

**CONTROLE DA QUALIDADE
NA FABRICAÇÃO DE CAPAS E MIOLO
PARA PAPELÃO CORRUGADO**



ORGANIZADOR E INSTRUTOR:
Edison da Silva Campos

2008

Apostila rev. 01

PROGRAMAÇÃO DO CURSO

1. Introdução
2. Organização e responsabilidades: política da qualidade, sistemas da qualidade, manual da qualidade, relatório da qualidade, melhoria da qualidade e segurança;
3. Tecnologia de amostragem: variação da amostragem, método, estado físico e fonte, meio ambiente (saúde, segurança, outros), plano de amostragem, treinamento do amostrador, administração da amostra, retenção de amostras;
4. Controle do processo: documentação do processo, manutenção, controle de mudança de tecnologia, utilização de gráficos de controle (noções de CEP), controle de produção de encomenda ou pesquisa, capacidade do processo;
5. Bases para especificações: determinação das especificações do produto (ferramentas estatísticas e foco dos clientes), recebimento do material e liberação do produto, amostragem, variabilidade do sistema de medição e decisões de aceitação, projeto do plano de aceitação, curva característica de operação, riscos de erros, retenção de registros, aproximação numérica;
6. Análise e teste: boas práticas laboratoriais, documentação dos métodos de teste, normas e referência para a rastreabilidade dos materiais de controle, certificação (noções);
7. Principais propriedades dos vários tipos de papéis (visão geral);
8. Propriedades importantes para os papéis de embalagem com ênfase no papel “kraft”, e a influência de algumas variáveis de processo sobre estas propriedades;
9. Algumas normas para análises laboratoriais - papel “kraft”.

1. INTRODUÇÃO

Este curso contém boas práticas da qualidade nas indústrias químicas e de processo (CPI, do inglês “chemical and process industries”), com ênfase na fabricação de papéis do tipo “kraft” para embalagens. O curso tem como principais referências: o livro “Garantia de Qualidade para Indústrias Químicas e de Processo – UM MANUAL DE BOAS PRÁTICAS”, organizado pela Sociedade Americana para o Controle da Qualidade (ASQC, atual ASQ); o livro “Controle de Qualidade na Indústria Química” de Eller Schall Amorim; a norma NBR ISO 9001 (Sistemas de Gestão da Qualidade – Requisitos, versão de dezembro de 2000) e diversas normas de análises da ABNT.

Este curso é destinado aos profissionais da qualidade e a todos que direta, ou indiretamente, contribuam para a garantia da qualidade e deverá servir como um guia de referência para elaborar, orientar, ou avaliar a eficácia de um sistema da qualidade.

1.1 CONCEITOS BÁSICOS DE QUALIDADE

Há muitas maneiras de mostrar o que é QUALIDADE. Na tabela 01, são apresentadas algumas das definições mais comuns de qualidade:

DEFINIÇÕES	EXPLICAÇÕES
Conformidade com especificações	Quando os produtos possuem comprovadamente as características que estão descritas nos projetos, catálogos ou listas de especificações.
Valor por dinheiro	Quando se recebe um benefício compensador (tecnicamente denominado valor) em troca de dinheiro que gastou para comprar alguma coisa, e não se reclama do preço pago.
Adequação ao uso	Quando aquilo que foi comprado é capaz de fazer pelo menos o que dele se espera, e não se reclama de mau funcionamento.
Atratividade do mercado	Quando se usa o direito de escolher um determinado produto dentre vários outros concorrentes. É o que acontece quando você se decide por um produto em uma prateleira de supermercado. Por alguma razão, se escolhe o mais atrativo do mercado, seja por preço, pela aparência, pelo conteúdo, pela marca ou outra qualquer razão.

Tabela 01

A norma ISO (“International Organization for Standardization”) 8402 (Qualidade – Terminologia) fornece as seguintes definições:

Qualidade: a totalidade de propriedades e características de um produto ou serviço que confere sua habilidade em satisfazer necessidades explícitas ou implícitas.

Grau da qualidade: um indicador de categoria ou classe relacionada às propriedades ou características que cobrem diferentes conjuntos de necessidades para produtos ou serviços destinados ao mesmo uso funcional.

Há muitos motivos pelos que um empresário deve investir em Qualidade. Primeiro, como empresário, ele deve estar interessado em lucro. Para fazer um investimento é necessário que este empresário esteja plenamente convencido dos seus benefícios. Abaixo, estão relacionados alguns benefícios de se investir em Qualidade:

- Porque fazer com qualidade é sempre a forma mais econômica de produzir qualquer coisa. Não duvide. Isso tem comprovação prática (veja o caso dos japoneses e dos alemães, por exemplo);
- Porque trabalhando com Qualidade, o empresário poderá ter a maior margem de lucro, pois terá os menores custos globais. Isso também tem comprovação prática.
- Porque trabalhando com Qualidade, o empresário terá os menores riscos e a maior estabilidade para a sua empresa no mercado. Ela será sólida, pois será saudável e pró-ativa;
- Porque há outra razão definitiva: não se tem nenhuma desvantagem em ter Qualidade (tente encontrar alguma);

E os funcionários de uma empresa, por que deverão investir em qualidade? Algumas possíveis respostas estão listadas abaixo:

- Eles terão melhor qualidade de vida. Em outras palavras, serão mais felizes no trabalho;
- Eles se autodesenvolverão. Cada dia, eles terão melhores possibilidades de progresso profissional e pessoal;
- Eles terão mais estabilidade no emprego, porque a empresa será mais sólida e eles se constituirão numa parte importante para dela;

- Porque há outra razão definitiva: eles não terão nenhuma desvantagem (tente encontrar alguma).

Para fazer Qualidade, no entanto, é importante que cada colaborador da empresa esteja convencido e preparado para:

- **Conhecer** de maneira precisa o que deve ser feito;
- **Querer fazer** certo, desde a primeira vez aquilo que deve ser feito.

1.2 SISTEMA DA QUALIDADE

1.2.1 Conceito de sistema

Sistema é um conjunto organizado de regras e ações que fazem com que um determinado processo permaneça em funcionamento de maneira satisfatória. Um sistema é composto de várias partes (subsistemas), que trabalham de maneira harmônica para atender a um objetivo comum, para o qual o sistema foi criado.

1.2.2 Conceito de Sistema da Qualidade

Um Sistema da Qualidade é um conjunto de recursos, regras mínimas, implementado de forma adequada (funcionando), com o objetivo de orientar cada parte da empresa para que execute de maneira correta e no tempo devido a sua tarefa, em harmonia com as outras, estando todas direcionadas para o objetivo comum da empresa: ser competitiva (ter qualidade com produtividade).

A Norma ISO 8402 – Qualidade / Terminologia – possui a seguinte definição para Sistemas da Qualidade: “estrutura organizacional com responsabilidades, procedimentos, processos e recursos para a implementação da gestão da Qualidade”.

A ISO série 9000 (uma pequena parte da série completa ISO) é um conjunto de Normas Técnicas que trata exclusivamente da questão Qualidade (na sua expressão mais geral e globalizada ou sistêmica), pela importância que esse assunto assumiu no mundo. Qualidade, cada vez mais, transforma-se no grande diferencial de riqueza dos países.

Neste curso, serão citadas algumas particularidades da norma ISO 9001 que é a mais abrangente de todas as normas ISO 9000, e destina-se a contratos cujo interesse é

proporcionar garantia de Qualidade em todas as fases das atividades técnicas da organização, desde o projeto do produto ou do serviço até a assistência técnica. Isto quer dizer que esta norma envolve as atividades de projeto, desenvolvimento do produto, produção, instalação (ou vendas) e assistência técnica.

1.3 PROPÓSITO DE UM SISTEMA DE QUALIDADE PARA INDÚSTRIAS QUÍMICAS E DE PROCESSO

A arte e a ciência da amostragem e da medição nas indústrias químicas e de processo são diferentes daquelas encontradas nas indústrias mecânicas, por exemplo. A contribuição relativamente ampla de erros de medição requer o uso adequado de métodos estatísticos para o controle do processo. Por causa disso, é muito importante que haja um entendimento e um intercâmbio de informações adequadas entre o cliente e o fornecedor.

Considerações adicionais que exigem uma atenção especial e uma estrutura diferente para a aplicação de métodos estatísticos nas indústrias químicas e de processo estão listadas a seguir:

- Matérias-primas são, em geral, materiais naturais, cuja consistência depende de forças naturais. Isto requer um ajuste de compensação no processo, para manter o nível de qualidade do produto final consistente;
- A tecnologia de amostragem química apresenta problemas complexos, por causa das considerações químicas e da natureza variável das unidades do produto, que variam de poucas gramas a milhares de toneladas;
- Os processos químicos ocorrem em nível molecular e mudanças são, em geral, inferidas de informações secundárias;
- A medição, por si só, é um processo complexo que deve ser cuidadosamente padronizado e controlado;
- O controle de processo automático está bastante desenvolvido, com retroalimentação computadorizada e alças de retroalimentação. A ênfase, então, recai sobre a prevenção;
- Uma vez produzidos os produtos, suas propriedades, em geral, mudam não só com o tempo, mas também com as condições ambientais;

- Pode não existir uma relação direta entre as propriedades medidas e as características de desempenho dos produtos em uso;
- Defeitos reais são raramente encontrados, embora a falta de uniformidade entre os lotes seja, quase sempre, detectada pelo cliente;
- Saúde, segurança e impacto ambiental, tanto do processo quanto do produto, são considerados prioritários.

As questões acima serão, na medida do possível, enfatizadas e ajustadas às necessidades da indústria de fabricação de papel “kraft” para embalagens e de seus clientes por meio de práticas de qualidade. A bibliografia relacionada no final desta apostila complementa esse trabalho.

Existe na indústria química uma ligação entre o grupo de controle de qualidade e a equipe de produção, visto que a área de atuação do controle de qualidade abrange todas de um sistema industrial, a saber:

- No planejamento: especificação do que deve ser produzido;
- Na execução: obtenção do material ou dos objetos propostos;
- No produto acabado: testes para constatar se as especificações foram obtidos.

Quando corretamente aplicado, o controle de qualidade leva a uma produção nos padrões desejados, uma minimização no consumo da matéria-prima, uma redução nos custos do trabalho direto e indireto e dos oriundos da manutenção.

Em termos de gerência, isso significa uma economia na linha de produção, um potencial de vendas maior, através de um relacionamento positivo com o consumidor e, conseqüentemente, um desenvolvimento em todo o sistema de operação.

1.4 CONCEITO DO PROCESSO DE CONTROLE APLICADO À INDÚSTRIA QUÍMICA

Gradualmente, o “ponto de vista” estatístico vai sendo introduzido e assimilado por técnicos e pesquisadores químicos e, em conseqüência, nas indústrias químicas, quer seja ela pequena, média ou grande.

O objetivo das técnicas estatísticas é distinguir a variação de alguma propriedade da linha de produção causada por um fator detectável e que pode ser isolado de uma mudança desta propriedade, causada por um fator incontrolável.

Se esse objeto for alcançado, poder-se-á eliminar as causas específicas trazendo, em consequência, uma economia e um maior desempenho para toda a linha de produção.

A aplicação desse critério, nas indústrias químicas abrange:

- Determinação das especificações referentes à matéria-prima;
- Procedimento para a aceitação da matéria-prima;
- Determinação e manutenção das especificações do produto acabado;
- Determinação do montante das perdas nos componentes de valor;
- Eficiência no processo de fabricação;
- Estabelecimento das variáveis consideradas importantes (ex.: pH, densidade, etc.) no processo de fabricação;
- Previsão dos métodos analíticos;
- Desenvolvimento dos testes e dos programas de controle;
- Determinação dos erros normais do operador;
- Seleção da instrumentação adequada;
- Estabelecimento do sistema de controle.

O processo de controle estatístico, para atingir os seus objetivos, utiliza uma coleção de dados e, através desta, chega a “apropriadas evidências” que servirão como base para uma tomada de decisão ou no estabelecimento de uma política industrial.

Uma simples coleta de dados não fornece, por si só, as apropriadas evidências, mas para que estes possam ser usados para determinar as causas das variações de um fator qualquer ligado à produção, eles necessitam ser obtidos convenientemente e manipulados dentro de certas regras.

Qualquer procedimento para a obtenção de uma apropriada evidência deve basear-se nas seguintes exigências:

-
- Definir quais os dados que se devem coletar;
 - Definir como esses dados podem ser obtidos;
 - Definir a menor quantidade de dados necessários ou qual e quantos, dentro dos de menor custo, levarão à conclusão desejada;
 - Definir a precisão das decisões que podem ser tomadas com as apropriadas evidências obtidas.

A aplicação das técnicas estatísticas para a produção química requer uma combinação do conhecimento do processo tecnológico e das técnicas estatísticas.

1.5 MELHORIA CONTÍNUA DO SISTEMA DE GESTÃO DA QUALIDADE

Para a melhoria contínua do Sistema de Gestão da Qualidade pode ser aplicada a metodologia conhecida como "Plan-Do-Check-Act" (PDCA) para todos os processos. O modelo PDCA pode ser descrito resumidamente como segue:

- Plan (planejar): estabelecer os objetivos e processos necessários para entregar resultados de acordo com os requisitos e políticas da organização;
- Do (fazer): implementar os processos;
- Check (checar): monitorizar e medir processos e produtos contra as políticas, objetivos e requisitos para o produto e relatar os resultados;
- Act (agir): tomar ações para promover continuamente a melhoria do desempenho do processo.

A figura 01 mostra o modelo desta metodologia.



Figura 01

2. ORGANIZAÇÃO E RESPONSABILIDADES

2.1. PROPÓSITO

- Uma companhia deve documentar sua política da qualidade da qualidade, seu sistema da qualidade e exigências do planejamento da qualidade em um manual ou em uma série de manuais. O Manual da Qualidade deve estabelecer a política, definir procedimentos e especificar a responsabilidade para os componentes do sistema da qualidade;
- Uma companhia deve fazer, periodicamente, relatórios de qualidade internos, a fim de apresentar progressos em função dos objetivos da qualidade desejados;
- Uma inovação constante e um serviço superior ao cliente criam excelência. As organizações devem aprender a desenvolver flexibilidade, mantendo, contudo, sua própria estabilidade. Inovação e melhoria da qualidade são processos diferentes de controle da qualidade e resultam mais em uma mudança do que na manutenção do “status quo”;
- Saúde, segurança e impacto ambiental, tanto do processo quanto do produto, são considerações prioritárias da indústria química. Uma companhia deve documentar suas normas e procedimentos de segurança em um manual ou em uma série de manuais que especifiquem a responsabilidade pelos componentes do sistema de segurança.

2.2. POLÍTICA DA QUALIDADE

A citação seguinte foi retirada do livro “Quality Management and Quality System Elements –Guidelines”, ANSI/ASQC94-1987, Seções 4.1 e 4.2:

“A responsabilidade e o comprometimento pela política da qualidade pertence ao mais alto nível da administração. Gestão da qualidade é o aspecto da função global de gerência que determina e implementa a política da qualidade. A administração de uma companhia deve desenvolver e estabelecer sua política corporativa da qualidade. Esta política deve estar de acordo com as normas da companhia. A administração deve tomar todas as providências necessárias para assegurar que sua política corporativa da qualidade seja entendida, implementa e mantida.”

2.3. SISTEMAS A QUALIDADE

A distribuição dos dados do produto ao cliente não deve acontecer, a menos que um sistema de gerência da qualidade esteja em vigor. O gerenciamento de sistemas da qualidade envolve:

- Participação gerencial do alto para baixo;
- Controle estatístico do processo;
- Conhecimentos de variabilidade do sistema de medidas, da variabilidade do processo e dos instrumentos para mantê-lo sob controle;
- Procedimentos documentados para um tratamento consistente de informações, i.e., dados;
- Um programa de melhoria contínua.

2.4. MANUAL DA QUALIDADE

O manual da qualidade deve incluir o seguinte:

a) Uma descrição de como a qualidade será planejada no processo de fabricação e no processo de fabricação e no produto final, incluindo:

- Sistema de controle da matéria-prima:
 - ◆ Seleção de vendedores e método de certificação;
 - ◆ Amostragem de lote e práticas de aceitação;
 - ◆ Métodos de análises
- Sistemas de controle do processo e práticas.
- Testes, análise e sistemas de aceitação do produto:
 - ◆ Boas práticas laboratoriais;
 - ◆ Métodos de teste documentos;
 - ◆ Planos de amostragem;

- ◆ Procedimentos de amostragem;
 - ◆ Sistema para a manutenção de padrões;
 - ◆ Padronização\calibração;
 - ◆ Aceitação de lote e sistemas de controle do produto.
 - Sistemas de remessa do produto:
 - ◆ Garantia da qualidade da rotulagem e da embalagem;
 - ◆ Controle do tempo de validação do produto;
 - ◆ Garantia da qualidade do recipiente no embarque.
 - Disposição de material não conforme;
 - ◆ Prática de resgate e de “recall”;
 - ◆ Matéria-prima não conforme;
 - ◆ Produto não conforme;
- b) Definição das práticas de relações com o cliente:
- Política para a participação de informação;
 - Método de análise e solução de reclamações, incluindo procedimentos de ação corretiva.
 - Métodos para a determinação das mensalidades dos clientes.
- c) Descrição dos assuntos reguladores que possam prejudicar as operações da companhia.
- d) Documentação de procedimentos para os desenvolvimentos e a comercialização de novos produtos.
- e) Descrição do procedimento operacional padrão e de sua administração.
- f) Definição das práticas de manutenção de registros.
- g) Definição de organogramas da companhia e da função da qualidade para a assistência no contato com o pessoal da companhia.
- h) Especificações: matéria-prima, processo, produto, embalagem e rótulo, vendas.
- i) Descrição do sistema e de práticas de auditorias da qualidade.

2.5. RELATÓRIO DA QUALIDADE

Dados da qualidade do processo para fins de controle devem estar disponíveis para o pessoal de operação, de preferência em base de tempo real. Relatórios breves do desempenho do processo devem estar disponíveis para que a gerência esteja consciente e possa identificar oportunidades de melhoria e alocar recursos.

Relatórios devem ser desenvolvidos para a administração no sentido de apresentar progressos em função dos objetivos de qualidade da companhia. As áreas para relatório incluem a percepção da qualidade e do valor pelo cliente, o processo de controle de melhorias de metas e a melhoria da capacidade de processo. O objetivo dos relatórios da gerência é informar e auxiliar na distribuição de recursos. Medidas quantitativas devem ser usadas sempre que possível.

2.5. MELHORIA DA QUALIDADE

2.5.1. Melhoria da qualidade do processo

2.5.1.1. Avaliação do processo

O nível real e a variabilidade do processo (usado em sentido amplo) devem ser medidos estatisticamente todo o tempo.

2.5.1.2. Controle e correção do processo

- Remover erros e inconsistências (causas especiais);
- Reduzir a variabilidade; enfatizar a medida “on line” e o controle “on line”;
- Manter proximidade com o objetivo;
- Mudar o nível do processo através da melhoria do mesmo.

2.5.1.3. Melhoria do processo

- A melhoria da qualidade deve ser liderada pela gerência e envolver todos os empregados.

-
- A melhoria da qualidade requer revisão periódica formal, avaliação e organização para ser desenvolvida.
 - A melhoria da qualidade somente ocorre quando o conhecimento do processo aumenta. Procedimentos tais como: projeto de um experimento, estudos de triagem, operações de evolução, análise de variância, análise das médias, etc. devem ser usados para aumentar o conhecimento do processo.
 - A melhoria da qualidade ocorre quando grupos treinados em solução de problemas e recursos estatísticos rompem barreiras departamentais e trabalham em conjunto.

2.5.1.4. Serviço ao Consumidor e Desempenho do Produto

- Um serviço superior ao cliente requer um sistema de marketing que possa determinar e transformar as necessidades e desejos do cliente em desempenho real do produto e serviço ao consumidor.
- A coleta e análise dos dados do processo devem estar integrados a sistemas que vinculem este processo ao desempenho do produto em campo.

2.5.1.5. Inovação

A inovação requer uma atmosfera estimulante e um meio ambiente que possam trazer a inovação para a organização; requer também sistemas flexíveis, grupos interfuncionais, conhecimento técnico e habilidades na manipulação de informação.

2.6. SEGURANÇA

- O manual de segurança deve incluir uma abordagem geral da companhia para a administração da segurança:
- Diretrizes operacionais que tratem de todos os processos e produtos de maneira segura.
- Regras de segurança para todas as áreas de fabricação e não-fabricação.
- Descrição de um sistema e práticas de auditoria da segurança.

- Descrição de assuntos reguladores que possam causar impacto nas operações da companhia.
- Abordagem que forneça informações de segurança pertinentes para os usuários dos produtos da companhia.

3. TECNOLOGIA DE AMOSTRAGEM

3.1. PROPÓSITO

Amostragem é o processo de remoção de uma porção de um material para análise. O ideal é que a amostra represente o material de onde ela foi retirada. Ela deve manter sua integridade em relação às características medidas, e o ato da amostragem não deve mudar a substância química amostrada. A amostragem deve fornecer dados de medição de baixo custo sobre o material com riscos conhecidos e controlados. A tecnologia da amostragem envolve a discussão das fontes de variação da amostragem com respeito à tomada de decisões efetivas.

O estado físico do material afeta o processo de amostragem.

O meio ambiente do material a sofrer amostragem, inclusive os recipientes, deve ser considerado, a fim de proteger os amostradores de substâncias químicas e o material contra contaminação, mudança ou desagregação durante a amostragem.

As amostras devem ser retiradas para a aceitação ou liberação de lotes, para o controle do processo e para muitos outros fins. A razão para a retirada de amostras, assim como o estado físico, a toxicidade, a variabilidade do sistema de medição, o tamanho da análise e muitos outros parâmetros devem ser considerados na determinação do plano de amostragem.

A abordagem da amostragem pode diferir, dependendo se as características medidas são atributos ou variáveis. Escolhas de amostragem incluem 100% de inspeção, planos de amostragem ou ausência de amostragem.

É exigido treinamento para desenvolvimento de pessoal especializado e com conhecimento necessário para o trabalho de amostragem.

Retenção de amostras é, em geral, uma boa prática, mas, à exceção de certas exigências reguladoras, a retenção de amostras não é uma exigência absoluta. Há um equilíbrio entre a retenção de todas as amostras por um longo período de tempo para cobrir todas as eventualidades, e o problema econômico real de espaço de estocagem, em particular, quando um ambiente especial é necessário.

3.2. VARIAÇÃO DA AMOSTRAGEM

3.2.1. Definição de população

Nas indústrias químicas e de processo, a população amostrada para a aceitação de um produto é, geralmente, um lote.

Para o controle do processo, a população amostrada é, geralmente, uma função do tempo de processo.

3.2.2. Estimativa-confiança

As decisões concernentes ao controle do processo ou à aceitação do produto dependem da homogeneidade de uma característica medida em um lote.

O nível da característica do lote é estimado como a média das medições da amostragem da característica retirada nesse lote. As amostragens devem ser suficientes para representar a variabilidade dessa característica no lote inteiro.

A homogeneidade no lote é estimada a partir da variabilidade encontrada entre as medições das amostragens representativas tomadas e da variação da amostragem.

O aumento do número de amostragens retiradas e medidas fornecerá uma maior confiança na estimativa do nível e da variação da amostragem. (Um aumento na amostragem não necessariamente diminui a variação da amostragem).

O aumento do número de medições tomadas em cada amostragem pode ser usado para reduzir a contribuição de erros de medição na totalidade da variação de amostragem.

3.2.3. Variação da amostragem propriamente dita

3.2.3.1. *Entre amostragens*

A variabilidade detectada entre as medições de uma característica em amostragens repetidas de um lote fornece uma medida da homogeneidade do lote, da variabilidade dentro da amostra e a variabilidade do sistema de medição.

3.2.4. Considerações sobre homogeneidade

3.2.4.1. Conhecimento do processo

Conhecimento da(s) substância(s) química(s) e do processo envolvido deve ser usado para selecionar a técnica de amostragem adequada, para minimizar os custos de amostragens e os erros.

A informação de suporte sobre a formação do lote, a capacidade do processo e o fluxo de ordem, bem como a certificação do fornecedor, sistemas de controle do processo e resultados da auditoria da qualidade devem, também, ser usadas.

3.2.4.2. Unidades discretas

A amostra representativa deve consistir no material obtido de unidades discretas distribuídas através do lote, de forma que a variabilidade dentro do lote seja incluída na amostra.

3.2.4.3. Material a granel

A amostra representativa deve consistir em material obtido de pontos distribuídos através do lote, de forma que a variabilidade dentro do lote seja incluída na amostra.

A variabilidade dentro do lote tende a aumentar quando se analisam desde gases de um único ingrediente até líquidos de baixa viscosidade, soluções, de sólidos uniformes de um único ingrediente até líquidos de alta viscosidade, emulsões e partículas sólidas de vários tamanhos, misturas e até carvão e minério. Por sua vez, o número de pontos do lote em que se procedam as amostras deve aumentar proporcionalmente.

3.2.4.4. Amostras compostas

Quando as amostras são compostas e características são medidas nas repetições da amostra composta, a informação sobre a variabilidade dentro do lote é perdida e apenas o erro de medida (e de fundo de amostra) permanece.

3.3. MÉTODO

Uma descrição por escrito do processo de amostragem e uma declaração do uso dos resultados de cada operação de amostragem devem ser providenciadas. A descrição do método de amostragem deve conter:

- Uma descrição do ambiente apropriado, necessário para manter a qualidade do material e de suas amostras;
- Uma lista do equipamento de amostragem e das exigências do recipiente;
- Um procedimento por escrito de como a amostra deve ser obtida, a fim de assegurar credibilidade;
- Uma definição do local exato de cada ponto de amostragem;
- Uma declaração do tamanho da amostra necessária para a análise, peso ou volume e subgrupo. Deve-se observar que amostras múltiplas nem sempre são econômica ou fisicamente viáveis;
- Uma lista das análises a serem realizadas.

3.4. ESTADO FÍSICO E FONTE

O estado físico descreve o estado do material como líquido, sólido ou gasoso, ou a mistura desses estados; e designa as condições, tais como baixa e alta viscosidade, pó, bolinhas, flocos, substância pastosa, emulsão ou partículas. A fonte do material a sofrer amostragem pode ser: tubulações, dutos, pilhas, caixas de armazenamento, tanques, carrinhos, vagões-tanque, tambores, garrafas, fardos, etc. Tanto o estado físico quanto a fonte afetam o equipamento de amostragem utilizado, equipamento esse necessário para proteger o material do ambiente, a homogeneidade do material e o número de amostras exigidas.

Em um sistema que contém pequenas partículas, é preferível retirar amostras quando o sistema se encontra em movimento.

Sistemas de amostragem devem ser planejados para evitar problemas, i.e., é o material recém-produzido em circulação que deve ser dispensado pelo sistema de amostragem, e não o material que está assentado no sistema.

3.5. MEIO AMBIENTE

O meio ambiente apropriado inclui condições para saúde, segurança e outros aspectos que causam impacto na qualidade do material, tanto na forma de amostra quanto a granel. Por exemplo, substâncias químicas tóxicas, substâncias químicas absorvidas pela pele, substâncias químicas sob pressão elevada, substâncias químicas sensíveis ao ar, calor ou frio.

- O amostrador deve estar protegido da exposição ao material e consciente dos riscos potenciais associados a cada substância química amostrada;
- O material amostrado deve estar protegido da exposição à contaminação;
- O material amostrado deve estar protegido da exposição a um ambiente incompatível.

3.5.1. Recipiente

3.5.1.1. Material de composição

O recipiente ou seus fechamentos não devem nem reagir nem se dissolver na amostra. Exemplos: vidro é em geral, inerte, mas vidro macio pode contaminar uma amostra com sódio; plásticos têm aditivos que podem afetar a amostra; solventes podem permear polietileno; tampas, capas e fechos de segurança podem ser também fontes de contaminação.

3.5.1.2. Limpeza

Limpeza apropriada para a análise é obrigatória. Recipientes novos podem conter fibras, poeira e sujeira. Recipientes lavados podem conter resíduos de detergente. A água de torneira pode contaminar certas amostras; materiais de construção para o equipamento e a tubulação para a água destilada também podem ser fonte de contaminação. O condicionamento apropriado e/ou limpeza do equipamento de amostragem e dos recipientes devem ser exigidos antes da retirada da amostra.

3.5.1.3. Equipamento

O equipamento de amostragem é uma consideração sempre importante. A construção, o projeto e a adequação do material devem ser cuidadosamente considerados.

3.6. PLANO DE AMOSTRAGEM

3.6.1. Aceitação ou liberação do lote

Planos de amostragem publicados, tais como ANSI/ASQC Z1.9 -1980, são desenvolvidos para a aceitação e a liberação de lote e podem ser adequados para a amostragem química. À medida que o controle do processo e a capacidade do mesmo se aproximam de novos níveis de desempenho, os planos de amostragem se tornam menos úteis.

3.6.2. Controle do processo

Quanto ao controle do processo, em especial de processos contínuos, é aconselhável que se retirem amostras em intervalos de tempo específicos. Quanto a processos de batelada, a amostragem deve ser feita em certos estágios do processo. As frequências de amostra no controle do processo dependem da capacidade do mesmo, da repetibilidade da análise, do tempo de residência do processo, do tempo decorrido da análise, do custo da mesma e dos fatores de risco envolvidos. Estes, em geral têm que ser considerados caso por caso; raramente planos de amostragem padrão se aplicam.

3.7. TREINAMENTO DO AMOSTRADOR

Antes da amostragem de substâncias químicas, está uma compreensão da química por trás do método de amostragem e do desenvolvimento das habilidades necessárias para a utilização das ferramentas da amostragem. Uma compressão geral das teorias estatísticas, e de como, quando e por que elas são aplicáveis, também é parte importante do treinamento de um amostrador. O grau com uma pessoa compreende os princípios da química e da estatística e desenvolve as habilidades específicas necessárias deve ser medido. Níveis apropriados de desempenho e treinamento devem ser estabelecidos, para determinar aquelas pessoas que estão qualificadas para proceder a uma amostragem.

3.7.1. Compreensão da química

As razões pelas quais determinado método de amostragem e análise foi escolhido precisam ser explicados e entendidos. Esta explicação, com frequência, começa pelos tópicos mais gerais por ocasião por ocasião da amostragem, e se volta a seguir, para as mudanças

necessárias nos planos gerais quando uma variedade de condições outras são encontradas. Esta compreensão é importante para a boa amostragem e o treinando precisa demonstrar uma compreensão da química.

3.7.2. Instrumento de amostragem

Para a maioria das pessoas, os instrumentos utilizados na amostragem são novos e estranhos. As razões pela quais estes instrumentos são planejados e utilizados precisam ser explicadas. A utilização destes deve ser parte da instrução, sendo a demonstração da habilidade no uso destas exigências um requisito para a aprovação no treinamento.

3.8. ADMINISTRAÇÃO DA AMOSTRA

3.8.1. Rotulagem e registros

Todas as amostras devem ser rotuladas, de forma a poderem ser relacionadas com a fonte original, com a data e hora de retirada. Os registros devem ser cuidadosamente guardados e devem ser identificáveis com cada amostra individual.

3.8.2. Entrada de amostras

As amostras devem ser estocadas, de forma a preservarem sua integridade antes da análise. Nunca é seguro assumir que uma amostra recém-chegada ao laboratório seja homogênea. Se possível, a amostra deve ser homogeneizada antes da análise.

3.9. RETENÇÃO DE AMOSTRAS

3.9.1. Razões para retenção de amostras

- Estabelecer uma base de dados para um teste novo ou modificado;
- Estabelecer uma propriedade típica, em geral não medida;
- Resolver diferenças entre o produtor e o cliente. Sempre que possível, o material dos recipientes envolvidos deve ser testado e uma amostra deve ser retida e usada apenas como amostra de segurança ou segunda opção.

- Para revisão periódica dos dados de período de validade, da tendência do produto ou do processo, etc.
- Para estudos de confiabilidade quando mudanças ocorrem no processo; mudanças estas que podem ser relacionadas a nenhum outro fator;
- Para atender a legislação.

3.9.2. Quantidade de amostras retidas

É recomendável que, pelo menos, o dobro da quantidade necessária para satisfazer todas as exigências rotineiras de aceitação de lotes seja retirado.

3.9.3. Período de retenção

O período mínimo de retenção deve ser igual ao período de validade do lote ou até um ano após a venda final do lote. Ambientes especiais devem ser exigidos para estoque por longo tempo.

3.9.4. Recipiente

O recipiente deve ser apropriado para o período de retenção e para as características do produto em estudo. É recomendável que o recipiente seja o mais adequado possível às características normais do produto e não cause nenhum efeito adverso sobre o material.

3.9.5. Segurança e meio ambiente

Um sistema adequado deve ser usado no controle do acesso às amostras retidas, a fim de proteger a validade das mesmas e preservar a qualidade original.

3.9.6. Produtos perigosos

A retenção de materiais perigosos (inflamáveis, voláteis, sensíveis a choque, tóxicos ou corrosivos) apresenta riscos consideráveis, e isto pode influir nos planos de retenção.

3.9.7. Produtos reativos

Muitos materiais são reativos e podem apresentar, com o tempo, mudanças significativas em suas propriedades. Em certos casos, como os elastômeros, uma amostra “curada” deve ser guardada pelo período de validade. O objetivo da segunda é comprovar que um produto final bom pôde ser produzido por ocasião de sua fabricação original.

3.9.8. Exigências reguladoras

Qualquer exigência reguladora que especifique as amostras retidas deve ser seguida e considerada uma prática adequada mínima para qualquer material fabricado sob certas exigências.

3.10 FUNDAMENTOS ESTATÍSTICOS

O entendimento de dois conceitos, antes da aplicação de métodos matemáticos ao controle de qualidade, torna-se fundamental, isto é, da significação de propriedade característica e da variabilidade.

Como propriedade característica compreende-se uma qualidade ou uma variável associada à matéria-prima ou ao produto acabado e, por vezes, dentro da linha de produção. Essa variável será a propriedade considerada como base para o julgamento de sua aceitação. Em conseqüência, cor, pH, dureza, índice de refração, densidade, temperatura, etc., poderão ser considerados como propriedades características. O engenheiro de processo ao projetar um processo ou um produto, especifica a qualidade característica dentro de certa faixa econômica. Um exemplo seria o pH da matéria-prima dentro de uma faixa $7,0 \pm 0,1$, a temperatura da reação em 80 ± 5 °C, o tempo em $2 \text{ h} \pm 0,1 \text{ h}$ e para o produto acabado uma densidade de $0,7 \pm 0,05$. Essas variáveis são susceptíveis de serem medidas continuamente e são comuns nas indústrias químicas.

Não se deve confundir uma propriedade característica com um tributo. O projetista poderá especificar que um determinado produto plástico não poderá ser quebrado, sendo, portanto, este fato, um atributo e não uma propriedade característica.

Como se pode observar, um atributo não goza de uma faixa de aceitabilidade, mas a técnica de controle de qualidade poderá ser aplicada, quer às propriedades características ou aos atributos, através da análise de lotes significativos.

A variabilidade é inerente a qualquer processo e aos sistemas de medidas. Quando o projetista especifica que uma densidade será de $2,2 \pm 0,05$, ele espera que a maior parte das medidas efetuadas ocorram entre 2,15 e 2,25.

Considerando a acuracidade e a confiabilidade da medida “a posteriori”, o projetista espera, durante a operação industrial, um produto consistente e dentro do controle estatístico, com respeito à densidade; em outras palavras, com uma variabilidade que não excede os limites de tolerância.

Uma variação só será aceita como normal se estiver dentro dos limites de tolerância. O estabelecimento de uma especificação e de uma variabilidade inerente ao processo de fabricação implica numa habilidade em reconhecer valores aceitáveis e inaceitáveis, para uma propriedade característica do produto.

Um projetista, examinando um registro da densidade de um produto acabado por um período de produção de 100 dias, pode estabelecer se os resultados foram compatíveis com o processo e se foram satisfatoriamente coletados.

A questão de como poderemos julgar os resultados, ou em que evidências científicas poderão basear-se nossas decisões, será discutido a seguir.

Considera-se o gráfico da figura x como um hipotético resultado da avaliação da densidade de um produto acabado e que servirá como base para nossas considerações.

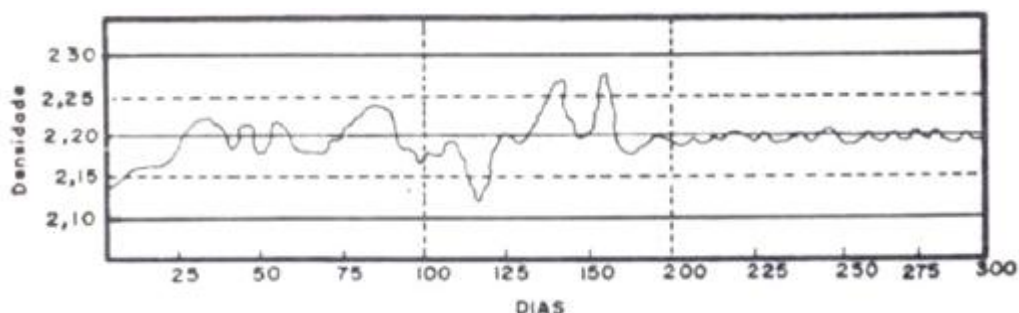


Figura 02

Analisando o período de 0 a 100 dias, da figura 02, poderemos dizer que as variações mostradas eram esperadas e são bastante aceitáveis, porém, no período de 100 a 200 dias, a

aceitabilidade do produto torna-se um problema em relação às especificações, principalmente se o produto nessas condições não for aceito pelo consumidor. Então, parte d produção deve ser rejeitada. Do ponto de vista do controle da qualidade teríamos algumas dúvidas no que diz respeito a essa variação. Ela poderá ser encarada como uma flutuação normal? Caberá à metodologia estatística, do controle da qualidade, responder a essas perguntas.

Somente a metodologia estatística poderá analisar, eficientemente, a variabilidade das propriedades características e as suas implicações futuras na produção industrial.

Retornando á figura 02 e analisando o gráfico obtido no período de 200 a 300 dias, observamos uma pequena variação na densidade do produto acabado. A primeira aproximação segura a fazer é admitir que alguma coisa funcionou e não aceitar a falta de flutuação como um resultado óbvio da análise do produto acabado. Nesse caso, o problema não é concernente a valores fora do limite de aceitação, pelo contrário, liga-se à credulidade da evidência de que o produto esteja realmente dentro desses limites. Se um novo registrador fosse instalado neste período, sem qualquer posterior manipulação estatística, o dedo da suspeição fatalmente apontaria para o equipamento utilizado anteriormente.

A técnica, ou metodologia do controle de qualidade apóia-se na medida de alguma propriedade característica e, além do mais, determina a sua variação ou o seu comportamento ao longo do tempo.

É necessário estabelecer se essas variações são normais, esperadas ou aceitáveis, além de relacionar as variações não esperadas ou aceitáveis, além de relacionar as variações não esperadas com as suas causas específicas.

Embora a maioria dos processos químicos não seja controlada estatisticamente em termos de uma simples variável, a escolha das variáveis a serem especificadas e controladas torna-se uma questão intimamente ligada ao conhecimento tecnológico da produção.

Se a densidade do produto é irrelevante para o consumidor ela poderá não ser especificada ou avaliada durante a produção. Mas se o índice de refração do produto for importante para o consumidor e se tal índice for referido à densidade do produto, o projetista estará interessado em controlar e medir a densidade, embora o consumidor não o esteja.

Alguns conceitos serão abordados a seguir para esclarecer a utilização da estatística no controle de qualidade:

3.10.1. Termos estatísticos

Os termos mais utilizados no controle de qualidade são: a média (\bar{X}), o desvio padrão (σ) e amplitude, também chamada de “range”, (R).

O valor médio ou a média de uma coleção de dados é dado por:

$$\bar{X} = \text{soma de todas as medidas/números de medidas} = \sum X_i/n$$

Este valor é um dos mais utilizados nas indústrias químicas, isto é, o valor médio do pH, da umidade, etc.

O desvio padrão é a medida da dispersão dos resultados em relação à média. O cálculo se faz segundo a seqüência de procedimento, abaixo:

- a) determinando-se a diferença entre cada observação e o valor da média;
- b) elevando ao quadrado cada operação anterior;
- c) tomando-se o valor médio de todos os resultados do item anterior;
- d) tomando-se a raiz quadrada do resultado do item “c”;

$$\sigma = \text{RAIZ} [\sum(X_i - \bar{X})^2/n]$$

A amplitude também é uma medida de espalhamento de um conjunto de medidas. Em termos práticos, definiu-se como a diferença entre o maior e o menor valor do conjunto de medidas.

$$R = X_L - X_S$$

Onde X_L é o maior valor do conjunto e X_S é o menor.

É comum instalar-se nas indústrias, registradores para a amplitude em conjunto com os gráficos de controle para as médias, facilitando desta forma, a detecção de causas novas e a eliminação das já existentes que venham a afetar o processo e as características do produto. A tabela x, a seguir, relaciona \bar{X} e R para dois conjuntos de resultado. Deve-se observar que, embora os conjuntos sejam diferentes, eles apresentam a mesma média.

Existem várias técnicas para o cálculo dos valores de \bar{X} e R, porém, tais tratamentos não serão apresentados neste curso.

CONJUNTO 1			CONJUNTO 2		
RESULTADOS (%) X_i	$(X_i - \bar{X})$	$(X_i - \bar{X})^2$	RESULTADOS (%) X_i	$(X_i - \bar{X})$	$(X_i - \bar{X})^2$
60	0	0	30	-30	900
60	0	0	90	30	900
70	10	100	40	-20	400
50	10	100	80	20	400
$\Sigma = 240$		$\Sigma = 200$	$\Sigma = 240$		$\Sigma = 2.600$
$\bar{X} = 60\%$			$\bar{X} = 60\%$		
$R = 20\%$			$R = 60\%$		
$\sigma = 7,07\%$			$\sigma = 25,5\%$		

Tabela 01

3.10.2. Distribuição de frequência e amostragem

Para responder às questões relativas às variações de uma propriedade característica ou para se chegar a evidências apropriadas é necessário que a distribuição de frequência de uma variável (sucessivas medidas de uma propriedade) seja estudada. Suponhamos que o pH de um produto seja avaliado em 100 amostras tomadas ao longo do tempo e que os resultados obtidos sejam os da tabela 01. A simples observação dos resultados, como apresentado nesta tabela, não nos fornece respostas quantitativas sobre o comportamento do processo, mas, se as informações da tabela 01 forem postas conforme a tabela 02 nota-se que existe alguma regularidade nos nossos resultados.

13,6	13,5	13,5	13,2	13,0	13,5	13,6	13,5	13,0
12,8	13,2	13,4	13,8	13,1	13,3	13,8	13,2	13,5
13,4	13,2	13,2	14,0	13,7	13,4	13,2	13,4	13,3
13,1	13,2	13,5	13,2	13,6	13,0	13,8	13,0	13,0
13,4	13,5	13,5	13,4	13,7	13,8	13,1	13,7	13,1
13,7	14,1	13,0	13,5	12,9	13,3	13,2	13,3	13,9
12,8	12,9	13,7	14,0	12,9	13,4	13,8	13,3	13,8
13,0	13,4	13,4	13,4	13,3	13,6	13,1	13,4	13,6
13,9	13,5	13,3	13,4	13,7	13,0	13,0	13,0	13,3
13,4	13,5	13,3	13,0	13,3	12,6	13,3	13,6	13,5
13,3	13,6	13,6	13,1	13,1	13,4	13,4	13,2	12,9
13,5								

Tabela 02

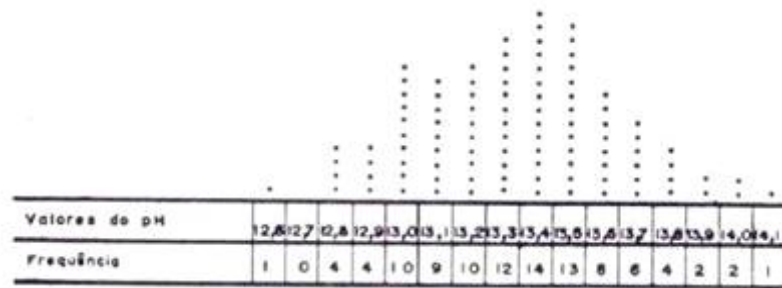


Figura 03

Por vezes, não é conveniente tabelar os resultados segundo seus valores específicos, mas agrupa-los em classes, com intervalos de 0,2 para o valor de pH. Esta apresentação chama-se histograma e é mostrado na figura 04.

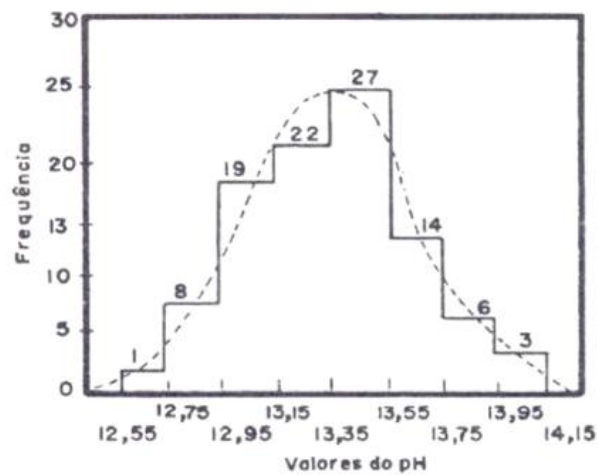


Figura 04

Observando-se o histograma verificamos que existem poucos dados com altos e baixos valores, sendo que a maioria se situa a meio caminho entre os extremos. Uma curva suave foi superposta ao histograma para posteriores referências, admitindo-se que as 100 amostras coletadas representem o comportamento do processo de produção, em regime estacionário.

3.10.3. A distribuição normal

A metodologia do controle de qualidade é baseada no conhecimento da forma de distribuição de frequência. Um conjunto complexo de causas de variação atua num processo, levando uma propriedade de característica a desviar-se, igualmente, e em direções opostas, fazendo com que a grande maioria dos valores se situe em torno de um valor central,

formando uma distribuição chamada de normal apresentando uma curva semelhante a aquela traçada sobre a figura x. A equação desta curva é:

$$y = \frac{1}{\sigma \sqrt{2\pi}} e^{-x^2/2\sigma^2}$$

Onde “y”, adaptado ao caso das 100 amostras anterior poderia representar a fração do conjunto por unidade de pH, que apresenta um desvio “x” a partir da média \bar{X} (valor médio de pH) e “ σ ” é o desvio padrão.

Ou poder-se-ia dizer que “y” é a função de densidade de probabilidade de uma variável aleatória que se comporta segundo a distribuição normal de média “x”.

Esses parâmetros serão definidos ao longo do texto. Essa curva tem sido estudada intensamente, existindo tabelas mostrando as ordenadas e as áreas da curva em termos do desvio padrão.

A figura 05 mostra a curva normal e indica a utilidade das tabelas que nos fornecem as áreas entre os valores definidos da abscissa. A relação dessas áreas para a área total sobre a curva é equivalente à probabilidade da ocorrência de uma medida dentro de um intervalo. Se a área total sob a curva é Z, a probabilidade de uma dada medida cair entre “a” e “b” será z/Z.

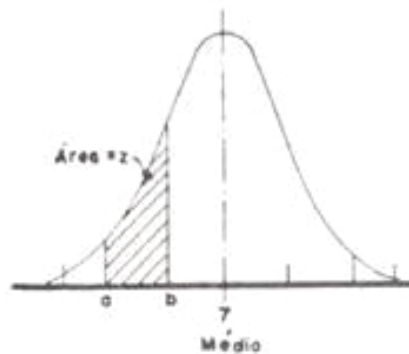


Figura 05

3.10.4. Amostragem definida estatisticamente

Suponhamos que cada um dos 100 resultados listados na tabela x representem uma média de várias observações tomadas em cada reator de uma instalação química, operando em batelada na produção de um determinado material. Com os resultados obtidos só será possível estabelecer-se a distribuição de freqüência, a exemplo das figuras 2 e 3, descrevendo-se o valor do pH (qualidade característica) da população inteira ou do universo do material em

estudo (isto é, as amostras foram tomadas de todo o material disponível na instalação e que está sujeito à análise do controle de qualidade e que, seguramente, representa toda a população).

Suponhamos agora, que o processo de fabricação fosse contínuo e que os 100 resultados da tabela x representem o valor médio do pH tomado em intervalos estabelecidos durante o período de uma semana. Nesse caso, os resultados obtidos constituem uma amostra da “população” do valor do pH para o material que estava sendo produzido.

Sem nos assegurarmos da estabilidade do processo, não poderemos afirmar que os resultados obtidos sejam a característica de uma futura produção e nem acreditamos na homogeneidade do produto acabado. De qualquer forma, poderemos notar que as amostras coletadas variam de uma para outra, justamente como nas medidas individuais de uma propriedade característica.

A amostragem por si só não permite o conhecimento das características futuras de uma produção. É necessário o conhecimento da estabilidade do processo.

Numa operação ou num processo, os fatores e produção variam ao longo do tempo e, em conseqüência, será importante distinguirmos as variações causadas por mudanças nos fatores de produção, daquelas determinadas por causas específicas. As decisões baseadas nas evidências fornecidas pela amostragem farão com que o processo de fabricação atinja um estado desejável, isto é, um estado de controle.

Um conceito tradicional bastante difundido é que grandes amostragens levam a uma representação da distribuição fiel da população, do que aquela obtida com uma pequena amostragem; mas, tratando-se de um processo de controle através do tempo, algumas considerações devem ser apresentadas.

Por exemplo: em grandes amostragens de uma população sujeita a uma flutuação, esta poderá cancelar-se dentro dos seus próprios resultados e, apesar de seu tamanho, essa amostragem não representará as condições do sistema em operação. Outras variações poderiam ocorrer durante o tempo em que essa amostragem foi realizada ou mesmo um desvio significativo poderia ser obscurecido pelo volume de resultados obtidos. Por outro lado, se uma pequena amostragem fosse realizada nas condições anteriores, uma estimativa do estado da produção com respeito às condições da operação no momento, poderia ser obtida.

O conjunto de resultados, isto é, \bar{X} , σ e r obtidos para cada pequena amostragem tomada de uma população apresentam, eles próprios, uma distribuição que está intimamente ligada a essa mesma população.

O conhecimento dessa distribuição é extremamente útil no estabelecimento do processo de controle. Por exemplo: a média das médias das pequenas amostragens será igual à média de todas as observações individuais tomadas.

O desvio padrão da distribuição dessas médias é expresso por:

$$\sigma_{\bar{X}} = \sigma_X / \text{RAIZ}(n)$$

Onde:

σ_X : desvio padrão de todas as observações;

n : número de observações realizadas em cada pequena amostragem (ou sub-grupo).

A seleção do tamanho de uma amostragem, de número de subgrupos a usar dentro e uma técnica racional é extremamente importante e, para uma seleção imediata, aconselhamos uma consulta à literatura especializada.

4. CONTROLE DO PROCESSO

4.1. PROPÓSITO

- A boa prática é descrita para as instruções e a documentação do processo;
- A qualidade do equipamento usado em um processo químico tem um impacto importante na segurança do processo e na qualidade do produto. O equipamento deve ser capaz de desenvolver o processo conforme o planejamento, em segurança;
- Mudanças tecnológicas (inclusive mudanças no processo, no método de teste, na formulação e na especificação) poderão ser feitas em um processo para fins de melhoria da qualidade do produto, melhoria da segurança, ou melhoria da eficiência do processo. As características do produto podem ser alteradas como resultado de mudanças tecnológicas. Tais mudanças devem ser controladas com cuidado e documentadas para garantir que o produto esteja de acordo com as especificações desejadas do cliente.
- A boa prática da qualidade é documentada com referência ao uso de controle estatístico da qualidade nas CPI. Estes processos, com frequência, fazem uso extensivo de sistemas de controle dinâmicos (alças de retroalimentação), que se encontram separados do sistema estatístico de controle da qualidade. Métodos estatísticos também podem ser transformados em sistemas de controle dinâmicos.
- A qualidade é gerenciada e garantida na encomenda ou na pesquisa de processos de produção do produto através do controle dos instrumentos e procedimentos do processo e da confiança no treinamento de pessoal.
- A capacidade do processo é definida e diretrizes são fornecidas para o uso desse conceito.

4.2. DOCUMENTAÇÃO DO PROCESSO

Esta seção deve ser chamada de Procedimentos Operacionais Padrões.

Instruções por escrito devem ser usadas para descrever em detalhes a operação planejada de qualquer processo. Termos quantitativos devem ser usados para descrever todos

os parâmetros do processo. Termos qualitativos, tais como “frio-quente”, “ácido-básico”, não são suficientes para controlar um processo químico. Termos qualitativos não facilitam a aplicação de estatísticas para o desenvolvimento, o controle e a melhoria do processo – elementos essenciais das instruções por escrito de boa qualidade.

4.2.1. Pontos de decisão prévios:

- Lista de verificação da segurança e dos procedimentos, quer por explicações explícitas, quer por referências às normas de operação;
- Lista de matérias-primas a serem utilizadas, incluindo qualidade, quantidade e inspeção;
- Procedimentos de inspeção do equipamento.

4.2.2. Operação do processo:

- Descrição detalhada passo a passo do processo:
 - ◆ Seqüência de adições e de operações do processo;
 - ◆ Pontos de processo em que ele deve ser parado sem afetar a qualidade do produto;
 - ◆ Parâmetros do processo em termos quantitativos com valores e limites desejados;
 - ◆ Programa e procedimentos de amostragem;
 - ◆ Exigências de testes dentro do processo e as medidas a serem tomadas a partir dos resultados;
 - ◆ Inspeção dos recipientes e procedimentos de preparação;
 - ◆ Registros do processo (diários, cadernos) para:
 - ◆ Matéria-prima, i.e., quantidade usada e número de lote;
 - ◆ Seqüência e duração (reais) das adições;

- ◆ Parâmetros (reais), ou seja, temperatura, pressão, nível de agitação, nível de fluxo e duração;
 - ◆ Amostras retiradas (quando, onde e como);
 - ◆ Resultados do teste e ações tomadas;
 - ◆ Outras ações e observações do processo não listadas.
- Plano de operação anormal: corresponde a instrução de como proceder em caso de atrasos fora do planejamento, interrupções de emergência, ou outros problemas que podem ou não ser previstos.

4.2.3. Responsabilidade

O departamento de produção é responsável pela preparação das instruções do processo. As instruções do processo devem ser escritas por uma equipe constituída de pessoal de produção, desenvolvimento do produto, engenharia de produção, segurança, análise e qualidade. Cada um deve contribuir com sua respectiva especialidade de modo que um procedimento completo seja fornecido ao pessoal de produção.

4.3. MANUTENÇÃO

Programas de manutenção preventiva são necessários para manter a qualidade dos equipamentos de processo. Um programa de manutenção preventiva inclui:

- Paradas programadas para a inspeção de equipamento, a fim de detectar fragilidades antes que elas causem uma interrupção não planejada no processo, especialmente aquelas áreas nas quais as inspeções não podem ser aplicadas no processo em outros momentos;
- Procedimentos detalhados para paradas e lista de verificação para inspeções, a fim de garantir que etapas importantes sejam desempenhadas e pontos vitais sejam checados todo o tempo;

Reparos precisam ser feitos o mais cedo possível, de preferência sem interromper a operação do processo ou durante paradas planejadas. A manutenção preventiva promove a uniformidade/consistência do processo e do produto;

- As peças precisam estar disponíveis para fazer reparos em tempo hábil para minimizar a duração das paralisações planejadas e, em especial, das não-planejadas;
- Pessoal qualificado para desempenhar as inspeções e os reparos.

4.4. CONTROLE DE MUDANÇA DE TECNOLOGIA

4.4.1. Responsabilidades

Uma vez que o gerente da planta tem a responsabilidade final pela qualidade do produto, ele tem também a responsabilidade pelo controle da prática de fabricação corrente e pelas mudanças na tecnologia da prática corrente.

Outras funções da companhia, tais como especialistas no gerenciamento do produto, gerenciamento do negócio, garantia da qualidade, engenharia, desenvolvimento e especialistas em regulamentação, devem ter conhecimento de sugestões de mudança de tecnologia.

4.4.2. Mudanças de tecnologia

Os itens a seguir constituem mudanças tecnologia que devem ser controladas:

- Mudanças e formulação – ingredientes, quantidades, seqüência;
- Mudanças de processo: equipamento, procedimento, condições;
- Mudanças de testes: mudança dos limites do teste, mudanças das condições do teste, adição de teste, anulação de teste, mudança da frequência do teste;
- Mudança de especificação;
- Mudança do tempo de validade;
- Mudança do comportamento da embalagem;
- Revisões de rótulo;
- Qualificação de matéria-prima nova;
- Qualificação na instalação: adição, anulação;
- Mudança do plano de amostragem.

4.4.3. Notificação ao cliente

Em geral, os clientes devem ser notificados sobre mudanças de tecnologia, por causa do potencial de imprevisão na qualidade do produto ou dos efeitos no desempenho. A decisão de notificar o cliente deve ser tomada juntamente com as funções de “marketing” e produção.

4.4.4. Documentação

Mudanças de tecnologia acordadas devem ser documentadas a fim de fornecer rastreabilidade.

4.5. UTILIZAÇÃO DE GRÁFICOS DE CONTROLE

4.5.1. Panorama

Gráficos de controle Shewhart (X, X-barra, R, s, MR) são, em geral, a melhor escolha para o controle do processo, caso seja possível retirar a amostragem requerida. Eles fornecem uma estrutura largamente conhecida de procedimentos para a validação do controle estatístico do processo.

O gráfico de soma acumulativa (CUSUM) é usado, com frequência, para aplicações nas CPI, em que pequenas variações devem ser prontamente detectadas, dados são obtidos um de cada vez, e auxílio computacional está sempre disponível.

Gráficos de atributo devem ser usados nos casos em que dados de variáveis não se encontram disponíveis. Em processos químicos, esta situação ocorre com frequência nas áreas de embalagem e embarque.

Gráficos de controle de variáveis padrões supõem que a população está distribuída normalmente e que as amostras são independentes umas das outras. Muitos parâmetros químicos são, na realidade, anormais. Muitas amostras são autocorrelacionadas com amostras anteriores. Um tratamento especial é, com frequência, necessário.

Gráficos de controle devem servir como complemento e suplemento, não como substituição, do controle do processo dinâmico.

Gráficos de controle devem, também, ser aplicados ao processo e ao equipamento de teste.

4.5.2. Plano de ação

Para garantir a sua adequação para o uso, o produto deve ser feito a partir do fornecimento consistente de matéria-prima, que esteja de acordo com as especificações de aceitação. O produto deve ser produzido por um processo que seja consistente através do tempo e aprovado por um procedimento de testes estatisticamente válido. Um processo de fabricação consistente é necessário para assegurar que as características do produto que não podem ser testadas sejam consistentes de lote para lote. O controle estatístico do processo, utilizando a disciplina de gráficos de controle, é a recomendada para garantir a consistência do processo.

4.5.3. Princípios do gráfico de controle

- Gráficos de controle representam um compromisso para gerenciar o processo de acordo com o “alvo” e em condições de controle estatístico;
- O usuário tem um compromisso para investigar causas especiais quando um comportamento não aleatório for observado;
- O uso de limites predeterminados e com base estatística determina o intervalo apropriado para as ações de controle;
- Quando for apropriado para o processo, a média de um subgrupo maior deve ser tirada a fim de aumentar a sensibilidade do gráfico.

4.5.4. Parâmetros para gráficos de controle

4.5.4.1. Alvo

O alvo é o valor de meta ou ponto de pontaria do processo. É, com frequência, chamado linha de centro e é geralmente determinado tanto pela média dos limites de especificação, quanto pela média em longo prazo para o processo.

4.5.4.2. Desvio padrão

É o desvio padrão do subgrupo usado para o gráfico de controle, não o desvio padrão das unidades do produto ou da variabilidade em longo prazo. Cada procedimento do gráfico

de controle inclui um método para obter esse valor. Alguns gráficos de controle utilizam a amplitude (vezes uma constante) dentro da amostra para desenvolver uma estimativa para “sigma”.

4.5.4.3. Limites de controle

Uma ação apropriada deve ser iniciada quando a estatística controlada excede os limites da ação. Cada procedimento do gráfico de controle inclui um método para obter esses limites. Os critérios múltiplos de decisão podem ser empregados. O uso de vários testes para padrões anormais é útil para aplicações bem-sucedidas dos gráficos X, X-barra, R e s.

4.5.5. Gráfico de controle individual (X)

É um gráfico de valores individuais representados na forma de um gráfico Shewhart X-barra para um subgrupo $n=1$. É um gráfico e controle largamente usado na indústria química devido ao custo do teste, tempo de duração do teste e intervalo de tempo entre as amostras independentes. Em muitos casos, o gráfico individual é a escolha mais prática porque apenas observações únicas estão disponíveis.

4.5.6. Gráfico de amplitude de movimento (MR)

Mostra a diferença absoluta entre os valores correntes e os valores prévios, e está, com frequência, representado com um adicional do gráfico MA.

4.5.7. Gráfico da média (X-barra)

Compara várias observações em conjunto e é mais sensível a pequenas mudanças do que o gráfico X. Os limites de controle são mais rigorosos, uma vez que o desvio padrão dos subgrupos de amostra é menor do que aqueles para indivíduos.

4.5.8. Gráfico de limite de variação (R)

É a diferença absoluta entre o valor mais baixo dentro de um subgrupo. O gráfico R vem, quase sempre, junto com o gráfico X-barra, a menos que o subgrupo seja maior do que 10 a 12.

4.5.9. Gráfico de desvio padrão (s)

É o desvio padrão dos resultados dentro de um subgrupo. Nas CPI, deve-se utilizar o gráfico “s” ao invés do gráfico “R” para subgrupos maiores que 10 a 12.

4.5.10. Gráfico CUSUM

O gráfico CUSUM é a soma dos desvios do alvo. O CUSUM pode ser implementado gráfica ou numericamente. Na forma gráfica, uma máscara V é usada no lugar de limites de ação. Sempre que o traço CUSUM se move atrás da máscara V, a ação de controle é indicada. Na forma numérica, que é mais utilizada, o CUSUM é computado de uma tendência selecionada longe do valor do alvo, e um limite de ação fixado é usado, como um gráfico Shewhart. Testes adicionais para padrões anormais não são necessários.

4.5.11. Gráfico de controle da média do movimento (MA)

A média de movimentos das últimas “n” observações fornece um substituto conveniente para o X-barra no gráfico Shewhart. Entretanto, ele não exige que o usuário especifique um número fixo de amostras, “n”, para averiguar a média.

4.5.12. Gráfico da média de movimento pesado exponencial (EWMA)

Cada novo resultado tem sua média averiguada com o valor prévio da média, utilizando um fator de peso experimentalmente determinado, “a”. Em geral, apenas as médias são representadas e a amplitude é omitida. O sinal de ação é a uma única seleção de limites. A vantagem do EWMA é que a média não varia quando um valor extremo abandona a média oscilante. O fator de peso, “a”, pode ser determinado tanto por um período de tempo efetivo,

quanto pelo método descrito pelo artigo de Hunter (ver a bibliografia). Testes adicionais não são apropriados, por causa da alta correlação entre as médias sucessivas.

4.5.13. Gráfico de controle da variável múltipla

Às vezes, é preferível representar como variável do gráfico de controle de um parâmetro calculado, construído a partir de duas ou mais variáveis medidas (por exemplo, testes de cor ou elasticidade). A variável calculada deve ser construída com base nas relações teóricas, nos componentes principais, ou no T2 de Hotelling (ver Kotz, Johnson & Read na Bibliografia). As propriedades estatísticas da combinação devem ser validadas antes do uso.

Qualquer dos gráficos de controle apresentados anteriormente pode ser usado. A assistência de recursos computacionais é, geralmente, necessária. Gráficos de controle de atributos (p, np, c, u) devem ser usados, mas são, com freqüência, menos sensíveis do que os gráficos de variáveis. Amostras razoavelmente grandes são necessárias para uma boa discriminação.

4.5.14. Freqüência de amostragem para os gráficos de controle

4.5.14.1. Operação discreta do processo

A boa prática exige amostragem de cada partida se o controle de batelada é desejado. A amostragem dentro da partida deve fornecer informação adicional, caso as amostras sejam independentes e aleatórias. As partidas só devem ser liberadas após a constatação de que o processo está estável, mesmo depois de um período razoavelmente longo.

4.5.14.2. Operação contínua

A freqüência de amostragem é determinada com base no conhecimento sobre o processo e o tempo de residência. Este período pode ser determinado pela dinâmica do processo ou pela análise estatística de dados passados. Os períodos de amostragem podem variar de 15 minutos a 24 horas, ou mais. Intervalos devem ser separados o suficiente para que as amostras não sejam autorrelacionadas.

4.5.15. Ação corretiva

A ocorrência de um sinal de ação indica que o padrão dos dados não é consistente com o nível e a variabilidade esperados. A ação deve ser tomada a fim de investigar e/ou corrigir prontamente o processo. Uma lista de ações apropriadas deve estar disponível para implementação imediata e uniforme. A ênfase deve recair na ação preventiva, e não apenas na ação de compensação.

4.5.16. Reamostragem / Reteste

Reamostragem ou reteste não incluídos no planejamento do gráfico de controle não devem ser desenvolvidos. A reamostragem ou reteste atrasa a ação corretiva e altera os níveis de risco sobre os quais os limites de controle do gráfico foram calculados.

4.5.17. Implementação do gráfico de controle

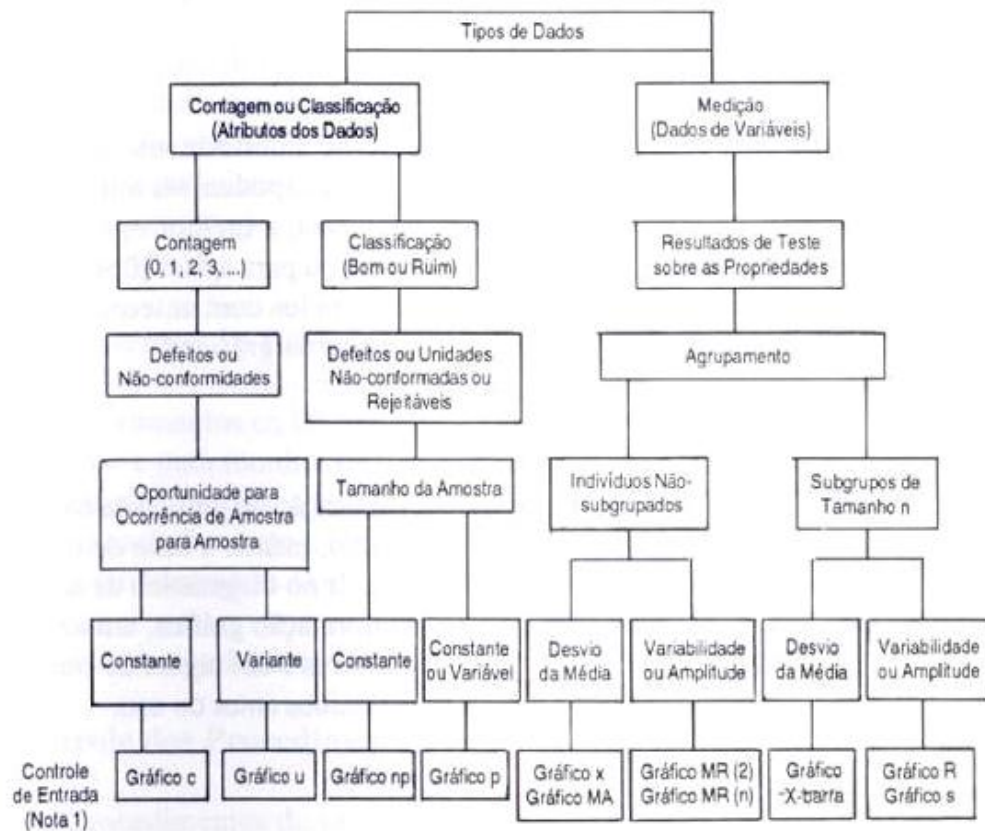
Variável de controle	Tipos de controle	
	Entrada ou limite	Desvio ou alvo
Média do processo	X, X-barra, MA	CUSUM, EWMA
Variabilidade	R, s, MR	CUSUM
Percentual deficiente	P	
Número deficiente	np	
Número de defeitos	c, u	

Tabela 03

4.5.17.1 Seleção de variáveis

O número de variáveis que podem ser mantidas nos gráficos de controle é limitado pelas instalações e pela atenção humana. Em geral, não é recomendável colocar toda medição no gráfico de controle. A prioridade deve ser de produtos ou propriedades do processo importantes, e, em segundo plano, os parâmetros-chaves de controle. As variáveis do gráfico devem ser controláveis pelo(s) técnico(s) que elabora(m) o gráfico. A figura 06 apresenta um guia para seleção de gráficos de controle.

Guia para Seleção de Gráficos de Controle



Controle de Desvio (Nota 2)	OU				OU			
	CUSUM para Poisson (Nota 3)	(Nota 3)	(Nota 3)	(Nota 3)	CUSUM para Médias	CUSUM para Variabilidade	CUSUM para Médias	CUSUM para Variabilidade
Tipos de Resultados	Número de Defeitos	Número de Defeitos por Unidade de Amostra	Número de Defeitos	Fração Defeituosa	EWMA	(Nota 3)	EWMA	(Nota 3)
					Amplitude de 2 Individual e Móvel		Média e Amplitude	

Nota 1: Controle de *Entrada* indica interesse primário nos eventos próximos aos limites de controle. Este tipo de controle é mais freqüentemente usado nos estágios primários de um processo de melhoria da qualidade.

Nota 2: Controle de *Desvio* indica interesse primário na detecção de pequenos desvios na média. Este tipo de controle é apropriado em estágios avançados de um processo de melhoria da qualidade. Gráficos Shewhart com regras também podem ser empregados.

Nota 3: CUSUM para média ou EWMA podem ser aplicáveis nestes usos se os dados forem transformados para aproximar uma distribuição normal.

Figura 06

4.5.17.2. *Gráfico manual*

Gráficos de controle foram desenvolvidos anteriormente à ampla disponibilidade dos computadores e todas as técnicas podem ser implementadas a mão. Este procedimento é, com frequência, a melhor opção para medições não frequentes, para programas pilotos ou para aplicações em curto prazo. Formulários de gráficos podem ser preparados com antecedência e pessoal de operação pode ser treinado para operar os gráficos.

4.5.17.3. *Programas de computador*

Encontram-se disponíveis para qualquer aplicação do gráfico de controle. O uso do computador pode reduzir o trabalho, manter a base de dados, permitir a manutenção de muitos gráficos e assistir no diagnóstico de acompanhamento através de requisição do uso de informações gráfica, armazenamento adequado, procedimentos de correção de erros e checagem de conceitos. Programas recém-comprados devem ser validados antes do uso.

4.5.17.4. *Manutenção do gráfico de controle*

Toda a aplicação do gráfico de controle deve ser periodicamente analisada para o desempenho e para as estimativas do alvo e do desvio padrão (ou amplitude), e limites de controle devem ser modificados conforme as exigências. Gráficos com amostragens horárias devem ser revistos mês a mês, e gráficos diários revistos quinzenalmente. O período de base para as estatísticas de referência deve ser de, pelo menos, três períodos de revisão, caso os dados significativos estejam disponíveis.

4.5.18 Exemplo de gráficos de controle

Considerando-se as amostras coletadas, podem-se estabelecer certos critérios para determinar se um processo manifesta ou não um estado estável ou um “estado de controle”. Se todas as medidas forem realizadas essencialmente nas mesmas condições, os objetivos do controle de operação podem ser alcançados, baseados nas evidências assinaladas, isto é, na remoção das causas com o intuito de permitir um padrão estável no comportamento de toda a linha de produção. A obtenção de um “estado de controle” é um processo contínuo e gradual

e, a proporção que as causas vem sendo removidas, mais facilmente poderemos estreitar os limites de controle utilizados.

O uso de gráficos de controle em indústrias químicas e de processo baseia-se na suposição de estando um processo em regime estável, as chances que um dado resultado caia fora dos limites ou dos critérios estabelecidos deverão ser menores do que um valor pré-determinado.

As ações tomadas no curso de uma operação industrial refletem as evidências fornecidas, quer pela população de dados, quer pela distribuição de frequência ou pelos critérios distribuídos como limite para o controle da qualidade. A figura 07 mostra um gráfico de controle para a pureza de sucessivas operações em batelada.

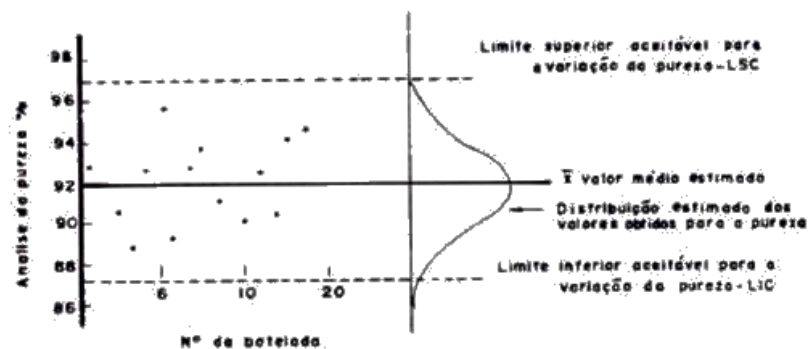


Figura 07

Os limites dos gráficos de controle são estabelecidos para que incluam a maior parte das medidas efetuadas e seus limites, por sua vez, são baseados na distribuição de frequência obtida em amostragens anteriores.

A localização dessas linhas em alguns países está sujeita a regras oficiais, mas geralmente será objeto de análise, visto que essas regras padronizadas não deverão atender às exigências particulares de cada um, dada a grande variedade de processos e de riscos existentes.

Se os limites são postos afastados em respeito à distribuição estimada, o risco de obtermos uma situação ou uma medida fora de controle será maior do que se estabelecermos limites estreitos junto ao valor médio. Obviamente, se os limites de tolerância são estabelecidos próximos à média estimada, o reverso será verdadeiro.

Uma das regras usuais é estabelecer os limites em bases de desvio padrão. Baseando-se numa distribuição de frequência normal e estabelecendo os limites com $\bar{X} \pm 3\sigma_{\bar{X}}$ incluiremos 99,7% das medidas efetuadas.

Nas indústrias químicas e de processos é conveniente, por vezes, aumentar-se as chances de definir um estado de produção como fora de controle e isso será conseguido estreitando-se a faixa de aceitação e adotando-se limites do tipo $\bar{X} \pm 2\sigma_{\bar{X}}$.

Nesse gráfico da figura x, cada ponto representa o valor médio de várias determinações (grupo de medidas) tomadas em uma mesma batelada.

As linhas limites são calculadas utilizando-se tabelas de multiplicadores. Esses multiplicadores relacionam vários parâmetros estatísticos e através deles teremos as seguintes expressões, para um limite de controle do tipo 3σ sobre as médias:

$$LSC = \bar{\bar{X}} + A_2\bar{R} = \bar{\bar{X}} + A_1\sigma$$

$$LIC = \bar{\bar{X}} - A_2\bar{R} = \bar{\bar{X}} - A_1\sigma$$

$$LSC_R = D_4\bar{R}$$

$$LIC_R = D_3\bar{R}$$

Onde:

$\bar{\bar{X}}$: média dos valores médios das amostras

\bar{R} : média das amplitudes das amostras

LSC_X : limite superior de controle das médias

LIC_X : limite inferior de controle das médias

LSC_R : limite superior de controle da amplitude

LIC_R : limite inferior de controle da amplitude

σ : média dos desvios padrão

A1, A2, D3, D4: fatores a utilizar nos gráficos de controle cujos valores aparecem na tabela 04.

Tamanho do grupo "n"	A1	A2	D3	D4
2	3,760	1,880	0	3,267
3	2,394	1,023	0	2,575
4	1,880	0,729	0	2,282
5	1,596	0,577	0	2,115
6	1,410	0,483	0	2,004
7	1,277	0,419	0,076	1,924
8	1,175	0,373	0,136	1,864
9	1,094	0,337	0,184	1,816
10	1,028	0,308	0,223	1,777

Tabela 04

Para utilizarmos os gráficos de controle em um processo, necessitamos inicialmente de uma coleção de dados relativos a esse processo, do estabelecimento do tamanho dos grupos ou subgrupos que constituem a amostragem e de sua frequência. Usualmente, 25 ou mais amostras são utilizadas para fornecer os dados preliminares necessários à construção de um gráfico de controle. Em casos descontínuos, como em operações por bateladas, o uso de poucas amostras para o início das operações de controle torna-se interessante, mas a experiência com o processo em estudo será sempre um requisito fundamental para determinação do tamanho e da frequência das amostragens.

Os subgrupos devem ser escolhidos tão homogêneos quanto possível dentro dos grupos, visto que, com esse procedimento, simultaneamente maximizamos as chances de que a diferença entre os grupos de resultados coletados aponte as causas de variação (na operação unitária, pelo operador, pelo tempo, etc.).

Por exemplo, sejam 100 determinações consecutivas da pressão de vapor tomadas em uma coluna de separação butano-isobutano. Os dados coletados de hora em hora, durante 25 horas, acham-se na tabela 04. Os limites de especificação são 188 psig (máximo) e 182 psig (mínimo).

Cálculos:

$$\bar{X} = 4.607,38/25 = 184,29$$

$$\bar{R} = 63,8/25 = 2,55$$

$$LSCX = \bar{X} + A_2\bar{R} = 184,29 + 0,729*2,55$$

$$LSCX = \bar{X} - A_2\bar{R} = 184,29 + 0,729*2,55$$

$$LSCR = D_4\bar{R} = 2,282*2,55 = 5,82 \text{ psig}$$

$$LICR = D_3\bar{R} = 0*2,55 = 0$$

Amostra n.º	Tempo	Determinações				Total	\bar{X}	R
		1	2	3	4			
1	01 h.	183,0	182,1	183,4	183,0	731,5	182,87	1,3
2	02	183,3	184,6	184,3	184,4	736,6	184,15	1,3
3	03	183,4	186,0	186,6	186,3	742,3	185,57	3,2
4	04	185,7	186,2	186,8	184,4	743,1	185,77	2,4
5	05	182,4	182,2	182,8	181,6	729,0	182,25	1,2
6	06	184,6	184,1	185,9	186,0	740,6	185,15	1,9
7	07	183,8	183,9	186,2	186,1	740,0	185,00	2,4
8	08	185,0	183,3	183,0	184,0	735,3	183,82	2,0
9	09	183,3	184,4	181,4	181,3	730,4	182,60	3,0
10	10	185,2	183,7	184,8	185,5	739,2	184,80	1,8
11	11	182,6	183,4	185,2	182,2	733,4	183,35	3,0
12	12	185,9	187,7	186,8	184,8	745,2	186,30	2,9
13	13	182,6	183,8	184,9	182,8	734,1	183,52	2,3
14	14	183,5	186,4	185,3	184,5	739,7	184,92	2,3
15	15	185,9	184,5	187,5	183,8	741,7	185,42	3,7
16	16	183,5	183,6	182,8	182,1	732,0	183,00	1,5
17	17	183,5	183,3	181,9	183,3	730,0	183,75	3,4
18	18	187,1	186,2	188,1	187,0	748,4	187,10	1,9
19	19	183,2	184,0	185,6	185,6	738,4	184,60	2,4
20	20	184,1	187,3	185,7	184,7	741,8	185,45	3,2
21	21	185,0	185,2	184,2	185,5	739,0	184,97	1,3
22	22	183,2	181,9	186,7	184,6	736,4	184,10	4,8
23	23	180,2	183,8	183,2	184,0	731,2	182,80	3,8
24	24	184,5	186,3	184,4	183,2	738,4	182,60	3,1
25	01	185,1	184,1	182,0	182,9	734,7	183,54	3,7
						4.607,38	63,8	

Tabela 05

A figura 08 representa o gráfico de controle das médias; a linha do centro é marcada em correspondência com o valor obtido de \bar{X} , isto é, o valor médio das 100 amostras ou a média das 25 médias dos grupos (\bar{X}) e de valor igual a 184,29 psig.

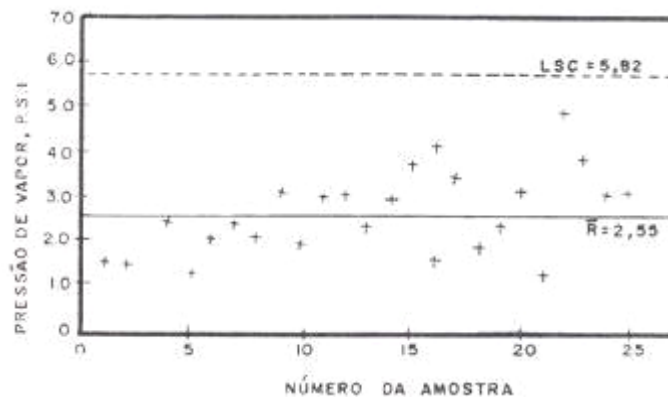


Figura 07

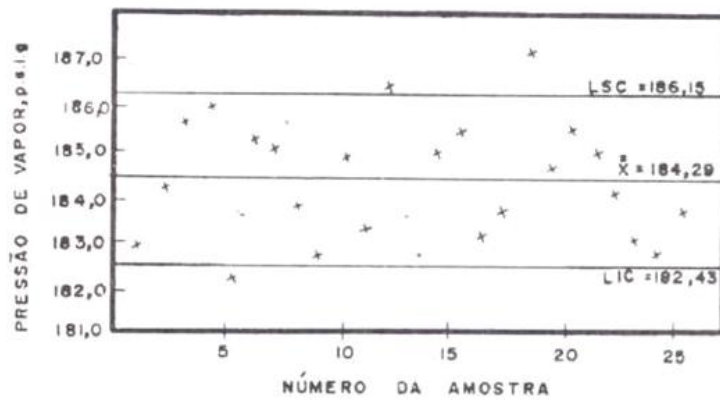


Figura 08

Um exame para o gráfico das médias fornecerá evidências de uma mudança no sistema, se houver neste uma variação acentuada nos valores das médias entre os pontos sucessivos. O gráfico de controle da amplitude, por sua vez, traduzirá a variabilidade ou a uniformidade do sistema em operação.

Somente uma comparação entre os dois gráficos de controle permitirá identificar as causas de uma variabilidade.

Por vezes, no cálculo de variabilidade de \hat{R} são encontrados elevados valores para os seus limites, porém, a metodologia do controle tende a remover do sistema as causas assinaladas trazendo a variabilidade de R para uma faixa mais estreita no entorno de \hat{R} . Como se vê, essas operações têm um efeito direto sobre os limites de aceitação para \bar{X} , ou sobre os níveis de operação. Os limites de aceitação são também influenciados por critérios econômicos e funcionais. Outros limites, diferentes do tipo 3σ podem ser encontrados na literatura.

4.6. CONTROLE DE PRODUÇÃO DE ENCOMENDA OU PESQUISA

4.6.1. Introdução

As indústrias químicas e de processo alcançam um espectro de produção que vai desde produtos de grande volume elaborados continuamente a produtos especiais produzidos em pequenas quantidades, não mais do que uma ou duas vezes ao ano. Quanto a produtos especiais.

O processo de produção termina, com freqüência, antes que as amostras suficientes sejam testadas e os resultados submetidos. Por ocasião de uma nova produção, o pessoal e/ou equipamento poderá ter mudado e quaisquer estatísticas de processo precisam ser refeitas. Nesse sentido, os conceitos e aplicações de controle e das estatísticas tradicionais do processo são limitados.

4.6.2. Instrumentos do processo e controle das condições

Instrumentos ou ferramentas do processo exigem uma padronização freqüente e uma monitoração estatística para demonstrar o controle (por exemplo, instrumentos analíticos, escalas, controladores de temperatura, medidores de fluxo, etc.). O grau de minúcia e precisão desses instrumentos deve ser determinado. O objetivo é reduzir a variação sempre que possível.

Programas de manutenção preventiva são necessários.

4.6.3. Controle dos procedimentos

Procedimentos do processo estão sujeitos a mudanças contínuas. A fim de minimizar seu impacto na qualidade do produto, cada um deve ser rigorosamente avaliado (ver Controle de Mudança de Tecnologia). As mudanças de segurança ou as mudanças no laboratório de análise são mudanças do processo que exigem uma avaliação similar.

4.6.4. Treinamento

O treinamento consistente, contínuo, corrente e documentado é crucial para o controle da variação que ocorre com as mudanças de pessoal.

O pessoal deve apresentar habilidade e características pessoais que atestem segurança e qualidade.

4.6.5. Aprovação do fornecedor

Questões de tempo, com freqüência, não permitem que o processo gradual de aprovação do fornecedor seja fornecido a um novo fornecedor.

As relações em longo prazo com alguns fornecedores de confiança são essenciais.

4.6.6. Capacidade de processo

A capacidade do processo, com frequência, é determinada com base nos processos de natureza semelhante; por exemplo, todas as substâncias químicas produzidas por um tipo geral de síntese.

4.6.7. Desenvolvimento do processo

Procedimentos do processo quase nunca são desenvolvidos a um ponto “ótimo”. Planos experimentais devem ser empregados para melhorar o processo continuamente.

4.6.8. Avaliação da amostragem

Um acordo entre o fornecedor e o cliente depende fortemente da avaliação da amostragem do produto proposto. A fim de determinar os testes necessários para medir a aceitação do produto, a comunicação entre o cliente e o fornecedor deve ser bem estabelecida.

A proficiência na amostragem baseada no produto e na química de processamento é muito importante.

4.6.9. Certificados de análise

O certificado de análise é um componente importante do processo de comunicação na produção de encomendas. Sem os dados para conferir o controle do processo a longo prazo com os alvos, cada partida deve ser caracterizada individualmente e o cliente informado sobre os resultados.

4.7. CAPACIDADE DO PROCESSO

4.7.1. Geral

O conceito de capacidade do processo fornece um meio importante para a alocação de recursos e para o acesso da efetividade dos programas para controle e melhoria da qualidade.

4.7.2. Definição

Capacidade de processo é a variabilidade calculada inerente ao produto elaborado por um processo. Ela representa o melhor desempenho do processo, através de um período de operação estável.

A capacidade do processo é expressa por 6σ , sendo σ o desvio padrão do processo sob um estado de controle estatístico.

4.7.3. Índices de capacidade do processo

4.7.3.1. C_p

O índice de capacidade C_p é a razão da amplitude de especificação dividida pela capacidade do processo, 6σ .

$$C_p = (LSC - LIC)/6\sigma$$

Em que LSC é o limite superior de controle e LIC é o limite inferior de controle. Este σ é para o componente de variação em curto prazo.

Valores de C_p excedentes a 1,33 indicam que o processo é adequado para preencher as especificações. Valores de C_p entre 1,33 e 1,00 indicam que o processo, enquanto dentro das especificações, exigirá um controle rigoroso. Valores de C_p abaixo de 1,00 indicam que o processo não é adequado para preencher as especificações e que o processo e/ou as especificações devem ser modificadas.

4.7.3.2. C_{pk}

O índice de capacidade ajustado para a média do processo, C_{pk} , leva em consideração a possibilidade de a média do processo estar fora do centro. É a diferença entre a média do processo e o limite de especificação aproximado dividido por uma metade da capacidade do processo, 3σ .

$$C_{pk} = \text{MIN} [(LSC-PA)/3\sigma, (PA-LIC)/3\sigma]$$

Sendo PA a média do processo. Este σ é para o componente de variação a curto prazo. Assim como para C_p , valores altos de C_{pk} são desejados. Operações fora de centro reduzem

bem o índice e identificam a necessidade para um controle desenvolvido da média do processo.

4.7.4. Estudo de capacidade

4.7.4.1. Período de avaliação

A capacidade do processo deve ser computada a partir de dados coletados de um período de operação estável em um estado de controle estatístico (SOSC). Se a exigência de controle estatístico não for exatamente preenchida, o processo deve ser operado com um valor objetivado, utilizando as técnicas de controle usuais.

4.7.4.2. Avaliação de dados

Gráfico de controle: se o processo é controlado com a utilização de um gráfico convencional X-barra, a capacidade do processo pode ser computada pela fórmula:

$$6\sigma \cong 6s = \bar{R}/d_2$$

Em que s = desvio padrão calculado da amostra.

\bar{R} = amplitude média de, pelo menos, 10 subgrupos

d_2 = constante para amplitudes convertidas em desvios padrões para o tamanho do subgrupo particular utilizado.

Distribuição de frequência: se nenhum gráfico de controle é usado na propriedade ou se algum outro tipo de gráfico é usado, então uma amostra de, pelo menos, 30 a 50 observações deve ser tirada, e o desvio padrão da amostra, s , computada. A capacidade do processo é computada como:

$$6\sigma \cong 6s$$

Em que s = desvio padrão calculado da amostra.

4.7.5. Variabilidade do sistema de medição

A variabilidade do sistema de medição é, com frequência, maior para as propriedades importantes nas indústrias químicas (por exemplo, viscosidade, pureza) do que aquela para

propriedades medidas nas indústrias mecânicas (por exemplo, dimensões e voltagens). A medição deve ser responsável por 50% ou mais das variações observadas.

A variabilidade do sistema de medição pode ser ou não incluída na estimativa do sigma usada para computação da capacidade do processo; entretanto, é importante que a inclusão ou exclusão do erro de medição seja claramente intencional e específica no relato dos resultados.

Se a variabilidade do sistema de medição é grande, deve-se tomar cuidado para não permitir o uso de planos de amostragem e médias de amostras para tornar obscura a variabilidade real do processo. Procedimentos consistentes devem ser usados na computação da capacidade de processo para a mesma propriedade e para o processo em momentos diferentes, a fim de que os valores sejam comparáveis.

4.7.6. Desempenho do processo

O desempenho do processo deve ser diferenciado da capacidade do processo. O desempenho do processo representa a distribuição real da variação do produto em um longo período de tempo, i.e., semanas ou meses, enquanto que a capacidade do processo representa a variabilidade do produto em um curto período de tempo, i.e., minutos ou horas. A variação do desempenho do processo será maior do que a capacidade do mesmo, uma vez que ela também inclui componentes devido a fatores de tempo.

4.7.6.1. Estudo do desempenho quando não em SOSC (Estudo de Controle Estatístico).

Às vezes, deseja-se calcular a capacidade de desempenho do processo por meio de uma longa avaliação e/ou quando não se encontra em um estado de controle estatístico (por exemplo, um cliente determina que um índice seja relatado, mesmo que gráficos de controle mostrem resultados fora do controle estatístico).

O índice de desempenho, P_p , é:

$$P_p = (LSC - LIC) / 6\sigma$$

Em que “s” é o desvio padrão calculado para a população total incluída. O índice de desempenho ajustado para a média do processo, P_{pk} , é:

$$P_{pk} = \text{MIN}[(LSC - PA) / 3s, (PA - LIC) / 3s]$$

Pp/ppk será sempre menor ou igual a Cp/Cpk, respectivamente.

4.7.7. Problemas especiais

4.7.7.1. Especificações laterais

Especificações unilaterais apresentam problemas especiais. Se a prática tem sido acompanhar a especificação o mais perto possível, a boa prática da qualidade exige que um alvo operacional seja estabelecido a, pelo menos, 3σ da especificação. Se um índice de capacidade é computado, Cpk deve ser usado.

No entanto, não deve haver nenhum valor de alvo nominal, quer porque o objetivo é o mais baixo possível (por exemplo, impurezas), quer o mais alto possível (por exemplo, força).

Neste caso, o conceito de índice de capacidade do processo não deve ser usado para permitir a contaminação ou degradação intencional do produto.

4.7.7.2. Distribuições anormais

O uso do fator 6σ na definição de capacidade do processo presume que a distribuição da propriedade segue a distribuição normal. A representação de rotina dos histogramas é uma boa prática para fornecer uma representação gráfica de dados do processo. Se for conhecido ou suspeitado que a distribuição normal não descreve uma propriedade, o investigador tem as seguintes opções:

- Transformar – aplicar uma transformação aos dados para tornar a distribuição da propriedade transformada efetivamente normal;
- Distribuição conhecida – usar os multiplicadores que correspondem aos pontos 0,13% e 99,87% para a distribuição normal conhecida;
- Usar a medida relativa conforme ela é, e então anotar no relatório;
- Omitir a computação porque os valores assim obtidos podem ser enganosos.

5. BASES PARA ESPECIFICAÇÕES

Especificações são os requisitos documentados e acordados entre o cliente e o fornecedor. Devem incluir métodos de amostragem e testes, limites, objetivos e relatórios.

5.1 PROPÓSITO

- As diretrizes para determinar as especificações do produto devem ser providenciadas. Sempre que possível, as especificações devem ser desenvolvidas em termos de valor real, i.e., o valor de propriedade requerido, caso seja tomado sem a variabilidade do sistema de medidas.
- A boa prática da qualidade deve ser documentada em função da manutenção de registros relacionados com a qualidade do produto.
- A finalidade de se obter uma amostra de um lote de produção é fornecer informação para uma decisão efetiva no tocante à aceitação ou rejeição no uso do plano de aceitação de lote.
- A amostra deve ser representativa do lote inteiro. Ela pode ser uma amostra tanto aleatória quanto sistemática. Em geral, é preferível que se tenha uma amostra mínima dupla, ou seja, duas amostras retiradas de diferentes pontos do lote. Isto permite uma estimativa da variabilidade dentro do lote a ser usada nos planos de aceitação dos lotes. Medidas de precaução devem ser usadas para assegurar que as amostras sejam independentes e representem a variação dentro do lote, e não apenas um erro de medição.
- A boa prática da qualidade deve ser documentada no tocante à interpretação de dados numéricos e tolerâncias de especificações, que são elementos essenciais para que haja concordância com as medidas críticas para a aceitação do produto. Estas medições são baseadas no procedimento geral e, no caso dos Estados Unidos, por exemplo, nas convenções do Food Chemical Codex, United States Pharmacopeia, National Formulary, American Society for Testing and Materials e American Chemical Society (Reagent Chemicals).

5.2. DEFINIÇÃO DE TERMOS

5.2.1. Especificação

É uma declaração precisa ou um conjunto de requisitos (quantidades, características ou propriedades) a serem satisfeitas por uma substância, um processo ou um conjunto com notações apropriadas do(s) procedimentos(s) que deve(m) ser usado(s) para determinar se as condições estão satisfeitas. Sempre que praticável, cada requisito deve ser expresso numericamente como um valor-alvo com limites requeridos.

5.2.2. Alvo

Valor acordado dentro dos limites de especificação que produz um resultado ótimo para o cliente e/ou fornecedor. O alvo não precisa ser o centro de uma faixa de especificação.

5.2.3 Valor real

Característica quantitativa que não contém variabilidade da amostragem ou do sistema de medição.

5.2.4. Variabilidade do produto

Quantidade de variabilidade em uma série de valores medidos, devido a diferenças reais nas características do produto, de unidade para unidade ou de tempos em tempos. Do ponto de vista do cliente, a variabilidade do produto fornecido se manifesta como variabilidade no desempenho do processo do cliente à medida que este último consome o material.

5.2.5. Especificação de compra

Um documento formal declarando toda a informação necessária para a compra de um material de processo, incluindo:

- Especificações (valor e limites almejados) para todas as propriedades que definem a qualidade requerida do produto. O método específico de teste deve ser especificado;

- Exigências de embalagem e embarque;
- Segurança, saúde e exigências ambientais;
- Regulamentos federais e estaduais aplicáveis;
- Termos para a rejeição de material.

5.2.6. Especificação de vendas

Um documento formal que contenha toda informação necessária para a descrição de um produto, para uma finalidade particular ou para uso particular do cliente.

5.2.7. Lote

Uma quantidade definida de um produto ou material mantido sob condições consideradas uniformes para fins de amostragem. Para processos contínuos um lote é definido, em geral, por um intervalo de tempo. No caso de um processo de batelada, cada partida deve ser considerada um lote. Esta definição está baseada na definição ampla de processo como qualquer atividade que mude os parâmetros de qualidade usados para definir o produto: combinação, mistura, embalagem sob diferentes condições, etc., assim como os processos usuais de produção.

5.2.7. Capacidade do processo

A variabilidade de uma propriedade do produto quando produzido em um período de tempo prolongado. O desempenho do processo consiste na capacidade do processo juntamente com todas as outras fontes de variabilidade experimentadas durante o período de tempo.

5.2.8. Desempenho do processo

A variabilidade de uma propriedade do produto quando produzido em um período de tempo prolongado. O desempenho do processo consiste na capacidade do processo

juntamente com todas as outras fontes de variabilidade experimentadas durante o período de tempo.

5.3 DETERMINAÇÃO DAS ESPECIFICAÇÕES DO PRODUTO

5.3.1 Especificações do produto

- Sempre que possível, as especificações devem ser estabelecidas em termos de variabilidade real do produto, i.e., os valores exigidos de propriedade se medidos sem a variabilidade do sistema de medidas;
- Exigências do cliente se forem conhecidas ou determinadas por conhecimentos técnicos confiáveis, devem ser a base primária para as especificações;
- Se as exigências do cliente não foram determinadas, ou se os objetivos do cliente e do fornecedor diferem, eles devem desenvolver especificações e chegar a um acordo a respeito das mesmas;
- O desempenho do processo demonstrado pelo fornecedor deve ser o ponto de partida para as especificações. A experiência do cliente com este produto também deve ser considerada;
- Se a experiência do cliente for satisfatória, as especificações devem se aproximar do desempenho demonstrado pelo fornecedor;
- Se o processo do fornecedor não estiver oferecendo um produto satisfatório, as especificações devem estar de acordo com aquilo que o fornecedor pode apresentar e o que o cliente deseja obter. O cliente e o fornecedor também devem concordar no tocante aos objetivos e os prazos satisfatórios para a entrega do produto. Isto deve envolver melhorias do processo ou o uso de um plano de aceitação de lote para a liberação do produto.
- Especificações temporárias devem ser acordadas, para novos produtos ou quando houver dados disponíveis do cliente e do fornecedor insuficientes para a determinação das especificações. Quando dados suficientes estão disponíveis, as especificações devem sofrer revisão crítica para quaisquer alterações requeridas.

5.3.2. Mudanças de especificações

- As especificações baseadas inteiramente nas exigências do cliente devem ser modificadas apenas quando as exigências do cliente mudam.
- As especificações negociadas devem ser modificadas da seguinte forma:
 - ◆ As especificações baseadas no desempenho do processo devem ser analisadas criticamente para qualquer alteração quando o desempenho do processo apresentar melhoras ou quando as exigências do cliente tiverem sido determinadas;
 - ◆ As especificações determinadas por dados insuficientes devem ser analisadas criticamente para qualquer alteração quando dados suficientes estão disponíveis.
- As especificações devem ser revistas para qualquer alteração quando os fornecedores ou os clientes fizerem qualquer modificação nos respectivos processos, que possa afetar a adequação das especificações em curso.

5.4. RECEBIMENTO DE MATERIAL E LIBERAÇÃO DO PRODUTO

5.4.1. Recebimento do material

Os procedimentos de aceitação do material recebido devem ser desenvolvidos, levando-se em conta as exigências do processo e a capacidade do fornecedor. O objetivo é minimizar ou eliminar a necessidade de aceitação formal de um lote de insumo e confiar no fornecedor quanto ao suprimento de produtos que estão sempre de acordo com as especificações.

Deve ser requisitada documentação de suporte, na forma de certificado, fornecimento de dados, evidência estatística, etc. Uma inspeção ou teste básico também pode ser requisitado para a identificação ou a detecção de mudanças ocorridas durante o embarque.

Procedimentos de aceitação de um lote formal podem ser requisitados, com base em experiência anterior com o material com o objetivo de se evitarem riscos.

5.4.2. Aceitação de lote para liberação do produto

Se o controle do processo existente não for suficiente para assegurar o embarque de produtos que atendam continuamente às especificações poderá ser necessário o uso do procedimento de aceitação de lote.

5.5. AMOSTRAGEM

Amostras tomadas da aceitação de materiais recebidos podem servir apenas para identificação ou para aceitação do lote de acordo com as especificações. Amostras tomadas de materiais em processo ou do produto final podem servir para o controle do processo ou para aceitação de lote de acordo com as especificações, ou ambos. Quando as amostras são usadas tanto para o controle quanto para a liberação do produto, a frequência da amostra deve, então, ser determinada pela aplicação mais crítica.

Quando se procede a uma amostragem com o propósito de aceitação de lote, de cada lote se deve retirar uma amostra representativa, quer aleatória, quer sistemática. Em geral, é preferível ter-se uma amostra mínima de dois, equivalente a duas amostras retiradas de pontos distintos de um mesmo lote. Isto permitirá que se desenvolvam estimativas contínuas da variabilidade de um mesmo lote, usadas na criação de planos efetivos de aceitação de lote.

5.5.1. Unidades discretas

Quando o lote é composto de unidades discretas, tais como sacos, tambores, blocos ou feiras de tubos, a amostra deve consistir em material de, pelo menos, duas unidades diferentes. Uma amostra aleatória sempre é adequada para lotes de entrada de material. No entanto, uma amostra sistemática é preferível quando as unidades se encontram em uma espécie de seqüência de tempo, como na maioria dos produtos em fase de liberação para embarque. A amostra sistemática deve ser distribuída através do lote de modo que a variabilidade dentro do lote seja incluída.

5.5.3. Produto a granel

Quando o lote é uma unidade única de produto a granel, tal como líquido de alta ou baixa viscosidade, pó, bolinhas ou partículas, a amostra deve ser retirada de, pelo menos, dois

pontos diferentes do lote. Os locais de retirada das amostras podem ser escolhidos ao acaso, e as amostras individuais podem ser amostras retiradas por punhado, por meio de um calador, ou amostras estratificadas (superfície, meio, fundo).

5.5.4. Misturas

Misturas são aplicadas, em princípio, a lotes de produtos já liberados para embarque. Misturas são usadas para combinar materiais de duas ou mais fontes em processo para a utilização eficiente do equipamento.

Se a mistura é usada para reduzir o efeito de diferenças em processo, a boa prática da qualidade estabelece a mudança do processo para eliminar essas diferenças de modo a tornar a mistura desnecessária.

Se as especificações estão no produto que foi misturado, a amostra deve ser retirada deste produto.

5.6. VARIABILIDADE DO SISTEMA DE MEDIÇÃO E DECISÕES DE ACEITAÇÃO

Decisões de aceitação são feitas com base no valor observado ou medido. O valor observado é a soma de um valor real e de um erro aleatório do processo de medição. A variância total dos valores observados é igual à variância dos valores reais mais a variância dos erros de medição aleatórios. Nas CPI (“Chemical and Process Industries”), a variabilidade do sistema de medição é, com frequência, uma ampla proporção da variabilidade total observada. Não é raro a variância de medição ser 50% da variância total observada.

Métodos de teste aceitos pelas indústrias são preferíveis, sempre que possível. De qualquer modo, ao selecionar o método do teste a ser usado, o efeito de variabilidade do sistema de medição sobre o resultado apresentado deve ser considerado. A variabilidade da medição pode ser tomada como repetibilidade e reprodutibilidade. Repetibilidade se refere à variabilidade nos resultados apresentados medidos ao mesmo tempo, no mesmo equipamento, pelo mesmo operador, etc. Reprodutibilidade se refere à variabilidade adicional nos resultados apresentado medidos em tempos diferentes, em equipamentos diferentes, por operadores diferentes, etc.

Repetir o teste pode reduzir o efeito da variabilidade do sistema de medidas no resultado final apresentado. Se uma repetição é desenvolvida dentro de um pequeno lapso de tempo, por exemplo, um teste após o outro, apenas a parte da variabilidade do sistema de medição associado aquele intervalo de tempo é reduzida. Contudo, se uma grande fonte de variabilidade do sistema de medição é diária, o efeito dessa variabilidade só pode ser reduzido por repetição diária, por vários dias. Um componente de tempo seriado da análise da variância pode ser útil no planejamento do programa de repetição.

O nível de variabilidade do sistema de medidas afeta as decisões tomadas a partir dos resultados da medição. Isto é muito importante nas CPI. Os limites usados para decidir se o produto se encontra de acordo com as especificações devem ser determinados usando-se o procedimento de teste baseado na curva característica de operação (curva CO). O embarque e/os limites de aceitação podem ser, então, selecionados, balanceando os riscos de: a) aceitação de materiais que não se encontrem de acordo com as especificações; e b) rejeição de materiais que se encontrem dentro das especificações. Repetições podem ser usadas para modificar a forma da curva CO, alterando, assim, as condições de risco.

Quando o método de teste inclui uma declaração de precisão, os clientes que utilizam um equipamento bem calibrado devem aceitar o produto, a não ser que os valores de aceitação excedam o valor apresentado pelo fornecedor além do esperado, com base na declaração de precisão.

5.7. PROJETO DO PLANO DE ACEITAÇÃO

- Os planos de aceitação tanto para materiais recebidos quanto para liberação do produto usam os mesmos critérios de planejamento. A decisão de aceitação é feita lote por lote. Quanto a materiais de insumo, uma remessa inteira pode ser um simples lote ou pode ser dividida em dois ou mais lotes com objetivos de aceitação. Quanto a produtos a serem embarcados, o lote pode ser uma simples unidade ou um número de unidades predeterminado.
- O projeto do plano de aceitação (tamanho e limites da amostra) deve levar em conta o efeito da variabilidade do sistema de medição e da variabilidade dentro do lote. Esta relação é da maior importância quanto a variabilidade do sistema de medição representa uma grande proporção da variabilidade total observada.

Isto envolve o uso da curva característica de operação (CO) para cada plano.

- Planos de aceitação padronizados podem ser encontrados nas seguintes referências:
 - ◆ ANSI/ASQCZ1.4 - 1981 – Procedimentos de amostragem e tabelas para inspeção por atributos;
 - ◆ ANSI/ASQCZ1.9 – 1980 – Procedimentos e amostragem e tabelas para variáveis para não-conformidade percentual.
- Planos padronizados podem não ser automaticamente adaptáveis a muitas operações químicas.

5.8. CURVA CARACTERÍSTICA DE OPERAÇÃO

A curva CO é um gráfico para um plano específico de aceitação de amostragem que mostra a probabilidade de aceitação de um lote amostrado para qualquer nível real do parâmetro a ser medido. O parâmetro a ser medido pode ser tanto uma variável quanto um atributo.

A curva CO é usada para selecionar os limites de aceitação e o tamanho da amostra que permite a variabilidade dentro do lote e a variabilidade do sistema de medição com riscos predeterminados na aceitação de material fora das especificações e na rejeição de material dentro das especificações.

5.9. RISCOS DE ERRO

Risco alfa é a probabilidade de fazer um erro Tipo I, i.e., rejeitar um lote “bom” ou dentro das especificações. Isto, às vezes, é tido como “risco do produtor”.

Risco beta é a probabilidade de fazer um erro Tipo II, i.e., aceitar um lote “ruim” ou fora das especificações. Isto é, às vezes, tido como “risco do consumidor”.

5.9.1. Risco de erro em processo

O estabelecimento das linhas-limite nos gráficos de controle faz surgir os seguintes riscos, tal como na curva de operação:

- De não observarmos uma medida “fora de controle”, quando na verdade uma significativa mudança no processo tenha ocorrido;
- De observarmos uma medida indicando uma operação “fora de controle” quando, de fato, o processo esteve ao longo do tempo em uma operação estável.

O estabelecimento dos limites 3σ numa distribuição normal leva a associar um fator de risco da ordem de 0,0013. Isto quer dizer que uma longa e estável operação 13 vezes em 10.000 um dado valor observado (\bar{X}) estará fora dos limites estabelecidos como aceitáveis.

Quanto menor a chance de observar-se uma falsa medida fora de controle, maior é a chance de perdermos uma verdadeira medida fora de controle.

Ao desejarmos outros tipos de gráficos de controle diferentes do tipo 3σ poderemos utilizar os gráficos 3σ e marcar sobre eles os novos limites calculados.

Para reduzir os riscos e permitir a utilização de indicadores eletromecânicos (registradores) mais sensíveis, as indústrias químicas utilizam muitas vezes limites do tipo 2σ . Nesse caso, 23 observações em 1.000 estarão fora dos limites, nas mesmas condições anteriores, num processo longo e estável.

Nesse caso, as constantes tiradas da tabela x deverão ser multiplicadas por $2/3$, isto é, usaremos $2/3 A_2$ para o cálculo dos limites do gráfico de controle das médias. Existem fórmulas apropriadas que se acham amplamente difundidas na literatura, permitindo a conversão dos gráficos de controle para r com limites do tipo 3σ para outros limites de interesse.

Em determinados tipos especiais de controle estatístico de qualidade estabelecem-se dois conjuntos de linhas limites, um a 2σ e outro a 3σ . Nesse tipo de gráfico, tomam-se decisões quando a média de dois pontos sucessivos estiver fora do limites de 2σ ou quando existir um ponto isolado for dos limites de 3σ .

Em certos casos, a prática passada ou a experiência permitirá estabelecer “a priori” o conjunto de valores necessários ao controle de qualidade, por exemplo: o padrão de desempenho, a faixa de variação aceitável e o desvio padrão. Nesse caso, utilizam-se tabelas especiais para determinar os limites atuais de controle da produção baseados no valor de σ' estabelecido.

5.10. RETENÇÃO DOS REGISTROS

5.10.1 Período de retenção

Todos os dados relacionados com o lote de qualquer produto produzido para venda ou uso interno devem ser mantidos para qualquer dos itens mais longos a seguir especificados:

- O prazo de validade determinado do lote específico;
- Um ano após a venda final do lote específico;
- Requisitos regulamentadores (por exemplo, FDA - “Food and Drug Administration”- tempo de retenção: 5 anos).

Toda informação não relacionada com um produto específico deve ser mantida por um período de dois anos.

5.11. APROXIMAÇÃO NUMÉRICA

5.11.1 Aproximação de dados numéricos

Para aproximar um número para uma dada quantidade de algarismos significativos, deve-se considerar o dígito da casa seguinte acima daquele a ser mantido. Então, devem-se seguir os procedimentos de aproximação descritos na norma ASTM E 380 (Cap. 4, Meio Ambiente). Aproximação de valores (Cap. 4, Plano de amostragem), Conversão de Dimensões Lineares de Partes Intercambiáveis – Método A, e norma ASTM E 29, neste capítulo. Em uma seqüência de cálculos, não se deve aproximar até a última etapa.

5.11.2 Algarismos significativos para limites de tolerância

Quando os limites são expressos numericamente, os limites máximo e mínimo de uma amplitude devem ser incluídos, para que a amplitude consista nos dois valores e em todos os valores intermediários, mas não nos valores fora dos limites.

Quanto às especificações, valores são considerados significativos até o último dígito mostrado. Por exemplo, um requisito de não menos do que 96% seria atingido por um resultado de 95,96%, mas não por um resultado de 95,94%. Similarmente, uma amplitude específica de 46 a 49% significa que apenas valores entre 45,5 e 49,4% serão considerados

(segundo os procedimentos de aproximação apresentados na seção sobre Aproximação de Dados Numéricos). A tabela 06 mostra alguns exemplos de aproximação.

Exemplos de aproximação

Limite de aceitação	Valor observado	Se aproximado (de quanto em quanto é feito o registro)	Valor correto aproximado	De acordo com o limite de aceitação
60.000 psi, mín.	59.940	100 psi	59.900	Não
	59.950	100 psi	60.000	Sim
	59.960	100 psi	60.000	Sim
57%, mín.	56,4	1%	56	Não
	56,5	1%	56	Não
	56,6	1%	57	Sim
0,5%	0,54	0,1%	0,5	Sim
	0,55	0,1%	0,6	Não
	0,56	0,1%	0,6	Não

Tabela 06

5.11.3. Conversão de unidades em sistemas de medição

Conversões precisas são obtidas pela multiplicação da quantidade específica pelo fator de conversão apropriado dado pela norma ASTM E 380 ou pela Secretaria Nacional de Normalização (NBS) Manual 44, 1979.

Em termos de algarismos significativos, a regra para a multiplicação e divisão é aquela em que o produto ou o quociente não deve conter mais dígitos significativos do que os que estão a direita do decimal no número com menos dígitos significativos usado na multiplicação ou na divisão.

Exemplo de conversão: $113,2 * 1,43 = 161,876$, que é arredondado para 161,9.

5.12. O ESTABELECIMENTO DAS ESPECIFICAÇÕES DO PRODUTO

As técnicas estatísticas de controle são utilizadas para produzir materiais em um nível ótimo, quer de produção ou de economia. Esse estado é o produto de uma otimização do sistema. Para que o fabricante atinja esses objetivos, ele deve estabelecer especificações para a matéria-prima, para os produtos das operações unitárias, os tipos de processos a serem

utilizados e as características do produto final. Ele deve indicar os níveis de operação e as tolerâncias permitidas no sistema.

As especificações finais, em princípio, resultam de um compromisso entre os tecnicamente desejáveis e as mais econômicas e com elas estabeleceremos todos os parâmetros operacionais do processo escolhido para a produção.

A determinação das tolerâncias mais eficientes em um processo implica na existência de um estado de controle estatístico nas linhas de produção. Quando não existe um sistema de controle estabelecido, mas existe a possibilidade de observações significativas na linha de produção, o controle da característica significativa é feito mantendo-se as observações efetuadas entre os valores máximo e mínimo estabelecidos.

O valor qualitativo da variabilidade (faixa da variação permitida) determina quando um conjunto de especificações é realístico ou operacional.

Na figura 08 são estabelecidos valores máximos e mínimos para a concentração da $UO_2(NO_3)_2$ em um solvente (T.B.P.) proveniente de 5 colunas de extração. A concentração é a característica significativa da operação em estudo.

As amostras foram coletadas simultaneamente nas 5 saídas orgânicas.

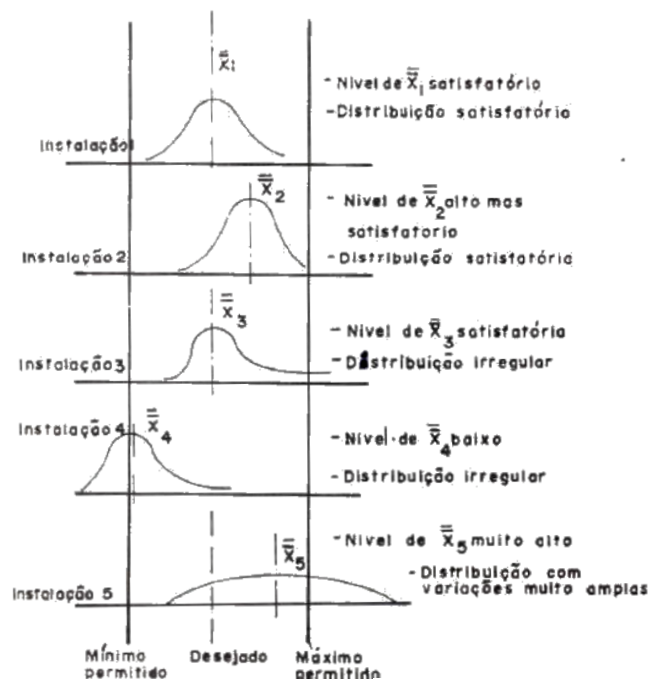


Figura 08

O valor médio da figura x é o desejável nível de operação e as variações observadas nas diferentes plantas, num mesmo período de tempo, forneceram as distribuições de frequência também ali representadas. A importância do entendimento da variabilidade do processo, em relação às especificações, é facilmente compreendida. Somente as instalações 1 e 2 podem produzir consistentemente em relação às especificações, sendo que a segunda produz um solvente com um teor elevado de $\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2$. A instalação número 3 produz um solvente com uma concentração média excelente, mas produz significativas quantidades com teor acima dos limites máximos estabelecidos.

As instalações 4 e 5 apresentam grande dificuldade em encontrar, de uma maneira consistente, as características estabelecidas.

A fusão das características desejadas pelo consumidor e da capacidade operacional do fabricante, levam às especificações do produto acabado, e estas não podem ser estabelecidas realística e economicamente até que um estado de controle nos processos seja garantido.

5.12.1. Aplicação

Vamos supor que a figura 09 represente os dados coletados de uma instalação com os seguintes valores calculados: $\bar{X} = 4,31$ e $\dot{R} = 2,5$.

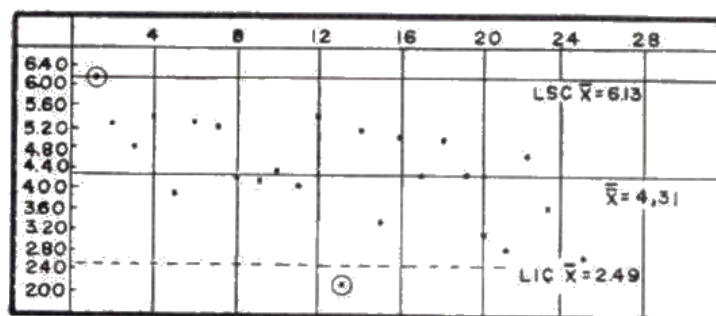


Figura 09

A análise desse gráfico e do gráfico de controle das amplitudes, revela que os pontos 1 e 13 estão fora de controle. Se as medidas corretivas forem aplicadas convenientemente para remover as causas, obteremos novos valores, isto é, $\bar{X} = 4,32$ e $\dot{R} = 2,30$, com um desvio padrão dado por:

$$\sigma' = \dot{R}/d_2 = 2,30/2,059 = 1,12$$

O valor de d_2 é dado pela tabela 07, abaixo:

Número de observações do subgrupo "n"	Fator $d_2=\bar{R}/\sigma'$	Fator $c_2=\sigma/\sigma'$
2	1,128	0,5642
3	1,693	0,7236
4	2,059	0,7979
5	2,326	0,8407
6	2,534	0,8686
7	2,704	0,8882
8	2,874	0,9027
9	2,970	0,9139
10	3,078	0,9227
11	3,173	0,9300
12	3,258	0,9359
13	3,336	0,9410
14	3,407	0,9453
15	3,477	0,9490
16	3,532	0,9523
17	3,528	0,9551
18	3,640	0,9577
19	3,689	0,9599
20	3,753	0,9619
21	3,778	0,9638

Tabela 07

Neste exemplo observamos que a eliminação dos pontos fora de controle elevou o valor do nível de operação e simultaneamente diminuiu o valor de \bar{R} , tornando menos aberta a distribuição de frequência. A curva que poderia ser inicialmente a da instalação 2, permitindo uma melhor apresentação nas características do produto em relação às especificações desejadas.

6. ANÁLISE E TESTE

6.1. PROPÓSITOS

- Qualquer laboratório que produz dados para o controle de processo ou a aceitação final do lote deve estar de acordo com os seguintes requisitos mínimos para uma operação. A operação de laboratório deve ser reconhecida como um processo e controlada e gerenciada como tal.
- Boas práticas da qualidade devem ser definidas para a documentação dos métodos de teste e preferências gerais estabelecidas por métodos internacionais e/ou nacionais sobre métodos não-padronizados.
- A boa prática da qualidade para padrões, controles e identificações deve ser mantida. Padrões de calibração são em geral, usados para o ajuste do equipamento de teste na leitura correta antes de ser usado no teste real. Controles são empregados para monitorar o desempenho dos métodos de teste.
- Os certificados de material podem ser expressos de várias formas. Os mais comuns são o Certificado de Análises (Teste) ou o Certificado de Conformidade. Os títulos Relatório de Controle ou Relatório de Garantia de Qualidade servem, às vezes, para cobrir o mesmo tipo de informação. Os documentos são usados para fornecer ao cliente informação relativa a uma dada carga.
- Para ter algum valor, um certificado deve acompanhar o embarque ou ser enviado em um envelope separado ou via fax, devendo chegar até dois dias após a chegada do carregamento do produto. Este prazo deve ser negociado com o cliente.

6.2. BOAS PRÁTICAS LABORATORIAIS

6.2.1. Pessoal

- Os registros devem ser retidos, e cobrir:
 - ◆ Fluxograma;
 - ◆ Descrição do serviço ou qualquer declaração definitiva da autoridade e responsabilidade individual por todo pessoal;

- ◆ Treinamento interno de todos os indivíduos relacionados.
- Tipo de pessoal necessário para operar um laboratório:
 - ◆ Técnico – indivíduo que desenvolva análises e que demonstre habilidade em leitura e compreensão, e que desempenhe os procedimentos exigidos com treinamento documentado;
 - ◆ Técnico de recursos – indivíduo com proficiência e treinamento avançado relacionado com os procedimentos exigidos;
 - ◆ Supervisor de laboratório - indivíduo responsável pelas atividades diárias de coordenação pelas atividades diárias de coordenação, treinamento, documentação, e pela atividade do laboratório dentro das diretrizes da companhia.

6.2.2. Documentação de operações

- Os registros devem ser retidos e cobrir:
 - ◆ Manutenção do equipamento;
 - ◆ Calibração e padronização, inclusive gráficos de controle estatístico apropriados;
 - ◆ Atividades de ação corretiva relacionados a condições fora de controle;
 - ◆ Dados laboratoriais com rastreabilidade ao técnico que produziu os resultados;
 - ◆ Métodos de teste e procedimentos laboratoriais, tanto atuais quanto históricos, com aprovação para mudanças, datas de revisão, etc.;
 - ◆ Responsabilidade, autoridades e relacionamentos laboratoriais.

6.3. DOCUMENTAÇÃO DOS MÉTODOS DE TESTE

Métodos analíticos e de teste, usados com a finalidade de controlar o processo ou determinar conformidade às exigências de especificação do material, são fundamentais para o sistema da qualidade de uma indústria de processo. Cada organização deve estabelecer procedimentos para a preparação, aprovação e a preservação da documentação de métodos de

teste. O procedimento exato usado deve ser bem documentado, incluindo amostragem, preparação da amostra e condicionamento, execução do teste, registro e preparação para o teste seguinte (limpeza).

6.3.1. Compêndios de métodos

Compêndios de métodos de teste vêm sendo desenvolvidos e compilados por diversos por diversas organizações de normalização, tais como a organização internacional de normalização (ISO), a Sociedade Americana para Testagem e Materiais (ASTM), Associação de Químicos Analíticos Oficiais (AOAC), a Convenção Farmacológica dos Estados Unidos, entre outras. Processos de revisão e comparações interlaboratoriais desenvolvidas por tais organizações ajudam a garantir a exatidão e a reprodutibilidade dos métodos. O uso de tais métodos, quando disponíveis, é recomendável. Durante cada tese, o ambiente, a química e o equipamento do teste podem diferir e o método padrão deve ser, portanto, validado antes do uso.

6.3.2. Métodos não-padronizados

Desvios dos procedimentos especificados por um método de compêndio são, às vezes, necessários, devido às limitações do equipamento disponível ou às propriedades particulares das amostras. Quando tal teste não-padronizado está para ser realizado, ou quando exigências legais ou reguladoras estão em questão, métodos de compêndio modificados devem ser documentados como métodos novos por um relatório formal.

6.3.3. Documentação de novos métodos

Métodos de teste outros que não aqueles estabelecidos em compêndios devem ser documentados por um relatório formal (em geral, dentro da companhia). Os elementos essenciais do relatório para um método de teste incluem:

- Data da aprovação da última revisão;
- Descrição dos princípios e da validação do método;
- Faixa da aplicabilidade dos resultados do teste no uso desse método;

- Toda a aparelhagem exigida para o teste;
- Reagentes necessários, pelo nome químico e pelo grau, número de registro do Serviço de química teórica (CAS) ou pelo fornecedor e número de catálogo;
- Instruções para a preparação de calibrantes padronizados, controles, soluções, etc. ;
- Considerações de segurança quanto a riscos de materiais e equipamentos usados no teste;
- Métodos de coleta de amostra (ver Cap.4), proteção, preparação e condicionamento;
- Quantidade de amostras a serem utilizadas, juntamente com uma declaração de tolerância sobre a quantidade (por exemplo, 5,0 +/-0,1 g);
- Procedimentos para a calibração de instrumentos;
- Procedimentos para o controle de teste, inclusive os gráficos de controle de amostras;
- Instruções passo a passo para o desenvolvimento do procedimento do teste e dos cálculos, inclusive as exigências de repetição, se houver;
- Tempo aproximado necessário para a análise;
- Interferências no teste, se conhecidas;
- Declaração de precisão sobre a repetibilidade e a reprodutibilidade do teste, de preferência, em termos de desvios padrões (como definidos em ASTM D-3040).

6.4. NORMAS E REFERÊNCIAS PARA A RASTREABILIDADE DOS MATERIAIS DE CONTROLE

6.4.1. Rastreabilidade

Cada organização de testes (em geral, um laboratório) deve designar as normas primárias apropriadas (calibrantes) para materiais especiais, pesos, etc., necessários para este tipo de trabalho. A supervisão laboratorial é responsável pelas precauções a serem tomadas contra sua perda, contaminação ou mudança.

É aconselhável que materiais padronizados sejam rastreáveis para fontes de reconhecimento (Secretaria Nacional de Normas, etc.). A exigência fundamental da boa

prática é a coerência dentro do laboratório e entre os laboratórios, se nenhuma fonte está disponível, uma segunda fonte de acordo mútuo será usada.

Quando normas são utilizadas dentro de um laboratório (por exemplo, soluções reagentes em ASTM E200), a rotulagem padrão deve incluir, ao menos:

- Identificação do material;
- Referência aos registros laboratoriais dos detalhes de preparação do produto; e
- Prazo de validade do produto, além do qual este deve ser descartado.

6.4.2. Normas versus Controles de Referência

Em alguns casos, normas de referência primárias foram desenvolvidas por agências governamentais, tais como a Secretaria Nacional de Normas. É uma boa prática da qualidade empregar normas de referência rastreáveis a organizações ou agências de terceira parte, quando disponíveis. Por definição, uma norma de referência apresenta um único valor dado, geralmente determinado por um método absoluto.

Com mais frequência, materiais e controles de referência internamente gerados e acordados são utilizados. Estes são, em geral, amostras de classificação de reagentes ou amostras cuidadosamente selecionadas de um lote ou remessa bem caracterizada e mutuamente acordada. Estes controles são usados em vários casos entre cliente e fornecedor. Em geral, eles mantêm em comum um valor preestabelecido e um intervalo de confiança. Materiais de referência (controles) não são calibrados.

Se uma hierarquia de padrões pode ser desenvolvida, i.e., se os valores do padrão podem ser matematicamente transferidos de um material primário para um padrão ou controle de trabalho, esta prática será aceitável para preservar aquilo que é, em geral, material de custo.

Para se medir a corrente de acordo com o tempo e o meio ambiente, materiais de referência (controles) são usados para assegurar que o método de teste esteja sendo ainda objetivado, através de retestagem em intervalos específicos. Gráficos de controle devem ser usados. O método de teste deve fornecer diretrizes a serem seguidas.

6.5. CERTIFICAÇÃO

6.5.1. Certificação de análise (teste)

Um certificado de análise indica que um teste foi feito em um lote ou em uma remessa para o cliente. Os seguintes elementos são sugeridos como parte da identificação da remessa:

Ordem do fornecedor/número de referência;

- Número de ordem do cliente;
- Resultado do teste;
- Data do embarque;
- Identificação do produto;
- Quantidade do produto;
- Origem dos produtos;
- Nome e função do responsável pelo certificado.

Para os resultados do teste: os resultados reais do teste para um lote específico devem ser dados sempre que possível. O fornecimento da identificação do método do teste e da série de especificações para os testes é opcional. Por várias razões, o teste poderá ser realizado em um lote diferente daquele especificado, i.e., pode ser em um composto de lotes estatísticos, ou físicos, ou em uma amostra periódica, etc. Se for este o caso, o resultado do teste deve ser relatado no certificado, mas a origem da validade do teste deve ser identificada.

6.5.2. Certificado de conformidade

Um certificado de conformidade é uma declaração de que o produto está de acordo com uma dada especificação. Este certificado relata os conteúdos de um carregamento (ver Certificado de Análise), mas não fornece os resultados do teste.

6.6. LABORATÓRIOS INDEPENDENTES

6.6.1. Objetivo

O objetivo desta seção é apresentar diretrizes para uma boa prática na utilização de laboratórios independentes.

Definição: um laboratório independente é qualquer instalação para execução de teste ou de análise que não se encontra sob o controle gerencial direto da companhia que utiliza os serviços de tal laboratório independente. Estes laboratórios são usados quando testes ou métodos específicos não podem ser executados conveniente, técnica ou economicamente, ou ainda dentro de um prazo dado, pela companhia que necessita dos dados ou dos resultados do teste.

6.6.2. Exatidão e responsabilidade de precisão

É de responsabilidade da companhia solicitante assegurar que um laboratório independente tem a capacidade, a disponibilidade e o critério necessários para o preenchimento das exigências específicas de precisão e exatidão do teste solicitado.

Antes do compromisso final, e em intervalos periódicos, a companhia receptora deve verificar na íntegra se os resultados do laboratório independente cumprem os critérios preestabelecidos de exatidão e repetibilidade.

A companhia deve fornecer amostras de referência apropriadas para uso interno no laboratório independente. Se uma amostra de referência está sujeita a mudanças em razão de tempo ou de outras causas, a companhia receptora deve detalhar as condições necessárias para o armazenamento e/ou substituir periodicamente as amostras de referência. A companhia receptora deve especificar a repetibilidade exigida nas amostras de referência.

O laboratório independente deve relatar periodicamente os resultados de seus dados de controle estatísticos nas amostras de referência à companhia receptora. Os resultados devem ser reportados depois de 50 testes (no mínimo) terem sido executados na amostra de referência.

Amostras não identificáveis ou comparações interlaboratoriais formais são meios apropriados para auditar a qualidade da relação de parceria entre laboratórios.

6.6.3. Auditoria de qualidade

Antes de chegar a qualquer acordo final, a companhia deve auditar o laboratório independente, a fim de verificar se:

- Existem instalações físicas e os equipamentos adequados para realizar os procedimentos de teste;
- O pessoal analista é treinado e capacitado;
- As instalações para retenção de amostras são adequadas;
- Os procedimentos de controle estatístico adequados para métodos de teste estão nos locais corretos;
- As proteções para informação patenteada são adequadas;
- A gerência apresenta total compreensão das exigências pretendidas.

6.6.4. Acordo sobre os serviços a serem desempenhados

Deve haver um acordo por escrito, que descreva por completo todas as expectativas da companhia receptora e que relate a concordância do laboratório independente em atender a essas expectativas.

O acordo por escrito deve incluir os pontos a seguir, mas não necessariamente estar restrito a eles.

- Métodos de teste específicos a serem usados (ASTM ou outros);
- Responsabilidade pela preparação de amostras;
- Detalhes de identificação de amostras;
- Frequência dos testes;
- Frequência da medição de testes no controle de amostras;
- Utilização de gráficos de controle;
- Exigências para repetição de testes;
- Tratamento de exceções;

- Local onde o teste será realizado;
- Detalhes da transmissão de amostras;
- Proteção de informação patenteada;
- Manuseio de registros.

Deve também haver um documento por escrito detalhando procedimentos de retestagem e calibração.

O laboratório independente deve ter o nome e o telefone de um ou mais contatos qualificados na companhia receptora que possam tratar de questões técnicas e processuais.

6.7. CONTROLE NO LABORATÓRIO

A capacidade de aproximar-se da qualidade nos processos químicos depende da habilidade em medirmos as variáveis acuradamente. Este fato também se verifica nos trabalhos experimentais e de pesquisa, pois estes dependem da variabilidade das medidas e dos pesquisadores. Até o presente, temos considerado que as medidas, sobre as quais a distribuição e os gráficos de controle se basearam, foram feitas com suficiente precisão. É evidente que as técnicas estatísticas devem ser aplicadas nas medições efetuadas para que elas mesmas situem-se num estado de controle, principalmente se um processo de controle se basear nesses resultados.

A acuracidade de um método de medida significa uma relação entre o resultado obtido e o verdadeiro resultado, enquanto a reprodutibilidade indica uma concordância entre várias medidas de uma mesma grandeza, sem nos preocuparmos com o verdadeiro valor.

Suponha que usamos um sistema de medição para obter várias medições de uma certa característica cujo valor real é conhecido. Se todas as medidas são próximas do valor real, então diz-se que o sistema de medição é adequado. A baixa qualidade das medidas provenientes de um sistema de medição é devida ao desvio da média e/ou a grande variabilidade das medições. Assim, é possível reconhecer dois componentes que afetam a média e a dispersão das medições. A precisão de um sistema de medição está relacionada com a variabilidade dessa distribuição: quanto maior a variabilidade, menor a precisão. A acurácia de um sistema de medição está relacionada à média da distribuição das medidas: quanto mais perto do valor real, maior a acurácia.

É comum, falar-se também em repetibilidade e reprodutibilidade. A repetibilidade é a variação nas medidas obtidas de uma MESMA AMOSTRA pelo MESMO OPERADOR, utilizando o mesmo instrumento de medição. A reprodutibilidade é a variação na média das medidas obtidas de uma MESMA AMOSTRA por DIFERENTES OPERADORES, utilizando o mesmo INSTRUMENTO DE MEDIÇÃO. A figura 10 mostra um diagrama de árvore da qualidade das medidas.

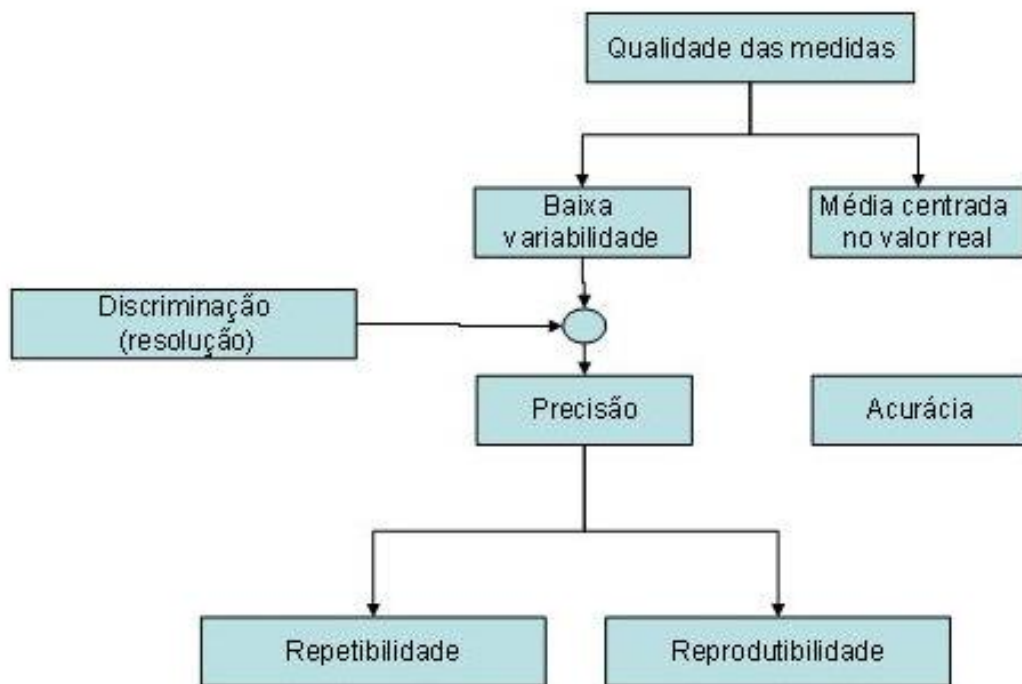


Figura 10

Em qualquer caso, observamos que existirá uma variação nos valores, quer tomado com um só instrumento ou por um grupo de instrumentos. Em muitos casos, nas medidas químicas, os resultados variam de operador para operador sem considerarmos o instrumental utilizado.

As variações, em resumo, dependem: da variação do observador. Em termos estatísticos, o desvio-padrão do valor observado (σ_{obs}) será:

$$\sigma_{\text{obs}} = \text{RAIZ} (\sigma_{\text{prod}}^2 + \sigma_{\text{oper}}^2 + \sigma_{\text{instr}}^2)$$

Neste exemplo, esta se considerando estes três fatores independentemente, isto é, cada variação não depende de forma alguma. Com o conceito anterior, teremos que o σ_{prod} (no qual se baseia o controle da qualidade) será dado por:

$$\sigma_{\text{prod}} = \text{RAIZ} (\sigma_{\text{obs}}^2 - \sigma_{\text{oper}}^2 - \sigma_{\text{instr}}^2)$$

Os valores σ_{oper} e o σ_{instr} são determinados experimentalmente, usando-se padrões, unidades do produto e um número razoável de operadores e de instrumentos de medida. A variação causada pela avaliação ou pelo sistema de medidas, poderá ser isolada daquelas causadas pelo processo de fabricação. Se houver medidas conflitantes entre os laboratórios de uma mesma instalação, deveremos realizar um número de avaliações replicadas (testes) e determinar dessa maneira a variação existente nos resultados de cada um.

A precisão de dois conjuntos de medida pode ser comparada tomando-se a razão dos quadrados dos desvios-padrão (variância) calculados para cada teste. Essa razão, chamada de “F” é um valor estatístico para o qual existem tabelas mostrando a probabilidade de que “F” tenha um dado valor se, de fato, os verdadeiros desvios-padrão forem iguais. Através das tabelas, o observador poderá determinar se 2 particulares conjuntos de medidas podem ser observados e com que freqüência, se a variabilidade dos métodos fosse a mesma (do observador ou dos instrumentos), por exemplo, somente uma vez em 20 (nível de 5%) ou uma vez em 100 (nível de 1%).

É freqüente nas operações químicas uma tomada de decisão, tendo em vista a existência de uma diferença significativa entre valores médios sucessivos de uma propriedade característica. Exemplificando: se uma unidade de fabricação sofre uma alteração qualquer no seu processo, uma diferença significativa será observada na propriedade em estudo, isto é, entre o seu valor médio anterior e o seu valor médio atual.

Poder-se-ia perguntar: essa diferença é realmente significativa ou pode-se justificá-la como sendo uma simples flutuação?

Desenvolveu-se um parâmetro estatístico designado por “t” para abordar e esclarecer o problema.

O parâmetro “t” é definido como a razão da diferença entre médias para o desvio-padrão dessa diferença. O teste “t” é aplicado para a conhecida hipótese nula, isto é, que não exista diferença entre os testes.

O valor de “t” indica a probabilidade de que uma diferença possa existir causada por mudanças reais. Como no teste “F”, o teste “t” possui tabelas que capacitaram o técnico de laboratório ou o operador, a estabelecer os níveis para os quais as diferenças existentes serão aceitas como significativas.

6.7.1. Aplicação

Se o desvio padrão de uma população for dada por σ' e se o desvio-padrão de um pequeno conjunto e amostras tirado desta mesma população for σ , ter-se-á uma relação simples entre eles, dado por:

$$\sigma' = \sigma * \text{RAIZ}[n/(n-1)]$$

Vamos supor que um laboratório de análise recebeu e examinou o teor de umidade existente numa carga de celulose desaguada em prensa destinada à fabricação de papel. A matéria-prima foi estocada e retirada uma semana depois para uma nova avaliação. Os resultados acham-se na tabela 08.

	1ª amostragem	2ª amostragem
Número de amostras	9	7
Valor médio da umidade (x)	41,35%	40,92%
Desvio-padrão (σ)	0,88	0,61

Tabela 08

Deseja-se saber se, na carga, era mais uniforme a distribuição da umidade antes ou depois de estocada.

Solução: o que se deseja é uma comparação entre os desvios-padrão. Nos casos fornecidos verifica-se que σ_2 é menor, logo, acredita-se que no produto estocado tenha ocorrido uma distribuição mais uniforme da umidade pela celulose. Porém, devemos prestar atenção ao fato de que σ_2 será forçosamente menor que σ_1 visto que a segunda amostragem é menor eu a primeira.

O cálculo correto, para a avaliação, deverá ser feito através do termo “F”, isto é:

$$F = (\sigma_1'/\sigma_2')^2 = \{\sigma_1 * \text{RAIZ}[n_1/(n_1 - 1)]\} / \{\sigma_2 * \text{RAIZ}[n_2/(n_2 - 1)]\}^2$$

$$F = \{0,88 * \text{RAIZ}[9/8]\} / \{0,61 * \text{RAIZ}[7/6]\}^2 = 2,02$$

A probabilidade de acharmos o valor de “F” igual a 2,02 ou maior, pode ser determinada mediante a tabela 09. Leva-se em conta a insegurança dos cálculos baseados nessa pequena amostragem, comparando os graus de liberdade (GL), isto é, para o numerador $GL = n_1 - 1 = 8$ e para o denominador $GL = n_2 - 1 = 6$. Entrando com esses valores na tabela x, ou seja, utilizando a coluna 8 e a linha 6, verifica-se que $P = 0,05$ para $F = 4,15$ e $P = 0,01$

para $F=8,10$. O presente valor de F é uma probabilidade superior a $0,05$, mas ainda é uma probabilidade muito pequena.

Distribuição F com v_1 graus de liberdade no numerador e v_2 graus no denominador
Tabela com percentis 95% da distribuição F

Exemplo
Se X tem distribuição F com 4 graus no numerador e 3 graus no denominador, $\Pr(X \leq 9.12) = 95\%$

$v_1 \rightarrow$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$v_2 \downarrow$										
1	161.45	199.50	215.71	224.58	230.16	233.99	236.77	238.88	240.54	241.88
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40
3	10.13	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79
4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74
6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35
9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85
12	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80	2.75
13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65	2.60
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54
16	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.66	2.59	2.54	2.49

Tabela 09

Pelos dados fornecidos, tem-se a impressão de que a unidade esteve mais distribuída na segunda amostragem, mas, pelos resultados anteriores, constatamos que os ensaios de laboratórios não ofereceram uma evidência conclusiva. Se, realmente, existiu uma maior uniformidade, a amostragem realizada foi demasiado pequena para evidenciá-la.

Se os dois resultados da tabela x fossem realizados no mesmo dia, a precisão na medida de \bar{X} poderia ser avaliada através do mesmo fator F .

6.7.1 Análise de variância

O objetivo da análise de variância é decidir se as amostras foram retiradas de populações que têm a mesma média. Se as médias amostrais são diferentes entre si, faz sentido perguntar: por que as médias das amostras são diferentes? Existem duas fontes de variabilidade e, portanto, duas respostas.

- A primeira fonte de variabilidade é consequência das populações serem realmente diferentes, denominada como “variabilidade entre”. Quanto maior for a

“variabilidade entre”, maior a evidência que existem diferenças entre as populações das quais foram retiradas as amostras.

- A outra fonte de variabilidade são as diferenças dentro de cada amostra, denominadas como “variabilidade dentro”. Quanto maior for a “variabilidade dentro”, maior será a dificuldade para concluir que as populações sejam ou não diferentes.

As premissas da análise da variância são:

- As amostras são extraídas de populações que têm distribuição normal;
- As populações têm o mesmo valor de variância;
- As amostras são aleatórias e independentes.

O procedimento do teste de hipóteses que deve ser estabelecido é o seguinte:

- A hipótese nula H_0 afirma que as k populações sob análise tem o mesmo valor de média;
- A hipótese alternativa H_1 afirma que nem todas as médias das populações são iguais, pelo menos duas médias são diferentes.

Como o início da análise da variância se deu na agricultura, no desenvolvimento do procedimento do teste de hipóteses permaneceram algumas definições dessa área, como é o caso de tratamento. A palavra tratamento significa a causa ou fonte de variação dentro de um conjunto de dados. Por exemplo, na verificação da eficiência no crescimento de uma lavoura tratada com quatro tipos de fertilizantes, cada um dos fertilizantes é um tratamento. Da mesma maneira, na verificação do desempenho em km/litro de carros consumindo três tipos de combustíveis, cada tipo de combustível é um tratamento.

Por que chamar de análise de variância a um tratamento para comparar médias de grupos diferentes? Veremos que da análise da variação dos dados “entre” e “dentro” dos grupos ou séries de dados, conseguiremos obter conclusões sobre possíveis diferenças entre as médias desses grupos.

De maneira formal, o teste de hipóteses para “ k ” tratamentos é estabelecido da seguinte forma:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3 = \dots = \mu_k$$

H_1 : as médias dos tratamentos não são as mesmas.

Como pelas hipóteses da análise da variância, as variâncias das populações são iguais, a hipótese nula afirma que as populações são idênticas, e a hipótese alternativa afirma que existe alguma diferença entre as médias, independente do número de populações que diferem. A distribuição F ajudará na decisão de aceitar ou rejeitar a hipótese nula. O objetivo é obter o valor de F observado dado pela relação:

$$F = \text{variância entre} / \text{variância dentro} = S_b^2 / S_w^2$$

Que será comparado com o F crítico para um dado nível de significância α . Usaremos, também o “p-value” para decidir no teste de hipóteses.

Exemplo:

Sejam três amostras como os valores de médias e variância apresentados na tabela 10. As três amostras são aleatórias, independentes e foram extraídas de populações normais com variâncias iguais. Pede-se calcular o valor do F observado.

	Grupo 1	Grupo 2	Grupo 3
	10	6	14
	8	9	13
	5	8	10
	12	13	17
	14		16
	11		
Média	10	9	14
Variância	10	8,67	7,5

Tabela 10

Solução:

Denominando como “k” o número de amostras ou tratamentos, e com n_k o número de observações de cada amostra, o procedimento de cálculo é apresentado a seguir.

Cálculo da variância “dentro”: começamos por calcular a média das variâncias das amostras, com a expressão:

$$S_w^2 = (\sum_{(j=1:k)} (n_j - 1) * S_j^2) / (n_T - k)$$

Nessa expressão, n_T é o número total de observações, e $n_T - k$ é o número de graus de liberdade. Substituindo os dados do exemplo, temos:

$$S_w^2 = [(6-1)*10+(4-1)*8,67+(5-1)*7,5]/(15-3) = 106/12 = 8,83$$

Nesta expressão, as variâncias das amostras foram multiplicadas por $(n-1)$, pois foram calculadas como amostras.

Calculo da variância entre: o primeiro passo é o valor da grande média X'' , correspondente à média de todas as observações, usando a expressão:

$$X'' = (X_1 + X_n) / (n_1 + n_2 + \dots + n_k)$$

Substituindo os dados do exemplo obtemos o valor $X'' = 11,07$ da fórmula:

$$X'' = (10+8+\dots+17+16)/15 = 11,07$$

O passo seguinte é calcular a variância das médias das amostras com relação à grande média, usando a expressão:

$$S_b^2 = \sum_{(j=1;k)} n_j * (X'_j - X'')^2 / (k - 1)$$

Substituindo os dados do exemplo, obtemos:

$$S_b^2 = [6*(10-11,07)^2 + 4*(9-11,07)^2 + 5*(14-11,07)^2] / (3-1) = 66,93 = 33,47$$

Demonstra-se que o numerador da variância “dentro” S_w^2 mais o numerador da variância “entre” S_b^2 é igual à soma dos quadrados de todos os desvios com relação à grande média, denominado como SS; isto é $SS = \sum_{(i=1;n)} (X_i - X'')^2$. O valor de SS é 172,9333. Portanto, o valor da variância “entre” S_b^2 pode ser obtida como resultado da diferença SS menos o numerador da variância “dentro” S_w^2 igual a 106. Finalmente, $S_b^2 = 172,93 - 106 = 66,93$.

Cálculo do F observado: substituindo os resultados anteriores obteremos:

$$F = S_b^2 / S_w^2 = 33,47 / 8,83 = 2,79$$

O valor de F observado dá como resultado a variabilidade “entre” por unidade de variabilidade “dentro”. Em outras palavras, o F observado mede quantas vezes a variabilidade das médias amostrais é maior que a variabilidade amostral. No exemplo podemos dizer que a variabilidade entre os grupos é 3,79 vezes maior que a variabilidade amostral. Será que esse número é suficientemente grande para indicar que as populações são diferentes? O passo seguinte é comparar a estatística F com o valor F crítico da distribuição F. Iremos adotar um nível de significância $\alpha = 0,05$.

Os graus de liberdade são:

- Do numerador: $v_1 = k - 1 = 3 - 1 = 2$

- Do denominador: $v_2 = n_T - k = n_1 + \dots + n_k - k = 6+4+5-3 = 12$

Para um nível de significância igual a 0,05, o valor do F crítico é obtido com a função estatística $INF(0,05;2;12)$ que dá o resultado $F_c = 3,8853$, que representa o valor máximo da estatística no caso de H_0 ser verdadeira. Concluindo como o valor observado $F_o = 3,79$ é menor que o valor crítico $F_c = 3,8853$, não pode rejeitar a hipótese nula, isto é, as médias das amostras não são significativamente diferentes entre si. Ao mesmo tempo, se realizarmos a comparação das médias com o p-value, deveremos calcular $P(F \geq 3,79)$ cujo resultado obtido com a função estatística $DISTF(3,79;2;12)$ é igual a 0,053. Portanto como o p-value é maior que 0,05 deveremos aceitar a hipótese nula. Se no exemplo o nível de significância fosse igual a 1%, o valor crítico F_c seria igual a 6,93, mantendo-se a decisão de aceitar a hipótese nula.

Usando a ferramenta de análise do EXCEL, “Anova: Fator Único”, as informações necessárias são as seguintes:

- Intervalo de entrada: informamos o intervalo de entrada das três séries, incluindo os títulos;
- Rótulos: selecionamos este item, para os intervalos das séries incluem os nomes das séries;
- Alfa: informamos o valor do nível de significância 0,05;
- Em “Opções de saída” devemos informar o endereço da célula inicial a partir da qual a ferramenta de análise apresentará os resultados.

7. PRINCIPAIS PROPRIEDADES DOS VÁRIOS TIPOS DE PAPÉIS (VISÃO GERAL)

A tabela 10 abaixo mostra as principais propriedades dos papéis em geral e a importância de cada propriedade para o tipo de papel considerado. Estes níveis de importância estão identificados como:

Grande importância (Propriedades que caracteriza o papel: especificações)	
Média importância (É importante como propriedade adicional)	
Pequena importância (Pode ser dispensada como análise)	

Propriedades / Tipos de papéis	Papel para impressão e escrita	Papel imprensa	“Tissue” (sanitários)	Papéis “kraft” para embalagens	Papelão corrugado	Papéis para sacaria	Cartões
Gramatura							
Espessura							
Volume específico (“bulk”)							
Umidade							
Formação							
Orientação de fibras							
Dupla face							
Porosidade							
Lisura							
Arrancamento superficial							
Resistência à tração							
Alongamento							
Resistência ao rasgo							
T.E.A.							
Resistência às dobras							
Resistência ao estouro							
Rigidez							
Teor de cinzas							
pH e acidez							
Permanência							
Cor							
Alvura							
Brilho							
Estabilidade dimensional							
Maciez							
Resistência a úmido							
RCT							
Cancora (CMT)							
Resistência à água							
Resistência à delaminação							
Coefficiente de fricção							
Resistência a compr. de canto							
Resistência à vincagem							

Tabela 10

8 PROPRIEDADES IMPORTANTES PARA OS PAPÉIS DE EMBALAGEM COM ÊNFASE EM PAPÉIS “KRAFT”, E A INFLUÊNCIA DE ALGUMAS VARIÁVEIS DE PROCESSO SOBRE ESTAS PROPRIEDADES

8.1 PROPRIEDADES IMPORTANTES PARA EMBALAGENS LEVES

As embalagens leves são as mais diversificadas e atendem a todo tipo de produto, aparência em casos de apresentação é fundamental como no caso de embrulhos de presentes e alimentos. Outras características para o caso de alimentos é a impermeabilidade. No caso de embalagens industriais a impermeabilidade e a resistência são itens fundamentais. Os embrulhos utilizados em pequenos comércios não têm grandes exigências; e por último, saquinhos para embalagens de alimentos (principalmente em padarias) devem ter aparência e média resistência.

8.2 PROPRIEDADES IMPORTANTES PARA EMBALAGENS PESADAS

As embalagens sujeitas a maiores exigências, principalmente quanto à resistência, são definidas como pesadas e neste agrupamento estão incluídos o papelão ondulado e o saco “kraft”. No caso do papel ondulado, o conjunto miolo e capa são formados para tornar mais resistentes as caixas que embalam produtos pesados.

8.3 PROPRIEDADES COMUNS AOS PAPÉIS DO TIPO KRAFT

8.3.1 Gramatura, espessura e umidade

8.3.1.1 Gramatura

A gramatura é definida como a massa em gramas de um metro quadrado de papel (g/m^2). Possivelmente a gramatura seja um dos parâmetros mais conhecidos do papel posto que influi bastante sobre as características do produto acabado e devido ao fato do papel ser normalmente comprado a “peso” (na realidade o termo correto é “massa”).

Na América do Norte este parâmetro denominado gramatura se substitui pelo conceito de “peso básico” a qual expressa o peso básico em libras de uma resma de papel (500 folhas) cortada a sua medida “básica”. Esta medida básica varia segundo os tipos de papel. Para

papéis de imprimir e escrever o tamanho é de 17 x 22 polegadas e para papéis tissue o tamanho é de 24 x 36 polegadas, por exemplo. Gramatura é o peso básico de papel expresso em gramas por metro quadrado, e é independente do número de folhas.

A especificação da gramatura de um papel está na razão direta do uso a que se destina e daí sua importância. Como exemplos práticos: emprega-se um papel de baixa gramatura para uma correspondência e um papel de alta gramatura quando se trata de uma capa de livro, um convite de casamento ou uma ficha de registros.

Economicamente, é o fator altamente considerável (dentro de certos limites), pois dois tipos de papel com propriedades hipoteticamente iguais, porém de gramaturas diferentes, o de menor gramatura seria o mais desejável já que permitiria fabricar mais exemplares por peso. Evidentemente, trata-se apenas de um exemplo, pois a variação de gramatura poderia acarretar modificações de outras características que veremos a seguir, como espessura, resistência, opacidade, etc.

Existe uma inter-relação muito forte entre permeância ao ar, espessura, umidade, aspereza e gramatura. Praticamente, não se pode modificar nenhuma destas características sem afetar as demais. Se por exemplo, se reduz a gramatura mantendo a espessura e a umidade constante, a permeância ao ar e aspereza aumentará de valor. Também, se não for possível alterar a espessura de um papel e se deseja dispor de uma menor aspereza, deverá se incrementar a gramatura para possibilitar uma maior calandragem do papel, o qual aumentará sua densidade aparente.

O teste para determinação da gramatura poderá ser feito cortando-se um metro quadrado de papel e depois se pesando esta área. Mas, normalmente, não se procede assim para a determinação da gramatura, principalmente devido a dois fatores:

- Dificuldade em se ter um metro quadrado exato de papel;
- Necessidade de rapidez e facilidade de manuseio no procedimento do teste.

Normalmente, a determinação da gramatura do papel é feita por uma das seguintes maneiras:

- Cortando-se uma área pequena do papel (10 cm x 10 cm), por exemplo, pesando-se esta área e extrapolando-se o peso obtido para 1 m^2 , por uma simples regra de três;

- Cortando-se uma área previamente determinada (25 cm x 40 cm) e pesando-se em uma balança apropriada onde se obterá diretamente o peso de 1 m². A tolerância de gramatura normalmente aceita para papéis finos é de $\pm 5\%$.

Na figura 10 é mostrada a balança digital de gramatura modelo BG-2000 da REGMED.



Figura 10

(FONTE: www.regmed.com.br)

8.3.1.2 Espessura

A espessura ou "caliper" é definida como a distância perpendicular entre as superfícies principais do papel e papelão (cartão) sob condições específicas. O controle de espessura é importante em todos os tipos de papel e papelão e, em particular, naqueles cujos beneficiamentos e/ou utilização exigem rigor neste aspecto. Por exemplo, a espessura de um livro está diretamente relacionada à espessura do papel usado.

A comprovação da espessura do papel como valor absoluto tem sentido quando se trata de comprovar se esta medida corresponde a o que se havia solicitado. Devido ao fato do conteúdo de umidade afetar a espessura e, muitos papéis e papelões mostrarem alguns graus de compressibilidade, várias medidas são feitas em áreas específicas das amostras de teste sob condições ambientais controladas, e sua medida média é então considerada como representativa da espessura deste papel em particular.

Não obstante, resulta em geral muito mais interessante comprovar como característica do papel a uniformidade desta espessura dentro da folha e de uma folha a outra de uma mesma fabricação. Pela forma com que se constitui a folha de papel durante a fabricação pode compreender-se que sua superfície não é perfeitamente plana e que pode apresentar irregularidades em uma ou outra face que afetam diretamente a espessura nestes pontos.

A uniformidade da espessura também é um fator de extrema importância como é caso de alguns tipos de papel em que se requer pouca variação transversal e longitudinal. Um perfil transversal irregular de espessura produzirá defeitos conhecidos no mundo papeleiro como “canais”, “pneus”, “beirada mole”, etc. A tolerância que normalmente se aceita para a espessura é da ordem de $\pm 4\%$.

A espessura do papel é influenciada pela gramatura, pela prensagem e calandragem que o papel sofre, pela refinação das fibras antes da folha ser formada, pelos materiais extras que são adicionados à folha, pelo tipo de fibra usada e pela umidade da folha. A espessura aumenta com o aumento do comprimento de fibra usada e da gramatura. Por outro lado, a espessura diminui com o aumento da refinação, da prensagem e da calandragem. O Aumento do conteúdo de umidade propicia uma maior calandragem, diminuindo a espessura. Por outro lado, existem propriedades que são dependentes da espessura, como a rigidez a flexão, por exemplo.

O teste para determinação da espessura é feito em aparelho chamado micrômetro (**figura 11**), Modelo ME-1000 da Regmed, cuja característica principal é ter dois discos planos e paralelos entre os quais se coloca a amostra do papel. O disco inferior é fixo e o superior é móvel na direção perpendicular ao outro. Normalmente o resultado é expresso em milímetros (mm) ou micrometro (um) que também é denominado micra (u). A faixa de espessura vai de 0.0003 polegadas (0.008 mm) para papéis usados em capacitores até 1 polegada (25.4 mm) ou maior para papelões usados para fins específicos.



Figura 11

(FONTE: www.regmed.com.br)

A densidade aparente é a massa em gramas de um centímetro cúbico (g/cm^3) de papel. O valor da densidade é obtido, dividindo-se a gramatura (em g/m^2) pela espessura (em micra). Duas folhas com a mesma gramatura, mas de espessuras diferentes e aparentemente iguais, apresentam desempenho diferente. Isso porque o conceito de densidade aparente tem um caráter bastante amplo, pois está relacionada com diversas outras características como permeância ao ar, rigidez a flexão, opacidade, dureza, resistência, etc.

A densidade aparente é uma medida do grau de compactação do papel. O papel com densidade baixa é mais fofo e com densidade alta é mais compacto. O parâmetro conhecido como volume específico, inverso da densidade aparente e expresso em cm^3/g , é denominado, muitas vezes, de corpo (“bulk”) e reflete bem o que os profissionais do ramo gráfico chamam de papel mais incorporado (menor densidade aparente e maior volume específico) ou menos incorporado (maior densidade aparente ou menor volume específico).

Os diversos tipos de papel diferem na densidade aparente devido às cargas, agentes químicos, tipos de fibras, calandragem, etc. Deve-se mencionar que, em geral, ela é diretamente proporcional à resistência e inversamente à permeância ao ar do papel. É evidente ainda que um aumento na espessura do papel não acarretará, necessariamente, um aumento na gramatura.

8.3.1.3 Umidade

A umidade ou teor de umidade é o peso de água no papel em termos percentuais (%). A umidade afeta várias das características do papel tais como gramatura, resistência, propriedades elétricas, etc., e é muito importante na qualidade de vários processos de beneficiamento incluindo revestimento, impregnação, calandragem, impressão, etc. Umidade baixa causa excesso de eletricidade estática. Umidade muito alta reduz a resistência do papel.

O conteúdo de umidade de uma folha de papel é dependente da umidade relativa de sua atmosfera ambiental. Um aumento na umidade relativa causa no papel um aumento do conteúdo de umidade e um decréscimo na umidade relativa faz o papel perder umidade. Materiais que exibem este tipo de resposta à umidade são chamados de higroscópicos.

Devido ao fato da umidade afetar fortemente as propriedades do papel, a avaliação das propriedades em laboratório deve ser realizada sob uma temperatura e umidade relativa padrões, como foram vistas anteriormente. Sob condições padrões o conteúdo de umidade de muitos papéis deverá estar entre 7% e 9%.

O papel, tal como o cabelo humano e o algodão, é higroscópico devido a forte atração por moléculas de água exibido no caso da celulose, hemicelulose e outros componentes das fibras fabricadas a partir da madeira. A fibra tem um tubo central oco chamado lúmen, e as paredes da fibra têm espaços disponíveis para moléculas de água. A absorção de moléculas de água pela fibra faz com que a fibra sofra um processo de inchamento.

A parede da fibra é organizada de forma tal que o inchamento lateral é cerca de 15 à 20 vezes maior que o inchamento longitudinal, o qual causa variações dimensionais no papel (em torno de 1 a 4% no sentido contra a fibra. O inchamento aumenta a flexibilidade da fibra e enfraquece as ligações fibra a fibra. O relaxamento das tensões internas no papel com o aumento do conteúdo de umidade, junto com o inchamento das fibras produzem mudanças na dimensões do papel resultando em alargamento da folha no sentido contra a fibra, encanoamento, “pés-de-galinha” e ondulamento.

Genericamente, a determinação do teor de umidade é feita da seguinte maneira: pesa-se o papel, seca-se o mesmo em estufa, pesa-se o papel seco e calcula-se o valor percentual da diferença de peso sobre o peso do papel antes de secar.

8.3.2 Resistência à tração

Resistência à tração é a força de tensão direta, necessária para arrebentar o papel, quando aplicada longitudinal ou transversalmente. Para o caso do papel fornecido em bobina, por exemplo, exige-se que tenha um mínimo de resistência ao rompimento da folha, quando sofre tensão.

A resistência à tração pode ser expressa pela carga de ruptura em quilogramas (kgf), em gramas por milímetro (gf/mm) ou quilonewtons por metro (kN/m). Estas duas últimas unidades resultam da divisão da carga de ruptura pela largura do corpo-de-prova. A resistência à tração pode ser também expressa pelo comprimento de auto-ruptura (km ou m) que é o comprimento necessário para uma fita de papel romper-se devido ao seu próprio peso, quando suspensa em uma de suas extremidades.

A resistência à tração aumenta com o aumento do grau de refino, da prensagem, da colagem superficial, do comprimento da fibra usada e da gramatura diminui com o aumento do conteúdo de umidade. No caso dos papéis que usam carga mineral, a redução do conteúdo de carga também aumenta a resistência à tração, mas pode diminuir a estabilidade dimensional do papel. Uma boa formação do papel favorece sobremaneira a resistência à tração. A tração longitudinal (sentido máquina) é, normalmente, maior do que no sentido transversal. Quanto mais próximos estiverem estes dois valores, mais “quadrado” estará o papel.

O papel pode também esticar sob pressão sem romper. Esta propriedade de estiramento ou deformação afeta a tendência do papel a resistir a súbitos impactos. Para um dado comprimento de ruptura, aumentando a capacidade de estiramento do papel será aumentada a sua capacidade para absorver energia acima de seu ponto de ruptura. Isto é conhecido como absorção da energia de tensão. O estiramento aumenta com o aumento da refinação da massa e influencia a resistência ao rasgo e ao arrebentamento.

A resistência à tração na direção “z” mede a resistência das ligações internas dentro dos limites das folhas quando é submetido à tensão esticando perpendicularmente ao plano da folha. Papéis gomados, fitas, e produtos colados, por exemplo, experimentam solicitações na direção deste tipo e dependem das ligações internas para sua integridade. Cartões multicapas devem ter boas ligações internas entre placas para desempenhar sua função satisfatoriamente.

Muitos diferentes instrumentos estão disponíveis para a medição de tração, sendo os mais apropriados os chamados dinamômetros, os quais aplicam sobre o papel uma força uniformemente crescente, até a ruptura, em condições determinadas de largura e comprimento. Os corpos-de-prova devem ser cortados na direção longitudinal e transversal devido a diferenciação das características do papel em diferentes direções (anisotropia). Na figura 12 é mostrado o dinamômetro DI-21 da REGMED.



Figura 12

(FONTE: www.regmed.com.br)

8.3.3 Alongamento

Esta característica do papel está muito relacionada com a resistência à tração que foi vista anteriormente e também com a resistência ao arrebentamento que será visto mais adiante. Na realidade, é uma característica que apresenta o papel antes que se inicie seu rasgo ou seu arrebentamento quando submetido a um esforço. Nem sempre uma maior resistência ao arrebentamento ou a tração supõe um maior alongamento.

O conceito prático de alongamento pode definir-se como a porcentagem de extensão que sofre um determinado papel ao estar submetido a uma tensão gradualmente crescente, no momento em que produz sua ruptura.

É evidente que o alongamento terá valores distintos na direção da fibra em relação aos que se obtém na direção contra a fibra, sendo que estes últimos serão maiores que os primeiros pela maior elasticidade da ligação entre fibras. Por outro lado, a umidade relativa

favorece a flexibilidade do papel e, portanto, com seu aumento se obtém um crescimento do alongamento antes da ruptura.

Para avaliar a resistência ao alongamento se realiza exatamente o mesmo ensaio que descrevemos ao falar da resistência a tração. Trata-se, portanto, de medir o alongamento que se produz na amostra de papel ensaiada no momento da ruptura.

8.3.4 Resistência ao rasgo

A resistência ao rasgo interno é a quantidade de trabalho necessário para rasgar uma amostra de papel através de uma distância determinada, depois de ter sido iniciado o rasgo na borda. Obviamente, esta propriedade é distinta se levarmos em consideração a direção da fibra ou contra a fibra.

A resistência ao rasgo inicial, também conhecida como resistência ao rasgo nas bordas, difere essencialmente da resistência ao rasgo interno. Neste caso, o esforço que pode produzir a ruptura não é somente a torção, como também o de tração e corte. O agente principal que provoca o rasgo inicial é a aplicação de uma força momentânea do tipo externo cujo efeito depende das tensões de cisalhamento que se encontram presentes, da espessura e da elasticidade do papel.

Mesmo sendo uma característica muito importante, especialmente no que se refere à utilização de papéis em bobina, a resistência ao rasgo inicial na prática tem uma incidência relativamente pequena, principalmente, pela dificuldade de sua medição.

Pode haver consideráveis diferenças entre a resistência ao rasgo interno e a resistência ao rasgo inicial de um papel. O papel celofane, por exemplo, tem uma alta resistência ao rasgo inicial e muito baixa resistência interna ao rasgo. A adição de polímeros elastoméricos aumenta o rasgo inicial. Para facilitar o entendimento, na continuidade deste texto se fará referência à resistência ao rasgo como representante do rasgo interno, por ser esta a propriedade mais usada pelos papeleiros.

A resistência ao rasgo é uma boa medida das condições gerais das fibras em sua utilização como matéria prima. Se algo tem dado errado na fábrica de polpa ou na planta de branqueamento, e a resistência da polpa é reduzida como um resultado disto, o rasgo detectará muitas vezes a mudança de processo.

O controle da resistência ao rasgo é particularmente necessário nos papéis em bobinas (que sofrem tensões diferentes), papéis tissue, papéis para embalagem, papel moeda e todos aqueles que sofrem “manuseio” severo como livros e revistas. Convertedores de papéis para obtenção destes produtos dependem, muitas vezes, mais da resistência ao rasgo do que qualquer outra propriedade do papel.

Resistência ao rasgo é usualmente maior quando medida contra a fibra do que a favor da fibra porque mais fibras são alinhadas na direção da máquina do que na direção transversal. O aumento do conteúdo de umidade (até um determinado valor), do comprimento de fibra usada e da gramatura, aumenta a resistência ao rasgo. Com o aumento do grau de refino acima de um determinado valor, da prensagem, do conteúdo de carga mineral e da colagem superficial haverá uma diminuição da resistência ao rasgo.

O principal método usado para avaliar a resistência ao rasgo mede a resistência interna ao rasgo do papel, e é comumente conhecido como o teste de rasgo ou teste Elmendorf, o nome do inventor deste instrumento padrão. Na figura 13 são mostrados, da esquerda para a direita um Elmendorf analógico e um digital modelo, ambos do modelo ProTear[®].



Figura 13

(FONTE: www.regmed.com.br)

8.3.5 Resistência ao arrebentamento

A resistência ao arrebentamento é definida como a pressão necessária para produzir o arrebentamento do material, ao se aplicar uma pressão uniformemente crescente, transmitida

por um diafragma elástico, de área circular. Esta propriedade é geralmente um bom indicador da resistência ou da tenacidade do papel, sendo comumente chamado de “Mullen” ou estouro.

Apesar de sua popularidade, não parece haver uma forte correlação entre resistência ao arrebentamento e as exigências de uso final do papel, exceto no caso dos “linerboard” usados por recipientes de embarcação. Para este produto, resistência ao arrebentamento é crítico como um teste de controle na fábrica de papel. Também, no caso de sacos usados para embalagens se considera a resistência ao arrebentamento como uma propriedade importante.

A resistência ao arrebentamento aumenta com a crescente refinação, para decrescer com o excesso desta, por causa do maior número de fibras cortadas neste último caso. As variações na gramatura e espessura causam geralmente variação na resistência ao arrebentamento, assim como o uso de aditivos e colas afeta consideravelmente o comportamento do papel e o resultado do ensaio. A resistência ao arrebentamento aumenta com o aumento da compactação da folha (calandragem), da prensagem, da colagem superficial, do comprimento de fibra usado. Já, o aumento do conteúdo de umidade e de carga mineral, reduzirá a resistência ao arrebentamento.

O teste mais comumente empregado é feito no equipamento “Mullen Tester” (figura 14), apresentando um desenho explicativo e o equipamento da REGMED modelo MTA-2000P) que aplica ao papel uma pressão hidráulica uniformemente crescente, mediante um diafragma elástico de área padronizada. A resistência ao arrebentamento é medida pela fixação da amostra, submetendo-a a uma pressão de um dos lados. Isto causa a amostra uma deformação em um hemisfério até a falha ocorrer por ruptura. Usualmente, o resultado é expresso em “lb/pol²” ou “kg/cm²”.

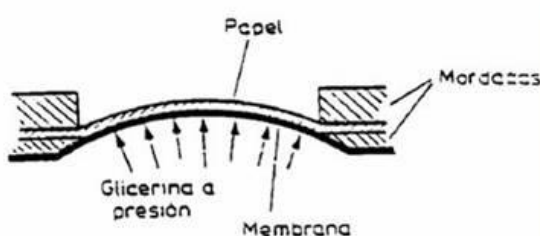


Figura 14

(FONTES: Apostila “Técnicas de fabricação de papéis e cartões para embalagem” e

www.regmed.com.br)

8.3.6 Permeância ao ar

Muito do ar no papel reside nos poros na estrutura da folha enquanto o restante está presente no interior das fibras. A relação percentual entre o somatório dos volumes dos poros em relação ao volume total de uma folha é chamada de porosidade da folha. A porosidade é ocasionalmente utilizada em estudos de laboratórios ao passo que uma propriedade relativa, permeância ao ar, é que é frequentemente utilizada em ambientes industriais.

A permeância ao ar é definida como a propriedade do papel que permite fluir através da folha um fluxo de ar sob uma diferença de pressão conhecida. A permeância ao ar é importante para a performance de uso final de muitos papéis. Por exemplo, papéis para sacos, papéis absorventes, papéis filtro, e papéis toalhas requerem alta permeância ao ar, enquanto que papéis a prova de gorduras (“grease-proof”) devem ter baixa permeância ao ar.

Não se devem confundir os termos porosidade (fração de espaços vazios) com permeância ao ar (capacidade de ser atravessada pelo ar), ainda que, geralmente, um papel muito poroso será também bastante permeável. Outro termo normalmente usado é resistência ao ar, que é o inverso da permeância ao ar. A porosidade é dada em percentual (%) e a permeância ao ar é dada em mililitros por segundo (ml/s) ou micrometros por Pascal.segundo { $\mu\text{m}/(\text{Pa}\cdot\text{s})$ } e a resistência ao ar é medida em segundos por 100 mililitros (s/100 ml).

A permeância ao ar é uma conseqüência, principalmente do grau de refinação e das fibras que compõem o papel, mas vários outros fatores também podem influenciar os seus resultados, tais como: distribuição de fibras, densidade, teor de carga, prensagem, calandragem, etc. O controle da permeância ao ar pode ser usado como um meio de indicação de resistência mecânica, grau de absorção e também como um fim em função da utilização do papel, como os destinados a filtro, onde ela indica o poder de filtração. Os papéis com alta permeância ao ar são normalmente chamados de macroporosos ou “abertos”, enquanto que no caso inverso são chamados de microporosos ou “fechados”.

O aumento do comprimento de fibra usada aumenta a permeância ao ar, enquanto que o aumento do conteúdo de umidade, da refinação, da prensagem, da colagem superficial, da calandragem, da gramatura e do conteúdo de carga mineral, diminuem a permeância ao ar.

Os aparelhos que medem a permeância ao ar são chamados porosímetros (prova de que os dois termos porosidade e permeância ao ar, são usados às vezes com o mesmo significado). Existem vários tipos de porosímetros como, por exemplo, os equipamentos denominados por

“Schopper”, “Bendtsen”, “Sheffield”, “Gurley”, “Bekk”, “Vaso de Mariotte”, etc., mas, todos eles funcionam baseados no mesmo princípio: induzir a passagem de ar através do papel e medir esta passagem.

A diferença básica é que, os três primeiros equipamentos, por exemplo, permitem determinar o volume de ar que atravessa a superfície do papel, enquanto que o “Gurley” mede o tempo (em segundos) necessário para que um volume de ar passe através de uma determinada superfície do papel. Devido a isto, todas as vezes que falamos de um valor de permeância ao ar, devemos mencionar o tipo de aparelho usado para a medição.

No “Gurley” (figura 15) a passagem de ar através do papel é provocada pelo deslizamento livre de um cilindro interno, graduado em cm^2 , em um cilindro externo contendo óleo mineral. O resultado é dado por um cronômetro com a finalidade de medir o tempo em segundos gastos para um determinado volume de ar. Normalmente o volume fixado é de 100 cm^3 (100 ml), mas se o papel oferece grande resistência à passagem do ar, pode-se fixar um volume menor (50 cm^3 , por exemplo) e se a resistência for pequena fixa-se um volume maior (300 cm^3 , por exemplo).

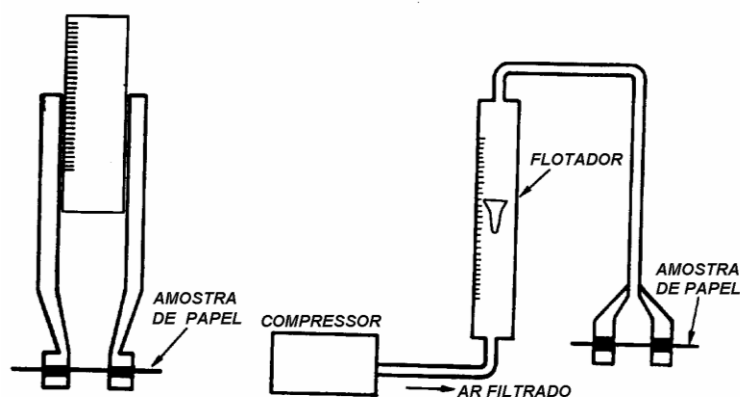


Figura 15

8.3.7 Absorção de água (teste de “cobb”)

É a resistência à penetração de água. A colagem é importante nos papéis que terão de entrar em contato com algum líquido, ou mesmo que estejam sujeitos a um ambiente cuja umidade relativa do ar é alta.

Para cada uso final, o papel deve ter uma faixa de colagem. Para exemplificar, vamos citar os papéis para impressão, que não podem ser pouco colados, pois os caracteres

impressos sairiam borrados, e também não podem ser demasiadamente colados pois dificultaria a secagem da tinta, provocando sujeira e borrões

Há várias maneiras de se medir a colagem, como por exemplo: teste de “Cobb”, ensaio de “Carson”, “Klemm”, Hércules, ensaio da pena (colagem à tinta ou processo de riscos), ângulo de contato e imersão em água. Dentre as quais destacamos, a seguir, as mais usuais:

- Ensaio da pena: Faz-se uma série de riscos com uma caneta (pena) especial usando tinta padronizada, sobre os dois lados do papel. Observa-se se houve penetração e espalhamento de tinta e, algumas vezes, se mede o tempo para secar a tinta. Este teste é usado em papéis de imprimir e escrever. No caso de cartões para fichas, por exemplo, que devem ser bastante colados, os riscos são apagados por borracha e depois risca-se outra vez, no mesmo lugar onde se passou a borracha, e se observa a penetração e o espalhamento da tinta (teste de resistência à borracha);
- Teste de “Cobb”: Corta-se e pesa-se uma folha de papel. Coloca-se a folha em contato com um líquido (água, por exemplo), usando-se o aparelho “Cobb”, por um tempo determinado (1 minuto). Eliminando-se o excesso do líquido sobre a folha, e pesa-se a folha outra vez. A diferença de peso é a quantidade do líquido que foi absorvido pelo papel. Os resultados são extrapolados para 1 (um) m² e dados em g/m², o que significa a quantidade em gramas do líquido que foi absorvido por um metro quadrado do papel. A figura 16 apresenta o equipamento de medição de “Cobb” da REGMED.



Figura 16

(FONTE: www.regmed.com.br)

8.4 PROPRIEDADES ESPECÍFICAS PARA PAPELÃO ONDULADO - CAPAS (“KRAFTLINER/TESTLINER”)

8.4.1 Capacidade de empilhamento

Após ter sido especificado o papel, deve ser realizado um teste de compressão. O método mais difundido é o de RCT (“Ring Crush Test”) feito tanto para o miolo quanto para a ou as capas. O resultado é expresso em “kN/m”.

A resistência à compressão (RCT) é hoje a mais importante para avaliação da qualidade de um papel para a confecção de chapas de papelão ondulado, pois, está diretamente relacionada com a resistência à compressão de canto da chapa de papel ondulado, avaliada através do “Edge Crush Test” (ECT) que, por sua vez, definirá a resistência ao empilhamento das caixas de papel ondulado, avaliada pelo “Box Compression Test” (BCT).

Para os papéis de embalagem que normalmente apresentam espessura entre 0,2 e 0,5 mm, a altura dos corpos de prova deveria ser de 1,7 a 4,3 mm para trabalhar na faixa de máxima resistência de compressão.

Devido a isto na maioria dos ensaios de compressão dota-se o corpo de prova de uma forma ondulada ou circular para reduzir os efeitos de flexão ou arqueamento associados à compressão, conforme mostra a figura 17 abaixo.

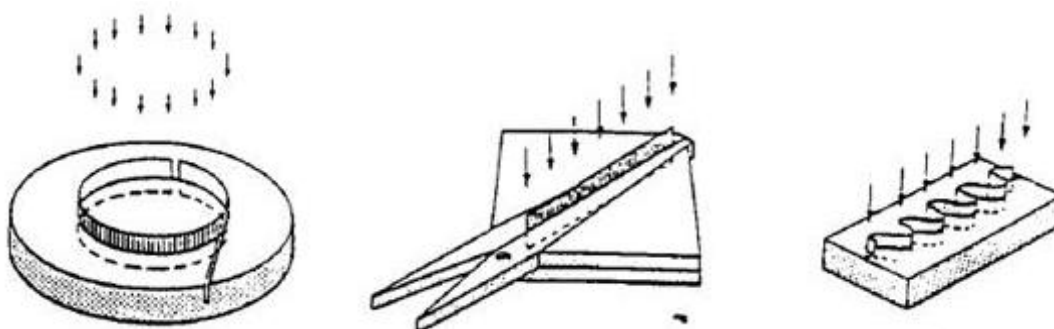


Figura 17

O inconveniente deste teste está no fato do papel estar em forma de anel que é uma condição diferente de sua função estrutural no papelão ondulado. Também em gramaturas maiores que 300 g/m^2 ao curvamos o papel podemos enrugá-lo falseando o resultado. Este ensaio correlaciona-se com o ECT.

8.4.2 Resistência à delaminação

Testes que determinam a coesão interna da folha de papel (“Ply Bond”). Se observarmos ao microscópio uma seção transversal de um papel poderemos constatar que sua estrutura é multiplana. Isto é, praticamente não encontramos nenhuma fibra disposta na direção da espessura ou direção Z. Do ponto de vista prático, a resistência na direção “z” permite avaliar em que medida o papel ou cartão pode suportar tensões perpendiculares ao plano e, portanto, em quanto poderá suportar as tensões que aparecem durante a impressão e na manipulação da folha. Existem basicamente dois métodos de medir a coesão interna: esforços de tração e impacto.

O método de esforços de tração se baseia em um dispositivo constituído por dois blocos metálicos de superfície polida nos quais se fixa o papel através de fitas adesivas de dupla face (resultados em kPa) como na figura 18 abaixo:

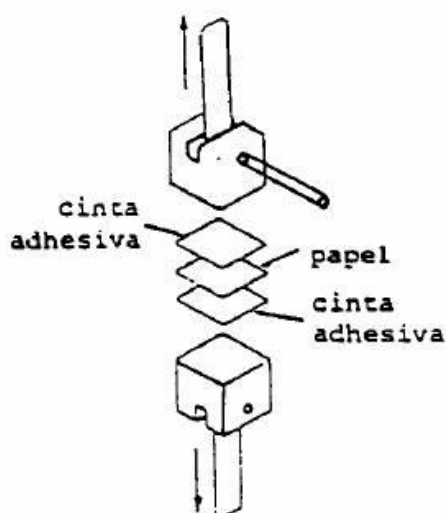


Figura 18

No método de impacto um pêndulo (figura 19) mede a energia absorvida para delaminar a folha. O dispositivo consiste em um pêndulo que arranca uma cantoneira metálica previamente aderida ao papel por fita de dupla face. Este método é utilizado pelo aparelho “Scott Internal Bond Tester”. Os resultados são expressos em unidades de energia por unidade de área, que no SI são J/m^2 .



Figura 19

8.4.3 Coeficiente de fricção

Esta propriedade é importante, principalmente, quando da alimentação das chapas de papelão ondulado às máquinas de conversão e no usuário final, quando da alimentação das embaladeiras.

É importante que a fricção entre as chapas seja baixa o bastante para que os mecanismos de alimentação das máquinas acima citadas possam pegar chapa por chapa. Se a superfície for muito rugosa (alto coeficiente de fricção) correremos o risco de alimentar duas chapas ao mesmo tempo. Se, entretanto, o coeficiente de fricção for muito baixo, existe o risco de deslizamento da pilha de chapas ou caixas prontas. Em geral mede-se esta propriedade através do ângulo em que uma amostra previamente unida a um peso padrão desliza sobre outra amostra do mesmo papel. Pode-se testar a direção máquina contra direção máquina ou direção transversal contra direção transversal.

8.5 PROPRIEDADE ESPECÍFICA PARA PAPELÃO ONDULADO - MIOLO (“KRAFTLINER/TESTLINER”)

O papel miolo é aquele que forma a onda no processo de conversão. Para isto, este papel é submetido a muitas tensões e deformações sobre condições de elevada temperatura e umidade. Como resultado das tensões a que é submetido, o miolo sofre deformações e deverá reter a forma ondulada após deixar a seção de formação da onda na corrugadeira. O bom desempenho de um papel miolo estará referido à capacidade deste em absorver as tensões e deformações sem que estas causem danos e a produzir ao mesmo tempo ondas uniformes.

8.5.1 Resistência à compressão ou esmagamento

A mais importante propriedade do papel miolo é a resistência à compressão ou esmagamento que este pode conferir às ondas. No cartão ondulado esta propriedade é medida pelo “Flat Crush Test” (FCT) que é o teste de compressão de um disco de papel ondulado conforme figura 20 abaixo.

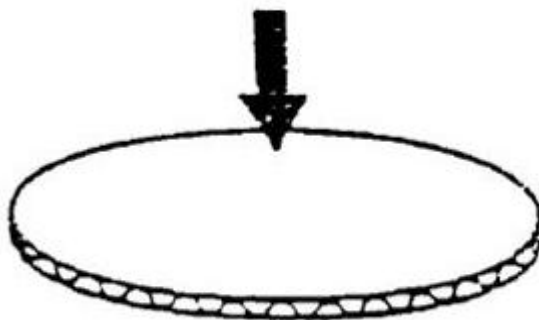


Figura 20

O FCT dependerá da gramatura e da qualidade do miolo e do número de ondas por metro linear. No papel miolo, medimos sua capacidade de resistir ao esmagamento através do “Concora Medium Test” (CMT). O ensaio consiste em ondular uma tira de papel de 6”x1/2” em uma onduladeira de laboratório, de forma que obteremos dez canais de uma onda especial (concora). As amostras são cortadas em direção máquina: ondas em direção transversal iguais ao processo real. Uma vez ondulado o papel é fixado em uma das faces por uma fita adesiva como se fosse uma face simples cartão simplex sendo na seqüência submetido a um ensaio de compressão. Medimos então o esforço necessário (N) para comprimir até o colapso das dez ondas. A resistência à compressão das ondas varia ainda em função de tempo transcorrido entre a realização do ondulado e o ensaio de compressão. Por isto deve-se especificar claramente os tempos de ensaio.

8.5 PROPRIEDADE ESPECÍFICA PARA PAPEL PARA SACARIA

8.5.1 T.E.A. (“Tensile Energy Absorption”)

O T.E.A (“Tensile Energy Absorption”), em português “absorção da energia de tensão”, é o mais importante parâmetro para a sacaria, fornecendo uma boa imagem de resistência e qualidade do saco de papel, e foi nele a concentração de esforços e investimentos para a melhoria da qualidade e redução de custos. O principal foi a microcrepagem com o papel

extensível. Com o desenvolvimento desta tecnologia, já usada em praticamente todas as produtoras de papel para a sacaria, foi desenvolvido o refino em alta consistência, novas seções de prensagem e túneis de secagem. Com o papel extensível se buscou um papel de maior resistência com valorização dos testes em sentido de máquina. No refino em alta consistência se otimizou o tratamento da fibra preservando-a e obtendo altos valores nos testes também em sentido transversal a máquina.

O T.E.A. pode ser definido como sendo o trabalho total dado por unidade de área do papel quando forçado até a ruptura. É a combinação do total de rigidez conseguida através da microcrepagem e da força de tensão a qual demonstra a máxima força que o papel suporta sem quebra. O índice do T.E.A. é a absorção de tensão dividida pela gramatura.

Se em um dinamômetro, acoplado a um registrador, testamos uma amostra de papel a tração, nas duas direções principais (MD e CD), obteremos curvas chamadas reogramas, análogas à figura 21.

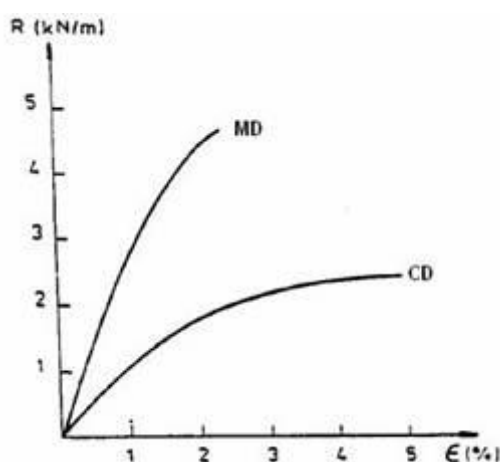


Figura 21

(FONTE: Artigo “Técnicas de fabricação de papel para embalagem” – ABCTP)

Desta figura podemos notar que o papel é mais resistente em direção máquina (MD) do que na direção transversal (CD), enquanto a elongação em CD é bastante maior que em MD. Definimos a área sob a curva tensão-deformação como T.E.A., ou seja, o trabalho de ruptura (figura 22), que é proporcional à energia que um papel pode receber até a sua ruptura. Também definimos a ruptura por tração, à resistência limite de uma amostra de papel, submetida a um esforço crescente e, a elongação, como a deformação máxima que suporta a

amostra até romper-se. Normalmente, expressamos a carga de ruptura como N/m e a alongação em %, então a área sob a curva reograma será expressa como: $N.m/(m.m) = J/m^2$.

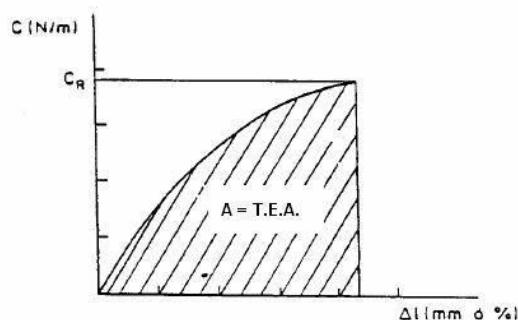


Figura 22

(FONTE: Artigo “Técnicas de fabricação de papel para embalagem” – ABCTP)

Na figura 23 são apresentadas as curvas tensão-deformação para dois tipos de papel. O papel A rompe a um valor de tensão maior que o papel B, enquanto que o papel B alonga mais que A até romper-se. Como a área sob a curva tensão-deformação do papel B é maior do que o papel A, dizemos que o papel B tem maior T.E.A. Para uma determinada carga de ruptura, qualquer incremento na elasticidade do papel, incrementará o T.E.A. Por isto, é que a refinação em alta consistência e a microcrepagem, por exemplo, são tão importantes.

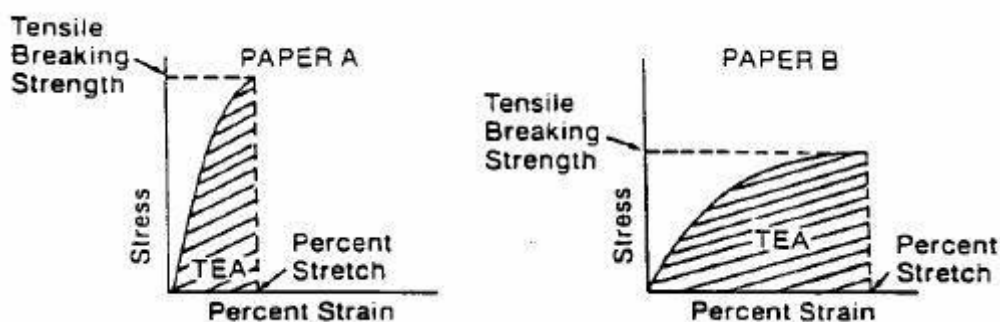


Figura 23

(FONTE: Artigo “Técnicas de fabricação de papel para embalagem” – ABCTP)

Altos valores de T.E.A. possibilitam a redução do número de folhas e da gramatura da folha no saco de papel. Este parâmetro se relaciona diretamente com os resultados de “Drop

teste”. O T.E.A. balanceado é o critério básico par a construção de um bom saco. Com a obtenção de altos T.E.A. temos uma sensível redução nos custos de papel na sacaria.

Sabe-se que a qualidade do saco depende da qualidade do papel. Tendo os papéis de mercado um desenvolvimento quase uniforme nas propriedades do papel no sentido de máquina, as propriedades transversais são as que podem ter maior desenvolvimento e importância na busca de qualidade e competitividade. Os papéis extensíveis contribuíram de forma acentuada na qualidade e custos para a confecção da sacaria. O projeto de uma sacaria depende do conhecimento das qualidades de um papel “kraft”, em realidade das propriedades físicas do papel. Isto é conhecido pelas médias dos valores de T.E.A. nos sentidos MD e CD. E com pressão cada vez maior para reduzir o número de folhas de um saco, estes cálculos se tornam essenciais.

Em 1965, McKee e Whitsitt apresentaram um trabalho mostrando a relação entre o “Drop teste” de um saco multifolhas e os valores de T.E.A. do papel do saco. Esta relação permanece válida até hoje, apesar da evolução que houve na tecnologia de fabricação de papel para sacaria. Os esforços iniciais de desenvolvimento foram no sentido de melhorar as propriedades MD, com o desenvolvimento do extensível. Posteriormente, vieram os desenvolvimentos das propriedades CD com o refino em alta consistência e os secadores a ar (“Fläkt Dryer”). Porém, as propriedades MD e CD continuaram a serem consideradas individualmente, isto por terem processos diferentes no desenvolvimento e obtenção das propriedades do T.E.A. em cada direção.

Entretanto, o fabricante de saco necessita conhecer a força total do saco independente dos métodos de fabricação usados. Um só valor é dado pelo T.E.A. BALANCEADO que é calculado a partir dos T.E.A.s MD e CD utilizando a seguinte fórmula:

$$\text{T.E.A. BALANCEADO} = (\text{T.E.A. MD} + C \cdot \text{T.E.A. CD}) / (1 + C)$$

Onde C é uma constante que varia com as dimensões do saco, o tipo de “drop” e o número de folhas. Para “drop teste” “flat” considera-se C igual a 1,3 para 4 folhas; 1,7 para 3 folhas; 2,2 para 2 folhas, e 2,7 para 1 folha.

Pode-se calcular também o TEA balanceado pelas fórmulas apresentadas na tabela 11:

Nº de folhas	Fórmula
4	$0,43 * T.E.A. MD + 0,57 * T.E.A. CD$
3	$0,37 * T.E.A. MD + 0,63 * T.E.A. CD$
2	$0,31 * T.E.A. MD + 0,69 * T.E.A. CD$
1	$0,21 * T.E.A. MD + 0,73 * T.E.A. CD$

Tabela 11

(FONTE: Artigo “Técnicas de fabricação de papel para embalagem” – ABCTP)

Os benefícios de altos T.E.A. podem ser separados para o conversor e o usuário. Para o conversor de saco, permite menores gramaturas, a redução de número de folhas com o conseqüente uso de menos papel para a mesma quantidade de sacos. Uma menor área de estocagem, e um maior número de sacos por “pallet”, o que representará uma redução nos custos de transporte. Para o usuário representará uma menor gramatura com a resistência do saco mantida, menos quebras, uma área de estocagem menor para sacos vazios e custos reduzidos com sobras.

9. ALGUMAS NORMAS PARA ANÁLISES LABORATORIAIS – PAPEL KRAFT

Segue uma relação de algumas normas ABNT para as análises de processo e produto dos papéis “kraft”:

9.1 PROCESSO:

ABNT NBR 14031:2004 – Pastas celulósicas – Determinação da resistência à drenagem pelo aparelho Schopper-Riegler.

ABNT NBR 14003:1997 – Pastas celulósicas – Determinação da consistência.

9.2. PRODUTO:

ABNT NBR NM-ISO 536:2000 – Papel e cartão – Determinação da gramatura.

ABNT NBR 6738:2001 – Papelão ondulado – Determinação da espessura.

ABNT NBR NM-ISO 535:1999 – Papel e cartão – Determinação da capacidade de absorção de água (Método Cobb).

ABNT NBR NM-ISO 1924-2:2001 – Papel e cartão – Determinação das propriedades de tração – Parte 2: Método da velocidade constante de alongamento.

ABNT NBR NM-ISO 1974:2001 – Papel – Determinação da resistência ao rasgo – Método Elmendorf.

ABNT NBR NM 105:1999 – Papel e cartão – Determinação da umidade – Método por secagem em estufa.

ABNT NBR 11940:2002 – Papel e cartão – Determinação da higroexpansividade até umidade relativa máxima de 68%.

ABNT NBR 14260:2005 – Papel e cartão – Determinação da resistência ao esmagamento do anel (RCT).

ABNT NBR NM-ISO 5636-5:2006 – Papel e cartão – Determinação da permeância e resistência ao ar (faixa média) – Parte 5: Método Gurley.

ABNT NBR NM-ISO 02759:2007 – Cartão – Determinação da resistência ao arrebentamento.

BIBLIOGRAFIA

ADAIR, C.B., MURAY, B.A. Revolução Total dos Processos. São Paulo: Nobel, 1996.

Garantia de qualidade para indústrias químicas e de processo – Um manual de boas práticas / organizado por Sociedade Americana para o Controle da Qualidade, Divisão de Indústrias Químicas e de Processo, Comitê de Interesse Químico; tradução: Maria Claudia Uller; Supervisão técnica: Enio Viterbo Júnior.- Rio de Janeiro: Qualitymark Ed., 1992.

BONDUELLE, G.M. Avaliação e análises dos custos da má qualidade na indústria de painéis de fibras (Tese de doutorado em Engenharia de Produção). UFSC, 1997.

BRITT, K.H. Handbook of pulp and paper technology. New York: Reinhold Publishing Corporation, 1965.

CAMPOS, E.S. Prevenção de ocorrência de desvios eventuais nos processos de produção de celulose e papel – um enfoque operacional. In: Anais do 26º Congresso Anual de Celulose e Papel de ABTCP. São Paulo: 1993.

CAMPOS, V.F. TQC: Controle da Qualidade Total (no estilo Japonês). Belo Horizonte : UFMG, 1992.

CASEY, J. P. Pulp and Paper. Chemistry and Chemical Technology. New York: John Wiley & Sons, 1980.

CELULOSE E PAPEL. BRACELPA – Associação Brasileira de Celulose e Papel. São Paulo: Unipress, ano XV, n. 64, 1999.

CROSBY, P.B. Qualidade sem lágrimas – A arte da gerência descomplicada. Rio de Janeiro : José Olímpio, 1994.

DEMING, W.E. Qualidade: a revolução da administração. São Paulo: Marques Saraiva, 1990.

EBELING, É.C.; BACHMANN, D.L. Indicadores para Máquinas de Papel – Uma referência de desempenho. O PAPEL. São Paulo, Março, 2005.

FUNDAÇÃO PRÊMIO NACIONAL DA QUALIDADE. Indicadores de Desempenho: caderno de orientação sobre o Prêmio Nacional da Qualidade. São Paulo, 1999.

GHINATO, P. Sistema Toyota de Produção: mais do que simplesmente Just-in-Time. UCS, 1996.

-
- HARRINGTON, H. J. O processo do aperfeiçoamento: como as empresas americanas, líderes do mercado, aperfeiçoam o controle de qualidade. São Paulo: Mcgraw-Hill, 1988.
- IMAI, M. Kaizen: A estratégia para o sucesso competitivo. São Paulo: IMAM, 1998.
- KUME, HITOSHI. Métodos estatísticos para a melhoria da qualidade. Editora Gente. São Paulo, 1993.
- MACDONALD, R. G. Papermaking and paper board making. New York: McGraw – Hill, 1970
- MARTINS, S. S. Considerações sobre os novos paradigmas da função controle na manufatura. Tese de doutorado, Escola Politécnica, USP. São Paulo, 1995.
- PHILIPP, P. Celulose e Papel – Tecnologia de fabricação da pasta celulósica. São Paulo: ITP, 1988.
- RAMOS, A. W. Controle estatístico de processos para pequenos lotes. EDITORA EDGARD BLÜCHER LTDA. São Paulo, 1995.
- SCHONBERGER, R. I. Fabricação classe Universal – as lições de simplicidade aplicada. São Paulo: Pioneira, 1998.
- AMORIM, E.S. Controle de Qualidade na Indústria Química”.
- SINK, D. S.; TUTTLE, T. C. Planejamento e medição para a performance. Tradução: Elenice Mazzili e Lúcia Faria Silva. Rio de Janeiro: Qualitymark Editora, 1993.
- SLACK, N. et alli (1996): “Administração da Produção”. Atlas, São Paulo.
- TAGUCHI, G. Engenharia da Qualidade em Sistema de Produção. São Paulo: Mcgraw-Hill, 1990.
- WAENY, J. C. de Castro. Controle da qualidade total em metrologia. Makron Books, McGraw-Hill. São Paulo, 1992.