

**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA  
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA  
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE PRODUÇÃO  
TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO**

**TAMARA TRAJANO JULIANO  
THAINÁ PEREIRA DA SILVA**

**ANÁLISE ESTATÍSTICA DA CORRELAÇÃO ENTRE O TAMANHO  
MÉDIO DAS PARTÍCULAS DE CARBONATO DE CÁLCIO  
PRECIPITADO COM OUTRAS CARACTERÍSTICAS DO PRODUTO**

**VOLTA REDONDA**

**2019**

**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA  
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA  
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE PRODUÇÃO  
TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO**

**ANÁLISE ESTATÍSTICA DA CORRELAÇÃO ENTRE O TAMANHO  
MÉDIO DAS PARTÍCULAS DE CARBONATO DE CÁLCIO  
PRECIPITADO COM OUTRAS CARACTERÍSTICAS DO PRODUTO**

Monografia apresentada ao Curso de Engenharia de Produção do UniFOA como requisito à obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Produção.

Alunos:

Tamara Trajano Juliano

Thainá Pereira da silva

Orientador:

Prof MSc Sérgio Ricardo Bastos de Mello

**VOLTA REDONDA**

**2019**

## **FOLHA DE APROVAÇÃO**

Alunos:

Tamara Trajano Juliano

Thainá Pereira da Silva

### **ANÁLISE ESTATÍSTICA DA CORRELAÇÃO ENTRE O TAMANHO MÉDIO DAS PARTÍCULAS DE CARBONATO DE CÁLCIO PRECIPITADO COM OUTRAS CARACTERÍSTICAS DO PRODUTO**

Orientador:

Prof MSc Sérgio Ricardo Bastos de Mello

Banca Examinadora:

---

Prof MSc Sérgio Ricardo Bastos de Mello

---

Prof M.e. Bruno Chamboli Gambarato

---

Prof Dr. Sirlei Aparecida de Oliveira Bubnoff

A Deus por ter me dado saúde e força para superar as dificuldades.

Aos nossos pais, pelo amor, incentivo e apoio incondicional.

E a todos que direta ou indiretamente fizeram parte da nossa formação, o nosso muito obrigado.

## AGRADECIMENTOS

Ao UniFOA, seu corpo docente, direção e administração que oportunizaram a janela que hoje vislumbro um horizonte superior, eivado pela acendrada confiança no mérito e ética aqui presente.

Ao nosso orientador Sérgio Ricardo Bastos de Mello, pelo suporte no pouco tempo que lhe coube, pelas suas correções e incentivos, por tamanha dedicação.

E também aos nossos familiares que foram os grandes responsáveis por nossa caminhada.

## RESUMO

Este trabalho de conclusão de curso envolve a análise granulométrica do carbonato de cálcio precipitado produzido pela empresa Quimvale localizada no Sul Fluminense. A empresa realiza uma medição granulométrica em laboratório externo para obter um resultado mais preciso, sendo esta de alto custo e de alto *lead time*. Por isso essa pesquisa tem como objetivo estabelecer uma relação entre o tamanho médio da partícula medido externamente com os resultados dos ensaios realizados internamente, como volume aparente, absorção em água e sedimentação 10 min (S10). Para alcançar esse objetivo foi realizada uma análise estatística por meio de análise de regressão linear para verificar e estabelecer uma correlação entre as variáveis analisadas. Os dados levantados por meio de registros da empresa permitiram evidenciar, ao nível de significância de 0,05, que há correlação entre as características medidas interna e externamente.

Para a obtenção de tais resultados utilizamos como metodologia a análise da correlação entre o tamanho médio das partículas, com as especificações principais do produto.

Para o desenvolvimento dessa pesquisa, são utilizadas a ferramenta de qualidade Ciclo PDCA e a ferramenta estatística de Regressão linear, essas foram aplicadas para a obtenção de dados referentes ao processo, e resultados que foram utilizados para validar a fundamentação deste trabalho.

A característica crítica do processo que norteia essa pesquisa é a sedimentação.

Ao comparar o tamanho da partícula D50 com a sedimentação foram obtidos os dados apresentados na Tabela.

### RESUMO DOS RESULTADOS

<i>Estatística de regressão</i>	
R múltiplo	0,8121
R-Quadrado	0,6596
R-quadrado ajustado	0,6218
Erro padrão	0,3041
Observações	11,0000

## ANOVA

	<i>gl</i>	<i>SQ</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>F de significação</i>
Regressão	1,0000	1,6130	1,6130	17,4382	0,0024
Resíduo	9,0000	0,8325	0,0925		
Total	10,0000	2,4455			

	<i>Coefficientes</i>	<i>Erro padrão</i>	<i>Stat t</i>	<i>valor-P</i>	<i>95% inferiores</i>	<i>95% superiores</i>
Interseção	3,8385	0,4756	8,0702	0,0000	2,7625	4,9145
Variável X 1	-0,0538	0,0129	-4,1759	0,0024	-0,0829	-0,0246

Fonte: autoras

Foram preenchidos os requisitos que precisávamos para a realização desta pesquisa. Sendo assim os resultados obtidos, servem para validar a análise da correlação estudada.

Palavras chave: melhoria contínua; controle de processo; análise granulométrica.

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>12</b>
1.1	Problema.....	12
1.2	Justificativa .....	12
1.3	Objetivos.....	13
1.3.1	Geral .....	13
1.3.2	Específicos.....	13
1.4	Metodologia .....	13
<b>2</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>14</b>
2.1	Análise Granulométrica .....	14
2.2	Ciclo PDCA .....	15
2.3	Regressão Linear .....	16
<b>3</b>	<b>ESTUDO DE CASO</b> .....	<b>19</b>
3.1.	Planejar .....	19
3.1.1	Observação .....	19
a.	Descrição do Processo.....	19
b.	Controle da Qualidade do Produto .....	21
3.1.2	Análise.....	31
3.1.3	Plano de ação.....	31
<b>4</b>	<b>RESULTADOS</b> .....	<b>32</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES</b> .....	<b>38</b>
<b>6</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>39</b>

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Especificações das Características Críticas do Carbonato de Cálcio Precipitado .....	32
---	----

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Dados Históricos das Características Críticas do Carbonato de Cálcio Precipitado .....	322
Tabela 2 - Análise da Correlação entre D50 e Absorção em Água .....	355
Tabela 3 - Análise da Correlação entre D50 e Sedimentação .....	355
Tabela 4 - Análise da Correlação entre D50 e Volume Aparente.....	366

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - O Ciclo PDCA .....	166
Figura 2 - Fluxograma de Fabricação do Carbonato de Cálcio Precipitado na Quimvale .....	300

## LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Análise de normalidade para a absorção em água.....	333
Gráfico 2 - Análise de normalidade para a sedimentação .....	333
Gráfico 3 - Análise de normalidade para o Volume Aparente.....	344
Gráfico 4 - Análise de normalidade para o D50.....	344

## LISTA DE SIGLAS

MRLS – Modelo de Regressão Linear Simples

PDCA – Planejar (*Plan*), Fazer (*Do*), Checar (*Check*) e Agir (*Act*)

TPM – Tamanho Médio da Partícula

S10 – Sedimentação em 10 minutos

## 1 INTRODUÇÃO

Há mais de 45 anos, a empresa Quimvale atua no mercado brasileiro com fornecimento de carbonato de cálcio precipitado a diversos segmentos, como: tintas, alimentício, cosméticos, borrachas e plásticos. Sendo um dos quatro produtores de carbonato de cálcio precipitado do Brasil, atendendo cerca de 10% do mercado interno, estimado em 250 mil toneladas por ano.

O mercado exige sempre melhoria na qualidade do seu produto. Então é necessário assegurar o atendimento às especificações de projeto das características do produto. Para o carbonato de cálcio precipitado, as principais características a serem analisadas são absorção em água, sedimentação, volume aparente, tamanho médio das partículas com suas propriedades específicas. Assim, é importante para a empresa atender essas características, pois influenciam diretamente na qualidade do seu produto.

A empresa realiza as análises de absorção em água, sedimentação e volume aparente em seus laboratórios internos. O estudo do tamanho médio das partículas é realizado em laboratório externo. O ensaio externo de determinação de tamanho das partículas é realizado por meio do equipamento *Sedigraph*, baseado na sedimentação gravitacional das partículas. Esse procedimento tem custo elevado e demanda um longo tempo para resposta, inviabilizando sua realização a cada lote de produção.

### 1.1 Problema

A análise do TPM (tamanho médio da partícula) não é realizada a cada lote em laboratório externo devido ao seu alto custo e alto *lead time*.

### 1.2 Justificativa

O processo da empresa exige respostas imediatas e exatas do TPM para melhorar os níveis de confiabilidade do produto. A análise interna não é reconhecida

como a melhor prática e o processo de análise de distribuição de tamanhos de partículas é de alto custo e alto *lead time*.

### **1.3 Objetivos**

#### **1.3.1 Geral**

Analisar se há correlação estatística entre a granulometria das partículas medidas externamente com os parâmetros do produto que são facilmente medidos dentro da empresa, tais como: volume aparente, absorção em água e sedimentação (S10).

#### **1.3.2 Específicos**

- a) Estabelecer uma relação estatística entre os resultados internos da empresa e os resultados de tamanho de partículas medidos externamente.
- b) Definir, por meio das características do material, limites de especificação de cada produto para os ensaios internos.

### **1.4 Metodologia**

Este trabalho tem como objetivo analisar a correlação entre o tamanho médio das partículas com as especificações principais do produto. Para o desenvolvimento dessa pesquisa, são utilizadas as ferramentas estatísticas PDCA e regressão linear, descritas no referencial teórico. Embasados em livros, artigos e dados fornecidos pela empresa.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Análise Granulométrica

Como já foi abordado o escopo desta pesquisa é uma indústria produtora de carbonato de cálcio, que consiste em uma atividade produtiva acumuladora de resíduos sólidos, com impacto ambiental por conta da concentração de elementos alcalino tais como: ( $CaO$ ,  $CaCO_3$  e  $Ca(OH)_2$ ).

É de extrema importância realizar o beneficiamento do produto, fazendo o processo de secagem e adequando o grau de moagem para atingir a granulometria requerida pelas especificações do mercado.

A indústria de carbonato de cálcio precipitado é uma atividade produtiva geradora de resíduos impactantes para o meio ambiente, gerando resíduos classificados como classe I. A matéria-prima para a fabricação desse produto de alta pureza (acima de 99 %) é a cal virgem ( $CaO$ ). Durante o processo de fabricação do precipitado, essa matéria-prima sofre algumas reações químicas ao ser misturada com alguns reagentes, que produzem, além do precipitado, resíduos, que foram denominados, devido a sua aparência granulométrica, por "polpa", "areia", "brita" e "mistura", formados basicamente por  $Ca(OH)_2$ ,  $CaO$ ,  $CaCO_3$  e  $MgCO_3$ . (Rev. Esc. Minas vol.63 no.2 Ouro Preto jun. 2010)

A análise microgranulométrica é fundamentada pelo tamanho de partícula que é uma variável, empregada para o controle da produção de pós em todas as situações onde o estado da distribuição é determinante para o processamento ou qualidade do produto final. As partículas são estruturas tridimensionais em sua maioria irregulares, polidispersas, ou seja, de vários tamanhos e com diferentes propriedades físico-químicas. (Santos et al., 2004)

Os procedimentos básicos para determinação de tamanho de partículas são:

- Análise granulométrica realizada no equipamento Malvern - método conhecido como difração a laser, consiste na medição dos ângulos de difração do raio laser, que são relacionadas ao diâmetro da partícula. Atualmente é a técnica mais utilizada devido à possibilidade de medida em diversos meios como: ar, suspensões,

emulsões e aerossóis. Porém possui dificuldade de aplicação para materiais com dimensões superiores a 2 mm, devido aos ângulos de espalhamento de luz serem muito pequenos. (Rawle, 2002)

- Análise realizada pelo equipamento Sedigraph - método realizado por meio da medida da velocidade de sedimentação e determinação mássica por meio da absorção relativa de raios-x de baixa energia sendo sua sedimentação baseada na lei de Stokes. A medição realizada através do Sedigraph tem a capacidade de medir tamanhos de partículas na faixa de 0,1 a 300  $\mu\text{m}$  (diâmetro de esfera equivalente). As medidas devem ser feitas com a suspensão à temperatura ambiente, uma vez que esta variável afeta a energia cinética das partículas e, conseqüentemente, sua velocidade de sedimentação (Micrometrics, 1997).
- A distribuição de tamanho de partículas é determinada por diferentes metodologias nas atividades industriais, as informações sobre distribuição de tamanhos de partículas são geralmente baseadas em ensaios de peneiramento. Contudo, diversas análises realizadas em laboratórios são feitas em equipamentos que reportam seus resultados em tamanhos inferiores aos obtidos por aquele procedimento experimental. Assim, há uma grande necessidade da aplicação de metodologias estatísticas que permitam a equivalência desses resultados.

## **2.2 Ciclo PDCA**

O ciclo PDCA é um método que visa controlar e conseguir resultados eficazes e confiáveis nas atividades de uma organização, segundo Nigel Slack, Stuart Chambers e Robert Johnston.

A natureza repetida e cíclica do melhoramento contínuo é melhor resumida pelo que é chamado ciclo PDCA (ou roda de Deming) - assim chamado em

homenagem a William Edward Deming, um dos gurus de gestão da qualidade, que espalhou o conceito mundo a fora a partir da década de 1950. O PDCA é a sequência de estágios que são percorridos de maneira periódica para melhorar as atividades.

O ciclo tem seu início pelo estágio P (planejar), que envolve foco na parte estratégica do ciclo, ou seja, levantamento de informações, a área problema sendo estudada. Isso requer a coleta e análise dos dados de modo a formular um plano de ação, que resulte na melhora do desempenho. Uma vez que o plano de melhoramento tenha sido concordado, o próximo estágio é o D (do verbo, fazer). Esse é o estágio de implementação do plano na operação, que leva ao próximo estágio C (checar), em que a solução nova implementada é avaliada, para verificar se ocorreu o melhoramento de desempenho esperado. (Nigel Slack, Stuart Chambers e Robert Johnston)

Por fim, toda análise se bem-sucedida implica no estágio A (agir), com a mudança consolidada ou padronizada. Alternativamente se a mudança não foi bem-sucedida, as lições descobertas na “tentativa”, serão observadas e estas devem ser aprimoradas e assim as etapas do ciclo se reiniciam, com a filosofia de melhoramento contínuo. (Nigel Slack, Stuart Chambers e Robert Johnston)

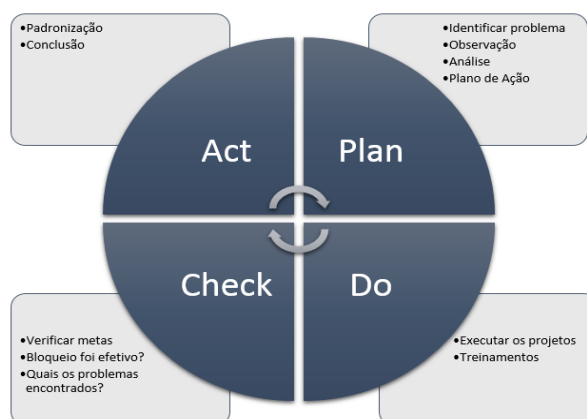


Figura 1 - O Ciclo PDCA

Fonte

<https://www.empREENEDORcurioso.com/produto/planilha-ciclo-pdca/>

## 2.3 Regressão Linear

A análise de regressão linear é fundamentada no estudo da relação entre uma variável chamada de variável dependente e outras variáveis chamadas de variáveis independentes. (Walpole, 2009)

A relação entre elas é representada por um modelo matemático, que associa a variável dependente com as variáveis independentes. Este modelo pode ser designado por um modelo de regressão linear simples (MRLS), que se define uma relação linear entre a variável dependente e uma variável independente.

Se em vez de uma, forem incorporadas várias variáveis independentes, o modelo passa a denominar-se modelo de regressão linear múltipla. (Walpole, 2009)

Para a aplicação do método de regressão linear, é preciso que exista um problema que envolva um conjunto de variáveis, sabendo que existe uma relação inerente entre elas.

Uma forma razoável de relação entre a resposta  $Y$  e o regressor  $x$  é a relação linear:

$$Y = \alpha + \beta x$$

O conceito de análise de regressão consiste em encontrar a melhor relação entre  $Y$  e  $x$ , quantificando a força dessa relação e usando meios que permitam a previsão de valores da resposta para valores dados do regressor  $x$ . (Walpole, 2009)

Em diversas aplicações, existirá mais do que um regressor (ou seja, mais de uma variável independente, que ajuda a explicar  $Y$ ). Sendo assim, a estrutura da regressão múltipla pode ser escrita:

$$Y = \alpha + \beta_1 x + \beta_2 x^2$$

Uma análise de relação entre  $Y$  e  $x$  requer a afirmação de um modelo estatístico. Um modelo costuma ser utilizado como uma representação de um ideal que essencialmente define como será a percepção dos dados gerados pelo sistema em questão. (Walpole, 2009)

A análise de regressão se aplica a situações nas quais as relações estabelecidas entre as variáveis não são deterministas (ou seja, não exatas). Deve

existir componente aleatório para a equação que relaciona essas variáveis. O mesmo componente aleatório tem como referência considerações que não estão sendo medidas ou fogem do entendimento dos cientistas ou engenheiros.

Uma análise da relação entre  $Y$  e  $x$  requer a afirmação de um modelo estatístico. Esse modelo é a representação de um ideal, que essencialmente, define como serão percebidos os dados que serão construídos pelo sistema em operação. O modelo deve incluir os conjuntos de dados  $[(x_i, y_i); i = 1, 2, \dots, n]$  que envolve  $n$  pares de valores  $(x, y)$ . É preciso ter em mente que o valor de  $y$  depende de  $x$  por meio de uma estrutura linear que também tem um componente aleatório envolvido. A base para a utilização de um modelo estatístico está relacionada com o modo como a variável aleatória  $Y$  se move com  $x$ . (Walpolle e Ronald E).

$$Y = \alpha + \beta x + \varepsilon$$

Nesse caso  $\alpha$  e  $\beta$  são os parâmetros desconhecidos de intercepto e de inclinação, respectivamente, e  $\varepsilon$  é uma variável aleatória assumida como sendo distribuída com  $E(\varepsilon) = 0$  e  $V(\varepsilon) = \sigma^2$ . A quantidade  $\sigma^2$  é chamada de variância do erro ou variância residual segundo (Walpolle e Ronald E).

A presença desse erro aleatório, evita que o modelo se torne uma equação determinística.

### 3 ESTUDO DE CASO

#### 3.1. Planejar

Nesta etapa do PDCA são desenvolvidas três atividades básicas: observação (entender o processo e configurar o problema), análise (levantar as causas do problema) e plano de ação (propor ações para mitigar as causas do problema).

##### 3.1.1 Observação

###### a. Descrição do Processo

O Carbonato de Cálcio Precipitado, fabricado pela Quimvale Química Industrial Vale do Paraíba Ltda, situada à Av. Paulo Fernandes, 1603 - Barra do Pirai / RJ, é obtido através do mineral calcário, que é calcinado em fornos externos.

A fabricação do carbonato de cálcio precipitado consiste basicamente em dez etapas: extração e preparação da matéria-prima, calcinação, hidratação, descanso, carbonatação, concentração, neutralização, secagem, moagem e envase.

A matéria prima utilizada pela Quimvale Química Industrial para a produção do Carbonato de Cálcio Precipitado é o óxido de cálcio (CaO - cal virgem), que com a mistura com água gera o hidróxido de cálcio (Ca(OH)<sub>2</sub>) que após receber a inserção do dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>) gera o Carbonato de Cálcio Precipitado, como mostra a reação química.



O processo de produção do Carbonato de Cálcio Precipitado na Quimvale inicia-se na hidratação. A Figura 2 apresenta o fluxograma do processo de fabricação do carbonato de cálcio na Quimvale.

A hidratação é a primeira etapa do processo. É nesta fase que o óxido de cálcio (CaO) é inserido nos reatores de hidratação para ser hidratado. Este estágio é importante, pois a hidratação da cal envolve métodos e parâmetros fundamentais para as características físicas do produto acabado, como: volume aparente, distribuição granulométrica e poder de cobertura.

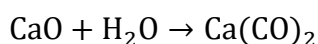
Após o processo de hidratação, o hidróxido de cálcio formado é destinado para um tanque onde recebe alguns aditivos importantes para segmento em processo. Depois de aditivado o mesmo segue para os carbonatadores onde receberá a inserção de CO<sub>2</sub>, proveniente da caldeira, para a formação do Carbonato de Cálcio Precipitado. No processo de carbonatação parâmetros como volume aparente e distribuição granulométrica do material também podem ser trabalhados.

Finalizado o processo de carbonatação o material é destinado para espessadores onde é necessário esperar o tempo de sedimentação para eliminar o máximo de água possível. É importante considerar que após a carbonatação o que define o destino do material é uma análise onde se considera o seu tempo de sedimentação em 10 minutos (S10). Esta análise caracteriza especificações importantes do produto acabado.

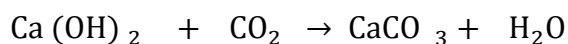
A secagem é a última parte do processo. Após o processo de sedimentação, o material é destinado para o setor de secagem onde deverá ser devidamente seco e empacotado. Neste setor alguns ajustes no material podem ser feitos como o controle de umidade e do volume aparente.

A seguir são descritas as reações nesse processo.

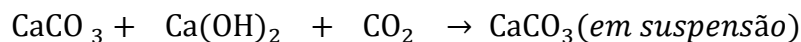
Reatores de hidratação produzindo hidróxido de cálcio (leite de cal):



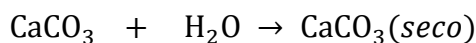
Reatores de carbonatação produzindo o carbonato de cálcio precipitado em suspensão, utilizando os gases (CO<sub>2</sub>) do forno e da caldeira.



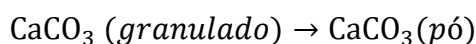
Reatores de neutralização onde completa a carbonatação.



Tambores rotativos secadores (Drum Dryer): o equipamento depende do vapor gerado pela caldeira, onde evapora a água do carbonato em suspensão.



Moinho desaglomerador do carbonato seco.



Ensacadeira - armazena o carbonato de cálcio em sacos de papel multifolhas de 25 Kg.

## **b. Controle da Qualidade do Produto**

A empresa trabalha com três especificações do produto classificando-os em:

- PESADO - (Sem cobertura);
- MÉDIO - (Sem cobertura);
- LEVE - (Com cobertura);

As características mais importantes do carbonato de cálcio precipitado estão relacionadas ao volume aparente, absorção em água, distribuição granulométrica, poder de cobertura e umidade do material.

Os ensaios internos referentes a essas características estão descritos a seguir.

SEDIMENTAÇÃO 10 minutos (S/10).

- Aparelhagem

Proveta graduada 500 ml, areômetro Baumé escala 0 - 10 provetas de escala invertida (0 - 60) e relógio.

- Metodologia

Tomar a amostra utilizada no ensaio de concentração ( $^{\circ}$  Be) e acertar a leitura para  $3^{\circ}$  Be, caso esteja abaixo colocar mais material em suspensão, estando acima, adicionar mais água.

Homogeneizar e transferir para proveta graduada de escala invertida (0 - 60) até transbordar, manter em repouso durante 10 minutos em local onde não haja trepidação e efetuar a leitura.

#### SEDIMENTAÇÃO 120 minutos (S/120)

Utiliza Amostra do Carbonato seco

- Aparelhagem

Proveta graduada de 100 ml, balança semi-analítica e relógio.

- Metodologia

Adicione em proveta já contendo aproximadamente 90 ml de água destilada 10,0 g de amostra.

Homogeneíze e complete o volume para 100 ml.

Homogeneíze e deixe em repouso por 120 minutos em local livre de trepidações e efetuar a leitura.

## UMIDADE

Método Padrão:

- Aparelhagem

Aparelho de medição de teor de Umidade.

- Metodologia

Certificar-se de que o aparelho encontra-se na sua condição ideal para a análise (tempo de 10 minutos; temperatura de 105°C).

- Início (Balança marte)

Tarar a balança de umidade (Botão T) contendo a forma de alumínio e pesar 5g de amostra (podendo variar entre 4,8g a 5,2g), espalhando uniformemente por toda extensão da forma.

Ligar a balança apertando o botão F1 e botão tarar (T).

Esta pesagem pode ser feita em outra balança semi-analítica, desde que obedecidos os mesmos parâmetros para tempo e temperatura.

Aguardar 10 minutos até que a luz do Start comece a piscar, indicando o termino da operação.

Fazer a leitura no visor que está situado na parte frontal do aparelho.

Expressar o resultado em %.

Para fazer uma nova leitura apertar o botão (Z / CNL) duas vezes e proceder conforme o esquema acima.

Método Alternativo:

Este método será aplicado somente quando houver impossibilidade da realização do método padrão.

- Aparelhagem

Estufa 120 °C, forminhas de alumínio, balança semi-analítica

- Metodologia

Pesar 20 g da amostra em forminha de alumínio taradas e anotar o valor (P1).

Secar em estufa a 120 °C por 2 horas.

Retirar a forminha da estufa, e deixar esfriar.

Pesar e anotar o segundo valor (P2).

Cálculo

Umidade (%):  $P1 - P2 (100)$

Peso da Amostra de Carbonato

## VOLUME APARENTE

- Aparelhagem

Proveta de 250 ml com parte inferior forrada com disco de borracha maciça para amortecer a queda da proveta.

Aparelho batedor de volume (desenvolvido na Empresa).

- Metodologia

Pesar 40 g da amostra e transferir para uma proveta sem batê-la e colocá-la no aparelho. Deixar bater por um minuto e quarenta segundos (50 quedas da altura de 1 polegada, com intervalo de 2 segundos entre uma queda e outra) e fazer a leitura.

Expressar o resultado em  $\text{cm}^3/40\text{g}$ .

## PODER DE COBERTURA (padrão)

Este procedimento é utilizado para a determinação do poder de cobertura usando os padrões C1, C2, C3, C4 e C6.

Este método é aplicado para o padrão C3 somente quando houver impossibilidade da realização do método para determinação do poder de cobertura pelo método Renner.

- Aparelhagem

Becker, garra, pincel, placa de mármore ou vidro, balança semi-analítica, cartela padrão para cobertura, extensor (100 micra), estufa.

## Reagentes

Cola branca a base de P.V.A., água destilada.

- Metodologia

### Preparo da Amostra Padrão:

Pesar 10 g de amostra padrão, adicionar 25g de água destilada. Agitar devagar com um ou pincel, até tornar a suspensão homogênea.

Adicionar 2 g de cola e voltar a agitar devagar e com cuidado para evitar a formação de bolhas de ar na suspensão.

Deixar ao lado reservado.

### Preparação da Amostra:

Proceder como no item anterior utilizando a amostra em teste.

### Preparo da Cartela

Identificar na cartela a posição do padrão e a posição da amostra.

Prender com o auxílio de uma garra a cartela em cima da placa de mármore ou vidro.

Colocar quantidade de amostra padrão e amostra a ser analisada suficiente para que os materiais possam cobrir os lados da cartela quando estes forem puxados pelo extensor.

Com auxílio de um extensor, estender as amostras sobre as cartelas da parte superior até a parte inferior.

Colocar a cartela em estufa a  $\pm 150$  °C até a secagem (aproximadamente 1 minuto).

Comparar visualmente na cartela o padrão contra a amostra. Os resultados serão expressos em pior, igual, ou melhor, que o padrão.

Reposição do Padrão.

Antes de terminar o padrão (s) existente(s) +/- 1 kg, preparar um novo padrão.

Utilizar-se da metodologia até que se encontre uma amostra que apresente cobertura igual ao padrão já existente.

Considerar esta amostra como novo padrão de cobertura.

Reservar, se possível, 25 kg e identificar quanto ao lote e código do padrão; se necessário enviar uma amostra deste novo padrão para os respectivos clientes.

Nota: Para usar o padrão C5 utilizar apenas o total de 20 ml de água (na amostra e no padrão) e seguir o procedimento acima.

## ABSORÇÃO EM ÁGUA

- Aparelhagem

Tubo PVC de 1 pol. (diâmetro nominal) e 24 cm de comprimento, com fundo transparente, rolha de borracha maciça, bureta e protetor de borracha.

- Metodologia

Transfira 15,0 g de amostra para um tubo de PVC, com aproximadamente:

14 ml de água destilada se o produto for CARBOVALE;

17 ml de água destilada se o produto for LEVE C;

23 ml de água destilada se o produto for EXTRA LEVE.

Feche o tubo com a rolha de borracha e agite fortemente.

Agite o mesmo até a homogeneização completa.

Adicionar porções de 0.5 ml de água destilada agitando fortemente entre as adições, até umectar totalmente a amostra. O ponto final é obtido quando se inclinando o tubo de boca para baixo, a massa deve fluir lentamente. Anote o volume total de água adicionada. Expressar o resultado em cm<sup>3</sup>/15g.

## UMIDADE

Método Padrão:

- Aparelhagem

Aparelho de medição de teor de Umidade.

- Metodologia

Certificar-se de que o aparelho encontra-se na sua condição ideal para a análise (tempo de 10 minutos; temperatura de 105°C).

Início (Balança marte)

Tarar a balança de umidade (Botão T) contendo a forma de alumínio e pesar 5g de amostra (podendo variar entre 4,8g a 5,2g), espalhando uniformemente por toda extensão da forma.

Ligar a balança apertando o botão F1 e botão tarar (T).

Esta pesagem pode ser feita em outra balança semi-analítica, desde que obedecidos os mesmos parâmetros para tempo e temperatura.

Aguardar 10 minutos até que a luz do Start comece a piscar, indicando o termino da operação.

Fazer a leitura no visor que está situado na parte frontal do aparelho.

Expressar o resultado em %.

Para fazer uma nova leitura apertar o botão (Z / CNL) duas vezes e proceder conforme o esquema acima.

Método Alternativo:

Este método será aplicado somente quando houver impossibilidade da realização do método padrão.

- Aparelhagem

Estufa 120 °C, forminhas de alumínio, balança semi-analítica.

- Metodologia

Pesar 20 g da amostra em forminha de alumínio taradas e anotar o valor (P1).

Secar em estufa a 120 °C por 2 horas.

Retirar a forminha da estufa, e deixar esfriar.

Pesar e anotar o segundo valor (P2).

## Cálculo

Umidade (%):  $P1 - P2 (100)$

Peso da Amostra de Carbonato

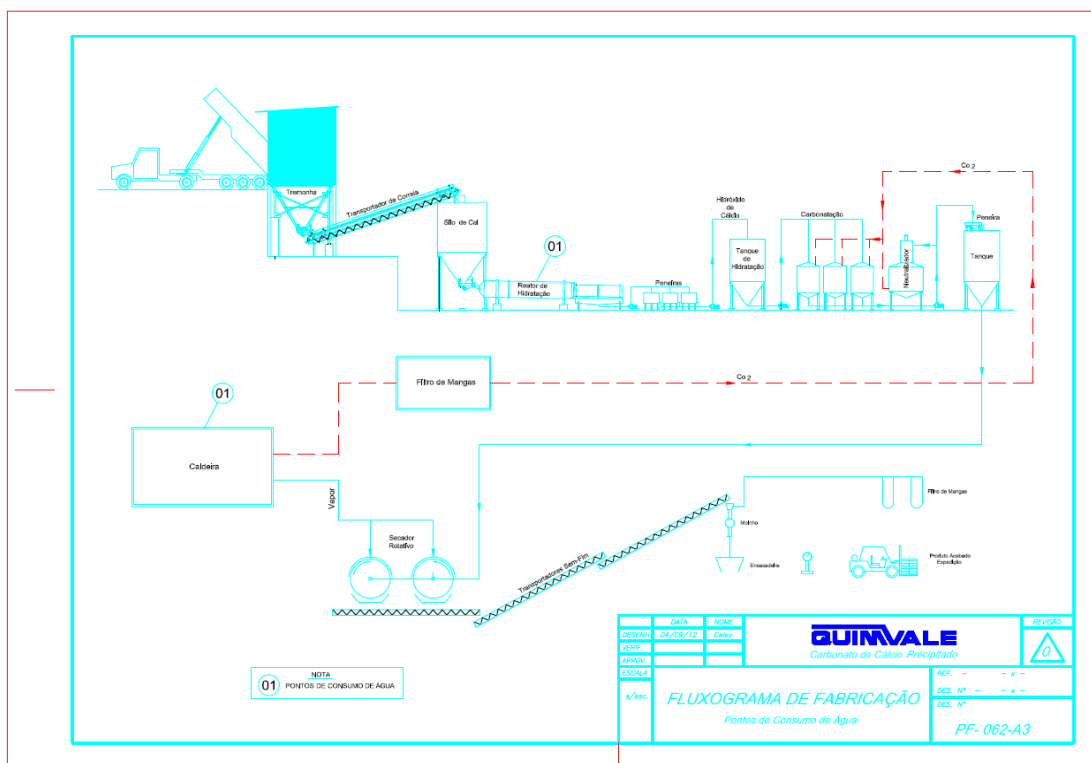


Figura 2 - Fluxograma de Fabricação do Carbonato de Cálcio Precipitado na Quimvale

Fonte: Quimvale

### **3.1.2 Análise**

Uma análise global permite verificar que o ensaio externo é oneroso e de alto *lead time* não se mostrando adequado para monitoramento do processo. Sua aplicação tem caráter de inspeção final que indicará se o produto atende ou não a especificação para o tamanho médio da partícula.

### **3.1.3 Plano de ação**

O plano de ação proposto neste trabalho consiste na análise estatística dos dados disponíveis na Quimvale para verificar uma possível correlação entre o tamanho médio da partícula e pelo menos uma das demais características críticas do produto analisadas internamente e que permitam assegurar a qualidade final do produto durante seu processo de fabricação.

## 4 RESULTADOS

Nesta seção são realizadas as etapas executar e verificar do PDCA.

A empresa disponibilizou as especificações das características críticas dos produtos, conforme Quadro 1.

*Quadro 1 - Especificações das Características Críticas do Carbonato de Cálcio Precipitado*

Produto	Especificações do Carbonato			Especificação do tamanho das partículas do carbonato (D50)
	ABSORÇÃO	VOLUME	SEDIMENTAÇÃO	
EL	23,5 à 28	86 à 105	38 à 60	1,4 à 2,2 micra
LC	17,5 à 21	64 à 74	24 à 38	2,2 à 3,3 micra
CB	10 à 17	48 à 64	14 à 23	3,3 à 4,5 micra

Fonte: Quimvale

Foram levantados dados referentes às características críticas do produto no período de 03/05/2018 a 21/06/2018, conforme Tabela 1.

*Tabela 1 - Dados Históricos das Características Críticas do Carbonato de Cálcio Precipitado*

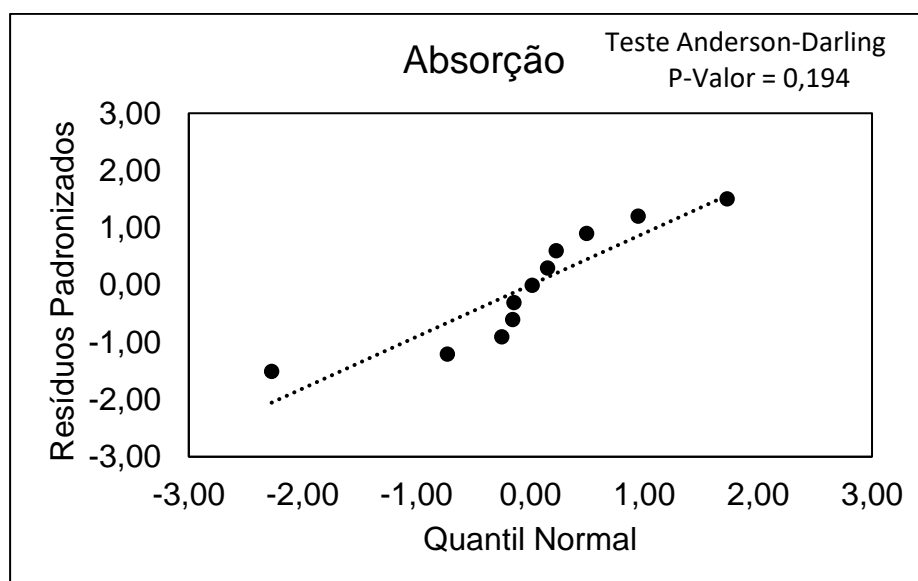
Data	Medições internas			Medições externas			
	Absorção	Sedimentação	Volume	D30	D50	D90	< 1 MICRA
03/05/2018	27,90	51,00	105,00	0,82	1,26	4,45	38,50
05/05/2018	26,07	47,00	100,75	1,01	1,54	5,95	29,40
11/05/2018	24,19	34,00	90,00	1,31	1,71	3,28	19,70
12/05/2018	25,00	38,00	96,00	1,14	1,65	2,93	25,30
21/05/2018	22,13	30,00	78,67	1,82	2,20	3,41	9,00
22/05/2018	23,25	39,50	83,67	1,32	1,81	3,09	20,60
05/06/2018	23,50	33,50	85,00	1,40	1,78	3,00	16,50
15/06/2018	24,38	31,00	86,00	1,50	1,99	4,84	16,50
20/06/2018	23,88	34,00	85,33	1,41	1,83	3,25	16,00
21/06/2018	23,48	35,71	85,00	1,41	1,82	3,07	15,90

Fonte: Quimvale

Para verificar a correlação entre as características críticas da qualidade do carbonato de cálcio precipitado é necessário confirmar que os dados do processo seguem uma distribuição normal.

Para a absorção em água constata-se pelo teste de Anderson – Darling um P-valor de 0,194, conforme Gráfico 1.

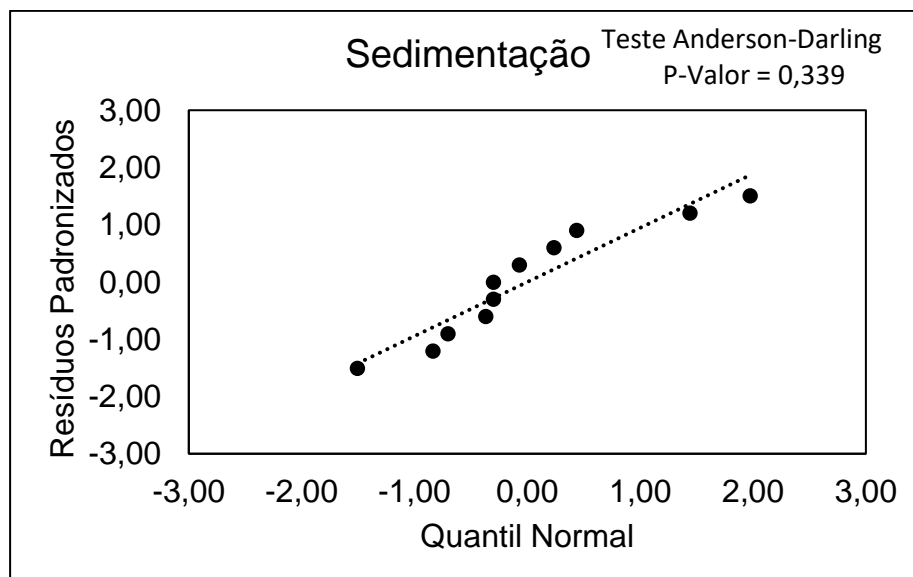
Gráfico 1 - Análise de normalidade para a absorção em água



Fonte: as autoras

Para a sedimentação constata-se pelo teste de Anderson – Darling um P-valor de 0,339, conforme Gráfico 2.

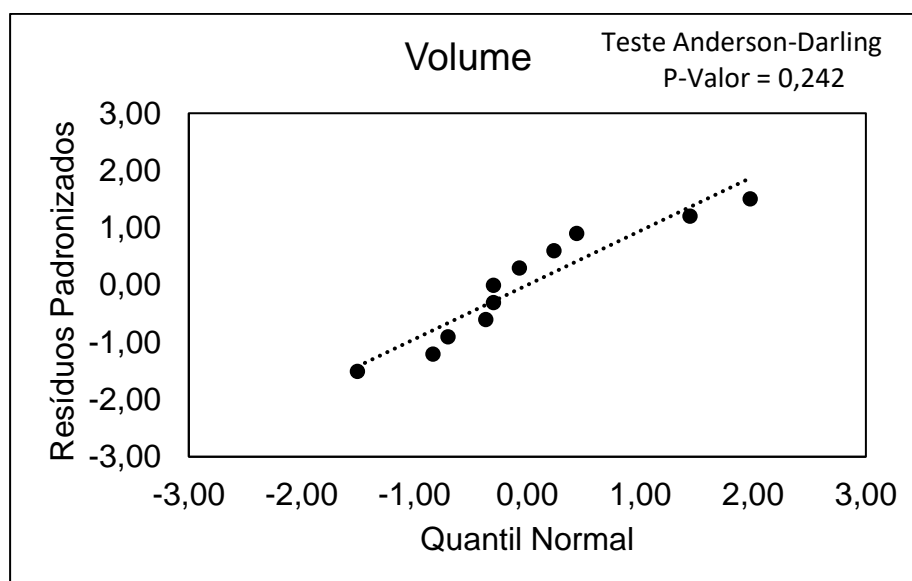
Gráfico 2 - Análise de normalidade para a sedimentação



Fonte: as autoras

Para o volume aparente constata-se pelo teste de Anderson – Darling um P-valor de 0,242, conforme Gráfico 3.

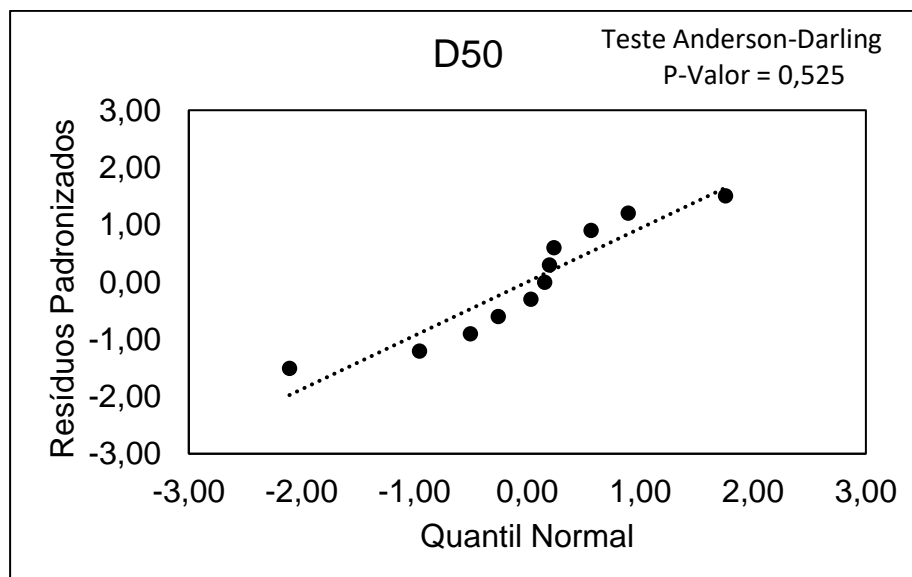
Gráfico 3 - Análise de normalidade para o Volume Aparente



Fonte: as autoras

Para o tamanho médio de partícula D50 constata-se pelo teste de Anderson – Darling um P-valor de 0,525, conforme Gráfico 4.

Gráfico 4 - Análise de normalidade para o D50



Fonte: as autoras

Como os P-valores para as características críticas do carbonato de cálcio precipitado são maiores que o nível de significância do teste de 0,05, há evidência estatística de que essas características seguem a distribuição normal.

Constatada a normalidade dos dados foi verificada a correlação entre o tamanho da partícula D50 com as demais características críticas do produto. A análise de correlação foi realizada utilizando o Excel.

Ao comparar o tamanho da partícula D50 com a absorção em água foram obtidos os dados apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 - Análise da Correlação entre D50 e Absorção em Água

RESUMO DOS RESULTADOS

<i>Estatística de regressão</i>	
R múltiplo	0,9479
R-Quadrado	0,8984
R-quadrado ajustado	0,8871
Erro padrão	0,1661
Observações	11,0000

ANOVA					
	<i>gl</i>	<i>SQ</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>F de significação</i>
Regressão	1,0000	2,1971	2,1971	79,6073	5,12
Resíduo	9,0000	0,2484	0,0276		
Total	10,0000	2,4455			

	<i>Coefficientes</i>	<i>Erro padrão</i>	<i>Stat t</i>	<i>valor-P</i>	<i>95% inferiores</i>	<i>95% superiores</i>
Interseção	6,6439	0,5352	12,4136	0,0000	5,4332	7,8547
Variável X 1	-0,1994	0,0223	-8,9223	0,0000	-0,2500	-0,1489

Fonte: autoras

Ao comparar o tamanho da partícula D50 com a sedimentação foram obtidos os dados apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 - Análise da Correlação entre D50 e Sedimentação

RESUMO DOS RESULTADOS

<i>Estatística de regressão</i>	
R múltiplo	0,8121
R-Quadrado	0,6596
R-quadrado ajustado	0,6218
Erro padrão	0,3041

Observações 11,0000

ANOVA

	<i>gl</i>	<i>SQ</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>F de significação</i>
Regressão	1,0000	1,6130	1,6130	17,4382	5,12
Resíduo	9,0000	0,8325	0,0925		
Total	10,0000	2,4455			

	<i>Coefficientes</i>	<i>Erro padrão</i>	<i>Stat t</i>	<i>valor-P</i>	<i>95% inferiores</i>	<i>95% superiores</i>
Interseção	3,8385	0,4756	8,0702	0,0000	2,7625	4,9145
Variável X 1	-0,0538	0,0129	-4,1759	0,0024	-0,0829	-0,0246

Fonte: autoras

Ao comparar o tamanho da partícula D50 com o volume aparente foram obtidos os dados apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 - Análise da Correlação entre D50 e Volume Aparente

RESUMO DOS RESULTADOS

<i>Estatística de regressão</i>	
R múltiplo	0,9349
R-Quadrado	0,8741
R-quadrado ajustado	0,8601
Erro padrão	0,1850
Observações	11,0000

ANOVA

	<i>gl</i>	<i>SQ</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>F de significação</i>
Regressão	1,0000	2,1376	2,1376	62,4848	5,12
Resíduo	9,0000	0,3079	0,0342		
Total	10,0000	2,4455			

	<i>Coefficientes</i>	<i>Erro padrão</i>	<i>Stat t</i>	<i>valor-P</i>	<i>95% inferiores</i>	<i>95% superiores</i>
Interseção	5,4624	0,4554	11,9943	0,0000	4,4322	6,4927
Variável X 1	-0,0410	0,0052	-7,9047	0,0000	-0,0527	-0,0293

Fonte: autoras

Com base nos dados das tabelas anteriores, ao nível de significância de 0,05, é possível verificar que há forte correlação entre o tamanho da partícula D50 e

a absorção em água e o volume aparente e uma correlação moderada com a sedimentação.

### Equação que relaciona as variáveis resposta e regressora

$$\hat{y} = a + b.x$$

Onde:

$\hat{y}$  - Estimativa D50;

$a$  - Coeficiente interseção;

$b$  - Coeficiente variável;

$x$  - Resultado da análise interna;

### Aplicação

#### Resultado da análise de Sedimentação

<i>Coeficientes</i>	
Interseção	3,8385
Variável X 1	-0,0538

Para  $x = 30$

$x$  - resultado da análise interna

$$TPM = 3,83385 - 0,0538.30$$

Tem-se  $\hat{y} = 2,21$

## 5 CONCLUSÕES

Como foi dito na problemática deste trabalho de conclusão, é possível verificar que o ensaio externo é oneroso e de alto *lead time* não se mostrando adequado para monitoramento do processo. Sua aplicação tem caráter de inspeção final que indicará se o produto atende ou não a especificação para o tamanho médio da partícula.

Sendo assim, com a elaboração dessa pesquisa e utilização das análises estatísticas com o auxílio de ferramentas da qualidade descritas em todo o processo de elaboração deste projeto, o evidencia - se a aplicação de conceitos apresentados no curso de Engenharia de Produção. Os resultados se mostraram satisfatórios e confiáveis permitindo a incorporação dos mesmos ao processo de monitoramento da empresa.

Com os resultados alcançados neste trabalho de conclusão de curso evidencia-se que os ensaios internos são adequados para o monitoramento do processo de fabricação de carbonato de cálcio precipitado assegurando o atendimento de suas especificações. Por outro lado, é importante que a empresa estabeleça em seus procedimentos internos a realização periódica do ensaio de sedimentação 120 minutos externamente como uma atividade de auditoria para validação dos resultados do processo e assegurar que as conclusões obtidas neste trabalho continuam válidas.

Conclui-se que os resultados dos ensaios internos são adequados para o monitoramento do processo de produção do carbonato de cálcio precipitado com redução dos custos de ensaios externos com alto *lead time*.

## 6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Allen, T. Particle size measurement. 5ed., London, Chapman & Hall, Powder sampling and particle size measurement, v.1, 1997.

Cho, H., Yldirim, K. e Austin, L.G. The conversion of sedigraph size distributions to equivalent sub-sieve screen size distributions. Powder Technology, v.95, 1998, p. 109-117.

ISO13320, Particle Size Analysis – Laser Diffraction Methods Part 1: General Principles, ISO Standards Authority, 1999.

Lima, R.M.F. e da Luz, J.A.M. Análise granulométrica por técnicas que se baseiam na sedimentação gravitacional: lei de Stokes. Rev. Escola de Minas, v. 54, n. 2, Ouro Preto, abr/jun., 2001.

Malvern Instruments, Getting Started, Manual MAN 0106, Issue 1.0, 1996a.

\_\_\_\_\_, Sample Dispersion & Refractive Index Guide, Manual MAN 0079, Version 3.0, 1996b.

Massarani, G. Fluidodinâmica em Sistemas Particulados, 2a edição, E-papers, Rio de Janeiro, 2002.

Micromeritics, Sedigraph 5100, Operator`s Manual V1.02, 511-42802-01, 1997.

Micromeritics, Sedigraph III 5120 Micromeritics: Description, features and analysis technique. (Home page), 2006.

Rawle, A. The importance of particle size to the coating industry Part I: Particle size measurement. Advances in colour science and technology, v. 5, n. 1, January, 2002, p. 1-12. 122

Análise Microgranulométrica – Malvern e Sedigraph Santos, H.R., Prado, G.S., Vidal, C.M.S., Moruzzi, R.B. e Campos, J.R. Aplicabilidade das técnicas de determinação de tamanho de partículas em sistemas de tratamento de água e esgoto sanitário. Eng. Sanit. Ambient., v.9, n.4, out/dez, 2004.

Schneider, C.L., Neumann, R. e Souza, A.S. Determination of the distribution of size of irregularly shaped particles from laser diffractometer measurements. *Int. J. Miner. Process.*, v. 82, 2007, p. 30-40.

Webs, P.A. The Perseverance of Sedigraph method in particle sizing. *Micromeritics*, January, 20043

MELLO FILHO, C.H. Estudo de caracterização e aplicação dos resíduos sólidos gerados na fabricação de precipitado de cálcio, como corretivo da acidez do solo. Ouro Preto: REDEMAT/Universidade Federal de Ouro Preto-UFOP, 2005. (Dissertação de Mestrado - Área de Concentração: Caracterização e Seleção de Materiais). [ Links ]

NATALE,W., COUTINHO, E.L.M. Avaliação da eficiência agrônômica de frações granulométricas de um calcário dolomítico. *Revista Brasileira de Ciências do Solo*. Editora Viçosa/MG, n. 18, p. 55-62,1994.

[https://www.google.com.br/search?q=ciclo+pdca&source=lnms&tbn=isch&sa=X&ved=0ahUKEwjeo7b1jKzkAhV8D7kGHeVjDtYQ\\_AUIESgB&biw=1024&bih=576#imgrc=B3dmMWGdCEUJnM](https://www.google.com.br/search?q=ciclo+pdca&source=lnms&tbn=isch&sa=X&ved=0ahUKEwjeo7b1jKzkAhV8D7kGHeVjDtYQ_AUIESgB&biw=1024&bih=576#imgrc=B3dmMWGdCEUJnM):

Administração da Produção, Nigel Slack; Alistair Brandon-Jones; Robert Johnston 2010-2016. Editora Atlas, 8º edição.

Probabilidade e Estatística para engenharia e ciências/Ronald E. Walpole. 8º edição, 2009.