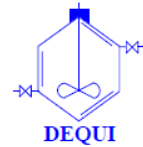




UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
ESCOLA DE ENGENHARIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA



TRABALHO DE CONCLUSÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA

## APLICAÇÃO DA METODOLOGIA SEIS SIGMA NA PRODUÇÃO DE PEBD

*Bruna Moraes Nichele*

136195

Professor Orientador

Dr. Nilo Sérgio Medeiros Cardozo

Junho de 2009

## AGRADECIMENTOS

*Agradeço infinitamente à minha família, da qual compreendo serem partes fundamentais  
Adriana Moraes, Ana Maestri e Danilo Oshiro, pelo incansável apoio.*

*Agradeço também à UFRGS pelo ensino de qualidade e aos professores do Departamento  
de Engenharia Química pelo conhecimento transmitido, sobretudo ao meu orientador Prof.  
Dr. Nilo Sérgio Medeiros Cardozo pela condução deste trabalho.*

*Por fim, agradeço aos integrantes da Braskem S.A., em especial à equipe de Qualidade e  
Produtividade da Unidade Polímeros e principalmente ao meu líder, Nércio Hexsel, pela  
confiança e amizade.*

# SUMÁRIO

INTRODUÇÃO .....	1
CONCEITOS FUNDAMENTAIS .....	3
2.1 EMBALAGENS LONGA VIDA.....	3
2.2 PROPRIEDADES REOLÓGICAS .....	5
2.3 PROCESSO AUTOCLAVE .....	6
2.4 METODOLOGIA SEIS SIGMA.....	8
2.5 APLICAÇÃO DA METODOLOGIA SEIS SIGMA EM PROCESSOS INDUSTRIAIS.....	9
MATERIAIS E MÉTODOS.....	11
3.1 MATERIAIS .....	11
3.2 APLICAÇÃO DAS ETAPAS DMAIC.....	11
RESULTADOS.....	14
4.1 DEFINIÇÃO DO PROBLEMA .....	14
4.2 MEDIÇÃO DO DESEMPENHO ATUAL DO PROCESSO .....	16
4.3 ANÁLISE DE CAUSAS .....	19
4.4 MELHORIAS NA PERFORMANCE DO PROCESSO .....	27
4.5 CONTROLE DO PROCESSO.....	30
CONCLUSÕES .....	31
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	32

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Camadas da embalagem longa vida (Fonte: Tetra Pak).....	3
Figura 2: Processo de revestimento por extrusão.....	4
Figura 3: <i>Neck-in</i> - diminuição da largura do filme na saída da extrusora.....	5
Figura 4: Fluxograma de processo da planta Autoclave .....	7
Figura 5: Histórico de capacidade para $G'$ e $\eta_0$ .....	15
Figura 6: Carta de controle para módulo de armazenamento de energia $G'$ .....	16
Figura 7: Carta de controle para viscosidade a taxa de deformação nula $\eta_0$ .....	16
Figura 8: Teste de normalidade para $G'$ e $\eta_0$ .....	17
Figura 9: Capacidade para $G'$ .....	18
Figura 10: Capacidade para $\eta_0$ .....	19
Figura 11: Distribuição de massa molar para o 1 <sup>o</sup> e o 2 <sup>o</sup> reator .....	26

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Estudo de correlação para os valores médios das variáveis de reação .....	20
Tabela 2: Estudo de correlação para os desvios padrão das variáveis de reação .....	21
Tabela 3: Estudo de correlação para os valores máximos das variáveis de reação .....	22
Tabela 4: Estudo de correlação para os valores mínimos das variáveis de reação .....	23
Tabela 5: Estudo de correlação para a diferença entre os valores máximos e mínimos das variáveis de reação .....	24
Tabela 6: Variáveis de reação com impacto em $G'$ e $\eta_0$ .....	25
Tabela 7: Parâmetros dos modelos para determinação de $G'$ .....	29

## LISTA DE SÍMBOLOS

cpK	Capabilidade
DMAIC	Define-Measure-Analyse-Improve-Control
G'	Módulo de armazenamento em cisalhamento
G''	Módulo de perda em cisalhamento
LSE	Limite superior de especificação
LIE	Limite inferior de especificação
Mn	Massa molar média numérica
Mw	Massa molar ponderal média (ou viscosimétrica)
PEBD	Polietileno de baixa densidade
UNIB	Unidade de Insumos Básicos
Z <sub>LT</sub>	Capabilidade atual do processo no longo prazo (long turn)
Z <sub>SHIFT</sub>	Variação natural do processo
Z <sub>ST</sub>	Capabilidade potencial do processo no curto prazo (short turn)
δ	Ângulo de fase
η <sub>0</sub>	Viscosidade à taxa de deformação nula
μ	Média
σ	Desvio padrão

## RESUMO

As embalagens longa vida surgiram no mercado como uma alternativa para diversos produtos que eram embalados em latas de alumínio ou recipientes de vidro. Estas embalagens são formadas por seis camadas, das quais a segunda na parte interna é composta por um PEBD com a finalidade de dar estabilidade ao processo de revestimento por extrusão, que ocorre a altíssimas velocidades. Para assegurar a qualidade deste processo, duas propriedades reológicas são monitoradas: módulo de armazenamento em cisalhamento ( $G'$ ) e viscosidade à taxa de deformação nula ( $\eta_0$ ). Para a resina em questão, no entanto, tais propriedades apresentavam-se com uma grande variação e, muitas vezes, fora dos limites de especificação. A fim de estabilizá-las e controlá-las, foi utilizada a metodologia Seis Sigma: uma sistemática estruturada para a identificação das principais causas do problema, para a priorização das ações a serem tomadas e para manter os resultados decorrentes de tais ações. Assim, no presente trabalho, foram identificadas as variáveis da reação de polimerização que mais impactam nas propriedades reológicas mencionadas e, então, foram propostas otimizações do processo e métodos de monitoramento contínuo. Desta forma, foi possível agir nas causas que realmente exercem influência sobre estas propriedades reológicas, estabilizando-as.

# CAPÍTULO 1

## INTRODUÇÃO

As embalagens cartonadas ou embalagens longa vida começaram a ser comercializadas no início da década de 50 na Suécia. Alguns anos mais tarde, surgiram também no mercado brasileiro como uma alternativa à embalagem de diversos produtos que até então eram embalados em latas de alumínio ou recipientes de vidro. Atualmente o Brasil produz 9 bilhões de embalagens do tipo longa vida por ano, com um aumento de produção de em média 5% ao ano.

Estas embalagens são compostas por seis camadas, sendo quatro de polietileno, uma de alumínio e uma de papel. Esses materiais em camadas criam uma barreira que impede a entrada de luz, ar, água, microorganismos e odores externos e, ao mesmo tempo, preserva as qualidades nutricionais dos alimentos sem a necessidade de conservantes.

O produto de interesse deste trabalho é um *grade* de polietileno de baixa densidade (PEBD) produzido pela Braskem S.A. para utilização na camada interna de embalagens longa vida. Este *grade*, com nome comercial de BC516, é produzido em uma planta Autoclave e é utilizado na embalagem com a finalidade de dar estabilidade ao processo de revestimento por extrusão, que ocorre a altíssimas velocidades.

A estabilidade da camada de polímero no processo de revestimento por extrusão está intimamente relacionada com as propriedades reológicas da resina, sendo que neste caso as propriedades reológicas mais importantes são o módulo de armazenamento em cisalhamento ( $G'$ ) e a viscosidade à taxa de deformação nula ( $\eta_0$ ).

O módulo de armazenamento  $G'$  é uma medida da elasticidade do material e é afetado tanto pela massa molar média da resina quanto pela sua distribuição de massa molar. A viscosidade à taxa de deformação nula  $\eta_0$  corresponde ao valor de viscosidade obtido a taxas de deformação suficientemente baixas onde o material ainda apresenta um comportamento Newtoniano, ou seja, viscosidade constante com a variação da deformação. Este parâmetro pode ser facilmente correlacionado à massa molar e à taxa de fluidez do polímero.



As campanhas do BC516, atualmente, vêm apresentando resultados de  $G'$  e  $\eta_0$  fora da especificação ou muito próximo dos limites especificados. Em alguns casos, este problema é contornado através do aumento de tempo de armazenagem do lote em silos; porém, em algumas situações, as conseqüências são a ocorrência de devoluções de produto ou a necessidade de reclassificação do produto para que possa ser comercializado como um *grade* de menor qualidade e conseqüente menor valor agregado.

Até o momento, a empresa não dispõe de um modelo fenomenológico que descreva detalhadamente o comportamento destas propriedades reológicas com as variações do processo. Assim, a utilização da metodologia Seis Sigma - DMAIC (Definição, Medição, Análise, Implementação e Controle) surge como uma alternativa para buscar uma melhoria do processo em termos de estabilização das propriedades reológicas do BC516.

A metodologia Seis Sigma consiste em um procedimento de análise sistematizado e na utilização de um conjunto de ferramentas estatísticas quali e quantitativas com a finalidade de otimizar e manter a qualidade do produto a longo prazo através da melhoria contínua do processo produtivo, com foco nas características críticas do cliente e com base na análise do histórico do processo.

O presente trabalho busca identificar uma solução estruturada para manter as propriedades reológicas do BC516 dentro dos limites de especificação exigidos pelo mercado, utilizando a metodologia Seis Sigma. Para isso, foram desenvolvidas as cinco etapas que constituem a base da metodologia: *definição* do problema, *medição* do *status* atual do processo, *análise* das variáveis que impactam nas propriedades reológicas deste *grade*, *implementação* de ações de melhoria no processo e, por fim, *controle* do produto, com a finalidade de alcançar etapas ótimas e, assim, gerar um ciclo de melhoria contínua.

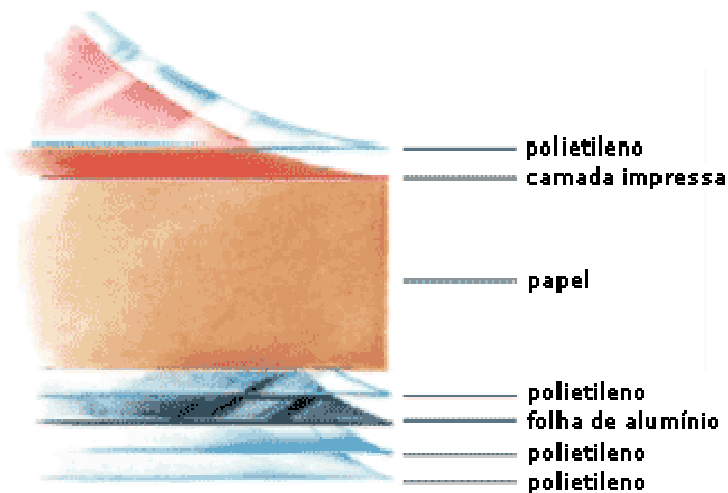
O estudo será dividido da seguinte forma: no Capítulo 2 são apresentados alguns conceitos importantes para compreensão do processo, do produto e de suas propriedades mais relevantes assim como conceitos relativos à metodologia Seis Sigma; no Capítulo 3 é apresentada aplicação desta metodologia; no Capítulo 4, os resultados obtidos e no Capítulo 5 estão reunidas as conclusões deste estudo.

## CAPÍTULO 2

### CONCEITOS FUNDAMENTAIS

#### 2.1 EMBALAGENS LONGA VIDA

As embalagens longa vida são compostas por seis camadas, conforme representado na Figura 1. As camadas internas de polietileno protegem o produto e evitam contato com as demais camadas; a camada de alumínio evita a passagem de oxigênio, luz e a contaminação pelo meio externo; a quarta camada, também de polietileno, é a responsável pela aderência entre a camada de alumínio e a camada de papel; a camada de papel tem como função dar sustentação à embalagem e permitir a impressão; e, por fim, a camada externa de polietileno é utilizada para proteção da camada de papel.

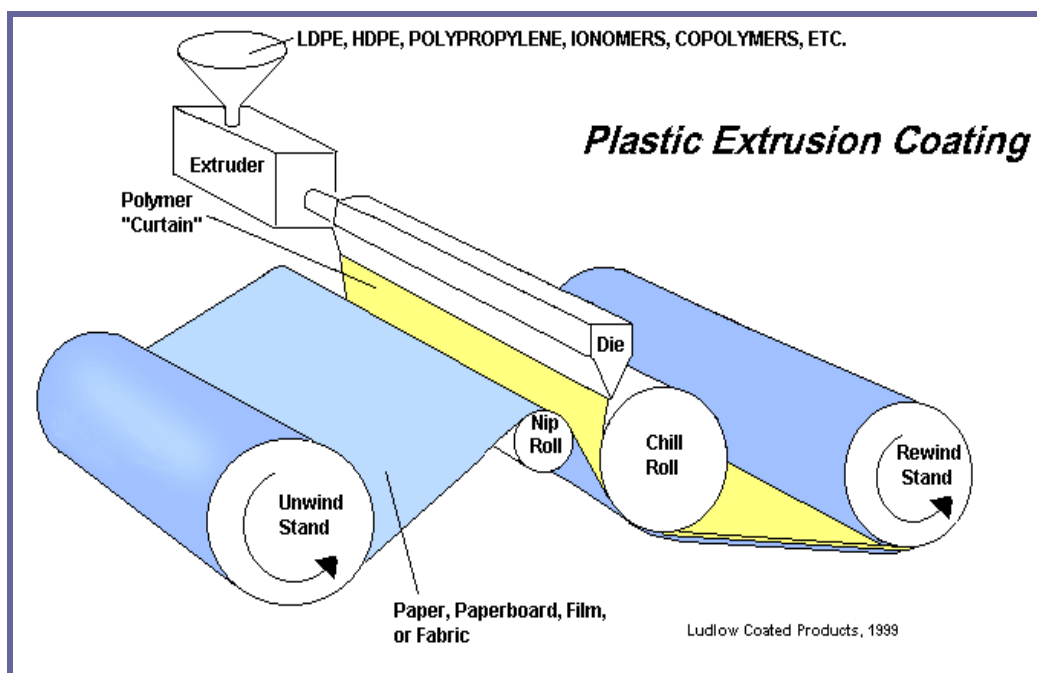


**Figura 1: Camadas da embalagem longa vida (Fonte: Tetra Pak)**

Nas duas camadas internas, há uma camada de polietileno obtido a partir de catalisador metalocênico - que será designado como polietileno metaloceno - diretamente em contato com o produto e uma camada de polietileno de baixa densidade BC516 em contato com o alumínio. O metaloceno apresenta uma distribuição de massa molar média estreita, o que lhe confere estabilidade térmica e boa soldabilidade, impedindo a ocorrência de vazamentos e reduzindo a espessura da camada interna de polietileno nas embalagens

longa vida. O PEBD possui menor custo e melhor processabilidade, o que garante a adesividade do polietileno na folha de alumínio.

No processo de revestimento por extrusão, representado esquematicamente na Figura 2, estes dois materiais são co-extrusados a uma velocidade de cerca de 600 m.s-1. Devido a esta elevada velocidade de processamento, a distribuição de massa molar e o grau de ramificação da resina passam a ter um efeito mais crítico sobre a estabilidade da camada de revestimento e sobre os valores mínimos de espessura que podem ser obtidos.



**Figura 2: Processo de revestimento por extrusão**

Nesta aplicação, a estabilidade do processo está relacionada principalmente à estabilidade dimensional, de forma que um filme estável é aquele capaz de satisfazer simultaneamente as seguintes condições: i) não apresenta o fenômeno de *neck-in* (Figura 3), o qual consiste basicamente na diminuição da largura do filme na saída da extrusora devido a fenômenos viscoelásticos; e ii) apresenta boa resistência elongacional de maneira a poder ser bastante estirado sem que haja ruptura do filme.



Figura 3: *Neck-in* - diminuição da largura do filme na saída da extrusora

## 2.2 PROPRIEDADES REOLÓGICAS

Na maioria dos fluidos poliméricos, diferentemente dos fluidos newtonianos, a viscosidade decresce com o aumento da taxa de deformação. Classificados como materiais viscoelásticos, a resposta mecânica dos polímeros combina efeitos elásticos e viscosos, apresentando um comportamento reológico mais complexo e, portanto, necessitando de outras constantes materiais além da viscosidade para serem completamente caracterizados.

A análise do comportamento viscoelástico dos materiais é de especial importância quando é feita na região onde a relação entre tensão e deformação é linear, onde é mais fácil relacionar as propriedades medidas com as características estruturais do material. Entre estas propriedades pode-se citar, o módulo de armazenamento em cisalhamento ( $G'$ ), o módulo de perda em cisalhamento ( $G''$ ), o ângulo de fase ( $\delta$ ) e a viscosidade à taxa de deformação nula ( $\eta_0$ ).

Além destas, uma outra propriedade importante em processamento em polímeros é a viscosidade elongacional, que representa a resistência do material para escoamentos puramente elongacionais. Esta última propriedade define o desempenho do material em muitas operações de processamento que envolvem escoamentos onde as deformações elongacionais são as predominantes, como, por exemplo, na produção de filmes e fibras.

Especificamente para filmes, os fenômenos de interesse são elásticos e elongacionais. Em relação aos fenômenos elásticos, deseja-se evitar o *neck-in*, ou seja, evitar que o filme sofra uma contração na saída da extrusora, reduzindo a sua largura.

Quanto aos fenômenos elongacionais, espera-se que o filme seja capaz de suportar máximo estiramento para diminuir a sua espessura sem que, no entanto, haja ruptura.

Um dos parâmetros reológicos utilizados para quantificar a elasticidade é o módulo de armazenamento em cisalhamento ( $G'$ ). Esta propriedade é uma medida da elasticidade do material e está associada tanto à massa molar média da resina quanto à sua distribuição de massa molar. Quanto maior for o módulo de armazenamento em cisalhamento, maior a resistência mecânica da resina e, portanto, menor o *neck-in* do filme na saída da extrusora.

Já a capacidade de estiramento do filme formado depende basicamente da viscosidade elongacional da resina. No entanto, a determinação desta propriedade requer técnicas complexas e caras, sendo, por isso, pouco utilizada na maioria dos laboratórios de controle de qualidade de empresas produtoras de resinas poliméricas. Em função disto e sabendo que a taxas de deformação suficientemente baixas a viscosidade elongacional e a viscosidade à taxa de deformação nula apresentam uma relação linear (lei de Trouton – Dealy, 1995), costuma-se fazer o acompanhamento da viscosidade a deformação nula como parâmetro de referência em controle de qualidade de resinas para o processo de revestimento por extrusão.

## **2.3 PROCESSO AUTOCLAVE**

O polietileno de baixa densidade é produzido na planta Autoclave a partir do etileno fornecido pela Unidade de Insumos Básicos (UNIB) com uma pureza de 99,9% e pressão de  $40 \text{ kgf.cm}^{-2}$ . O processo pode ser representado esquematicamente através do fluxograma apresentado na Figura 4.

FLUXOGRAMA DA UNIDADE AUTOCLAVE

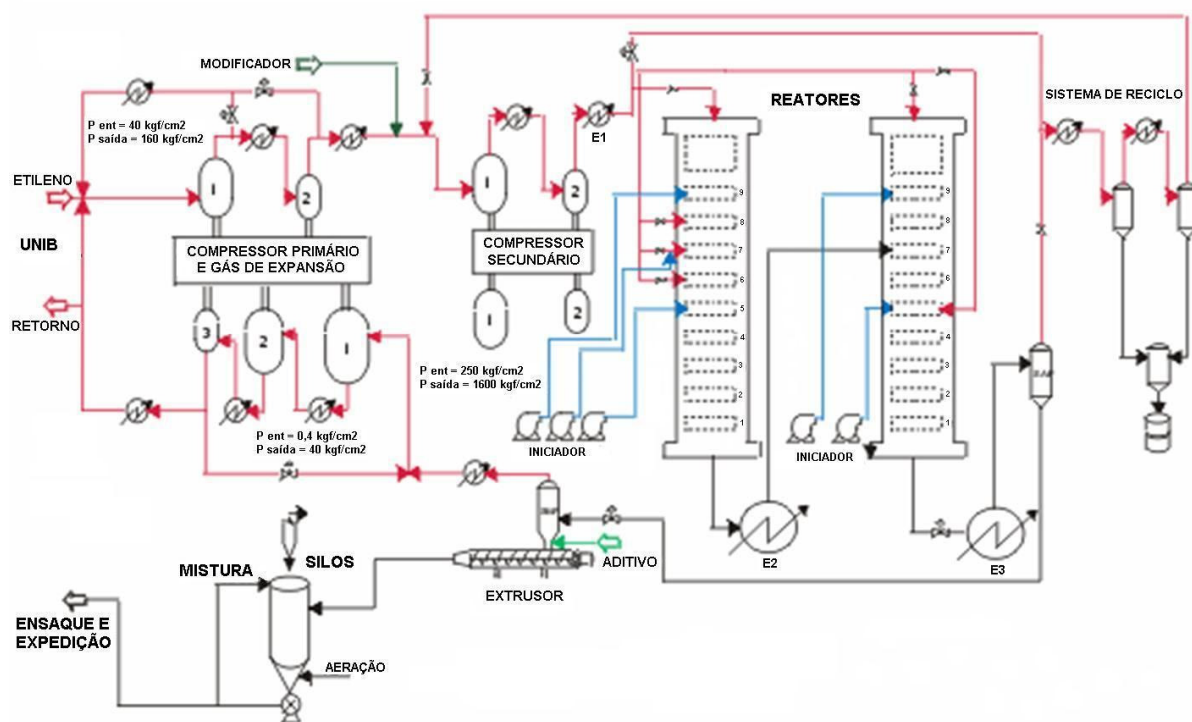


Figura 4: Fluxograma de processo da planta Autoclave

Este etileno puro é misturado com uma corrente proveniente do compressor de gás de expansão e comprimido no compressor primário até uma pressão de  $250 \text{ kgf.cm}^{-2}$ . A esta corrente, junta-se etileno proveniente do sistema de reciclo e o modificador, quando requerido. O etileno, então, é comprimido pelo compressor secundário até a pressão de  $1500 \text{ kgf.cm}^{-2}$  e entra nos reatores através de seis válvulas alimentadoras.

Os reatores da Autoclave consistem de dois vasos agitados radialmente com volume aproximado de  $0,85 \text{ m}^3$  e com conversão de etileno em polímero de 15 a 20% em cada passagem. Os agitadores homogeneízam a massa no interior dos reatores e garantem o rápido aquecimento do gás de alimentação para a temperatura de reação, evitando a formação de bolsas estagnadas de gás que podem levar à degradação do polímero formado.

São utilizados como iniciadores peróxidos orgânicos, que fornecem os radicais livres para o início de reação e são injetados em três níveis no primeiro reator e dois níveis no segundo reator. A injeção de peróxido é responsável pelo controle de temperatura da reação (até  $286 \text{ }^\circ\text{C}$ ), de forma que a quantidade injetada é comandada por controladores automáticos de temperatura.

Após a reação, o etileno não reagido é separado do polímero formado em dois separadores: de alta pressão e de baixa pressão. O separador de alta pressão retira o gás a  $280 \text{ kgf.cm}^{-2}$ , enviando-o para o sistema de reciclo, onde se retira a cera e resfria-se o gás para misturá-lo novamente na sucção do compressor secundário. O separador de baixa pressão retira o gás a  $0,5 \text{ kgf.cm}^{-2}$ , enviando-o para o compressor de gás de expansão (onde há uma purga de gás que é retornado para a UNIB, evitando assim a concentração de inertes no sistema) e o polímero semi-acabado, para a extrusora.

Na extrusora, a resina recebe aditivos conforme especificação do produto, sendo granulada e resfriada por uma corrente de água. Os grãos (*pellets*) formados são enviados para um secador e, posteriormente, para os silos onde são homogeneizados, analisados, ensacados e liberados para venda.

## 2.4 METODOLOGIA SEIS SIGMA

Seis Sigma é uma metodologia estruturada que incrementa a qualidade por meio da melhoria contínua dos processos envolvidos na produção de um bem ou serviço, levando em conta todos os aspectos importantes de um negócio. O objetivo do Seis Sigma, uma estratégia gerencial de mudanças, é conquistar a excelência na competitividade através da melhoria contínua dos processos, produtos e serviços de forma a satisfazer os clientes e atender aos requisitos da organização.

O termo *sigma* está associado com o desvio padrão e é utilizado como uma escala de qualidade e mede a capacidade do processo em trabalhar livre de falhas. Uma falha ou defeito é definido como a não conformidade de um produto ou serviço em relação às suas especificações. Atingir um nível seis sigmas significa reduzir a variabilidade do processo numa taxa de 3,4 falhas por milhão ou 99,99966% de perfeição (Rotondaro *et al*, 2008).

Através da utilização do modelo DMAIC (*define-measure-analyse-improve-control*), de ferramentas e métodos estatísticos, os projetos Seis Sigma são divididos em cinco etapas:

- definição da oportunidade de melhoria;
- medição da performance do processo a ser aperfeiçoado;
- análise das condições atuais do processo;

- implementação de melhorias na performance do processo;
- controle da performance atingida no processo.

Na etapa de definição, são identificados os problemas de um processo que deve ser eliminado ou melhorado. São definidos os requisitos críticos para o cliente e estas necessidades são traduzidas em características críticas para a qualidade.

Na medição, etapa seguinte, é realizada uma coleta de dados de forma representativa e aleatória que permita conhecer o desempenho do processo atual. Através do mapeamento do processo e da visualização de todas as suas etapas, são identificadas as principais entradas do processo (as variáveis X) que têm potencial impacto nas saídas (variáveis Y).

Na fase de análise, as informações coletadas na etapa anterior são analisadas através de ferramentas da qualidade e ferramentas estatísticas e, então, são determinadas as causas óbvias e não óbvias que influem nos resultados do processo – os Xs vitais. Também é definida a capacidade sigma do processo, ou seja, a sua capacidade de produzir itens ou prestar serviços de acordo com as especificações determinadas pelo cliente e/ou pela organização.

Na etapa de implementação, são formuladas ações de melhoria ao processo atual. Os dados estatísticos são traduzidos em dados de processo e, então, são propostas modificações técnicas em elementos do processo, atuando sobre as causas raízes (Xs vitais) do problema identificado. É elaborado um plano de ação e, após o empreendimento das melhorias, é calculada a nova capacidade do processo.

Na última etapa, a de controle, as melhorias implementadas são consolidadas e mantidas e um sistema de medição e controle é estabelecido para medir continuamente o processo. Através do monitoramento dos Xs críticos é possível manter a capacidade do processo estabelecida e indicar melhorias futuras.

## **2.5 APLICAÇÃO DA METODOLOGIA SEIS SIGMA EM PROCESSOS INDUSTRIAIS**

Do ponto de vista industrial, a aplicação do Seis Sigma tem como finalidades otimizar as operações da empresa, reduzir custos e aumentar a sua competitividade (Motorola University, 2009). Por isso, esta metodologia tem despertado um grande interesse das



empresas, levando-as a buscar capacitação para seus profissionais através de cursos específicos e a desenvolver projetos internos nesta área.

Apesar desta realidade, ainda é pouco o que se encontra na literatura científica sobre metodologias e estudos de caso específicos relacionados ao uso do Seis Sigma em processo industriais. Neste sentido, os trabalhos mais relevantes encontrados são os de Han e Lee (2002) e de Han e colaboradores. (2008).

Han e Lee (2002) propuseram uma ferramenta baseada no controle estatístico de processo multivariável com o objetivo de facilitar a implementação do Seis Sigma. Também são discutidos os requisitos para uma eficiente implementação desta metodologia, os quais incluiriam sistemas adequados de aquisição de dados e ferramentas estatísticas robustas para análise destes dados.

De acordo com Han et al (2008), é necessário introduzir o conhecimento das indústrias químicas na metodologia DMAIC. Para isso, foi desenvolvido um procedimento de decisão hierárquica para melhoria da qualidade a fim de buscar conhecimentos específicos para a concepção, operação e controle de processos petroquímicos, integrando-os em uma hierarquia de decisões. Os autores aplicaram este procedimento com sucesso a um processo de produção de ácido tereftálico, conseguindo aumentar a capacidade sigma do processo.

Deve-se salientar que a ocorrência de poucas referências na literatura sobre exemplos e técnicas de aplicação da metodologia Seis Sigma na indústria química pode, em parte, ser atribuída ao fato de que a maioria das experiências relativas a este assunto são resultados de ações internas em empresas que visam melhorar o seu processo ou produto, não sendo divulgadas até mesmo por questões de competitividade. No entanto, devido às mudanças sociais, técnicas e econômicas, a necessidade de conhecimento de metodologias de qualidade já é reconhecida atualmente como um aspecto importante na formação de engenheiros químicos (Saraiva e Costa, 2004). A partir disto, pode-se afirmar que há forte tendência de cada vez mais empresas do ramo químico adotarem a metodologia Seis Sigma para a melhoria dos seus processos.

## **CAPÍTULO 3**

### **MATERIAIS E MÉTODOS**

#### **3.1 MATERIAIS**

O produto analisado neste trabalho foi um *grade* de polietileno de baixa densidade (PEBD) produzido pela Braskem S.A. para utilização na camada interna de embalagens longa vida. Foram utilizados dados referentes a diferentes lotes, obtidos de campanhas regulares ou de testes especificados neste trabalho.

#### **3.2 APLICAÇÃO DAS ETAPAS DMAIC**

O desenvolvimento deste projeto encontra-se dividido em cinco etapas, conforme mencionado no Capítulo 2. A seguir, serão descritos os procedimentos utilizados em cada etapa DMAIC do projeto Seis Sigma.

##### ***Definição***

Na etapa de definição, foram realizadas reuniões com membros das áreas de Engenharia de Produto, Engenharia de Produção, Engenharia de Processo, Qualidade e Produtividade e Laboratório de Controle de Qualidade para identificar oportunidades de melhoria nos processos da empresa. A partir destas reuniões, foi possível estabelecer o foco do projeto Seis Sigma e definir a equipe envolvida.

Ainda nesta fase, foram definidas as variáveis críticas para a qualidade: os indicadores, as variáveis de saída do processo, que são monitoradas durante o desenvolvimento do projeto. É com base no desempenho destes indicadores que se mede a performance do processo.

## **Medição**

Na fase de medição, a fim de conhecer a estabilidade do processo e prever o seu comportamento, foram coletados os valores de  $G'$  e  $\eta_0$  para todos os lotes de BC516 produzidos entre os meses de junho de 2008 e fevereiro de 2009. Estes dados foram extraídos dos arquivos do Laboratório de Controle de Qualidade do site PE-4 da Braskem.

De posse destas informações, utilizou-se o Minitab Statistical Software versão 14, um pacote para analisar dados de projetos Seis Sigma e outros projetos de melhoria da qualidade. Foi construída uma carta de controle para visualizar a variação das propriedades reológicas de cada lote e identificar os pontos fora de especificação. Também foi realizado um teste de normalidade com os valores coletados de  $G'$  e  $\eta_0$  a fim de verificar se estas variáveis apresentam comportamento normal (Gaussiano).

Por último, foi determinada a capacidade sigma atual do processo, que representa a distância da média do processo em relação ao limite de especificação mais próximo em número de desvios padrão, considerando uma variação natural de 1,5 desvios. Quanto maior o nível sigma, mais distante o processo está dos limites de especificação e, portanto, menor a probabilidade de falhas.

## **Análise**

Na etapa de análise, realizou-se um levantamento de todas as variáveis de reação envolvidas no processo de polimerização do BC516 no período de junho de 2008 a fevereiro de 2009. Para isso, utilizou-se o software Aspen Process versão 2004.1 (Aspen Tech Manufacturing Suite 2004). Foram coletados valores das variáveis de reação em intervalos de 15 em 15 minutos durante a formação dos lotes e, com os valores, máximos, mínimos e o desvio padrão destas variáveis, realizou-se um estudo de correlação com as propriedades reológicas através do Software Minitab 14.

Com o objetivo de complementar e validar os resultados obtidos nesta correlação, foram realizados testes na planta Autoclave. Inicialmente, coletaram-se três amostras: a primeira (branco) com pressão de reação igual à especificada nas condições de síntese da resina, a segunda com um aumento de  $15 \text{ kgf.cm}^{-2}$  e a terceira com redução de  $15 \text{ kgf.cm}^{-2}$  em relação à primeira amostra. Posteriormente, foram coletadas mais cinco amostras, onde foram variadas a pressão de reação, vazão de modificador, temperaturas dos reatores e vazões de peróxido.

Todas as amostras passaram por um procedimento de secagem, onde 300 g de material ainda úmido e com eteno adsorvido permaneceram por 2 h dentro do secador REPSCH modelo TG100 com fluxo de ar e sem aquecimento. As amostras foram analisadas em um reômetro rotacional Anton Par modelo MCR 101.

### ***Implementação de melhorias***

Após o estudo realizado da correlação entre as variáveis X (variáveis de reação, as entradas do processo) e as variáveis Y (propriedades reológicas  $G'$  e  $\eta_0$ , as saídas do processo), seguiu-se para a etapa de melhoria. Nesta fase, modificações técnicas foram propostas a fim de melhorar o processo, atuando sobre as causas raízes do problema. Para tanto, realizaram-se reuniões com toda a equipe do projeto juntamente com a equipe operacional e construiu-se um plano de ação. Este plano de ação, que visa gerenciar a implementação das melhorias propostas, foi validado com toda a equipe e, após, algumas das melhorias propostas foram materializadas.

### ***Controle***

Na etapa final, a fase de controle do processo, estabeleceu-se um método de monitoramento contínuo das variáveis críticas do processo. Este sistema de controle permite não apenas manter os resultados atingidos com as ações implementadas na etapa anterior, mas também identificar possíveis novas oportunidades de melhoria no processo.

## CAPÍTULO 4

### RESULTADOS

Neste capítulo, serão apresentados os resultados obtidos através deste projeto Seis Sigma de acordo com o modelo DMAIC (*define-measure-analyse-improve-control*).

#### 4.1 DEFINIÇÃO DO PROBLEMA

A partir das reuniões realizadas com os membros das áreas de Engenharia de Produto, Engenharia de Produção, Engenharia de Processo, Qualidade e Produtividade e Laboratório de Controle de Qualidade da empresa, definiu-se como objeto deste trabalho o processo de produção do polietileno de baixa densidade BC516. Esta resina é empregada na camada interna de embalagens longa vida, evitando o contato do alimento com a camada de alumínio.

Foi estabelecida, também, a utilização da capacidade (cpK) como parâmetro estatístico para análise de desempenho do processo. A capacidade é um indicador da capacidade do processo em produzir dentro da faixa de especificação, sendo definida conforme a Equação 1. Quanto maior a capacidade do processo para atingir essas propriedades, ou seja, quanto maior a capacidade de produzir dentro da faixa de especificação, mais estável será o processo de extrusão.

$$cpK = \text{mínimo} \left\{ \left( \frac{LSE - \mu}{3\sigma} \right); \left( \frac{\mu - LIE}{3\sigma} \right) \right\} \quad (1)$$

onde LSE é o limite superior de especificação, LIE é o limite inferior de especificação,  $\mu$  e  $\sigma$  são, respectivamente, a média e o desvio padrão da variável considerada.

Em relação às propriedades reológicas da resina, aquelas com maior influência sobre a sua estabilidade no processo de revestimento por extrusão são, conforme discutido na Seção 2.2, o módulo de armazenamento em cisalhamento ( $G'$ ) e a viscosidade a taxa de deformação nula ( $\eta_0$ ). Estas propriedades foram definidas como as variáveis críticas para a

qualidade e, portanto, foram acompanhadas a fim de medir a capacidade do processo de polimerização.

Atualmente, as propriedades reológicas  $G'$  e  $\eta_0$  deste *grade* encontram-se muito próximos do limite inferior de especificação e apresentam uma grande variação (instável), de forma que a capacidade vem apresentando valores inferiores a 1 (mínimo exigido para o processo). Conforme evidenciado na Figura 5, a capacidade anual em 2008 foi de 0,3 e 0,4 para  $G'$  e  $\eta_0$ , respectivamente.

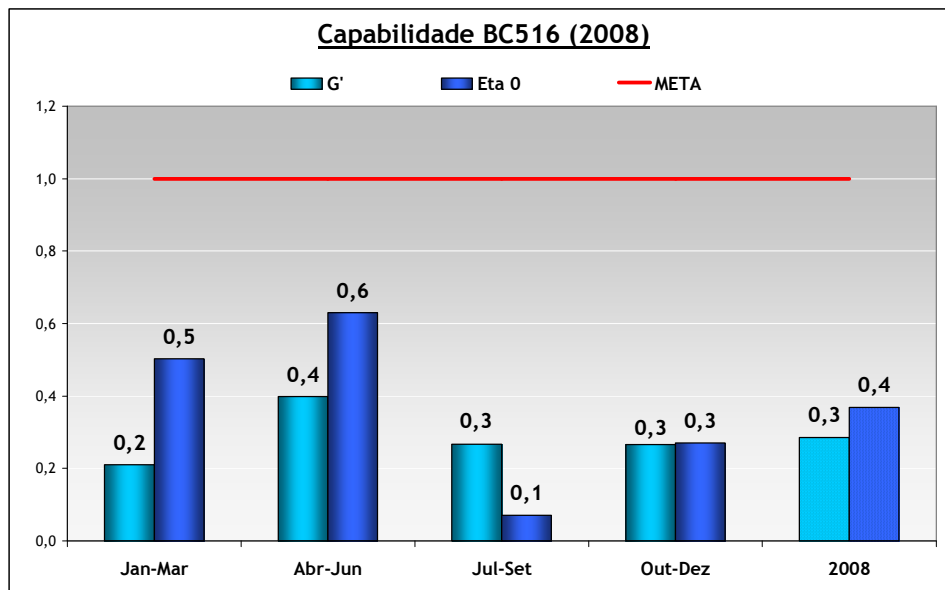


Figura 5: Histórico de capacidade para  $G'$  e  $\eta_0$

Nestas condições, o processo não é capaz de atender às especificações dos clientes, o que impede a sua comercialização. Para que o produto possa ser disponibilizado no mercado, muitas vezes faz-se necessário ocupar silos com o material fora de especificação, reanalisar os lotes a fim de revalidar os valores de  $G'$  e  $\eta_0$  e produzir mais que a quantidade prevista pela área comercial a fim de estabilizar as propriedades do *grade*.

## 4.2 MEDIÇÃO DO DESEMPENHO ATUAL DO PROCESSO

Conhecendo os valores de  $G'$  e  $\eta_0$  para os lotes de BC516 produzidos entre os meses de junho de 2008 e fevereiro de 2009, construiu-se uma carta de controle para visualizar a variação das propriedades reológicas (Figura 6 e Figura 7). Nas cartas de controle, as linhas azuis representam os limites de especificação destas propriedades para o *grade*, a linha verde representa o valor médio dos dados e a linha vermelha representa os limites máximos e mínimos observados para os dados analisados.

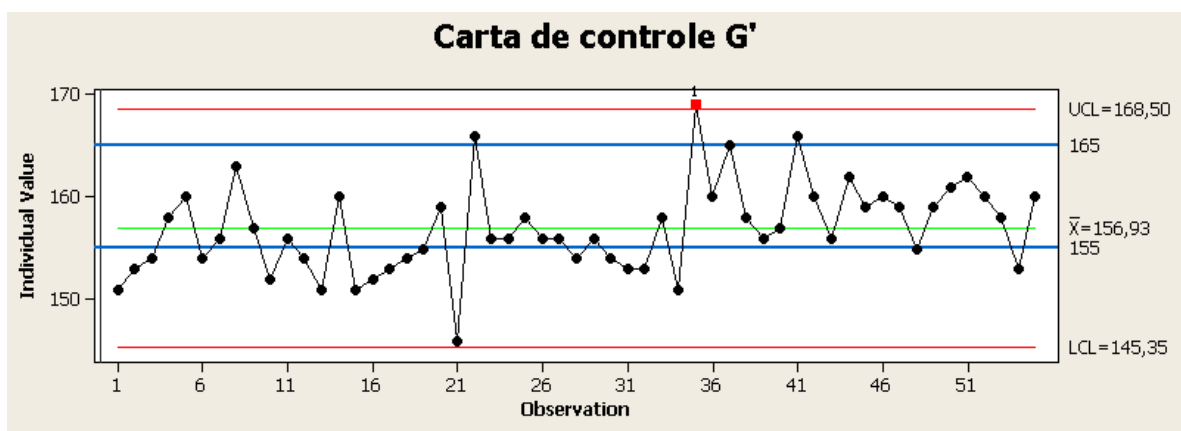


Figura 6: Carta de controle para módulo de armazenamento de energia  $G'$

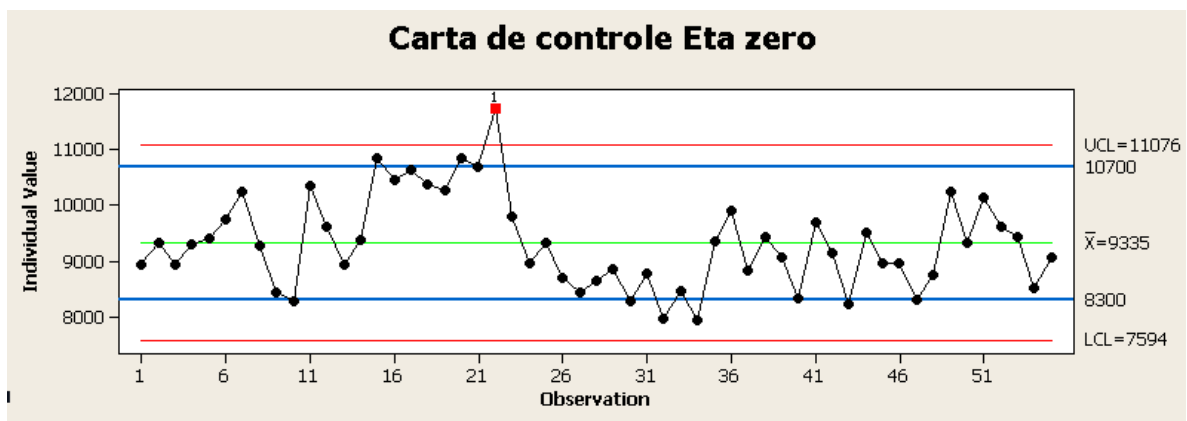
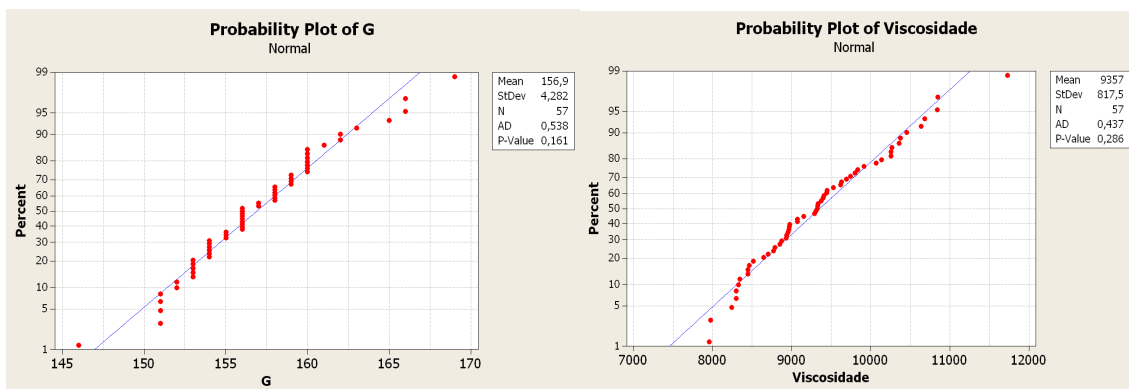


Figura 7: Carta de controle para viscosidade a taxa de deformação nula  $\eta_0$

Foi realizado, também, um teste de normalidade para verificar se os dados apresentavam comportamento Gaussiano. O teste de normalidade é baseado no *p-value*,

que representa a probabilidade de os dados se ajustarem à curva normal em um intervalo de confiança de 95%. Assim, se o valor de p é menor que 0,05, a hipótese de que os dados apresentam comportamento normal deve ser rejeitada. Visto que os valores obtidos foram de 0,161 e 0,286 para  $G'$  e  $\eta_0$ , respectivamente, é possível afirmar que os valores amostrados provêm de uma população normal (distribuição gaussiana de probabilidade). Isto também pode ser evidenciado pelo fato que os valores obtidos de  $G'$  e  $\eta_0$  se ajustam satisfatoriamente à reta no gráfico de probabilidade normal apresentado na Figura 8.



**Figura 8: Teste de normalidade para  $G'$  e  $\eta_0$**

Após a construção da carta de controle e o teste de normalidade, foi calculada a capacidade sigma do processo. Esta capacidade sigma é calculada conforme a Equação 2:

$$Z_{ST} = Z_{LT} + Z_{SHIFT} \quad (2)$$

Onde:

$Z_{ST}$  é a capacidade potencial do processo no curto prazo (short turn);

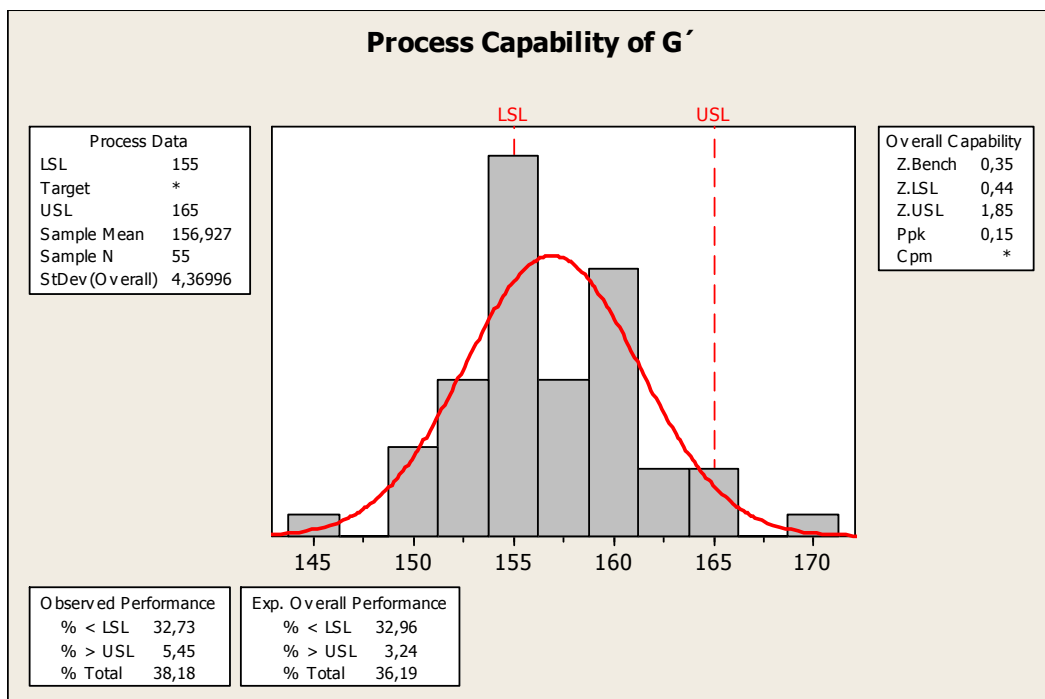
$Z_{LT}$  (ou  $Z_{BENCH}$ ) é a capacidade atual do processo no longo prazo (long turn);

$Z_{SHIFT}$  é variação natural do processo.

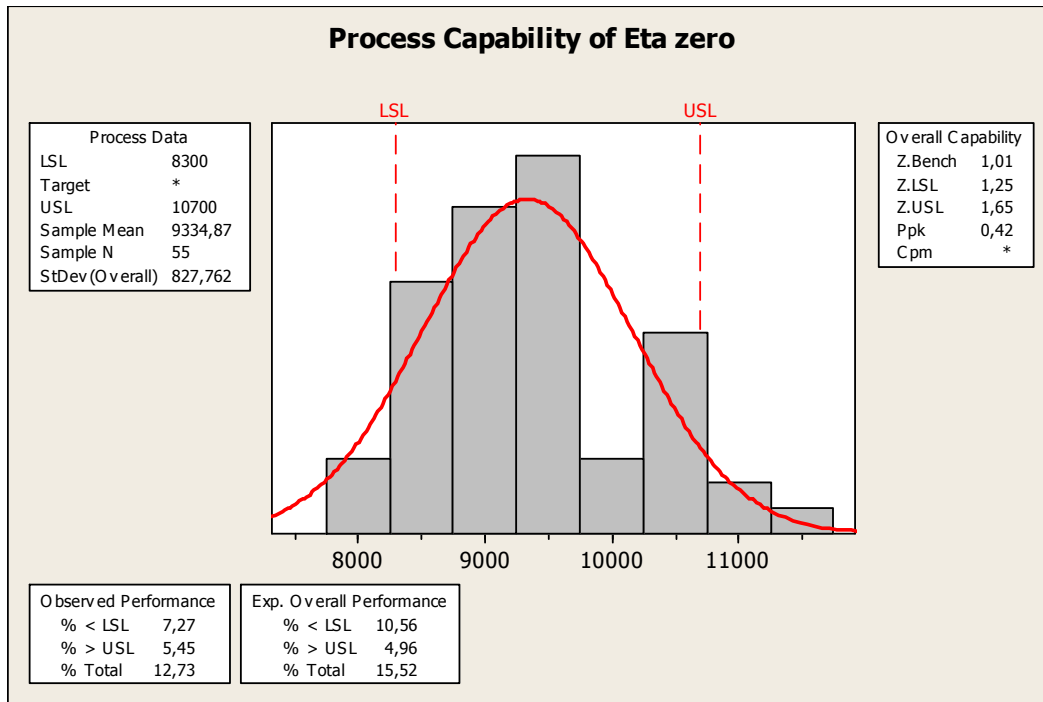
A variação natural  $Z_{SHIFT}$  é atribuída como um valor constante e igual a 1,5 para todos os tipos de processos. Os histogramas e os dados relativos ao cálculo da capacidade para  $G'$  e  $\eta_0$  são apresentados nas Figura 9 e Figura 10, respectivamente. Assim, utilizando os dados apresentados nestas figuras e calculando de acordo com a Equação 2, os valores da capacidade sigma do processo, ou capacidade potencial  $Z_{ST}$ , com relação a  $G'$  e  $\eta_0$  são iguais a 1,85 e 2,51, respectivamente.



Associado à capacidade, também é possível observar a porcentagem de produto produzido fora dos limites de especificação. Esta porcentagem é obtida a partir da área sob a curva normal nas regiões além da especificação, representando a probabilidade de os produtos estarem fora da especificação de acordo com a distribuição gaussiana de probabilidade. Desta forma, também a partir das Figura 9 e Figura 10 tem-se que 36,19% da resina produzida encontra-se fora dos limites de especificação para  $G'$  e 15,52% para  $\eta_0$ .



**Figura 9: Capacidade para  $G'$**



**Figura 10: Capacidade para  $\eta_0$**

### 4.3 ANÁLISE DE CAUSAS

A fim de estudar o impacto de cada variável de reação nas propriedades reológicas  $G'$  e  $\eta_0$ , analisou-se a correlação entre as variáveis X (variáveis de reação, as entradas do processo) e as variáveis Y (propriedades reológicas  $G'$  e  $\eta_0$ , as saídas do processo). Para tanto, fez-se uma análise de regressão com os dados extraídos do Aspen Process para os lotes de junho de 2008 a fevereiro de 2009.

Nas Tabela 1-5, são apresentadas as relações obtidas entre as propriedades reológicas e as variáveis de reação, analisando os valores médios, desvio padrão, valores mínimos, valores máximos e diferença (delta) entre os valores mínimos e máximos das variáveis de reação. Nestas tabelas, a existência de correlação entre o par de variáveis considerado é indicada por valores de *p-value* menores que 0,05, os quais, para facilidade de identificação, estão assinalados em negrito.

**Tabela 1: Estudo de correlação para os valores médios das variáveis de reação**

<b>Variáveis</b>	<b>P-value G'</b>	<b>P-value <math>\eta_0</math></b>
Pressão da descarga do compressor primário	0,341	0,246
Temperatura do gás na descarga do E1	0,135	<b>0,025</b>
Pressão sucção do compressor secundário	0,444	0,226
Temperatura da sucção do compressor secundário	0,866	0,832
Vazamento dos cilindros do compressor secundário	0,377	0,2
Vazamento dos cilindros do compressor secundário	0,164	0,904
Produtividade	0,461	0,081
Pressão 1º reator	0,817	0,62
Pressão 1º reator	0,136	0,231
Pressão 2º reator	0,773	0,46
Temperatura de descarga do gás do E2	0,642	0,976
Temperatura gás na saída do E3	0,389	0,178
Vazão de peróxidos para a zona 9 do 1º reator	0,836	0,44
Vazão de peróxidos para a zona 7 do reator 1º reator	0,969	0,22
Vazão de peróxidos para a zona 5 do reator 1º reator	0,243	0,813
Vazão de peróxidos para a zona 9 do reator 2º reator	0,68	0,567
Vazão de peróxidos para a zona 5 do reator 2º reator	0,792	0,936
Vazão de modificador	0,599	<b>0,009</b>
Vazão de eteno de retorno para a UNIB-RS	<b>0,022</b>	0,998
Concentração de CO <sub>2</sub> no gás para os reatores	0,15	0,74
Concentração de etano no gás para os reatores	<b>0,02</b>	0,57
Concentração de propano no gás para os reatores	0,193	0,306
Concentração de propeno no gás para os reatores	0,157	0,706
Concentração de buteno no gás para os reatores	0,225	0,274

**Tabela 2: Estudo de correlação para os desvios padrão das variáveis de reação**

<b>Variáveis</b>	<b>P-value G'</b>	<b>P-value <math>\eta_0</math></b>
Pressão da descarga do compressor primário	0,167	<b>0,003</b>
Temperatura do gás na descarga do E1	0,139	<b>0,018</b>
Pressão sucção do compressor secundário	0,171	<b>0,003</b>
Temperatura da sucção do compressor secundário	0,215	<b>0,001</b>
Vazamento dos cilindros do compressor secundário	0,536	0,875
Vazamento dos cilindros do compressor secundário	0,708	0,271
Produtividade	0,264	0,823
Pressão 1º reator	0,633	0,168
Pressão 1º reator	0,797	0,058
Pressão 2º reator	0,326	<b>0,028</b>
Temperatura de descarga do gás do E2	0,511	0,116
Temperatura gás na saída do E3	0,532	0,392
Vazão de peróxidos para a zona 9 do 1º reator	0,174	<b>0,009</b>
Vazão de peróxidos para a zona 7 do reator 1º reator	0,256	0,249
Vazão de peróxidos para a zona 5 do reator 1º reator	0,676	0,916
Vazão de peróxidos para a zona 9 do reator 2º reator	0,573	0,229
Vazão de peróxidos para a zona 5 do reator 2º reator	0,568	<b>0,001</b>
Vazão de modificador	0,623	<b>0,026</b>
Vazão de eteno de retorno para a UNIB-RS	0,57	0,959
Concentração de CO <sub>2</sub> no gás para os reatores	0,651	0,793
Concentração de etano no gás para os reatores	0,626	0,277
Concentração de propano no gás para os reatores	0,712	0,739
Concentração de propeno no gás para os reatores	0,451	0,055
Concentração de buteno no gás para os reatores	0,551	0,414

**Tabela 3: Estudo de correlação para os valores máximos das variáveis de reação**

Variáveis	<i>P-value</i> G'	<i>P-value</i> $\eta_0$
Pressão da descarga do compressor primário	0,746	0,632
Temperatura do gás na descarga do E1	0,079	0,871
Pressão sucção do compressor secundário	0,663	0,3
Temperatura da sucção do compressor secundário	0,557	0,719
Vazamento dos cilindros do compressor secundário	0,486	0,794
Vazamento dos cilindros do compressor secundário	0,142	<b>0,003</b>
Produtividade	0,704	0,882
Pressão 1º reator	0,154	0,902
Pressão 1º reator	0,753	0,15
Pressão 2º reator	<b>0,022</b>	0,17
Temperatura de descarga do gás do E2	0,662	0,303
Temperatura gás na saída do E3	0,554	0,631
Vazão de peróxidos para a zona 9 do 1º reator	0,658	0,635
Vazão de peróxidos para a zona 7 do reator 1º reator	0,165	0,11
Vazão de peróxidos para a zona 5 do reator 1º reator	0,412	0,199
Vazão de peróxidos para a zona 9 do reator 2º reator	<b>0,007</b>	0,73
Vazão de peróxidos para a zona 5 do reator 2º reator	0,939	0,733
Vazão de modificador	0,519	<b>0,052</b>
Vazão de eteno de retorno para a UNIB-RS	<b>0,013</b>	0,059
Concentração de CO <sub>2</sub> no gás para os reatores	0,614	0,593
Concentração de etano no gás para os reatores	0,101	0,986
Concentração de propano no gás para os reatores	0,074	0,44
Concentração de propeno no gás para os reatores	0,285	0,521
Concentração de buteno no gás para os reatores	0,122	0,928

**Tabela 4: Estudo de correlação para os valores mínimos das variáveis de reação**

<b>Variáveis</b>	<b>P-value G'</b>	<b>P-value <math>\eta_0</math></b>
Pressão da descarga do compressor primário	0,395	<b>0,006</b>
Temperatura do gás na descarga do E1	0,265	<b>0,009</b>
Pressão sucção do compressor secundário	0,486	<b>0,008</b>
Temperatura da sucção do compressor secundário	0,866	0,92
Vazamento dos cilindros do compressor secundário	0,253	<b>0,004</b>
Vazamento dos cilindros do compressor secundário	0,349	0,979
Produtividade	0,24	0,051
Pressão 1º reator	0,482	0,415
Pressão 1º reator	0,402	0,477
Pressão 2º reator	0,603	0,247
Temperatura de descarga do gás do E2	0,252	0,055
Temperatura gás na saída do E3	0,636	0,487
Vazão de peróxidos para a zona 9 do 1º reator	0,324	0,956
Vazão de peróxidos para a zona 7 do reator 1º reator	0,288	0,264
Vazão de peróxidos para a zona 5 do reator 1º reator	0,898	0,207
Vazão de peróxidos para a zona 9 do reator 2º reator	0,257	0,419
Vazão de peróxidos para a zona 5 do reator 2º reator	0,438	0,086
Vazão de modificador	0,598	0,06
Vazão de eteno de retorno para a UNIB-RS	0,274	0,543
Concentração de CO <sub>2</sub> no gás para os reatores	0,633	0,899
Concentração de etano no gás para os reatores	0,101	0,429
Concentração de propano no gás para os reatores	0,565	<b>0,036</b>
Concentração de propeno no gás para os reatores	0,356	0,054
Concentração de buteno no gás para os reatores	0,338	0,506

**Tabela 5: Estudo de correlação para a diferença entre os valores máximos e mínimos das variáveis de reação**

Variáveis	<i>P-value</i> G'	<i>P-value</i> $\eta_0$
Pressão da descarga do compressor primário	0,711	<b>0,049</b>
Temperatura do gás na descarga do E1	0,861	0,543
Pressão sucção do compressor secundário	0,762	<b>0,046</b>
Temperatura da sucção do compressor secundário	<b>0,023</b>	0,095
Vazamento dos cilindros do compressor secundário	0,093	0,835
Vazamento dos cilindros do compressor secundário	0,066	0,469
Produtividade	<b>0</b>	0,342
Pressão 1º reator	0,891	0,987
Pressão 1º reator	0,207	0,292
Pressão 2º reator	0,84	0,295
Temperatura de descarga do gás do E2	0,59	0,944
Temperatura gás na saída do E3	0,239	0,765
Vazão de peróxidos para a zona 9 do 1º reator	0,078	0,154
Vazão de peróxidos para a zona 7 do reator 1º reator	0,1	0,87
Vazão de peróxidos para a zona 5 do reator 1º reator	0,718	0,593
Vazão de peróxidos para a zona 9 do reator 2º reator	<b>0,001</b>	0,277
Vazão de peróxidos para a zona 5 do reator 2º reator	0,182	<b>0,029</b>
Vazão de modificador	0,121	0,231
Vazão de eteno de retorno para a UNIB-RS	0,224	0,839
Concentração de CO <sub>2</sub> no gás para os reatores	0,06	0,931
Concentração de etano no gás para os reatores	0,126	0,363
Concentração de propano no gás para os reatores	0,707	0,35
Concentração de propeno no gás para os reatores	0,152	0,386
Concentração de buteno no gás para os reatores	0,221	0,762

De acordo com os resultados obtidos na análise de correlação, foram determinados os Xs vitais do processo - as variáveis de reação que mais impactam nas propriedades reológicas G' e  $\eta_0$ . Na Tabela 6 são listadas estas variáveis para cada propriedade.

**Tabela 6: Variáveis de reação com impacto em  $G'$  e  $\eta_0$**

Variáveis de reação	
$G'$	$\eta_0$
Temperatura sucção do compressor secundário	Pressão da descarga do compressor primário
Produtividade	Temperatura do gás na descarga do E1
Pressão 2º reator	Pressão sucção do compressor secundário
Vazão de peróxido para a zona 9 do 2º reator	Temperatura sucção do compressor secundário
Vazão de eteno de retorno para a UNIB-RS	Vazamento cilindros do compressor secundário
Concentração de etano no gás para os reatores	Pressão 2º reator
	Vazão de peróxido para a zona 9 do 1º reator
	Vazão de peróxido para a zona 5 do 2º reator
	Vazão de modificador
	Concentração de propano no gás para os reatores

As temperaturas e pressões do sistema de compressão, composto pelo compressor primário, trocador de calor E1 e compressor secundário, estão diretamente relacionadas à conversão nos reatores. Isso ocorre porque são estas temperaturas e pressões que determinam a densidade do gás que alimenta os reatores. Por tratar-se de compressores volumétricos, que processam sempre o mesmo volume de gás, para densidades diferentes serão comprimidas diferentes massas, alterando a quantidade de gás que entra nos reatores. Assim, o tempo de residência e, conseqüentemente, a conversão em polímero e a produtividade são afetadas.

O tempo de residência nos reatores autoclave é da ordem de segundos, praticamente instantâneo, afetando diretamente a estrutura do polímero. Quanto menor o tempo de residência, mais concentrada a polimerização no eixo principal e menos ramificado será o polímero. Para o processo de revestimento por extrusão, o polímero deve apresentar uma larga distribuição de massa molar e ramificações de cadeia longa. Quanto maior a distribuição de massa molar, maior a elasticidade do polímero e, portanto, maior o módulo de armazenamento em cisalhamento ( $G'$ ).

De forma similar, as pressões nos reatores também exercem influência sobre o tempo de residência e, conseqüentemente, sobre a estrutura do polímero formado. Quanto menores as pressões, maior a distribuição de massa molar, mais ramificado o polímero, maior o módulo de armazenamento em cisalhamento ( $G'$ ) e menor a viscosidade da resina.

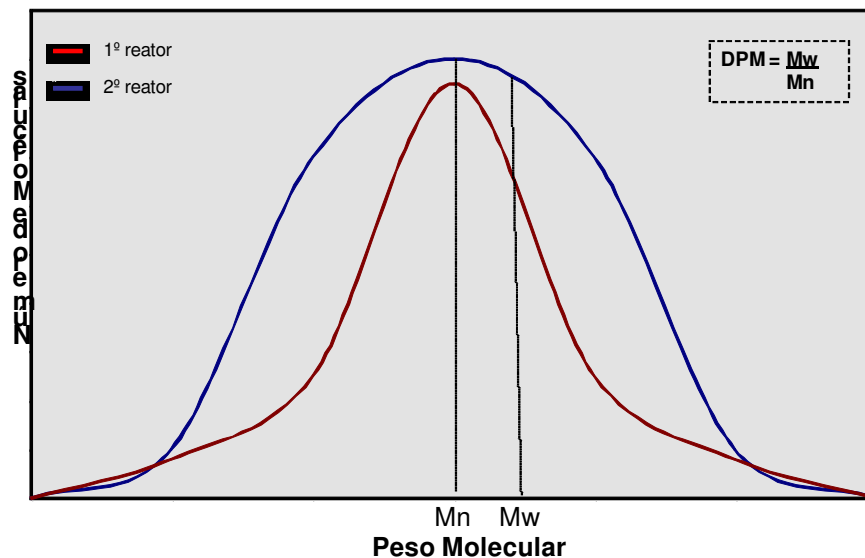
Nos reatores da planta autoclave, a pressão do primeiro reator é controlada por uma válvula na saída do segundo do reator, de forma que a pressão neste segundo reator sofre



variações a fim de manter a pressão *setada* no primeiro. Além disso, ao longo do processo de polimerização, ocorre o depósito de incrustações (polímero) no trocador de calor E2, responsável pela troca térmica entre os dois reatores. Com o aumento da quantidade de polímero aderida às paredes do trocador, a pressão no primeiro reator aumenta e a pressão no segundo reator diminui. Para manter o *set* de pressão, conforme descrito, a válvula após o segundo reator abre, depressurizando ainda mais o último reator.

Tem-se, então, uma condição muito mais estável para a pressão no primeiro reator, controlada em detrimento à segunda pressão. Portanto, a pressão no segundo reator sofre maior variação, exercendo maior impacto nas condições de polimerização, na estrutura do polímero formado e nas suas propriedades reológicas.

Têm-se, também, distribuições de massa molar diferentes em cada reator. No primeiro, responsável pela formação das cadeias principais, a distribuição é mais estreita; no segundo, responsável pela formação das ramificações da cadeia polimérica, a distribuição de massa molar é mais larga, conforme ilustrado na Figura 11.



**Figura 11: Distribuição de massa molar para o 1º e o 2º reator**

Em relação à troca térmica entre os reatores, sabe-se que quanto mais incrustações houver no trocador E2, maior será a temperatura do gás que entra no topo do segundo reator. Quando a temperatura é elevada, a razão entre a velocidade da reação de terminação e a velocidade da reação de polimerização aumenta, reduzindo o comprimento

de cadeia médio das moléculas, reduzindo a massa molar média e a viscosidade. Como a temperatura é controlada pela injeção de peróxidos, com a maior temperatura no topo do reator, maior será a vazão de peróxido nesta região (zona 9). Portanto, sendo esta a zona que mais sofre variação de temperatura ao longo do processo, tem-se também uma oscilação da quantidade de peróxido injetada e uma desestabilização das condições de polimerização nesta região do reator.

A vazão de eteno de retorno para a Unidade de Insumos Básicos (UNIB) está diretamente correlacionada às concentrações de etano e propano no gás para os reatores. Isso ocorre porque, aumentando a vazão de eteno de retorno, aumenta-se a retirada de gás circulante, desconcentrando este gás. Conseqüentemente, as concentrações dos agentes iniciadores de cadeia (propano) e de inertes (etano) são reduzidas, afetando as condições de síntese da resina.

Os modificadores ou iniciadores de cadeia são hidrocarbonetos saturados (propano) que tendem a aumentar a densidade do polímero. São adicionados para produzir uma reação de transferência de cadeia controlada e diminuir a massa molar média, aumentando o índice de fluidez e diminuindo a viscosidade para facilitar o processamento nas extrusoras.

#### **4.4 MELHORIAS NA PERFORMANCE DO PROCESSO**

Através dos testes de correlação realizados na etapa de análise, foi possível propor ações de melhoria no processo a fim de otimizar o seu desempenho. Para isso, os resultados obtidos foram discutidos com os membros das equipes envolvidas no projeto e, então, foi proposto um plano de ação.

Inicialmente, com os dados históricos dos lotes produzidos de junho de 2008 a fevereiro de 2009, foram obtidos no *software* Minitab modelos estatísticos correlacionando as variáveis de reação às propriedades reológicas. Para a construção destes modelos foram utilizados os valores médios, valores máximos e valores mínimos das variáveis de reação. Estes modelos foram, então, testados com amostras de polietileno sintetizadas em três condições de pressão: a primeira à pressão de especificação, a segunda com aumento de 15 kgf.cm<sup>-2</sup> e a terceira com redução de 15 kgf.cm<sup>-2</sup> em relação à primeira amostra.

Como resultado, obteve-se erros de cerca de 10% em relação aos valores medidos em laboratório para G'. Para  $\eta_0$ , os erros foram superiores a 100%.

A fim de aumentar a confiabilidade dos modelos obtidos, foram inseridos mais cinco valores históricos de produção para  $G'$  e  $\eta_0$ . Os modelos corrigidos foram, então, testados com amostras de lotes produzidos em que foram variadas a pressão de reação, vazão de modificador, temperaturas dos reatores e vazões de peróxido. Das seis amostras coletadas, três foram produzidas à pressão padrão de síntese da resina e as outras três à pressão cerca de  $100 \text{ kgf.cm}^{-2}$  mais baixa que a padrão.

Obtiveram-se, então, dois modelos diferentes para a determinação de  $G'$  nas diferentes condições de operação: um modelo para trabalhar a altas pressões (pressão padrão de operação) e outro para baixas pressões ( $100 \text{ kgf.cm}^{-2}$  mais baixa que a padrão). Os erros médios para  $G'$  foram de 1,5% para altas pressões (modelo construído com os valores máximos das variáveis de reação) e de 1,1% para baixas pressões (modelo construído com os valores médios das variáveis de reação).

Para  $\eta_0$ , os erros mantiveram-se próximos a 100%. Acredita-se que, devido à interações entre as variáveis, seria exigido um maior grau de complexidade para atingir resultados satisfatórios de  $\eta_0$ .

Os modelos matemáticos obtidos para a determinação de  $G'$  são equações lineares, calculados conforme segue na Equação 3:

$$G' = \sum a_i \cdot x_i \quad (3)$$

Onde  $a_i$  representa os parâmetros da equação e  $x_i$  representa as variáveis de reação envolvidas. Os parâmetros para as respectivas variáveis são apresentados a seguir na Tabela 7.

**Tabela 7: Parâmetros dos modelos para determinação de G'**

Variáveis	Parâmetros	
	Altas P	Baixas P
Pressão da descarga do compressor primário	0,55	2,06
Temperatura do gás na descarga do E1	-0,348	-1,09
Pressão sucção do compressor secundário	-0,62	-1,55
Temperatura da sucção do compressor secundário	-0,331	0,19
Vazamento dos cilindros do compressor secundário	-0,00484	-0,0108
Vazamento dos cilindros do compressor secundário	-0,017	0,0252
Produtividade	-0,00317	-0,00681
Pressão 1º reator	0,0675	0,017
Pressão 1º reator	-0,0054	-0,0552
Pressão 2º reator	-0,164	0,04
Temperatura de descarga do gás do E2	0,0051	0,0087
Temperatura gás na saída do E3	-0,043	0,112
Vazão de peróxidos para a zona 9 do 1º reator	-0,328	0,27
Vazão de peróxidos para a zona 7 do reator 1º reator	0,483	0,018
Vazão de peróxidos para a zona 5 do reator 1º reator	1,02	2,04
Vazão de peróxidos para a zona 9 do reator 2º reator	1,21	0,394
Vazão de peróxidos para a zona 5 do reator 2º reator	0,024	0,123
Vazão de modificador	-0,144	-0,153
Vazão de eteno de retorno para a UNIB-RS	0,00926	0,0188
Concentração de CO <sub>2</sub> no gás para os reatores	0,0012	0,00847
Concentração de etano no gás para os reatores	-0,00205	-0,00361
Concentração de propano no gás para os reatores	0,000348	0,000328
Concentração de propeno no gás para os reatores	0,000959	-0,00475

Estes modelos foram inseridos no software Aspen Process, ficando disponíveis para leitura no painel de controle juntamente com as demais variáveis de reação. Assim, tornou-se possível prever os valores de G' durante a reação de polimerização e agir rapidamente sobre as variáveis que se encontram fora dos limites especificados e que, portanto, impactam negativamente nesta propriedade.

Também foi possível, a partir da análise dos resultados obtidos, otimizar as condições de processo desta resina. Passou-se a realizar a reação de polimerização em pressões 100 kgf.cm<sup>-2</sup> mais baixas que a antiga pressão padrão, definindo-se, portanto, uma nova condição de operação. Esta redução de pressão garante uma redução no consumo de energia elétrica da planta sem, contudo, afetar as propriedades reológicas da resina, que

são mantidas estáveis por alterações simultâneas de temperatura, vazões de peróxido e modificador.

#### **4.5 CONTROLE DO PROCESSO**

A fim de monitorar e assegurar a estabilidade atingida no processo, a principal ferramenta foram os modelos matemáticos. Com a possibilidade de acompanhar os valores de  $G'$  ao longo do processo no painel de controle juntamente com as demais variáveis de reação, pode-se rastrear desvios pontuais nesta propriedade e buscar a sua rápida correção. Anteriormente, isto não poderia ser realizado, pois só eram conhecidos os valores de  $G'$  no momento da análise da resina, que só ocorre após transcorrida toda a reação de polimerização e a mistura e aeração dos lotes em silos.

Os modelos matemáticos também possibilitaram a obtenção de um histórico com valores contínuos não só para as variáveis de reação, mas também para  $G'$ . Assim, pode-se acompanhar o processo através de cartas de controle e, se necessário, agir sobre as causas especiais que estão afetando esta propriedade.

Além disso, foi mantido o monitoramento trimestral da capacidade da resina para  $G'$  e  $\eta_0$ , visto que as metas da empresa são medidas sob esta métrica.

## CAPÍTULO 5

### CONCLUSÕES

Através do desenvolvimento das etapas DMAIC (*define-measure-analyse-improve-control*), foi possível identificar as variáveis vitais para o controle dos parâmetros de qualidade  $G'$  e  $\eta_0$  na reação de polimerização do PEBD.

Na etapa do DMAIC correspondente à melhoria do processo, obteve-se um modelo estatístico para o módulo de armazenamento em cisalhamento com erros inferiores a 2%. Apesar de não ter-se obtido um modelo preciso para viscosidade à taxa de deformação, a implementação do modelo de  $G'$  já representou um avanço importante em termos de qualidade do processo, permitindo a otimização das condições de processo através de redução na pressão de reação e, conseqüentemente, redução no consumo de energia elétrica sem, contudo, desestabilizar as propriedades reológicas da resina. Além disso, a utilização do modelo obtido em ferramentas de controle permitiu reduzir a variabilidade de  $G'$  no produto.

Assim, pode-se afirmar que a metodologia Seis Sigma cumpriu seu objetivo no estudo de caso realizado.

## CAPÍTULO 6

### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

DEALY, J M. Melt rheology and its role in plastics processing. 1 ed. Londres. Ed. Chapman & Hall, 1995, 665 p.

FRIED, J. R. *Polymer science and technology*. 2 ed. Massachusetts, Ed. Prentice Hall Professional Technical Reference, 2007. 582 p.

HAN, C., Lee Y. H. Intelligent *integrated plant operation system for six sigma*. Annual Reviews in Control, n. 26, p. 27-43, 2002.

Han, C., Kimb, M., Yoon E. S. *A hierarchical decision procedure for productivity innovation in large-scale petrochemical processes*. Computers and Chemical Engineering, n. 32, p. 1029-1041, 2008.

Motorola University - What is Six Sigma?,

<http://www.motorola.com/content.jsp?globalObjectId=3088>. Acessado em 02/05/2009.

ROTONDARO, R. G. et al. *Seis Sigma: Estratégia Gerencial Para A Melhoria De Processos*. 1 ed. São Paulo, Ed. Atlas, 2008. 376 p.

SARAIVA, P. M., COSTA R. *A chemical product design course with a quality focus*. Chemical Engineering Research and Design, n. 82, p. 1474–1484, 2004.