, conforme Figura 28.

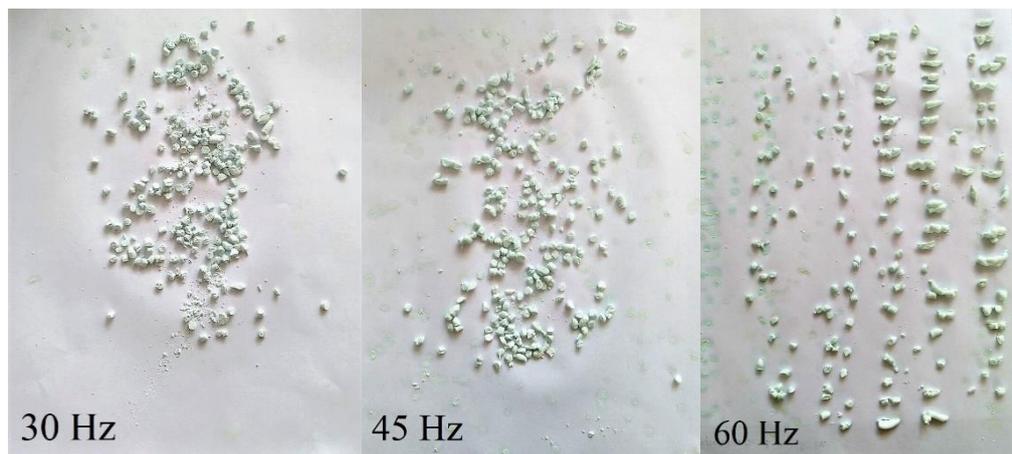
Figura 28 – Material extrusado ao sair da matriz



Fonte: Do Autor, 2018

Por fim, os *pellets* foram coletados e passaram pelo processo de secagem a temperatura ambiente durante 24 horas. Em seguida, foram submetidos às análises físico-químicas. A Figura 29 apresenta os pellets obtidos nas velocidades de 30, 45 e 60 Hz, após o processo de secagem.

Figura 29 - *Pellets* obtidos nas velocidades de 30, 45 e 60 Hz



Fonte: Do Autor, 2018

4.4.1 Análises físico-químicas do material extrusado

Após os ensaios na extrusora foram realizados testes físico-químicos no material extrusado, tais como: pH, tempo de solubilidade e teor de nutrientes. O tempo

de solubilidade foi analisado para cada experimento realizado na extrusora e os resultados obtidos estão dispostos na Tabela 21.

Tabela 21 – Tempo de solubilidade dos pellets obtidos

Experimento	Frequência (Hz)	Tempo (s)	Média (s)
1	30	77	
2	30	76	77
3	30	79	
4	45	74	
5	45	76	75
6	45	75	
7	60	71	
8	60	70	71
9	60	72	

Fonte: Do Autor, 2018

Pode-se observar que para todos os experimentos, os tempos de solubilidade do extrusado foram maiores que os apresentados nos experimentos preliminares, realizados com o espremedor de limão simulando a extrusora, o que pode ser explicado pela maior compactação que a extrusora acarreta, visto que foi utilizada uma extrusora monofuso, garantindo uma maior consistência para a massa, porém aumentando seu tempo de solubilidade.

Dentre as frequências analisadas a de 60Hz foi a mais produtiva, além de apresentar uma melhor dispersabilidade, pois o aumento da velocidade de extrusão contribui para o aumento da porosidade do produto, cuja maior quantidade de ar intersticial forma canais que facilitam a entrada do líquido de dissolução (TONON, 2009).

Quanto ao teor de nutrientes, as análises confirmam que não há perda na composição garantida após o processo de extrusão. Vale ressaltar que o teor de nutrientes foi analisado comparando com os limites de tolerância, calculados de acordo com as garantias do produto, como pode ser observado na Tabela 22.

Os testes no peagâmetro foram realizados à 25°C, encontrando-se um valor de 3,3 para o pH do produto extrusado, que se apresenta conforme, visto que os limites estabelecidos internamente pela empresa fabricante do produto padrão variam de 2,8 a 3,8.

Tabela 22 – Teor de nutrientes para o produto extrusado

Nutrientes	Garantia (%)	Limites de tolerância (%)	Resultado da análise (%)
S	16,5	14,980-24,750	14,99
B	0,5	0,380-1,500	0,48
Cu	1	0,750-3,000	0,89
Mn	25	23,120-37,500	23,95
Zn	4	3,190-8,000	3,87

Fonte: Do Autor, 2018

Em relação ao teste de queda, os resultados obtidos demonstraram que o produto se manteve intacto, suportando o envase, o que impacta positivamente tanto operacionalmente quanto ambientalmente.

Dessa forma, mesmo que o tempo de solubilidade não tenha alcançado o esperado é vantajoso trabalhar com *pellets*, visto que os pós tendem a causar problemas de segurança para os operadores e/ou responsáveis pela aplicação do produto. Além disso, em comparação a uma simples mistura de pós, o *pellet* formado apresenta melhor conservação da homogeneidade de distribuição dos componentes, maior densidade, facilidade de escoamento e resistência superior.

4.5. SCALE UP

A viabilidade de operação em escala industrial foi realizada na empresa Dynamic Air em Atibaia – SP, especializada em sistemas para o processamento de partículas e pós, moagem, mistura e aglomeração.

Para reproduzir o experimento em escala industrial, utilizando-se de uma extrusora semelhante à utilizada neste trabalho, as amostras foram enviadas para a Alemanha, em uma das unidades da Dynamic Air, visto que os testes com esse equipamento não são realizados no Brasil. Por esses motivos, os resultados não foram entregues em tempo hábil.

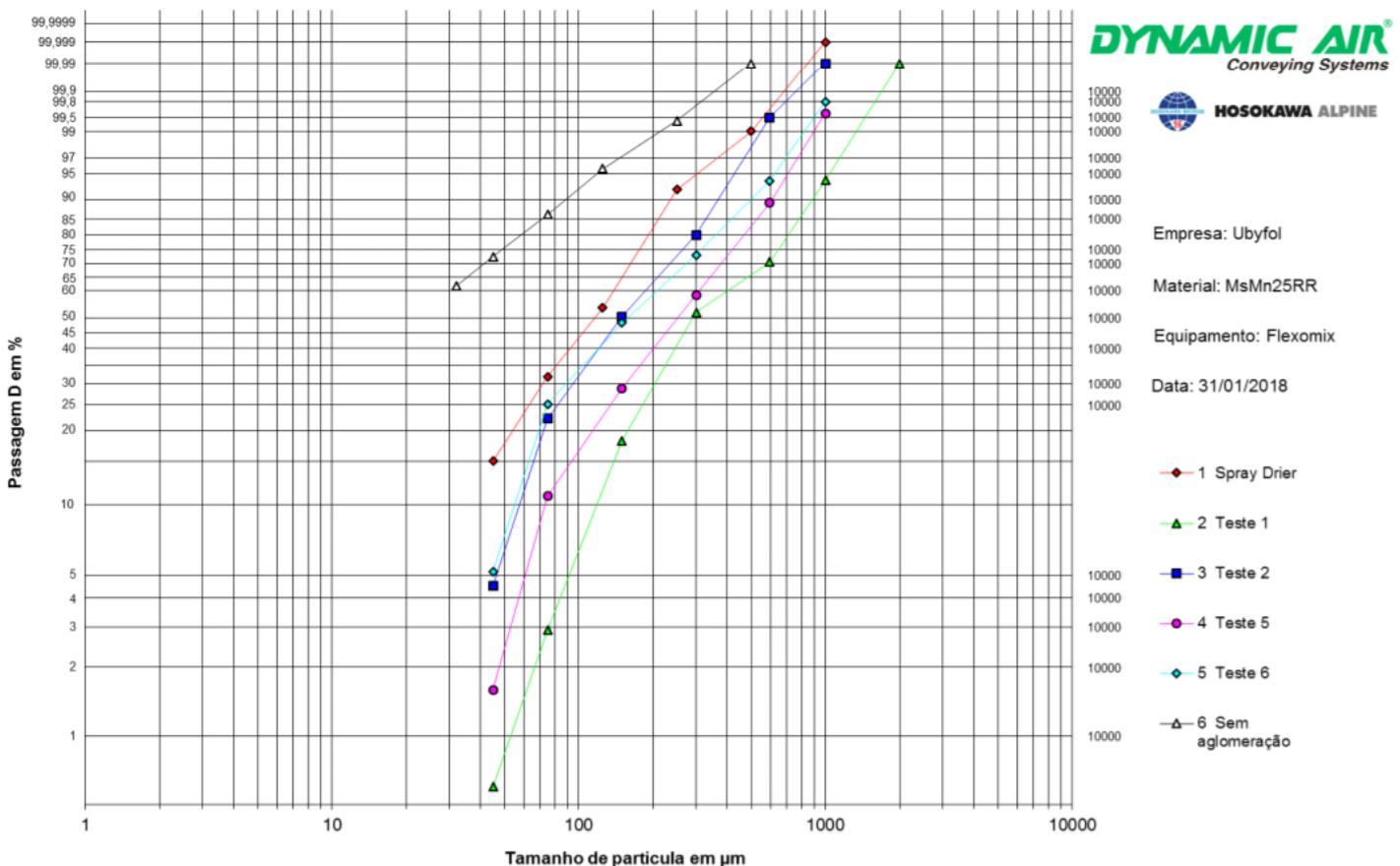
Na tentativa de um resultado semelhante, ou seja, um fertilizante de alta dispersão na forma de grânulo, a empresa em questão sugeriu o teste em um granulador de alta intensidade (Flexomix), que seriam realizados na unidade de Atibaia – SP.

Os testes realizados no aglomerador Schugi® Flexomix tinham como objetivo avaliar a aparência do produto, as suas propriedades de fluidez, distribuição granulométrica, além de verificar o consumo energético da secagem (quantidade de água necessária para aglomerar, que deverá ser removida) e a dispersabilidade.

Para a realização dos testes, o fertilizante foliar foi alimentado por um dosador de alta precisão, com ajustes de vazão, ao mesmo tempo que o líquido aglutinante (água) era introduzido por um sistema de dosagem de líquidos com bicos nebulizadores. A razão adicionada ao aparato foi de 500Kg de fertilizante para 30L de água. Posteriormente o produto aglomerado passou por um sistema de secagem, simulando um secador de base fluidizada.

No total foram realizados 6 testes, no entanto, os testes 3 e 4 foram descartados, pois o resultado dos mesmos não foram satisfatórios. A Tabela 23 e a Figura 30 mostram os resultados encontrados no que se refere a densidade aparente, granulometria atingida, umidade e aspecto.

Figura 30 – Passagem D em % versus tamanho de partícula em μm



Fonte: Dynamic Air, 2018.

Analisando o tamanho de partícula em 0,3 mm, observou-se que o padrão (fertilizante foliar sem aglomeração) apresenta uma granulometria muito menor quando comparado ao produto formado após o processo de granulação de alta intensidade (Flexomix). Como pode ser observado para o tamanho de partícula em questão 99,8% dos material é passante nessa abertura. A Figura 31, mostra a forma final obtida.

Tabela 23 – Resultados encontrados para densidade, tamanho de partícula, umidade e aspecto

Ensaio	Densidade Aparente t/m^3	Tamanho de partícula em 0,3mm	Umidade (%)	Aspecto
Padrão	0,86	D99	1,84	Pó fino, de cor branca, sem a presença de grumos
Teste 1	0,81	D50	4,15	Granulado, de cor verde clara, uniforme
Teste 2	0,80	D80	3,72	Granulado, de cor verde clara, uniforme
Teste 5	0,82	D60	3,76	Granulado, de cor verde clara, uniforme
Teste 6	0,84	D72	3,33	Granulado, de cor verde clara, uniforme

Fonte: Do Autor, 2018

Figura 31 – Fertilizante foliar antes e depois do processo de aglomeração



Fonte: Do Autor, 2018

Assim, o material aglomerado apresentou excelentes características instantâneas e distribuição granulométrica uniforme, com pouca geração de finos, o que melhora as propriedades de fluidez do produto.

No que se refere a coloração, notou-se que os testes no Flexomix levaram o produto a uma alteração de cor, o que é ocasionado devido ao aumento de umidade e pode ser explicado pela presença do sulfato de cobre monohidratado como matéria prima utilizada para produção do fertilizante foliar em questão.

A coloração do sulfato de cobre varia de verde a azul quando o mesmo é hidratado, podendo chegar ao tom azul quando penta hidratado. Por outro lado, quando aquecido o seu equilíbrio químico é deslocado no sentido de formação do sal anidro, que é branco.

Quanto a densidade, notou-se valores muito próximos, o que não comprometerá o volume transportado.

Em relação à solubilidade, todos os testes apresentaram rápida dispersão em água, conforme mostrado na Tabela 24, superando em até 30% o material padrão antes da aglomeração.

Tabela 24– Resultados de solubilidade no Flexomix

Ensaio	Tempo de solubilidade (s)
Padrão	64s
Teste 1	48s
Teste 2	45s
Teste 5	49s
Teste 6	48s

Fonte: Do Autor, 2018

O estudo desta condição e a análise nas diferentes respostas relevantes ao processo e ao produto evidenciaram a possibilidade de obtenção das características desejadas de maior solubilidade ao se comparar com o padrão, pois obteve-se uma redução de até 29,7%, encontrando-se valores entre 45 e 49 s, comparados ao padrão de 64 segundos. Esse resultado pode ser considerado altamente satisfatório.

Além disso, percebeu-se que esse é um processo moderno, com baixo consumo energético, uma vez que é necessária a secagem de apenas 6% de água. Dessa forma, o processo de secagem é minimizado, tornando o sistema econômico energeticamente em relação a outras tecnologias, como o *Spray Dryer* onde é necessário remover 50 a 60% de água ao final do processo.

Outro ponto relevante, refere-se ao alto grau de flexibilidade do Flexomix, visto que é possível a dosagem de múltiplos líquidos ao mesmo tempo. Além disso, é obtido um produto de alta qualidade e de custo de manutenção baixo uma vez que há poucas peças de desgaste.

5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES

Considerando que este trabalho teve como objetivo principal o projeto e construção de uma extrusora monofuso, com o intuito de avaliar a produção de fertilizantes foliares granulados, a seguir são apresentadas as principais conclusões e algumas sugestões propostas para trabalhos futuros.

Em relação à extrusora, sua construção baseou-se nos dados de projeto especificados e obteve-se um aparato experimental de qualidade, no qual foi possível realizar todos os ensaios experimentais necessários, dando como alcançados os objetivos iniciais do trabalho que eram obter uma extrusora monofuso de escala laboratorial.

Portanto, visando a obtenção de um fertilizante foliar com características de rápida e uniforme dispersão em água, além de um produto final com pouca geração de finos e boa estabilidade durante estocagem, testou-se o processo de extrusão.

Inicialmente foram realizados testes visuais para definir os melhores solventes e o melhor aditivo a ser utilizado. Dos testes visuais concluiu-se que os melhores solventes para o processo seriam o álcool anidro, visto que ele umidifica a massa, e o propilenoglicol, que em menor quantidade garantiu a coesão da mistura. Foi possível também escolher o melhor aditivo, optando-se pelo uso do PVP, que juntamente com os solventes, garantiu a coesão da massa.

A partir disso, foram realizados testes utilizando-se um bastão de vidro para simular a malaxagem e um espremedor de limão para simular a matriz de extrusão, a fim de determinar estatisticamente a condição ótima de operação na extrusora. Para isso foi realizado um PCC, analisando as variáveis: custo, tempo de solubilidade e aspecto.

A partir da análise do PCC e da função objetivo delineada e explicitada anteriormente, concluiu-se que o melhor experimento foi o 3, o qual apresenta 0,5% PVP, 15% de etanol, 2% de propilenoglicol e 82,5% do fertilizante foliar. Ou seja, o ponto ótimo de operação é aquele no qual tem-se um menor tempo de solubilidade, melhor aspecto e menor custo.

A partir dessas conclusões o experimento 3 foi implementado na extrusora monofuso, avaliando-se diferentes velocidades de extrusão. Além disso, foram avaliados o tempo de solubilidade, o teor de nutrientes e o pH do produto final. Foram realizadas análises nas frequências 30, 45 e 60 Hz. Dentre estas, concluiu-se que a

mais produtiva foi a de 60 Hz, além de apresentar melhor dispersabilidade. As análises de teor de nutrientes e pH comprovaram que não há perdas na composição do produto garantindo o processo de extrusão.

Entretanto, o tempo de solubilidade não se comportou como o esperado, visto que foram encontrados 77 s, 75 s e 71 s para as três frequências estudadas, respectivamente, enquanto que o tempo de solubilidade do produto padrão encontra-se em torno de 64 segundos. Esse aumento na solubilidade pode ser explicado devido ao tipo de extrusora utilizado, visto que por ser uma extrusora monofuso, o produto se torna mais compacto durante a sua passagem, ou seja, mais denso, aumentando seu tempo de solubilidade.

Apesar de não acarretar em ganhos no tempo de solubilidade, o processo de extrusão do fertilizante foliar garante a segurança para os operadores e responsáveis pela aplicação do produto, visto que evita o uso de pós. Além disso, o processo de extrusão garante ao produto melhor conservação da homogeneidade de distribuição dos componentes, maior densidade, facilidade de escoamento e resistência superior, gerando ganhos operacionais e ambientais, além de garantir também maior valor agregado, valorizando o produto e tornando-o mais lucrativo para a empresa que o comercializar.

O estudo de viabilidade proposto para avaliar a aplicação da extrusão de fertilizantes foliares em escala industrial utilizou-se do uso de um método semelhante, visto que não possível realizar o estudo em uma extrusora de grande porte. A partir dos estudos realizados em um granulador de alta intensidade, denominado Flexomix, obteve-se um produto final com tempo de solubilidade baixo e faixa granulométrica pequena.

Dessa forma, os estudos e análises realizados levaram a diferentes respostas relevantes ao processo e ao produto, evidenciando a possibilidade de obtenção das características desejadas, tais como, maior solubilidade, estabilidade, homogeneidade e facilidade de aplicação.

Vale ainda ressaltar que o processo de extrusão é uma inovação que alavancaria o faturamento de fertilizantes sólidos na indústria de fertilizantes especiais, cujo mercado de produtos novos encontra-se estagnado, perdendo a comercialização para os fertilizantes líquidos, os quais se encontram em maior foco nas pesquisas e desenvolvimento das indústrias, principalmente com o uso de adjuvantes, com efeitos de dispersão e aderência.

Assim, a partir das observações experimentais e teóricas deste trabalho, pode-se elaborar as seguintes sugestões para trabalhos futuros:

- Construção de uma extrusora de duplo parafuso, que apresentem a vantagem de conduzir melhor a massa umidificada;
- Implementação de mais testes utilizando o Flexomix, realizando-se o processo de micronização anteriormente ao processo de granulação de alta intensidade;
- Análise de parâmetros como: vazão de ar, temperatura do ar de entrada, temperatura do produto, nível de produto na câmara de secagem, temperatura e umidade relativa do ar de saída e tempo para dimensionamento de um secador de base fluidizada industrial a fim de determinar sua condição ótima de operação;
- Realizar comparações entre as amostras enviadas para o processo de extrusão na Alemanha, com os resultados obtidos utilizando-se o Flexomix e o *Spray Dryer*, com o intuito de identificar o melhor processo em termos de custo/benefício, bem como suas similaridades nos resultados obtidos.

6 REFERÊNCIAS

ALBANEZ, R. **Recobrimento gastrorresistente de pellets de diclofenaco de sódio em leite fluidizado tipo wurster**. 2012. 159 p. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Química, Departamento de Engenharia de Processos, Universidade Estadual de Campinas - Faculdade de Engenharia Química, Campinas, 2012.

ALBERO, J.L.A. **A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial parte 1 - o preenchimento das cavidades do molde**. Instituto de tecnologia cerâmica, Universidade de Valência, 2000.

ALCARDE, J.C.; GUIDOLIN, J.A.; LOPES, A. S. **Os adubos e a eficiência das adubações**. São Paulo, Associação Nacional para Difusão de Adubos (ANDA), 1998 35p. Boletim Técnico 3.

ALCARDE, J.C.; PONCHIO, C.O. A ação solubilizante das soluções de citrato de amônio e de ácido cítrico sobre fertilizantes fosfatados. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, Viçosa, v.3, p.173-178, 1979.

ALLEN, L.V; POPOVICH, N.G.; ANSEL, H.C. **Formas farmacêuticas e sistemas de liberação de fármacos**. 9ª edição. Artmed Editora. 716 p. 2013

ANDREAZZA, I. F. **Desenvolvimento e avaliação de péletes de ácido ascórbico obtidos pela tecnologia de extrusão-esferonização**. 2006. Tese (Doutorado em Produção e Controle Farmacêuticos) - Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

BABETTO, A.; CANEVAROLO, S. Efeito do Tipo de Elemento de Rosca na Degradação de Polipropileno Durante Múltiplas Extrusões. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 10, n.2, p. 90-99, 2000.

BAERT, L.; VERMEERSCH, H.; REMON, J.P.; SMEYERS-VERBEKE, J.; MASSART, D.L. **Study of parameters important in the spheronisation process**. International Journal of Pharmaceutics, 96 (1993) 225-229.

BASHAIWOLDU, A.B.; PODCZECK, F.; NEWTON, J.M. A study on the effect of drying techniques on the mechanical properties of pellets and compacted pellets Eur. J. Pharm. Biopharm., Amsterdam, v. 21 n. 2/3, p. 119-129, 2004

BERNARDES, L. J. B., Granulação de Materiais. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 11, n. 3, p. 17-22, 2006.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução normativa MAPA nº 46, de 22 de novembro de 2016. Diário Oficial da União: Brasília, 2016.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução normativa MAPA nº 5, de 23 de fevereiro de 2007. Diário Oficial da União: Brasília, 2007.

CHANDA, M; ROY, S. **Plastics Technology Handbook**. 3 ed. Nova York: Marcel Dekker, Inc, 1998. 1190 p.

COUTO, A.G.; GONZÁLEZ, G.O; PETROVICK, P.R. **Granulação**. Caderno de Farmácia, v. 16, n.1, p 13-20. Programa de Pós-graduação em ciências farmacêuticas, Faculdade de Farmácia, UFRGS, 2000.

DAB FERTILIZANTES. **Nutrição vegetal e fertilizantes foliar**. 2016. Disponível em: <<http://www.dabfertilizantes.com.br/imprensa/ler/id/29/Nutri%C3%A7%C3%A3o-Vegetal-e-Fertilizantes-Foliar#.WleoplMrLIV>>. Acesso em: 24 jan. 2017.

DÉO, S.C. **Desenvolvimento de sistema multiparticulado contendo péletes de mesalarina revestidos com derivado de metacrílico**. 2009. 100p. Dissertação. Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2009.

DORNELLES, M. S. **AValiação do estado nutricional e do controle da mancha angular em feijoeiro pulverizado com biofertilizantes líquidos**. 2005. 150p. Tese (Doutorado em Produção Vegetal) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Centro de Ciências e Tecnologias Agropecuárias. Campos dos Goytacazes, RJ, 2005.

EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. **Soja em números (safra 2015/2016)**. Disponível em: <<https://www.embrapa.br/soja/cultivos/soja1/dados-economicos>>. Acesso em 24 jan. 2017.

FAQUIN, Valdemar. **Diagnose do estado nutricional das plantas**. Lavras: Universidade Federal de Lavras, 2002. Apostila desenvolvida para o curso de Pós-Graduação Latu Sensus (Especialização) a distância: Fertilidade do solo e nutrição de plantas no agronegócio.

FERNÁNDEZ, V. **Adubação foliar: fundamentos científicos e técnicas de campo**. Victoria Fernández, Thomas Sotiropoulos e Patrick Brown, São Paulo: Abisolo, 2015.

GANDHI, R.; KAUL, C. L.; PANCHAGNULA, R. Extrusion and spherization in the development of oral controlled-release dosage forms. Pharm. Sci. Technol. Tod., v. 2, n. 4, p. 160-170, 1999.

GOWARIKER, V. **The Fertilizer Encyclopedia**. 1. ed. New Jersey: John Wiley & Sons, 2009.

HOSOKAWA, MICRON B.V. **Schugi Flexomix**. Disponível em: <http://www.hosokawa-micron-bv.com/technologies/mixing-equipment/continuous-mixing-solutions/schugi-flexomix-high-impact-mixer.html> acesso em 31 jan 2018

HICKS, D.C.; FREESE, H.L. **Extrusion and spherizing equipment**. Pharm. Pel. Technol., New York, Basel: Marcel Dekker Inc., p.71-100, 1989.

KANNAN, S. Foliar fertilization for sustainable crop production. Sustainable Agriculture Reviews, v. 4, p. 371-402, 2010.

KNOWLES, D. A. Chemistry and Technology of Agrochemical Formulations. 1. ed. Tonbridge, Kent, UK: Springer Science+Business Media Dordrecht, 1998.

LE HIR, A. **Abrégé de Pharmacie Galénique – Formes Pharmaceutiques**. 5 ed. Paris: Masson, 1997.

MALAVOLTA, E. **ABC da Adubação**. 4a edição. São Paulo SP, Editora Agronomia Ceres, 1979. 255 p.

MIRANDA, L.S. **Estudo comparativo entre os processos de obtenção de pellets e sua aplicação na indústria farmacêutica**. 2014. 59p. Trabalho de Conclusão de Curso – Curso de Farmácia, Universidade de Brasília – Faculdade de Ceilândia, Ceilândia, 2014.

OLIVEIRA, C.; LIMA, C.; ASSIS, L. **Processo de Moldagem por extrusão**. Ituiutaba: Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Triângulo Mineiro, 2013.

OTTERBACH, J. **Processo de transformação de plásticos por extrusão de filmes tubulares**. Esteio: Escola de Educação Profissional SENAI Nilo Bettanin, 2011. Disponível em: <<http://respostatecnica.org.br/dossie-tecnico/downloadsDT/NTY0NA==>>. Acesso em 24 jan. 2017.

PORTAL PLANALTO. **Responsável por 23% do PIB, Plano Safra impulsiona agropecuária, 2015**. Disponível em: <<http://www2.planalto.gov.br/noticias/2015/06/responsavel-por-23-do-pib-plano-safra-impulsiona-agropecuaria>> Acesso em: 24 jan. 2017.

RAMOS, A.L.; **Produção de pellets à base de hidroxiapatite contendo um fármaco modelo**. 2012. 124 p. Mestrado em Farmacotecnia avançada. Universidade de Lisboa, Faculdade de Farmácia, Lisboa, 2012.

RAMOS, H. S. **Secagem Industrial: Secadores industriais**. Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, 2013.

ROWE, R.C. Spheronisation: a novel pill-making process. **Pharm. Int.**, v.6, p. 119-123, 1985.

SANTOS, H. M. M.; VEIGA, F. J. B.; PINA, M. E. T.; SOUSA, J. J. M. S. Obtenção de pellets por extrusão e esferonização farmacêutica: parte I: Avaliação das variáveis tecnológicas e de formulação. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, São Paulo, v. 40, n. 4, p. 455-470, 2004.

SCHÖNHERR, J. **Cuticular penetration of calcium salts: Effects of humidity, anions, and adjuvants**. Journal of Plant Nutrition and Soil Science-Zeitschrift für Pflanzenernahrung und Bodenkunde, v. 164, p. 225-231, 2001.

SILVA; LIMA; BATISTA. **A importância da soja para o agronegócio brasileiro: uma análise sob o enfoque da produção, emprego e exportação**. Criciúma: Universidade do Extremo Sul Catarinense, 2011. Disponível em: <http://www.apec.unesc.net/V_EEC/sessoes_tematicas/Economia%20rural%20e%20agricultura%20familiar/A%20IMPORT%C3%82NCIA%20DA%20SOJA%20PARA%20O%20AGRONEG%C3%93CIO%20BRASILEIRO.pdf>. Acesso em: 24 jan. 2017.

TORRES, Fabio. **Nutrição de plantas por meio de adubação familiar**. 2008. Disponível em: <<http://www.agrolink.com.br/colunistas/ColunaDetalhe.aspx?CodColuna=2926>> Acesso em 24 jan. 2017

Trani, Paulo Espíndola; Tivelli, Sebastião Wilson; Carrijo, Osmar Alves. **Fertirrigação em hortaliças**. 2.^a ed.rev.atual. Campinas: Instituto Agrônomo, 2011. 51p. (Série Tecnologia APTA. Boletim Técnico IAC, 196)

VERCELLINO, M. **Modelagem, simulação e otimização de processo de extrusão de filmes plásticos tubulares**. 2014. 42 p. Tese (Trabalho de conclusão de curso de Engenharia Química) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2014.

WILSON, D. I.; ROUGH, S. L. Extrusion – Spheronization. In: **Granulation**, Elsevier, University of Cambridge, 2007.

ZHANG, Q. L.; BROWN, P. H. **Distribution and transport of foliar applied zinc in pistachio**. Journal of the American Society for Horticultural Science, v. 124, p. 433-436, 1999a.

ZHANG, Q. L.; BROWN, P. H. **The mechanism of foliar zinc absorption in pistachio and walnut**. Journal of the American Society for Horticultural Science, v. 124, p. 312-317, 1999b.