

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**

**Erika Juliano Cunha**

**ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS DA  
CALDEIRA DE RECUPERAÇÃO QUÍMICA NO  
SISTEMA DE ABATE DO MATERIAL  
PARTICULADO DA INDÚSTRIA DE CELULOSE  
& PAPEL**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Produção como requisito parcial à obtenção do título de *Mestre em Engenharia de Produção*

**Orientador:** Prof. João Roberto Ferreira, Dr.

**Itajubá**

**2005**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**

**Erika Juliano Cunha**

**ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS DA  
CALDEIRA DE RECUPERAÇÃO QUÍMICA NO  
SISTEMA DE ABATE DO MATERIAL  
PARTICULADO DA INDÚSTRIA DE CELULOSE  
& PAPEL**

Dissertação aprovada por banca examinadora em 12 de maio de 2005, conferindo ao autor o título de *Mestre em Engenharia de Produção*

**Banca Examinadora:**

Prof. Fernando Augusto Silva Marins, Dr.

Prof. José Leonardo Noronha, Dr.

Prof. João Roberto Ferreira, Dr. (Orientador)

**Itajubá**

**2005**

*Dedico este trabalho à  
minha pequena Maria Clara e  
ao meu marido Netto pela forma simples  
de acreditarem que tudo sempre vai dar certo*

# AGRADECIMENTOS

São sinceros os meus agradecimentos à todos que contribuíram para a execução deste trabalho, em especial à:

NOBRECCEL S.A. Celulose e Papel através,

Dos engenheiros Sr. Roberto Redondo e Sr. Laerte, pela oportunidade oferecida e pela confiança de podermos encontrar nas técnicas estatísticas uma boa direção a seguir.

Da simpática secretária Eliane, pela solicitude e atenção prestadas a cada necessidade.

Dos funcionários do setor de Meio Ambiente, Gilberto e Ivan, pelas informações e suporte durante toda a trajetória percorrida.

Dos líderes da caldeira de recuperação química, Braz e Sidervaldo, que sem a devida experiência profissional seria impossível a identificação das variáveis de processo. Ao supervisor Paulo Vapor pela disponibilidade de seus funcionários.

E como não poderia faltar, dos operadores Jair e Afonso, que pelo amplo conhecimento operacional conduziram, de forma excepcional, as definições e monitoramento dos níveis das variáveis em análise.

CAB – Coleta e Amostragem do Brasil,

Por meio dos funcionários, João e Sergio, que pela experiência e profissionalismo conduziram as medições isocinéticas como se fossem simples medições. Não deixaram transparecer, aos operadores e pesquisador, qualquer tipo de dificuldade ou mesmo desgaste físico provenientes do intenso calor e das longas horas consumidas pelos últimos ensaios.

UNIFEI – Universidade Federal de Itajubá,

Através do meu caro orientador, Prof. Dr. João Roberto Ferreira, pela incessante calma, paciência e incentivo que dispensou desde o início, quando propusemos o tema, até a nervosa espera pela execução do experimento.

*SPEC – Solutions,*

Pela viabilidade de realização e incentivo financeiro, prestados ao longo desses anos, não só no que diz respeito à este trabalho, mas também por todos os outros.

Por fim, ao Prof. Dr. Fernando Augusto Silva Marins, da UNESP – Campus de Guaratinguetá pela solicitude incondicional e à minha irmã Heryane, pela sua constante prontidão em me ajudar sempre que necessário.

# ÍNDICE

Agradecimentos .....	i
Resumo .....	ii
Abstract .....	iii
Lista de figuras .....	iv
Lista de tabelas .....	v
Lista de quadros .....	vi
Lista de siglas .....	vii

Glossário .....	01
-----------------	----

## *Capítulo 1*

1. Introdução .....	12
---------------------	----

## *Capítulo 2*

2. Metodologia do trabalho científico .....	17
2.1 Métodos e técnicas de pesquisa .....	17
2.2 Características da pesquisa .....	19
2.2.1 A empresa estudada .....	20
2.3 As etapas da pesquisa .....	22
2.3.1 Escolha do tema: origem do trabalho .....	23
2.3.2 Revisão de literatura .....	25
2.3.3 Justificativas .....	26
2.3.4 Variáveis .....	27
2.3.5 Formulação do problema .....	28
2.3.6 Enunciado das hipóteses .....	30
2.3.7 Determinação dos objetivos: geral e específicos .....	32
2.3.8 Metodologia .....	33
2.3.9 Coleta de dados .....	34
2.3.10 Tabulação e apresentação dos dados .....	39
2.3.11 Análise e discussão dos resultados .....	39
2.3.12 Conclusão da análise e dos resultados obtidos .....	39
2.3.13 Redação e apresentação do trabalho científico .....	40
2.3.14 Limitações do trabalho .....	40

## *Capítulo 3*

3. A indústria de celulose e papel .....	42
3.1 O processo produtivo da celulose .....	43
3.1.1 Cozimento ou digestão .....	43
3.1.2 Polpação .....	43
3.1.3 Separação, lavagem, depuração e espessamento .....	45
3.1.4 Branqueamento .....	46
3.1.5 Depuração adicional .....	47
3.1.6 Secagem .....	47
3.2 O processo de recuperação química .....	48

3.2.1	Componente balizador do processo: licor negro .....	52
3.2.2	Processo: reações químicas .....	53
3.2.3	Equipamento: caldeira de recuperação química .....	58
3.3	O processo de abate de efluentes gasosos .....	61
3.3.1	Componente balizador: material particulado em suspensão .....	66
3.3.2	Processo: abate de material particulado .....	67
3.3.3	Equipamento: precipitador eletrostático .....	68

#### **Capítulo 4**

4.	Técnicas aplicadas .....	78
4.1	Projeto e análise de experimentos .....	80
4.1.1	Classificação do planejamento experimental .....	86
4.2	Metodologia de superfícies de resposta .....	101

#### **Capítulo 5**

5.	A Pesquisa experimental .....	106
5.1	Experimentos nas indústrias .....	108
5.1.1	Hipóteses estatísticas .....	116
5.1.2	Comprovação das hipóteses estatísticas .....	118
5.2	Plano experimental utilizando superfícies de resposta .....	119

#### **Capítulo 6**

6.	O experimento industrial .....	121
6.1	Etapas predecessoras ao experimento definitivo .....	121
6.2	Preparação do experimento definitivo .....	121
6.2.1	Variáveis preditivas controladas pelo experimento .....	128
6.2.2	Variáveis preditivas não incluídas na matriz .....	128
6.2.3	Matriz experimental .....	130
6.2.4	Procedimento experimental .....	131
6.2.5	Dados coletados .....	131
6.3	Análise do experimento .....	132

#### **Capítulo 7**

7.	Conclusões e recomendações .....	138
7.1	Conclusões .....	138
7.2	Recomendações para trabalhos futuros .....	141
7.3	Referências bibliográficas .....	143
7.4	Bibliografia complementar .....	149

## RESUMO

CUNHA, E. J. (2005). *Análise da influência das variáveis da caldeira de recuperação química no sistema de abate do material particulado da indústria de celulose & papel*. Itajubá: 149p. Dissertação (Mestrado) Engenharia da Produção – Universidade Federal de Itajubá.

*O atual trabalho descreve o planejamento, as fases de execução e os interveios do experimento industrial realizado dentro de uma indústria de celulose e papel, mais precisamente no contexto da recuperação química. São relatados também os procedimentos que antecederam a composição da matriz experimental, formada pelos três fatores de controle (pressão do licor negro, temperatura do licor negro e pressão do ar primário) com dois níveis cada. Foram utilizados center points e star points faceados. A taxa de emissão de material particulado foi definida como variável resposta a ser estudada. Seus valores foram obtidos via medição isocinética para os 20 ensaios compreendidos pela pesquisa experimental e tanto o planejamento quanto os resultados foram gerados pelo software MINITAB versão 13, utilizando-se o Planejamento e Análise de Experimentos, comumente conhecido no meio científico-acadêmico como DOE (Design of Experiments) e a Metodologia de Superfícies de Resposta – SRM (Surface Response Methodology), como técnicas estatísticas de análise. Os resultados da análise não apresentaram  $R^2$  e  $R^2$  ajustado abaixo de um para alcance da aderência esperada. Apesar da impossibilidade de melhoria e otimização processual, a pesquisa realizada cumpriu com boa parte dos objetivos específicos e de certa forma com o propósito estipulado pelo objetivo geral. Representou grande contribuição à equipe funcional e também ao meio acadêmico na forma de pesquisa inédita realizada para a caldeira de recuperação química Stein ET Roubaix Espanhola e precipitador eletrostático Fläkt tipo FAC-2828-6070-3.*

**Palavras chave:** DOE, SRM, caldeiras de recuperação, precipitadores eletrostáticos.

## ABSTRACT

CUNHA, E. J. (2005). *The influence of chemical recovery boilers variables on the electrostatic precipitator of cellulose and paper industry*. Itajubá: 149p. Dissertação (Mestrado) Engenharia da Produção – Universidade Federal de Itajubá.

*This research describes the planning, the phases of execution and the troubles of the industrial experiment carried out for cellulose and paper industry. It was focused on the context of the chemical recovery. The experimental matrix was formed using three factors of control: pressure and temperature of the black liquor and pressure of primary air with two levels each, center points and faced star points. The emission tax of particulate material was defined as response variable for the experimental research and its value had been gotten using isocinetic measurement. The planning and the results had been generated by software MINITAB v.13, using the Planning and Analysis of Experiments - DOE and also the Surface Response Methodology - SRM, as statistical technology of analysis. The mathematic model didn't reach the expected adherence but the research provided the possibility of improvement and procedural optimization. It fulfilled the specific objectives and part of general objective. The functional workgroup and academic staff added had improved their skill by the unknown research carried through for the boiler of chemical recovery Stein ET Spanish Roubaix and precipitator electrostatic Fläkt type FAC-2828-6070-3.*

*Keywords: DOE, SRM, Recovery Boilers, Electrostatic Precipitator.*

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 2.1** – Proposta gráfica para estruturação das principais etapas da pesquisa
- Figura 2.2** – Coletor isocinético de poluentes atmosféricos para dutos e chaminés
- Figura 3.1** – Processo de fabricação da celulose
- Figura 3.2** – Ciclo de recuperação química
- Figura 3.3** – Fornalha da caldeira de recuperação e das regiões onde ocorrem as diferentes transformações físico-químicas do licor negro
- Figura 3.4** – Esquema simplificado de uma caldeira de recuperação sem ar terciário
- Figura 3.5** – Croqui da caldeira de recuperação química
- Figura 3.6** – Corte e vista do precipitador eletrostático
- Figura 3.7** – Vista do precipitador eletrostático acoplado à chaminé e CRQ ao fundo
- Figura 3.8** – Esquema simplificado do precipitador eletrostático
- Figura 3.9** – Identificação das partes de um precipitador eletrostático
- Figura 3.10** – Vista simplificada de um sistema de descarga
- Figura 3.11** – Vista simplificada de um sistema coletor
- Figura 3.12** – O campo circulando num eletrodo de descarga
- Figura 4.1** – Modelo geral de um sistema de transformação
- Figura 4.2** – Gráfico de efeitos principais planejamento fatorial  $2^k$
- Figura 4.3** – Gráficos de efeitos de interação
- Figura 4.4** – Regiões de rejeição e não-rejeição para uma distribuição F
- Figura 4.5** – Superfície de resposta e gráfico de contornos
- Figura 4.6** – Esquemática da problemática de determinação do ótimo
- Figura 4.7** – Superfície de resposta de primeira ordem e o caminho da inclinação ascendente
- Figura 5.1** – Regra de decisão das hipóteses estatísticas

**Figura 6.1** – Gráfico normal referente aos resíduos existentes

**Figura 6.2** – Histograma residual

**Figura 6.3** – Gráfico da probabilidade normal dos resíduos com relação ao MP

**Figura 6.4** – Avaliação da aderência e valores residuais

**Figura 6.5** – Gráfico de contorno do MP considerando PAP = 60,0

**Figura 6.6** – Gráfico de contorno do MP considerando TLN = 118,0

**Figura 6.7** – Gráfico de contorno do MP considerando PLN = 1,3

**Figura 6.8** – Superfície apresentada para MP considerando PAP = 60,0

## **LISTA DE QUADROS**

**Quadro 2.1** – Relação das variáveis preditivas abordadas pela pesquisa

**Quadro 2.2** – Relação das variáveis espúrias pertencentes à pesquisa

**Quadro 2.3** – Determinações e normas necessárias à realização do experimento

**Quadro 2.4** – Relação de equipamentos calibrados por meio de normas da CETESB

**Quadro 2.5** – Distribuição das coletas nos dias, horários e seqüência de execução

**Quadro 4.1** – Classificação dos planejamentos experimentais – SRM

**Quadro 4.2** – Classificação dos planejamentos experimentais – DOE

**Quadro 4.3** – Identificação das características de cada ferramenta

**Quadro 4.4** – ANOVA de um experimento fatorial com dois fatores

**Quadro 4.4** – Análise da variância para um experimento  $2^k$

## LISTA DE TABELAS

**Tabela 3.1** – Composição orgânica do licor negro

**Tabela 3.2** – Características do licor negro de eucalipto

**Tabela 3.3** – Padrões de qualidade do ar estipulado pela USEPA

**Tabela 3.4** – Padrões nacionais de qualidade do ar – resolução do CONAMA

**Tabela 4.1** – Matriz de planejamento do experimento fatorial  $2^3$

**Tabela 4.2** – Relação das variáveis naturais e codificadas do exemplo mostrado

**Tabela 5.1** – Valores utilizados para realização do experimento

**Tabela 5.2** – Valores utilizados para realização do experimento

**Tabela 5.3** – Matriz experimental elaborada a partir da técnica da SRM

**Tabela 5.4** – Obtenção dos valores das variáveis resposta por meio da coleta + exame

**Tabela 6.1** – Variáveis coletadas na saída do PE

**Tabela 6.2** – Variáveis coletadas na entrada da CRQ

**Tabela 6.3** – Regressão linear múltipla realizada pelo *software* MINITAB versão 13

**Tabela 6.4** – Análise da variância para regressão linear realizada

**Tabela 6.5** – Relação das variáveis aplicadas ao experimento de 32 ensaios.

**Tabela 6.6** – Matriz experimental planejada para seis variáveis

**Tabela 6.7** – Valores obtidos a partir da especificação técnica do equipamento

**Tabela 6.8** – Valores utilizados pela operação diária

**Tabela 6.9** – Valores, mín e máx, das variáveis controladas pelo experimento

**Tabela 6.10** – Valores das variáveis não inclusas na matriz experimental

**Tabela 6.11** – Matriz experimental elaborada a partir da técnica da SRM

**Tabela 6.12** – Desenho fatorial adotado para a realização do experimento

**Tabela 6.13** – Valores obtidos por meio de coleta + exame para a variável resposta

**Tabela 6.14** – Apresentação dos coeficientes de regressão para material particulado

**Tabela 6.15** – ANOVA do material particulado

## LISTA DE SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ANOVA	<i>Analysis of Variance</i>
BS	<i>British Smoke</i>
CETESB	Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental
CTMP	<i>Chemo Thermo Mechanical Pulp</i>
CONAMA	Conselho Nacional do Meio Ambiente
CRQ	Caldeira de Recuperação Química
DOE	<i>Design of Experiments</i>
EPA	<i>Environmental Protection Agency</i>
FEEMA	Fundação Estadual de Engenharia do Meio Ambiente
LN	Licor Negro
MP	Material Particulado
MPS	Material Particulado em Suspensão
NAAQS	<i>National Ambient Air Quality Standard</i>
NSSC	<i>Neutral Sulphite Semi Chemical</i>
PTS	Partículas Totais em Suspensão
SAS	<i>Statistical Analyses System</i>
SRM	<i>Surface Response Methodology</i>
SS ou %SS	Sólido Seco ou Percentual de Sólido Seco
TMP	<i>Thermo Mechanical Pulp</i>
TRS	<i>Total Reduced Sulfur</i>
TSP	<i>Total Suspended Particulate</i>

## GLOSSÁRIO

No tangente ao processo produtivo, alguns autores, (NOBRECEL, 1998; CELULOSE *online*, 2005; CAVACOS, 2004), esclarecem que:

**Água branca** ou **água de recuperação**: é a água recolhida do poço da tela e do rolo de sucção da mesa plana da máquina *fourdrinier*, ou das formas redondas na máquina de formas, que contém fibras e materiais sólidos em suspensão. Esta água é usada em vários pontos, como para diluir a matéria-prima nova nos desagregadores, indo o excesso para a instalação de recuperação de fibras.

**Água recuperada**: é a água branca depois de passar pela instalação de recuperação de fibras, onde foi retirada a quase totalidade das fibras e materiais sólidos em suspensão, e que é reutilizada em vários pontos, tais como chuveiros da mesa plana.

**Água oxigenada**: é o nome vulgar do peróxido de hidrogênio.

**Álcali ativo**: no processo soda é apenas o NaOH e no processo sulfato a soma de NaOH + Na<sub>2</sub>S, geralmente expressos em termos de Na<sub>2</sub>O.

**Álcali total**: no processo soda é a soma de NaOH + Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + Na<sub>2</sub>S + NaSO<sub>4</sub>, geralmente expressos em termos de Na<sub>2</sub>O.

**Bambu**: é uma gramínea, nativa em algumas regiões do país, que chamou a atenção dos fabricantes de celulose e papel pelo seu rápido crescimento e pelas boas características de suas fibras em algumas espécies. Tem sido usado com bastante sucesso em instalações industriais que empregam o processo soda, para obtenção de celulose branqueada e não branqueada.

**Bagaço de cana**: é o resíduo fibroso da moagem da cana-de-açúcar e extração do caldo. Por ser um material residual abundante em várias regiões do país, embora de fibra curta e baixo rendimento, tem sido utilizado em larga escala sobretudo para obtenção de celulose semi-química pelo processo soda, com aplicação principal no papel miolo para papelão ondulado. Pelo processo soda-cloro, tem sido também fabricada celulose branqueada, para aplicação em papéis de escrever e imprimir.

**Blow-tank, blow-pit** ou **tanque de descarga**: é o tanque usado para receber, sob pressão, a descarga dos cozinhadores. Consta essencialmente de um corpo cilíndrico de fundo cônico, construído em chapa de aço, com um agitador vertical no fundo e saída de vapor e gases na

parte superior. Na parte cilíndrica inferior é injetada água de diluição para permitir a extração da massa por meio de bomba. No processo sulfito, são muito usados os *blow pits*, que são tanques com o fundo perfurado, geralmente de madeira, onde depois da carga é feita a lavagem por difusão.

**Boiler:** consiste em um balão inferior (água) e um balão superior (vapor) ligados por tubos verticais.

**Branqueabilidade:** é o termo usado para descrever a maior ou menor facilidade de branqueamento de uma celulose depois da operação de cozimento. É determinado pelo número de cloro ou pelo número de permanganato.

**Cal:** 1) é a quantidade de calor que se necessita para aumentar a temperatura de 1 grama (g) de uma determinada substância (água por exemplo) em 1° C. No caso da água, para aumentar 1° C, a temperatura de 1 g é necessário fornecer 1 caloria, então o calor específico da água é 1 cal/g °C . Para o alumínio é de 0,212 cal/g °C, sendo o seu calor específico menor do que da água. 2) o mesmo que óxido de cálcio, é usado na caustificação da lixívia verde (carbonato de sódio) nos sistemas de recuperação dos produtos químicos dos processos alcalinos. É comprado dos fornecedores que o extraem por calcinação do carbonato de cálcio mineral, ou é proveniente da recuperação da lama de cal em forno de cal. No processo sulfito é empregada na torre de absorção para absorver o dióxido de enxofre (SO<sub>2</sub>) e formar o sulfito ácido de cálcio que é o licor de cozimento.

**Calor:** é uma forma de energia que faz com que as substâncias fiquem mais quentes e, quanto mais estiverem aquecidas, maiores serão as suas temperaturas. O calor é medido em calorias (cal).

**Celulose (1):** é um carboidrato de alto peso molecular, principal material sólido constituído da madeira e certos vegetais fibrosos (2). Sob o ponto de vista da indústria de celulose e papel, é o que resta depois de que grandes quantidades de lignina e outros carboidratos que não celulose, foram removidos por operações de cozimento e sucessivamente branqueamento.

**Celulose alfa:** 1) é o tipo usado para designar a porção da celulose que é insolúvel em uma solução de hidróxido de sódio a 17,5%, a temperatura de 20°C, em condições determinadas. Representa teor verdadeiro de celulose pura do material. 2) As celulosas que contêm um alto teor de alfa-celulose, são chamadas comercialmente em nosso país celulose-alfa, *dissolving pulp* ou celulose para *rayon* e são usadas na fabricação de celulose, como acetato, nitrato etc.

Geralmente são fabricadas partindo da madeira ou linter de algodão, especificamente para estes fins.

**Celulose beta:** é o termo usado para designar a porção da celulose que é solúvel em uma solução de hidróxido de sódio a 17.5%, a temperatura de 20°C, precipitando quando a solução é acidificada. Além da celulose, inclui quase sempre uma certa quantidade de hemicelulose e celulose degradada.

**Celulose cross e bevan:** é nome que se dá ao teor de holocelulose do material determinado pelo método *Cross* e *Bevan*. Consiste essencialmente em tratar o material em estado com cloro gás durante três a quatro minutos, depois que o material é lavado com água, SO<sub>2</sub> e uma solução de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a 2% para a remoção de toda a lignina.

**Celulose de fibra curta:** é a celulose obtida de vegetais, cujo comprimento de fibra está em média entre um e dois milímetros. Nesta classe estão as madeiras duras ou folhudas, das quais em nosso país, o eucalipto é a mais usada, e as palhas e resíduos agrícolas, dos quais o bagaço de cana é o mais usado.

**Celulose de fibra longa:** a celulose obtida de vegetais, cujo comprimento de fibra é, em média, maior que três milímetros. As madeiras coníferas estão nesta classe, com comprimento de fibra por volta de 5 ou 6 milímetros, e as fibras têxteis, tais como, algodão, linho, sisal, caroá e rami, que ultrapassam a um centímetro. Das madeiras de fibra longa, a mais usada no país é o pinheiro do Paraná.

**Celulose dura:** é a celulose que se apresenta com refinação demorada e difícil.

**Celulose mole ou macia:** é a celulose que refina, rapidamente, com relativa facilidade. São fabricadas especificamente para papéis que necessitam de elevado grau de refinação.

**Clarificador:** é o tipo de decantador usado nos sistemas de caustificação, onde a lama de cal é retirada da lixívia branca, antes desta ser dada como pronta para sua reutilização no cozimento, nos processos alcalinos. A lixívia verde também é clarificada para a retirada de impurezas, nocivas principalmente quando a celulose é branqueada.

**Cloro:** gás obtido da eletrólise do cloreto de sódio ou sal de cozinha, usado no primeiro estágio da seqüência de branqueamento da celulose.

**Comburente:** é o elemento que reage com o combustível na reação de combustão. O oxigênio presente no ar é o comburente utilizado nas reações de combustão industrial.

**Combustível:** é definido como sendo a substância capaz de produzir economicamente calor por meio de reação química ou nuclear. Industrialmente os combustíveis são substâncias que reagem com o oxigênio do ar, produzindo calor e conseqüentemente luz. Os combustíveis podem possuir maior ou menor capacidade de produzir calor, portanto cada combustível possui um poder calorífico, que é medido queimando 1 kg (um quilo) de combustível e medindo o quanto de calor foi produzido. O poder calorífico é expresso em kcal/kg para combustíveis sólidos e kcal/m<sup>3</sup> para combustíveis gasosos. Nos casos de caldeiras de recuperação, os óleos do tipo 3A e 7A são os mais comumente utilizados como combustíveis necessários ao *start* (inicialização) da caldeira ou mesmo manutenção de calor interno.

**Combustão:** é uma reação química de um combustível com o oxigênio, que resulta em chama luminosa com grande liberação de calor.

**Condensação:** é considerado um processo inverso ao da formação do vapor, pois, transforma a água do estado gasoso para o estado líquido. Isto ocorre quando o vapor encontra uma superfície mais fria e cede parte de seu calor a esta superfície.

**Cozinhador, digestor ou autoclave:** são aparelhos apropriados para o cozimento da celulose, onde se coloca o material a ser cozido e os produtos químicos, aplicando-se pressão e temperatura. Podem ser de aquecimento direto ou indireto e estacionários ou rotativos. Modernamente são empregados os cozinhadores contínuos.

**Cozinhador contínuo:** é aquele em que o material fibroso é alimentado continuamente por um alimentador especial, e extraído pela outra extremidade por meio de uma válvula extratora. Modernamente são empregados para grandes instalações de cozimento de madeira, os cozinhadores verticais de grande porte.

**Cozinhador de aquecimento direto:** é o cozinhador onde o aquecimento com vapor é feito diretamente dentro da autoclave.

**Cozinhador de aquecimento indireto:** é o cozinhador onde o aquecimento é feito fora da autoclave, isto é, o licor de cozimento é extraído pelo fundo, aquecido em um permutador de calor e injetado quente novamente para dentro da autoclave.

**Cozinhador estacionário:** é o cozinhador fixo não rotativo. Normalmente os cozinhadores usados para madeira são verticais, cilíndricos e estacionários.

**Cozinhador rotativo:** são os cozinhadores providos de rotação, normalmente esféricos ou cilíndricos horizontais, muito usados para fibras têxteis, palhas e resíduos agrícolas.

**Curvas de moagem:** é o nome que se dá ao conjunto de curvas representadas pelas várias características das folhas formadas com a celulose refinada progressivamente em função do tempo de refinação. Geralmente representa-se em função deste tempo de refinação, além do grau de refinação, as resistências físicas, tração, estouro, rasgo, duplas dobras, espessura e opacidade.

**Economizador:** consiste em uma entrada inferior e uma saída superior, ligados por uma barreira de tubos. A água de alimentação da caldeira entra pela parte inferior e sai pela parte superior, alimentando diretamente o balão superior da caldeira. Isto, após a água obter um aquecimento devido aos gases que passam através dos tubos do economizador.

**Evaporador de cascata:** é um evaporador do tipo contato direto, no qual o licor negro recobre superficialmente tubos metálicos que giram através de uma corrente de gases quentes da combustão, para evaporar a água contida no licor.

**Evaporador de múltiplo efeito:** é o equipamento usado para evaporar água da lixívia negra proveniente da lavagem, permitindo sua queima posterior na caldeira de recuperação. Constam geralmente de até seis unidades interligadas, verticais, de longos tubos retos nas quais a lixívia passa internamente nos tubos em contra-corrente com o vapor obtido no efeito anterior. No último efeito aplica-se vácuo. Normalmente a concentração final obtida nos evaporadores de múltiplo efeito é de 50 a 55% de sólidos.

**Fardo:** é a unidade em que são embaladas as matérias-primas fibrosas, a celulose e pasta mecânica, para possibilitar seu manuseio e transporte.

**Fibra:** é a célula unitária do crescimento vegetal, de formato cilíndrico e afinado nas extremidades. É também a unidade da celulose usada para fabricação de papel.

**Flash-drying:** é o processo desenvolvido modernamente para secar a celulose. Depois de prensada mecanicamente até uma consistência de 45 a 50%, é desfibrada e atravessada por correntes de gases quentes em um ou mais estágios, sendo finalmente prensada. A evaporação da água das fibras é função da área exposta, temperatura diferencial entre o gás e as fibras, velocidade do gás, pressão e coeficiente de transferência de calor da película.

**Fornalha vertical:** é a fornalha completamente resfriada por água através de um arranjo de tubos de água de circulação da caldeira associada.

**Instrumentação e controle:** são os itens requeridos para que a caldeira de recuperação possa operar com segurança e eficiência, pois requer precisão na operação.

**Licor branco ou lixívia branca:** é o nome dado ao licor resultante da caustificação do licor verde, e usado nos digestores para o cozimento.

**Licor negro ou lixívia negra:** é o licor recuperado da lavagem depois do cozimento. Geralmente é separado das fibras nos filtros da lavagem rotativos. Possui parte orgânica queimada na fornalha e parte inorgânica a ser recuperada por processo químico.

**Licor verde ou lixívia verde:** é o nome dado ao licor do processo sulfato, resultante da diluição em água dos produtos recuperados na caldeira de recuperação, antes de serem caustificados.

**Lignina:** é a parte da composição do vegetal, que não é um carboidrato, usualmente determinada como resíduo deixado pela hidrólise com um ácido forte do material vegetal, depois que outros extratos tais como ceras, resinas, tanino etc., foram removidos. É um material amorfo, de alto peso molecular, predominantemente aromático. As coníferas de um modo geral, apresentam um teor de lignina de 26 a 34%, enquanto que as madeiras duras geralmente têm de 16 a 24%. A lignina é fortemente removida no processo de cozimento, ao passo que na fabricação de pasta mecânica ela permanece intacta. Pelas sequências de branqueamento, ela é descolorida ou quase totalmente removida para tornar a celulose o mais alva possível.

**Massa ou polpa:** é o nome genérico que se dá ao material fibroso em suspensão durante o processo de fabricação de celulose e polpa.

**Massa cozida, crua ou escura:** é a massa depois do cozimento, que ainda não foi branqueada.

**Massa depurada:** é a massa depois de passar pelos depuradores rotativos.

**Massa dura ou massa grossa:** é a massa em alta concentração.

**Massa lavada:** é a massa depois de passar pela lavagem.

**Massa mole, diluída ou rala:** é a massa em baixa concentração.

**Massa pronta:** é a massa depois de todas as operações de fabricação de celulose, pronta para ser bombeada para a máquina de secar ou para a fabricação de papel.

**Material particulado em suspensão:** é o termo genérico para uma grande classe de substâncias químicas existentes na atmosfera na forma de partículas. Fisicamente apresentam-se como partículas sólidas ou líquidas e sob uma extensa gama de tamanhos.

**Peso da celulose:** geralmente considera-se para a celulose, seu peso seco absoluto e seu peso seco ao ar. Comercialmente, por convenção internacional, a celulose é sempre vendida por seu peso seco ao ar.

**Peso seco absoluto:** é o peso da celulose descontada sua umidade total.

**Peso seco ao ar:** por convenção é o peso da celulose na relação 90 - 100 de umidade. É o peso pelo qual a celulose é internacionalmente comercializada.

**pH:** é o inverso do logaritmo na base dez da concentração de íons de hidrogênio existentes em uma solução aquosa. Exprime a acidez quando menor que sete, a alcalinidade se maior que sete, ou a neutralidade da solução se igual a sete. Sua medida pode ser feita colorimetricamente por meio de indicadores adequados ou com potenciômetros especiais para o fim. Na fabricação do papel tem especial importância para a precipitação da cola sobre as fibras, para o tingimento, e no produto final, principalmente nos papéis de impressão.

**Precipitador eletrostático:** é o equipamento responsável por remover as partículas da fumaça e poeira dos gases, submetendo-as a um forte campo eletrostático, responsável por carregar eletricamente as partículas, fazendo-as migrar para um eletrodo coletor de carga contrária onde elas aderem. Este eletrodo é vibrado mecanicamente, fazendo com que as partículas sejam soltas em um depósito, para retorno posterior ao circuito do licor negro.

**Pressão absoluta:** é a soma da pressão efetiva mais a pressão atmosférica. Também é medida em  $\text{kg/cm}^2$ .

**Pressão atmosférica:** é a pressão que a atmosfera exerce em todas as direções. Essa pressão é de  $1 \text{ kg/cm}^2$ .

**Pressão manométrica ou efetiva:** é a pressão exercida sobre a pressão atmosférica. É a pressão marcada nos manômetros das caldeiras. Também é medida em  $\text{kg/cm}^2$ .

**Queimadores auxiliares de combustível:** são dispositivos utilizados para queimar óleo ou gás para inicialização da operação da caldeira, paradas, fornecimento de calor localizado e também para geração de vapor adicional.

**Slaker:** é o apagador contínuo da cal, onde também é adicionada a lixívia verde para ser caustificada.

**Sisal:** é o vegetal nativo do nordeste do país, cujas fibras são usadas na indústria têxtil local ou para exportação. As fibras de qualidade inferior (buchas do campo) são empregadas em

escala industrial para fabricação de celulose soda de alta resistência, principalmente em indústrias locais.

**Soda:** é o mesmo que hidróxido de sódio. Álcali obtido da eletrólise do cloreto de sódio ou sal de cozinha, usado no cozimento dos processos alcalinos, isto é, no processo soda e sulfato.

**Sopradores de fuligem:** são equipamentos que através de vapor procuram manter limpa a superfície dos tubos da caldeira, super aquecedores e economizador.

**Sulfato de sódio:** é o produto residual das fábricas de *rayon*. Na caldeira de recuperação é usado para recompor as perdas no processo sulfato, que tem este nome por sua causa. Na é reduzido em presença do carbono, formando o sulfeto de sódio e despreendendo gás carbônico.

**Sulfeto de sódio:** é o produto formado na caldeira de recuperação do processo sulfato, pela redução em presença do carbono do sulfato de sódio. Forma com o hidróxido de sódio a lixívia branca ou licor de cozimento do processo sulfato.

**Sulfidez:** no processo sulfato é a relação entre sulfeto de sódio e a soma de sulfeto de sódio e hidróxido de sódio.

**Super aquecedores:** são feixes de tubos colocados dentro da fornalha, que aproveitando o calor dos gases, transformam o vapor saturado de saída do balão superior em vapor super aquecido.

**Temperatura:** é a medida de quanto a mais ou a menos um corpo está quente em relação ao outro, porém, não fornece a quantidade de calor existente no corpo.

**TRS:** são compostos gasosos de enxofre não oxidados, que na linguagem usual do setor produtivo é denominado TRS (*Total Reduced Sulfur*) e se origina do licor preto gerado no processo de cozimento e lavagem da celulose, bem como na concentração e queima do mesmo. O TRS é constituído de uma mistura de gases formada principalmente de sulfeto de hidrogênio, metil mercaptana, dimetil sulfeto e dimetil dissulfeto.

**Turbina a vapor:** é uma máquina que utiliza a energia térmica do vapor para gerar trabalho mecânico, acionando o gerador responsável pela produção de eletricidade. O vapor também pode ser utilizado para o acionamento de bombas de água para a caldeira.

**Umidade da celulose:** é a diferença entre o peso da amostra considerada e o peso da mesma amostra seca em estufa até peso constante, em condições específicas, segundo método de amostragem e precisão. Comercialmente ela é usada para calcular o peso seco ao ar e o peso seco absoluto.

**Vapor:** ocorre quando a água recebe calor, passando de um estado físico para outro, isto é, do estado líquido para o estado gasoso, ocorrendo vaporização da água.

**Vapor saturado:** é aquele que quando formado na caldeira, arrasta consigo partículas de água. É o vapor úmido, usado geralmente em aquecimento, onde as partículas de água que o acompanham, não prejudicam seu uso.

**Vapor super aquecido:** originado do vapor saturado, pela introdução de mais calor ao vapor, eliminando sua umidade. Geralmente este vapor é utilizado para a geração de energia em turbinas, onde ocorre a necessidade da eliminação da umidade, pois as partículas de água danificam a turbina.

**Viscosidade:** é a propriedade da celulose expressa pela medida da viscosidade de uma solução da mesma em um solvente adequado em condições específicas. A viscosidade está diretamente ligada ao grau de polimerização das moléculas de celulose, portanto, à resistência física das fibras.

**Wet machine ou máquina de secar celulose:** é a máquina usada para, partindo de uma suspensão de fibras, secar a celulose em folha ou rolos que permitam seu manuseio, transporte e secagem. Podem ser do tipo máquinas de formas redondas ou máquina *fourdrinier*. Em instalações pequenas são usadas as máquinas chamadas prensa-pasta, ou máquina de papelão. Apresentam as mesmas características de uma máquina de papel, porém dada a baixa velocidade e alto peso da folha, são mais rústicas que aquelas. A secagem pode ser feita em secadores convencionais ou em estufas de secagem com insuflação de ar quente. Modernamente são usadas as instalações de *flash-drying* para secar celulose.

Já quanto aos procedimentos experimentais, Werkema e Aguiar (1996); Numa (2002); Galdámez (2002); Montgomery (1991), apresentam que:

**Aleatorização:** é o processo de definição da ordem dos tratamentos da matriz experimental, através de sorteios ou por limitações específicas dos testes. Esse conceito também se refere ao processo de alocação do material e equipamento às diferentes condições de experimentação. A aleatorização dos experimentos é realizada para balancear os efeitos produzidos pelos fatores não controláveis nas respostas analisadas e para se atender aos requisitos dos métodos estatísticos, os quais exigem que os componentes do erro experimental sejam variáveis aleatórias independentes.

**Blocos:** são agrupamentos de dados utilizados para eliminar fontes de variabilidade que não são de interesse do expectador. É a técnica utilizada para controlar e avaliar a variabilidade

produzida pelos fatores perturbadores (controláveis ou não-controláveis) dos experimentos. Com esta técnica procura-se criar um experimento (grupo ou unidades experimentais balanceadas) mais homogêneo e aumentar a precisão das respostas que são analisadas.

**Efeito principal:** é a diferença média observada na resposta quando se muda o nível do fator de controle investigado.

**Efeito de interação:** é a metade da diferença entre os efeitos principais de um fator nos níveis de outro fator.

**Ensaio:** é cada realização do experimento em uma determinada condição de interesse (tratamento), isto é, um ensaio corresponde à aplicação de um tratamento a uma unidade experimental.

**Fatores de controle:** são os tipos distintos de condições manipuladas nas unidades experimentais, ou seja, são as variáveis alteradas deliberadamente e que exercem influência sobre a variável resposta que está sendo estudada no experimento. O objetivo principal de introduzir estímulos nos fatores de controle é avaliar o efeito produzido nas variáveis de resposta e, com isso, poder determinar os principais fatores do processo. Os fatores de controle podem ser divididos em quantitativos (pressão, temperatura, vazão etc) e qualitativos (ruim, bom, favorável, satisfatório etc). Nos experimentos, os fatores podem ser representados por números arábicos (1, 2, 3...) ou por letras (A, B, C...).

**Fatores de ruídos:** são os fatores conhecidos ou não, que influenciam as variáveis de resposta do experimento. Cuidados especiais devem ser tomados na hora de realizar os testes com esses fatores, pois, é importante evitar que os efeitos produzidos por estes fatores de controle, fiquem misturados ou mascarados com os efeitos provocados pelos fatores de ruído.

**Matriz de experimentos:** é o plano formal construído para conduzir os experimentos. Nesta matriz são incluídos os fatores de controle, os níveis e tratamentos do experimento.

**Níveis de um fator:** são as condições de operação dos fatores de controle investigados nos experimentos. Os níveis são identificados por nível baixo (-1) e nível alto (+1). É comum considerar como nível baixo o menor valor, quando os fatores forem ajustados por níveis quantitativos. Em outras palavras são os diferentes modos de presença de um fator no estudo considerado.

**Repetição:** é a ação de repetir cada uma das combinações (linhas) da matriz experimental sob as mesmas condições de experimentação. Este conceito permite encontrar uma estimativa de

erro experimental, que é utilizado para determinar se as diferenças observadas entre os dados são estatisticamente significativas.

**Tratamento:** é a combinação dos níveis de fatores de controle, o que significa que cada uma das corridas do experimento representará um tratamento. As combinações específicas dos níveis dos diferentes fatores também são denominadas tratamentos, ou seja, quando há apenas um fator, os níveis deste fator correspondem aos tratamentos.

**Unidade experimental:** é a unidade básica para a qual será feita a medida da resposta.

**Variável resposta:** é a variável dependente que sofre algum efeito nos testes, quando estímulos são introduzidos propositalmente nos fatores que regulam ou ajustam os processos de fabricação. Nos experimentos, podem existir uma ou mais variáveis de resposta ( $y$ ) que são importantes de se avaliar. Assim, o resultado de interesse registrado (parâmetro de saída) após a realização de um ensaio é denominado variável de resposta.

## 1 Introdução

Segundo relato do setor de celulose e papel, o Brasil caracteriza-se como principal exportador de celulose de fibra curta de eucalipto, assim como, importante fornecedor de papéis de imprimir e escrever não revestidos. O Brasil é o 11º produtor e consumidor mundial de papel, participando com cerca de 2% da produção e consumo mundiais. O País é responsável por 1,3% das exportações mundiais de papel, correspondendo, principalmente, aos excedentes de papéis de papel cartão, embalagem e papéis de imprimir e escrever. Em relação às fibras, ao longo dos últimos dez anos, o Brasil evoluiu da 10ª para a 8ª posição entre os maiores consumidores mundiais de fibras virgens, com 2,5% do volume global consumido. O País é o 7º produtor mundial de celulose, contribuindo com 4% da produção mundial, sendo o terceiro fabricante, em termos de celulose e pastas de mercado e o maior produtor mundial de celulose de eucalipto (VALENÇA e MATTOS, 2003).

Isso implica em demanda de produção nacional para a fabricação de polpa celulósica (produto semi-acabado) inclusive em cidades interioranas, como ocorre na cidade de Pindamonhangaba – SP, onde está instalada a empresa que executa este tipo de processo produtivo e todos os demais relativos ao tratamento dos resíduos químicos gerados a serem abordados por este trabalho. A madeira usada para a fabricação de papel é a mais importante matéria-prima de toda a cadeia produtiva. Ela vem de florestas bem planejadas, onde muitas árvores são plantadas, e não cortadas, para garantir o desenvolvimento sustentado, e também pelo fato de ao longo dos anos, vários estudos demonstrarem que a produção de celulose e papel é inviável a partir da madeira de florestas nativas e, comprovarem que, papéis feitos a partir de florestas plantadas de eucalipto e *pinus* resultam em produtos com alta qualidade e produtividade (ABTCP, 1999). Assim, a celulose caracteriza-se como um composto natural a ser extraído tanto das folhas dos vegetais, quanto de suas raízes, troncos, folhas, frutos ou sementes. São encontradas em formato alongado e de pequeno diâmetro (fibras finas), juntamente com os demais componentes, dentre os quais, a lignina e as hemiceluloses recebem maior destaque.

Alguns tipos de madeira como pinho, araucária e abeto, possuem fibras longas (3 a 5 mm), enquanto que as do eucalipto, álamo, carvalho e gmelina, possuem fibras mais curtas e finas

(0,8 a 1,2 mm). As madeiras integrantes do primeiro grupo são denominadas coníferas ou *softwood* (madeira macia), enquanto que as do segundo, são conhecidas por folhosas ou *hardwood* (madeira dura).

Existe ainda um terceiro grupo de celulose cujas fibras não são obtidas da madeira, como no caso do algodão (semente) ou linho, juta, *kenaf*, cânhamo, rami, crotalária etc. (caule) ou ainda sisal, fórmio, pita etc. (folhas).

As fibras extraídas desses vegetais são muito longas e por isso mesmo, denominadas “fibras têxteis”, amplamente utilizadas na indústria de tecelagem. Ainda dentro deste grupo, porém, com fibras de menor comprimento, existem o bambu e o bagaço de cana.

A preparação da pasta celulósica para papéis ou outros fins (pasta solúvel para a produção de celofane, *rayon* etc.) consiste na separação das fibras dos demais componentes constituintes do organismo vegetal, em particular a lignina que atua como um cimento, ligando as células entre si e que proporciona rigidez à madeira.

No tangente aos métodos de preparação da pasta celulósica são encontrados desde os puramente mecânicos até os químicos (NOBRECEL, 1987). Dessa forma, é possível afirmar que processos distintos de preparação de pastas celulósicas produzem pastas com características diversas e como resultado, diferentes tipos de resíduos industriais em função dos componentes utilizados.

O licor negro (LN) é considerado o principal resíduo da indústria papelreira, mais especificamente da classe de rejeitos químicos inerentes ao processo de produção da celulose. É constituído por parte orgânica (representada principalmente pelos denominados % de sólidos secos – %SS) e inorgânica (componentes químicos adicionados ao longo do processo), também conhecida por *smelt*. Esta parte inorgânica não é queimada e por isso, escorre pelo fundo da caldeira de onde será retirada para posterior tratamento químico (caleifação) e retorno ao processo.

A incineração desse licor, dentro da fornalha industrial, tem como principal objetivo a recuperação de componentes químicos altamente nocivos ao meio ambiente (custo elevado na inserção de soda cáustica virgem necessária ao processo de deslignificação) e geração de energia (vapor) para o restante da fábrica. Idealmente, essa queima atingiria totalmente seus objetivos e não causaria danos à atmosfera e nem punições legais caso, o sistema de abate de material particulado não fosse prejudicado em função da alta instabilidade do processo predecessor: caldeira de recuperação química (objeto de estudo).

Ainda resistente à queima e em meio aos gases provenientes da combustão poderá existir alguma “substância química na forma de partícula, fisicamente líquida ou sólida, de tamanho variado” (ALMEIDA, 1999) a qual chamamos de material particulado (MP). Atualmente, o precipitador eletrostático é o equipamento mais indicado para segregar estas partículas, pois utiliza um sistema de abate apropriado para este tipo de queima e de indústria.

Porém, além do particulado, os gases de combustão misturam-se às fuligens provenientes da queima do óleo combustível, contribuindo para a emissão de componentes não previstos pelas equações de reações para as quais a caldeira foi projetada. O baixo poder calorífico que o licor pode apresentar, exige que o óleo combustível seja injetado durante todo o processo como meio auxiliar da combustão e não somente para *start* da caldeira como em outros casos.

Este fato, distorce os valores nominais indicados pelo fabricante para operacionalização da caldeira e reforça a necessidade de identificação dos pontos de interferência no rendimento do equipamento abatedor, denominado por Nathanson, em 1986, como “um equipamento de redução da poluição do ar que remove material particulado dos gases, fazendo-os fluir através de um campo elétrico”.

Do ponto de vista ambiental tem como objetivo levar à chaminé gases “limpos”, ou seja, gases cujas taxas de concentração de material particulado encontram-se dentro dos limites admitidos pelos padrões ambientais (BONDUELLE, 1994).

Se não fosse a variabilidade processual, o desgaste e insuficiência de maquinário, teoricamente, os gases gerados pela queima da parte orgânica teriam na sua composição concentrações e componentes oriundos somente do processo de combustão, com volume suportável pelo sistema de abate do material particulado.

Guiados por estas deficiências e cientes também, pesquisador, orientador e empresa, da importância econômica, social e ambiental que os processos de recuperação química e abate de material particulado carregam em si, é que o Planejamento e Análise de Experimentos (*Design of Experiments* – DOE), foi adotado como pretensa elucidador dos problemas encontrados. Neste momento cabe também ressaltar, a existência de trabalhos já realizados na construção de modelos matemáticos para demonstração da formação de material particulado, como, por exemplo, o recentemente desenvolvido por Costa *et al* (2004).

Segundo Bonduelle (1994), a utilização do DOE pode contribuir com o desenvolvimento industrial pela otimização das grandezas de interesse, da determinação dos fatores influentes

sobre essas grandezas, eventualmente das suas interações e pela minimização dos efeitos da variabilidade sobre o desempenho de um processo ou de um produto.

Este planejamento permite ao experimentador: melhorar o desempenho dos produtos e processos, atenuar a sensibilidade de seus elementos a fatores que não podem ser controlados e reduzir os custos de desenvolvimentos e de fabricação. Através da identificação das variáveis controláveis e incontroláveis, determinação de seus níveis e do planejamento adequado, define-se quais as melhores condições de ajuste para a obtenção do resultado (modelagem) desejado. Permite ainda, identificar as causas que provocam as falhas ou as perdas de qualidade nos produtos (COLOMBARI, 2004) ou neste caso, na identificação das variáveis da caldeira de recuperação que influenciam no sistema de abate de material particulado.

Segundo Neto *et al* (1995), a Metodologia de Superfícies de Resposta (*Surface Response Methodology – SRM*) é uma técnica baseada no emprego de planejamentos fatoriais, introduzida por G. E. P. Box na década de 1950, e que desde então também tem sido usada com grande sucesso na modelagem de diversos processos industriais. É constituída de duas etapas distintas: modelagem e deslocamento. A modelagem normalmente é feita ajustando-se modelos lineares ou quadráticos a resultados experimentais obtidos a partir de planejamentos fatoriais (BOX *et al*, 1978).

Dessa forma e com o intuito de atender tanto ao propósito das melhorias processuais quanto ao científico, esta dissertação foi dividida em sete capítulos, apresentados na seqüência. Este capítulo introdutório apresentou a importância da produção da celulose no contexto nacional e internacional, os processos utilizados para sua industrialização, as conseqüências e malefícios que os resíduos podem causar, caso não sejam recuperados, os recursos tecnológicos para abate, assim como as técnicas estatísticas utilizadas para identificação das variáveis mais influentes no processo. Finalizando foram apontadas algumas limitações da pesquisa e esta descrição com a organização dos capítulos.

No **capítulo 2** é apresentada a metodologia do trabalho científico quando referente às etapas, técnicas e métodos utilizados no desenvolvimento da pesquisa. São considerados: sua origem, a definição do problema, os objetivos a serem atingidos, bem como a relevância e originalidade. Por fim, foram apontadas as limitações da pesquisa.

No **capítulo 3** são abordadas as características do processo produtivo da celulose e os mecanismos e recursos pertinentes à recuperação química.

No **capítulo 4** são mostradas as técnicas estatísticas que foram utilizadas para análise do experimento realizado.

No **capítulo 5** são abordadas as características e o descritivo da pesquisa operacional aplicada ao experimento industrial.

No **capítulo 6** são apresentadas as etapas que antecederam o experimento industrial, a análise do caso em estudo, seus interveios e os resultados obtidos com esse experimento.

No **capítulo 7** são apresentadas as conclusões e sugestões para trabalhos futuros, que antecedem as referências bibliográficas utilizadas no trabalho.

## 2 Metodologia do trabalho científico

Assim como a ciência é o saber produzido através do raciocínio lógico aliado a experimentação prática, caracterizando-se por um conjunto de paradigmas para a observação, identificação, descrição, investigação experimental e explanação teórica de fenômenos, o método científico envolve técnicas exatas, objetivas e sistemáticas, implementadas através de regras fixas para a formação de conceitos, para a condução de observações, para a realização de experimentos e para a validação de hipóteses explicativas (MIRANDA, 2004).

Nesse contexto, o uso do método científico agrega vantagens específicas ao saber por ele produzido, incluindo: a produção de um conhecimento prático e aplicável, que pode ser usado diretamente para a previsão e/ou controle de fenômenos e ocorrências; o uso de uma expressão objetiva e detalhada não apenas do saber que é produzido, mas também do modo como se chegou até ele, permitindo um conhecimento: amplamente compartilhável e transmissível independente do conteúdo; verificável e passível de quantificação do grau de confiança que se pode ter nele; redução ou minimização dos vários tipos de viés que podem surgir na observação e interpretação dos diversos fenômenos que se pretende estudar; fornecimento de suporte metodológico ao pensamento, permitindo o uso de ferramentas sócio-culturais e tecnológicas que favorecem a transcendência das limitações individuais do pesquisador em suas análises e sínteses.

Assim, fazer ciência é um processo complexo, demorado e de difícil execução, porém, o seu uso é justificado pelos benefícios que traz em termos de praticidade, transmissibilidade, verificabilidade, solidez e alcance.

Por esse motivo, são apresentadas a conceituação e caracterização dos métodos e técnicas utilizadas para o desenvolvimento do presente trabalho.

### 2.1 Métodos e técnicas da pesquisa

Para Miranda (2004), o método é como uma via de acesso: indica a direção. *Methodos* significa uma investigação que segue um modo ou uma maneira planejada e determinada para

conhecer alguma coisa; procedimento racional para o conhecimento seguindo um percurso fixado. Rudio (1998), caracteriza-o isoladamente como um “conjunto de etapas ordenadamente dispostas, a serem vencidas na investigação da verdade, no estudo de uma ciência ou para alcançar determinado fim”. Já no contexto científico, considera-o um instrumento utilizado pela ciência na sondagem da realidade, formado por um conjunto de procedimentos, mediante os quais os problemas científicos são formulados e as hipóteses científicas são examinadas.

Cita ainda que, as investigações utilizadas vão desde a simples observação casual até estudos altamente sistematizados que envolvem a experimentação, ou seja, uma atividade de investigação que desenvolve o experimento - ensaio científico realizado para verificar uma afirmação ou uma suposição acerca da realidade dos fenômenos.

Isso implica que, a experimentação (realização do experimento) assim como exposta, é uma atividade de investigação, onde nem todas as investigações são experimentos, mas todos os experimentos são investigações. Dessa forma, o que define uma investigação científica é: o tipo de problema investigado, ou seja, o objeto; como esse problema é investigado - o método e a experimentação ser uma investigação controlada e considerada científica. Nesse contexto, a técnica, ou seja, o modo de fazer de forma mais hábil, mais segura, mais perfeita algum tipo de atividade, arte ou ofício, é essencial e deve ser empregada ao universo científico por meio dos procedimentos concretos adotados pelo pesquisador para levantar os dados e as informações necessárias para esclarecer o problema que está pesquisando.

Portanto, o presente trabalho apresentou-se adequadamente gateado aos critérios científicos, a partir do momento que:

- a) Comprovou, por meio de levantamentos de dados quantitativos, as hipóteses formuladas sobre o comportamento provável dos fenômenos, hipóteses essas que derivam de postulados ou de seus axiomas.
- b) Empregou os níveis de conhecimento citados por Rudio (1998), quanto a(s):
  - Exploração sistemática das áreas, pois, efetuou de forma intencional e com objetivo determinado, que ocorreu em um nível mais elevado do que a observação ao acaso e se processou de uma maneira programada e metódica;
  - Provas de hipóteses isoladas e definidas, pois, comprovou e refutou suposições sobre a natureza ou a causa dos fatos observados. Nesse caso, a observação foi

feita utilizando tanto técnicas de experimentação quanto métodos estatísticos, com o objetivo de avaliar a probabilidade de ocorrência das hipóteses levantadas;

- Experimentação, pois identificou os resultados obtidos.
- c) Atendeu aos requisitos do método indutivo utilizado na pesquisa e, proposto pelos empiristas: Bacon, Hobbes, Locke e Hume, no qual o “conhecimento é fundamentado na experiência, não levando em conta princípios preestabelecidos”. No raciocínio indutivo a generalização deriva de observações de casos da realidade concreta. As constatações particulares levam à elaboração de generalizações (GIL, 1999; LAKATOS e MARCONI, 1993). Assim, opõem-se aos demais: dedutivo, hipotético-dedutivo, dialético e fenomenológico.

A pesquisa, no que diz respeito ao seu tipo, foi classificada como experimental, tendo sido, diversas vezes conduzida como: exploratória ou descritiva.

[...] os três tipos existentes de pesquisa - experimental, descritiva e exploratória - não são exclusivos. Embora esta divisão tenha sido efetuada, em termos didáticos, a fim de dar uma idéia geral dos procedimentos que ocorrem com certa regularidade na prática, as pesquisas podem fazer uso de todos os tipos para esclarecer a questão que está sendo investigada (SILVA e MENEZES, 2001).

Como, “o que define a adoção dos procedimentos adequados são os objetivos e a finalidade da pesquisa” (RUDIO, 1998), a seguir são apresentados: características e procedimentos adotados em torno da pesquisa realizada e descrita por este trabalho.

## **2.2 Características da pesquisa**

A pesquisa experimental, definida por Miranda (2004) como “as investigações de pesquisa empírica”, têm como principal finalidade testar hipóteses que dizem respeito a relações de causa e efeito. Envolvem: grupos de controle, seleção aleatória e manipulação de variáveis independentes e também empregam rigorosas técnicas de amostragem para aumentar a possibilidade de generalização das descobertas realizadas com a experiência.

Para Rudio (1998), esta mesma pesquisa está interessada em verificar a relação de causalidade que se estabelece justamente entre essas variáveis, isto é, em saber se a variável X - Independente (nesse caso todas as variáveis controláveis do processo de recuperação química) determina a variável Y - Dependente (nesse caso representada pela taxa de concentração de material particulado encontrada nos gases da combustão).

E para isto cria-se uma situação de controle rigoroso, procurando evitar que, nela, estejam presentes influências alheias à verificação que se deseja fazer. Depois, interfere-se diretamente na realidade, dentro de condições que foram pré-estabelecidas, manipulando a variável independente para observar o que acontece com a dependente.

Nestas circunstâncias, X (variável independente) será causa de Y (variável dependente) se: a) Y não apareceu antes de X; b) se Y varia quando há também variação em X; c) se outras influências não fizeram X aparecer ou variar. A atual pesquisa experimental estuda, portanto, a relação entre fenômenos (recuperação química e abate de material particulado) procurando saber se um é causa do outro. Dessa forma, os experimentos foram delineados, ora delimitados, com base nos seguintes itens:

- **Área de Concentração:** Produção e Tecnologia (PT);
- **Linha de Pesquisa:** Gestão da Tecnologia;
- **Projetos:** Processos de Manufatura;
- **Tema Abordado:** Planejamento e Análise de Experimentos e Metodologia de Superfícies de Resposta;
- **Universo da Análise:** NOBRECEL S.A. Celulose e Papel;
- **Cenário Macro da Análise:** Processo Produtivo da Celulose;
- **Cenário Específico da Análise:** Processo de Recuperação Química;
- **Objetos de Estudo:** Caldeira de Recuperação Química e Precipitador Eletrostático.

As condições e processos abordados pela empresa estudada foram importantes norteadores para a execução da pesquisa, assim, adiante são apresentadas algumas das principais características e políticas adotadas pela mesma.

### **2.2.1 A empresa estudada**

Com sede no município de Pindamonhangaba, no Estado de São Paulo, a Nobrecel S. A. Celulose e Papel é uma empresa integrada do setor em que atua. A partir de matéria-prima originária de florestas plantadas, mantém planta cativa para a produção de celulose e industrializa papéis destinados aos segmentos de impressão, escrita, embalagens e higiene. A conservação da natureza, como tema de importância global é questão relativamente recente,

pois os problemas ambientais de grande impacto só começaram surgir com o fortalecimento da sociedade industrial.

O meio ambiente tem recebido por parte da Nobrecel uma atenção especial, que vem se refletindo em suas decisões, voltadas à preservação ambiental. Um dos objetivos principais da empresa é conservar os recursos hídricos, mantendo e assegurando o fluxo e a qualidade da água.

Atualmente ocorre uma reestruturação de todo processo dos efluentes hídricos, visando melhor qualidade para o tratamento e também a redução do consumo de água utilizada. O lançamento de suas águas residuárias ao rio Paraíba, somente é efetuado após rigoroso tratamento, apresentando eficiência superior a 90% na redução de matéria orgânica agregada durante o processo produtivo.

Visando a proteção do ar e da atmosfera, a empresa instalou, na área de recuperação de químicos, um filtro eletrostático, cuja função consiste em reter as partículas sólidas contidas na emissão gasosa do processo de queima do licor negro, reduzindo, assim, a níveis insignificantes as possíveis agressões ao ambiente.

A atuação da empresa na preservação do meio ambiente, está presente, também, na pesquisa para a adequação dos processos industriais à dinâmica ambiental, através do desenvolvimento de projetos de recuperação de resíduos industriais sólidos e de efluentes líquidos e gasosos complementares.

Visando eliminar a emissão de odores característicos do processamento de celulose, foi implantada, de forma pioneira no país, modificação no processo de produção, mediante o uso de antraquinona em substituição ao processo *kraft*, tradicionalmente utilizado pela indústria papelreira, sendo esta solução, em que pese onerosa, considerada adequada pelos especialistas. A empresa, através do manejo adequado de florestas de eucalipto destinadas ao seu suprimento de matéria-prima, preocupa-se em conservar as belezas panorâmicas próprias desse tipo de recurso natural renovável.

A educação ambiental é uma das suas prioridades. Sua atuação, neste campo, tem-se caracterizado pelo incentivo e apoio aos projetos educacionais de toda região, abrangendo às escolas e toda a população. A Nobrecel orgulha-se de estar contribuindo para a melhoria das condições ambientais de nossa região, organizando e incentivando todas as ações de desenvolvimento rural e urbano nesse sentido, assegurando o crescimento econômico regional através da geração de oportunidades estáveis de trabalho, bem como economias locais.

## **Histórico**

As origens da Nobrecel remontam à 1929, quando foi criada a Cia. Agrícola e Industrial Cícero Prado. Esta empresa, em 1978, desmembrou suas atividades agrícolas das industriais. O complexo industrial resultante de tal desdobramento deu origem a uma nova empresa denominada Cícero Prado Celulose e Papel S.A. A empresa assim criada, em outubro de 1982, teve o seu controle acionário transferido para o Grupo De Zorzi, recebendo nova denominação jurídica: Cia De Zorzi de Papéis, com a qual operou até agosto de 1996. Desde então opera com a denominação atual. A empresa propõe-se a operar em obediência aos seus princípios e reconhecendo-se responsável pelo cumprimento de sua missão.

## **Princípios**

- O respeito pelas pessoas;
- A prática do bom-senso e simplicidade;
- A valorização da parceria com clientes e fornecedores;
- O exercício permanente da criatividade.

## **Missão**

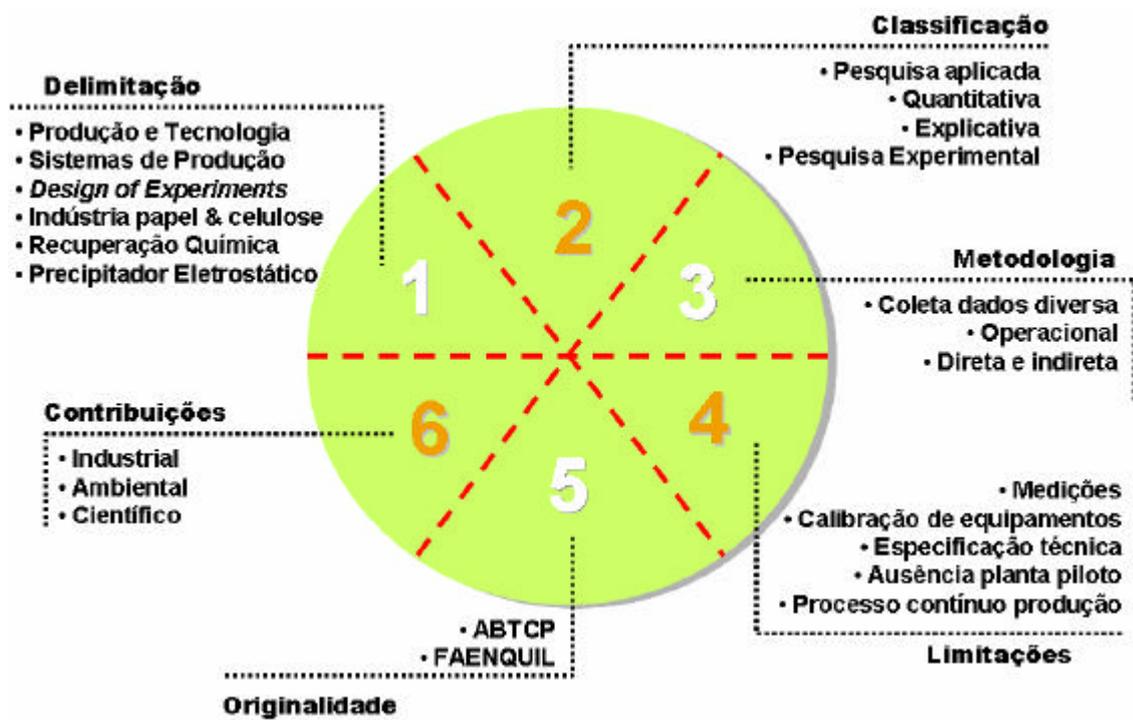
Satisfazer necessidades de higiene e educação das pessoas, produzindo Celulose e Papel mediante a utilização de florestas plantadas, com criatividade e qualidade, gerando riquezas e preservando as condições ambientais.

Nesse sentido, para aplicação das técnicas e métodos, dentro dos limites e filosofia apresentados pela empresa, foram definidas etapas referentes ao planejamento e desenvolvimento da pesquisa, como descritos logo a seguir.

## **2.3 As etapas da pesquisa**

Conforme referência de Silva e Menezes (2001), a pesquisa é um procedimento reflexivo e crítico na busca de respostas para problemas ainda não solucionados. O planejamento e a execução de uma pesquisa fazem parte de um processo sistematizado que compreende etapas que podem ser detalhadas genericamente pela escolha do tema, revisão de literatura, justificativa, formulação do problema, determinação de objetivos, metodologia, coleta de dados, tabulação de dados, análise e discussão dos resultados, conclusão da análise dos resultados, redação e apresentação do trabalho científico (dissertação ou tese).

A esquematização gráfica das principais etapas da pesquisa, como mostra a **Figura 2.1**, foi criada de forma a representar em uma única estrutura os principais tópicos e enquadramento da pesquisa em questão.



**Figura 2.1** – Proposta gráfica para estruturação das principais etapas da pesquisa  
(Adaptado de SILVA e MENEZES, 2001)

Os detalhes destas e das demais etapas foram distribuídos conforme a seqüência determinada pelo desenvolvimento da pesquisa, começando pelo tema, que segundo Barros e Lehfel'd (1986), representa o primeiro aspecto ou área de interesse abordado de um assunto que se deseja provar ou desenvolver.

### 2.3.1 Escolha do tema: origem do trabalho

Escolher um tema significa eleger uma parcela delimitada de um assunto, estabelecendo limites ou restrições para o desenvolvimento da pesquisa pretendida. A definição do tema pode surgir com base na observação do cotidiano, na vida profissional, em programas de pesquisa, em contato e relacionamento com especialistas, no *feedback* de pesquisas já realizadas e em estudo da literatura especializada (BARROS e LEHFEL'D, 1986).

Os autores, Eco (1986) e Silva e Menezes (2001), concordam com a afirmação citada ao fazerem referência à determinação da escolha do tema a partir do interesse do candidato pelo assunto, da acessibilidade às fontes de pesquisa e da sua maneabilidade, ou seja, que estejam

ao alcance cultural do candidato. E também quando alertam quanto à equivalência do quadro metodológico com a experiência do candidato.

Em 2001, ainda os mesmos autores, classificaram as regras anteriores em fatores internos e externos, somando à elas novas explicações e novos itens. Foram considerados fatores internos ao candidato:

- Afetividade em relação a um tema ou alto grau de interesse pessoal. Para se trabalhar uma pesquisa é preciso ter um mínimo de prazer nesta atividade. A escolha do tema está vinculada, portanto, ao gosto pelo assunto a ser trabalhado. Trabalhar um assunto que não seja do agrado do candidato transformará a pesquisa num exercício de tortura e sofrimento;
- Tempo disponível para a realização do trabalho de pesquisa. Na escolha do tema deve-se levar em consideração a quantidade de atividades a serem cumpridas para execução do trabalho e dimensioná-las com o tempo de trabalhos a serem desenvolvidos em paralelo e que não estejam relacionados à pesquisa;
- O limite das capacidades do pesquisador em relação ao tema pretendido. É preciso que o pesquisador tenha consciência de sua limitação de conhecimentos para não entrar num assunto fora de sua área.

Nesse mesmo íterim, externamente ao candidato estão os fatores:

- Significação do tema escolhido, sua novidade, sua oportunidade e seus valores acadêmicos e sociais. Na escolha do tema é importante tomar cuidado para não ser executado um trabalho que não interesse a ninguém. Se o trabalho merece ser feito que ele tenha uma importância qualquer para pessoas, grupos de pessoas ou para a sociedade em geral;
- Limite de tempo disponível para a conclusão do trabalho. Quando a instituição determina um prazo para a entrega do relatório final da pesquisa, o candidato não deve enveredar-se por assuntos que não permitirão o cumprimento deste prazo. O tema escolhido deve estar delimitado dentro do tempo possível para a conclusão do trabalho;
- Indisponibilidade de fontes secundárias para consulta. A falta dessas fontes obriga ao pesquisador buscar fontes primárias que exigem um tempo maior para a realização do

trabalho. Este problema não impede a realização da pesquisa, mas deve ser levado em consideração para que o tempo institucional não seja ultrapassado.

Por fim, a escolha do tema para a execução deste trabalho teve como principal elemento balizador a contribuição que as técnicas estatísticas escolhidas, Planejamento e Análise de Experimentos e Metodologia de Superfícies de Resposta, poderiam oferecer na mitigação das dificuldades processuais do cenário apresentado, assim como, no emprego de dissertações com contextos (recuperação de químicos, material particulado, caldeiras etc) atualmente tão escassos nos bancos de teses ou acervos das bibliotecas nacionais.

### **2.3.2 Revisão de literatura**

Esta fase compreende questões a respeito de quem já escreveu e o que já foi publicado sobre o assunto, que aspectos já foram abordados e quais as lacunas existentes na literatura. Pode objetivar determinar o “estado da arte”, ser uma revisão teórica, ser uma revisão empírica ou ainda ser uma revisão histórica.

Segundo Silva e Menezes (2001) a revisão de literatura é fundamental, porque fornecerá elementos que evitam a duplicação de pesquisas sobre o mesmo enfoque do tema e favorecerá a definição de contornos mais precisos do problema a ser estudado. Assim, fundamentam-se a originalidade desta pesquisa e conseguinte contribuição ao meio científico, no tangente às novas publicações e ao meio industrial, para melhoria e otimização de processo. Até o momento, foram encontrados somente dois trabalhos que mais se aproximam do foco proposto. O primeiro na figura de dissertação de mestrado da Faculdade de Engenharia Química de Lorena (FAENQUIL), porém, sem exemplares disponíveis no acervo. Possui como título: Projeto de experimentos: uma aplicação no branqueamento da celulose (VIEIRA, 1996). O segundo, na forma de artigo, publicado em 2003 na ABTCP – Associação Brasileira Técnica de Celulose e Papel, sob o título: Análise de diferentes condições operacionais na operação da caldeira de recuperação.

Cardozo Filho *et al* (2000), apresentam estudos referentes às propriedades térmicas do licor negro de processo *kraft*, Pereira Filho *et al* (2002) citam o emprego de planejamento fatorial para otimização das temperaturas de pirólise e atomização de Al, Cd, Mo e Pb por ETAAS e Neves *et al* (2002) a respeito da técnica de seleção de variáveis aplicada à separação de gases.

Porém, nenhum dos autores explicita o uso das técnicas estatísticas para processos de polpação via soda antraquinona, pois, “por se tratar de investigações de cunho empírico os

resultados devem ser investigados com o objetivo de se verificar se o comportamento aprovado pode ser extrapolado para outras caldeiras de recuperação” (COSTA *et al*, 2004). Esse fato é firmado pela constatação de que o licor negro, como solução aquosa e complexa, “é constituído de vários compostos orgânicos (lignina, polissacarídeos, compostos resinosos e de baixa massa molar) e inorgânicos (principalmente íons de sais solubilizados), possuindo composição geral vulnerável ao processo que o originou” (ABTCP, 2002).

### 2.3.3 Justificativas

Silva e Menezes (2001) apontam nesta etapa a necessidade de reflexão sobre “o porquê” da realização da pesquisa procurando identificar as razões da preferência pelo tema escolhido e sua importância em relação a outros temas. Devem ser realizadas perguntas do tipo: o tema é relevante e, se é, por quê? Quais os pontos positivos percebidos na abordagem proposta? Que vantagens e benefícios a pesquisa irá proporcionar? A justificativa deverá convencer quem for ler o projeto, com relação à importância e à relevância da pesquisa proposta.

Assim, a atual pesquisa baseia-se em quatro grandes justificativas, sendo elas:

- a) **Viabilidade do processo produtivo**, pois, ocorre a necessidade de recuperação de 80% dos produtos químicos para que o processo de fabricação se torne economicamente viável. “A recuperação pode ocorrer a partir do refluxo de licor negro, do refluxo da água utilizada no processo e do acúmulo de partículas retidas pelo precipitador” (NOBRECEL, 2003);
- b) **Cumprimento legal**, pois, as leis atuais fundamentam-se e fiscalizam a regularidade das fontes atmosféricas a partir de fatores como, por exemplo, localização (rural ou urbana) dos emissores atmosféricos (entenda-se neste caso fábricas com emissões gasosas), ramo de indústria (papel, celulose, cimento etc), comprimento da chaminé (distância entre população e emissores) entre outros fatores;
- c) **Incentivo financeiro**. Respeito com a sociedade e meio ambiente, utilização de tecnologias limpas, energias renováveis (solar, eólica e biomassa) e procedimentos de reciclagem, dentre outros são exemplos de alguns dos pontos considerados pelas instituições financeiras para a liberação de crédito e empréstimos com condições especiais. Atualmente são conhecidas as seguintes linhas de crédito: Crédito Verde Ethical (Banco ABN Amro), *Clean Tech Fund* (Administradora de fundos A2R) e as disponíveis pelo Banco do Nordeste para empreendimentos ambientalmente corretos.

Cabe lembrar que o Tratado de Kyoto prevê condições especiais para empresas que sejam consideradas “ecologicamente corretas”;

- d) **Incentivo Social**, no que diz respeito aos prêmios ambientais. São conhecidos: *Von Martius*, criado pela Câmara de Comércio e Indústria Brasil-Alemanha de São Paulo e premia projetos que promovam o desenvolvimento econômico, social e cultural e que respeitem o meio ambiente; *Eco*, criado pela Câmara Americana de Comércio de São Paulo, que premia projetos sócio-ambientais de empresas brasileiras.

### 2.3.4 Variáveis

Variável é algo que “varia”, que muda, que contém valores. Variável é um valor que pode ser dado por quantidade, qualidade, característica, magnitude, variando em cada caso individual. Miranda (2004) aborda mais profundamente os tipos de variáveis existentes e apresentados por Rudio (1998) no item 2.2 do Capítulo 2, pois afirma existir três tipos de variáveis:

- a) **Preditivas ou independentes**: são aquelas que se observam ou manipulam para verificar a relação entre suas variações e o comportamento de outras variáveis, ou seja, correspondem àquilo em função do qual se deseja conseguir realizar previsões e/ou controle. Para o experimento, foram consideradas inicialmente treze variáveis no total, divididas em três categorias, conforme apresentado pelo **Quadro 2.1** abaixo:

**Quadro 2.1** – Relação das variáveis preditivas abordadas pela pesquisa

Categoria	Sigla	Descrição
<b>Controláveis com 2 níveis</b>	PLN	Pressão do licor negro
	TLN	Temperatura do licor negro
	PAP	Pressão do ar primário
<b>Controláveis com 1 nível</b>	VLN	Vazão do licor negro
	VOC	Vazão do óleo combustível
	TOC	Temperatura do óleo combustível
	POC	Pressão do óleo combustível
	VAP	Vazão do ar primário
	TAP	Temperatura do ar primário
	VAS	Vazão do ar secundário
	TAS	Temperatura do ar secundário
	PAS	Pressão do ar secundário
<b>Incontroláveis</b>	%SS	% de sólido seco

- b) **Resposta ou dependentes:** são aquelas cujo comportamento se quer verificar em função das oscilações das variáveis preditivas, ou seja, correspondem àquilo que se deseja prever e/ou controlar. Para o experimento, foi considerada um variável resposta (MP = taxa de concentração de material particulado encontrado no duto da chaminé, expressa em mg/Nm<sup>3</sup>);
- c) **Estranhas ou espúrias:** são variáveis que não são diretamente objeto de estudo mas que também interferem na relação entre as variáveis preditivas e as dependentes. Para o experimento, foram consideradas estranhas as variáveis pertencentes ao precipitador eletrostático (*Quadro 2.2*) em função da influência que exercem, porém, da indisponibilidade de alteração de valores por parte dos ensaios. Os valores são ajustados uma única vez pela equipe de manutenção, porém, variam em função das condições do gás de entrada, interferindo com isso, no processo de abate de material particulado.

**Quadro 2.2** – Relação das variáveis espúrias pertencentes à pesquisa

Sigla	Descrição
TG	Temperatura do gás
CO <sub>2</sub>	Teor de CO <sub>2</sub> nos gases de combustão na entrada
H <sub>2</sub> O	Teor de água nos gases de combustão na entrada
pH	Valor do pH do pó coletado
subP	Sub-pressão máxima no precipitador

Segundo Eco (1986), as variáveis dão consistência ao problema de pesquisa e permitem a repetição desta pesquisa por outros pesquisadores. Podem apresentar diferentes atributos e serem consideradas os instrumentos conceituais básicos de pesquisa, pois, representam os fatos empíricos.

Interferem ainda no método científico, pois, segundo Rudio (1998), o método científico se caracteriza por observar o Universo a partir das diversas grandezas que o compõem, ou seja, a partir de variáveis e de constantes. Assim, compõem o problema e as hipóteses de pesquisa, como mostrado a seguir.

### 2.3.5 Formulação do problema

Após a definição das variáveis, esta etapa prevê a reflexão a respeito do problema que se pretende resolver na pesquisa, se é realmente um problema e se vale a pena tentar encontrar

uma solução para ele. A pesquisa científica depende da formulação adequada do problema, isto, porque objetiva buscar sua solução.

O problema emprega classificação à pesquisa quanto a sua abordagem, ou seja, assume neste caso a forma de pesquisa quantitativa. Considera que tudo pode ser quantificável, o que significa traduzir em números opiniões e informações para classificá-las e analisá-las. Requer o uso de recursos e de técnicas estatísticas, tais como: percentagem, média, moda, mediana, desvio-padrão, coeficiente de correlação, análise de regressão etc. (SILVA e MENEZES, 2001). Também direciona toda a pesquisa, pois a investigação nasce de um problema que teórico ou prático, dirá o que é relevante ou irrelevante observar, assim como, os dados que devem ser selecionados. A partir desta seleção, se definirá uma ou mais questões que servirão de guia ao pesquisador, um problema e uma sentença interrogativa. A formulação do problema exige a colocação de uma questão, com probabilidade de ser solucionada e de apresentar-se frutífera, com o auxílio do conhecimento disponível. Os critérios para formulação de problemas, apresentados por Miranda (2004), são:

- O problema deve expressar uma relação entre duas ou mais variáveis (A está relacionado com B?);
- O problema deve ser formulado claramente e de maneira não ambígua na forma interrogativa;
- O problema deve ser formulado de tal maneira que permita o seu teste empírico.

Com base nesses critérios, o problema da atual pesquisa pôde ser expresso pelas questões P<sub>1</sub> e P<sub>2</sub> abaixo relacionadas.

**P<sub>1</sub>**: Qual a influência das variáveis do processo de recuperação química (variáveis dependentes), representado pela caldeira *Stein ET Roubaix Espanhola*, na concentração de material particulado (variável resposta), presente nos gases da chaminé ? Ou ainda,

**P<sub>2</sub>**: Por que o sistema de abate de material particulado (variáveis estranhas), representado na figura do precipitador eletrostático Fläkt tipo FAC-2828-6070-3, sofre variação nas suas condições de funcionamento e não atinge os níveis de retenção esperados (variável dependente)?

Embora não caracterizadas como problema, algumas perguntas secundárias são incluídas nesta busca de resoluções. São elas:

- Como tratar as partículas de gás carbônico oriundas da queima do óleo combustível ?

- Como reduzir o volume de água (% umidade) presente no gás de entrada do precipitador ?
- Como avaliar o aumento no volume do gás em função da necessidade de inserção de ar primário e/ou secundário ?
- Que fatores são considerados significativos para sistemas genéricos de remoção de gases ácidos por processo a seco através de precipitadores eletrostáticos?
- Quais as variáveis devem ser consideradas relevantes para que o precipitador eletrostático execute a redução da poluição dentro dos padrões exigidos por lei?

Assim, formulado o problema, é possível construir o enunciado das hipóteses, através da fase, de mesmo nome, descrita logo abaixo.

### **2.3.6 Enunciado das hipóteses**

Sob certo aspecto, é possível afirmar que uma pesquisa científica consiste em enunciar e verificar as hipóteses. Hipótese é uma suposição que se faz na tentativa de explicar o que se desconhece. Esta suposição tem por característica o fato de ser provisória, devendo, portanto, ser testada para se verificar sua validade. Trata-se, então, de se antecipar um conhecimento, na expectativa de ser comprovado para poder ser admitido. Diz O'Neil (*apud in* Rudio, 1998) que, “como as hipóteses são conjeturas feitas para explicar algum conjunto de dados observados, podemos dizer que servem para preencher lacunas que ficam em nosso conhecimento pela observação”. Na verdade, as hipóteses servem para preencher lacunas de conhecimento. Entretanto, pelo menos no que se refere às hipóteses das pesquisas científicas, parece inadequado dizer que elas são conjeturas. Esta palavra no sentido comum, significa uma opinião com fundamento incerto. Ora, a hipótese da pesquisa é uma suposição objetiva e não uma mera opinião.

Nesta etapa também são encontrados critérios para a elaboração, agora referente ao enunciado das hipóteses. Nesse sentido, geralmente pede-se que a hipótese seja:

- a) Plausível. Deve indicar uma situação possível de ser admitida, de ser aceita;
- b) Consistente. A consistência indica que o enunciado não está em contradição nem com a Teoria e nem com o conhecimento científico mais amplo, bem como que não existe contradição dentro do próprio enunciado;

- c) Específica. O enunciado deve ser especificado, dando as características para identificar o que deve ser observado;
- d) Verificável pelos processos científicos atualmente empregados;
- e) Clara. A clareza refere-se ao modo de se fazer o enunciado, isto é, que sejam constituídos por termos que ajudem realmente a compreender o que se pretende afirmar e indiquem, de modo denotativo, os fenômenos a que se referem;
- f) Simples. Para isso o enunciado deve ter todos os termos e somente os termos que são necessários à compreensão;
- g) Econômica. A economia do enunciado supõe a simplicidade e consiste em utilizar todos os termos e somente os termos necessários à compreensão mas na menor quantidade possível;
- h) Explicativa. Uma das finalidades básicas da hipótese é servir de explicação para o problema que foi enunciado. Se isso não acontece, a hipótese não tem razão de existir. (RUDIO, 1998).

Assim, as seguintes hipóteses, foram construídas para a pesquisa:

**H<sub>1</sub>:** As variáveis de entrada do processo de recuperação química, inerentes ao manuseio da caldeira de recuperação, interferem no processo de precipitação.

**H<sub>2</sub>:** Ocorre volume excessivo de material particulado na entrada do precipitador eletrostático, podendo ser oriundo de reações térmicas do licor negro ocorridas no interior da fornalha, como em função de reações com excesso de ar.

Por fim, com base nas afirmações de Rudio (1998), conclui-se que hipótese é uma suposição que se faz na tentativa de explicar o que se desconhece. A hipótese de pesquisa deve ser uma suposição objetiva, ter bases sólidas, assentadas e garantidas por boas Teorias e por matérias-primas consistentes da realidade observável e, portanto, não pode ter fundamento incerto. Costa *et al* (2004) realizaram experimentos de modelagem dos fatores da caldeira de recuperação a partir de redes neurais e identificou o ar primário e secundário como uma das principais fontes de variação desses fatores. Já Masse (*apud in* Cardozo Filho *et al*, 2000) realizou as primeiras medidas diretas da capacidade calorífica do licor negro para a concentração de 100% de sólidos e identificou que o modelo de solução ideal, usado anteriormente, não é satisfatório para o cálculo de CP (capacidade calorífica), sendo necessário corrigir o modelo com a capacidade calorífica de excesso. Ignorar essa correção

implicaria em erros da ordem de 6-12%. Afirma ainda que, erros dessa ordem têm, por exemplo, uma influência direta no dimensionamento de processos de integração energética, uma vez que o sucesso do método depende fortemente do conhecimento preciso do produto da capacidade calorífica pela vazão mássica (CARDOZO FILHO *et al*, 2000).

Isso faz com que  $H_1$  e  $H_2$  sejam, pelo menos, plausíveis de discussão e que não devem ser consideradas apenas como exploração provisória ao que se desconhece, mas também funcionar como setas indicadoras de um caminho a seguir: guias para os procedimentos em busca da verdadeira solução a ser descoberta.

### **2.3.7 Determinação dos objetivos: geral e específicos**

Esta etapa deverá sintetizar o que se pretende alcançar com a pesquisa. Os objetivos devem estar coerentes com a justificativa e o problema proposto. O objetivo geral deve ser a síntese do que se pretende alcançar, e os objetivos específicos explicitar os detalhes e um desdobramento do objetivo geral. Os objetivos informam qual o propósito da pesquisa, isto é, quais os resultados que se pretende alcançar ou qual a contribuição que a pesquisa deve efetivamente proporcionar. Os enunciados dos objetivos devem começar com um verbo no infinitivo e este verbo indicar uma ação passível de mensuração. Para citar os verbos que devem ser usados nas formulações dos objetivos, Silva e Menezes (2001), categorizaram sua utilização conforme os estágios de aplicação:

- **Estágio cognitivo de conhecimento:** apontar, arrolar, definir, enunciar, inscrever, registrar, relatar, repetir, sublinhar e nomear;
- **Estágio cognitivo de compreensão:** descrever, discutir, esclarecer, examinar, explicar, expressar, identificar, localizar, traduzir e transcrever;
- **Estágio cognitivo de aplicação:** aplicar, demonstrar, empregar, ilustrar, interpretar, inventariar, manipular, praticar, traçar e usar;
- **Estágio cognitivo de análise:** analisar, classificar, comparar, constatar, criticar, debater, diferenciar, distinguir, examinar, provar, investigar e experimentar;
- **Estágio cognitivo de síntese:** articular, compor, constituir, coordenar, reunir, organizar e esquematizar;
- **Estágio cognitivo de avaliação:** apreciar, avaliar, eliminar, escolher, estimar, julgar, preferir, selecionar, validar e valorizar.

Neste caso, a pesquisa é caracterizada como explicativa do ponto de vista de seus objetivos, pois, visa identificar os fatores que determinam ou contribuem para a ocorrência dos fenômenos. Aprofunda o conhecimento da realidade porque explica a razão, o “porquê” das coisas. Quando realizada nas ciências naturais, requer o uso do método experimental, e nas ciências sociais requer o uso do método observacional. Assume, em geral, as formas de Pesquisa Experimental e Pesquisa *Expost-facto*. Difere da pesquisa exploratória e pesquisa descritiva (Gil, 1991). Neste contexto, o aspecto cognitivo de análise enreda a presente pesquisa e faz com que tenha como objetivo geral o propósito de:

*Analisar o funcionamento da caldeira de recuperação química Stein ET Roubaix Espanhola e identificar quais as possíveis influências de suas variáveis na eficiência do precipitador eletrostático Fläkt tipo FAC-2828-6070-3, utilizando-se dos equipamentos e condições de processo atualmente existentes.*

E por conseguinte, compreende alguns objetivos específicos através dos quais se pretende:

- Analisar a possibilidade de redução das cinzas volantes (material particulado que escapa ao precipitador eletrostático) na chaminé por meio da modelagem do processo;
- Identificar quais variáveis espúrias tem influência no sistema de abate (precipitador eletrostático) do material particulado;
- Identificar, por meio de técnicas estatísticas, a combinação ideal dos fatores de entrada da caldeira de recuperação química;
- Propor, por meio de modelagem de processo, as condições ideais de funcionamento dos processos em questão (caldeira de recuperação química e precipitador eletrostático);
- Proporcionar, por meio da pesquisa, material preliminar de estudo sobre meios eficazes de elevação da recuperação de produto químico segregado pelo precipitador eletrostático.

### **2.3.8 Metodologia**

Esta etapa define onde e como será realizada a pesquisa. Define o tipo de pesquisa, a população (universo da pesquisa), a amostragem, os instrumentos de coleta de dados e a forma como se pretende tabular e analisar os dados. População (ou universo da pesquisa) é a totalidade de indivíduos que possuem as mesmas características definidas para um determinado estudo. Amostra é parte da população ou do universo, selecionada de acordo com uma regra ou plano.

A definição do instrumento de coleta de dados dependerá dos objetivos que se pretende alcançar com a pesquisa e do universo a ser investigado. Os instrumentos de coleta de dados tradicionais e utilizados pela presente pesquisa foram: observação sistemática, entrevista e formulários para condução do experimento. Não foram utilizados questionários ou mesmo registros iconográficos (fotografias, filmes, vídeos etc.).

Segundo Silva e Menezes (2001) a observação ocorre quando se utilizam os sentidos na obtenção de dados de determinados aspectos da realidade e podem caracterizar-se por:

- **Assistemática:** quando não tem planejamento e controle previamente elaborados;
- **Sistemática:** quando tem planejamento, realiza-se em condições controladas para responder aos propósitos preestabelecidos;
- **Não-participante:** quando o pesquisador presencia o fato, mas não participa;
- **Individual:** quando realizada por um pesquisador;
- **Em equipe:** quando feita por um grupo de pessoas;
- **Na vida real:** quando os dados são registrados à medida que ocorrem;
- **Em laboratório:** quando tudo é controlado.

Para que a validade e fidelidade das informações não sejam questionadas, os autores indicam a criação do planejamento de um método de registro, ou seja, criar, com antecedência, uma espécie de lista ou mapa de registro de fenômenos. Além de estar preparado para a ocorrência de fenômenos não esperados.

Já a entrevista, como sendo a obtenção de informações de um entrevistado, sobre determinado assunto ou problema, pode caracterizar-se em:

- **Padronizada ou estruturada:** roteiro previamente estabelecido;
- **Despadronizada ou não-estruturada:** não existe rigidez de roteiro.

Além disso, pode ter o caráter exploratório ou ser de coleta de informações. Se a de caráter exploratório é relativamente estruturada, a de coleta de informações é altamente estruturada.

### **2.3.9 Coleta de dados**

Esta etapa prevê a pesquisa de campo propriamente dita. Neste caso, a obtenção da variável resposta, ou melhor, a taxa de concentração de material particulado, é obtida por meio de

coleta das partículas resistentes ao sistema de abate, cálculos estatísticos e análise laboratorial. A coleta ou amostragem utiliza sonda do tipo Pitot “S” para retirada do material particulado no duto e requer procedimentos e mão-de-obra especializada para sua execução, assim como, equipamento coletor devidamente calibrado por órgão competente.

Este tipo de amostragem é chamado de medição isocinética, pois “a partícula é removida do fluxo gasoso a uma velocidade igual a que ela se encontra nesse” (SANCHÉZ, 1987). Segundo informações do fabricante Energética, o equipamento do tipo Coletor Isocinético de Poluentes Atmosféricos – CIPA, próprio para monitoramento em dutos e chaminés, deve estar enquadrado na categoria que recebe o mesmo nome do equipamento e satisfazer o Método 5 da *Environmental Protection Agency* – EPA USA e os similares da ABNT, CETESB e FEEMA. Somente assim poderá ocorrer a determinação da concentração de material particulado e gasoso em emissões por dutos e chaminés de forma controlada e ser reconhecida pelos órgãos de fiscalização. Já quanto aos processos de coleta, devem considerar:

- Metodologia *Environmental Protection Agency* – EPA USA;
- Método 1 – *Sample and Velocity Traverses for Stationary Sources*, que determina os pontos de coleta apropriados;
- Método 5 – *Determination of Particulate Emission from Stationary Sources*, que determina a forma da coleta;
- Tipo da amostragem: supercinética (quando a velocidade de retirada é maior que a do fluxo gasoso), subcinética (quando a velocidade de retirada é menor do que a do fluxo) e isocinética (velocidades iguais);
- Medição realizada na chaminé para identificação de cinzas volantes em fontes estacionárias;
- Tempo adequado de medição, pois, o mesmo varia em função da concentração de cinzas.

Dessa forma, seguindo as normas e métodos apresentados, é possível resumir o procedimento para obtenção da concentração de material particulado em três grandes etapas:

1. Realização da amostragem isocinética;
2. Cálculo do coeficiente de isocinética I ao final de cada corrida, que fornece a variação isocinética (90-110%);

3. Avaliação da taxa de emissão de material particulado. Para isso, são necessários os seguintes parâmetros: velocidade fluxo gasoso na chaminé (EPA nº 2), pressão barométrica, massa molecular gás seco (EPA nº 3) e umidade do gás (EPA nº 4);

4. Conjuntamente a outros parâmetros, obtém-se:  $E = C \times Q$ , onde:

E = Cálculo de emissão do material particulado

C = Concentração de material particulado ( $g/Nm^3$ )

Q = Vazão do gás seco na chaminé na TNTP ( $N m^3/h$ )

C = Massa do material particulado coletado / Volume do gás coletado nas CNTP ( $N m^3$ ).

Assim, a amostragem em chaminé foi realizada utilizando-se as normas da Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental - CETESB, conforme **Quadro 2.3** descrito a seguir:

**Quadro 2.3** – Determinações e normas necessárias à realização do experimento  
(CAB, 2004)

Determinação	Norma – CETESB
Localização dos pontos de amostragem e determinação dos números de pontos de medição na secção transversal.	L9.221 – determinação de pontos de amostragem em dutos e chaminés, de fontes estacionárias.
Velocidade e vazão dos gases.	L9.222 – dutos e chaminés de fontes estacionárias: determinação de velocidade e vazão dos gases.
Análise de Orsat ( $CO_2$ , $O_2$ , $CO$ e $N_2$ )	L9.223 – dutos e chaminés de fontes estacionárias: determinação da massa molecular seca e do excesso de ar do fluxo gasoso.
Umidade do gás (% volume)	L9.224 – dutos e chaminés de fontes estacionárias: determinação da umidade dos efluentes.
Material particulado (MP)	L9.225 – dutos e chaminés de fontes estacionárias: determinação de material particulado.

E praticada por meio de Amostrador Isocinético CIPA e conjunto de Pitot “S” (**Figura 2.2**) mostrados a seguir:



**Figura 2.2** – Coletor isocinético de poluentes atmosféricos para dutos e chaminés  
(ENERGÉTICA, 2004)

Os equipamentos foram devidamente calibrados na CETESB, conforme relatório comprobatório apresentado pela empresa de medição. A identificação dos relatórios por meio dos equipamentos pode ser facilmente encontrada através do **Quadro 2.4** abaixo:

**Quadro 2.4** – Relação de equipamentos calibrados por meio de normas da CETESB  
(CAB, 2004)

Equipamento	Marca	Certificado de Calibração
CIPA 03	Energética	CETESB ETQR 612/2004 de 29/11/2004
Pitot 3,0 – 277S	Energética	CETESB ETQR 563/2004 de 08/11/2004

A amostragem em chaminé, para determinação da concentração e taxa de emissão de material particulado em efluentes gasosos oriundos da caldeira de recuperação química, ocorreu por meio de vinte amostras distribuídas em datas e horários conforme mostra o **Quadro 2.5**.

**Quadro 2.5** – Distribuição das coletas nos dias, horários e seqüência de execução  
(CAB, 2004)

<b>Data</b>	<b>Coleta</b>	<b>Horário</b>
06/12/2004	Col 01	10:59 às 12:01
	Col 02	12:32 às 13:35
	Col 03	14:05 às 15:10
	Col 04	15:28 às 16:30
07/12/2004	Col 05	08:46 às 09:50
	Col 06	10:17 às 11:20
08/12/2004	Col 07	10:50 às 11:52
	Col 08	12:06 às 13:10
	Col 09	13:37 às 14:40
09/12/2004	Col 10	08:44 às 09:46
	Col 11	09:59 às 11:01
	Col 12	11:20 às 12:22
10/12/2004	Col 13	08:24 às 09:26
	Col 14	09:35 às 10:37
	Col 15	10:47 às 11:50
	Col 16	12:02 às 13:04
	Col 17	13:17 às 14:20
	Col 18	14:35 às 15:37
	Col 19	15:47 às 16:50
	Col 20	17:01 às 18:03

Nesse sentido, a amostragem utilizou os parâmetros de coleta necessários ao procedimento isocinético e apresentados pela empresa de amostragem como sendo:

- Dimensão da chaminé/duto;
- Área da chaminé/duto;
- Fator de correção do medidor e do Pitot “S”;
- Diâmetro da boquilha;

- Tempo de coleta;
- Pressão atmosférica;
- Pressão estática na chaminé/duto;
- Pressão absoluta na chaminé/duto;
- Temperatura ambiente;
- Temperatura na chaminé/duto;
- Temperatura do medidor;
- Volume do gás medido – medidor, chaminé, normal;
- Média das raízes pressão velocidade;
- Média das pressões do orifício;
- Massa molecular base seca e base úmida;
- Massa total de água coletada e,
- Massa total de material particulado.

Assim tornou-se possível a obtenção dos resultados de coleta para o efluente gasoso. Foram considerados também: velocidade, temperatura, umidade, vazão e vazão em base seca.

### **2.3.10 Tabulação e apresentação dos dados**

Nesta etapa, deve-se lançar mão de recursos manuais ou computacionais para se organizar os dados obtidos na pesquisa de campo. Neste caso, a pesquisa contou com um formulário simples elaborado pelo pesquisador para orientação dos operadores quanto aos pontos de atenção para a condução correta dos procedimentos, assim como, detalhamento da matriz experimental por variável e dias de execução.

### **2.3.11 Análise e discussão dos resultados**

Nesta etapa, deve ocorrer a interpretação e análise dos dados tabulados e organizados na etapa anterior. A análise deve ser feita para atender aos objetivos da pesquisa e para comparar e confrontar dados e provas com o objetivo de confirmar ou rejeitar a(s) hipótese(s) ou os pressupostos da pesquisa. Este item está detalhado no Capítulo 6 – O experimento industrial, contido neste trabalho.

### **2.3.12 Conclusão da análise e dos resultados obtidos**

Nesta etapa, já é possível sintetizar os resultados obtidos com a pesquisa. Deve-se explicitar se os objetivos foram atingidos, se a(s) hipótese(s) ou os pressupostos foram confirmados ou rejeitados. E, principalmente, ressaltar a contribuição da pesquisa para o meio acadêmico ou

para o desenvolvimento da ciência e da tecnologia. Este item está detalhado no Capítulo 7 – Conclusões e recomendações para trabalhos futuros.

### **2.3.13 Redação e apresentação do trabalho científico**

Nesta etapa o relatório de pesquisa, dissertação ou tese, deve ser redigido. Barrass (1977) argumenta que o texto deverá ser escrito de modo apurado, isto é, “gramaticalmente correto, fraseologicamente claro, terminologicamente preciso e estilisticamente agradável”. Normas de documentação da Associação Brasileira de Normas Técnicas – ABNT devem ser consultadas visando à padronização das indicações bibliográficas e a apresentação gráfica do texto. Normas e orientações específicas do Curso de Pós-Graduação também devem ser consultadas.

### **2.3.14 Limitações do Trabalho**

Werkema (1995), indica que para o uso de abordagem estatística no planejamento e na análise de um experimento, é necessário que as pessoas envolvidas na experimentação tenham, antecipadamente, uma idéia clara do que será estudado e da forma como os dados serão coletados. Também é desejável que se tenha pelo menos uma idéia qualitativa de como os dados serão analisados.

Dessa forma, faz-se necessário o conhecimento de um roteiro para a realização do experimento, assim como, das técnicas estatísticas para a análise. Esse aspecto foi dificultoso, pois, nenhum dos operadores, líderes ou supervisores apresentavam tais conhecimentos, havendo muitas vezes a impossibilidade de discussões em torno do assunto ou mesmo de entendimento do objetivo e proposta da experimentação.

Atribui-se ainda, a esse aspecto a dificuldade inicialmente encontrada na definição das variáveis e dos respectivos níveis, por parte dos líderes e operadores, assim como, a necessidade de se garantir a estabilidade dos níveis fatoriais. Passada esta fase, entende-se que essa dificuldade seja uma oportunidade de divulgação dessas técnicas através da apresentação e detalhamento deste trabalho a todo o corpo fabril.

Foi considerada ainda como limitação, a impossibilidade de verificação da calibração dos equipamentos, uma vez que os mesmos não foram manipulados pelo pesquisador e sim pela empresa de amostragem.

A calibração esteve garantida por meio de certificado de calibração do órgão competente, porém, em nenhum momento foi considerada a possibilidade de erros experimentais provenientes de ajustes de maquinário (*set* da caldeira = sistema supervisório) e equipamento (medidor isocinético, Pitot e filtros) ou mesmo cálculos laboratoriais (taxa de concentração do particulado). Assim, supõem-se que os valores oriundos das medições isocinéticas e ajustáveis foram confiáveis e ausentes de questionamentos.

Considerou-se ainda que, a caldeira de recuperação manteve as mesmas condições de funcionamento (limpeza, quantidade e momento de inserção dos sopradores, acúmulo de particulados nas paredes de passagem do gás e mesmo jogo de queimadores) durante todo o período de amostragem, assim como, o precipitador eletrostático no que diz respeito ao batimento dos marteletes e estabilidade dos parâmetros de entrada (variáveis espúrias).

## 3 A indústria de celulose e papel

Segundo divulgação realizada pela UNICAMP em 27 de janeiro de 2004 através do artigo *Meio ambiente – preocupação das pesquisas com papel*, a indústria de celulose e papel representa um dos mais expressivos setores industriais do mundo. A produção nacional de celulose de eucalipto (*Eucalyptus globulus*) responde pela metade da produção mundial desse tipo de fibra. A indústria de celulose e papel é importante para a economia da América do Sul devido à grande disponibilidade de recursos florestais. O Brasil e o Chile são os maiores produtores de celulose da região.

Diversas pesquisas desenvolvidas no Instituto de Química da Unicamp, e já patenteadas, indicam que o principal problema de poluição do setor está no branqueamento, com sérios danos para a natureza. As pesquisas são lideradas pelo químico Nelson Durán, do Departamento de Físico-Química, e estão sendo apresentadas ao setor produtivo pela Agência de Inovação da UNICAMP (Inova) com a proposta de prover solução para o descarte dos resíduos do papel nos rios (UNICAMP, 2005).

Os efluentes gerados pelo setor papeleiro no Brasil estão entre 30 e 100 metros cúbicos por tonelada de polpa. O ponto crítico da produção de papel acontece quando as polpas são branqueadas por compostos químicos. Nesse contexto, são apresentadas a seguir as principais etapas do processo produtivo da celulose (ABTCP, 1999) e em especial, uma abordagem sobre a etapa de polpação que utiliza, em substituição a soda cáustica e sulfeto de sódio do convencional processo *kraft*, a denominada soda antraquinona - “substância química ( $C_{14}H_8O_2$ ), derivada da palavra *anthraquinone* e normalmente utilizada como intermediário químico em processos produtivos” (HOUAISS, 2001). A utilização dessa substância como composto de deslignificação, caracteriza a criação de um novo processo químico denominado processo soda antraquinona.

### **3.1 O Processo produtivo da celulose**

Este novo processo, utilizado atualmente pela empresa Nobrecel, embora mais oneroso, é considerado, por especialistas do setor, como o mais adequado no que diz respeito ao controle de odores industriais, pois, dispensa maquinário específico para neutralização odorífera. (NOBRECEL, 2003). Por ser praticamente inovador no contexto brasileiro, a Associação Brasileira Técnica de Celulose e Papel – ABTCP ainda não o incorporou em sua distribuição e com isso, declara como convencional os processos que vão desde os puramente mecânicos até os totalmente químicos, porém, sem participação de  $C_{14}H_8O_2$ . Para a maioria das indústrias, com exceção das que empregam ciclos sem cozimento, a produção de celulose inicia-se pela picagem da madeira. Este procedimento é feito para facilitar a dosagem da madeira no digestor (equipamento em forma de vaso de pressão utilizado para o cozimento) e possibilitar uma impregnação mais abrangente dos produtos químicos de cozimento. É necessário, que os “cavacos” (madeira picada/cortada), tenham dimensões limitadas e uniformes (40 x 40 mm). No Brasil, os equipamentos mais utilizados para esse fim são os picadores de discos. Providos de diversas navalhas ajustáveis, transformam, em frações de segundos, toras inteiras de madeira em cavacos.

#### **3.1.1 Cozimento ou digestão**

O cozimento “consiste em se manter o material aquecido sob pressão e em contato com os químicos por um período necessário, para que a reação com os cavacos se complete” (ABTCP, 2002). Esse preparo ocorre nos chamados digestores, divididos normalmente em digestores por batelada e contínuos. Neste último, o material entra pelo topo e sai por meio da válvula de descarga (extremidade oposta). O tempo de permanência é regulado de acordo com o material e os químicos empregados.

No caso de cozimento em bateladas, o alimentador simplesmente lança o material no digestor até o limite especificado para o cozimento e os lotes carregados e descarregados a cada ciclo.

#### **3.1.2 Polpação**

A obtenção da pasta celulósica por meio de processo mecânico utiliza toras de madeira (ausência de cavacos), preferencialmente de coníferas. Essas toras são prensadas a úmido, contra um rolo giratório de superfície abrasiva, para serem reduzidas a uma pasta fibrosa denominada “pasta mecânica” (*groundwood*). Neste processo, com rendimento que varia de

93 a 98 %, não ocorre separação completa das fibras dos demais constituintes do vegetal, o que gera uma pasta barata e com aplicação limitada, pois, o papel produzido com ela tende a escurecer com certa rapidez, mesmo depois de passar pela etapa de branqueamento. Esse fato ocorre devido à oxidação da lignina residual – “polímero orgânico complexo que une as fibras celulósicas, aumentando a rigidez da parede celular vegetal, constituindo, juntamente com a celulose, a maior parte da madeira das árvores e arbustos” (HOUAISS, 2001).

A pasta mecânica pura ou em composição com outra, é muito usada para a fabricação de papel para jornal, revistas, embrulhos, toalete etc. Já os processos termomecânicos são considerados intermediários em relação aos que utilizam o cozimento, pois, a madeira, sob forma de cavacos, sofre um aquecimento com vapor (em torno de 140° C) provocando na madeira e na lignina uma transição do estado rígido para um estado plástico, seguindo para o processo de desfibramento em refinador a disco. A pasta obtida desta forma tem um rendimento um pouco menor do que no processo mecânico (92 a 95 %), mas resulta em celulose para a produção de papéis de melhor qualidade, pois, proporciona, entre outras coisas, maior resistência mecânica e melhor imprimabilidade.

No processo semiquímico ocorre adição de produtos químicos como agente catalisador da desfibragem. É conhecido pelo fato de adicionar baixa porcentagem de produtos químicos. O mais comum desses processos é conhecido na Europa pela sigla NSSC (*Neutral Sulphite Semi Chemical*), com rendimento que varia de 60 a 90%. Mesmo assim, a pasta derivada da *Thermo Mechanical Pulp* - TMP, vem ganhando espaço e atingindo percentuais de uso relativamente altos se comparados ao NSSC. Esta pasta é denominada pasta quimiotermomecânica ou *Chemo Thermo Mechanical Pulp* – CTMP. Possui como principal característica o pré-tratamento de sulfito de sódio realizado antes da desfibragem.

No processo químico – *kraft* a madeira, sob forma de cavacos, é tratada em digestores, com soda cáustica e sulfeto de sódio. É um processo químico que visa dissolver a lignina, preservando a resistência das fibras e obtendo-se dessa maneira uma pasta forte (*kraft* significa forte em alemão), com rendimento entre 50 a 60 %. Muito empregada na produção de papéis com alta resistência. Como é o caso das sacolas de supermercados, sacos para cimento etc.

O processo químico – sulfito é um processo onde os cavacos são cozidos em digestores com um licor ácido, preparado com compostos de enxofre (SO<sub>2</sub>) e uma base Ca(OH)<sub>2</sub>, NaOH, NH<sub>4</sub>OH etc. A pasta obtida desta maneira tem um rendimento entre 40 e 60 % e é de

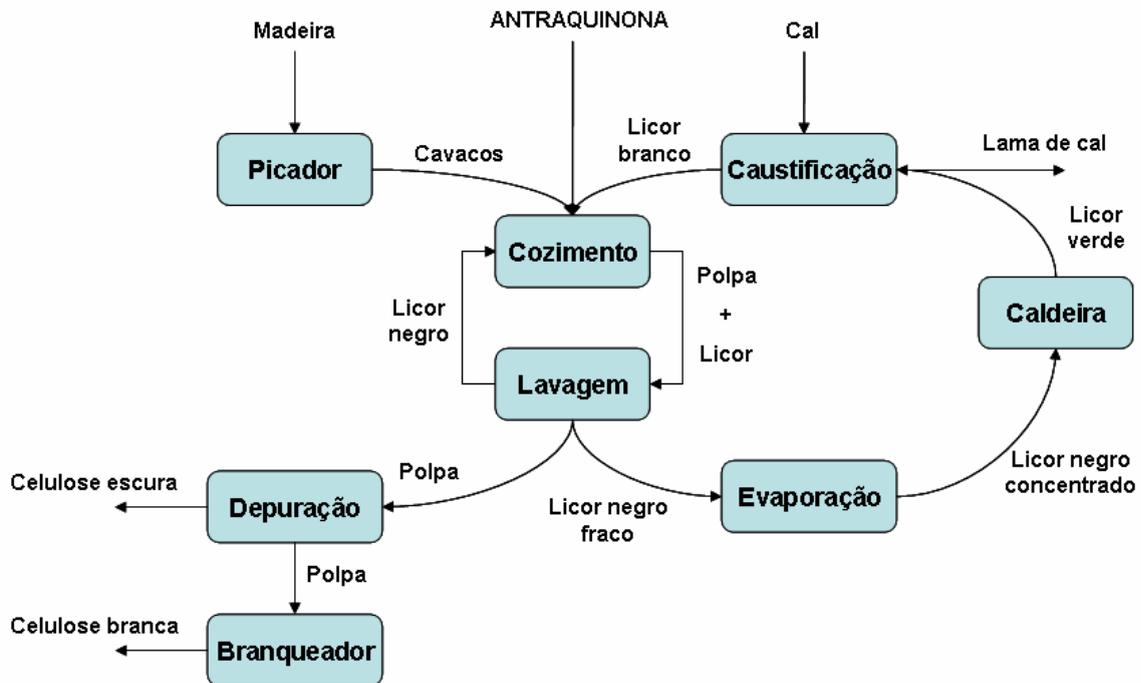
branqueamento muito fácil, apresentando uma coloração clara que permite o seu uso mesmo sem ser branqueada. Este processo, anteriormente muito utilizado para a confecção de papéis para imprimir e escrever, tem sido substituído pelo processo sulfato (principalmente após a introdução do dióxido de cloro no branqueamento), devido à dificuldade de regeneração dos produtos químicos e os consequentes problemas com a poluição das águas.

Já, nos processos químico – sulfato, utilizam-se os mesmos produtos químicos do processo *kraft*, mas as condições são mais fortes, isto é, emprega-se maior quantidade de sulfeto e de soda, além do cozimento ser feito por mais tempo e com temperaturas mais elevadas. É o processo mais usado no Brasil e se presta muito bem para a obtenção de pastas químicas com eucalipto, ou outras *hardwood*. Isso porque preserva a resistência das fibras e dissolve bem a lignina, formando uma pasta branqueável e forte. As celuloses (ou pastas de celulose) obtidas por esse processo não apresentam nenhuma restrição ao uso.

### **3.1.3 Separação, lavagem, depuração e espessamento**

Assim, antes da lavagem, ou seja, na descarga do digestor, os cavacos são lançados em um tanque, onde a queda de pressão violenta provoca a explosão dos cavacos. Os pedaços que não foram devidamente desfibrados (*shives*) são encaminhados para a etapa de depuração, onde serão separados da pasta por meio de peneiras de vários tipos e formatos. A depuração é feita em depuradores centrífugos (ou peneiras finas).

A etapa da lavagem tem o objetivo de separar, da melhor maneira possível, a massa cozida (pasta ou polpa celulósica) dos químicos e do licor negro (material não celulósico dissolvido) e concentrar o licor segregado para que esteja em condição de queima. Esta separação é feita em filtros rotativos especiais operados em série, com lavagem em contracorrente. A massa separada sofre espessamento (aumento da consistência) para posteriormente ser enviada ao branqueamento e à máquina de papel, se for o caso. A **Figura 3.1** apresenta o fluxo de fabricação da celulose, através do qual é possível observar a adição do licor branco e o descarte de licor negro (licor negro fraco, licor negro forte) e licor verde em todos os níveis de concentração.



**Figura 3.1** – Processo de fabricação da celulose (Adaptado de NOBRECCEL, 1998)

### 3.1.4 Branqueamento

Consiste basicamente, na remoção das substâncias que conferem cor à massa de celulose. Estas substâncias encontram-se associadas à lignina, representando apenas uma porção pequena em relação a ela. O branqueamento é realizado em três passos fundamentais:

- Deslignificação por oxidantes como: cloro, oxigênio e outros;
- Tratamento cáustico para remoção das cloroligninas solúveis em álcalis;
- Branqueamento propriamente dito por agentes fortemente oxidantes como: cloro, hipocloritos, peróxidos, dióxidos de cloro etc.

Por isso, é considerada a etapa de produção da celulose que provoca a maior preocupação ambiental, pois, mais de 3.000 substâncias e produtos químicos são gerados, principalmente no modelo convencional, em que o agente oxidante mais comum é o cloro. Várias mudanças foram e estão sendo feitas para minimizar os efeitos ambientais e ainda proporcionar uma celulose com alvura aceitável.

Porém, tradicionalmente, o branqueamento ainda começa com um tratamento da pasta com cloro, seguido por uma extração alcalina com soda cáustica, sendo aplicado, depois disso, uma série de combinações ou seqüências em que se alternam o dióxido de cloro, o hipoclorito e a soda cáustica.

Branqueia-se para se obter uma celulose mais estável (que não se altere com o tempo), que permita tingimento controlado, mas principalmente, na intenção de se obter um papel branco e como conseguinte, as vantagens que ele traz para a impressão.

Assim, esta etapa pode ser considerada como uma continuação da deslignificação iniciada no cozimento, utilizando-se para isso o cloro e seus compostos (hipoclorito e dióxido de cloro) e, ainda, a soda cáustica.

Na busca de alternativas processuais, alguns autores indicam a utilização do oxigênio na deslignificação e substituição de cloro por dióxido de cloro como forma de mitigar a geração de organoclorados (clorofórmio e dioxinas). Mas, infelizmente, ainda são encontrados obstáculos financeiros para sua aplicação.

### **3.1.5 Depuração adicional**

Por esse motivo, é comum após o branqueamento, ocorrer uma segunda depuração (depuração adicional) como forma de se eliminar as impurezas que ainda permaneçam na celulose. No caso de uso próprio, a celulose é enviada para a fábrica de papel, onde será refinada antes de ser utilizada para a produção de papel. Quando se trata de venda a terceiros, a celulose é enviada para a secagem.

### **3.1.6 Secagem**

A secagem da celulose pode ser feita de dois modos:

- Utilizando máquina tipo *fourdrinier*, para desaguamento e posterior secagem convencional, com secadores a vapor ou ar quente (*fläkt dryer*);
- Sistema *flash drying*, que consiste em secar a celulose com ar quente, contracorrente e posteriormente prensá-la em blocos.

Assim, ao final desta etapa, além do produto (celulose), são encontrados também, os subprodutos decorrentes das etapas anteriores. Ou seja, resíduos químicos de diversas composições e concentrações que foram sendo acumulados ao longo de cada etapa processual.

Como já previsto, dentre os resíduos o licor negro é o que possui maior importância, visto que seus componentes inorgânicos oferecem riscos em nível ambiental e humano.

Suas partículas precisam sofrer complexas e numerosas modificações físicas e químicas para que possam ser reaproveitadas ou mesmo transformadas em compostos com níveis de toxidez

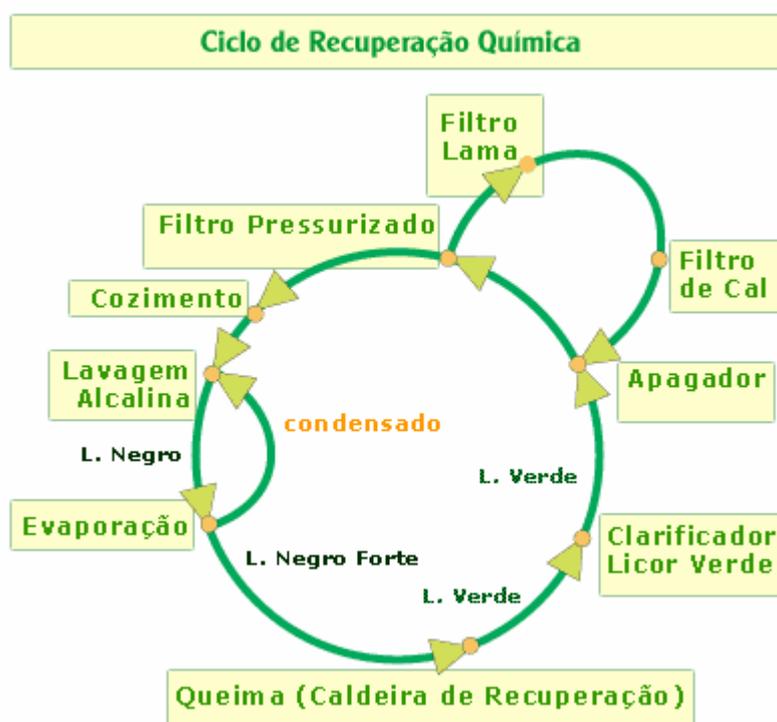
ambientalmente aceitáveis. Estas reações pertencem ao processo de recuperação química e são consideradas de suma importância.

### 3.2 O processo de recuperação química

O processo de recuperação química é fundamental nas modernas fábricas de celulose, pois, tem a finalidade de recuperar os produtos químicos usados no cozimento da madeira, viabilizando a fabricação de celulose em termos de custos e também em termos ambientais. O processo de recuperação química está intimamente ligado com a área de utilidades que gera vapor e energia elétrica para uso da fábrica (LWARCEL, 2005).

Alguns autores consideram este processo como “um conjunto de operações usadas em uma fábrica de celulose para a recuperação dos produtos químicos empregados no cozimento” (NOBRECCEL, 1998; CELULOSE *online*, 2005).

O Instituto de Pesquisas Tecnológicas do estado de São Paulo, juntamente com a Escola Theobaldo De Nigris (IPT e SENAI, 1988), consideram como parte integrante do processo: o ciclo de recuperação química (**Figura 3.2**) e outras seis etapas a saber:



**Figura 3.2** – Ciclo de recuperação química (LWARCEL, 2005)

**Tratamento de água da caldeira:** a estação de tratamento de água de caldeira – ETAC, utiliza água proveniente de poços semi-artesianos e é composta de sistemas de osmose reversa e trocador iônico de leito misto. O principal objetivo desta unidade é retirar os sais existentes na água, transformando-a em água ultrapura, que será utilizada nas caldeiras para a geração de vapor.

**Evaporação:** a função da evaporação é concentrar o licor negro oriundo do sistema de lavagem alcalina (concentração de 13% sólidos totais) até uma concentração em que ele se torne combustível (concentração de até 72% sólidos totais) e possa ser queimado na caldeira de recuperação. Durante o processo de concentração do licor negro, a água evaporada se transforma em condensado que, depois de tratado, será reutilizado. O processo de evaporação gera o metanol, um sub-produto que deverá ser concentrado e queimado em forno de cal ou em um incinerador.

**Caldeira de recuperação química:** este equipamento é ao mesmo tempo um reator químico e um gerador de vapor. O licor negro concentrado composto por materiais orgânicos (vindos da madeira) e inorgânicos (produtos químicos utilizados no cozimento) é injetado na fornalha através de bicos queimadores. A matéria orgânica queima e gera calor para produção de vapor. A fração inorgânica é extraída do fundo da câmara de combustão como um metal fundido e é composta normalmente de sulfeto de sódio (utilizado no cozimento) e carbonato de sódio. Portanto, nesta etapa tem-se um dos principais produtos utilizados no cozimento da madeira, ou seja, o sulfeto de sódio.

**Caldeira de biomassa:** também chamada de caldeira de força, tem como principal objetivo complementar a geração de vapor para a produção de celulose e energia elétrica da fábrica. Para isto, utiliza como principal combustível a biomassa. A biomassa é uma mistura de resíduos de madeira que foram rejeitados para a produção de celulose e resíduos de serrarias provenientes de fornecedores.

**Central elétrica:** a planta industrial também deve contar com um sistema de co-geração elétrica. O vapor gerado pela caldeira de força e caldeira de recuperação química deve alimentar normalmente dois turbo-geradores, para que o vapor de escape destes turbo-geradores garanta o suprimento de vapor para todos os processos da fábrica. Em alguns casos, para complementar a demanda de energia elétrica, ainda utiliza-se subestação de 138 kV ligada ao sistema elétrico nacional.

**Caustificação:** é através do processo de caustificação que se recupera o último produto químico do cozimento da madeira, ou seja, o hidróxido de sódio (soda). A primeira etapa consiste em adicionar cal virgem (CaO) na mistura de sulfeto de sódio e carbonato de sódio, advinda da caldeira de recuperação.

O carbonato de sódio reage com a cal virgem e transforma-se em soda. A seguir é demonstrada a reação de caustificação.



Nesta etapa, portanto, produz-se soda, o último componente do licor branco utilizado no cozimento da madeira. Porém, conforme observado na reação acima, há geração de carbonato de cálcio ou lama de cal (CaCO<sub>3</sub>).

Para que o ciclo de recuperação química atinja o máximo índice de reaproveitamento de produtos químicos ainda é preciso transformar o carbonato de cálcio (CaCO<sub>3</sub>) em cal virgem (CaO). O equipamento utilizado para esta finalidade é o forno rotativo de cal e a reação, a temperatura de 820 °C, que ocorre no interior deste equipamento é a seguinte:



A cal virgem retorna para o início do processo de caustificação e fecha-se o circuito de recuperação dos produtos químicos utilizados no cozimento da madeira.

**Sistema de controle de odor:** em algumas plantas produtivas, durante o processo de cozimento da madeira e recuperação dos produtos químicos, ocorre o desprendimento de gases mal cheirosos que podem causar perturbação ao bem estar das comunidades vizinhas. Com o intuito de minimizar o odor desagradável, utiliza-se normalmente um sistema que capta esses gases em diversas etapas do processo e os queima no forno de cal ou em um incinerador. As principais fontes geradoras destes gases são: a planta de evaporação do licor negro e o cozimento da madeira.

Alguns autores (NOBRECCEL, 1998; CELULOSE *online*, 2005), entendem que a recuperação química compreende não só a etapa do ciclo, mas sim um sistema complexo e composto tanto por equipamentos e processos quanto componentes.

Para o emprego desse sistema, esses mesmos autores, adotam a caldeira de recuperação química como o equipamento destinado a produzir vapor de água e abrigar as reações

químicas (processo de recuperação) iniciadas pela pulverização (por meio de bicos injetores) do licor negro (componente balizador do processo) no compartimento de combustão ou fornalha.

Este compartimento é considerado como o mais importante da caldeira de recuperação, uma vez que, tem por responsabilidade realizar:

- a) A desidratação do licor negro e queima dos compostos orgânicos com máxima eficiência de combustão;
- b) A redução da porção de substâncias químicas presentes, como por exemplo, compostos oxigenados de sódio e enxofre;
- c) A fusão dos compostos inorgânicos para sua contínua remoção da fornalha e;
- d) O condicionamento dos produtos de combustão para redução química e transporte dos gases efluentes.

Por fim, Mokfienski (2001), justifica a importância da recuperação através dos seguintes aspectos:

- a) A polpação não seria econômica sem a recuperação química;
- b) Os químicos de cozimento, normalmente, NaOH e Na<sub>2</sub>S, são muito raros para serem usados apenas em uma passagem (*a once-through basis*);
- c) A indústria de polpação é um ramo significativo da indústria química de compostos inorgânicos;
- d) O valor calorífico do licor negro, subproduto do processo de deslignificação, constitui-se numa das principais fontes de energia para a indústria. O licor negro contribui com mais de 50% do total de energia consumida pela indústria de celulose e papel;
- e) O processo de recuperação química também contribui significativamente no custo fixo do processo. Cerca de, 35% do custo do capital de uma moderna fábrica de celulose e papel, é atribuído ao processo de recuperação química.

### 3.2.1 Componente balizador do processo: licor negro

Para Cardoso (2002), o licor negro compreende, além do já sabido poder calorífico, outras propriedades físicas consideradas importantes e representativas para o processo de recuperação das substâncias imersas na sua composição.

A densidade, capacidade de elevação do ponto de ebulição, viscosidade (comportamento reológico), solubilidade dos compostos inorgânicos, tensão superficial e condutividade térmica, são exemplos dessas propriedades.

No tangente ao seu comportamento na unidade industrial, considera-se como essencial: fluxo de escoamento, a combustão, a transferência de calor e a pulverização adequada do licor.

Segundo Mokfienski (2001), a maior parte dos componentes do licor negro é encontrada na forma de sais orgânicos, como resultado da combinação entre a lignina, carboidratos, resinas e ácidos graxos com o álcali ativo do “licor branco” (NaOH e Na<sub>2</sub>S).

Nesse sentido, o autor descreve através da **Tabela 3.1** os valores de referência para composição orgânica do licor:

**Tabela 3.1** – Composição orgânica do licor negro (MOKFIENSKI, 2001).

Compostos orgânicos	Valores
Ligninas alcalinas	30-45
Hidroxi-ácidos (resultados da oxidação da glicose)	25-35
Extrativos	3
Ácido acético	5
Ácido fórmico	3
Metanol	1

Como no início do processo de recuperação, a concentração de licor ainda é baixa (impossibilidade de combustão), o licor deve passar pelo processo de evaporação onde a concentração subirá para taxas entre 55 a 63%.

São usados para este fim aparelhos chamados de evaporadores (ou efeitos) e concentradores. O licor negro é excelente fonte para recuperação de hidróxido de sódio e quando incinerado, a energia liberada é fonte de calor e supre, em grande parte, as necessidades de vapor da fábrica; porém, no início da fase de concentração, o licor negro possui de 13 a 15% de sólidos em diluição. Quantidade que deverá ao final da fase de concentração, atingir níveis entre 50 e

55%. Mokfienski (2001) evidencia (**Tabela 3.2**) os valores e características do licor negro contendo 16% de sólidos:

**Tabela 3.2** – Características do licor negro de eucalipto (MOKFIENSKI, 2001).

Características	Valores
Temperatura, ° C	80,00
Massa específica a 16°C, g/cm <sup>3</sup>	1,06
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> (como Na OH) g/l	37,40
NaOH (como NaOH), g/l	4,00
Na <sub>2</sub> S (como NaOH), g/l	7,40
Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (como NaOH), g/l	1,60
Outros compostos de Na (como NaOH), g/l	12,30
No total (com NaOH), g/l	63,50

Esses sólidos são representados pelos compostos orgânicos (lignina) combinados com sais de sódio. A composição do licor negro varia de fábrica para fábrica, ou mesmo de dia para dia, pois, está submetido à:

- a) Espécie da madeira utilizada no cozimento;
- b) Maneira pela qual o cozimento foi conduzido e,
- c) Composição e concentração do “licor branco” utilizado no cozimento.

Ainda deve ocorrer concentração posterior, em evaporadores de contato indireto (ou direto para processos antigos), para elevação de seus níveis. Nesta etapa, há formação e liberação (quando presentes na composição) de compostos reduzidos de enxofre, os chamados gases TRS (*Total Reduced Sulfur*).

A incineração desse licor concentrado é feita na caldeira de recuperação, com utilização dos gases da combustão para geração de vapor.

### 3.2.2 Processo: reações químicas

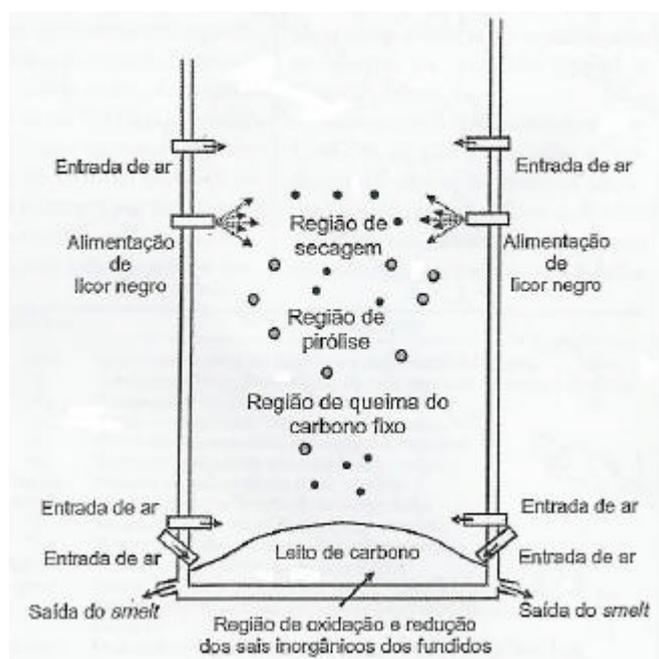
Como os primeiros estudos relativos à incineração do licor surgiram somente a partir de 1980, nem todos os fenômenos envolvidos neste processo foram ainda completamente descritos. Na literatura vários autores afirmam que a queima do licor negro pode ser dividida em distintas etapas, que podem ou não, ocorrer de forma sequencial (COSTA *et al*, 2004). São elas:

- **Secagem**: caracterizada pela eliminação da água residual presente nas partículas de licor negro;

- **Pirólise:** caracterizada pela grande liberação de gases, que em sua maioria são combustíveis (TRS, H<sub>2</sub>S, CH<sub>3</sub>SH, CH<sub>3</sub>SCH<sub>3</sub>, CH<sub>3</sub>S<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>, SO<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> e H<sub>2</sub>O), e pelo aparecimento de chamas nas partículas de licor negro;
- **Queima de carbono fixo:** caracterizada pelo desaparecimento das chamas e pela eliminação do carbono residual presente nas partículas de licor negro;
- **Oxidação e redução dos sais inorgânicos:** caracterizada pelas reações de recuperação do Na<sub>2</sub>S e pela formação de *smelt* (sais inorgânicos fundidos) no interior do leito de carbono.

Mokfienski (2001) considera que, os compostos orgânicos devem ser completamente queimados, para que gerem calor suficiente para aquecimento da tubulação disposta acima da fornalha e a água circulada por esta tubulação, com calor e pressão controlados, transformar-se em vapor. Este vapor, como já citado, tem papel fundamental em todo o processo produtivo e torna-se economicamente viável, do ponto de vista de energético, pois, evita a aquisição de energia por meio de concessionárias.

Com base nos demais autores da literatura que trataram este assunto, Costa *et al* (2004) constata ainda que, cada uma dessas transformações acontece, predominantemente, em regiões distintas da fornalha da caldeira de recuperação como mostrado pela **Figura 3.3**.



**Figura 3.3** – Fornalha da caldeira de recuperação e das regiões onde ocorrem as diferentes transformações físico-químicas do licor negro (COSTA *et al*, 2004)

Além dos fenômenos já citados, outras reações químicas paralelas são percebidas e, como resultado, ocorre a formação de material particulado no interior da fornalha da caldeira de recuperação. Este material é composto por partículas secas de licor negro e por cinzas químicas que são arrastadas pelo ar de combustão para fora da fornalha. O material particulado fica retido nas superfícies de troca térmica, na parte superior da caldeira, ou é recolhido por precipitadores eletrostáticos que usualmente operam com eficiência superior a 90%. Os principais componentes das cinzas são o  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  e o  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .

Alguns autores (JOKINIEMI *et al*, 1996; LEFEBVRE e SANTYR, 1992 *apud in* Costa *et al*, 2004), afirmam que a formação das cinzas ocorre, predominantemente, durante a secagem do licor, durante a queima do carbono fixo e como resultado de reações entre o ar de combustão e substâncias liberadas pelo *smelt*.

O primeiro autor acredita que o mecanismo de formação das cinzas químicas não é ainda totalmente conhecido, pois, acredita que a formação das cinzas depende das características físicas e operacionais da caldeira, bem como, da composição elementar do licor negro. O material particulado que se deposita nas superfícies de troca térmica da caldeira causa a diminuição da eficiência térmica do equipamento. Além de causar a redução da quantidade e da qualidade do vapor superaquecido produzido, estes depósitos podem danificar seriamente a caldeira de recuperação já que promovem a corrosão de seus tubos ou ainda, a obstrução das passagens de ar.

Costa *et al* (2004) ainda citam que, modificações efetuadas nos sistemas de recolhimento de material particulado instalados ao longo do equipamento, podem amenizar os problemas associados ao aparecimento de incrustações. Porém, cada vez mais se deseja uma taxa maior de queima de licor negro, o que acaba por acarretar uma maior formação de cinzas químicas, aumentando assim, os depósitos de material sólido nas caldeiras. Neste sentido, indicam que monitorar e controlar a formação e o depósito de material particulado em caldeiras de recuperação se apresenta como um desafio constante na rotina operacional das fábricas. Nesse sentido, Mokfienski (2001) indica a utilização de sopradores de ar durante a operação da caldeira como meio de limpeza de dinâmica.

Embora os motivos apresentados pelo autor possam ser considerados aplicáveis à maioria dos casos, Costa *et al* (2004) ressaltam que, “em casos de estudos empíricos, as informações obtidas devem ser investigadas com o objetivo de se verificar se podem ser extrapoladas para outras caldeiras de recuperação”.

O problema encontrado na utilização desses mecanismos refere-se ao fato da inserção de sopradores de ar poder provocar reações com excesso de ar, ou seja, combustão industrial com excesso de ar. Para que ocorra combustão, são necessárias três condições básicas: a presença do combustível, a presença de oxigênio e uma fonte de calor para iniciar o processo de combustão.

Para análise da combustão, é necessário conhecer as proporções em peso ou em volume com os quais os combustíveis reagirão com o oxigênio. Estes dados são fornecidos pelas equações das reações químicas existentes no processo de combustão.

A combustão é considerada completa quando todo combustível é queimado e a quantidade de oxigênio para a queima for exata. Por exemplo, na combustão de  $C + O_2$  que resulta em  $CO_2 + \text{calor}$ , ocorre combustão completa porque a quantidade de oxigênio foi exata para queimar todo o carbono, transformando-se em  $CO_2$ , sem resultar oxigênio nos gases de combustão.

Em outros casos, pode ocorrer a denominada combustão com excesso de oxigênio, ou seja, quando a proporção entre combustível e oxigênio é tal que todo o combustível é queimado e ainda assim ocorre sobra de oxigênio nos gases da combustão. Por exemplo,  $C + 2 O_2$  que resulta em  $CO_2 + O_2 + \text{calor}$ . Ainda são percebidos casos de combustão com falta de oxigênio, combustão incompleta. Embora, a queima seja feita através do oxigênio puro, a utilização deste componente, nestas condições, é economicamente inviável, o que faz do ar atmosférico uma fonte natural de obtenção de oxigênio. No tangente à combustão industrial, poderá ocorrer combustão com quantidade exata de ar, com excesso ou falta (SENAI, 1988).

A combustão com quantidade exata de ar ocorre quando a mistura de combustível e ar estiver em proporção tal que, todo o combustível seja queimado e a quantidade de ar para realizar a queima for exata. Estudos relatam que esta condição de combustão é praticamente remota de ocorrer empiricamente, devido à dificuldade de se obter uma boa mistura entre o combustível e o ar atmosférico.

Portanto, na prática, a combustão de ar só será possível com uma porcentagem de excesso de ar para determinada quantidade de combustível, porém, criteriosamente controlada e analisada durante o processo, para que se saiba qual a quantidade ideal de excesso a ser introduzido na queima e quais as correções necessárias.

Com os instrumentos analisadores, ORSAT ou FYRITE, ou ainda, um analisador contínuo, poderão ser obtidas as porcentagens de  $O_2$  e  $CO_2$  em volume nos gases de combustão. Para cada combustível é possível traçar curvas que indicam a porcentagem de excesso de ar em

função da porcentagem de  $O_2$  e  $CO_2$  nos gases de combustão. A tabela e o ábaco são considerados fontes de consulta para a identificação dos valores de excesso de ar encontrados nos gases da combustão e conseqüente perda de combustível no processo.

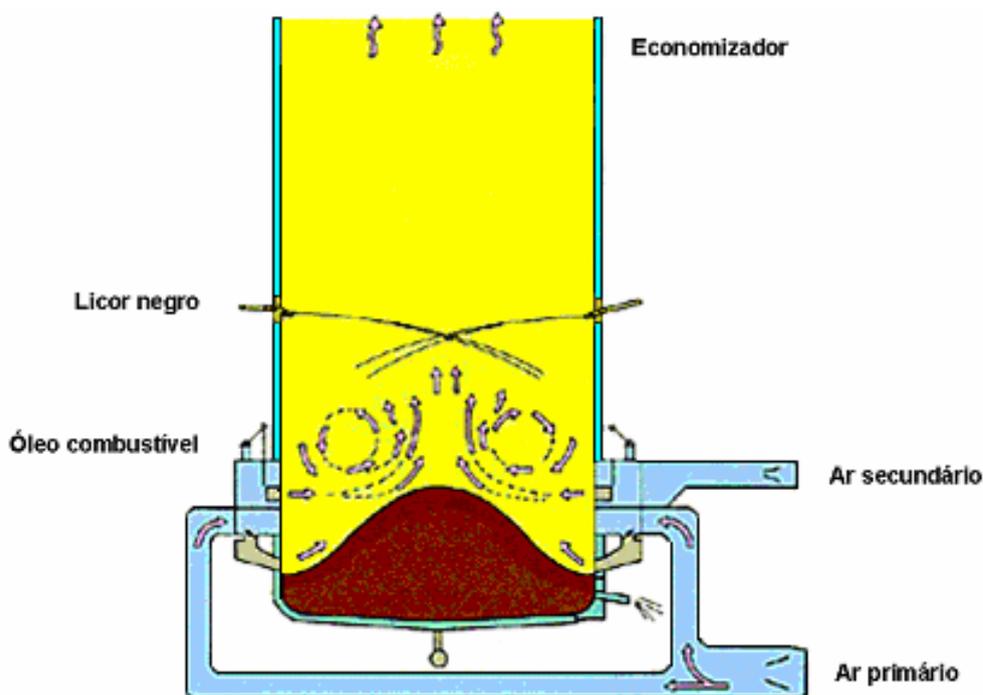
Conclui-se portanto, que o excesso de ar, muito além da quantidade teórica necessária numa combustão, fará com que parte do calor liberado na combustão seja transferido para aquecer o excesso de ar, ocasionando redução da temperatura da chama e, como conseqüência, a diminuição do rendimento do processo. A combustão com insuficiência de ar (quantidade menor que a teoricamente necessária) pode também trazer danos ao rendimento do processo, uma vez que, com um menor número de moléculas de oxigênio, a combustão será incompleta, ocorrendo novamente o desperdício de oxigênio.

Na prática, a combustão incompleta pode ser identificada por diversos fatores, tais como:

- Presença de CO na análise dos gases da combustão;
- Excesso de fumaça na atmosfera da fornalha;
- Formação de “fumaça negra” na chaminé;
- Necessidade do aumento da vazão de óleo em conseqüência da diminuição da temperatura da fornalha, uma vez que a liberação de calor é em função da reação do oxigênio com o combustível;
- Diminuição de temperatura na fornalha.

### 3.2.3 Equipamento: caldeira de recuperação química

A caldeira de recuperação química (*Figura 3.4*) pode ser comparada a uma caldeira de energia, cujo combustível é o licor negro. Numa caldeira de energia, o objetivo é produzir vapor economicamente viável e, na caldeira de recuperação de licor negro, além de produzir vapor nas mesmas condições, por meio do poder calorífico do licor, deve ocorrer recuperação dos materiais inorgânicos em forma de fundido (*smelt*). Este fundido será posteriormente transformado em soda e reaplicado ao processo (NOBRECCEL, 1998).



**Figura 3.4** – Esquema simplificado de uma caldeira de recuperação sem ar terciário (NOBRECCEL, 1998)

Para Pinto *et al* (1990) a caldeira de recuperação é um equipamento fundamental no processo de produção da celulose. Sua operação é considerada bastante complexa em função de possuir:

- a) Múltiplos objetivos:
  - Recuperação de soda na forma adequada para regeneração do licor de cozimento;
  - Aproveitamento eficiente de calor gerado pela queima do licor, transformando-o em vapor para o processo global;
  - Controle e emissão de poluentes dentro dos padrões ambientais.

b) Características especiais:

- Queima combustível aquoso. O licor negro concentrado que deverá ser queimado ao entrar na fornalha, contém uma quantidade razoável de água, a ser evaporada antes da combustão. Deve permitir a desidratação do licor, enquanto mantém uma queima estável;
- Necessita de zona de redução para reduzir materiais inorgânicos do licor, o que é obtido pelo controle da distribuição do ar. Adiciona-se na soleira da fornalha, somente uma parte do ar necessário para a combustão completa, sendo o restante, introduzido na parte superior da fornalha que vem a ser a zona de redução;
- O material inorgânico da fornalha deve ser escoado como fundido, em direção ao tanque de dissolução (tanque de licor verde). O fundido deve ser desintegrado para evitar explosão no tanque de dissolução.

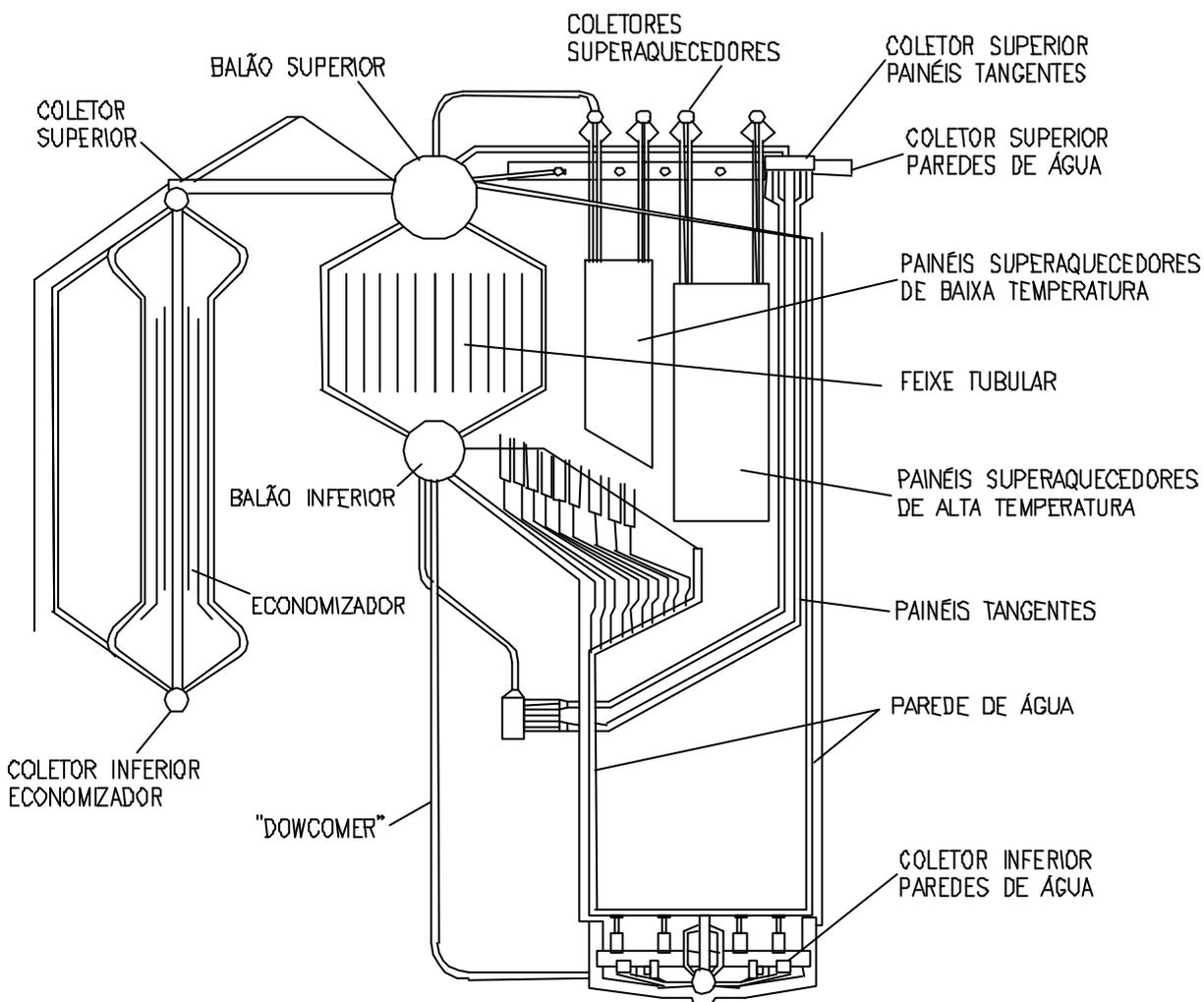
c) Compartimentos específicos para unidade de recuperação (*Figura 3.3*):

- Fornalha, onde a combustão é efetuada, contendo paredes refrigeradas por água, super aquecedores, caldeira e economizador. Pode conter vários sistemas para aproveitamento do calor;
- Ar introduzido em vários níveis da fornalha, de preferência, pré-aquecido para garantir combustão estável, com controle quantidade e de velocidade;
- Fundido com densidade apropriada de forma que escoe da fornalha e caia por gravidade em tanques de dissolução;
- Equipamentos para remoção de fuligens (sopradores para cinzas).

É importante ressaltar que, a caldeira de recuperação oferece risco de acidentes, caso não esteja operacionalmente adequada ou com equipe devidamente treinada para a manipulação de seus parâmetros. Portanto, exige mão-de-obra especializada e uso de equipamentos de proteção (individuais e coletivos) para manipulação. São considerados pontos de atenção: suas partes em movimento, produtos químicos, alta temperatura, alta pressão, equipamentos energizados e fundido-água. A maioria dos acidentes em caldeiras de recuperação ocorre do contato fundido-água. O fundido pode entrar em contato com a água de refrigeração da bica e, com isso, ocorrer explosão (NOBRECCEL, 1998).

### Objeto de estudo: caldeira STEIN ET Roubaix Espanhola

A caldeira em estudo reflete fielmente o desenho original, não havendo nenhuma modificação que venha caracterizar alteração de projeto (*Figura 3.5*). Partes deterioradas pelo uso ou pelo tempo ou devido ao processo de desmontagem, foram inteiramente recompostas no Brasil.



**Figura 3.5** – Croqui da caldeira de recuperação química (NOBRECEL, 1998)

O combustível principal da caldeira é o licor negro, a ser alimentado com a concentração de 55% no evaporador de cascata. A mínima carga para a queima isolada do licor negro é de 62% da carga máxima da caldeira. Abaixo deste valor haverá necessidade de adição de óleo combustível para a estabilização da queima. O combustível de partida deverá ser preferencialmente o óleo 3A, que entrará em combustão através do ignitor a gás GLP.

O sistema de óleo 3A tem capacidade para geração de até 32.500 kg/h de vapor, utilizando os queimadores inferiores e/ou superiores. O sistema de óleo 7A está previsto para gerar até 45.000 kg/h, podendo também haver utilização dos queimadores inferiores e/ou superiores.

Os queimadores inferiores estão previstos para o óleo 3A e os superiores para o óleo 7A. O sistema de óleo diesel será utilizado para a limpeza da tubulação quando da interrupção de uma operação. Serão injetados em pontos estratégicos da tubulação de óleo. Esta caldeira possui sistema automático de drenagem rápida, acionado por meio de sistema de controle computadorizado. O sistema de supervisão e controle SDCD, adotado para esta caldeira, é o mais moderno existente atualmente para equipamentos desta categoria e será utilizado como mecanismo de ajuste dos níveis de controle das variáveis independentes.

### **3.3 O processo de abate de efluentes gasosos**

Relatos apresentados pelo Projeto Controle Ambiental no Estado de Pernambuco em 1998, indicam a caldeira de recuperação como uma das principais fontes de emissão de efluentes gasosos dentre as demais (forno de cal, a caldeira de geração de vapor e o tanque de dissolução). Ressalta também a necessidade de medidas de controle sobre emissões atmosféricas ainda dentro do processo da recuperação, de forma que, o sistema de abate não seja sobrecarregado. Para isso, determina que a caldeira de recuperação química deva:

- Operar próxima da sua capacidade operacional;
- Possuir sistema de distribuição de ar com válvulas ou registros para sua regulação;
- Dispor de visores da câmara de combustão;
- Possuir instrumentação básica para registrar quantidade, pressão e temperatura do ar, concentração de TRS, CO e CO<sub>2</sub>;
- Ter altura suficiente para permitir boa dispersão.

Segundo informações da CETESB, a avaliação dos problemas de contaminação do ar teve início nas áreas próximas de fontes industriais, passando pela avaliação de emissões nos grandes centros urbanos, pelo transporte entre regiões, até chegar a avaliação de contaminações em escala global como, os efeitos da poluição sobre a camada de ozônio na estratosfera, atualmente relacionada às alterações climáticas no planeta. As fontes emissoras de contaminantes atmosféricos são classificadas em estacionárias ou móveis. As principais fontes estacionárias estão ligadas aos processos de combustão decorrentes da produção industrial, de usinas termelétricas ou da queima de resíduos sólidos, em serviços urbanos de tratamento de resíduos. Quanto às fontes móveis, são representadas, principalmente, pelos veículos automotores.

Classicamente os poluentes atmosféricos são divididos em duas categorias: poluentes primários, quando emitidos diretamente pelas fontes e poluentes secundários, formados por reações químicas entre poluentes primários e outros constituintes da atmosfera (CARNEIRO, 2004). A determinação sistemática da qualidade do ar deve limitar-se a um número restrito de contaminantes, definidos em função de sua importância e dos recursos materiais e humanos disponíveis, constituindo-se nos indicadores da qualidade do ar consagrados universalmente (CETESB, 2002).

No estado de São Paulo, a agência de controle ambiental, Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental – CETESB, estabelece a qualidade do ar por meio da presença ou não, dos seguintes compostos:

- a. Partículas totais em suspensão (PTS): de composição variada, incluindo metais pesados. Material sólido ou líquido suspenso no ar na forma de poeira, neblina, aerossol, fumaça, fuligem, com dimensões inferiores a 100  $\mu\text{m}$ . São produzidas por indústrias, veículos, suspensão do solo e queimadas;
- b. Material particulado ou partículas inaláveis ( $\text{MP}_{10}$ ): material sólido ou líquido suspenso no ar, na forma de poeira, neblina, aerossol, fumaça, fuligem, com dimensões inferiores a 10  $\mu\text{m}$ . São produzidos nos processos de combustão industriais e veiculares;
- c. Dióxido de enxofre ( $\text{SO}_2$ ): gás incolor, de odor forte. Precursor dos sulfatos e um dos principais componentes das partículas inaláveis ( $\text{MP}_{10}$ ). É produzido na queima de óleo combustível, em refinarias de petróleo e indústrias de papel. É o principal responsável por doenças respiratórias provocadas por poluentes atmosféricos e pelo agravamento de doenças cardíacas;
- d. Dióxido de nitrogênio ( $\text{NO}_2$ ): gás marrom avermelhado, de odor forte e irritante. Pode levar à formação do ácido nítrico, nitratos e compostos orgânicos tóxicos. Produzido na combustão veicular, em processos industriais e de incineração, em condições de temperaturas elevadas. Favorece a ocorrência de infecções respiratórias e provoca danos à vegetação, em decorrência da formação de chuva ácida. Além do  $\text{NO}_2$ , outros óxidos de nitrogênio fazem parte do grupo genericamente chamado de  $\text{NO}_x$ , tais como: o óxido nítrico ( $\text{NO}$ ), que se destaca na ciclagem do nitrogênio, e o  $\text{N}_2\text{O}$ , que é tóxico e precursor do  $\text{NO}_2$ ;
- e. Monóxido de carbono ( $\text{CO}$ ): gás incolor, inodoro, insípido, formado na combustão incompleta de veículos. Na presença de oxigênio molecular, forma o dióxido de carbono,

que contribui com o “efeito estufa”, responsável pela elevação das temperaturas do planeta;

- f. Ozônio (O<sub>3</sub>): poluente secundário, formado por ação fotoquímica, a partir dos óxidos de nitrogênio. Gás incolor e inodoro nas concentrações ambientais. Provoca irritação dos olhos e das vias respiratórias, além de causar danos a plantios e vegetação em geral (CETESB, 2002).

Quanto ao item b, ou seja, “material particulado ou partículas inaláveis (MP<sub>10</sub>)”, é importante destacar que esta titulação representa a segunda categoria de material particulado apresentada por Saldiva *et al* (2002): partículas derivadas da combustão de fontes móveis ou estacionárias. Os autores apresentam ainda que, o termo material particulado é genericamente conhecido como “uma mistura de partículas sólidas ou líquidas em suspensão e com composição e tamanho dependentes da fonte de emissão”.

Porém, indicam que o tamanho das partículas é expresso em relação ao seu tamanho aerodinâmico, definido como o diâmetro de uma esfera densa que tem a mesma velocidade de sedimentação que a partícula em questão. Em geral, as partículas podem ser divididas em dois grupos:

- Partículas grandes, com diâmetro entre 2,5 e 30 µm, também chamadas "tipo grosseiro" (*coarse mode*), de combustões descontroladas, dispersão mecânica do solo ou outros materiais da crosta terrestre, que apresentam características básicas, contendo silício, titânico, alumínio, ferro, sólido e cloro. Pólenes, esporos e materiais biológicos, também se encontram nesta faixa;
- Partículas derivadas da combustão de fontes móveis e estacionárias, como automóveis incineradores e termoelétricas, em geral, são de menor tamanho, apresentando diâmetro menor que 2,5 µm (*fine mode*) e tem maior acidez, podendo atingir as porções mais inferiores do trato respiratório, prejudicando as trocas gasosas. Entre seus principais componentes encontram-se o carbono, chumbo, vanádio, bromo e os óxidos de enxofre e nitrogênio, que na forma de aerossóis (uma estável mistura de partículas suspensas em um gás), são a maior fração de partículas finas.

De acordo com Carneiro (2004), outros contaminantes são, também, indicados como importantes modificadores da qualidade do ar, entre os quais se destacam:

- a) Compostos orgânicos voláteis (VOCs) e hidrocarbonetos: formados a partir de eventos naturais, na decomposição e queima de matéria orgânica ou eventos antrópicos, na

combustão incompleta de combustíveis fósseis, evaporação de solventes e de combustíveis armazenados;

- b) Poluentes metálicos: chumbo (Pb) presente na gasolina, Mercúrio (Hg) e aqueles despreendidos durante a queima de carvão mineral, ou em processos industriais envolvendo temperaturas elevadas;
- c) Gás fluodrídrico (HF) e demais fluoretos gasosos: emitidos pelas indústrias de fertilizantes, na produção do alumínio e em refinarias de processamento de matérias-primas que contenham flúor, em altas temperaturas. São irritantes respiratórios e com ação desfoliante sobre a vegetação.

Em 1970, a agência responsável pela proteção ambiental nos Estados Unidos da América - USEPA (*US Environmental Protection Agency*) identificou como principais poluentes atmosféricos o ozônio (O<sub>3</sub>), o dióxido de nitrogênio (NO<sub>2</sub>), o dióxido de enxofre (SO<sub>2</sub>), o monóxido de carbono (CO) e o material particulado inalável (partículas com diâmetro menor ou igual a 10 µm que podem atingir as vias aéreas inferiores). Em junho de 1997 foi estipulado um novo padrão para partículas inaláveis, o PM<sub>2,5</sub>.

Além dos padrões definidos, a USEPA, estabeleceu (**Tabela 3.3**) ainda o Padrão de Qualidade do Ar Ambiente - NAAQS (*National Ambient Air Quality Standard*) para catalogar outros componentes poluidores como hidrocarbonetos, aldeídos e metais pesados e com isso proteger a saúde da população em geral (ARBEX, 2001).

**Tabela 3.3** – Padrões de qualidade do ar estipulado pela USEPA (ARBEX, 2001)

Poluentes	Padrões Primários	Tempo Médio
O <sub>3</sub>	235 µg/m <sup>3</sup>	Média máxima diária de 1 hora
SO <sub>2</sub>	80 µg/m <sup>3</sup> 365 µg/m <sup>3</sup>	Média aritmética anual Nível máximo em 24 horas
NO <sub>2</sub>	100 µg/m <sup>3</sup>	Média aritmética anual
CO	10 µg/m <sup>3</sup> 40 µg/m <sup>3</sup>	Média máxima de 8 horas Nível máximo em 1 hora
PM <sub>10</sub>	50 µg/m <sup>3</sup> 150 µg/m <sup>3</sup>	Média aritmética anual Nível limite para 24 horas
PM <sub>2,5</sub>	15 µg/m <sup>3</sup> 65 µg/m <sup>3</sup>	Média aritmética anual Nível limite para 24 horas

Arbex (2001) aponta, as Partículas Totais em Suspensão (termo originário de *Total Suspended Particulate* – TSP) e a Fumaça Britânica (*British Smoke* – BS), como os dois padrões

mundiais mais utilizados na identificação do material particulado e, a resolução estabelecida pelo Governo do estado de São Paulo, como o padrão de medida nacional.

O TSP foi utilizado até 1987 nos Estados Unidos da América como a medida de referência padrão para material particulado com partículas de até 100  $\mu\text{m}$  e o BS na Grã Bretanha e demais países europeus, como uma medida de concentração de partículas menores comparáveis ao  $\text{PM}_{10}$ . Sua medida se faz através da medida das partículas escuras coletadas em filtros e da determinação de sua reflexão. As partículas escuras tendem a ser mais finas.

No Brasil, o governo do estado de São Paulo, em 1976, através do decreto estadual número 8468, regulamentou alguns padrões para a qualidade do ar. Em 28/06/1990, estes padrões foram ampliados em âmbito nacional e transformados em resolução, pelo Conselho Nacional do Meio Ambiente - CONAMA. Essa resolução estabelece dois tipos de padrões de qualidade do ar:

- Padrões primários de qualidade do ar: concentrações que quando ultrapassadas, poderão afetar a saúde da população exposta (pode-se entender como padrões máximos toleráveis). Aplicáveis para curto e médio prazo.
- Padrões secundários de qualidade de ar: se prevê o mínimo efeito adverso sobre o bem-estar da população, bem como o mínimo dano à fauna, à flora e ao meio ambiente em geral. Aplicáveis para longo prazo.

A mesma resolução do CONAMA regulamentou os níveis dos seguintes poluentes: partículas totais em suspensão (partículas com menos de 100  $\mu\text{m}$ ), dióxido de enxofre, monóxido de carbono, ozônio, fumaça (fuligem), partículas inaláveis, e dióxido de enxofre. Os padrões primários e secundários de qualidade do ar utilizados em âmbito nacional e no Estado de São Paulo são vistos na **Tabela 3.4** (CETESB, 1997). O padrão de qualidade do ar, adotado no Brasil, não faz referência ao  $\text{PM}_{2,5}$ .

**Tabela 3.4** – Padrões nacionais de qualidade do ar – resolução do CONAMA de 28/06/90  
(CETESB, 1997)

Poluentes	Padrão primário ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	Padrão secundário ( $\mu\text{g}/\text{m}^3$ )	Amostragem
O <sub>3</sub>	160	160	1 hora <sup>(1)</sup>
CO	10.000 (9 ppm)	10.000 (9 ppm)	8 horas <sup>(3)</sup>
SO <sub>2</sub>	80	40	MAA <sup>(2)</sup>
Fumaça	150	100	24 horas <sup>(1)</sup> MAA <sup>(2)</sup>
Partículas Totais em Suspensão (PTS = TSP)	240 80	150 60	24 horas <sup>(1)</sup> MGA <sup>(3)</sup>
NO <sub>2</sub>	320 100	190 100	1 hora <sup>(1)</sup> MAA <sup>(2)</sup>
PM <sub>10</sub>	150 50	150 50	1 hora <sup>(1)</sup> MAA <sup>(2)</sup>

- (1) Não deve ser excedido mais que uma vez ao ano  
(2) MAA – média aritmética anual  
(3) MGA – média geométrica anual

É oportuno ressaltar que a determinação da EPA para controle de partículas menores ou iguais a 10  $\mu\text{m}$  (PM<sub>10</sub>), também chamada de partículas inaláveis, se baseou no fato de que estas são as partículas que podem atingir as vias respiratórias inferiores, e não na sua composição química. Este material particulado inalável apresenta uma característica importante que é a de transportar gases absorvidos em sua superfície até as porções mais distais das vias aéreas, onde ocorrem as trocas de gases no pulmão (SALDIVA *et al*, 2002).

### 3.3.1 Componente balizador: material particulado em suspensão

Segundo Almeida (1999), o material particulado em suspensão (MPS) é um termo genérico para uma grande classe de substâncias químicas existentes na atmosfera na forma de partículas. Fisicamente, apresentam-se como partículas sólidas ou líquidas, sob uma extensa gama de tamanhos.

Segundo Landsberger e Biegalski (1995), as partículas em suspensão ou material particulado em suspensão, são formados por uma combinação de frações sólidas e/ou líquidas no ar ambiente. Vasconcellos (1996) define o material particulado em suspensão como sendo qualquer substância, exceto água pura, que existe no estado sólido ou líquido na atmosfera e

que, sob condições normais, possui dimensões microscópicas a submicroscópicas, mas, maiores do que as dimensões moleculares.

A UNEP/WHO (1994) define o termo MPS como um conjunto de partículas sólidas e líquidas suspensas e dispersas no ar. As propriedades dessas partículas variam em composição química, morfologia (tamanho/forma), parâmetros ópticos (cor/espalhamento da luz) e características elétricas (carga/resistência).

### **3.3.2 Processo: abate de material particulado**

Atualmente a filtragem de material particulado e/ou gases, aplicáveis na grande maioria dos processos industriais, exigem instalações complexas que devem atender às mais rígidas exigências de proteção do meio ambiente (DARMA, 2005). Os equipamentos que fazem parte da linha de filtragem variam conforme sua aplicação e podem ser encontrados em diversos modelos e formatos. Dividem-se em categorias que proporcionam alternativas de escolha do sistema coletor e de limpeza, para atender às mais variadas aplicações e especificações. Podem obter vazões de milhões de  $m^3/h$ , como é o caso dos filtros eletrostáticos. Selecionados através de computador, esses filtros são projetados para atingir eficiências superiores a 99% e temperaturas de até  $400^\circ C$ , com perda de carga máxima de 12 mmca. As suas principais aplicações são encontradas em: usinas termoelétricas (na caldeira a óleo ou carvão de alta ou baixa porcentagem de enxofre), cimentarias (em fornos de via seca ou úmida, moinhos), siderurgia (em alto forno, sinterização, coqueria, escarfaagem), metalurgia e mineração (em processos de produção de alumínio, cobre, zinco, chumbo etc), celulose e papel (em caldeiras de recuperação), química e petroquímica (em plantas de ácido sulfúrico, unidades de craqueamento catalítico, xisto etc) e também em aplicações que envolvam: fornos de vidro, processos de recuperação de prata, gaseificação etc.

Os filtros de mangas, os lavadores de gases (encontrados nos tipo D e V), os multiciclones e ciclones, as válvulas de descarga de pó (podem ser encontradas na figura de válvulas rotativas, válvulas dupla-basculantes ou válvula dupla-basculante motorizada), representam as alternativas disponíveis no mercado.

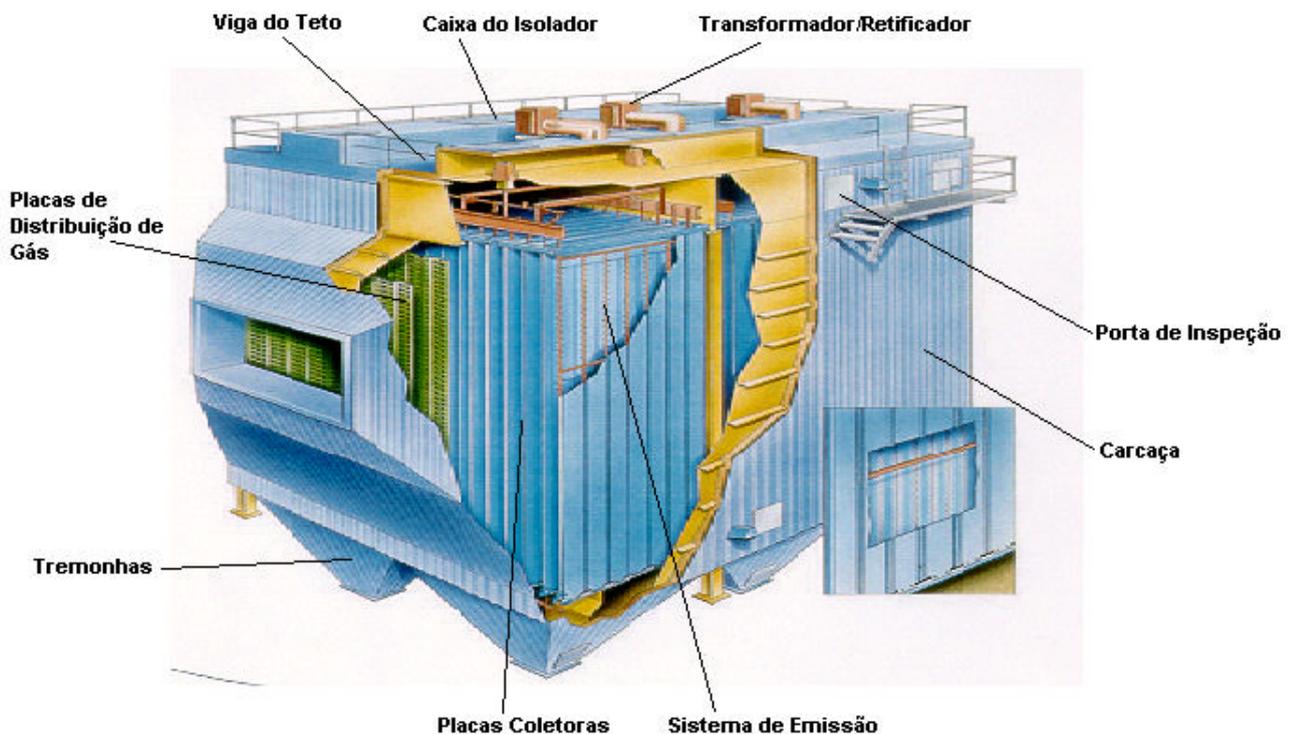
Embora alguns equipamentos (ciclones e lavadores Venturi com eficiências acima de 90%) sejam utilizados como meio de controle de fontes poluidoras, a tecnologia de controle mais recomendada, ainda é o precipitador eletrostático com vários campos (pelo menos 3), que possibilita eficiências de remoção da ordem de 99,5% (CPRH, 1999).

### 3.3.3 Equipamento: precipitador eletrostático

O precipitador eletrostático agrega não somente a função de filtragem a seco de gases tóxicos, mas também a de retenção de particulados para posterior precipitação. Desta forma, na indústria de celulose e papel, o precipitador eletrostático é o equipamento responsável por retirar a soda existente no gás emitido pelo processo de incineração do licor negro.

Frequentemente referido como processo Cottrell, por ter sido criado por Frederick Gardner Cottrell (1877-1948), o precipitador eletrostático caracteriza-se pelo uso de um campo eletrostático para precipitar ou remover partículas sólidas ou líquidas de um gás no qual, tais partículas se acham em suspensão (DANIELSON, 1973).

Em 1986 Nathanson o definiu como um "equipamento de redução da poluição do ar que remove material particulado dos gases, fazendo-os fluir através de um campo elétrico". Complementarmente às definições dadas por Cottrell e Nathanson, é possível dizer que a remoção das partículas se dá através da utilização de um sistema de abate de material particulado (JMA, 2003). A **Figura 3.6** realça a vista das divisões internas do precipitador por onde ocorrem: transporte dos gases e retenção das partículas.



**Figura 3.6** – Corte e vista do precipitador eletrostático (NOBRECCEL, 2003)

As partículas não reagentes e que foram arrastadas sem serem abatidas pelo precipitador, são denominadas de material particulado em suspensão (MPS), pois, estão presentes na atmosfera. Sánchez (1987), põe-se a frente quando evidencia que a emissão de elementos-traços compreende problemas dependentes de muitos fatores entre eles, as propriedades químicas dos elementos, a temperatura do efluente gasoso, a eficiência da combustão do gerador, o tamanho da partícula emitida à atmosfera, interações químicas com o meio ambiente e absorção desta pelo trato respiratório humano. Ou seja, além das justificativas fabris e relativas ao meio ambiente, é importante haver alerta quanto aos riscos humanos de exposição em ambientes não controlados, pois:

[...] as cinzas volantes formadas predominantemente por partículas cujo diâmetro é inferior a 1 micromilímetro, merecem destaque especial, visto serem partículas que escapam ao sistema de abate do material particulado (precipitador eletrostático), possuem grande mobilidade atmosférica e elevado grau de toxidez. A maioria das partículas maiores que 5 micromilímetros de diâmetro são eficazmente eliminadas pelo sistema respiratório superior. As partículas com diâmetro compreendido entre 1 e 0,2 micromilímetro passam pelo sistema do filtro nasal-traqueal e vão ao pulmão, cujos efeitos far-se-ão sentir alguns anos após. Estes efeitos são fortemente influenciados pelo tipo de elemento e compostos presentes no material particulado e pela reatividade destes frente ao tecido pulmonar (SÁNCHEZ, 1987).

Segundo Castanho (1999), alguns efeitos toxicológicos de gases poluentes e particulados inaláveis, já haviam sido apresentados e indicaram que, por meio da respiração, os poluentes atingem as vias respiratórias, das narinas aos alvéolos pulmonares, promovendo diferentes processos de inflamação que debilitam o sistema respiratório. Os efeitos adversos da poluição na saúde são mais notados em crianças, idosos e em pessoas que sofrem de doenças respiratórias e cardiovasculares. Nestas pessoas, os poluentes levam a um agravamento “do quadro da saúde”, promovendo infecções mais graves como bronquites, pneumonias, asma e câncer, também podendo antecipar a morte.

Posteriormente, Murray (1998) e principalmente Lin (1997) da Faculdade de Medicina da Universidade de São Paulo, apresentaram estudos com relação ao material particulado e o controle realizado hoje com particulados em suspensão na atmosfera, fumaça e particulados inaláveis.

Ainda hoje, são apresentados diversos estudos relacionando efeitos da poluição com a saúde pública e que mostram que a exposição ao particulado fino (<2,5 µm) pode causar mortes prematuras e problemas respiratórios.

Este tipo de particulado corresponde à fração que atinge as vias respiratórias inferiores (nível alveolar), onde não há mecanismos eficientes de expulsão do particulado. A eficiência é diferenciada entre pessoas saudáveis e com problemas respiratórios (CASTANHO, 1999).

Os equipamentos e tecnologias destinados à retenção, assim como, sistemas de monitoramento e controle, devem seguir os padrões de emissão fazendo com que haja homogeneidade e rigor nas distribuições de gases industriais. Para isso, o padrão de emissão deve garantir qualidade de ar adequada para a maioria das situações, considerando os casos de grande proximidade de aglomerados humanos e condições meteorológicas adversas.

Os padrões de emissão também devem ser dinâmicos de tal forma que, possam incorporar avanços tecnológicos e novos conhecimentos com relação aos efeitos dos poluentes sobre a saúde ou sobre os recursos ambientais (CPRH, 1998). A seguir, são apresentadas: as características, o processo de limpeza do gás, as unidades principais, dados técnicos e as demais informações a respeito do sistema de abate adotado pelo processo de recuperação química analisado por este trabalho.

### **Objeto de estudo: precipitador ABB Fläkt**

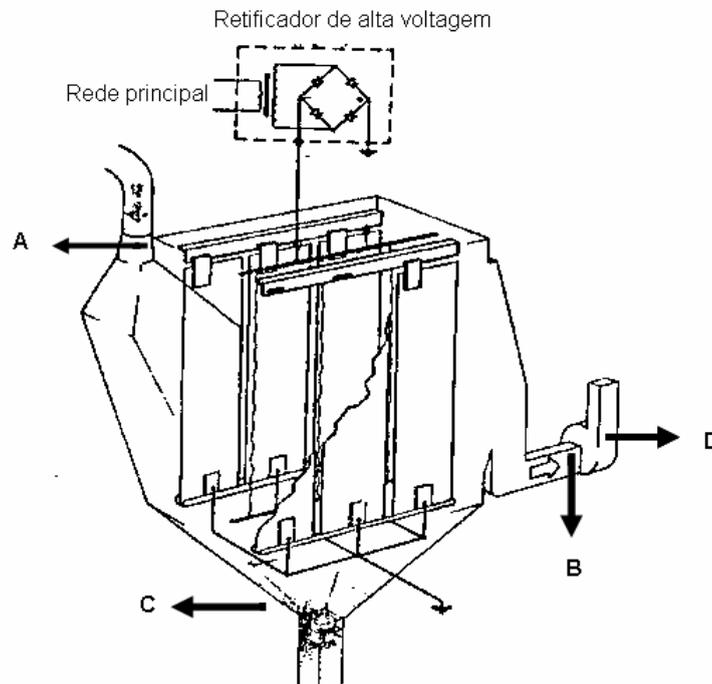
O sistema de abate de material particulado está representado por um precipitador eletrostático tipo FAC-2828-6070-3, utilizado para recuperação do sulfato de sódio e conseguinte limpeza dos gases provenientes do processo de recuperação química do licor negro.

O precipitador eletrostático opera basicamente a partir de eletrodos localizados na câmara do precipitador, responsável por separar as partículas sólidas dos gases de exaustão não purificados. A separação ocorre através da ionização induzida por um potente campo magnético (ABB, 1994). O precipitador está fixo a uma base de quatro plintos de concreto, com estrutura totalmente acoplada à caldeira de recuperação (*Figura 3.7*).



**Figura 3.7** – Vista geral do precipitador eletrostático acoplado à chaminé e CRQ ao fundo (NOBRECEL, 2003)

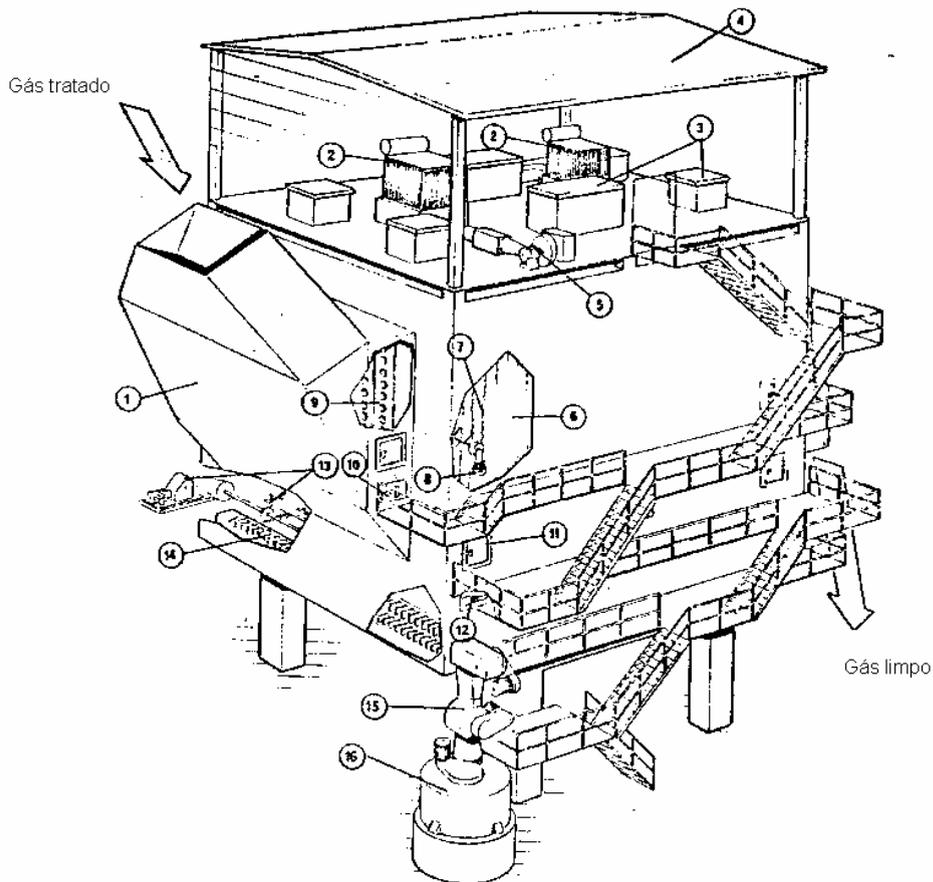
De forma geral, o processo de limpeza inicia-se quando os gases não tratados (oriundos da recuperação) fluem ao duto de entrada do precipitador, passam pela câmara de limpeza e, por meio do ventilador, rumam ao duto de saída para de lá serem lançados ao ar pela chaminé, ou seja, o gás portador das partículas sólidas passa através de A (*Figura 3.8*), as partículas são separadas do gás por ionização e o gás chega em B com um baixo teor de material sólido. O ventilador do gás de combustão e D, juntamente com o conjunto de controle de admissão de aletas, servem para controlar a velocidade do fluxo dos gases e para superar a queda de pressão que ocorre quando o gás passa através do precipitador.



**Figura 3.8** – Esquema simplificado do precipitador eletrostático (ABB, 1994)

Nos dutos de entrada são montados dois anteparos de distribuição de gás, constituídos por uma estrutura de chapas perfuradas, com a finalidade de assegurar velocidade uniforme do fluxo em toda a secção transversal da câmara do precipitador. Possui dois sistemas de eletrodos, constituídos de descarga e de coleta, situados na câmara comum do precipitador. Ambos os tipos de eletrodos (*Figura 3.9*) são alimentados por dois retificadores de alta voltagem, localizados na cobertura do precipitador (ABB, 1994).

Encontram-se distanciados e conectados ao pólo negativo do retificador de alta voltagem e os eletrodos coletores ligados a uma conexão comum de aterramento. Os eletrodos de descarga emitem íons na proximidade imediata dos eletrodos. Os íons carregam as partículas sólidas do pó com carga negativa que influenciadas pelo campo magnético, migram na direção dos eletrodos coletores sob carga positiva. Com isto, as partículas são depositadas nos eletrodos coletores para formação da camada de pó a ser removida periodicamente pelo mecanismo batedor. O pó que cai dos eletrodos sobre o fundo plano do precipitador será levado, via C, por um transportador apropriado, até a abertura de descarga conectada a uma calha com alimentador rotativo.

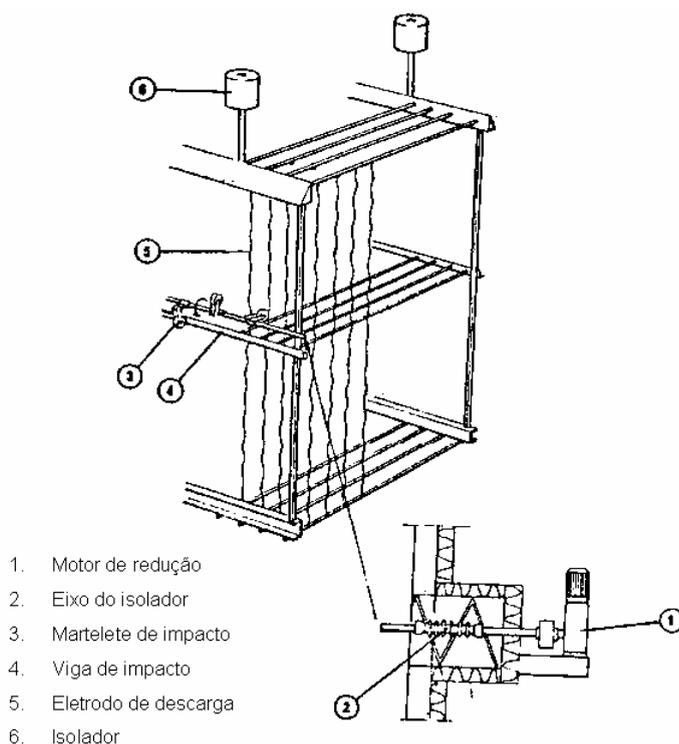


1. Duto de entrada
2. Retificador de alta voltagem
3. Câmara do isolador
4. Cobertura do sótão
5. Aquecedor de ar com ventilador
6. Eletrodos coletores
7. Eletrodos de descarga
8. Mecanismo de batimento para sistema de descarga
9. Anteparos de distribuição de gás
10. Mecanismo de batimento para anteparos de distribuição de gás
11. Porta de inspeção
12. Mecanismo de batimento para sistema de coleta (reductor)
13. Transportador raspador com arranjo de acionamento
14. Transportador de corrente
15. Alimentador rotativo
16. Tanque de mistura

**Figura 3.9** – Identificação das partes de um precipitador eletrostático (ABB, 1994)

Cada sistema de descarga é suspenso por quatro isoladores de sustentação. Os isoladores estão localizados em duas carcaças duplas e quatro simples para isolação. As carcaças são isoladas e aquecidas por ar quente controlado termostaticamente. O aquecimento das carcaças impede a condensação sobre os isoladores, eliminando o risco de vazamento e descargas disruptivas. Do ponto de vista estrutural, o sistema de abate completo é constituído principalmente pelas seguintes unidades (ABB, 1994):

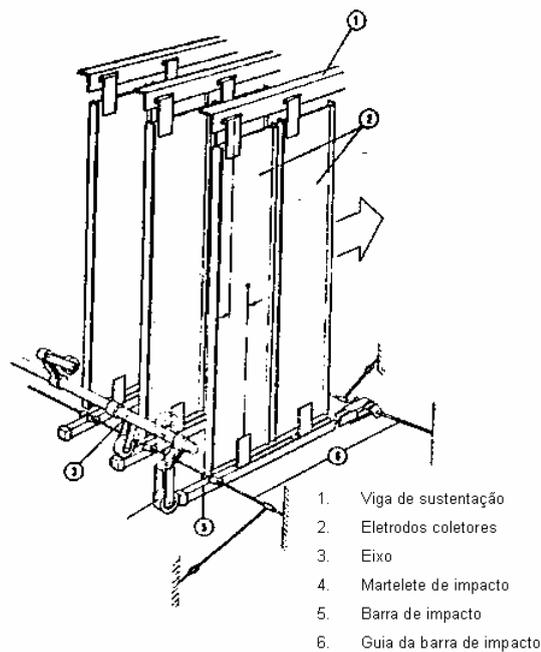
- a) 01 estrutura de sustentação para o precipitador eletrostático com as necessárias escadarias, ferrovias e corredores;
- b) 01 precipitador eletrostático tipo FAC 2828-6070-3, contendo:
- 01 câmara do precipitador com fundo plano;
  - 01 arranjo de distribuição de gás de anteparos duplos, perfurados, para assegurar velocidade uniforme do fluxo em toda seção transversal do precipitador;
  - 01 mecanismo batedor para a limpeza dos anteparos de distribuição de gás. Este mecanismo é acionado por motor de engrenagens helicoidais com controle de programas;
  - 02 sistemas de descarga, com eletrodos em espirais, para produzir descargas de coroa nas proximidades dos eletrodos de descarga (*Figura 3.10*);



**Figura 3.10** – Vista simplificada de um sistema de descarga (ABB, 1994)

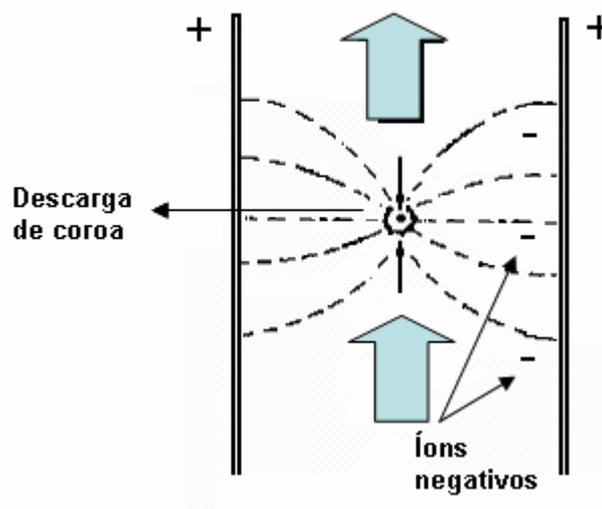
- 02 mecanismos batedores para os sistemas de descarga, acionados por motores de engrenagens helicoidais com controles de programas, localizados do lado externo da câmara do precipitador;

- 02 sistemas de coletores (*Figura 3.11*), com eletrodos, para a coleta do pó separado;
  - 02 mecanismos batedores para os sistemas coletores. Estes mecanismos são acionados por motores de redutores sem-fim de controle de programas;
  - 06 carcaças do isolador (04 simples e 02 duplas) como proteção para a transmissão da alta tensão e para suspensão de ambos os sistemas de descarga;
  - 01 unidade de ar quente, constituída por um ventilador com motor, um aquecedor de ar tubulação para aquecimento e prevenção de condensação as carcaças do isolador;
  - 05 portas de inspeção 500 x 700 mm. Três das portas estão situadas em um lado da carcaça do precipitador, uma porta em conexão ao fundo e uma porta no duto de entrada;
- c) 02 retificadores de silicone de alta tensão (70 kV) para alimentação dos sistemas de eletrodos, contendo:
- 02 bandejas de óleo para os retificadores;
  - 02 ventiladores de refrigeração para os retificadores;
- d) 01 sistema transportador de pó para o pó coletado do tanque de mistura, contendo:
- 01 transportador raspador com arranjo de acionamento e dispositivo de controle de velocidade;
  - 01 transportador de corrente com arranjo de acionamento e dispositivo de controle de velocidade;
  - 01 calha entre a saída do transportador de corrente e o alimentador rotativo;
  - 01 alimentador rotativo com arranjo de acionamento e dispositivo de controle de velocidade;
  - 01 calha entre o alimentador rotativo e o tanque de mistura.
- e) 01 tanque de mistura com 1800 mm de diâmetro.



**Figura 3.11** – Vista simplificada de um sistema coletor (ABB, 1994)

A **Figura 3.12** mostra a aparência e a intensidade do campo magnético envolvendo um eletrodo de descarga e a direção tomada pelas partículas. Um estreitamento do campo, imediatamente adjacente ao eletrodo de descarga, induz uma intensidade de campo suficiente para superar as propriedades de isolamento do gás e cria uma descarga disruptiva ou de coroa adjacente à superfície do eletrodo. É formado um grande número de moléculas de gás carregadas positiva e negativamente, isto é, íons.



**Figura 3.12** – O campo circulando num eletrodo de descarga (ABB, 1994)

Os íons carregados positivamente, são atraídos pelo eletrodo de descarga negativa e migram rapidamente para a superfície do eletrodo onde são neutralizados e transformados em moléculas de gás neutro. Os íons carregados negativamente, são atraídos pelos eletrodos coletores positivos e migram em alta velocidade. Durante a migração, uma pequena porcentagem de íons colide com partículas de pó, fazendo com que cada partícula receba a mesma polaridade do íon.

Deste modo, cada partícula irá colidir com um grande número de íons provocando o aumento de carga, que acelera o depósito da partícula de pó na superfície do eletrodo coletor. As partículas separadas pelo fluxo de gás formam uma camada na face dos eletrodos coletores.

Esta camada é penetrada por cargas negativas dos íons excedentes, ou seja, a camada é afetada por uma corrente elétrica e como resultado ocorre queda de voltagem. A queda gera campo eletrostático, que tende a reter a camada de pó nos eletrodos coletores. Devido aos íons positivos e a carga positiva já transportada por algumas das partículas de entrada, também ocorre um depósito nos eletrodos de descarga, providos com mecanismos batedores.

## 4 Técnicas aplicadas

Dentro da indústria, muitas vezes é necessário obter informações específicas e detalhadas sobre produtos e processos. Neste momento, o trabalho das pessoas envolvidas com o problema assemelha-se ao de pesquisadores ou cientistas que precisam projetar experimentos, coletar e analisar os dados. Os experimentos são empregados para resolver problemas de fabricação, decidir entre diferentes processos de manufatura, diferentes conceitos de produto, entender a influência de determinados fatores etc. Além disso, esta tarefa torna-se cada vez mais importante, à medida que se intensifica o controle processual e as exigências governamentais, aumentando a necessidade de emprego de experimentos durante todas as etapas do ciclo de produção (NUMA, 2002).

O planejamento e análise de experimentos (*Design of Experiments* – DOE) é uma técnica utilizada para se planejar experimentos, ou seja, para definir quais dados, em que quantidade e em que condições devem ser coletados durante um determinado experimento, buscando, basicamente, satisfazer dois grandes objetivos: a maior precisão estatística possível na resposta e o menor custo. É, portanto, uma técnica de extrema importância para a indústria, pois, seu emprego permite resultados mais confiáveis com economia de tempo e dinheiro. A sua aplicação no desenvolvimento de novos produtos é muito importante, onde a qualidade dos resultados dos testes pode levar a um projeto com desempenho superior seja em termos de suas características funcionais como também por sua robustez (NUMA, 2002).

Para Montgomery (1991), esta técnica deve ser utilizada para melhorar as características de qualidade dos produtos e processos de fabricação, reduzir o número de testes e otimizar o uso de recursos da empresa (material, tempo dos funcionários, disponibilidade de equipamentos etc.). Com a finalidade de melhorar a qualidade industrial, a produtividade, o desempenho do produto final, os custos das operações, entre outras características, as empresas realizam vários experimentos para encontrar os níveis ótimos dos parâmetros que regulam seus processos de fabricação. Alguns dos problemas encontrados ao realizar os ensaios é a necessidade de estudar simultaneamente o efeito dos fatores com diferentes níveis de regulagens. Nesse caso, observa-se que o número de testes requeridos para a experimentação

tende a crescer à medida que a quantidade de fatores aumenta. Isso torna os experimentos industriais inviáveis economicamente, visto que, os custos e o tempo de execução são elevados.

Antony *et al* (1998), Coleman e Montgomery (1993) e Montgomery (1991), afirmam que tais problemas podem ser contornados quando os experimentos são planejados e analisados com métodos e técnicas estatísticas. Os objetivos dessas ferramentas são garantir que as informações sejam confiáveis e que os recursos disponíveis para experimentação sejam bem utilizados (COLEMAN e MONTGOMERY, 1993; MONTGOMERY, 1997).

Posteriormente, pode-se utilizar a metodologia de superfícies de resposta (*Surface Response Methodology* – SRM) para refinar a avaliação dos parâmetros de entrada (fatores), indicando quais realmente possuem influência nos resultados finais (respostas) de um experimento que apresenta inúmeras variáveis. O relacionamento entre respostas e níveis de fatores objetivados pela SRM procura, atingir um dos seguintes objetivos: estabelecer uma descrição de como a resposta é afetada por um número de fatores em alguma região de interesse; estudar e explorar a relação entre várias respostas e extremos obrigatórios; localizar e explorar a vizinhança de resposta máxima ou mínima. A aplicação dessa metodologia foi realizada inicialmente na indústria química por Box (UFOP, 2005).

As principais razões apresentadas por Box e Hunter (1957), para o estudo de problemas de um sistema por meio da SRM foram igualmente consideradas para a aplicação da técnica na indústria de celulose e papel, abordada pela pesquisa. Os autores apresentam inicialmente:

- Identificação das condições dos fatores ( $x_1, x_2, \dots, x_k$ ) que determinam o melhor valor para a resposta  $y$ ;
- Necessidade de se obter informações acerca da função resposta, que se aproxima das condições reais de operação dos sistemas. Essas informações podem ser utilizadas para mudar as condições de operação de processos de fabricação, sem aumentar os custos de produção e melhorar o sistema de controle do processo;
- Interesse em identificar o relacionamento existente entre os parâmetros e as respostas.

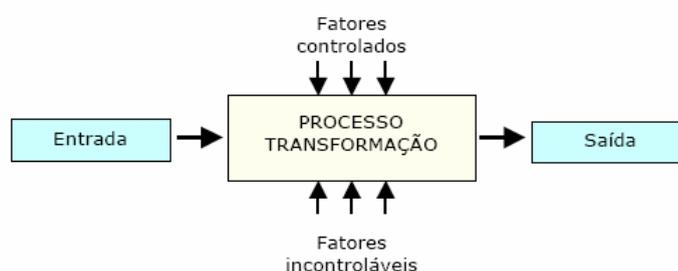
Galdámez (2002), descreve a SRM como essencialmente um conjunto de técnicas estatísticas usadas em pesquisa com a finalidade de determinar as melhores condições e dar maior conhecimento sobre a natureza dos fenômenos.

Ainda o autor, atribui ao caráter experimental da SRM, as técnicas de planejamento adotadas pelo DOE, ou seja, indica que a SRM “é composta basicamente por planejamento e análise de experimentos, procurando relacionar respostas com os níveis de fatores quantitativos que afetam essas respostas [...]” (GALDÁMEZ, 2002). Assim, o DOE foi incorporado à atual pesquisa por meio da metodologia de superfícies de resposta, através dos vinte ensaios, dos *center points* e *star points* faceados, que compuseram a matriz experimental.

## 4.1 Projeto e análise de experimentos

O planejamento de experimentos deve-se a Ronald A. Fisher, que por anos foi responsável pela estatística e análise de dados na Estação Agrícola Experimental em Londres – Inglaterra. Fisher foi quem desenvolveu e usou pela primeira vez a técnica ANOVA (*Analysis of Variance*) como ferramenta primária para análise estatística do projeto experimental. Outros autores que contribuíram de maneira significativa para a evolução das técnicas sobre o projeto de experimentos são: Yates, Box, Bose, Kempthorne e Cochran (MONTGOMERY, 1991).

O experimento projetado ou planejado é um teste ou uma série de testes nos quais se induzem mudanças deliberadas ou estímulos nas variáveis de entrada (*inputs*) do processo ou sistema, de tal forma que seja possível observar e identificar os efeitos nas respostas ou nas variáveis de saída (*outputs*). O processo ou sistema de transformação é representado pela comunicação de máquinas, métodos e pessoas que transformam uma entrada em produtos acabados ou semi-acabados, com características ou parâmetros específicos, conforme **Figura 4.1**:



**Figura 4.1** – Modelo geral de um sistema de transformação (MONTGOMERY, 1991)

Button (2001), descreve que o objetivo geral do planejamento e análise de experimentos pode ser dividido em outros objetivos secundários:

- Identificar as variáveis (fatores de controle) do processo que mais influem nos parâmetros de resposta de interesse;

- Atribuir valores às variáveis influentes do processo de modo que a variabilidade da resposta de interesse seja mínima ou que o valor do resultado (parâmetro de qualidade) seja próximo do valor nominal;
- Atribuir valores às variáveis influentes do processo de modo que o efeito das variáveis não controláveis seja reduzido.

Quando se torna importante investigar o efeito provocado nas respostas dos experimentos por dois ou mais fatores de controle e, cada um deles com dois ou mais níveis de regulagens, recomenda-se o uso de técnicas clássicas de planejamento, como por exemplo, técnica de planejamento fatorial completo, fatorial fracionado ou experimentos com pontos centrais (GALDÁMEZ, 2002).

No entanto, deve ficar claro que esta ferramenta não substitui o conhecimento técnico do especialista da empresa sobre o assunto e nem mesmo trata-se de um roteiro de como realizar um planejamento. O domínio do problema é de fundamental importância.

O conhecimento do especialista sobre o problema conjugado com a técnica (em casos especiais somando-se ainda o auxílio de especialistas em planejamentos de experimentos) é que irá permitir bons planejamentos de experimentos, ou seja, planejamentos mais rápidos, de menor custo e que possibilitem aos seus idealizadores responderem, baseado em inferência estatística, a resposta a seus problemas.

As principais técnicas de planejamento de experimentos já existiam e potencialmente poderiam ser sistematicamente aplicadas na indústria desde muitos anos. Porém, a grande maioria destas técnicas requer uma quantidade exaustiva de cálculos tornando fundamental o emprego dos recursos de informática.

Um fator que tem impulsionado a aplicação industrial do planejamento de experimentos são as ferramentas computacionais de análise estatística e soluções corporativas que cada vez mais facilitam a realização das análises, manutenção e gerenciamento de dados. A tendência é que tais técnicas tornem-se cada vez mais próximas de aplicações práticas e, portanto, cada vez mais utilizadas. Neste sentido, o *software* MINITAB versão 13 foi utilizado pela presente pesquisa tanto para a realização do planejamento (matriz de experimentos), quanto para análise tabular e gráfica dos dados.

Alguns exemplos da utilização e aplicação da SRM são expressos através de análises e cálculos gerados pelo sistema *Statistical Analyses System* – SAS versão 6.12, porém, é importante ressaltar que essa utilização restringe-se apenas aos exemplos e são meramente

ilustrativos dentro do contexto da atual pesquisa. Em nenhum momento, durante a realização da pesquisa, ou mesmo aplicação da matriz experimental, o pesquisador gerou cálculos ou análises por meio desse recurso.

Nos processos de fabricação das indústrias existem vários fatores e níveis de regulagens que influenciam as características de qualidade dos produtos e um problema comum encontrado pelas empresas ao realizar experimentos: é a necessidade de estudar simultaneamente o efeito desses fatores com diferentes níveis de regulagens. Neste caso, observa-se que o número de testes requeridos para a experimentação tende a crescer à medida que a quantidade de fatores aumenta. Isso torna os experimentos industriais inviáveis nas empresas, porque os custos e o tempo de execução são elevados.

O planejamento realizado inicialmente previu a utilização de quinze variáveis independentes com dois níveis cada uma. Novas reuniões e a análise da rotina operacional da caldeira de recuperação identificaram dificuldades de ajuste (*settings*) e impossibilidade de modificação em determinadas variáveis. Esse fato redirecionou o rumo da pesquisa, onde novos níveis e variáveis foram elencados de forma a garantir a execução experimental sem interrupções (segurança das condições experimentais), assim como, a ininterruptibilidade da caldeira de recuperação química.

Ainda assim, experimentos industriais são realizados pelas empresas, principalmente para se resolver problemas críticos do produto ou processos de fabricação. Com esses testes procura-se reduzir problemas processuais e responder a uma série de questões relacionadas aos níveis e parâmetros que influenciam o desempenho do produto final (GALDÁMEZ, 2002).

Alguns autores (COLEMAN e MONTGOMERY, 1993; MONTGOMERY, 1991) sugerem que a solução dos problemas pode ser alcançada com mais facilidade quando os experimentos são planejados e as respostas analisadas com métodos e técnicas estatísticas.

Nesse sentido, realizar as atividades (procedimentos) dos experimentos industriais de forma planejada, faz com que as informações obtidas dos produtos ou dos processos de fabricação tornem-se mais confiáveis e, com isso ações de melhorias mais eficientes podem ser tomadas pelos funcionários das empresas (GALDÁMEZ e CARPINETTI, 2004).

Coleman e Montgomery (1993) propõem as seguintes etapas para o desenvolvimento de um planejamento de experimentos na indústria:

- Caracterização do problema;
- Escolha dos fatores de influência e níveis;

- Seleção das variáveis de resposta;
- Determinação de um modelo de planejamento de experimento;
- Condução do experimento;
- Análise dos dados;
- Conclusões e recomendações.

Werkema e Aguiar (1996), interpretam os passos sugeridos por Coleman e Montgomery (1993) como um roteiro a ser seguido na realização de experimentos, porém, com subdivisões que indicam e orientam o pesquisador a respeito das ações a serem tomadas e os pontos de atenção necessários à cada etapa. Dessa forma, complementam o roteiro sugerido com as seguintes adições:

**a) Identificação dos objetivos do experimento**

- Realizar uma sessão de *brainstorming* com o propósito de definir claramente os objetivos do experimento a ser realizado. Todas as pessoas que possam contribuir para a definição dos objetivos devem participar da reunião;
- Utilizar todo o conhecimento disponível sobre o problema que está sendo estudado, com o propósito de definir claramente os objetivos do experimento. Isto é, devem ser utilizadas as informações já publicadas sobre o assunto, a experiência prática do grupo, assim como, os resultados de experimentos similares já realizados;
- Expressar as informações sobre o problema em termos quantitativos.

**b) Seleção da variável resposta**

- Utilizar uma variável resposta que realmente forneça informações sobre o problema em estudo;
- Determinar o método de medição da variável resposta e a escala de medida a ser utilizada (por exemplo, temperatura ou logaritmo da temperatura);
- Determinar a exatidão das medidas da variável resposta.

**c) Escolha dos fatores e seus níveis**

- Utilizar conhecimentos não estatísticos para:
  - Identificar os fatores cujos níveis irão variar, os fatores cujos níveis permanecerão constantes e os fatores que não poderão ser controlados durante a realização do experimento;

- Escolher as faixas de variação dos fatores e o número de níveis de cada fator para os quais as medidas da variável resposta obtidas.
- Planejar a forma de controle dos fatores quantitativos nos níveis desejados e determinar o método de medição dos níveis destes fatores, bem como a escala de medida a ser utilizada;
- Determinar a exatidão das medidas dos fatores quantitativos.

#### **d) Planejamento do procedimento experimental**

- Escolher um procedimento experimental que ajude a eliminar o efeito de fatores não controláveis sobre as comparações de interesse e que simplifique a análise dos resultados;
- Considerar as possíveis interações entre os fatores;
- Determinar as influências exercidas pelas possíveis limitações de tempo, custo, materiais, mão-de-obra, equipamentos e por condições externas, tais como fatores climáticos;
- Determinar o percentual dos recursos (orçamento, tempo etc) disponíveis para o desenvolvimento do estudo completo, que deverá ser investido na realização do experimento;
- Propor um modelo matemático para o experimento de modo que a análise estatística dos dados possa ser realizada;
- Determinar o método de aleatorização a ser utilizado e a ordem da coleta dos dados;
- Determinar a magnitude das diferenças obtidas entre as respostas médias correspondentes aos tratamentos incluídos no estudo, que ser considerada significativa sob o ponto de vista prático;
- Considerar a variabilidade resultante do procedimento de amostragem e da exatidão dos métodos de medição;
- Determinar o número mínimo de réplicas a serem realizadas, de modo a permitir que a variância do erro experimental seja estimada de forma adequada e a garantir que seja obtida a precisão necessária para alcançar os objetivos do experimento;
- Preparar um roteiro que detalhe os passos a serem seguidos durante a realização do experimento, com o objetivo de minimizar a ocorrência de erros. Este roteiro deve

incluir o detalhamento dos métodos, materiais e equipamentos a serem utilizados, bem como das precauções a serem tomadas durante a coleta e o registro dos dados;

- Sensibilizar as pessoas envolvidas sobre a importância do experimento que será realizado.

**e) Realização do experimento**

- Executar o procedimento de coleta dos dados de acordo com o que foi planejado no item d;
- Monitorar o procedimento do experimento, registrando dados auxiliares (datas, número de ordem dos ensaios, dados omissos, ensaios adicionais etc) e quaisquer modificações que tenham sido feitas no planejamento experimental inicial.

**f) Análise dos dados**

- Executar um processo de revisão dos dados, com o objetivo de detectar possíveis erros de registro e omissões;
- Utilizar métodos gráficos para a representação dos dados;
- Empregar os métodos estatísticos apropriados para análise dos dados do experimento;
- Verificar a adequação do modelo matemático adotado no item 4. Deve ser feito um exame crítico do modelo adotado e das suposições a ele associadas.

**g) Interpretação dos resultados**

- Considerar todos os dados coletados no experimento, durante a execução da fase de interpretação dos resultados;
- Estabelecer as conclusões somente a partir dos resultados obtidos pelo experimento que foi realizado. Evitar fazer extrapolações para as outras condições que não tenham sido incluídas no estudo;
- Detalhar a análise dos dados em termos gráficos e numéricos, para tornar mais clara a interpretação dos resultados;
- Estabelecer os resultados, em termos de suas probabilidades associadas que irão medir a confiabilidade das conclusões obtidas;
- Avaliar a significância prática das conclusões, além de avaliar a significância estatística;

- Interpretar as conclusões obtidas sob o ponto de vista técnico e traduzir seu significado para as aplicações de interesse;
- Registrar as possíveis limitações impostas pelos dados ou pelos métodos de análise utilizados.

#### **h) Elaboração dos relatórios**

- Descrever claramente o trabalho realizado, mostrando a importância do problema retratado e o significado prático dos resultados obtidos. Incluir também resultados anteriores que sejam relevantes;
- Utilizar gráficos e tabelas para apresentar os dados;
- Apresentar informações suficientes para que os leitores possam verificar os resultados e estabelecer suas próprias conclusões;
- Expressar as conclusões sob a forma de um sumário;
- Fazer recomendações sobre as conclusões obtidas. Estas recomendações podem, por exemplo, incluir a necessidade de realização de uma nova série de experimentos, já que a experimentação é um processo iterativo, onde um experimento responde algumas questões e simultaneamente, coloca outras. Isto é, à medida que o experimento avança, alguns dos fatores iniciais podem ser abandonados, outros fatores adicionados, as faixas de variação dos fatores podem ser alteradas e, em alguns casos, novas variáveis resposta, podem ser empregadas;
- Minimizar o uso de terminologia estatística desnecessária e expressar as informações do modo mais simples possível.

### **4.1.1 Classificação do planejamento experimental**

Todos os processos de experimentação, que envolvem coleta de dados, devem ser usados planos estruturados para a condução de trabalhos, os quais são denominados planejamentos experimentais.

Com estes planejamentos podemos obter economia no número de experimentos, além de ser possível calcular, com a precisão desejada, estimativas dos efeitos de interesse e da variância do erro experimental. Além disto, estes planejamentos são elaborados para atender aos objetivos e às limitações físicas dos experimentos (WERKEMA, 1995). Ainda segundo o

autor, os planejamentos experimentais podem ser classificados de acordo com os seguintes critérios:

- Pelo número de fatores a serem estudados (por exemplo, um único fator ou vários fatores);
- Pela estrutura do planejamento experimental (por exemplo, planejamentos em blocos, fatoriais, hierárquicos ou para superfícies de resposta);
- Pelo tipo de informação que o experimento pode fornecer (por exemplo, estimativa dos efeitos, estimativa da variância ou mapeamento empírico da resposta).

É preciso estar claro também que, em estatística, planejamento de experimentos designa toda uma área de estudos que desenvolve técnicas de planejamento e análise de experimentos. Há atualmente todo um arsenal de técnicas, com vários níveis de sofisticação e uma quantidade não menor de livros sobre o assunto (NUMA, 2002).

Segundo Werkema e Aguiar (1996), os planejamentos experimentais foram classificados por Juran na década de 80 com base nos critérios de classificação apresentados acima. O **Quadro 4.1** evidencia o tipo de planejamento referente à SRM utilizado e o **Quadro 4.2** descreve o planejamento fatorial fracionado.

**Quadro 4.1** – Classificação dos planejamentos experimentais – SRM (WERKEMA, 1995)

Planejamento	Tipo de Aplicação	Estrutura	Informações Fornecidas
Superfícies de Resposta	O objetivo consiste em fornecer mapas empíricos ou gráficos de contorno. Estes mapas ilustram a forma pela qual, os fatores que podem ser controlados pelo pesquisador, influenciam a variável resposta.	Os níveis dos fatores são vistos como pontos no espaço de fatores (muitas vezes multidimensional) no qual a resposta será registrada.	Mapas que ilustram a natureza e a forma da superfície de resposta.

**Quadro 4.2** – Classificação dos planejamentos experimentais – DOE (WERKEMA, 1995)

Planejamento	Tipo de Aplicação	Estrutura	Informações Fornecidas
Fatorial $2^k$ Fracionado	Apropriado quando existem muitos fatores ( $k$ muito grande) e não é possível coletar as informações em todos os tratamentos.	Base: vários fatores são estudados em dois níveis, mas somente um subconjunto do fatorial completo é executado. Blocos: a formação de blocos algumas vezes é possível.	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Estimativas e comparações dos efeitos de vários fatores.</li> <li>2. Estimativa de certos efeitos de interação (alguns efeitos podem não ser estimáveis).</li> <li>3. Certos planejamentos fatoriais fracionados (quando <math>k</math> é pequeno) não fornecem informações suficientes para estimar a variância.</li> </ol>

Ao planejar os experimentos industriais com a técnica fatorial, considera-se que os tratamentos da matriz experimental devem ser realizados pela equipe responsável, no dia-a-dia, por esta atividade (BOX e BISGAARD, 1987). Segundo Button (2001), o planejamento fatorial é indicado para a fase inicial do procedimento experimental quando há necessidade de se definir os fatores mais importantes e estudar os efeitos sobre a variável resposta escolhida. Ainda é um modelo de efeitos fixos, isto é, a análise dos efeitos provocados pelos fatores não pode ser transferida para outros níveis que não os analisados no planejamento. Galdámez (2002), sugere a utilização de algumas ferramentas estatísticas com base nas características apresentadas por elas. O **Quadro 4.3** representa estes apontamentos e compreende uma rica fonte sumária com relação ao planejamento e análise de resultados.

**Quadro 4.3** – Identificação das características de cada ferramenta (GALDÁMEZ, 2002).

Ferramenta	Características
Planejamento fatorial	Utilizado quando todas as combinações dos níveis dos fatores de controle são realizadas.
Planejamento fatorial $2^k$	Técnica com dois níveis e $2^k$ número de combinações de $k$ fatores.
Planejamento fatorial fracionado $2^{k-p}$	Utilizado quando há vários fatores de controle e não é viável economicamente para as empresas realizar todas as combinações dos experimentos.
Metodologia de superfície de resposta	<i>Response surface methodology</i> (SRM) é um conjunto de técnicas de planejamento de experimentos usadas na modelagem matemática de respostas. Ou seja, procura-se identificar por variáveis quantitativas, como tempo, velocidade, pressão, temperatura etc e as respostas do sistema analisado.
Planejamento fatorial $2^k$ , com pontos centrais	Esse método consiste em adicionar um ponto de experimentação no nível intermediário aos níveis investigados para os $k$ fatores de controle.
Análise de variância	<i>Analysis of variance</i> (ANOVA), é uma ferramenta que permite estudar se há diferenças significativas entre as respostas experimentais.
Gráficos	Os gráficos de efeitos principais ilustram a variação média das respostas em função da mudança no nível de um fator, mantendo os outros fatores constantes.
	Os gráficos de efeitos de interação descrevem a variação média de um fator em função dos níveis de outros fatores.
	O gráfico de probabilidade normal é utilizado nas situações em que não é possível repetir um experimento e é importante obter uma estimativa independente do erro experimental para julgar a importância dos efeitos principais e de interação.

## Planejamento fatorial $2^k$

Segundo Montgomery (1991), um experimento fatorial com  $k$  fatores, cada um deles com dois (2) níveis, é denominado de experimento fatorial  $2^k$ . O processo experimental dessa técnica consiste em realizar testes com cada uma das combinações da matriz experimental, para em seguida, determinar e interpretar os efeitos principais e de interação dos fatores investigados e assim, poder identificar as melhores condições experimentais do produto ou processo de fabricação.

Para ilustrar o procedimento dessa técnica será apresentado um exemplo comumente utilizado por vários autores que estudam as técnicas de planejamento e análise de experimentos. Esse exemplo compreende um experimento de 3 fatores ( $x_1$ ,  $x_2$  e  $x_3$ ), onde cada um possui 2 níveis (-1,+1) (MONTGOMERY, 1991; BOX e BISGAARD, 1987).

Assim, a matriz de planejamento para o experimento fatorial  $2^3$  é representada pela **Tabela 4.1**. As respostas de cada ensaio ou tratamento são descritas pela coluna  $y_i$ . É importante ressaltar que a ordem de realização do teste é definida aleatoriamente.

**Tabela 4.1** – Matriz de planejamento do experimento fatorial  $2^3$  (GALDÁMEZ, 2002)

N Teste	Fatores de controle			Ordem do Teste	Resposta ( $y_i$ )
	$x_1$	$x_2$	$x_3$		
1	-1	-1	-1	6	$y_1$
2	+1	-1	-1	8	$y_2$
3	-1	+1	-1	1	$y_3$
4	+1	+1	-1	2	$y_4$
5	-1	-1	+1	5	$y_5$
6	+1	-1	+1	3	$y_6$
7	-1	+1	+1	4	$y_7$
8	+1	+1	+1	7	$y_8$

O procedimento utilizado para construir a matriz genérica do experimento fatorial  $2^k$  é descrito por Devor *et al* (1992). Na matriz de planejamento as colunas representam o conjunto de fatores investigados ( $x_1$ ,  $x_2$ ,  $x_3$ ,  $x_4$ , ..., ,  $x_k$ ) e as linhas representam os diferentes níveis ou as combinações dos fatores (níveis codificados -1 (mínimo) e +1 (máximo)).

- Para  $X_1$ , a coluna será definida pela combinação de fatores -1, +1, -1, +1, -1, +1, -1, +1, ..., ou seja, o sinal dessa coluna alterna em grupos de  $2^0 = 1$ .
- Para  $X_2$ , a coluna será definida pela combinação de fatores -1, -1, +1, +1, -1, -1, +1, +1, ..., ou seja, o sinal dessa coluna alterna em grupos de  $2^1 = 2$ .

- Para  $X_3$ , a coluna será definida pela combinação de fatores -1, -1, -1, -1, +1, +1, +1, +1, ..., ou seja, o sinal dessa coluna alterna em grupos de  $2^2 = 4$ .
- Para  $X_4$ , o sinal dessa coluna alterna em grupos de  $2^3 = 8$ .
- O procedimento será igual para  $x_5, x_6, \dots, x_k$ . Para  $x_k$ , o sinal alterna em grupos de  $2^{(k-1)}$ , ou seja,  $2^{(k-1)}$  vezes (-1), seguido de  $2^{(k-1)}$  vezes (+1).

Devor *et al* (1992) definem que esta forma de organizar o experimento é chamada de ordem padrão (*standard order*). Ainda ressaltam que, com esse arranjo é possível garantir que todas as colunas da matriz sejam ortogonais entre si. Com esse tipo de planejamento é possível determinar os efeitos principais e de interação que as variáveis independentes produzem nas respostas. Segundo Montgomery (1991), o modelo estatístico do experimento fatorial  $2^k$  é dado pela equação a seguir:

$$y_{ijk} = \mu + \tau_i + \beta_j + \gamma_k + (\tau\beta_{ij}) + (\tau\gamma_{ik}) + (\beta\gamma_{jk}) + (\tau\beta\gamma_{ijk}) + \varepsilon_{ijk} \quad (4.1)$$

E o significado de seus elementos expressos a seguir:

$\mu$  é a média dos resultados,

$\tau_i$  é o efeito principal do fator  $x_1$ ,

$\beta_j$  é o efeito principal do fator  $x_2$ ,

$\gamma_k$  é o efeito principal de  $x_3$ ,

$(\tau\beta_{ij})$  é o efeito de interação entre os fatores  $x_1$  e  $x_2$ ,

$(\tau\gamma_{ij})$  é o efeito de interação entre os fatores  $x_1$  e  $x_3$ ,

$(\beta\gamma_{jk})$  o efeito de interação entre os fatores  $x_2$  e  $x_3$ ,

$(\tau\beta\gamma_{ijk})$  o efeito de interação entre os fatores  $x_1, x_2$  e  $x_3$ ,

$\varepsilon_{ijk}$  é o erro experimental.

A seguir, é apresentado o método generalizado que pode ser utilizado para estimar os efeitos principais e de interação dos fatores. Esse método é descrito por Devor *et al* (1992) e Montgomery (1991) e também conhecido como método de sinais (OLIVEIRA, 1999).

Os efeitos principais correspondem à mudança da resposta média quando o nível de um fator é alterado de (-1) para (+1), mantendo os outros fatores constantes. O procedimento consiste em multiplicar os resultados da coluna  $y_i$  pelos valores +/- 1 associados a coluna  $x_i$  da matriz experimental correspondente ao efeito principal que se deseja estimar (**Tabela 4.1**). Em

seguida, os valores obtidos devem ser somados e divididos pela metade do número de ensaios realizados, conforme é ilustrado pela equação a seguir:

$$E_i = \sum y_i \cdot x_i / (N/2) \quad (4.2)$$

Sendo que,  $E_i$  será o efeito estimado,  $N$  o número total de observações,  $\sum y_i \cdot x_i$  é a soma dos resultados ( $y_i$ ) do experimento multiplicado pela coluna  $x_i$ .

Para determinar o efeito de interação, primeiramente, devem ser construídas as colunas de interações da matriz de planejamento. Essas colunas são formadas por meio de multiplicação das colunas dos efeitos principais. Por exemplo, para estimar o efeito de interação  $E_{12}$ , serão multiplicadas as colunas dos fatores  $x_1$  e  $x_2$ . Em seguida, os valores +/- 1, associados à coluna  $x_1 x_2$  da matriz experimental, são utilizados para estimar o efeito de interação.

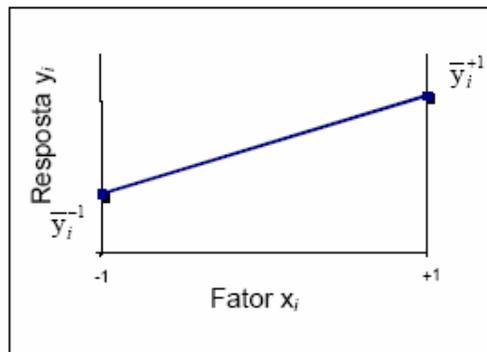
É importante ressaltar que outros métodos (exemplo o algoritmo de Yates para o planejamento  $2^k$ ) podem ser utilizados para calcular os efeitos, conforme apresentados por Oliveira (1999); Devor *et al* (1992) e Montgomery (1991). No entanto, nesta etapa dos experimentos alguns autores comentam que, embora seja simples estimar esses efeitos, muitas vezes é difícil definir qual é realmente o fator de controle que produz uma diferença significativa nas respostas e na maioria das vezes necessita-se usar os gráficos lineares (que representam os efeitos principais e de interação) e de probabilidade normal (DEVOR *et al*, 1992; MONTGOMERY, 1991).

Nessa fase do procedimento experimental podem ser escolhidos diferentes *softwares* para construção dos gráficos (planilha EXCEL, STATISTICA), além do MINITAB que foi utilizado. Os autores também recomendam que para se concluir sobre os efeitos principais e de interação de fatores é necessário aplicar técnicas de análise de variância (ANOVA).

Para representar e interpretar graficamente os efeitos principais e de interação é necessário definir duas propriedades, conforme segue (DEVOR *et al*, 1992):

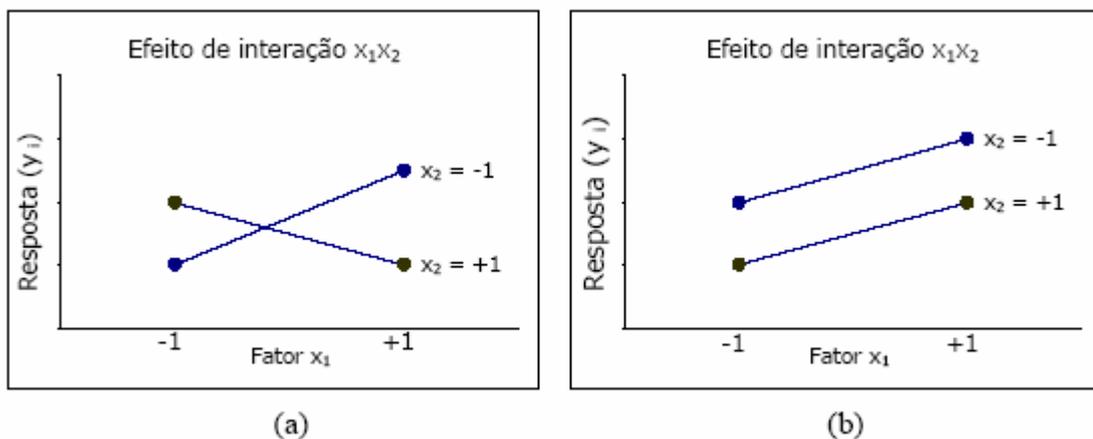
- O sinal (+/-) indica a direção do efeito, isto é, se a resposta aumenta ou decresce com a variação do nível de (-1) para (+1);
- A magnitude indica a densidade do efeito.

A forma gráfica do efeito principal ( $E_i$ ) pela **Figura 4.2**. Esse gráfico linear ilustra a variação média das respostas em função da mudança no nível (-1, +1) de um fator ( $x_i$ ), mantendo os outros fatores constantes.



**Figura 4.2** – Gráfico de efeitos principais planejamento fatorial  $2^k$  (MONTGOMERY, 1991).

Os gráficos de efeitos de interação descrevem a variação média de um fator em função dos níveis de outros fatores. Por exemplo, a **Figura 4.3 (a)** ilustra que o efeito provocado pela mudança de nível do fator  $x_1$  na resposta depende do nível do fator  $x_2$ , portanto, existe interação entre os fatores  $x_1$  e  $x_2$ . A **Figura 4.3 (b)** demonstra que o efeito provocado pela mudança do nível do fator  $x_1$  na resposta é independente do nível do fator  $x_2$ , portanto não existe interação entre esses fatores.



**Figura 4.3** – Gráficos de efeitos de interação (MONTGOMERY, 1991).

Outro tipo de gráfico que pode ser utilizado na análise de experimentos é o de probabilidade normal. Esses gráficos são utilizados nas situações onde não é possível se repetir um experimento fatorial  $2^k$ , e é importante obter uma estimativa independente do erro experimental para julgar a importância dos efeitos principais e de interação (DEVOR *et al*, 1992). Esse tipo de erro proveniente de fatores incontroláveis é que produzem uma variação nas respostas ao realizar os ensaios sob condições preestabelecidas (BUTTON, 2001). Cruz *et al* (1997) definem que os erros podem ser classificados em dois grupos, conforme segue:

- **Erros sistemáticos:** são causados por fontes identificáveis. Esse tipo de erro faz com que os resultados experimentais estejam acima ou abaixo do valor real, influenciando a exatidão (*accuracy*) da medida. Essa flutuação pode ser causada pelo instrumento utilizado para controlar o experimento, método de observação, efeitos ambientais ou pelas simplificações do modelo teórico (exemplo eliminar um fator importante para o sistema);
- **Erros aleatórios:** são as flutuações que ocorrem de uma repetição para outra, porém, todos os possíveis resultados estão dentro de um intervalo de valores. Esse tipo de erro afeta a precisão (*precision*) das medidas. Segundo os autores, nem sempre podem ser identificadas as fontes que causam erro aleatório. Entretanto, esse tipo de “...erro no experimento pode ser tratado quantitativamente através de métodos estatísticos, de modo que seus efeitos, na grandeza física medida, podem ser, em geral, determinados”.

O uso de gráficos de probabilidade normal é baseado no fato de que os efeitos principais ou de interação que são desprezíveis se distribuem segundo uma distribuição normal centrada em zero e com variância, ou seja, esses efeitos tendem a se concentrar ao longo de uma reta normal no gráfico. No entanto, se os pontos marcados no gráfico parecem desviar-se de algum modo dessa linha imaginária, existem motivos para acreditar que esses dados obtidos não estão distribuídos de maneira normal, portanto, efeitos significativos que devem ser analisados com mais detalhes pela equipe que realiza os experimentos industriais (GALDÁMEZ, 2002).

Devor *et al* (1992) recomendam que para garantir a aplicação efetiva desse método, os experimentos fatoriais  $2^k$  devem ser realizados com pelo menos quatro fatores. Os autores citam que com um número menor de parâmetros se torna difícil decidir qual das estimativas pertence a uma distribuição com média igual a zero.

As principais vantagens da técnica fatorial  $2^k$  é que, através da análise dos experimentos, é possível iniciar as principais tendências e determinar uma direção promissora para as experimentações subsequentes. Ainda os autores, ressaltam que com esse tipo de experimento também é possível quantificar o erro experimental. As limitações atribuídas à técnica fatorial  $2^k$  são apresentadas a seguir (OLIVEIRA, 1999; MONTGOMERY, 1991):

- Com esse tipo de técnica de planejamento de experimento não é possível obter informações dos fatores em níveis intermediários;

- Em alguns experimentos não é possível realizar réplicas, porque na maioria das vezes os custos de experimentação são elevados, com isso os erros experimentais não podem ser estimados (ANDERSON, 1957);
- Não é suficiente avaliar os efeitos significativos apenas sob o ponto de vista estatístico, mas torna-se necessário avaliá-los também em termos práticos para a empresa;
- Torna-se inviável utilizar a técnica nas empresas quando existe um grande número de fatores;
- Ao utilizar essa técnica existe o risco de construir e planejar experimentos super dimensionados, uma vez que, são considerados vários fatores para realizar os testes.

Uma das soluções encontradas para as limitações apresentadas anteriormente, é construir e planejar experimentos industriais utilizando-se a técnica de confundimento (*Factorial Experiments with Design Confounded*) ou as técnicas de experimentos fatoriais fracionados  $2^{k-p}$ . A técnica de confundimento, é uma técnica de planejamento utilizada para acomodar um experimento fatorial completo em blocos, onde o tamanho do bloco é menor que o número de tratamentos de uma réplica (MONTGOMERY, 1991).

### **Análise de variância dos efeitos do experimento fatorial $2^k$**

As técnicas estatísticas de experimentos são utilizadas, principalmente, para analisar, interpretar e apresentar as informações de experimentos planejados. Ainda, são ferramentas que ajudam a melhorar o desempenho industrial dos produtos e processos de fabricação. O princípio básico das técnicas é usar os conceitos matemáticos de estatística e as informações obtidas dos experimentos realizados com os produtos ou os processos de fabricação. Com os dados analisados matematicamente e com os testes planejados corretamente é possível rejeitar ou aceitar as hipóteses formuladas pela equipe responsável por conduzir o experimento industrial. Montgomery (1976), denomina esse processo de inferência estatística.

Antes de descrever as técnicas estatísticas é importante considerar alguns pontos (MONTGOMERY, 1991):

- Geralmente as pessoas das empresas conhecem os problemas dos produtos e dos processos industriais, e sabem do relacionamento que existe entre os parâmetros de controle e as respostas. Esse tipo de conhecimento contribui na fase inicial do

processo experimental, com a formulação das hipóteses, e nas conclusões finais do processo, com a análise estatística;

- Recomenda-se que a equipe responsável pelo experimento não deve usar técnicas estatísticas complexas no início dos testes;
- Os funcionários das empresas devem avaliar se a diferença estatística entre os resultados dos experimentos tem significado prático;
- As técnicas estatísticas demonstram que as diferenças entre as médias dos experimentos são grandes ou não, mas não diz porque essas diferenças ocorrem;
- Usualmente os experimentos são iterativos, com isso deve-se considerar que os primeiros testes na maioria das vezes são realizados para refinar as informações técnicas dos produtos ou dos processos de fabricação.

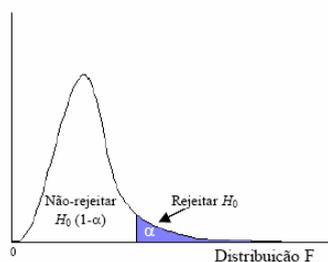
Devor *et al.* (1992) e Montgomery (1991) propõem uma metodologia ou uma série de passos que podem ser utilizados para conduzir o teste de hipótese dos experimentos. Alguns conceitos e pontos importantes desse procedimento são abordados a seguir:

- a) Formulação das hipóteses: ao realizar um experimento industrial a equipe deve partir de duas hipóteses sobre determinado(s) parâmetro(s). A primeira é a hipótese nula ( $H_0$ ). Essa hipótese parte do princípio que não existe nenhuma diferença significativa entre os fatores analisados de uma população e será sempre a hipótese testada no experimento. A segunda é a hipótese alternativa ( $H_1$ ) e parte do princípio que será verdadeira caso a hipótese nula seja considerada falsa;
- b) Determinar o valor crítico da estatística de teste: ao desenvolver as hipóteses dos experimentos industriais é necessário que seja calculada uma estatística específica, com base em um determinado resultado da amostra. Tais valores podem ser determinados com o auxílio de *softwares* estatísticos. Montgomery (1991) apresenta várias distribuições estatística (*t-student*, *FFisher*, *Z-standard*, entre outras) que podem ser usadas para se determinar a probabilidade de uma hipótese nula ser verdadeira;
- c) Riscos na tomada de decisão por meio da metodologia do teste de hipótese: ao utilizar uma estatística para se concluir sobre o resultado de experimentos industriais podem ser cometidos dois tipos de erros: O primeiro erro (erro tipo I) ocorre se a hipótese

nula for rejeita quando ela é verdadeira e o erro tipo II ocorre quando a hipótese nula não é rejeitada sendo falsa.

No entanto, ao realizar os experimentos industriais a equipe pode estimar alguns parâmetros que reduzem a probabilidade de errar nas decisões ou chegar a uma conclusão incorreta sobre os fatores que influenciam o sistema investigado, conforme segue (LEVINE *et al.*, 1998):

- **Nível de significância.** A probabilidade de se cometer o erro tipo I é identificada como o nível de significância ( $\alpha$ ) do teste estatístico. Geralmente, a equipe pode controlar a probabilidade do erro tipo I decidindo o nível de risco  $\alpha$ , que estão dispostos a tolerar, em termos de rejeitar a hipótese nula quando ela for verdadeira. Os autores da literatura de planejamento e análise de experimentos recomendam que a equipe deve selecionar os níveis de  $\alpha$ , em 0,1 ou menos. Ainda, uma vez selecionado o valor de  $\alpha$ , é possível determinar o tamanho da região de rejeição da hipótese nula do experimento. Com isso, os valores críticos que dividem as regiões de rejeição e não-rejeição podem ser determinados, conforme apresentado pela **Figura 4.4**, para a estatística F. Os valores críticos dessa ferramenta são apresentados por Devor *et al.* (1992) e Montgomery (1991);



**Figura 4.4** - Regiões de rejeição e não-rejeição para uma distribuição F (DEVOR *et al.*, 1992).

- **O coeficiente de confiança.** O complemento da probabilidade de um erro tipo I é denominado de coeficiente de confiança, que é identificado como  $(1 - \alpha)$ . Quando esse termo é multiplicado por 100% passa a simbolizar o nível de confiança do experimento. Com essa estimativa é possível afirmar se a média aritmética da população está contida dentro de um intervalo.

Montgomery (1991), destaca que com esse procedimento se garante um valor pequeno para a probabilidade do erro tipo II. Em termos de metodologia de teste “...esse coeficiente representa a probabilidade de se concluir que o resultado de um fator que está sendo testado para a hipótese nula seja plausível...” (LEVINE *et al.*, 1992).

Considerando-se esses fatores, a seguir é descrita a técnica estatística de Análise de Variância, também conhecida como ANOVA (*Analysis of variance*). As definições são baseadas nas referências bibliográficas apresentadas por Galdámez (2002). É importante destacar que, outras técnicas podem ser utilizadas para analisar os experimentos industriais (OLIVEIRA, 1999; WERKEMA e AGUIAR, 1996; MONTGOMERY, 1991).

A análise de variância é utilizada para aceitar ou rejeitar, estatisticamente, as hipóteses investigadas com os experimentos industriais. O objetivo dessa técnica é analisar a variação média dos resultados dos testes e demonstrar quais são os fatores que realmente produzem efeitos (principais e de interação) significativos nas respostas de um sistema.

Para ilustrar o procedimento considerar um experimento fatorial com dois fatores, cada um deles com apenas dois níveis, O modelo matemático que define a variação da resposta em função dos fatores de controle é dado pela eq. 4.1. Com a análise de variância procura-se identificar se alguns dos coeficientes desse modelo são reflexos do erro experimental ou se realmente são efeitos significativos.

Assim, a contribuição de qualquer parâmetro ( $E_j$ ) no modelo matemático é dado pela soma de quadrados ( $SS_E$ ), conforme eq. (4.3).

$$SS_{E_i} = \frac{(E_i)^2}{4.n} \quad (4.3)$$

sendo que  $n$  é o número de observações realizadas. Para determinar a soma quadrática das interações, procede-se conforme a eq. (4.4).

$$SS_{E12} = \sum_{i=1}^2 \sum_{j=1}^n \frac{y_{ij}^2}{2n} - \frac{T^2}{4n} - SS_{E1} - SS_{E2} \quad (4.4)$$

sendo que  $T$  é a soma total das observações e  $y_{ij}$  representa as respostas experimentais.

A somatória dos quadrados das diferenças é representada pela eq. (4.5).

$$SS_D = \sum_{i=1}^2 \sum_{j=1}^n y_{ij}^2 - \frac{T^2}{4n} \quad (4.5)$$

sendo que  $T$  é a soma total das observações e  $y_{ij}$  representa as respostas experimentais. A soma quadrática dos erros é dada pela eq. (4.6).

$$SS_R = SS_D - SS_{E1} - SS_{E2} - SS_{E12} \quad (4.6)$$

Os resultados da ANOVA são geralmente apresentados em um quadro ou tabela, conforme demonstra o **Quadro 4.4**. Tais resultados representam a análise do experimento fatorial com dois fatores, cada um deles com dois níveis. As colunas nesse quadro incluem as fontes de variação, a soma dos quadrados ( $SS_{E1}$ ,  $SS_{E2}$ , ...,  $SS_D$ ), os graus de liberdade (*g.l.* é a propriedade pela qual qualquer das  $(n - 1)$  observações de uma amostra completamente determinam a outra observação), os quadrados médios (MS), ou a variância dos parâmetros, e a estatística do teste  $F_0$ .

**Quadro 4.4** - ANOVA de um experimento fatorial com dois fatores  
(MONTGOMERY, 1991)

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	<i>g.l.</i>	Quadrado Médio	$F_0$
$E_1$	$SS_{E1}$	a-1	$MS_{E1} = SS_{E1}/a-1$	$MS_{E1}/ MS_R$
$E_2$	$SS_{E2}$	b-1	$MS_{E2} = SS_{E2}/b-1$	$MS_{E2}/ MS_R$
Interação $E_{12}$	$SS_{E12}$	$(a-1)(b-1)$	$MS_{E12} = SS_{E12}/(a-1)(b-1)$	$MS_{E12}/ MS_R$
Erro	$SS_R$	$abn(n - 1)$	$MS_R = SS_R/ab(n-1)$	
Total	$SS_D$	$abn - 1$		

O método de análise de variância apresentado anteriormente, refere-se ao caso de um planejamento fatorial, com dois fatores, cada um deles com dois níveis. Esse processo pode ser generalizado para o experimento fatorial  $2^k$ .

O modelo estatístico (eq. (4.2)) para o experimento fatorial  $2^k$  inclui  $k$  efeitos principais, ( $k$  interações de dois fatores, ( $k$  interações de três fatores, ..., e uma interação de  $k$  fatores. Uma vez estimados os efeitos principais e de interação, a soma de quadrados para qualquer um dos efeitos será conforme a eq. (4.7). No **Quadro 4.5** é representado o quadro geral de ANOVA para um experimento fatorial  $2^k$  (MONTGOMERY, 1991).

$$SS_{E_{12, \dots, k}} = \frac{(E_{12, \dots, k})^2}{n2^k} \quad (4.7)$$

sendo que  $n$  é o número de observações realizadas e  $k$  o número de fatores.

**Quadro 4.5** - Análise de variância para um experimento  $2^k$   
(MONTGOMERY, 1991)

Fonte de Variação	Soma de Quadrados	Graus de Liberdade
Efeitos Principais		
$E_1$	$SS_{E1}$	1
$E_2$	$SS_{E2}$	1
:	:	:
$E_k$	$SS_{Ek}$	1
$\binom{k}{2}$ Interação a dois Fatores		
$E_{12}$	$SS_{E12}$	1
$E_{13}$	$SS_{E13}$	1
:	:	:
$E_{jk}$	$SS_{Ejk}$	1
$\binom{k}{3}$ Interação a três Fatores		
$E_{123}$	$SS_{E123}$	1
$E_{124}$	$SS_{E124}$	1
:	:	:
$E_{1jk}$	$SS_{E1jk}$	1
:	:	:
$\binom{k}{k}$ Fatores Interação		
$E_{123 \dots k}$	$SS_{E123 \dots k}$	1
Erro	$SS_E$	$2^k (n-1)$
Total	$SS_T$	$n2^k - 1$

Segundo VIEIRA (1996), a interpretação dos resultados do quadro de ANOVA se apresenta em duas categorias:

- Os parâmetros que possuam razão  $F_0$  maior que a estatística F crítica, são os fatores que exercem influência sobre o valor da média de resultados. A estatística F, que segue uma distribuição com  $V_1$  (numerador) e  $V_2$  (denominador) graus de liberdade, para um dado nível de significância  $\alpha$ , são retiradas das tabelas apresentadas por vários autores (LEVINE *et al.*, 1998; DEVOR *et al.*, 1992; MONTGOMERY, 1991);
- Os fatores que possuam razão  $F_0$  menor que a F crítica, não causam efeitos significativos sobre a média, portanto, a hipótese nula é verdadeira.

É importante ressaltar que, o quadro ANOVA é facilmente construído com *softwares* estatísticos, como por exemplo, EXCEL, MINITAB e STATISTICA. Além dessa vantagem, na maioria dos programas computacionais está incluído o valor p. Esse valor corresponde à área sob a qual a estatística F é limite da razão  $F_0$  calculada. Com esse parâmetro estatístico, é possível concluir sobre as hipóteses nulas sem precisar recorrer a uma tabela de valores

críticos da distribuição F. Isto é, se o valor  $p$  for menor que o nível de significância escolhido  $\alpha$ , a hipótese nula é rejeitada.

No entanto, a inferência estatística com a ANOVA é um processo que requer alguns cuidados: a equipe não pode esquecer que um efeito de interação indica que todos os fatores envolvidos (na interação) são significativos, apesar do fato de que seus efeitos principais na ANOVA possam não mostrar a significância; os fatores de ruído, *a priori*, não são completamente investigados.

## 4.2 Metodologia de superfícies de resposta

A metodologia de superfícies de resposta - SRM é constituída de duas etapas distintas: modelagem e deslocamento. Essas etapas são repetidas tantas vezes quantas forem necessárias, com o objetivo de atingir uma região ótima (máxima ou mínima) da superfície investigada. A modelagem normalmente é feita ajustando-se modelos lineares ou quadráticos a resultados experimentais obtidos a partir de planejamentos fatoriais. O deslocamento se dá sempre ao longo do caminho da máxima inclinação de um determinado modelo, que é a trajetória na qual a resposta varia de forma mais pronunciada (NETO *et al.*, 1995).

Utiliza-se a SRM para modelagem e análise de problemas a partir dos quais a variável de resposta de interesse é influenciada por diversas variáveis independentes ou fatores e cujo objetivo é otimizar a variável resposta.

Por exemplo, um pesquisador está interessado em encontrar os níveis de temperatura, tempo e pH que maximizam a produção de um processo. A produção é em função da temperatura, tempo e do pH, ou seja,

$$y = f(x_1, x_2, x_3) + e \quad (4.8)$$

Onde,  $\varepsilon$  representa o ruído branco ou os erros aleatórios observados na resposta  $y$ . O valor esperado da resposta,  $E(y)$ , é dado por:

$$E(y) = f(x_1, x_2, x_3) = h \quad (4.9)$$

Então, chama-se de superfície de resposta a superfície representada por:

$$h = f(x_1, x_2, x_3) \quad (4.10)$$

A representação de uma superfície de resposta geralmente é feita graficamente, ou seja, por meio da superfície de resposta e gráfico de contornos.

Ainda utilizando-se de exemplos para ilustrar, imagine que, alguns autores realizaram um experimento com o objetivo de verificar a influência dos fatores temperatura ( $x_1$ ), taxa gás/líquido ( $x_2$ ) e altura da embalagem ( $x_3$ ), na redução do odor desagradável de um produto químico que está sendo estocado para uso residencial.

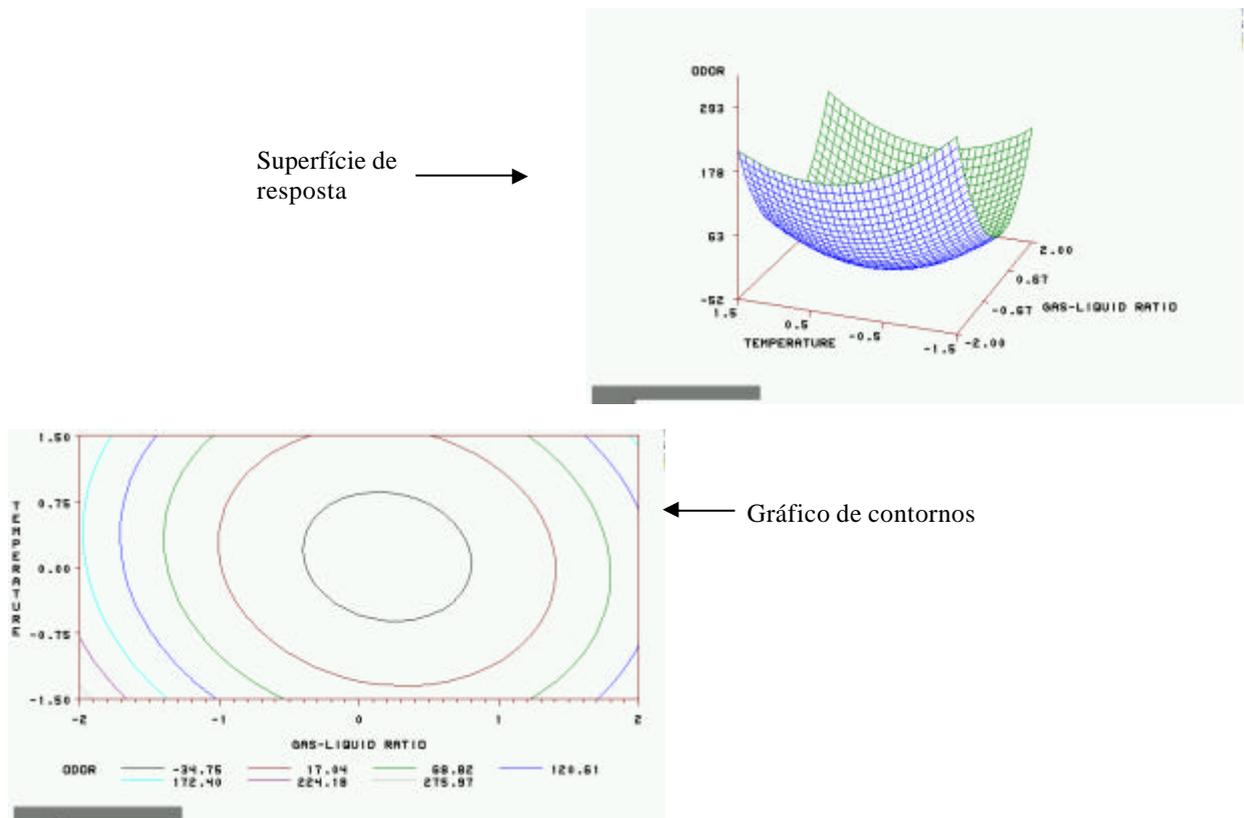
**Tabela 4.2** – Relação das variáveis naturais e codificadas do exemplo mostrado

Variáveis naturais			Variáveis codificadas			Resposta
$\xi_1$	$\xi_2$	$\xi_3$	$x_1$	$x_2$	$x_3$	
40	0,3	4	-1	-1	0	66
120	0,3	4	1	-1	0	39
40	0,7	4	-1	1	0	43
120	0,7	4	1	1	0	49
40	0,5	2	-1	0	-1	58
120	0,5	2	1	0	-1	17
40	0,5	6	-1	0	1	-5
120	0,5	6	1	0	1	-40
80	0,3	2	0	-1	-1	65
80	0,7	2	0	1	-1	7
80	0,3	6	0	-1	1	43
80	0,7	6	0	1	1	-22
80	0,5	4	0	0	0	-31
80	0,5	4	0	0	0	-35
80	0,5	4	0	0	0	-26

A codificação utilizada foi:

$$x_1 = \frac{x_1 - 80}{40} \quad x_2 = \frac{x_2 - 0,5}{0,2} \quad x_3 = \frac{x_3 - 4}{2} \quad (4.11)$$

A superfície de resposta adquirida pode ser expressa graficamente como mostra a **Figura 4.5**.



**Figura 4.5** – Superfície de resposta e gráfico de contornos (GALDÁMEZ, 2002)

Cada contorno corresponde a uma particular altura da superfície de resposta. Em cada linha a resposta é constante. Na maioria dos problemas em superfície de resposta, a forma do

relacionamento entre as variáveis dependentes e independentes é desconhecida. Assim, o primeiro passo é encontrar uma aproximação para o verdadeiro relacionamento entre a variável resposta ( $y$ ) e as variáveis independentes (fatores). Geralmente, utiliza-se de uma regressão polinomial de baixo grau em alguma região das variáveis independentes (CHEMKEY, 2004). O modelo de regressão polinomial de primeiro grau, dado por:

$$y = \mathbf{b}_0 + \mathbf{b}_1 x_1 + \mathbf{b}_2 x_2 + \dots + \mathbf{b}_k x_k + \mathbf{e} \quad (4.12)$$

Já, o modelo de segunda ordem, é dado por:

$$y = \mathbf{b}_0 + \sum_{i=1}^k \mathbf{b}_i x_i + \sum_{i=1}^k \mathbf{b}_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j>i}^k \mathbf{b}_{ij} x_i x_j + \mathbf{e}$$

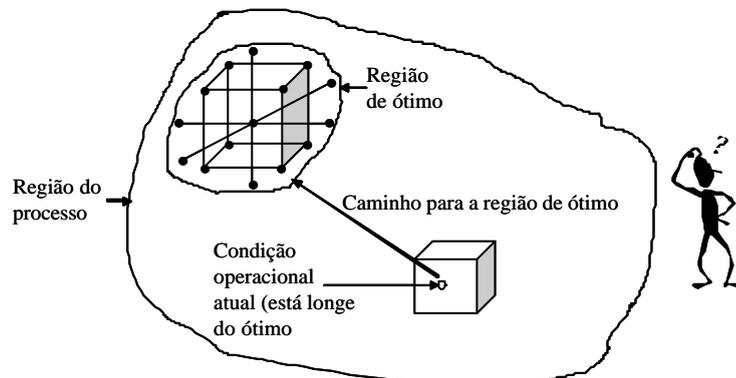
$\uparrow$   
 Efeito linear

$\uparrow$   
 Efeito quadrático

$\uparrow$   
 Efeito da interação

(4.13)

Os parâmetros do modelo são mais adequadamente estimados se forem utilizados planos adequados para a coleta dos dados. Os planos para ajustar superfícies de resposta são denominados de delineamentos para superfície de resposta. A metodologia de superfície de resposta é um procedimento sequencial, ou seja, quando o ponto escolhido da superfície de resposta está longe do ótimo, como na condição operacional atual da **Figura 4.6**, há pouca curvatura no sistema e o modelo de 1ª ordem será apropriado.



**Figura 4.6** – Esquematização da problemática de determinação do ótimo

O objetivo é auxiliar o pesquisador, de forma rápida e eficiente, a encontrar a região de ótimo, isto é, determinar a melhor região de estudo. Encontrada a região de ótimo, um modelo mais

elaborado, por exemplo, um modelo de segunda ordem, pode ser empregado, e uma análise pode ser feita para localizar o ponto de máximo ou de mínimo (ponto ótimo).

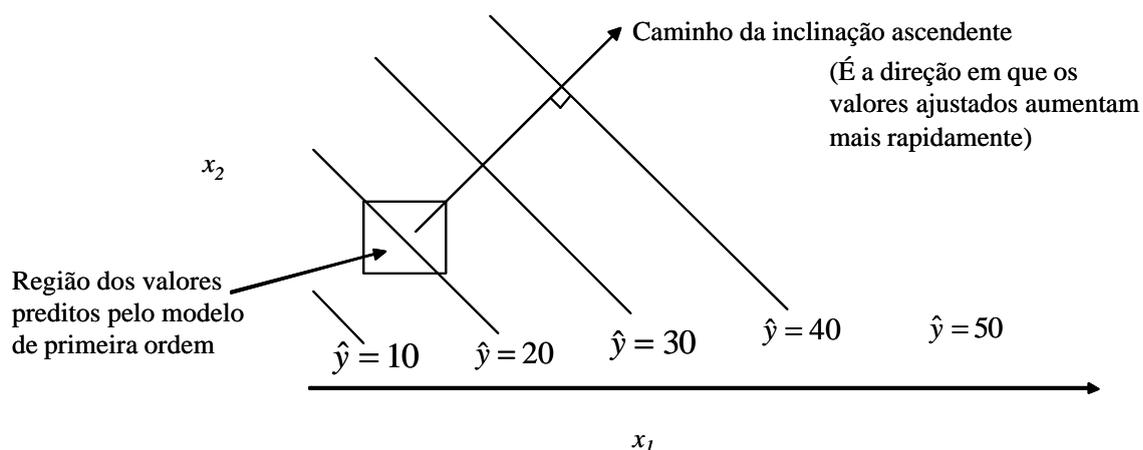
Outro objetivo da SRM é determinar as condições de operação ótima para o sistema ou determinar uma região do espaço dos fatores onde as especificações (requerimentos) de operação são satisfeitas. Para isso, utiliza-se o método da inclinação ascendente (*steepest ascent*), no qual, frequentemente, as condições iniciais (os pontos iniciais, região inicial) estão afastadas daqueles que otimizam a resposta. Em tais condições, o objetivo é mover o experimento rapidamente para a vizinhança geral do ótimo utilizando um procedimento experimental, simples, rápido, econômico e eficiente (CUSTÓDIO *et al*, 2004).

Quando se está distante do ótimo, assumi-se um modelo de primeira ordem como aproximação da verdadeira superfície de resposta em uma pequena região das variáveis independentes ( $x_i$ ). Se a busca é o máximo incremento na resposta, temos o método da máxima inclinação ascendente (*steepest ascent*); se a busca é um ponto de mínimo o método, denomina-se máxima inclinação descendente (*steepest descent*).

Nesse sentido, o modelo ajustado de primeira ordem é dado por:

$$\hat{y} = \hat{b}_0 + \sum_{i=1}^k \hat{b}_i x_i \quad (4.14)$$

O gráfico de contornos dos valores preditos da variável resposta (*y chapéu*), é uma série de linhas paralelas, como na **Figura 4.7**,



**Figura 4.7** - Superfície de resposta de primeira ordem e o caminho da inclinação ascendente (GALDÁMEZ, 2002)

Assim concluiu-se que:

- Os passos ao longo do caminho são proporcionais aos sinais e grandezas dos coeficientes de regressão  $\{\hat{b}_i\}$ ;
- O tamanho real do passo é determinado pelo pesquisador, baseado em considerações práticas ou conhecimento do processo;
- Experimentos (tratamentos) são conduzidos ao longo do caminho da inclinação ascendente até que não ocorram mais acréscimos na resposta;
- Um novo modelo de primeira ordem pode ser ajustado, um novo caminho de inclinação ascendente determinado e o processo continuado;
- Eventualmente, o pesquisador pode chegar na vizinhança do ponto ótimo;
- Isto é indicado pela falta de ajuste do modelo de primeira ordem;
- Neste momento, experimentos adicionais (tratamentos) são realizados para obter uma estimativa mais precisa do ótimo.

## 5 A pesquisa experimental

Para Silva e Menezes (2001) a pesquisa científica pode ser descritiva e experimental. Uma das diferenças mais fundamentais que existem entre as duas é que, na primeira, o pesquisador procura conhecer e interpretar a realidade, sem nela interferir para modificá-la. Na pesquisa experimental, o pesquisador manipula deliberadamente algum aspecto da realidade, dentro das condições anteriormente definidas, a fim de observar se produz efeitos. A este procedimento denomina-se experimento. Não existe pesquisa experimental sem experimento.

Para se realizar a pesquisa é necessário trabalhar com variáveis. Este termo, constantemente utilizado na ciência, tem sua origem no campo da matemática, onde serve para designar uma quantidade que pode tomar diversos valores, geralmente considerados em relação a outros valores (RUDIO, 1998). A pesquisa experimental pretende dizer com base nessas variáveis, de que modo ou por que causas o fenômeno é produzido. Neste caso, as interferências ocorridas no sistema de abate de material particulado.

Para atingir resultados válidos, a pesquisa necessita ser elaborada corretamente, submetendo-se às exigências do método. Como já sabido, o problema deve ter sido enunciado com intuito de indagar se um fenômeno acontece ou não, que variáveis o constituem, como classificá-lo, que semelhanças ou diferenças existem entre determinados fenômenos etc. Os dados obtidos devem ser analisados e interpretados e podem ser qualitativos (utilizando-se palavras para descrever o fenômeno) e quantitativos (expressos mediante símbolos numéricos).

A pesquisa exploratória permite ao investigador aumentar sua experiência em torno do problema, familiarizar-se com o fenômeno ou conseguir nova compreensão deste, para posteriormente poder formular problemas mais precisos de pesquisa ou elaborar novas hipóteses; muitos estudos exploratórios têm muitas vezes como único objetivo a formulação de um problema para investigação mais exata ou para a formulação de hipóteses.

Na prática, as diferenças entre os diversos tipos de estudos (exploratórios, descritivos e experimentais) nem sempre são nitidamente separáveis. Qualquer pesquisa pode conter elementos de duas ou mais funções descritas como características de diferentes tipos de

estudo. Sabendo-se que as ciências sociais estão em formação face ao seu pouco tempo de exercício, a pesquisa exploratória é necessária para a obtenção de experiência que auxilie na formulação de hipóteses significativas para pesquisa mais definitiva.

No caso de problemas em que o conhecimento é muito reduzido, geralmente o estudo exploratório é mais recomendado. Às vezes, existe uma tendência para subestimar a importância de pesquisa exploratória e considerar como “científico”, apenas o trabalho experimental.

Pois na prática, a parte mais difícil de uma pesquisa é o seu início. Qualquer que seja a razão para a realização de um estudo, a capacidade criadora e a “sorte” desempenharão importante papel. Além desses fatores, Silva e Menezes (2001) indicam que, nos casos de estudos exploratórios, o pesquisador deverá realizar:

- Resenha pertinente da literatura;
- Análise de exemplos que estimulem a compreensão de estudos de caso;
- Levantamento junto a pessoas que tiveram experiência prática com o problema a ser estudado.

Qualquer que seja o método escolhido, deve ser usado de maneira flexível. À medida que o problema inicialmente definido de maneira vaga se transforma em problema com sentido mais precisamente definido, são necessárias freqüentes mudanças no processo de pesquisa, a fim de permitir a obtenção de dados significativos para as hipóteses emergentes.

O estudo exploratório finalmente permite que o pesquisador possa encontrar os elementos necessários que lhe permitam, em contato com determinada população, obter os resultados que deseja. Exige o rigor científico, a exemplo da revisão bibliográfica e do processo de coleta de dados.

Nesse sentido, a atual pesquisa caracteriza-se como experimental, mesmo porque tem sua base fundamentada nos planos e traçados empíricos, porém, com cunho exploratório, pois incorpora em si outras funções como: aumentar o conhecimento do pesquisador acerca do fenômeno que deseja investigar em estudo posterior; o esclarecimento de conceitos; o estabelecimento de prioridades para futuras pesquisas; a obtenção de informação sobre possibilidade práticas de realização de pesquisas em situações de vida real; apresentação de um recenseamento de problemas considerados urgentes.

O procedimento adotado para o planejamento e execução da pesquisa experimental é mostrado, cientificamente fundamentado e conta com a descrição detalhada de todos os passos executados para o desenvolvimento de um modelo matemático determinístico a partir de um sistema empírico. Posteriormente a esses descritivos, estão os resultados obtidos, as dificuldades e no capítulo subsequente, as conclusões e propostas futuras.

## 5.1 Experimentos nas indústrias

Experimento se diferencia da experiência e da observação. O experimento é uma situação criada em laboratório, com a finalidade de observar, sob controle, a relação que existe entre fenômenos. O termo controle serve para indicar os esforços feitos para se eliminar ou, pelo menos, reduzir ao mínimo, possível os erros que possam surgir numa observação. Estes esforços são concretizados na forma de procedimentos, que visam isolar a observação, de fatores ou influências capazes de nela intervir, falseando-a. Num sentido mais amplo, chama-se também de experimento as situações criadas, mesmo fora de laboratório, mas onde são utilizadas técnicas rigorosas, com o objetivo de exercer controle sobre as variáveis que vão ser observadas.

Dentro do contexto da pesquisa, o experimento é um meio que se utiliza com a finalidade de verificar hipóteses. Por outro lado, a lei é uma hipótese verificada. Desta maneira, pode-se dizer que um experimento tem por objetivo verificar se uma lei existe ou não. As leis servem para afirmar relações constantes, existentes entre variáveis (RUDIO, 1998).

As primeiras publicações a respeito de experimentos com o objetivo de se obter controle por meio de modelos matemáticos de caldeiras de recuperação, assim como outras etapas de recuperação de licor, foram compiladas por Williams e Holm (1975). É apresentado um modelo estacionário modular de uma caldeira com tecnologia CE (*Combustion Engineering*), onde são aplicados princípios de conservação e correlações empíricas. A caldeira é subdividida em zonas de combustão, regiões de troca térmica (superaquecedor, economizador etc), leito de fundidos e auxiliares (precipitador eletrostático, evaporador cascata etc). No entanto, o modelo se baseou apenas em balanços globais das secções, sem levar em conta as variações locais de transferência de calor, de fluxo de ar e gases de cinética de queda da partícula e do leito. Adler e Goodson (1975) desenvolvem o modelo estacionário da planta *kraft* e utilizam hipóteses e equações semelhantes no modelo da caldeira. O modelo é otimizado com o objetivo de gerar valores desejados para as variáveis de controle da planta.

Merriam (1982) desenvolveu o modelo da caldeira com enfoque na dinâmica das partículas, secagem e pirólise, além de avaliar o comportamento do leito de fundidos. Os aspectos de troca térmica e perda da carga nos tubos não foram analisados. O mérito do modelo é a identificação da necessidade de dados experimentais para um melhor entendimento dos fenômenos que ocorrem na caldeira.

A modelagem da caldeira de recuperação foi também realizada por Shiang e Edwards (1985) com a posterior implementação no simulador GEMS. Foi dada ênfase ao escoamento do gás e a transferência de calor e menor enfoque às reações químicas. O modelo apresenta-se também na forma modular, representando as diversas secções da caldeira.

Na literatura são encontradas duas aplicações do modelo. Edwards *et al* (1985) estudaram a influência de variáveis de entrada no processo: vazão e temperatura de licor de alimentação, excesso de oxigênio e fração de ar primário. Foram utilizados dados industriais, variando dentro de limites com planejamento experimental fatorial. Outra simulação deste modelo foi feita por Haynes *et al* (1988), que analisaram as variáveis operacionais e de projeto que influenciam o desempenho térmico da caldeira, comparando com dados industriais.

As tentativas atuais de modelagem de caldeiras se restringem ao estudo de aspectos particulares do processo, visando integrá-los posteriormente. Com esta metodologia, pode-se analisar partes do processo com maior profundidade e os resultados obtidos são capazes de fornecer maiores informações.

Jones *et al* (1989) analisaram o problema do fluxo do gás de combustão na caldeira. O modelo ignorou efeitos de combustão, distribuição de temperaturas e interações com o licor pulverizado restringindo ao estudo do escoamento dos gases. Foi empregada uma representação tridimensional do processo por diferenças finitas, utilizando-se 50.000 células computacionais de modo a representar a geometria interna do equipamento: dimensões do leito, alturas de entradas de ar, distribuição dos tubos etc; levou-se também em conta a simetria do problema. Os resultados foram comparados a dados obtidos experimentalmente a partir de uma caldeira em escala piloto. O modelo pode prever as possíveis melhorias advindas com alterações na entrada de ar (duas entradas primárias, entrada terciária etc) e o comportamento dos fluxos das frações de ar primário e secundário para diferentes níveis do leito. Porém, efeitos de distribuição de temperatura e arraste de licor são significativos e limitam a aplicação do modelo.

Uma análise simplificada da turbulência gerada por um ou vários jatos de ar em caldeiras de recuperação foi feita por Adams (1988a, 1988b). Obteve-se a distância de penetração dos jatos na caldeira, os perfis radiais de velocidade do ar, além da relação entre a velocidade no interior da caldeira e no *windbox*, analisando-se as conseqüências sobre o arraste de partículas e a combustão do licor. A metodologia pôde servir de apoio no projeto do sistema de entrada de ar.

A modelagem dos *loops* de circulação natural no lado vapor foi realizada por Pereyra *et al* (1989), considerando os escoamentos homogêneo e bifásico do sistema vapor-água; os gases de combustão podem estar em fluxo cruzado ou concorrente. Os resultados foram validados com dados industriais e comparados ao modelo de Shiang e Edwards (1985). Os principais resultados obtidos com o modelo foram:

- a) A produção de vapor na caldeira é mais sensível à vazão de licor que a produção de vapor nos tubos das paredes;
- b) A taxa de circulação na caldeira é também mais sensível à vazão do licor que a taxa de circulação nos tubos das paredes;
- c) Há indicações de que a circulação pode atingir um valor máximo nos tubos das paredes antes de atingi-lo na caldeira;

São indicadas limitações no modelo: não há condições de se prever uma má distribuição de água num conjunto de tubos paralelos ou um fluxo reverso nos tubos, carregando a mistura em ebulição no sentido descendente. Além disso, o modelo não prevê qualquer fenômeno dinâmico, como ondas de pressão ou densidade. Um modelo matemático das reações na parte inferior da caldeira foi desenvolvido por Pejryd e Hupa (1984), baseado na hipótese de equilíbrio termodinâmico. O sistema analisado consiste apenas do leito de fundidos e do gás em contato com o mesmo. As seguintes hipóteses são assumidas:

- a) O sistema está em estado estacionário;
- b) As gotas estão secas quando atingem o leito;
- c) Todo o licor entra no sistema, isto é, o arraste e a pirólise das gotas antes de entrar no sistema são desprezados;
- d) O sistema é homogêneo (temperatura e composição uniformes);
- e) Os tempos de residência são suficientemente longos para permitir que o sistema atinja o equilíbrio químico.

O método do cálculo emprega a minimização da Energia de Gibbs como condição para se atingir o equilíbrio. Os resultados são as composições dos fundidos e do gás residual, incluindo-se os componentes presentes com até 0,01 mol% na fase gasosa e 1 ppm da fase de fundidos; valida-se o modelo com dados experimentais e de campo. São avaliados os efeitos da composição do licor negro (inclusive potássio e cloro) e da temperatura.

Shick (1986) desenvolveu um modelo com enfoque na cinética da caldeira com excelente resolução gráfica; porém, não há possibilidade de se avaliar a qualidade do modelo, pois, não foram descritas as hipóteses e equações utilizadas. Um modelo tridimensional da trajetória e combustão das gotas foi desenvolvido, incorporando resultados experimentais recentes. O modelo considera o aumento de diâmetro das gotas durante a pirólise, concluindo-se que este fator é fundamental para a taxa de reação. São analisados: o efeito do diâmetro inicial das gotas, assim como, os limites mínimo (para evitar arraste) e máximo dos tamanhos (baixa eficiência de reação).

Ainda são discutidos os modelos matemáticos de caldeiras de recuperação sob o enfoque de controle de processos, analisando os modelos baseados em leis de conservação e aqueles empíricos, determinados via identificação de parâmetros. As principais hipóteses assumidas, foram:

- a) A caldeira é dividida em subunidades, cujos modelos possuem parâmetros concentrados e constantes;
- b) O licor é caracterizado pela sua análise elementar;
- c) Não há volatilização de sódio e de enxofre nem a partir do leite e bem das gotas de licor;
- d) Utiliza-se uma relação empírica para calcular a eficiência de redução;
- e) A camada ativa de fundidos é assumida perfeitamente misturada, permitindo cálculos diretos de balanço de material;
- f) A taxa de reação dos sólidos é proporcional ao produto da fração mássica de carbono e de uma constante de Arrhenius baseada na temperatura média do leite;
- g) A formação de  $\text{SO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{S}$  e  $\text{CO}$  é determinada empiricamente a partir de excesso de  $\text{O}_2$  e do grau de turbulência;
- h) O carbono disponível após a formação de  $\text{CO}$  e  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  forma dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ );

i) A maioria dos efeitos dinâmicos é tão rápida que pode ser desprezada.

Estes autores ressaltam a importância destes modelos no sentido de permitir o entendimento do processo e a construção de modelos simples (determinação das entradas e saídas relevantes do processo), aplicáveis em controles de processos.

Paralela e complementarmente ao desenvolvimento de modelos matemáticos, inúmeros estudos experimentais relativos à cinética de redução de sulfato com carbono foram realizados. Os resultados obtidos podem ser incorporados aos novos modelos a serem elaborados que, em conjunto, são decisivos para um melhor entendimento do processo (PINTO *et al*, 1990).

Pinto *et al* (1990) conclusivamente apresentam que a análise de trabalhos já publicados permite: identificar quantitativamente o comportamento da caldeira em relação às variáveis operacionais, frente às condições de operação no Brasil; estudar a cinética de combustão de licor de eucalipto e de formação de depósitos; elaborar modelos matemáticos mais representativos; analisar as diferentes estratégias de controle praticadas nas caldeiras nacionais, suas adequações e avaliar novas estratégias.

Ainda os autores, consideraram relevantes para o estudo realizado as seguintes variáveis operacionais: capacidade da caldeira (vazão do licor), temperatura do licor, teor de sólidos no licor, poder calorífico do licor, injetor de licor, pressão no injetor de licor, vazão total de ar, fração de ar primário, temperatura de ar, pressão de entrada de ar (*windbox*), taxa de adição de sal de reposição, temperatura da água de alimentação, pressão do vapor, temperatura do vapor, vapor dos sopradores de cinzas, pressão do sopradores de cinzas, nível do leite, temperatura do leite, perfil de temperaturas, temperatura de saída do gás (entrada do precipitador), acidez na entrada do precipitador, área de troca térmica, composição dos fundidos, particulados arrastados, emissões gasosas e eficiência de redução (abate).

Segundo estudos realizados por Schreiber (1985), são oito os fatores que determinam a perda de calor numa caldeira de recuperação, ou em outras palavras, a eficiência térmica das caldeiras de recuperação. São eles: perda de gases secos, redução química do sulfato de sódio, correção do calor de reação, água evaporada, perda pelo hidrogênio, calor no fundido e umidade do ar.

O autor propôs um método para cálculo de eficiência térmica de caldeiras de recuperação baseado no TAPPI *Short Form* (Sistema Métrico) que permitiu, entre outras análises, demonstrar que os percentuais de perdas de água evaporada, na fornalha e no evaporador de

contato direto (quando há). Constituem as mais significativas perdas de calor. Ressaltou também que, a média nacional de eficiência térmica das caldeiras de recuperação encontrada de 57,9% é baixa em relação dos países desenvolvidos da Europa e USA, uma vez que giram em torno dos 62%.

O ciclo altamente complexo de recuperação do licor negro recupera energia e produtos químicos do processo de polpação. O seu desenvolvimento ao longo dos anos tem ocorrido com um conhecimento limitado das propriedades mais importantes do licor negro. Na época em que a energia era barata, o tratamento do licor negro como uma solução ideal tinha as suas justificativas mas, à medida que aumentaram as exigências para a recuperação de energia e a obtenção de concentrações mais altas de sólidos, cresceu também a necessidade de informações mais detalhadas e precisas sobre o mesmo.

Em 1984 Masse (*apud in* Pinto *et al*, 1990), realizou as primeiras medidas diretas da capacidade calorífica do licor negro para a concentração de 100% de sólidos. Seus resultados demonstraram que o modelo de solução ideal, usado anteriormente, não é satisfatório para o cálculo de CP (capacidade calorífica), sendo necessário corrigir o modelo com a capacidade calorífica de excesso. Ignorar essa correção implica em erros da ordem de 6-12%. Erros dessa ordem têm, por exemplo, uma influência direta no dimensionamento de processos de integração energética, uma vez que o sucesso do método depende fortemente do conhecimento preciso do produto da capacidade calorífica pela vazão mássica.

Ainda por meio dos relatos de Pinto *et al* (1990), é possível perceber a importância dos estudos de Stoy & Fricke (1994) onde os autores demonstraram que, quando se ignora a entalpia de diluição, os erros nos valores de entalpia para o licor negro a 80°C podem variar de 9,07kJ/kg, para uma concentração de 20% de sólidos, até 122,8 kJ/kg, para uma concentração de 80% de sólidos. Esses autores mostram também que, ao desconsiderar a entalpia de diluição e a capacidade calorífica de excesso no cálculo da energia necessária para concentrar o licor negro, por evaporação, desde 20% até 65 - 90% de sólidos, os erros são da ordem de 4 - 6%.

Tais erros podem não parecer grandes mas, são significativos quando se considera a escala do processo. Por exemplo, o impacto de um erro de 5% no consumo de 100 t/h de vapor (custo de US\$ 0,08 /kg de vapor e operação de 8000 horas/ano) corresponde a US\$ 3,2x106/ano. Quanto ao uso do licor negro como combustível alternativo na caldeira de recuperação, percebe-se imediatamente que, face às grandes concentrações de energia (13.500 - 14.000

kJ/kg de sólidos), pequenos erros experimentais têm um impacto grande nos balanços energéticos.

Verifica-se dessa forma, que as propriedades acima analisadas devem ser determinadas com uma precisão que satisfaça as exigências atuais. Projetos visando melhorias nos processos associados à recuperação do licor negro deverão, portanto, se utilizar de informações cada vez mais precisas não só para as propriedades termodinâmicas aqui arroladas mas também sobre outras propriedades tais como, calor de vaporização, pressão de vapor, calor de reação, densidade, viscosidade e condutividade térmica. Cabe ainda ressaltar que, embora a literatura sobre propriedades termodinâmicas do licor negro seja escassa, maiores são as dificuldades de encontrar propriedades termodinâmicas para outros tipos de licores presentes em processos de polpação. Utilizar modelo simples para o cálculo da entalpia do licor negro é considerar o licor negro como uma mistura pseudobinária de sólidos e água. (CARDOZO FILHO *et al*, 2000)

Através de dados experimentais de para vários tipos de licores negros e da metodologia de superfície de resposta Zaman & Fricke (1996) e Zaman *et al* (1996) correlacionaram uma série de modelos empíricos para o cálculo dos parâmetros  $a_1$ ,  $a_2$ ,  $a_3$ ,  $a_4$ ,  $a_5$ ,  $a_6$ ,  $a_7$  e  $a_8$ , usando os parâmetros do processo de fabricação da celulose e papel já citados: tempo de cozimento, temperatura de cozimento, álcali efetivo e sulfididade. Desse modo, é possível calcular a entalpia de diferentes licores negros em função da concentração de sólidos, da temperatura e das características específicas dos processos em que são produzidos.

No entanto, os valores dos parâmetros apresentados por Zaman & Fricke (1996) não reproduzem os valores de entalpia calculados de acordo com a metodologia apresentada, indicando incertezas quanto ao uso dos parâmetros publicados. A partir dos dados experimentais medidos por Stoy (1992), foram estimados novos parâmetros para o cálculo da entalpia de diferentes licores negros (CARDOZO FILHO *et al*, 2000).

A modelagem do licor negro como uma solução pseudo-binária, não ideal, formada de água e sólidos permite a descrição de suas propriedades termodinâmicas em função da temperatura e da concentração de sólidos. Apesar dessa modelagem representar um avanço significativo para a descrição dessa mistura complexa, ela leva em conta apenas um conjunto limitado das variáveis que, de fato, têm influência sobre as propriedades do licor negro.

Zaman & Fricke (1996) e Zaman *et al* (1996) mostraram que um conjunto importante de variáveis que podem ser usados na caracterização dos licores negros se relaciona com as

condições de cozimento e é formado por: temperatura de cozimento, tempo de cozimento, álcalis efetivos e sulfididade. Os parâmetros foram ajustados às formas funcionais especiais, determinadas com base em um planejamento experimental estatístico. Apesar do modelo proposto neste trabalho não considerar essas variáveis por falta de dados experimentais suficientes, o resultado para os diferentes tipos de licores analisados foram satisfatórios (CARDOZO FILHO *et al*, 2000).

Baseando-se nos relatos apresentados, é notório que todos os experimentos citados apresentam diferenças quanto à abordagem de análise do objeto de estudo (meios utilizados para caracterização do modelo), ao conseguinte propósito (foco do resultado) e a seleção das variáveis por meio de escolhas que, em muitas vezes, não são necessariamente as melhores, mas sim as possíveis (restrição processual).

E que, embora, o objeto de estudo (caldeira de recuperação) analisado, seja o mesmo, se observado por diversos prismas ou com diferentes propósitos de análise, pode ainda, apresentar particularidades operacionais ou de projeto que venham a gerar modelagem diferenciada.

Fato esse que, para ocorrer controle do sistema ou possibilidade de alcance de modelagem matemática, observaram-se caldeiras com o mesmo princípio de funcionamento, ora sendo analisadas por meio das reações químicas ocorridas internamente a este objeto (propósito do máximo rendimento químico - reações completas), ora pela restrição das variáveis de entrada em apenas duas dentre as demais utilizadas anteriormente.

Nesse contexto, a atual pesquisa caracterizou-se através dos mesmos tipos de elementos balizadores adotados para as demais pesquisas apresentadas anteriormente. Ou seja, a aplicação de uma abordagem estratégica, adoção de escopo e determinação dos meios de execução (técnicas e procedimentos) fazem com que a atual pesquisa seja incluída como pesquisa inédita na relação dos estudos já realizados em caldeiras de recuperação química.

Assim, o processo de recuperação química foi considerado como um processo fechado onde, a saída (variações da variável resposta) foi estatisticamente analisada a partir da mutação dos níveis dos fatores de entrada (variáveis independentes). Segundo Rudio (1998), as variáveis podem ser elencadas em gerais, intermediárias e empíricas ou indicadoras quanto ao seu nível de abstração e classificadas (o mais relevante para a pesquisa) em independentes e dependentes, tendo em vista a relação que se estabelece entre elas. Atribui-se à variável independente um papel de preparador, contribuinte e causador da segunda, isto é, da variável

dependente que assume, então, o papel subordinado, de efeito. Entre uma e outra pode surgir a variável intermediária ou interveniente, que produz um efeito sobre a relação da variável independente com a dependente.

Cabe lembrar que, a formalização da pesquisa como mais um caso de aplicação ainda depende de um último ponto que é a técnica aplicada, ou seja, a condução e a abordagem da pesquisa por meio de planejamentos fatoriais, metodologia de superfícies de resposta, redes neurais etc.

Assim, a composição da matriz experimental utilizada nesta pesquisa, desconsiderou as condições internas de operação da caldeira (presença ou não de incrustações nos dutos de passagem do gás), as reações químicas ocorridas internamente, os fatores climáticos, as condições espúrias e os efeitos das variáveis incontroláveis durante a execução do plano. Algumas variáveis foram mantidas estáveis, uma vez que a alteração de seus níveis resultaria em pelo menos duas horas de espera para estabilização da caldeira; como é o caso da vazão do licor negro. Todas as demais variáveis requereram, em média, quinze minutos para estabilização do fluxo.

Por fim, é possível dizer que o desenvolvimento do plano experimental foi regido pela metodologia de superfícies de resposta, uma vez que os níveis e fatores manipulados estavam limitados pelas condições operacionais da caldeira.

Logo a seguir, são descritas, sequencialmente, as etapas que antecederam o experimento propriamente dito e posterior a isso, as fases do planejamento, as análises processuais, o estudo e observação dos objetos de recuperação e abate, assim como, o processo de coleta de dados (medição isocinética). Por último, são mostradas as análises estatísticas a cerca dos resultados obtidos.

### **5.1.1 Hipóteses estatísticas**

Toda pesquisa científica começa pela formulação de um problema e tem por objetivo buscar a solução do mesmo. O problema de pesquisa costuma normalmente ser apresentado sobre a forma de uma proposição interrogativa como já exposto. No sentido mais amplo, o problema é uma questão proposta para ser discutida e resolvida pelas regras de lógica e de outros meios que se dispõe.

Carosi (*apud in* Rudio, 1998), diz que uma questão é um enunciado acerca de um dado objeto, proposto de maneira interrogativa de modo que se possa responder por dois termos de uma alternativa, contraditoriamente entre si. Sabendo-se disto e de que hipótese é solução

(provisória) que se dá para um problema, ninguém pode evidentemente colocar, ao mesmo tempo, duas proposições contraditórias como hipóteses para o problema de uma pesquisa.

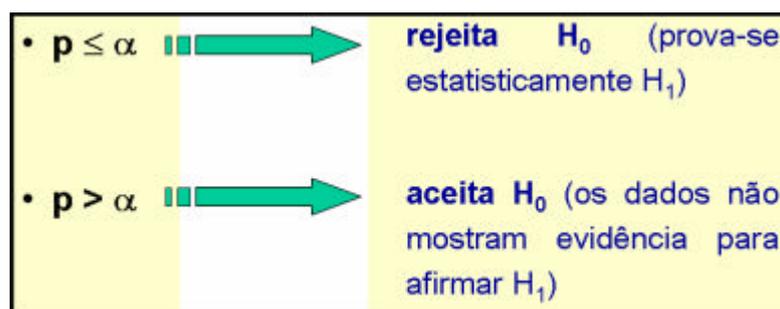
Assim, é imprescindível que seja escolhida apenas uma – a que mais se parece mais conveniente para a pesquisa, - quando as proposições são contraditórias. Caso não sejam, então não se estabelece quantas devam ser colocadas (RUDIO, 1998).

A hipótese faz uma menção que pode ou não ser comprovada. Para se verificarem as hipóteses, a serem trabalhadas devem ser informações obtidas na realidade empírica, por meio da coleta de dados. Obtidas as informações, é necessário decidir entre a comprovação ou não das hipóteses enunciadas. Esta decisão não é efetivada pela simples comparação dos dados obtidos ou através unicamente do raciocínio lógico, mas exige que se recorra a procedimentos específicos de estatística.

A utilização da estatística é meio: não se deve confundir pesquisa com estatística, embora esta seja para aquela um recurso indispensável, obrigatório. A fim de comprovar as hipóteses, a estatística indicará se os resultados obtidos, a partir das informações colhidas, são significativos ou meramente fruto do acaso. Auxilia, portanto, na confiança da decisão sobre os resultados, mas não explica nem como estes foram alcançados e nem quais as suas causas, pois, estas questões devem ser respondidas pelo processo de pesquisa e não pela estatística.

A partir desse momento, é necessário distinguir a hipótese da pesquisa apresentadas anteriormente, isto é, aquela que foi enunciada logo depois da formulação do problema e a hipótese da estatística, isto é, aquela que vai ser utilizada para aplicação das técnicas estatísticas (RUDIO, 1998).

Assim, para evitar todas estas dificuldades, o modo mais comum é enunciar a hipótese estatística na forma de hipótese nula. A hipótese nula (representada por  $H_0$ ) é enunciada por motivos operacionais, porque permite, no ponto de vista estatístico, um tratamento eficaz. Existe ainda a hipótese alternativa que, representada por  $H_1$ , deve opor-se a  $H_0$  (**Figura 5.1**).



**Figura 5.1** – Regra de decisão das hipóteses estatísticas (RUDIO, 1998)

Nesse sentido, a hipótese de pesquisa, descrita no Capítulo 2, a partir de agora se expressa sob a forma de hipótese estatística, onde preambula:

**H<sub>0</sub>**: o processo de recuperação química representado pela caldeira *Stein ET Roubaix Espanhola*, com os fatores e níveis estipulados e, precedente ao sistema de abate representado pelo precipitador eletrostático Fläkt tipo FAC-2828-6070-3, não permite caracterização por meio de modelos matemáticos determinísticos.

**H<sub>1</sub>**: o processo de recuperação química representado pela caldeira *Stein ET Roubaix Espanhola*, com os fatores e níveis estipulados e, precedente ao sistema de abate representado pelo precipitador eletrostático Fläkt tipo FAC-2828-6070-3, talvez possa ser caracterizado por meio de modelos matemáticos de simulação.

### **5.1.2 Comprovação das hipóteses estatísticas**

Segundo Rey (1987), a aplicação da estatística ao tratamento dos resultados de um experimento ou de uma observação científica compreende dois aspectos: apresentação de dados e forma sistematizada, clara e sintética, assim como análise de resultados e inferências para as tomadas de decisões quanto aceitação ou rejeição das hipóteses formuladas. Para a estimativa de um parâmetro consideram-se como sendo seus limites de confiança aqueles valores entre os quais fica incluído, com uma alta probabilidade, o valor exato desse parâmetro.

A probabilidade  $p = 0,05$  (ou 5%), que corresponde a um desvio ou erro padrão de aproximadamente  $2S$  (ou, mais precisamente,  $1,996 S$ ), é geralmente aceita, por convenção, como o limite para decidir se um resultado afastado da média (ou a diferença entre duas médias) é significativo ou não.

Para Rudio (1998) a comprovação das hipóteses ocorre por meio da experimentação, que segundo o autor, só pode ocorrer após execução das seguintes ações:

- Reunião de um conjunto organizado de dados rigorosos e precisos sobre o objeto ou sobre os fatos estudados de modo a permitir sua análise;
- Formulação de postulados: proposições referentes ao comportamento dos fatos, que são admitidas mesmo sem demonstração. Os postulados são constatações evidentes que podem ser percebidas pelo investigador;

- Formulação de teoremas: proposições que necessitam ser demonstradas para que sejam admitidas como verdadeiras. Os teoremas são resultados da reflexão feita sobre os fatos observados;
- Observação empírica: confronto com a realidade que comprova a probabilidade da veracidade dos teoremas que se pretende demonstrar. A explicação formulada pelo investigador (teorema) é colocada à prova (experimentada) em função de sua compatibilidade com a realidade observada.

## 5.2 Plano experimental utilizando superfícies de resposta

Sendo assim, o plano experimental apresentado por Rey (1987) deve consistir no traçado de um esquema conveniente e no estabelecimento das condições de um experimento, de modo que se possa obter dele respostas adequadas às perguntas formuladas, tendo em vista a hipótese em causa.

Ainda o autor, evidencia que o plano experimental deve, em sua essência, permitir que se façam comparações, podendo envolver uma única variável, duas, três ou mais. A natureza do fenômeno observado e as condições em que o experimento deve ser feito podem recomendar tipos de planejamento muito diferentes.

Segundo Montgomery (1991), o objetivo principal de replicar os ensaios é verificar se as diferenças observadas entre as repostas são significativas ou não.

Segundo Colombari (2004) alguns autores da literatura de planejamento e análise de experimentos elencam distribuições estatísticas como *t-student* e *F-Fisher* para serem usadas na determinação de uma hipótese ser nula ou verdadeira. Porém, é importante ressaltar que a equipe operacional pode estimar alguns parâmetros que reduzam a probabilidade de erro nas decisões ou chegar a uma conclusão incorreta sobre os fatores que influenciam o sistema investigado ao realizar os experimentos industriais.

Neste sentido, os níveis de significância ( $\alpha$ ) do teste estatístico expressam a probabilidade de se cometer o denominado erro tipo I e através da análise do *p-value* evidenciam a aderência ou não ao proposto e objetivado modelo matemático e conseguinte composição da equação citada por Neto *et al* (1995).

Concomitante as recomendações realizadas por este último autor, a atual dissertação selecionará os níveis de *p-value* expressos em 0,05 ou em valores menores. Dessa forma, valores acima desses estipulados serão considerados não significativos. É importante ressaltar

que para a composição da equação matemática somente poderão ser considerados os coeficientes que realmente interferiram no resultado do material particulado, ou seja, que possuam *p-value* significativos ( $< 0,05$ ). Segundo, Balestrassi (2003), o desvio padrão expresso por S, DP(x) ou s tem como princípio básico analisar os desvios das observações em relação à média das observações.

Nesse sentido, desenvolveu-se o experimento industrial, dito definitivo e balizador das análises e conclusões do seu emprego no contexto da indústria de celulose e papel.

## 6 O experimento industrial

### 6.1 Etapas predecessoras ao experimento definitivo

Estas etapas consumiram grande parte do tempo de desenvolvimento da pesquisa e muitas vezes foram consideradas impeditivas para cumprimento do cronograma, porém, hoje são consideradas as maiores responsáveis pela já considerada experiência adquirida tanto para o pesquisador quanto para a equipe funcional.

Foram realizadas diversas visitas à fábrica para conhecimento do processo produtivo completo através da visualização *in loco* da fase inicial (picagem da madeira), com passagem pelas intermediárias (processos de recuperação, caustificação), indo até as finais como por exemplo, a expedição do papel acabado.

Todos os acervos bibliográficos disponíveis na unidade foram consultados como meio auxiliar de conhecimento, sendo eletivos, principalmente, os fluxos de processos e os manuais com especificações técnicas dos objetos de estudo. Foram elencados nesse período, diversas necessidades de aprimoramento do processo fabril, dificuldades de operação e escassez de maquinário.

Essas condições vieram a compor parte das delimitações da pesquisa, no que tange principalmente, a restrição de medições isocinéticas em função do seu alto custo e necessidade de equipe (empresa terceira) especializada. Nesse sentido, a possibilidade de utilização de dados históricos foi considerada como mecanismo de identificação e análise do comportamento (existência de correlação) das variáveis aplicadas ao contexto da recuperação química.

Embora a empresa tenha apresentado dados históricos, pertinentes às medições realizadas durante o ano de 2002 até 2004, os mesmos não foram suficientes para a análise estatística, via regressão linear múltipla, em função da grande quantidade de variáveis independentes, inicialmente analisadas. A **Tabela 6.1** representa os dados apresentados para medições no precipitador eletrostático (PE), para o período citado.

**Tabela 6.1** – Variáveis coletadas na saída do PE (duto da chaminé)

Empresa de amostragem											
D I A	LOCAL	Chaminé									
		v m/s	T °C	Umid. % Vol.	Pabs mmHg	CO2 %	O2 %	Vazão m³/h (10³)	Vazão Nm³/h (10³)	Taxa de emissão kg/h	M.P. mg/Nm³
07/07/02	Saida	9,71	157,90	32,70	697,80	12,40	7,60	171,54	67,19	11,72	66,80
	Saida	9,33	151,70	31,90	697,80	12,80	7,40	164,91	66,31	13,70	67,00
05/08/02	Saida	9,04	148,20	31,40	697,80	12,20	8,00	159,75	65,24	12,98	61,70
	Saida	6,42	156,00	27,90	716,00	11,20	6,40	113,13	48,88	91,86	79,50
06/08/02	Saida	6,31	137,50	28,50	715,80	11,20	6,20	111,56	49,98	99,56	92,10
	Saida	6,28	140,90	28,80	715,80	11,00	6,60	111,05	49,13	93,71	17,20
27/09/02	Saida	8,49	148,80	32,90	716,50	11,00	10,00	150,10	61,45	20,45	32,70
	Saida	8,53	149,30	33,30	716,50	12,00	9,00	150,78	61,31	21,41	49,20
04/04/03	Saida	7,98	150,10	33,00	716,50	11,40	9,80	141,00	57,46	18,27	18,00
	Saida	8,63	157,30	36,60	710,70	12,20	7,00	152,49	57,36	72,73	67,90
30/04/03	Saida	8,89	161,00	37,10	710,70	12,00	7,40	157,09	58,08	11,52	37,20
	Saida	9,08	158,60	36,70	713,60	13,80	6,00	160,51	60,33	22,03	45,10
16/07/03	Saida	9,81	161,90	37,30	713,60	13,60	6,20	173,28	64,05	24,89	88,70
	Saida	9,39	141,00	34,88	728,00	12,50	7,10	165,89	68,16	34,19	51,62
05/08/03	Saida	9,07	140,00	35,14	728,00	13,20	6,20	160,35	65,69	33,12	54,13
	Saida	10,34	150,00	36,71	722,00	10,20	9,20	182,65	70,72	41,14	81,64
04/09/03	Saida	10,31	152,00	38,38	722,00	11,10	8,50	182,15	68,36	41,37	65,23
	Saida	8,68	139,00	30,91	724,00	9,00	10,40	153,33	66,72	20,90	33,21
24/10/03	Saida	9,02	143,00	29,54	724,00	9,20	10,40	159,40	70,04	24,60	31,14
	Saida	9,03	160,00	32,10	722,00	12,60	6,40	159,54	64,86	40,82	69,34
30/01/04	Saida	10,01	167,00	35,91	722,00	12,80	6,20	176,83	66,68	59,95	99,05
	Saida	8,80	133,80	29,80	714,60	9,20	11,00	151,31	67,02	24,71	38,70
26/02/04	Saida	8,70	134,50	27,60	714,60	9,00	11,40	153,26	69,92	26,98	35,90
	Entrada	13	176,00	32,10	709,7	15,20	4,60	139,75	53,86	38,78	73,10
26/02/04	Saida	9,00	163,30	30,10	713,60	14,00	5,60	158,95	65,31	27,20	16,40
	Entrada	12,9	179,50	32,60	709,6	15,40	4,20	139,59	53,00	36,99	67,60
	Saida	9,18	166,40	30,40	713,60	14,40	5,80	162,27	65,88	25,00	39,50

Enquanto que a **Tabela 6.2**, apresenta o comportamento das variáveis de entrada da caldeira de recuperação química (CRQ) durante a medição.

**Tabela 6.2** – Variáveis coletadas na entrada da CRQ (controle manual ou automático)

D I A	NOBRECEL																				
	Excesso de ar %	Licor negro				Óleo combustível				AR						Vapor			Água		
		Vazão m³/h	T °C	Sólidos %	Pressão kgf/cm²	Vazão kg/h	T °C	Pressão kgf/cm²	Vazão m³/h	T °C	Pressão mmH2O	Vazão m³/h	T °C	Pressão mmH2O	Vazão t/h	T °C	Pressão kgf/cm²	Vazão m³/h	T °C	Pressão kgf/cm²	
07/07/02	55,61	17,6	120	47,6	3,1	1394	235	4,2	46	92	132	20	146	246	36,7	452	47,1	43,5	123,0	48,3	
	53,57	17,5	120	48,0	2,9	1360	235	4,2	46	96	140	20	148	247	35,9	440	47,0	42,9	122,0	48,2	
05/08/02	60,55	17,5	120	47,6	3,0	1278	235	4,2	46	100	142	20	150	244	38,0	428	47,1	44,4	122,0	48,4	
	41,28	12,2	119	55,4	2,4	780	234	4,6	39	115	92	18	156	251	35,8	430	49,2	37,7	118,0	49,3	
06/08/02	39,35	13,0	119	60,0	2,6	1200	235	4,8	41	100	104	20	150	268	38,0	399	48,6	45,0	120,0	49,5	
	43,13	12,4	116	58,0	2,6	652	235	6,6	41	97	82	20	148	262	35,3	404	47,3	42,0	121,0	48,5	
27/09/02	90,91	14,8	119	56,0	2,7	1055	236	5,0	43	103	130	19	148	265	38,0	413	49,8	43,0	120,0	51,1	
	75,00	14,5	119	56,8	2,7	1030	235	5,0	43	101	120	19	146	260	37,0	420	48,0	-	-	-	
04/04/03	87,92	14,5	119	53,3	2,6	1015	234	5,0	43	100	122	19	145	256	36,0	433	47,0	42,0	117,0	48,0	
	48,35	16,0	119	50,0	3,0	-	241	5,8	42	94	101	20	127	199	30,6	455	47,0	36,0	118,0	48,1	
30/04/03	52,76	16,0	119	51,5	2,9	-	240	6,2	43	89	101	20	123	196	33,0	438	47,0	37,0	126,0	49,0	
	39,17	15,4	120	52,0	2,8	-	237	6,0	42	119	104	18	114	233	32,1	444	45,1	34,7	117,0	45,5	
16/07/03	41,01	15,3	120	53,0	2,7	-	238	6,0	42	120	111	17	112	233	30,0	443	42,0	36,0	118,0	43,0	
	49,75	15,8	120	55,0	2,5	-	232	5,7	44	114	94	22	128	289	20,0	423	40,0	21,0	115,0	41,0	
05/08/03	40,72	15,5	120	58,5	2,9	-	241	5,2	42	121	110	22	130	290	23,3	390	46,5	47,0	116,0	48,0	
	75,25	16,0	120	50,8	3,1	-	236	5,4	46	114	107	21	138	295	20,0	457	45,0	27,0	115,0	46,0	
04/09/03	66,03	15,0	120	51,3	3,1	-	236	5,3	45	116	107	21	138	284	18,0	459	45,0	25,0	115,0	45,5	
	94,33	11,3	118	53,5	3,0	-	236	5,7	41	112	96	18	131	300	10,0	400	45,8	-	-	-	
24/10/03	94,79	15,3	120	54,1	2,6	-	243	4,8	43	114	90	20	136	335	23,0	419	48,6	32,0	122,0	50,0	
	42,30	12,1	119	53,2	2,2	-	240	3,9	37	129	93	20	99	229	24,7	439	46,8	34,2	115,0	50,0	
30/01/04	40,44	16,0	120	52,4	3,0	-	239	4,3	42	116	123	20	98	238	26,3	442	47,0	36,0	116,0	47,6	
	107,71	15,1	119	60,4	-	660	240	5,7	43	122	95	20	100	206	20,0	433	46,7	34,0	113,0	46,0	
26/02/04	116,81	14,7	119	61,0	-	690	236	5,7	41	127	118	20	101	206	11,7	411	43,6	29,9	113,0	49,0	
	35,51	15,5	120	54,9	-	769	236	5,3	42	121	101	19	84	239	20,2	442	47,5	37,4	116,0	-	
	37,63	15,1	120	53,3	-	730	236	5,4	41	120	104	19	81	238	22,1	452	47,5	36,9	116,0	-	

É importante ressaltar que a medição isocinética, no contexto desta pesquisa, objetiva a obtenção do valor de material particulado (taxa de emissão de particulado), que representa a variável resposta do sistema. Isso implica em, cada tratamento da matriz experimental,

representar uma medição isocinética, onde serão necessárias tantas quantas forem as quantidades de ensaios a serem realizados.

Esse fato, juntamente ao da regressão linear múltipla não ter apresentado nenhum resultado satisfatório e aplicável, intensificou o interesse na redução das variáveis (obrigatoriedade de *screening*) e na busca, não só da limitação na quantidade de ensaios (medições) a serem realizados, mas efetivamente da adoção de um experimento fatorial fracionado.

A **Tabela 6.3** apresenta os resultados obtidos após a execução da análise de regressão múltipla, realizada com base nos dados históricos apresentados.

**Tabela 6.3** – Regressão linear múltipla realizada pelo *software* MINITAB versão 13

**Regression Analysis: MP versus VLN; TLN; ...**

\* VAP is highly correlated with other X variables  
\* VAP has been removed from the equation

The regression equation is  

$$MP = -3343 - 122 VLN + 40 TLN - 5,7 \%SSLN + 1448 PLN + 143 VOC - 4,9 TOC - 315 POC - 40,3 TAP - 33,6 PAP + 23,6 TPE - 184 \%UPE + 421 \%CO2PE$$

21 cases used 4 cases contain missing values

Predictor	Coef	SE Coef	T	P
Constant	-3343	51314	-0,07	0,950
VLN	-122,2	403,3	-0,30	0,770
TLN	40,1	316,6	0,13	0,902
%SSLN	-5,70	65,14	-0,09	0,932
PLN	1448,3	912,1	1,59	0,151
VOC	142,7	308,3	0,46	0,656
TOC	-4,92	94,94	-0,05	0,960
POC	-315,4	357,3	-0,88	0,403
TAP	-40,30	20,89	-1,93	0,090
PAP	-33,64	16,18	-2,08	0,071
TPE	23,57	29,32	0,80	0,445
%UPE	-183,82	91,52	-2,01	0,079
%CO2PE	420,6	259,5	1,62	0,144

S = 534,1      R-Sq = 78,0%      R-Sq(adj) = 45,0%

Com base nos valores apresentados, é possível observar que a porcentagem da variação explicada pelo R-quadrado é insatisfatória. Essa porcentagem da variação explicada pelo seu modelo, ajustada para o número de termos do modelo e o número de pontos de dados, piora quando se verifica o valor apresentado por R-quadrado (ajustado). É possível ainda, observar que os valores apresentados para o *p-value* indicam que o modelo de regressão não é significativo, pois todos os valores expressam grandezas acima de 0,05.

Nesse sentido, a **Tabela 6.4** apresenta a grande concentração de resíduos encontrada após a análise e cálculo gerados pelo *software* MINTAB.

**Tabela 6.4** – Análise da variância para regressão linear realizada

Analysis of Variance						
Source	DF	SS	MS	F	P	
Regression	12	8099374	674948	2,37	0,114	
Residual Error	8	2282414	285302			
Total	20	10381788				

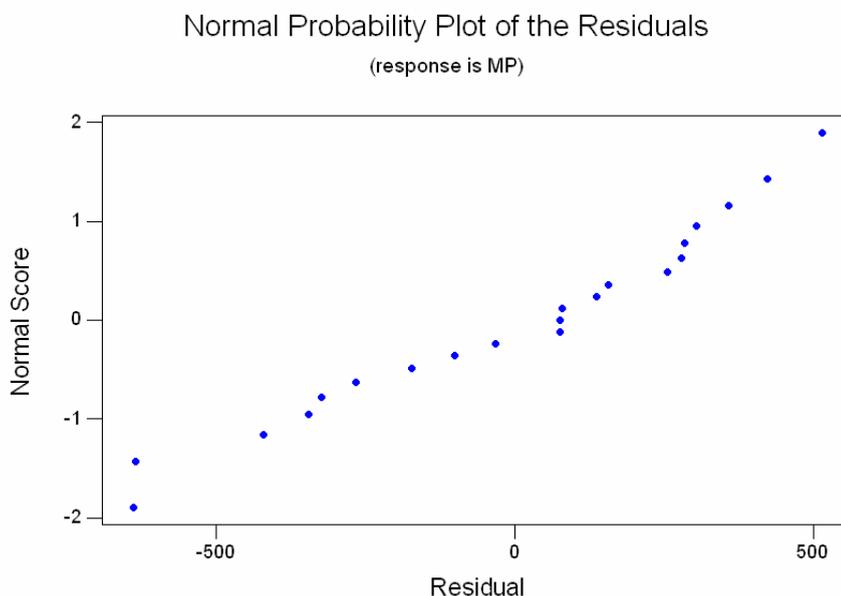
Source	DF	Seq SS
VLN	1	286131
TLN	1	2042210
%SSLN	1	237718
PLN	1	161133
VOC	1	65511
TOC	1	705522
POC	1	944435
TAP	1	1017139
PAP	1	1173972
TPE	1	29522
%UPE	1	686903
%CO2PE	1	749178

Unusual Observations						
Obs	VLN	MP	Fit	SE Fit	Residual	St Resid
19	15,3	351	676	510	-325	-2,05R

R denotes an observation with a large standardized residual

As mesmas concentrações podem ser visualizadas graficamente por meio da curva Normal do material particulado, apresentada pela **Figura 6.1**.



**Figura 6.1** – Gráfico normal referente aos resíduos existentes

A partir dos resultados obtidos e da visível impossibilidade de utilização dos dados históricos para análise processual (regressão linear não apresentou correlação, *p value* sempre acima de 0,05 e alto grau residual), decidiu-se partir diretamente para a execução de um planejamento fatorial fracionado 2<sup>6</sup>, resolução nível IV, com atribuição de réplica. As variáveis processuais

(fatores experimentais) a serem consideradas para a criação matricial, foram redefinidas pela equipe funcional e são apresentadas pela **Tabela 6.5**:

**Tabela 6.5** – Relação das variáveis aplicadas ao experimento de 32 ensaios

Fatores	Sigla	Níveis		Unidade
		Mínimo	Máximo	
Vazão do licor negro	VLN	8	13	t/h
Pressão do licor negro	PLN	1,7	1,8	kg/cm <sup>2</sup>
Vazão do ar primário	VAP	35	43	m <sup>3</sup> /h
Pressão do ar primário	PAP	60	100	mmCA
Vazão do ar secundário	VAS	15	18	m <sup>3</sup> /h
Pressão do ar secundário	PAS	250	300	mmCA

A **Tabela 6.6** apresenta a matriz experimental formulada para uma execução dos 32 ensaios (16 tratamentos com número de réplicas = 2, *center points* e blocos ausentes).

**Tabela 6.6** – Matriz experimental planejada para seis variáveis

StdOrder	RunOrder	LNV	LNP	APV	APP	ASV	ASP
19	1	8	1,8	35	60	18	300
4	2	13	1,8	35	60	15	300
30	3	13	1,7	43	100	15	250
3	4	8	1,8	35	60	18	300
29	5	8	1,7	43	100	18	250
32	6	13	1,8	43	100	18	300
5	7	8	1,7	43	60	18	300
8	8	13	1,8	43	60	18	250
25	9	8	1,7	35	100	15	300
31	10	8	1,8	43	100	15	300
2	11	13	1,7	35	60	18	250
17	12	8	1,7	35	60	15	250
27	13	8	1,8	35	100	18	250
21	14	8	1,7	43	60	18	300
26	15	13	1,7	35	100	18	300
13	16	8	1,7	43	100	18	250
23	17	8	1,8	43	60	15	250
18	18	13	1,7	35	60	18	250
14	19	13	1,7	43	100	15	250
28	20	13	1,8	35	100	15	250
24	21	13	1,8	43	60	18	250
16	22	13	1,8	43	100	18	300
10	23	13	1,7	35	100	18	300
22	24	13	1,7	43	60	15	300
11	25	8	1,8	35	100	18	250
9	26	8	1,7	35	100	15	300
1	27	8	1,7	35	60	15	250
7	28	8	1,8	43	60	15	250
15	29	8	1,8	43	100	15	300
12	30	13	1,8	35	100	15	250
6	31	13	1,7	43	60	15	300
20	32	13	1,8	35	60	15	300

Foram redefinidos, agora por meio da avaliação entre valores de projeto (especificação técnica nominal – **Tabela 6.7**) e os operacionalmente viáveis (**Tabela 6.8**), 2 níveis para cada variável. A taxa de concentração de material particulado (MP) foi mantida como a variável resposta a ser obtida.

**Tabela 6.7** – Valores obtidos a partir da especificação técnica do equipamento

Parâmetros	Valores
Vazão do licor negro	11,25 ton/h
Temperatura do licor negro	115°C
Pressão do licor negro	1,5 Kg/cm <sup>2</sup>
% SS	55 % SS
Vazão do óleo combustível	3.500 Kg/h sem licor
Temperatura do óleo combustível	240°C para óleo 7A
Pressão do óleo combustível	3,5 – 5 Kg
Vazão do ar primário	41.000 Kg/h ou 35 m <sup>3</sup> /h
Temperatura do ar primário	150°C
Pressão do ar primário	200 mm CA
Vazão do ar secundário	20.000 Kg/h ou 17 m <sup>3</sup> /h
Temperatura do ar secundário	150°C
Pressão do ar secundário	250 mm CA

**Tabela 6.8** – Valores utilizados pela operação diária

Parâmetros	Valores
Vazão do licor negro	8 - 13 t/h
Temperatura do licor negro	120°C
Pressão do licor negro	1,3 – 1,8 kg/cm <sup>2</sup>
% SS	50 % SS
Vazão do óleo combustível	600 - 800 kg/h com queima de licor
Temperatura do óleo combustível	230 - 240°C para óleo 7A
Pressão do óleo combustível	3,4 – 5 kg
Vazão do ar primário	40 - 43 m <sup>3</sup> /h
Temperatura do ar primário	110 - 120°C
Pressão do ar primário	90 - 120 mm CA
Vazão do ar secundário	18 - 20 m <sup>3</sup> /h
Temperatura do ar secundário	60 - 80°C
Pressão do ar secundário	260 – 300 mm CA

Pinto *et al* (1990) citam a enquete realizada no Canadá em 1986 sobre operação de caldeiras de recuperação que revela, através da relação de sólidos do licor de projeto e operação, que a maior parte das caldeiras opera acima da capacidade nominal.

Durante o período das tentativas, a rotina fabril foi prejudicada com relação à produção de vapor (redução da vazão de ar primário e secundário) e beneficiada em relação à queima

(aumento do rendimento da combustão em função da redução de volume de ar interno), em função dos tratamentos aplicados.

Embora esse fato fosse previsível, o tempo de espera por condições de realização do experimento propriamente dito, ultrapassou as expectativas, tanto da diretoria quanto das equipes funcionais (operação e medição).

Passado o período das tentativas, chegou-se ao primeiro ensaio da matriz experimental, não passando do terceiro, pois, as variáveis selecionadas anteriormente (necessidade de redefinição e restrição de variáveis) e a carga inserida na caldeira, causaram seu entupimento e/ou parada. Werkema e Aguiar (1996) alertam quanto ao fato, no trecho referenciado pelas instruções a seguir:

[...] Para utilizar as técnicas de planejamento e análise de experimentos, na maioria das situações será necessário realizar interferências no processo, ou seja, deverão ser provocadas alterações planejadas e controladas nos fatores do processo com o propósito de observar as mudanças correspondentes nos seus efeitos. Este procedimento irá gerar informações que serão utilizadas na determinação do sentido para o qual o processo deverá ser direcionado, com o objetivo de atingir a meta de melhoria. Note que, em outras palavras, a utilização das técnicas de planejamento e análise de experimentos quase sempre envolve uma modificação da rotina do processo, isto é, envolve a realização de interferência no processo. No entanto, é importante destacar que, na maioria das situações, não é possível fazer grandes alterações na rotina de um processo. Modificações significativas nos níveis dos fatores do processo, quando realizados na própria linha de produção podem resultar em grandes prejuízos para a empresa, já que a operação do processo em alguns dos níveis que estão sendo avaliados muitas vezes leva à fabricação de produtos que não atendem às especificações. Por esta razão, é geralmente aconselhável realizar experimentos que envolvam grandes mudanças nos níveis dos fatores em plantas-piloto. Quando não há planta piloto é possível fazer experimentos na linha de produção, desde que não sejam realizadas de uma só vez grandes mudanças nos níveis dos fatores, em relação às condições usuais de operação do processo [...].

Em função dos fatos citados e juntamente com a então possibilidade de não finalização dos trinta e dois ensaios propostos, a SRM foi utilizada para análise processual, pois, resultaria num plano de vinte ensaios, considerando-se três variáveis (redefinidas pelos líderes e operadores), de 2 níveis cada, 4 *center points* e *star points* faceados.

## 6.2 Preparação do experimento definitivo

Neste caso, o plano experimental definitivo compreendeu a execução de uma matriz de experimentos com vinte ensaios, provenientes do tratamento de três fatores de controle (variáveis independentes e controláveis), com dois níveis cada. Os valores da variável resposta (dependente) foram obtidos a partir da coleta (20 medições isocinéticas realizadas), juntamente com as análises e cálculos laboratoriais realizados.

O controle das variáveis se deu, na maioria das vezes, de forma automática pelo Sistema de Supervisão e Controle - SDCD ou Sistema Supervisório (linguagem vulgar utilizada pelos operadores para descrever sistemas computadorizados utilizados na supervisão e dispostos em sala de controle monitorada). Ocorreram ajustes manuais por meio de válvulas, quando a variável não possuía interligação física com o sistema supervisório (controle não mapeado pelo sistema) ou quando, mesmo após *setting* da variável, a mesma não respondia aos estímulos. Abaixo, são apresentadas as variáveis (fatores controláveis) utilizadas na geração da matriz experimental e seus respectivos níveis.

### 6.2.1 Variáveis preditivas controladas pelo experimento

Na **Tabela 6.9** estão relacionadas as variáveis que foram controladas pelo experimento e que compuseram a matriz experimental:

**Tabela 6.9** – Valores, mín e máx, das variáveis controladas pelo experimento

Parâmetros	Valores
Pressão do licor negro	1,2 – 1,5 kg/cm <sup>2</sup> , considerando média de 1,3 kg/cm <sup>2</sup>
Temperatura do licor negro	115 - 120°C, considerando média de 118 °C
Pressão do ar primário	50 - 70 mmCA, considerando média de 60 mmCA

A seguir, são apresentadas as demais variáveis pertencentes ao processo de recuperação química e os níveis adotados para cada uma delas e que foram mantidos ao longo do experimento.

### 6.2.2 Variáveis preditivas não inclusas na matriz

As variáveis apresentadas pela **Tabela 6.10**, são aquelas pertencentes ao processo de recuperação química e que, por meio de seleção (*brainstorming*), não foram elencadas para compor a matriz experimental. São variáveis influentes no processo, porém, cada qual com seu motivo, descartadas.

Para algumas foram estabelecidas faixas para operação e para outras valores aproximados, mantidos ao longo do experimento. A equipe de operação da caldeira, juntamente com o pesquisador, realizou um trabalho de monitoramento constante dos níveis de todas as variáveis preditivas.

O grande porte e complexidade de operacionalização da caldeira, a qualidade deficitária da queima (menor que 50% de SS), ausência de maquinários para retenção (pulmão de armazenamento), ausência de super-condensadores para desidratação e recuperação do licor, assim como, a precisão de definição e controle dos níveis das variáveis dependentes da operação (variável em função do operador), fizeram com que o ajuste da caldeira de recuperação fosse muito dificultoso e resultasse em tentativas frustradas de realização do pré-teste experimental.

**Tabela 6.10** – Valores das variáveis não incluídas na matriz experimental

Fatores	Sigla	Níveis			Unidade
		Mínimo	Máximo	Único	
Vazão do licor negro	VLN	10	10,5	-	ton/h
Vazão do óleo combustível	VOC	520	600	-	kg/h
Temperatura do óleo combustível	TOC	220	230	-	°C
Pressão do óleo combustível	POC	4	5	-	mmCA
Vazão do ar primário	VAP	-	-	30	m <sup>3</sup> /h
Temperatura do ar primário	TAP			130	mmCA
Vazão do ar secundário	VAS			19	m <sup>3</sup> /h
Temperatura do ar secundário	TAS			100	°C
Pressão do ar secundário	PAS			280	mmCA

Os valores das variáveis pertencentes à matriz experimental (**Tabela 6.6**), assim como o valor ou faixa relacionados às variáveis pré-estabelecidas (**Tabela 6.5**) para a realização do experimento, foram definidos por meio da avaliação entre valores de projeto (especificação técnica nominal apresentada pela **Tabela 6.7**) e os de utilização diária (**Tabela 6.8**). O método adotado para a determinação dos novos fatores experimentais viabilizou:

- a) Obtenção da variável resposta para cada tratamento, uma vez que, a quantidade de material particulado (MP) deve ser obtida por meio de medição isocinética. Esse tipo de coleta implica em alto custo de amostragem e mão-de-obra e equipamentos homologados pela CETESB (contração de empresa especializada, sediada na capital paulista).

- b) Nova faixa de operação (redefinição dos níveis) das variáveis, agora adequada com a operação e condições de funcionamento momentânea da caldeira. Com base no novo *brainstorming* realizado, as faixas não poderiam fugir das já “estipuladas” pela operação ou mesmo oscilar bruscamente. Porém, na prática, a estabilização de uma caldeira torna-se muito difícil.

### 6.2.3 Matriz experimental

Assim, estabeleceu-se um experimento estatisticamente delineado em metodologia de superfície de resposta, do tipo composto central e fatorial completo com três fatores ou variáveis independentes (pressão do licor negro – PLN, temperatura do licor negro – TLN e pressão do ar primário – PAP) e dois níveis codificados.

**Tabela 6.11** – Matriz experimental elaborada a partir da técnica da SRM

Parâmetros experimentais			
RunOrder	PLN kgf/cm <sup>2</sup>	TLN °C	PAP mmH <sub>2</sub> O
1	1,30	118	60
2	1,20	115	70
3	1,30	120	60
4	1,30	118	60
5	1,50	120	70
6	1,20	120	70
7	1,30	118	50
8	1,50	115	50
9	1,20	120	50
10	1,50	115	70
11	1,30	118	60
12	1,50	118	60
13	1,30	118	60
14	1,20	118	60
15	1,20	115	50
16	1,30	118	70
17	1,30	118	60
18	1,50	120	50
19	1,30	115	60
20	1,30	118	60

Os tratamentos apresentados pela **Tabela 6.11**, são resultantes das oito combinações (fatorial completo de 2<sup>3</sup>) realizadas entre os dois níveis estipulados para cada um dos três fatores de controle (**Tabela 5.1**), quatro *center points*, *star points* faceados (a = 1), e número de réplicas igual a dois (**Tabela 6.12**).

**Tabela 6.12** – Desenho fatorial adotado para a realização do experimento

### **Factorial Design**

#### Full Factorial Design

Factors:	3	Base Design:	3; 8
Runs:	20	Replicates:	2
Blocks:	none	Center pts (total):	4

Para a aplicação prática, os valores médios apresentados são resultantes do arredondamento realizado (em algumas vezes por grandezas superiores em outras por grandezas inferiores), em função da incapacidade de definição de níveis intermediários como os gerados pelo MINITAB (valores com duas casas decimais). Dessa forma, valores como 1,35 (média da pressão do licor negro) e 117,5 (média da temperatura do licor negro) representaram na prática 1,3 e 118, respectivamente.

#### **6.2.4 Procedimento experimental**

Para execução do experimento, montou-se um procedimento passo-a-passo para orientação dos operadores, constando descrição detalhada de como os ensaios deveriam ser desenvolvidos e qual a seqüência de execução. Os procedimentos foram divididos em dias de experimentação, com base nas condições operacionais da caldeira e na disponibilidade da equipe de medição. Os procedimentos foram utilizados tanto para orientação quanto para meio físico de informe dos resultados obtidos.

#### **6.2.5 Dados coletados**

A medição isocinética foi realizada durante cinco dias consecutivos, conforme seqüência apresentada pela **Tabela 6.13**. Foram estipulados intervalos de aproximadamente trinta minutos entre cada medição.

Este tempo permite que um equipamento CIPA seja preparado adequadamente e esteja apto para realizar a medição seguinte, sem que os próximos resultados sejam influenciados. A calibração dos equipamentos tem validade homologada pela CETESB para a realização de vinte medições.

Após a realização dos procedimentos de coleta e análise laboratorial para obtenção das taxas de material particulado, a empresa de amostragem apresentou como resultado os valores da variável de resposta para cada ensaio (tratamento) realizado. A última coluna da **Tabela 5.5** mostra os valores obtidos.

**Tabela 6.13** – Valores obtidos por meio de coleta + exame para a variável resposta

Resultado da amostragem								
RunOrder	v m/s	Umid. % Vol.	CO2 %	O2 %	Vazão m³/h (10³)	Vazão m³/h (10)	a de emi kg/h	M.P. mg/Nm³
1	7,490	37,13	12,6	6,6	132,354	52,215	29,934	73,300
2	7,945	37,57	9,6	10,4	140,399	55,059	39,098	70,120
3	8,173	38,05	10,0	9,8	144,433	56,232	40,308	76,820
4	8,090	36,92	14,4	5,0	142,956	56,592	33,773	96,790
5	7,767	32,10	13,0	6,0	137,249	58,417	40,600	95,000
6	7,498	33,39	11,4	8,2	132,502	55,459	37,409	74,540
7	7,529	36,98	10,2	8,8	133,045	51,016	41,908	21,470
8	7,381	37,26	7,8	11,4	130,442	50,082	42,494	48,480
9	7,274	38,12	9,8	9,2	128,535	49,854	40,912	80,630
10	7,569	37,17	13,2	5,4	133,764	52,515	34,528	57,490
11	7,370	36,81	9,4	9,4	130,230	51,542	35,027	69,580
12	7,539	37,19	10,8	8,4	133,217	52,455	34,171	51,430
13	7,936	36,87	13,8	4,4	140,241	55,348	47,456	87,410
14	7,816	36,36	9,8	9,4	138,113	55,188	29,570	55,800
15	7,399	36,62	13,6	5,4	130,754	51,921	34,867	61,530
16	7,371	37,40	12,0	6,3	130,253	51,239	27,407	34,890
17	7,483	37,00	13,6	5,4	132,230	52,474	27,344	51,100
18	7,456	37,29	13,2	5,6	131,755	51,984	25,460	49,760
19	7,772	36,91	10,0	8,6	137,347	54,406	34,386	62,030
20	7,608	36,75	9,0	10,0	134,439	53,737	31,392	84,180

### 6.3 Análise do experimento definitivo

O processo de análise dos dados obtidos, fundamentou-se, basicamente, na geração dos cálculos matemáticos a partir do *software* MINTAB versão treze e na análise tabular dos resultados obtidos.

Complementarmente aos elementos de avaliação, estão as figuras gráficas expressas por histogramas, análises residuais, gráficos de contorno e mapeamento das superfícies de resposta.

A **Tabela 6.14** atribui inicialmente a cada fator de controle os valores dos coeficientes, das variações dos efeitos e dos valores de probabilidade. Esses resultados devem ser utilizados na composição da equação que irá representar e reger o comportamento das taxas de emissão de material particulado em função das variáveis de entrada e de cada interação existente. Também possui seus elementos (Coef, SE Coef, T e P) expressos em forma tabular.

**Tabela 6.14** – Apresentação dos coeficientes de regressão para MP

**Response Surface Regression: MP versus PLN; TLN; PAP**

The analysis was done using coded units.

Estimated Regression Coefficients for MP

Term	Coef	SE Coef	T	P
Constant	588,14	48,56	12,111	0,000
PLN	-4,90	34,53	-0,142	0,891
TLN	-15,87	34,59	-0,459	0,659
PAP	-37,25	34,62	-1,076	0,313
PLN*PLN	-16,06	75,68	-0,212	0,837
TLN*TLN	64,30	69,41	0,926	0,381
PAP*PAP	65,08	66,28	0,982	0,355
PLN*TLN	-53,66	37,99	-1,412	0,196
PLN*PAP	23,75	38,15	0,623	0,551
TLN*PAP	21,32	38,42	0,555	0,594

S = 109,1      R-Sq = 50,2%      R-Sq(adj) = 0,0%

Com base nos resultados apresentados acima, é notória a indicação de não modelagem matemática através dos valores expressos pela coluna P (valores de *p-value* para cada fator e interações). Ainda nesse mesmo contexto, é possível observar os altos valores apresentados para o coeficiente de variação (coluna *SE Coef*) e a o alto grau de variação apresentado em cada linha (fatores e interações). São encontradas, grandezas mínimas de 34,53 e que nas piores condições atingem pontos máximos de 75,68.

Contrariamente ao esperado, o valor apresentado por S = 109,1 extrapola e demonstra um alto desvio padrão para o modelo em questão. Ainda é perceptível a baixa e desprezível percentagem apresentadas pelos  $R^2$  (R-Sq) e  $R^2$  ajustado (R-Sq(adj)), respectivamente. Resultado ruim, quando considerado que, quanto maior for a fração descrita pela regressão, melhor será o ajuste do modelo (NETO *et al*, 1995).

Cabe lembrar que o maior valor possível para  $R^2$  é um, e ele obviamente só ocorrerá se não houver resíduo algum e portanto toda variação em torno da média for explicada pela regressão. Quanto mais perto de um estiver o valor de  $R^2$ , melhor terá sido o ajuste do modelo aos dados observados.

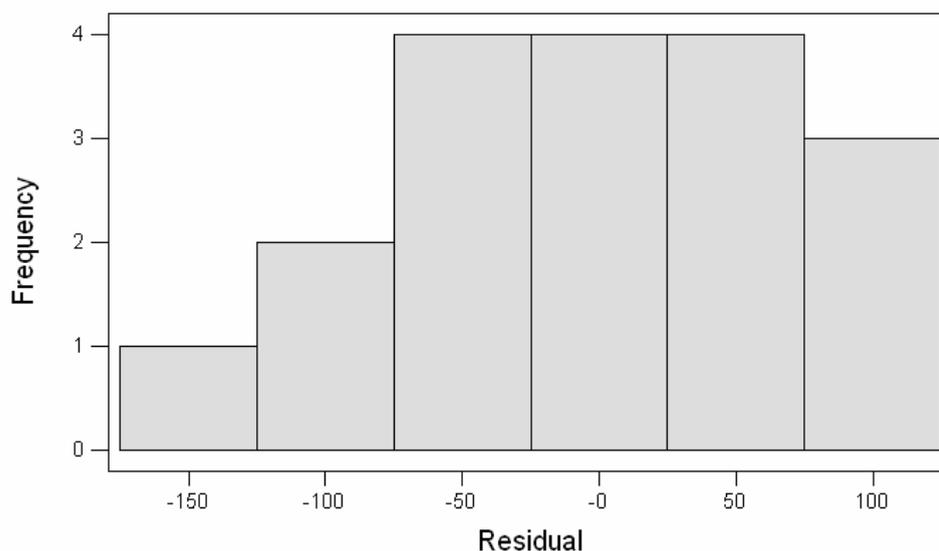
A análise da variância realizada para este experimento aponta para o mesmo caminho da análise anterior. Esta direção pode ser visualizada através da **Tabela 6.15**. Após a figura, são apresentadas algumas observações acerca desses resultados.

**Tabela 6.15** – ANOVA do material particulado

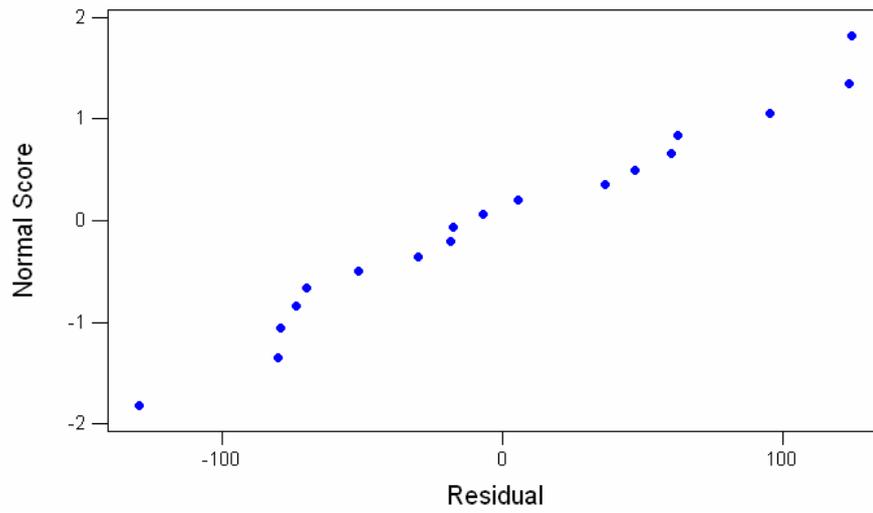
Analysis of Variance for MP						
Source	DF	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P
Regression	9	95820	95820	10647	0,89	0,568
Linear	3	18448	16525	5508	0,46	0,716
Square	3	45460	46207	15402	1,29	0,341
Interaction	3	31912	31912	10637	0,89	0,485
Residual Error	8	95203	95203	11900		
Lack-of-Fit	5	91887	91887	18377	16,63	0,021
Pure Error	3	3316	3316	1105		
Total	17	191023				

O quadro apresenta que os efeitos de regressão linear, quadráticos e de interação, não são significativos para o processo analisado. Isto é, o teste F aponta para que a hipótese  $H_0$  seja aceita. Assim, conclusivamente, os ensaios realizados apresentam-se não significativos para o experimento realizado, pois, ao longo dos resultados, são expressos valores  $p > \alpha$ . Esse fato aumenta, significativamente, a probabilidade de erro nas conclusões.

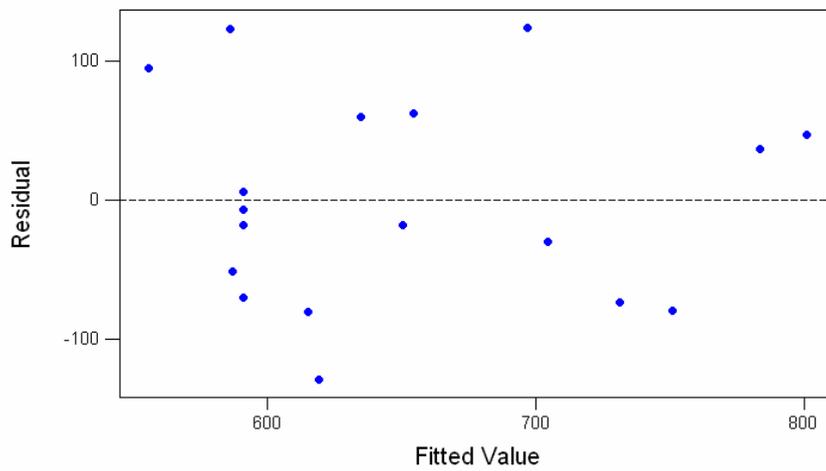
As mesmas análises conclusivas podem ser obtidas através dos gráficos abaixo apresentados. Inicialmente, observa-se o histograma residual (**Figura 6.2**) até que se atinja a expressão da curvatura da superfície de resposta não significativa por meio da **Figura 6.12**.



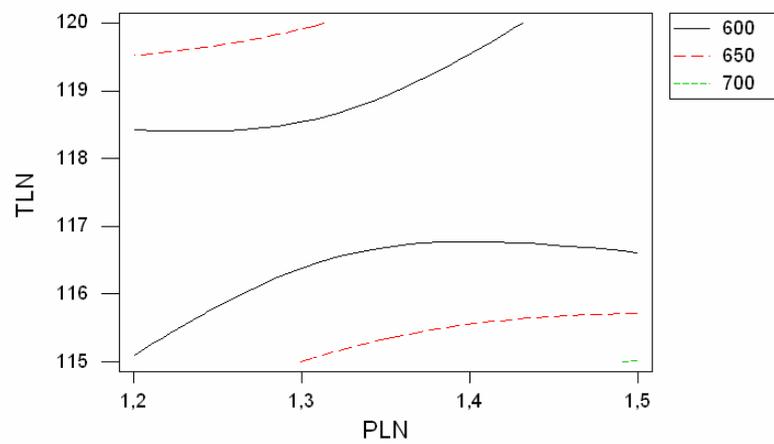
**Figura 6.2** – Histograma residual



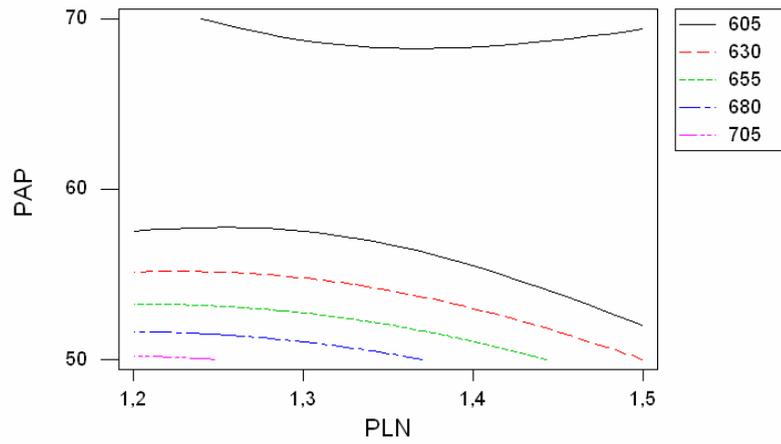
**Figura 6.3** – Gráfico da probabilidade normal dos resíduos com relação ao MP



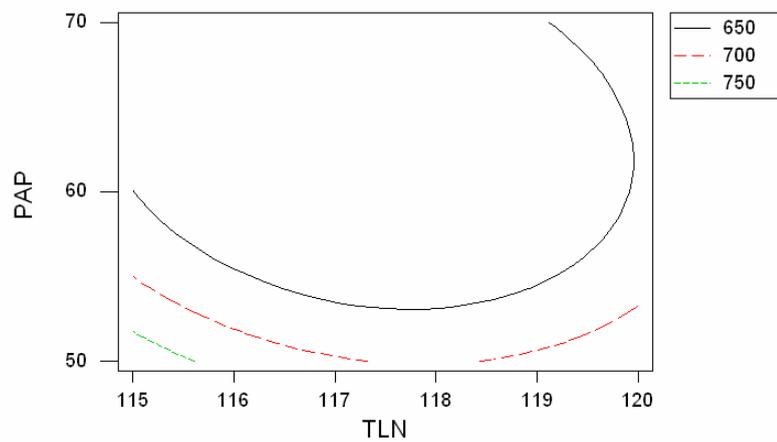
**Figura 6.4** – Avaliação da aderência e valores residuais



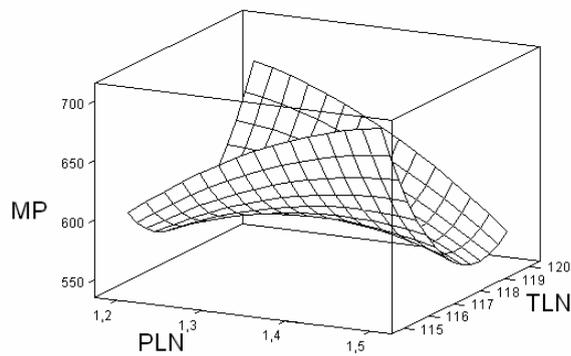
**Figura 6.5** – Gráfico de contorno do MP considerando PAP = 60,0



**Figura 6.6** – Gráfico de contorno do MP considerando TLN = 118,0



**Figura 6.7** – Gráfico de contorno do MP considerando PLN 1,3



**Figura 6.8** – Superfície apresentada para MP, considerando PAP = 60,0

Por fim, são apresentadas as fases de conclusões e recomendações para trabalhos futuros, assim como, a contraposição entre os objetivos, geral e específicos, e resultados obtidos.

## 7 Conclusões e recomendações

### 7.1 Conclusões

Mediante todas as necessidades impostas pelo desenvolvimento da atual pesquisa, concluiu-se que o conhecimento científico resultou em investigação metódica e sistemática da realidade, transcendeu os fatos e os fenômenos em si mesmos. Os fenômenos ocorridos ao longo da experimentação, foram perceptíveis aos órgãos dos sentidos ou mediante a ajuda de instrumentos de investigação. Assim, o conhecimento científico foi verificável na prática, por demonstração e experimentação, como recomendado. Além disso, manteve o firme propósito de desvendar os segredos da realidade, explicando e demonstrando com clareza e precisão, o reflexo que as variáveis independentes causaram na variável resposta. Teve como ponto crítico a não modelagem, ou seja, aceitou-se a hipótese  $H_0$ .

A partir disso, foi possível constatar que o objetivo principal de *analisar o funcionamento da caldeira de recuperação química Stein ET Roubaix Espanhola e identificar quais as possíveis influências de suas variáveis na eficiência do precipitador eletrostático Fläkt tipo FAC-2828-6070-3, utilizando-se dos equipamentos e condições de processo atualmente existentes*, não atingiu sua totalidade, uma vez que, foi possível analisar o funcionamento da caldeira de recuperação química *Stein ET Roubaix Espanhola*, utilizando-se dos equipamentos e condições de processo atualmente existentes, porém, sem constatação matemática obtida a partir de modelos empíricos.

As possíveis influências de suas variáveis na eficiência do precipitador eletrostático Fläkt tipo FAC-2828-6070-3, puderam ser facilmente identificadas pelo acompanhamento contínuo do processo via sistema supervisorio, porém, as condições atuais impossibilitaram o desenho da função objetivo.

Concomitante a este fato, foi possível identificar que a caracterização das propriedades de licores negros deve ser feita com base nos processos específicos que os produzem e à custa de um grande número de medidas experimentais, fato esse que talvez possa justificar a não aderência dos níveis atualizados. Portanto, é necessário realizar variações em um conjunto

relativamente grande de variáveis para se estabelecer a dependência das propriedades de interesse nas mesmas. Este fato, quando analisado sob o ponto de vista de medições isocinéticas, torna-se praticamente impossível em função do alto nível de dificuldade que este tipo de medição possui. Estas dificuldades compreendem: a necessidade de mão-de-obra especializada, alto custo de contratação de empresa terceira, utilização de equipamento específico e com necessidade de calibração junto ao órgão competente (CETESB), validade de calibração para 20 ensaios somente (o que implica na interrupção do plano experimental, caso os ensaios sejam superiores a essa quantidade; se não bastasse, essa situação abre a possibilidade de continuação do experimentos em condições distintas das definidas para a primeira etapa, principalmente nos casos em que a obtenção dos valores da-se em sistemas empíricos, ou seja, condições não laboratoriais), mobilização da equipe de segurança em função do risco de queda de operadores durante o processo de medição (medição realizada no duto da chaminé principal), conhecimento técnico específico para análise e cálculo complexo dos valores das taxas de emissão.

Estas condições, somadas à dificuldade de controle das variáveis operacionais (ajuste por meio de válvulas manuais) e à falta de conhecimento estatístico (potencial de avaliação da importância do rigor de medição e ajuste) dos operadores, compuseram as dificuldades e condições impeditivas para o alcance total dos objetivos.

Neste sentido, constatou-se que as técnicas estatísticas de planejamento e análise de experimentos são efetivas na fase de análise das causas mais prováveis do problema considerado, podendo seu emprego permitir:

- O estudo do efeito conjunto das diversas causas que compõem o processo sobre o resultado para o qual foi estabelecida a meta de melhoria.
- A identificação das principais causas sobre as quais devemos atuar, no sentido de fazer com que a meta de melhoria seja alcançada.
- A determinação da condição de operação do processo que permitirá o alcance da meta de melhoria.

Porém, quando os ambientes aos quais as mesmas deverão ser aplicadas, estiverem completamente fora de controle, dificilmente as condições de análise e otimização poderão ser alcançadas. Por mais efetivas que sejam as técnicas estatísticas, a sua aplicação requer um ambiente de aplicação estável e controlado. Processos naturalmente incontrolláveis ou fora de

controle por questões particulares, deverão sofrer reestruturações e redesenhos antes da aplicação de técnicas estatísticas de modelagem e controle.

Assim, o presente trabalho manteve direção contrária ao relatado por Werkema (1995) quando o autor diz que “o emprego das técnicas de planejamento e análise de experimentos são normalmente realizadas com o mínimo de tempo e custos e com a manutenção de um nível de confiança preestabelecido para as conclusões”. O autor, nessa afirmação, desconsiderou as particularidades e situações críticas, através das quais, os sistemas analisados possam estar envolvidos.

Embora, o resultado alcançado não tenha sido nem o esperado e muito menos o melhor possível dentro do contexto de rendimentos fabris, a utilização do planejamento de experimentos pode contribuir com o desenvolvimento industrial, principalmente, por:

- Possibilitar análise e conhecimento de numerosos fatores anteriormente desconhecidos ou desconsiderados pelas equipes funcionais como influentes no processo analisado;
- Indicar necessidade de controle e ajuste nos níveis das variáveis. Embora as influências não tenham sido caracterizadas ou mesmo quantificadas, ficaram explícitas e passíveis de atenção;
- Constatar que, à alta complexidade e o caráter multiobjetivo da caldeira, permite que aspectos particulares da operação ou do projeto sejam abordados a cada trabalho realizado. Os modelos matemáticos apresentam a mesma característica limitante.

Com isso, reforça-se a afirmação de que cada tipo de licor possui características próprias, principalmente quando considerado o fato do eucalipto ser a matéria-prima utilizada quase somente no Brasil. Assim, as pesquisas inovadoras, quase sempre desenvolvidas no exterior, não relatam a realidade nacional. Nesse sentido, outro agravante: o processo de polpação, analisado pela pesquisa, é inédito e de propriedade da empresa estudada, ou seja, sem precedências de análises processuais.

Por fim, quanto aos objetivos específicos, foi possível identificar que a análise da possibilidade de redução das cinzas volantes (material particulado que escapa ao precipitador eletrostático) na chaminé, por meio da modelagem do processo, não foi atingida a partir de modelos matemáticos determinísticos. Este insucesso pode estar relacionado com a possibilidade de ter ocorrido definição errônea nos níveis dos fatores ou mesmo na seleção das variáveis envolvidas no processo ou ainda pela constatação de que o atual sistema não pode ser modelado mesmo que outras circunstâncias fossem estabelecidas. Porém, a

impossibilidade de grandes variações ou mesmo redefinições bruscas, que fujam aos níveis dos fatores já considerados executáveis pela caldeira de recuperação, fizeram com que a pesquisa fosse limitada e a aplicação da técnica restrita a um padrão de variação pré-estabelecido.

Quanto à identificação de quais variáveis espúrias teriam influência no sistema de abate (precipitador eletrostático) do material particulado, sabe-se, empiricamente, que a temperatura do gás oriundo da queima, o teor de CO<sub>2</sub> e água os gases de combustão na entrada, o valor do pH do pó coletado, assim como, a sub-pressão máxima no precipitador assumem esse papel. Porém, com a não aderência do sistema a algum modelo matemático, todas as possibilidades de análises adicionais ou simulações foram descartadas.

Como consequente, a identificação, por meio de técnicas estatísticas, da combinação ideal dos fatores de entrada da caldeira de recuperação química tornou-se impossível, pelo menos, através das condições experimentais apresentadas até o momento.

Em função dos fatos, a proposição, por meio de modelagem de processo, das condições ideais de funcionamento dos processos em questão (caldeira de recuperação química e precipitador eletrostático), passou a ser vista a partir de então mais como proposta para trabalhos futuros do que um objetivo específico a ser atingido pela pesquisa.

Finalmente, a pesquisa contribuiu e muito com a geração de material preliminar de estudo sobre meios eficazes de elevação da recuperação de produto químico segregado pelo precipitador eletrostático, principalmente no tangente à indicação de quais passos e procedimentos deverão ser seguidos, para a condução correta da pesquisa, no contexto do universo da produção de celulose e papel e também da recuperação química.

## **7.2 Recomendações para trabalhos futuros**

Após o desenrolar de todas as etapas apresentadas, a atual pesquisa permitiu que fossem evidenciadas necessidades de melhorias, tanto para técnicas estatísticas mais adequadas ao contexto desta indústria quanto para as particularidades do processo produtivo abordado. Porém, é de suma importância que, anteriormente à qualquer aplicação, seja feita uma rigorosa reavaliação e redefinição dos procedimentos operacionais adotados até o momento para o processo em análise, para que o coloque em condição de controle. Sugere-se a utilização de técnicas estatísticas dedicadas à melhoria de processo, como é o caso do Six Sigma.

Feito isto, as citadas melhorias, podem ser vistas como oportunidades e recomendações para o desenvolvimento de trabalhos futuros. Assim, no contexto processual considera-se a:

- Possibilidade de análise química do processo (reações internas na caldeira) como meio de realização dos objetivos traçados anteriormente para a caldeira *Stein ET Roubaix Espanhola*;
- Análise da influência do tamanho das partículas dos gases no tangente a absorção no precipitador eletrostático, ao meio ambiente e ao ser vivo;
- Busca da melhoria do processo a partir da investigação do poder calorífico (foco no processo combustão ocorrido na fornalha), no redesenho do parque industrial e no de processo fabricação da polpa;
- Avaliação da composição dos elementos-traços e as possíveis influências no processo de abate.

No tangente às técnicas estatísticas, considera-se interessante o estudo da caldeira *Stein ET Roubaix Espanhola* a partir da aplicação de redes neurais discretas, uma vez que, Costa *et al* (2004) relatam estudos bem sucedidos nesta direção.

Por último, é dada como apropriada e altamente indicada, a idéia de caracterização matemática por meio de modelos de simulação, uma vez que, a modelagem por meios determinísticos não apresentou, no sistema analisado, resultados satisfatórios.

## Referência bibliográfica

ABB – ABB FLAKT INDUSTRI AB, APC TECHNOLOGY CENTER. **Eletróstatic Precipitator Handbook. Process Manual – Section 2**, 1994.

ABTCP – Núcleo Técnico. **Análise de diferentes condições operacionais na operação da caldeira de recuperação**, São Paulo: 2003. Artigo Técnico apresentado e disponível na Associação Brasileira Técnica de Celulose e Papel. [on line [http://www.abtcp.org.br/m3.asp?cod\\_pagina=1728](http://www.abtcp.org.br/m3.asp?cod_pagina=1728); capturado em 07/03/2003].

ABTCP – Núcleo Técnico. **Introdução aos processos de obtenção de celulose e fabricação de papel**, São Paulo: 1999. 13p. Curso de Especialização em Celulose e Papel oferecido pela ABTCP – Associação Brasileira Técnica de Celulose e Papel.

ABTCP – Associação Brasileira Técnica de Celulose e Papel. **Curso de recuperação de produtos químicos – parte II**, São Paulo: 2002. 321p. Curso realizado pela ABTCP e TAPPI em 29 de Julho a 02 de Agosto.

ADAMS, T. N. (1988a) *Effects of air jets on combustion in recovery boilers*. Chem Eng prog. Vol. 84; n.6; 45-50p.

ADAMS, T. N. (1988b) *Air jets and mixing in kraft recovery boilers*. TAPPI Journal. January. 97-100p.

ADLER, L. S. GOODSON, R. E. *The Steady-state modelling & simulation of a kraft system*. In WILLIAMS, T. J.; HOLM, R.A ed. 1975. *Modelling and Control of kraft production systems*. Instrument Society of America (ISA), Pittsburg (PA).

ALMEIDA, I. T. **A poluição atmosférica por material particulado na mineração à céu aberto**. São Paulo: USP, 1999. 194p. (Dissertação de mestrado apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo para obtenção do título de mestre em Engenharia).

ANDERSON, R. L. *Complete factorials, fractional factorials and confounding*. New York: 1957, John Wiley & Sons, Inc. p. 59-107.

ANTONY, J.; KAYTE, M.; FRANGOU, A. *A strategic methodology to the use of advanced statistical quality improvement techniques*. *The TQM Magazine*, pp. 169-176. Volume 10 – Number 3, 1998.

ARBEX, M. A. **Avaliação dos efeitos do material particulado proveniente da queima da planta de cana-de-açúcar sobre a morbidade respiratória na população de Araraquara - SP**. São Paulo: 2001. 204p. Tese apresentada à Faculdade de Medicina da Universidade de São Paulo.

BALESTRASSI, P. P. **Estatística Aplicada**. Itajubá: MG, 2003. 500p. (Programa de Pós-graduação em Engenharia da Produção da Universidade Federal de Itajubá – Departamento de Produção).

BARRASS, R. **Os cientistas Precisam Escrever – Guia de redação para cientistas, engenheiros e estudantes**. 1. ed. Volume 2. São Paulo: T.ª Queiroz. Editora da Universidade de São Paulo, 1977. 219p.

BARROS, A. J. P.; LEHFELD, N. A. S. **Fundamentos de Metodologia – um guia para a iniciação científica**. 5. ed. São Paulo: McGraw-Hill, 1986. 131p.

BONDUELLE, A. **Caractérisation du panneau de particules surface mélaminé par son aptitude a l'usinabilité**. Nancy, 1994. 205p. Thèse (Doctorat) - Université de Nancy I. 205p.

BOX, G. E. P.; BISGAARD, S. *The scientific context of quality improvement*. *Quality Progress*, v. 20, p. 6, p. 54-61. June-1987.

BOX, G. E. P.; HUNTER, W. G.; HUNTER, J. S. (1978). *Statistics for experimenters*. New York: John Willey.

BUTTON, S. T. **Metodologia para planejamento experimental e análise de resultado**. São Paulo: 2001. Universidade Estadual de Campinas.

CAB – Coleta e Amostragem do Brasil. **Relatório de amostragem em chaminé para determinação de material particulado dos efluentes gasosos provenientes da caldeira de recuperação química**. São Paulo: 2004. 75p.

CARDOSO, M. **Licor negro das indústrias brasileiras**. MG: 2002. 30p. (Curso de Recuperação Química. Universidade Federal de Minas Gerais – Departamento de Engenharia Química – UFMG).

CARDOZO-FILHO, L. ; SIMÕES, M. R.; WOLFF, F. **Propriedades térmicas do licor negro de processo kraft**. Artigo apresentado no CIADICYP - Congresso IberoAmericano de Investigación en Celulosa y Papel do ano de 2000.

CARNEIRO, R. M. A. **Bioindicadores vegetais de poluição atmosférica: uma contribuição para a saúde da comunidade**. Ribeirão Preto: 2004. 146p. Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação Enfermagem em Saúde Pública, do Departamento de Enfermagem Materno-Infantil e Saúde Pública da Escola de Enfermagem de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo.

CASTANHO, A.D.A. **A determinação quantitativa de fontes de material particulado na atmosfera da cidade de São Paulo**. São Paulo: 1999. 140p. Dissertação de mestrado apresentada ao Instituto de Física da Universidade de São Paulo.

CAVACOS. Edição Novembro/Dezembro 2004. Seção Excelência Operacional – Investimento em Qualidade Ambiental do Ar. **IP investe US\$ 15 milhões em qualidade ambiental do ar**. A revista Cavacos é uma publicação bimestral da *International Paper* do Brasil Ltda [on line <http://www.internationalpaper.com.br/cavacos/409/materia16.html>; capturado em 07/03/2005].

CELULOSE online – Informação e negócios no mundo da celulose. **Caldeira de Recuperação**. Canal Dr Celulose. [on line <http://www.celuloseonline.com.br/pagina/pagina.asp?iditem=237>; capturado em 07/03/2005].

CHEMKEY - Método de análise de superfície de resposta [on line [http://www.chemkeys.com/bra/md/peeo\\_6/mdoeq\\_1/mdadsd\\_2/mdadsd\\_2.htm](http://www.chemkeys.com/bra/md/peeo_6/mdoeq_1/mdadsd_2/mdadsd_2.htm); capturado em 16/12/2004].

CETESB - Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental. **Relatório de Qualidade do ar no Estado de São Paulo**, 1996. São Paulo: 1997.

CETESB - Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental. **Relatório de Qualidade do ar no Estado de São Paulo, 2001**. São Paulo: 2002; [on line <http://www.cetesb.sp.gov.br/>; capturado em 15/09/2004].

COLEMAN, D. E.; MONTGOMERY, D. C. *A systematic approach to planning for a designed industrial experiment. Technometrics*. v. 35; n. 1; p. 1-12; February-1993.

COLOMBARI, R. R. **Aplicação de delineamento de experimentos para o processo de solda à projeção**. Itajubá: EFEI, 2004. 106p. (Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia da Produção da Escola Federal de Itajubá).

COSTA, A. O. S.; SOUZA JUNIOR, M. B.; BISCAIA JUNIOR, E. C; LIMA, E.L. **Descrição da formação de material particulado na fornalha de uma caldeira de recuperação por meio de redes neurais discretas**, 2004. p. 65-72. Artigo publicado na Seção Artigo Técnico da Revista O Papel. Edição Agosto/2004.

CPRH - **Roteiro Complementar de Licenciamento e Fiscalização: Indústria de Papel e Celulose**. 1ed. Recife: 1998. 95p.

CRUZ, C. H.B.; FRAGNITO, H.L.; COSTA, I. F.; MELO, B. A. **Guia para física experimental, caderno de laboratório, gráficos e erros**. Campinas: 1997. UNICAMP.

CUSTÓDIO, T. N.; MORAIS, A. R.; MUNIZ, J. A. **Superfície de Resposta em experimento com parcelas subdivididas**. Minas Gerais: UFLA, 2004. 150p. (Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras).

DANIELSON, J. A. *Air pollution engineering manual*. 2 ed. Washington: 1973. Environmental Protection Agency.

DARMA – Aero Mecânica Darma Ltda. Fabricante de equipamentos para filtragem industrial [on line <http://www.aeromecanicadarma.com.br/produtos.htm>; capturado em 04/03/2005].

DEVOR, R. E.; CHANG, T.; SUTHERLAND, J. W. *Statistical quality design and control – Contemporary concepts and methods*. New Jersey: 1992, Prentice Hall, Inc. Cap 15-20, p. 503-744.

ECO, H. **Como se faz uma tese**. 3. ed. São Paulo: Perspectiva S/A, 1986. 183p.

EDWARDS, L. L.; DAMON, R.; SHIANG, N. STROTHMAN, B. *Kraft recovery furnace capacity and efficiency improvement*. TAPPI – International Chemical Recovery Seminar: 1985. 145-151p.

ENERGÉTICA – Indústria e Comércio Ltda. Fabricante de equipamentos para monitoramento de emissões em dutos e chaminés. [on line [http://www.energetica.com.ar/comprov\\_indene\\_cipa.htm](http://www.energetica.com.ar/comprov_indene_cipa.htm); capturado em 31/05/2004].

GALDÁMEZ, E. V. C. **Aplicação das técnicas de planejamento e análise de experimentos na melhoria da qualidade de um processo de fabricação de plásticos**. São Carlos: USP, 2002. 133p. (Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em

Engenharia da Produção da Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo).

GALDÁMEZ, E. V. C.; Carpinetti, L. C. R. **Aplicação das técnicas de planejamento e análise de experimentos no processo de injeção plástica**. Revista Gestão & Produção. V. 11; n.1; p. 121-134; jan-abr 2004.

GIL, A. C. **Como elaborar projetos de pesquisa**. São Paulo: Atlas, 1991.

GIL, A. C. **Métodos e técnicas de pesquisa social**. São Paulo: Atlas, 1999.

HAYNES, J. B.; ADAMS, T. N.; EDWARDS, L. L. **Recovery boilers thermal performance**. TAPPI Journal. Sept: 1988.; 81-85p.

HOUAISS, A.; VILLAR, M. S. **Dicionário Houaiss da Língua Portuguesa**. Rio de Janeiro: Objetiva, 2001. 2925p.

IPT – Instituto de Pesquisas e Tecnologia do Estado de São Paulo; Escola Senai ‘Theolbaldo De Nigris’ – Departamento Regional de São Paulo. **Celulose e Papel – Tecnologia de fabricação da pasta celulósica**. Vol 1. 2 ed. São Paulo: 1988.

JONES, A. K.; GRACE, T. M.; MONACELL, J. E. A *comparison of computational and experimental methods for determining the gas-flow patterns in the kraft recovery boiler*. TAPPI Journal: 1989. 193-198p.

JMA – Jornal do Meio Ambiente. **Dicionário do Meio Ambiente**. [on line [http://www.jornaldomeioambiente.com.br/dicionario\\_ambiente/p.asp](http://www.jornaldomeioambiente.com.br/dicionario_ambiente/p.asp); capturado em 23/05/2003].

LAKATOS, E. M.; MARCONI, M. A. **Fundamentos de metodologia científica**. São Paulo: Atlas, 1993.

LANDSBERGER, S.; BIEGALSKI, S. *Analysis of inorganic particulate pollutants by nuclear methods*. In: KOUIMTZIS, T.; SAMARA, C. eds. *Airbone particulate matter*. Berlin. Springer-Verlag, 1995. (The Handbook of Environmental Chemistry, 4 PtD).

LWARCEL – Celulose e Papel [on line [http://www.lwart.com.br/lwarcel\\_recuperacao.asp](http://www.lwart.com.br/lwarcel_recuperacao.asp); capturado em 15/02/2005].

LEVINE, D. M.; BERENSON, M. L.; STEPHAN, D. **Estatística: teoria e aplicações**. Trad. por Teresa Cristina Padilha e Sergio da Costa Cortes. Rio de Janeiro: 1998. ed. Livros Técnicos e Científicos (LTC). Cap 7-12. p. 329-650.

LIN, C.A. **Efeitos da poluição atmosférica sobre a morbidade respiratória aguda na população infantil de São Paulo**. São Paulo: 1997. Tese de Doutorado. Faculdade de Medicina da Universidade de São Paulo.

MERRIAM, R. L. *Simulation analysis of liquor firing and combustion processes in kraft recovery furnaces*. TAPPI Anual Meeting: 1982. 125-136p.

MIRANDA, S. **Pesquisa e Métodos – os caminhos do saber**. São Paulo: 2004. 75 p. Curso de Metodologia Científica ministrado por Simão de Miranda [on line <http://www.ludico.kit.net/jkpedagogia.html>]; capturado em 24/08/2004].

MOKFIENSKI, A. **Ciclo de recuperação química do processo kraft**. Viçosa: MG, 2001. 100p. (Módulo VI – ENF580 do Programa de Pós-graduação em Tecnologia de Celulose e Papel da Universidade Federal de Viçosa – Departamento de Engenharia Florestal – Laboratório de Celulose e Papel).

MONTGOMERY, D. C. **Design and analysis of experiments**. New York: Willey, 1976.

MONTGOMERY, D. C. **Diseño y análisis de experimento**. Traduzido por Jaime Delgado Sadivar. México, Iberoamerica: 1991.

MONTGOMERY, D. C. **Introduction to statistical quality control**. 3rd. ed. New York: Wile, 1997.

MURRAY, F. Séccion 2.1. **Impactos en la Salud**. Editado por Kuylenstierna, J., Hicks, K. Herrea, R. IN: Contaminación Atmosferica Regional en los Países en Desarrollo:1998. SEI – Stockholm Environment Institute.

NETO, B. B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R.E. **Planejamento e Otimização de Experimentos**. 2. ed. Campinas: Editora Campinas, 1995. 299p.

NEVES, C. F. C.; SCHVARTZMAN, M. M. A. M.; JORDÃO, E. **Técnica para seleção de variáveis aplicada à separação de gases**. Revista Quim. Nova, Vol. 25, No. 2, 327-329, 2002.

NOBRECCEL S.A. Papel e Celulose. **Manual explicativo do ciclo do “licor negro”**, 1987. 123p.

NOBRECCEL S.A. Papel e Celulose. **Caracterização da Caldeira de Recuperação Química**, 1998. 102p.

NOBRECCEL S.A. Papel e Celulose. **Descritivo de equipamentos e máquinas**, 2003. 30p.

NUMA - Núcleo de Manufatura Avançada da Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo [on line [http://www.numa.gov.br/conhecimentos/conhecimentos\\_port/pag\\_conhec.](http://www.numa.gov.br/conhecimentos/conhecimentos_port/pag_conhec;); capturado em 12/02/2002].

OLIVEIRA, L. C. **Uso integrado do método QFD e de técnicas estatísticas de planejamento e análise de experimentos na etapa do projeto do produto e do processo**. Belo Horizonte: 1999. 270p. Dissertação de Mestrado da Universidade Federal de Minas Gerais.

PEJRYD, L.; HUPA, M. **Bad and furnace gas composition in recovery boilers – advanced equilibrium calculations**. TAPPI Pulping Conference: 1984. 579-589p.

PEREIRA FILHO, E. R.; POPPI, R. J.; ARRUDA, M. A. Z. **Emprego de planejamento fatorial para otimização das temperaturas de pirólise e atomização de Al, Cd, Mo e Pb por ETAAS**. Revista Quim. Nova, Vol. 25, No. 2, 246-253, 2002.

PEREYRA, E. J.; SHAH, B. A.; EDWARDS, L. L. *Circulation rates and tube burnout in natural circulation boilers*. TAPPI Journal: 1989. February. 143-148p.

PINTO, J. M.; PARK, S. W.; NEVES, J. M. **Caldeira de recuperação química. Parte I – Análise da operação**. São Paulo: 1990. Trabalho apresentado no 23º Congresso Anual de Celulose e Papel da ABTCP, realizado 05 a 09 de novembro.

REY, L. **Planejar e Redigir Trabalhos Científicos**. 1. ed. São Paulo: Edgar Blücher, 1987. 238p.

RUDIO, F. V. **Introdução ao Projeto de Pesquisa**. 22ed. Petrópolis: Vozes, 1998. 118p.

SALDIVA, P.H.N.; PEREIRA, L. A. A; BRAGA, A. **Poluição atmosférica e seus efeitos na saúde humana**. Campinas: UNICAMP, 2002. 20p. Trabalho apresentado no evento Sustentabilidade na Geração e uso de Energia, UNICAMP, 18 a 20 de fevereiro de 2002 [on line <http://libdigi.unicamp.br/document/?code=1039>, capturado em 04/03/2005].

SÁNCHEZ, J. C. D. **Emissão de elementos-traços provenientes da combustão de carvão de grande porte**. São Carlos: USP, 1987. XXp. (Tese de doutorado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia da Produção da Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo).

SCHREIBER, G. **Cálculo da eficiência térmica de caldeiras de recuperação**. São Paulo: 1985. Artigo técnico apresentado a Comissão Técnica Permanente de recuperação – ABCP. Revista O Papel. Exemplar de Outubro. p. 59-65.

SHICK, P. E. *Predictive simulation of recovery furnace processes on a microcomputer*. TAPPI Kraft Recovery Operations Seminar: 1986. 121-133p.

SENAI - Departamento Regional de São Paulo (Coordenadoria do Ensino e Treinamento). **Combustão industrial**. Fascículo 3. São Paulo: 1988.

SHIANG, N. T. EDWARDS, L. L. *Kraft recovery furnace modeling and simulation: Heat transfer and gas flow*. Aiche Simposium Series: 1985, n.246; vol. 81; 85-94p.

SILVA, E. L.; MENEZES, E. M. **Metodologia da Pesquisa e Elaboração de Dissertação**. Florianópolis: UFSC/PPGEP/LED, 2001. 3ed. 121p. (Curso do Programa de Pós-graduação em Engenharia da Produção da Universidade Federal de Santa Catarina).

UNICAMP – Universidade Estadual de Campinas. **Meio ambiente, preocupação das pesquisas com papel**. Reportagem extraída do Portal Unicamp. [on line [http://www.unicamp.br/unicamp/divulgacao/BDNP/NP\\_392/NP\\_392.html](http://www.unicamp.br/unicamp/divulgacao/BDNP/NP_392/NP_392.html)]; capturado em 01/03/2005].

UFOP - Universidade Federal de Ouro Preto [on line <http://www.decom.ufop.br/prof/marcone/Disciplinas/InteligenciaComputacional/Metodologia%20de%20Superficie%20de%20Respostas.ppt>; capturado em 18/03/2005].

UNEP / WHO – UNITED NATIONS ENVIRONMENT PROGRAMME / WORLD HEALTH ORGANIZATION. *GEMS/AIR methodology review handbook series*. Nairobi / UNEO, Geneva, WHO: 1994. v. 3: Measurement of suspended particulate matter in ambient air.

VALENÇA, A. C. V.; MATTOS, R. L. G. **O Setor de Celulose e Papel no Brasil**. Revista Celulose e Papel, 2003. Seção Panorama Geral do Setor. p.08-16.

VIEIRA, L. G. **Projeto de experimentos: uma aplicação no branqueamento da celulose**. Lorena: 1996. Dissertação de Mestrado disponível na base de dados da FAENQUIL – Faculdade de Engenharia Química de Lorena [on line [http://www.faenquil.br/copg/Resumos%20Lato\\_Sensu/Resumos\\_engqualidade/EQ060.html](http://www.faenquil.br/copg/Resumos%20Lato_Sensu/Resumos_engqualidade/EQ060.html)]; capturado em 01/04/2003].

VASCONCELOS, P. C. **Um estudo sobre a caracterização de hidrocarbonetos policíclicos aromáticos e seus derivados, e hidrocarbonetos alifáticos saturados em material particulado atmosférico proveniente de sítios urbanos, suburbano e florestais**. São Paulo: 1996. 130p. Tese (Doutorado) – Instituto de Química, Universidade de São Paulo.

WERKEMA, M. C. C. **Ferramentas estatísticas básicas para o gerenciamento de processos**. 1ed. Belo Horizonte: Fundação Cristiano Ottoni, Escola de Engenharia da UFMG, 1995. 304p.

WERKEMA, M. C. C.; AGUIAR, S. **Planejamento e Análise de Experimentos: como Identificar e Avaliar as Principais Variáveis Influentes no Processo**. Série Ferramentas da Qualidade. Volume 8. 1ed. Belo Horizonte: Fundação Cristiano Ottoni, Escola de Engenharia da UFMG, 1996. 294p.

## Bibliografia complementar

BONDUELLE, G. M. **Aplicação do planejamento de experimentos no controle da fabricação de chapas de fibras de madeira**. Curitiba: 2000. CERNE, v. 6, n. 2, p. 1-10. Departamento de Engenharia e Tecnologia Florestal da Universidade Federal do Paraná – UFPR.

CALEGARE, A. J. A. **Introdução ao Delineamento de Experimentos**. 5. ed. São Paulo: Edgar Blücher, 2001. 130p.

CÂMARA, M. A. O. **Delineamento de um experimento fatorial fracionário na otimização de um processo de gaseificação – um estudo de caso**. Itajubá: EFEI, 1988. 93p. (Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia da Produção da Escola Federal de Itajubá).

COLANTES, H. D. C. **Desenvolvimento do processo de fabricação de tubos hospitalares por rvnrl: otimização e protótipo de extrusão a baixas temperaturas**. USP – Universidade de São Paulo: 1999. Tese apresentada como parte dos requisitos para obtenção do Grau de Doutor em ciências na Área de Tecnologia Nuclear – Aplicações. 172p.

EDGAR, T. F.; HIMMELBLAU, D. M.; LASDON, L. S. *Optimization of Chemical Processes*. 2. ed. São Paulo: McGraww-Hill, 2001. 672p.

GARVEY, W. D. *Communication: the essence of science*. Oxford: Pegamon, 1979.

GOUPY, J. *La méthode des plans d'expériences*. Paris: Dunod, 1988. 303p.

MMA - Ministério do Meio Ambiente do Governo Federal [on line [http://www.mma.gov.br](http://www.mma.gov.br;).; capturado em 15/06/2003].

MONT´ALVÃO, C. A. **Processo de corte por plasma a ar comprimido através da utilização de projeto e análise de experimentos**. Itajubá: EFEI, 1988. 80p. (Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia da Produção da Escola Federal de Itajubá).

SEINFELD, J.H. *Atmospheric Chemistry and Phisics of Air Pollution*. Wiley, New York, U.S.A: 1999.

SILVA, L. S.; RIEKEL, D. **Aglomerções e capacidade competitiva da indústria de papel e celulose no Paraná na década de 1990**, 2002. 10p. Artigo do IX SIMPEP – Simpósio Nacional de Engenharia de Produção.

VIGIER, Michel G. *Pratique des plans d'expériences: méthodologie Taguchi*. Paris: Les Editions d'Organisation, 1988. 231p.