



LILIANE APARECIDA PINTO PEREIRA

**MELHORIA NO CONTROLE DE QUALIDADE DO
PROCESSO DE PRODUÇÃO DE SURFACTANTES**

**LAVRAS – MG
2023**

LILIANE APARECIDA PINTO PEREIRA

**MELHORIA NO CONTROLE DE QUALIDADE DO PROCESSO DE PRODUÇÃO
DE SURFACTANTES**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado à Universidade Federal de
Lavras, como parte das exigências do
Programa do Curso de Engenharia Química,
para a obtenção do título de Bacharel.

Profa. Dra. Iara Hernandez Rodriguez Ansoni

Orientadora

**LAVRAS – MG
2023**

LILIANE APARECIDA PINTO PEREIRA

**MELHORIA NO CONTROLE DE QUALIDADE DO PROCESSO DE PRODUÇÃO
DE SURFACTANTES**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado à Universidade Federal de
Lavras, como parte das exigências do Curso
de Engenharia Química, para a obtenção do
título de Bacharel.

APROVADA em 6 de março de 2023.

Profa. Dra. Natalia Maira Braga Oliveira UFLA
Prof. Dr. Nathan Sombra Evangelista UFLA

Profa. Dra. Iara Hernandez Rodriguez Ansoni
Orientadora

**LAVRAS – MG
2023**

*A toda a minha família, amigos e
ao meu amor, que sempre
estiveram ao meu lado, torcendo
por meu sucesso.*

AGRADECIMENTOS

Em primeiro lugar agradeço a Deus, por ter iluminado todos os meus caminhos até a conclusão deste trabalho e por ter me dado força em todos os momentos difíceis do curso. Sou grata por todas as bênçãos e por todas as vitórias, que sem Ele não seriam possíveis. Agradeço também a Nossa Senhora Aparecida, por todas as graças alcançadas e por estar sempre ao meu lado, me cobrindo com o seu manto sagrado.

Aos meus pais, José Lima e Elaine, os meus irmãos, Ricardo e Leonardo e minhas cunhadas, Michelle e Taynara, exemplos para a minha vida, por todo o amor e apoio e por sempre incentivarem o meu sonho de ser Engenheira Química e não pouparem esforços para que ele se tornasse real. E é claro, também a minha amada afilhada Maria Clara, que sempre proporcionou momentos de distração e de alegria.

Ao meu amor Tulio, pela parceria, por todo o apoio em minha vida, por acreditar e me encorajar a nunca desistir, por sua paciência e pela compreensão de minha ausência durante muitas noites e finais de semana. Aos meus sogros Elisabeth e Eurico, e cunhados Gustavo e Bruna, por todo o apoio, carinho e incentivo.

Agradeço a todos os meus amigos, por todo o companheirismo e apoio nesses anos. Em especial, agradeço as minhas amigas e parceiras de todas as horas, Ana Luísa e Amanda, por sempre me apoiarem, me escutarem e estarem ao meu lado em todos os momentos importantes.

Agradeço a minha orientadora Iara, por aceitar conduzir o meu trabalho e a todos os meus professores do curso pela excelência e pelos diversos ensinamentos.

Agradeço também a Cely e a Talma, pelo companheirismo e por todo o conhecimento compartilhado durante nosso trabalho na empresa A e a todos da empresa que foram suporte e apoio durante a execução deste estudo.

E um agradecimento geral a todos aqueles que direta ou indiretamente colaboraram para que este trabalho se tornasse realidade.

RESUMO

Surfactantes estão presentes no dia a dia de todas as pessoas, seja na forma de produtos de limpeza, em xampus, como emulsificantes para inseticidas ou até mesmo em processos de recuperação de petróleo. Por estarem presentes no cotidiano, o mercado consumidor possui grandes exigências, sempre em busca de produtos que ofereçam resultados eficazes. Devido a isto, e visando a qualidade de tais produtos, se faz necessário manter a eficiência no controle de qualidade da matéria prima utilizada. Com este propósito, as empresas que fabricam os produtos que chegam ao cliente final, demandam de seus fornecedores, matérias primas que cumpram com as especificações acordadas. O presente trabalho foi realizado na Empresa “A”, especializada na produção dessas matérias primas, e teve como objetivo avaliar o processo de produção do lauril éter sulfato de sódio de alto teor de ativo e criar uma metodologia capaz de garantir que a matéria prima esteja dentro das especificações desejadas. Para isto, foram avaliadas, através do banco dados da Empresa A, produções em que todas as especificações foram cumpridas, visando identificar os padrões de operação. De posse de tais informações, foi possível observar tendências nas variáveis críticas do processo e com isso, desenvolver correlações entre as variáveis e métricas para o seu acompanhamento. De acordo com os padrões analisados, para cada métrica desenvolvida, definiu-se um limite ideal de operação. Todas as informações foram reunidas em uma planilha eletrônica automática, que faz o levantamento das informações em tempo real, e disponibiliza informações sobre a situação do processo, permitindo assim, a identificação de desvios, quando as métricas estiverem fora dos limites de operação. Através de um estudo de caso, para o qual já se tinha conhecimento que a produção estava fora da especificação, foi possível validar a análise e as métricas desenvolvidas, uma vez que a ferramenta evidenciou os desvios que impactaram diretamente na qualidade final do produto. Com a identificação de desvios, é possível informar ao operador responsável pelo processo da necessidade de ajustes, evitando assim, a fabricação de produtos fora da especificação. Portanto, foi possível acompanhar e propor uma ferramenta capaz de garantir que o produto final esteja dentro das especificações desejadas.

Palavras-chave: Tensoativos. Teor de Ativo. Tensoativo Aniônico. Processo de Produção. Variáveis Críticas.

ABSTRACT

Surfactants are present in everyone's daily lives, whether in the form of cleaning products, shampoos, emulsifiers for insecticides or even in oil recovery processes. Because they are present in everyday life, the consumer market has great demands, always looking for products that offer effective results. Due to this, and aiming at the quality of such products, it is necessary to maintain efficiency in the quality control of the raw material used. For this purpose, the companies that manufacture the products that reach the end customer, demand from their suppliers, raw materials that comply with the agreed specifications. The present work was carried out at Company "A", specialized in the production of these raw materials, and aimed to evaluate the production process of sodium lauryl ether sulfate with a high active content and to create a methodology capable of guaranteeing that the raw material is within the desired specifications. For this, productions in which all specifications were met were evaluated, using Company A's database, in order to identify the operating standards. With this information in hand, it was possible to observe trends in the critical variables of the process and thus develop correlations between the variables and metrics for monitoring them. According to the patterns analyzed, for each metric developed, an ideal operating limit was defined. All information was gathered in an automatic spreadsheet, which collects information in real time and provides information on the status of the process, thus allowing the identification of deviations when the metrics are outside the operating limits. Through a case study, for which it was already known that the production was out of specification, it was possible to validate the analysis and the developed metrics, since the tool showed the deviations that directly impacted the final quality of the product. With the identification of deviations, it is possible to inform the operator responsible for the process of the need for adjustments, thus avoiding the manufacture of products outside the specification. Therefore, it was possible to monitor and propose a tool capable of ensuring that the final product is within the desired specifications.

Keywords: Surfactants. Active Content. Anionic surfactant. Production process. Critical Variables.

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 3.1 – Representação esquemática de um tensoativo. | 14 |
| Figura 3.2 – Representação da reação de saponificação de um triglicéride com soda cáustica | 15 |
| Figura 3.3 – Formação de micelas. | 16 |
| Figura 3.4 – Estrutura química do lauril éter sulfato de sódio (LESS). | 18 |
| Figura 3.5 – Estrutura química do cloreto de Behentrimônio | 19 |
| Figura 3.6 - Estrutura química da Alcanolamida de ácido graxo | 20 |
| Figura 3.7- Estrutura química da Cocoamidopropil betaina | 21 |
| Figura 3.8 - Reator de Processamento em Película. | 23 |
| Figura 3.9 – Fluxograma do processo produtivo de surfactantes por sulfatação. | 24 |
| Figura 5.1 – Dados da vazão de ácido da produção do dia 11/03/2022. | 34 |
| Figura 5.2 – Dados da vazão de água da produção do dia 11/03/2022. | 35 |
| Figura 5.3 – Dados da vazão de álcool da produção do dia 11/03/2022. | 35 |
| Figura 5.4 – Dados da vazão de soda da produção do dia 11/03/2022. | 35 |
| Figura 5.5 – Dados da vazão de Neutralizado da produção do dia 11/03/2022. | 36 |
| Figura 5.6 – Correlação Ácido/Água da produção do dia 11/03/2022. | 37 |
| Figura 5.7– Correlação Ácido/Álcool da produção do dia 11/03/2022..... | 37 |
| Figura 5.8 – Correlação Ácido/Soda da produção do dia 11/03/2022. | 37 |
| Figura 5.9 – Correlação Água/Álcool da produção do dia 11/03/2022..... | 38 |
| Figura 5.10 – Correlação Neutralizado/Ácido da produção do dia 11/03/2022. | 38 |
| Figura 5.11 – Correlação Neutralizado/Água da produção do dia 11/03/2022. | 38 |
| Figura 5.12 – Resultado de especificação de “Ativo” do Laboratório de Controle de Qualidade. | 41 |
| Figura 5.13 – Control Plan - Aba "Variáveis de Processo" com informações das variáveis críticas. | 42 |
| Figura 5.14 – Control Plan - Aba "Variáveis de Processo" com informações das correlações..... | 43 |
| Figura 5.15 – Control Plan - Aba "Produção"..... | 44 |
| Figura 5.16 – Control Plan da produção do dia 11/03/2022..... | 46 |
| Figura 5.17 – Control Plan da produção com desvio do dia 23/01/2022. | 47 |
| Figura 5.18 – Control Plan da produção com desvio do dia 30/01/2022. | 48 |
| Figura 5.19 – Control Plan da produção com desvio do dia 10/02/2022. | 48 |
| Figura 5.20 – Control Plan da produção com desvio do dia 24/02/2022. | 49 |
| Figura 5.21 – Controle das variáveis de processo críticas na produção do dia 24/02/2022. | 50 |
| Figura 5.22 – Correlações de controle das variáveis de processos críticas na produção do dia 24/02/2022..... | 51 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|----|
| Tabela 5.1 – Média das métricas para todas as produções..... | 39 |
| Tabela 5.2 – Desvio médio das métricas durante todas as produções..... | 39 |
| Tabela 5.3 – Intervalos ótimos de operação..... | 41 |

SUMÁRIO

| | | |
|---------|--|----|
| 1 | INTRODUÇÃO..... | 11 |
| 2 | OBJETIVOS..... | 13 |
| 2.1 | Geral..... | 13 |
| 2.2 | Específicos..... | 13 |
| 3 | REFERENCIAL TEÓRICO..... | 14 |
| 3.1 | Classificações e Aplicações..... | 14 |
| 3.1.1 | Aniônicos..... | 17 |
| 3.1.2 | Catiônicos..... | 18 |
| 3.1.3 | Não iônicos..... | 19 |
| 3.1.4 | Anfóteros..... | 21 |
| 3.2 | Processo Produtivo..... | 21 |
| 3.2.1 | Insumos para Produção de Surfactantes..... | 25 |
| 3.2.1.1 | Enxofre..... | 25 |
| 3.2.1.2 | Oxigênio..... | 26 |
| 3.2.1.3 | Álcool..... | 26 |
| 3.2.1.4 | Agente Neutralizante..... | 27 |
| 3.2.1.5 | Solução Tampão..... | 28 |
| 3.2.1.6 | Água..... | 29 |
| 3.2.2 | Variáveis críticas..... | 29 |
| 4 | MATERIAIS E MÉTODOS..... | 31 |
| 4.1 | Coleta de Dados..... | 31 |
| 4.2 | Análise estatística dos dados..... | 31 |
| 4.3 | Implementação do <i>Control Plan</i> | 32 |
| 5 | RESULTADOS E DISCUSSÃO..... | 34 |
| 5.1 | Dados Operacionais..... | 34 |
| 5.2 | <i>Control Plan</i> | 41 |
| 5.3 | Estudo de Caso..... | 46 |
| 6 | CONCLUSÃO..... | 53 |
| | REFERÊNCIAS..... | 54 |

1 INTRODUÇÃO

Surfactantes, agentes tensoativos ou somente tensoativos, são exemplos de nomes utilizados para definir as substâncias orgânicas, que, devido a sua estrutura, podem apresentar um comportamento ambíguo com relação à sua afinidade com outros tipos de compostos. São moléculas que possuem papel de conciliadores entre fases consideradas imiscíveis, pois possuem uma boa interação tanto com uma fase aquosa e, portanto, polar, quanto com outra fase apolar, o que propicia a formação de emulsões, espumas, microemulsões, suspensões e umectação (DALVIN, 2011).

Por possuir essa característica de agente conciliador, o surfactante é um composto fundamental em aplicações de consumo, podendo ser utilizado, por exemplo, na produção de produtos de limpeza doméstica, de agentes espumantes para xampu, emulsificantes para inseticidas agrícolas ou também podem ser usados como agentes no processo de recuperação do petróleo.

Avaliando o cenário econômico do setor de surfactantes, de acordo com o panorama elaborado pela Associação Brasileira da Indústria de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos (ABIHPEC, 2022), o Brasil é o 4º maior mercado consumidor mundial do setor com US\$ 22,9 bilhões, o 2º maior mercado consumidor em fragrâncias, produtos masculinos e desodorantes, além de ser o 2º no *ranking* global de países que mais lançam produtos para o cuidado da pele e dos cabelos, produtos infantis de proteção solar, e de higiene oral.

Atualmente, há cerca de 3 mil empresas de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos no Brasil, estando a sua maior parte concentrada na região sudeste do país. Em 2021, houve um aumento de 4,5% na geração de empregos diretos no setor *versus* 2020, o que equivale a 6 mil empregos diretos na indústria. O setor é o que mais investe em publicidade, e o segundo que mais investe em inovação.

Conforme o relatório do Estudo do Potencial de Diversificação da Indústria Química Brasileira, financiado pelo Banco Nacional de Desenvolvimento Econômico e Social (BNDES) (BAIN & COMPANY, 2014), os tensoativos são componentes cuja função é reduzir a tensão superficial, e tais compostos podem ser catiônicos, aniônicos, não iônicos ou anfóteros. Enquanto os catiônicos possuem carga positiva, os não iônicos não possuem carga, os tensoativos aniônicos têm carga negativa e os anfóteros podem, dependendo do pH da solução, apresentar um comportamento catiônico e/ou aniônico. De acordo com o estudo, os tensoativos aniônicos, representam 14% do mercado de tensoativos no mundo, tendo como exemplos destes produtos os sabões, sabonetes e xampus. Por outro lado, os

tensoativos catiônicos, estão presentes em condicionadores e soluções antimicrobianas, representando cerca de 48% do mercado. Já os tensoativos não iônicos, representados por nonilfenóis, as amidas e ácidos graxos etoxilados, compõem cerca de 32% do mercado, restando cerca de 6% que compõem os tensoativos anfóteros, amplamente utilizados na indústria de cosméticos, agindo como estabilizador de espuma, agente de limpeza e emoliente.

No Brasil, o cenário é um pouco diferente, uma vez que os tensoativos aniônicos possuem uma predominância maior na indústria que os não iônicos. Isso se deve à demanda menos sofisticada, que requer o uso de tensoativos mais baratos, que são os do tipo aniônico. Outra explicação está relacionada à dureza da água, característica das águas naturais que possuem em sua composição cátions de cálcio, magnésio e ferro II. Na presença destes cátions, a ação do tensoativo na remoção da gordura é dificultada. Logo, como no Brasil são encontradas águas menos duras, a necessidade de uso de tensoativos resistentes à dureza é menor.

Atualmente, no Brasil, a principal demanda de tensoativos aniônicos é para a produção de sabão em pó para roupas. O alquilbenzeno linear sulfonato (LAS) domina este mercado, com uma participação de 84%, enquanto o lauril éter sulfato de sódio (LESS) tem uma participação de 9%. Em relação aos tensoativos não-iônicos, sua principal aplicação é no mercado de detergentes.

No Brasil, as seis empresas que dominam o mercado de tensoativos são: Oxiteno, Deten, Stepan, Clariant, BASF e AkzoNobel. Juntas, elas representavam 79% do mercado nacional de tensoativos em 2012 (BAIN & COMPANY, 2014).

De maneira geral, tendo em vista a satisfação do cliente, é de fundamental importância que todas as empresas garantam que o produto esteja dentro das especificações acordadas entre ambas as partes. Para isto, o fornecedor necessita de um amplo controle de qualidade sobre seu processo visando garantir que o mesmo cumpra com o que foi estabelecido. Assim, visando esta satisfação, o presente trabalho avalia o processo produtivo do lauril éter sulfato de sódio (LESS) e propõe uma forma de certificar o controle de qualidade final do produto.

Logo, visando a satisfação dos seus clientes e a entrega de produtos conformes é de fundamental importância que todo o processo de produção dos surfactantes esteja de acordo com os procedimentos padronizados e que as principais variáveis de análise da qualidade do produto estejam de acordo com as especificações do cliente.

2 OBJETIVOS

2.1 Geral

A empresa na qual foi desenvolvido o presente trabalho, e que será referenciada como “Empresa A”, é especializada na produção de uma ampla variedade de substâncias químicas tensoativas, incluindo tensoativos aniônicos, catiônicos, não-iônicos e anfotéricos, bem como misturas de tensoativos e ésteres especiais

Neste contexto, o objetivo do trabalho é acompanhar as variáveis críticas das produções de um tensoativo aniônico de alto teor de ativo e com tais informações, avaliar, criar métricas e propor formas de acompanhamento que possam garantir que o produto esteja dentro das especificações desejadas.

2.2 Específicos

Através deste estudo busca-se:

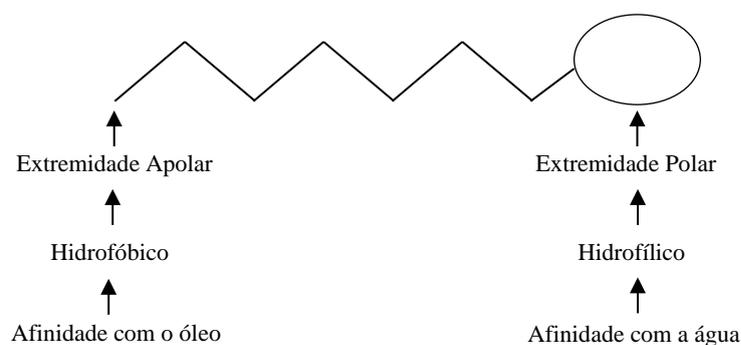
- avaliar o processo produtivo, levantar informações sobre todas as variáveis críticas do processo e determinar intervalos ótimos de produção.
- propor uma metodologia de acompanhamento das variáveis do processo em tempo real para que todas as informações sejam apresentadas de maneira clara ao responsável, de forma que intervenções possam ser realizadas de maneira oportuna.
- validar a metodologia desenvolvida através de sua aplicação em um estudo de caso, que inclui a avaliação de uma produção para a qual já se tem conhecimento da ocorrência de um desvio.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 Classificações e Aplicações

Surfactantes podem ser definidos como agentes tensoativos, que devido a sua característica anfifílica, de possuir uma região hidrofóbica (parte apolar da molécula) que possui uma melhor afinidade com o óleo, ou materiais apolares e uma região hidrofílica (parte polar da molécula), que tem uma melhor afinidade com materiais polares, como a água, podem ser absorvidos na interface ar-água ou óleo-água, por exemplo. Em tal interface, as moléculas são alinhadas de modo que a parte hidrofóbica esteja em contato com o óleo ou com o ar e a hidrofílica em contato com a água (DALTIM, 2011), conforme apresentado na Figura 3.1.

Figura 3.1 – Representação esquemática de um tensoativo.



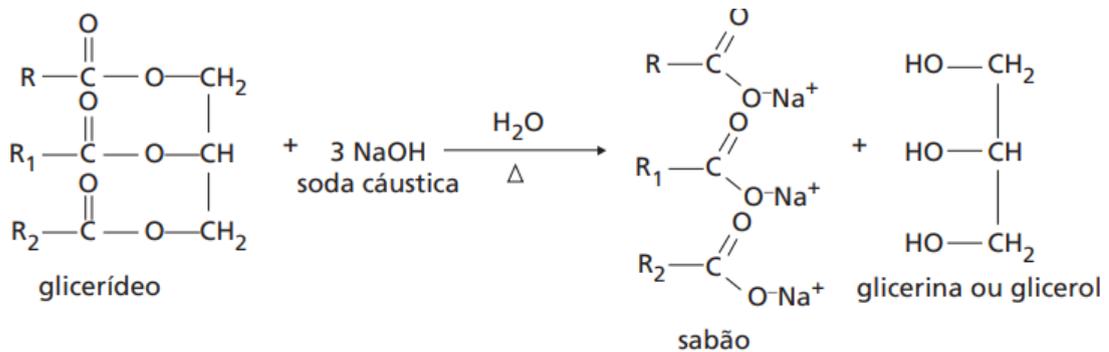
Fonte: Adaptado de Rossi et al. (2005).

A extremidade apolar de um surfactante se origina de uma cadeia carbônica, podendo ser esta linear, ramificada ou cíclica. Ainda que os carbonos nesta cadeia sejam mais eletronegativos que átomos de hidrogênio, eles não são capazes de formar os chamados polos de concentração de carga eletrostática. Já a extremidade polar é constituída por átomos que possuem concentração de carga, formando polos negativos ou positivos. Esta extremidade polar é responsável pela solubilização em água, devido a atração eletrostática dos polos com a água, que possui carga positiva e negativa na mesma molécula. Dessa forma, para um tensoativo ser solúvel em água, basta que o mesmo possua concentração de cargas, positivas ou negativas.

O sabão é produzido há milhares de anos e é um dos mais importantes tensoativos no mundo, sendo possível a sua produção de forma artesanal e doméstica, utilizando, por exemplo, gordura animal e soda cáustica (hidróxido de sódio). A gordura animal apresenta triglicérides que, na presença da soda cáustica e sob aquecimento, se decompõem em ácidos graxos que são neutralizados, numa reação que gera um sal de ácido graxo (o sabão) e água,

conhecida como reação de saponificação, conforme representação da Figura 3.2. Quando a reação está completa, há a formação de sal de ácido graxo, que é uma molécula com características de tensoativo. Quando em contato com água, o contra íon de sódio se dissolve e o restante da molécula de sal adquire uma carga negativa verdadeira (DALTIN, 2011).

Figura 3.2 – Representação da reação de saponificação de um triglicéride com soda cáustica



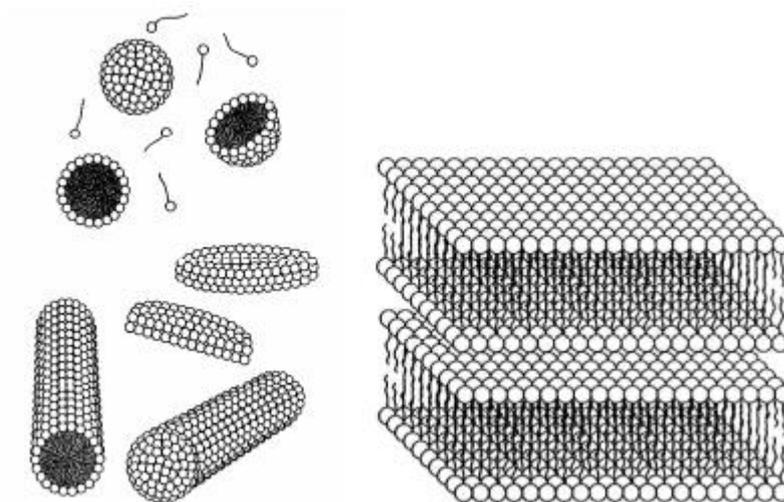
Fonte: Adaptado de Daltin (2011).

Uma das principais propriedades de interesse nos surfactantes é a promoção de misturas com estabilidade entre fases de diferentes polaridades, como por exemplo, a mistura água-óleo. Quando presentes em meio líquido, tais substâncias tendem a permanecer nas interfaces líquido-líquido, líquido-gás ou sólido-líquido de um dado sistema (NITSCHKE; PASTORE, 2002). Quando isto acontece, as moléculas de água presentes na superfície, tendem a se organizar, de modo a diminuir repulsão entre os grupos hidrofóbicos e suas moléculas, provocando assim, a diminuição da tensão superficial.

A estabilidade entre as fases de uma mistura se deve à criação das chamadas micelas, que são agregados de moléculas de solvente com moléculas do surfactante. Tal agregado é formado a partir de uma determinada concentração de moléculas, chamada concentração micelar crítica (CMC). Quando a CMC é atingida, as moléculas do surfactante se agrupam de maneira que a parte hidrofóbica fique voltada para o interior da micela e a parte hidrofílica fique em contato com o solvente.

Há diversos formatos de micelas, podendo ser esféricos, cilíndricos ou até mesmo possuir formatos mais complexos, chamados lamelares (Figura 3.3). Tal disposição dependerá da estrutura do tensoativo, presença de aditivos, pH, concentração do surfactante, dentre outros (SALAGER, 2004).

Figura 3.3 – Formação de micelas.



Fonte: Daltin (2011).

De acordo com Daltin (2011), na presença de uma fase orgânica (como um óleo) e uma fase aquosa, o tensoativo, devido à sua estrutura e propriedades, promoverá a formação de micelas que serão responsáveis por promover a mistura das duas fases, ocasionando um contato mais íntimo com a superfície a ser limpa, aumentando assim, a eficiência na remoção e dispersão de sujeiras, o que favorece a solubilidade.

Conforme explicado anteriormente, na estrutura das micelas, sua parte interior, formada por moléculas apolares, será responsável por interagir com a sujeira e, após esta interação, no enxágue, a micela será arrastada juntamente com a sujeira. Devido a isto, nos processos de lavagem é de fundamental importância a agitação, para que se tenha a solubilização dos tensoativos utilizados, a diminuição das gotículas de impurezas, a retirada da sujeira e a formação e distribuição de micelas por todo o líquido. Este processo garantirá que a detergência seja eficiente, além disso, tal agitação é a causa da formação de espuma.

Popularmente, os usuários de surfactantes associam a formação de espuma abundante com a eficiência da limpeza. Porém, em detergentes de uso doméstico, usados na limpeza de utensílios de cozinha, por exemplo, a espuma possui caráter estético para o consumidor e pode ocasionar até mesmo dificuldade na limpeza por requerer mais enxágues para a efetiva retirada. Esta associação popular fez com que os fabricantes de tensoativos desenvolvessem moléculas que se estabilizam com a espuma, assim, para uma formação de espuma abundante e estável é indicado a utilização de tensoativos aniônicos, em especial os sulfatados (DALTIM, 2011).

Para definir qual tipo de tensoativo é o mais indicado para determinado tipo de emulsão é feito uso do chamado método do balanço hidrofílico-lipofílico (BHL). Este

método é uma aproximação utilizada para explicar o balanço entre tamanho e força dos grupamentos lipofílicos e hidrofílicos de uma molécula emulsificante. Portanto, a solubilidade dos surfactantes é caracterizada por seu BHL (SALAGER, 2004).

Uma das variáveis de análise da qualidade no processo de produção de surfactantes é o chamado “Ingrediente Ativo” ou apenas “Ativo” do surfactante, que é o responsável pela interação com as moléculas polares e apolares e peça chave na eficácia e desempenho do produto final. Para garantir essa eficácia e qualidade, é de fundamental importância que seja realizado o acompanhamento de tal indicador no produto final.

Normalmente, as cadeias moleculares de surfactantes possuem em sua parte hidrofóbica, cerca de 10 a 20 átomos de carbono. Porém, a parte hidrofílica pode possuir ou não grupos com cargas ionizáveis na água. Dessa forma, a parte apolar da molécula pode apresentar compostos como alquil benzenos, alquil fenóis, álcool, parafina ou um polioxipropileno, e o lado polar compostos a base de sulfatos, carboxilatos, sulfonatos ou grupamento quaternário de amônio (HOLMBERG, 2002). A parte polar do tensoativo será responsável pela sua classificação, podendo ser não-iônicos, catiônicos, aniônicos ou anfóteros.

3.1.1 Aniônicos

Este tipo de surfactante, quando dissolvido em água adquire carga negativa verdadeira, que está associada à presença de elementos muito eletronegativos em sua estrutura molecular, que reforça a característica de polaridade negativa dessa parte da molécula, devido a sua cabeça polar negativa. Além da carga negativa, a região polar destas moléculas pode possuir átomos de oxigênio, que devido a sua alta eletronegatividade atrairá elétrons dos carbonos vizinhos, tornando maior a polaridade negativa da região. Devido a isto, esta classe possui alta polaridade e alta capacidade de atração de moléculas de água fazendo com que seja altamente solúvel em água (DALTIM, 2011). Suas características físico-químicas são fortemente influenciadas na presença de eletrólitos como extremos de pH e sais solubilizados.

Os surfactantes aniônicos constituem a maior classe de tensoativos comercializados no Brasil, por serem amplamente utilizados na indústria de produtos de higiene pessoal e limpeza doméstica. Nesta classe, encontram-se os principais tensoativos de sabões, sabonetes, xampus e detergentes em pó e líquidos. Geralmente, não são compatíveis com tensoativos catiônicos em virtude da neutralização de cargas, pois como o tensoativo catiônico adquire carga negativa e o tensoativo aniônico carga positiva, eles iriam reagir

entre si, ao invés de reagir com a superfície desejada.

Alguns dos principais tipos de surfactantes aniônicos são os que possuem os grupos:

- Sulfato ($R-OSO_3^-$)
- Sulfonato ($R-SO_3^-$)
- Carboxilato ($R-CO_2^-$)

Os tensoativos aniônicos sulfatados são pouco estáveis em meio ácido, pois pode acontecer reversão da reação de sulfatação. A inserção de uma pequena cadeia de óxido de eteno (1 a 3 mols) entre grupo apolar e o grupo aniônico, aumenta a tolerância à água dura ou à presença de eletrólitos aumentando também o poder espumante e o tempo de residência da espuma.

Nos xampus e sabonetes líquidos, os surfactantes aniônicos mais utilizados são o lauril éter sulfato de sódio (LESS) que possui etoxilação e o ácido linear alquilbenzeno sulfônico (LAS), popularmente chamado de ácido sulfônico.

No caso do LESS (Figura 3.4), a parte hidrofóbica é formada por uma cadeia carbônica de 12 a 14 átomos e a parte hidrofílica é o grupo sulfato em conjunto com grupos oxetilênicos.

Figura 3.4 – Estrutura química do lauril éter sulfato de sódio (LESS).



Fonte: Adaptado de Daltin (2011).

Na composição do álcool, a cadeia carbônica presente em maior proporção neste composto é a C12 (cerca de 70%) e a média para os mols de eteno é de 2. Comercialmente, tal surfactante é encontrado em duas concentrações, 27% m/m (Baixo Ativo com amostragem líquida) e 70% m/m (Alto Ativo com amostragem pastosa).

3.1.2 Catiônicos

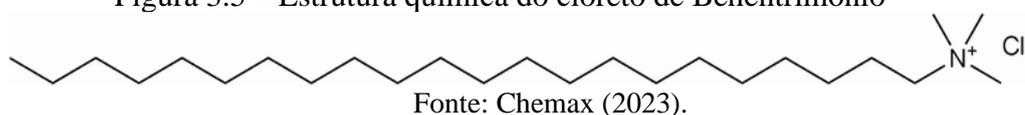
Os tensoativos catiônicos são caracterizados pela presença de uma parte polar carregada positivamente (cátion), que normalmente, está relacionada a um hidrogênio de carga positiva na parte hidrofílica da estrutura do surfactante. Tal carga atuará na solubilidade em água, uma vez que a água possui cargas positivas e negativas.

Esta classe de tensoativos é representada por poucos produtos. Suas principais aplicações se dão em formulações de amaciantes têxtis, aditivos de lubrificantes e anticorrosivos. No mercado brasileiro, há disponibilidade apenas de tensoativos catiônicos baseados em nitrogênio quaternário, que é um cátion, que pode realizar até 4 ligações, podendo ser a molécula de hidrogênio ou de um ânion qualquer. Desta forma, o hidrogênio

localizado na parte polar é mais eletronegativo que o carbono fazendo com que tal composto atraia os elétrons envolvidos nesta ligação. Como estes elétrons possuem carga negativa, esse efeito neutralizará a carga negativa do tensoativo. Tal neutralização atenua a polaridade do composto o que resulta na redução da solubilidade em água do surfactante.

Um dos agentes tensoativos catiônicos mais utilizados no mercado, é o cloreto de behenyl ou cloreto de Behentrimônio (Figura 3.5) que é um agente de condicionamento auto emulsionante, desenvolvido para a formulação de produtos capilares como: máscaras capilares, condicionadores, cremes para pentear e muito mais. O cloreto de Behenyl possui excelente efeito condicionante, substantivo a pele e cabelo o que confere uma excelente penteabilidade úmida e proporciona condicionamento sem acúmulo.

Figura 3.5 – Estrutura química do cloreto de Behentrimônio



Um ponto negativo em relação a esta classe de surfactantes é que eles possuem as mais altas taxas de toxicidade aquática quando comparados com as outras classes. Isto se deve ao fato de serem menos solúveis em água, devido a sua parte polar ser carregada positivamente.

Estes tensoativos apresentam uma alta capacidade para se aderirem a superfícies sólidas, pois devido a sua carga positiva, em superfícies carregadas negativamente há a formação de um filme hidrófobo, já que sua parte polar estará voltada para a superfície carregada negativamente, tendo assim uma maior adsorção nas superfícies, característica desejada em aditivos de lubrificantes, em amaciantes e revestimentos anticorrosivos.

3.1.3 Não iônicos

Há também uma classe diferente de surfactante, na qual o tensoativo não apresenta carga verdadeira, por não serem originados de sais dissociados: os chamados tensoativos não iônicos. Nesta classe, as cargas estão dispersas em vários átomos de oxigênio espalhados em uma cadeia polimérica. Tal dispersão ocasiona uma atração com a água mais tênue devido ao pequeno tamanho das cargas.

Uma particularidade é que quando se aquece uma solução aquosa de um tensoativo aniônico, o aumento de energia de agitação das moléculas de água não é suficiente para superar a força de atração entre a parte polar do tensoativo e a água, o que mantém a solução estável e límpida. Porém, caso a solução aquosa seja de um tensoativo não iônico, como as forças de atração são fracas, a agitação provocada pelo aquecimento consegue vencer as forças de atração do tensoativo com as moléculas de água. Quanto mais se aquece a solução,

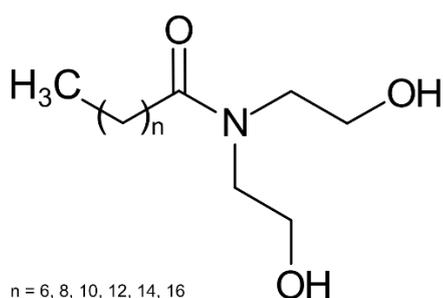
mais moléculas de água deixam de estabilizar o tensoativo, até o ponto em que este se torna insolúvel formando uma névoa ou turvação. Tal temperatura é conhecida como ponto de névoa ou turvação e é uma característica dos tensoativos não iônicos derivados de óxido de eteno.

Outro aspecto, quanto maior for o grau de etoxilação do tensoativo, que garantirá um maior número de moléculas de óxido eteno na região polar do tensoativo, maior será o número de moléculas de água que serão atraídas. Logo, para atingir um ponto de névoa de um tensoativo de alta etoxilação, é necessário que a temperatura de aquecimento da solução seja mais alta. De forma que o grau de etoxilação do tensoativo pode ser caracterizado pelo seu ponto de névoa na solução aquosa.

Diferentemente dos tensoativos aniônicos e catiônicos, que não podem ser misturados devido à neutralização de cargas e consequente insolubilidade em água, os tensoativos não iônicos, como não possuem cargas verdadeiras, não reagem com os demais tensoativos, o que possibilita a formulação com qualquer um deles.

Um dos compostos principais pertencentes a classe dos tensoativos não iônicos são os alcanolamidas de ácidos graxos vegetais (Figura 3.6), que confere aos shampoos propriedades essenciais como: sobreengordurantes, espessantes, solubilizante de essências e espumógena.

Figura 3.6 - Estrutura química da Alcanolamida de ácido graxo



Fonte: Chemax (2023).

Os tensoativos não iônicos constituem a segunda classe de tensoativos mais utilizada no mercado nacional e são pouco sensíveis à água dura. São amplamente utilizados na indústria de cosméticos, agindo como estabilizador de espuma, agente de limpeza e emoliente. Além disso, conferem ao produto baixa irritabilidade aos olhos e pele; redução da tensão superficial e interfacial e baixo poder de detergência e espuma, fazendo deles agentes emulsionantes ideais. Contrariamente aos tensoativos aniônicos e catiônicos, as propriedades físico-químicas dos tensoativos não iônicos não são fortemente influenciadas pela presença eletrólitos, porém, são fortemente dependentes da temperatura. Para a maioria

dos tensoativos desta classe, a solubilidade decresce com o aumento da temperatura.

3.1.4 Anfóteros

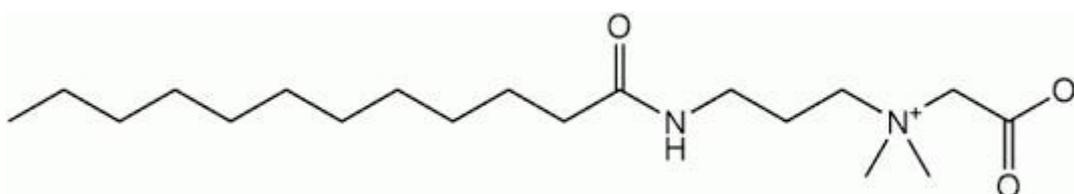
A classe de tensoativos anfóteros ou também chamados anfotéricos, se comporta como aniônicos ou catiônicos, dependendo do pH da solução na qual ele está dissolvido. Isso porque eles podem apresentar tanto carga negativa, quanto carga positiva na mesma molécula.

Em meios alcalinos, tensoativos anfóteros se comportam como aniônicos, devido à alta concentração de hidroxilas que neutralizam as cargas positivas da molécula. E, em meio ácido, se comportam como catiônicos. Como possuem ambas as cargas (positiva e negativa), a carga total do tensoativo é nula e assim, ele se torna compatível com tensoativos aniônicos e catiônicos.

Em sua estrutura, o número de carbonos entre as cargas negativa e positiva deve ser de dois a quatro. Caso seja inferior a dois, uma carga neutralizará a outra, e se for maior que quatro, a atração existente dobrará a molécula e elas serão neutralizadas.

Constituem a classe de tensoativos menos utilizada no mercado nacional, devido ao alto custo agregado. Os tensoativos mais comuns desta classe são as cocoamidopropil betaina (Figura 3.7), que possuem aplicação em xampus de baixa irritabilidade ocular. Isso porque, por possuir cargas negativas e positivas na molécula, apresentam propriedades de organização com as moléculas de tensoativo aniônico e catiônico, modificando suas propriedades e permitindo, assim, a redução, por exemplo, da irritabilidade ocular.

Figura 3.7- Estrutura química da Cocoamidopropil betaina



Fonte: Chemax (2023).

Um ponto negativo em relação a esta classe de surfactantes, assim como os tensoativos catiônicos, é a alta taxa de toxicidade aquática comparada com as das outras classes. Isto se deve ao fato de serem menos solúveis em água.

3.2 Processo Produtivo

Sulfonação e sulfatação são processos empregados industrialmente para a produção de compostos orgânicos (sulfonados e sulfatados, respectivamente), tendo como principal aplicação a obtenção de detergentes. Embora o processo produtivo dos compostos sulfonados e sulfatados seja similar, há algumas diferenças importantes. Para a sulfonação,

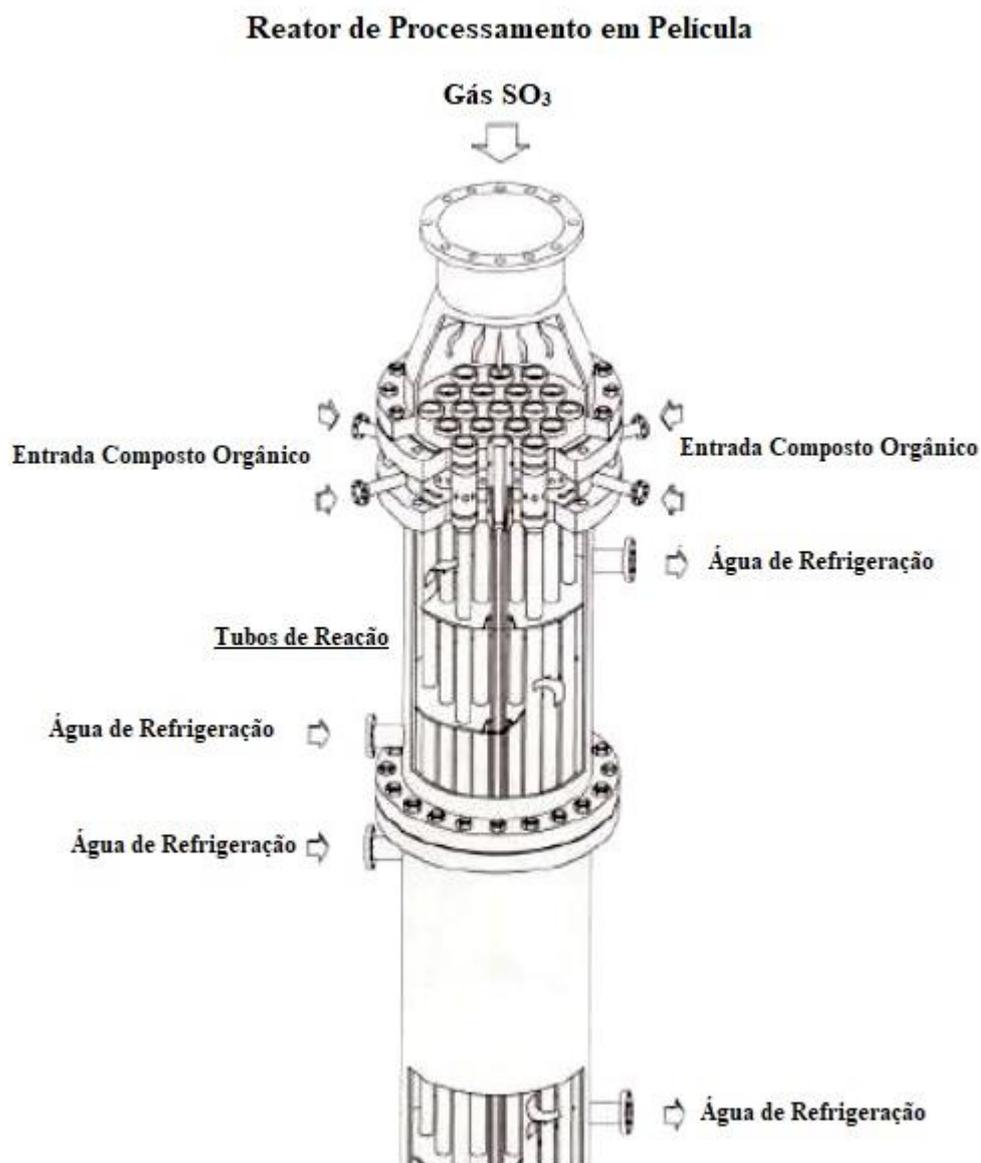
o trióxido de enxofre (SO_3) é introduzido em um composto orgânico através da formação de ligação carbono-enxofre, e sua principal característica é a formação de compostos estáveis de ácidos alquil-sulfônicos. Já a sulfatação, por outro lado, envolve a reação do trióxido de enxofre com álcoois, alifático ou aromático, obtendo compostos instáveis, denominados sulfatos ácidos, através da formação da ligação carbono-oxigênio. Produtos sulfonados podem ser isolados, estocados e comercializados, por outro lado, compostos sulfatados somente são estáveis se neutralizados.

O presente trabalho foi desenvolvido em uma planta de sulfatação, baseada em reatores de filme, sendo uma unidade automática e contínua, na qual é possível sulfatar todas as matérias-primas utilizadas nos campos da detergência, surfactantes, tensoativos e aditivos. As reações de sulfatação se dão com SO_3 gasoso obtido na própria planta, e ocorre nas seguintes etapas:

- queima do enxofre líquido e produção de SO_3 ;
- reação de sulfatação;
- neutralização dos sulfatos;

A planta de processamento em película baseia-se em um processo contínuo de sulfatação em um reator multitubular de película, que usa SO_3 em quantidades e concentrações variáveis como gás de sulfatação, o qual reage com as matérias-primas desejadas. Conforme observado na Figura 3.8, o SO_3 entra no reator de sulfatação pela parte superior e pelas laterais há a entrada do composto orgânico que será sulfatado. O composto orgânico ficará distribuído uniformemente pelas paredes dos tubos internos do reator, em contato direto com o SO_3 , para que assim seja possível acontecer a reação de sulfatação. Na parte exterior dos tubos a temperatura de reação é controlada com uma vazão de água de resfriamento.

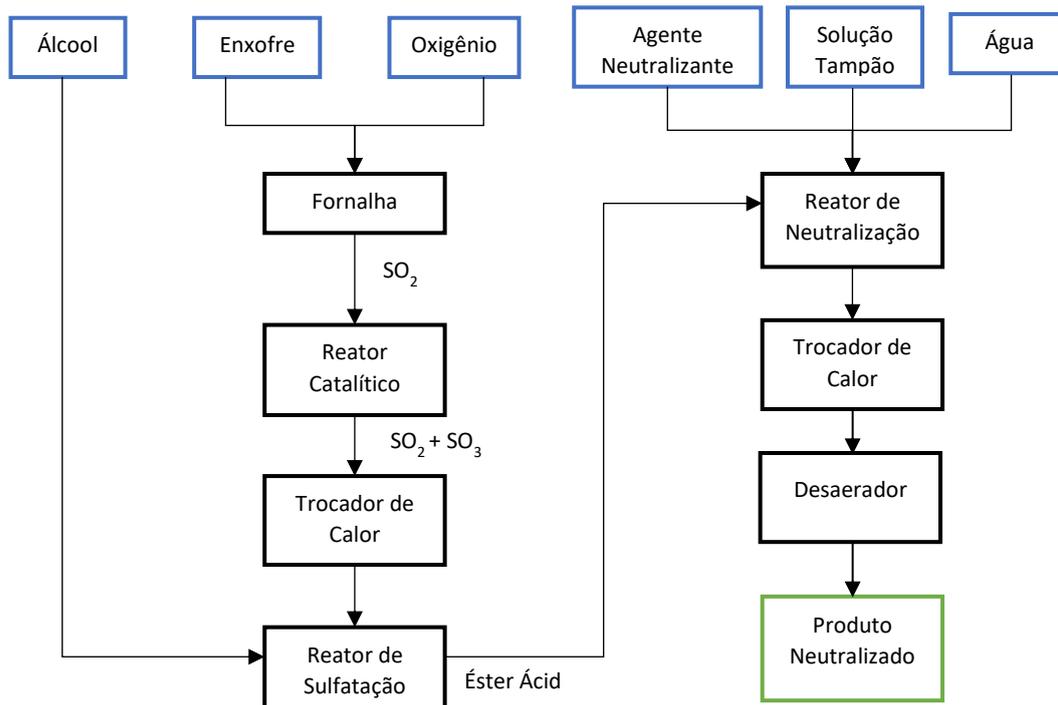
Figura 3.8 - Reator de Processamento em Película.



Fonte: Ballestra (2023).

Após a passagem pelo reator de sulfatação, têm-se o éster ácido que passará pelo processo de neutralização, no qual será misturado com agentes neutralizantes, aditivos e água para diluir, obtendo-se assim o produto Neutralizado. Na Figura 3.9 é apresentado um fluxograma do processo de produção de surfactantes.

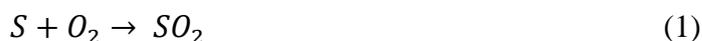
Figura 3.9 – Fluxograma do processo produtivo de surfactantes por sulfatação.



Fonte: Da Autora (2023).

A etapa inicial da produção de surfactantes é o fornecimento do oxigênio (O_2) para a combustão do enxofre que se dá pela compressão de ar atmosférico em compressores de alta vazão e baixa pressão. Como o ar irá reagir com o enxofre, é de fundamental importância que ele esteja seco, pois na presença de água, pode ser gerado ácido sulfúrico (H_2SO_4), um subproduto não desejado, que é altamente corrosivo e prejudicial ao funcionamento dos equipamentos. Logo, é necessário realizar a secagem do ar antes da sua entrada na fornalha.

Dessa forma, conforme Figura 3.9, enxofre líquido é vaporizado e queimado na fornalha com excesso de ar, através da reação apresentada na equação 1.



Após este processo, se faz necessária a conversão do SO_2 em SO_3 , que é realizada em um reator catalítico, com o uso de um catalisador de pentóxido de vanádio (V_2O_5), compatível com as moléculas de SO_2 e que será capaz de realizar a conversão de forma eficiente, conforme equação 2. Após a obtenção do SO_3 , este será adicionado a um composto orgânico (álcool) que será descrito adiante neste trabalho, para formação de um sulfato ácido.



A neutralização consiste na adição de uma base ao ácido produzido na sulfatação. Como agente neutralizante, é utilizado, na maioria das vezes, soda cáustica ou amônio. Juntamente ao agente neutralizante, também é adicionada, no reator de neutralização, água

para diluição da solução. Realiza-se o acompanhamento da neutralização e quando todo o volume estipulado de agente neutralizante e de água estipulados, é adicionado ao reator de neutralização, é iniciada a adição da solução tampão, que tem por finalidade garantir o controle do pH da solução. Baixos pHs podem ocasionar decomposição do produto neutralizado e altos pHs também são indesejáveis por causar deterioração dos equipamentos. Logo, a solução tampão tem a finalidade de manter o pH em faixas desejáveis.

Além disso, o processo de neutralização pode gerar muita espuma devido a reação instantânea e altamente exotérmica. Para diminuir este volume de espuma e não se ter uma indicação falsa do volume de produto neutralizado, podem ser adicionados alguns tipos de aditivos, que possuem a função de quebrar as películas de espuma. Após isso, e como a reação é altamente exotérmica, se faz necessária a passagem da solução por um trocador de calor, com o intuito de reduzir a sua temperatura, uma vez que, tal variável situada além dos limites aceitáveis, pode ocasionar a formação de subprodutos indesejáveis, como o álcool não sulfatado, que deixará o produto com menor pureza e principalmente a dioxano, um composto altamente tóxico para humanos.

Entretanto, principalmente em neutralizados de alto ativo, há uma facilidade de aeração do produto, que ocasiona uma maior pressurização nas tubulações, o que não é recomendável. Assim, após a saída do trocador de calor o produto passa por um Desaerador no qual o ar é removido e assim finaliza o processo de produção de surfactante. O produto final, que será o tensoativo desejado (LESS) é popularmente denominado produto Neutralizado.

3.2.1 Insumos para Produção de Surfactantes

3.2.1.1 Enxofre

O enxofre obtido a partir do petróleo representa hoje apenas 28% da produção brasileira, o equivalente a 5% do consumo aparente. A principal fonte de obtenção do enxofre é como coproduto do beneficiamento minero-metalúrgico de ouro, cobre, zinco e níquel, participando com 67% do total. A terceira fonte de obtenção, é do folhelho betuminoso, representando apenas 4,7% da produção anual (MB CONSULTORES, 1999).

Além do enxofre natural, que é extraído de depósitos subterrâneos pelo processo "*Frasch*", o composto pode ser obtido pela oxidação do gás sulfídrico (H_2S), existente nos efluentes gasosos de diversas instalações industriais, notadamente refinarias de petróleo, e no gás natural ácido, mediante aplicação do processo "*Claus*". No processo "*Frasch*", o enxofre é obtido com pureza entre 99 e 99,9%, sem traços de arsênico, selênio ou telúrio. As

impurezas presentes são normalmente constituídas por pequenas quantidades de cinzas e ácido sulfúrico, e podem conter traços de óleo ou material carbonoso, nos casos em que o depósito de enxofre esteja localizado perto de poços de petróleo.

Atualmente existe uma tendência a transportar e armazenar o enxofre sob a forma de escamas ou em estado líquido, a fim de minimizar perdas e reduzir os problemas de poluição atmosférica. O enxofre utilizado na produção do tensoativo é transportado e estocado em tanques aquecidos a vapor, no estado líquido, uma vez que à temperatura ambiente, o enxofre é um composto sólido que impossibilita o seu transporte via tubulações. Logo, se faz necessário manter o composto em temperaturas superiores a 115,2 °C, que é o seu ponto de fusão, conforme a FISPQ (Ficha de Informação de Segurança para Produtos Químicos) do enxofre líquido (Petrobrás, 2019).

3.2.1.2 Oxigênio

Como em qualquer processo de combustão, se faz necessária a presença de combustíveis e comburentes. O combustível, neste caso, será o enxofre, e o comburente é o oxigênio presente no ar. Entretanto, o ar atmosférico possui umidade e caso estas moléculas de ar entrem em contato com o SO_2 e/ou SO_3 no interior da fornalha e demais equipamento do processo, podem ocasionar a formação de ácidos sulfuroso ou sulfúrico que são altamente agressivos à integridade de tais estruturas.

A utilização de oxigênio em lugar de ar seco, no processo de combustão, tem como vantagens: redução das dimensões dos equipamentos utilizados e diminuição substancial de gases residuais poluentes e conseqüentemente aumento de eficiência global do processo. Em contrapartida, a utilização de enriquecimento de oxigênio na combustão do enxofre exige o emprego de materiais especiais, e conseqüentemente mais caros, quando comparados aos equipamentos que fazem uso de ar seco.

A exigência de materiais mais nobres, na alternativa de uso de oxigênio é devido aos níveis mais elevados de temperatura em que se processa a combustão do enxofre. Computados os efeitos favoráveis e desfavoráveis, tanto sob o aspecto investimento quanto no de custos de operação, a alternativa de uso de ar seco na reação de combustão do enxofre é geralmente, mais econômica. O uso de oxigênio é praticado somente em condições especiais, caracterizadas basicamente pela existência de disponibilidade desse gás, como produto marginal, especialmente em plantas do tipo metalúrgico.

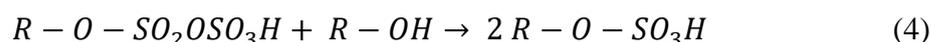
3.2.1.3 Álcool

A distinção entre os processos de sulfonação e sulfatação está na molécula inicial que

é utilizada na reação com o SO_3 . Quando se trata de uma olefina ou algum tipo de composto que não possui oxigênio em sua composição, o grupo polar do tensoativo formado será o $-SO_3^{2-}$ ou grupo sulfonato, sendo assim um processo de sulfonação. Caso seja um álcool graxo ou ácido graxo, que é o composto utilizado neste trabalho, a reação com o SO_3 , acontecerá sobre a hidroxila do álcool ou ácido, gerando como produto um grupo mais polar formado por $-OSO_3^{2-}$ ou grupo sulfato, a sulfatação.

Os produtos sulfatados mais comuns utilizam como moléculas iniciais álcoois e álcoois etoxilados. Álcoois sulfatados e álcoois etoxilados sulfatados constituem um grupo de grande importância para a produção dos tensoativos aniônicos e normalmente são utilizados em formulações de detergentes. Tanto álcoois lineares como ramificados, tipicamente contendo entre 8 e 16 átomos de carbono, são utilizados como matérias-primas.

Assi, destaca-se o uso de álcoois graxos etoxilados são utilizados como intermediários para a sulfatação. O mais comum é utilizar álcoois graxos com uma a três unidades oxietilênicas. A reação de preparação de tensoativos sulfatados, descrita nas Equações 3 e 4, se dá a partir da reação do SO_3 , sobre a hidroxila do álcool ($R - OH$), que para simplificar a cadeia carbônica do álcool foi substituída aqui pela letra “R”. Após essa reação (Equação 3), é gerado um grupo mais polar formado por $-OSO_3^{2-}$ ou grupo sulfato, que poderá reagir com outra molécula de álcool, obtendo-se assim o sulfato ácido ou também chamado éster ácido.



No caso do LESS, o “R” é formado por uma cadeia carbônica de 12 a 14 átomos.

A preparação de álcoois etoxilados sulfatados (ou éter sulfatos) é realizada de forma similar. No entanto, na preparação dos álcoois etoxilados sempre há a formação de glicóis (reação do óxido de eteno com a água residual do álcool). O excesso de glicóis durante o processo de sulfatação com SO_3 provoca a formação de quantidades não desprezíveis de 1,4-dioxano. A dioxano é um subproduto não desejável da reação, pois além de ser muito tóxica ela possui potencial carcinogênico, logo, deve-se optar pela utilização de álcoois etoxilados com baixos teores de glicóis para obtenção do produto com teores de dioxano geralmente inferiores a 1 ppm. Uma desvantagem dos tensoativos sulfatados é a sua baixa resistência à hidrólise da ligação éster em meio ácido.

3.2.1.4 Agente Neutralizante

Após a reação entre o álcool etoxilado e o SO_3 , o composto sulfatado é extremamente

instável devido ao meio ácido em que se encontra, dessa forma, se faz necessária uma reação de neutralização do produto a fim de se obter a estabilidade comercial desejada. O agente neutralizante será responsável por neutralizar o composto sulfatado ou também denominado de éster ácido, obtido no processo de sulfatação, através de uma reação de neutralização ácido-base, podendo o agente neutralizante ser uma base como o hidróxido de amônio ou hidróxido de sódio.

É de fundamental importância que o processo de neutralização possua agitação, para garantir a homogeneização da mistura e assim a sua completa neutralização. Por padrão, a reação ácido-base acontece como representado na Equação 5.



Dessa forma, o produto sulfatado é um sal de amônio ou sal de sódio, estável.

3.2.1.5 Solução Tampão

Conceitualmente, a solução tampão tem por intuito a manutenção do pH de uma solução dentro de uma faixa ideal, determinada por procedimento laboratorial. Ela pode ser composta: por um par ácido fraco (Ácido Conjugado) e seu sal (Base Conjugada) ou por uma base fraca (Base Conjugada) e seu respectivo par (Ácido Conjugado).

As bases fracas são aquelas que não apresentam elementos na tabela periódica das famílias IA e IIA, que são os chamados metais alcalinos e metais alcalinos terrosos, exceto o elemento magnésio (pertencente à família IIA). Os metais alcalinos recebem esse nome pois reagem facilmente com a água, formando substâncias alcalinas, como os hidróxidos e os metais alcalinos terrosos possuem essa denominação pois são encontrados em vários minerais presentes na terra, formando com muita frequência substâncias básicas. Já os ácidos fracos são todos aqueles cuja subtração do número de oxigênios pelo número de hidrogênios resulta em 1 ou quando não são ácidos clorídricos (HCl), ácido bromídrico (HBr), ácido iodídrico (HI) ou ácido fluorídrico (HF).

Um ponto importante está relacionado à capacidade tamponante que é a capacidade da solução-tampão de não sofrer mudanças significativas no seu pH ao receber soluções formadas por bases ou ácidos fortes. Neste caso, há um limite para as quantidades de ácido ou de base adicionadas à solução antes que um dos componentes seja totalmente consumido. Esse limite é definido como a quantidade de um ácido ou base forte necessária para que um litro da solução-tampão sofra uma variação de uma unidade no pH.

No processo determina-se, de acordo com parâmetros comerciais, qual o pH final desejado para o produto sulfatado. Diante da faixa de pH desejado, é definido o volume de

solução tampão necessário para garantir a especificação desejada.

3.2.1.6 Água

A água, como já mencionado nos tópicos anteriores, além de ser um subproduto de algumas reações do processo, como da reação neutralização do ácido sulfatado, ela possui papel de agente diluidor. No processo produtivo, a água é incorporada ao reator de neutralização, juntamente com o agente neutralizante e a solução tampão. Através da receita de cada produto, é determinado o volume necessário de água. Comercialmente, o surfactante é obtido em duas concentrações, 27% m/m e 70% m/m.

Logo, é feito o acompanhamento da concentração de ativo no produto e avalia-se, conforme a receita, para determinar o volume necessário de água a ser incorporada na solução.

3.2.2 Variáveis críticas

Por definição, as variáveis críticas de um processo são grandezas que afetam diretamente a qualidade final do produto. Logo, é de fundamental importância a sua análise e acompanhamento para garantir o controle de qualidade do produto. Para isto, é realizado todo um estudo correlacionando a integridade dos equipamentos e a obtenção do produto final desejado. De maneira geral, para o processo em estudo as principais variáveis críticas serão definidas como: vazão de ácido, vazão de água, vazão de álcool, vazão de agente neutralizante e vazão de produto final.

O controle da Vazão de ácido é realizado na saída do reator de sulfatação, conforme apresentado na Figura 3.9. A Vazão de ácido é uma variável crítica, pois influencia na reação subsequente sendo limitante da reação ácido-base. Isto é, se não houver o controle da quantidade de ácido incorporado no reator de neutralização, não é possível determinar a quantidade de Agente Neutralizante necessária para a reação de neutralização do ácido sulfatado e nem a quantidade de sal sulfatado produzido.

Água é adicionada ao reator de neutralização, juntamente com Agente Neutralizante. Da mesma forma que a Vazão de ácido, ambas as vazões, de água e de Agente neutralizante, são consideradas como variáveis críticas, pois um controle não adequado destes parâmetros pode afetar diretamente a formação do produto. A quantidade de água adicionada deve ser controlada para não gerar produtos fora da especificação, devido a uma maior ou menor diluição. Por outro lado, uma vazão de Agente Neutralizante abaixo ou acima do calculado poderá acarretar a não neutralização de uma parte do ácido, ou em um excesso de agente neutralizante no produto final fazendo com que este possua ou mais ácido sulfatado, que é

instável ou que possua base em maior quantidade, o que não é desejado.

A variável Vazão de álcool é controlada na entrada no reator de sulfatação (Figura 3.9). Este parâmetro é limitante na reação, pois caso tenha pouco álcool, haverá pouca produção do ácido sulfatado e conseqüentemente pouco sal sulfatado. O inverso acontecerá quando houver uma quantidade de álcool além da estabelecida na receita, o que irá gerar grandes produções de ácido, e irá demandar que todas as outras vazões sejam correspondentes, e caso não sejam, no produto final haverá um grande volume de álcool não reagido.

Por fim, a Vazão de produto final é considerada como variável crítica, pois ela indica se o balanço de massa de toda a reação está correspondente, ou seja, se toda a matéria prima que entrou no processo se tornou produto, sendo possível contabilizar as perdas do processo. Desvios nesta variável indicam que o processo pode não estar de acordo com a receita e que durante o desenvolvimento da reação estão ocorrendo perdas e ganhos não rastreados.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Coleta de Dados

Para a execução do presente trabalho, inicialmente, foi necessário realizar um levantamento de todos os dados das variáveis críticas das produções do lauril éter sulfato de sódio (LESS) de alto teor de ativo. Como se trata de um processo contínuo, há diversos controladores e transmissores que permitem a medição e acompanhamento em tempo real das vazões de processo. Na empresa A há um *software* especializado que armazena todas essas informações em um banco de dados com todos os dados históricos das produções. Dessa forma, foram levantadas informações de todas as produções realizadas entre janeiro e agosto de 2022.

O objeto de análise do trabalho foram as variáveis críticas que estão diretamente ligadas à qualidade do produto. Logo, em um processo contínuo, onde há o controle dessas variáveis, o esperado é que não se tenham grandes variações em tal grandeza, pois assim o impacto no produto final será reduzido. Na Empresa A, foi realizado um estudo prévio para definição das variáveis críticas do processo de produção do lauril éter sulfato de sódio, porém, é importante destacar que não há nenhuma forma de controle destas variáveis implementada atualmente.

Assim, como já estabelecido pela empresa e mencionado no capítulo anterior, as variáveis críticas do processo são: Vazão de ácido, Vazão de água, Vazão de álcool, Vazão de Agente Neutralizante e Vazão de produto final. Logo, para cada produção, que gira em torno de 24 horas, serão obtidas, em intervalos de 30 minutos, as vazões de cada uma destas variáveis. Em cada mês são realizadas em média três produções, com cerca de 100 toneladas de surfactante por produção.

Logo, serão avaliados ao todo, os dados de cerca de 24 produções. Porém, como se trata de um estudo de caso, no qual a ferramenta desenvolvida será aplicada na análise dos dados de produções fora das especificações, é importante ressaltar que dentre estas 24 produções, quatro serão selecionadas para o estudo de caso. A partir de análises realizadas pelo Laboratório de Controle de Qualidade da empresa ao final do processo, foi constatada a existência de desvios para essas quatro produções.

4.2 Análise estatística dos dados

Com os dados coletados, foram utilizadas algumas ferramentas estatísticas que possibilitaram uma melhor interpretação dos dados. Em um primeiro momento, para se

avaliar a estabilidade do processo, foi calculado o desvio médio de cada variável no decorrer da produção, pois caso sejam obtidos grandes desvios, a continuidade do processo não é garantida e assim, não é possível avaliar a viabilidade do estudo.

Um primeiro ponto a ser levado em consideração é que a planta química possui uma capacidade de produção variável, logo, a taxa de produção pode variar de 3,5 ton/h a 5 ton/h, o que impacta diretamente nas vazões de processo. Para que isto não afete a avaliação das informações, foram criadas métricas, que serão correlações entre as variáveis críticas. Assim, sabendo a relação entre as variáveis, mesmo que se tenham alterações nas vazões, o aumento ou diminuição deverá ser proporcional, de acordo com a receita do produto, para garantir que a especificação continue de acordo com o esperado.

Dessa forma, as métricas estabelecidas foram as seguintes: Relação Ácido/Água, Relação Ácido/Álcool, Relação Ácido/Soda, Relação Água/Álcool, Relação Neutralizado/Ácido e Relação Neutralizado/Água. Tais relações foram definidas com base no processo, e na forma como cada uma se correlaciona para a obtenção do produto final desejado.

Após a confirmação da continuidade do processo, condição alcançada quando há a estabilização das temperaturas nos equipamentos e das vazões de processo, isto é, quando o processo pode ser classificado como em regime permanente de operação, foram obtidos valores médios para cada uma das métricas em análise. De posse destas informações, foram definidos os intervalos de operação para cada métrica estabelecida.

4.3 Implementação do *Control Plan*

Através do levantamento de dados e das informações da especificação final do produto, obtidos pelo laboratório de controle de qualidade, foram determinados os limites de operação para uma produção padrão ideal. Estes limites serão utilizados como parâmetros de comparação, pois através destes, saberemos se uma produção está com um desvio grande ou pequeno nas variáveis críticas, sendo possível concluir se a produção está garantindo a qualidade do produto.

Além disso, para que todo este estudo pudesse ser aplicável durante as produções, foi implementada uma planilha eletrônica chamada *Control Plan*. Nesta ferramenta, foram incluídas todas as informações importantes relacionadas à rastreabilidade do produto sendo possível fazer o acompanhamento em tempo real das métricas desenvolvidas. Foi feita uma formatação condicional, isto é, quando houver desvios além dos limites estabelecidos, as informações ficam destacadas de vermelho, para que assim, o líder de processo tenha

conhecimento dos desvios e atue para garantir que o processo retorne para as condições ideais.

De posse de todas essas informações, foi possível avaliar um cenário, no qual, devido a um desvio, algumas produções geraram um produto fora de especificação. As análises poderiam indicar que o produto estava conforme, porém, na realidade ele estaria fora da especificação. Logo, será evidenciado que se na ocasião em que ocorreram esses cenários, o estudo já tivesse sido realizado e o *Control Plan* já estivesse implementado e em andamento, o problema poderia ter sido evitado.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

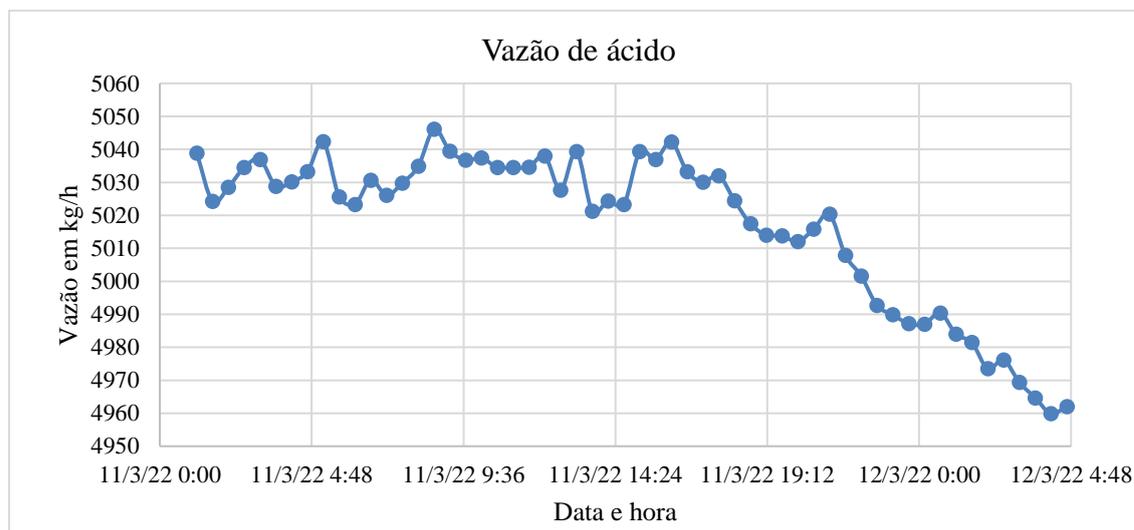
5.1 Dados Operacionais

Para que fosse possível determinar os intervalos ideais de operação, foram obtidos, inicialmente, todos os dados das variáveis críticas, para cada produção, no intervalo de janeiro de 2022 a agosto de 2022. As informações referentes aos meses de janeiro e fevereiro de 2022 foram utilizadas no estudo de caso do presente trabalho, uma vez que para estes meses há informações internas da Empresa A que apontam um desvio na produção, o que possibilita a validação do presente estudo.

É importante ressaltar que neste processo de produção, quando há a partida da planta, leva-se certo tempo para se alcançar a estabilização dos equipamentos, que está ligado às chamadas rampas de temperatura do processo, que garantem que as temperaturas do *Set point* dos equipamentos sejam alcançadas. Este tempo foi respeitado e o levantamento de dados só foi realizado após a verificação e validação da estabilidade.

Como foram avaliadas várias produções, se torna inviável apresentar todas as informações neste trabalho. Logo, para conhecimento das grandezas avaliadas, serão apresentados, da Figura 5.1 à Figura 5.5, como exemplos, os valores das variáveis críticas de uma produção realizada no dia 11/03/2022.

Figura 5.1 – Dados da vazão de ácido da produção do dia 11/03/2022.



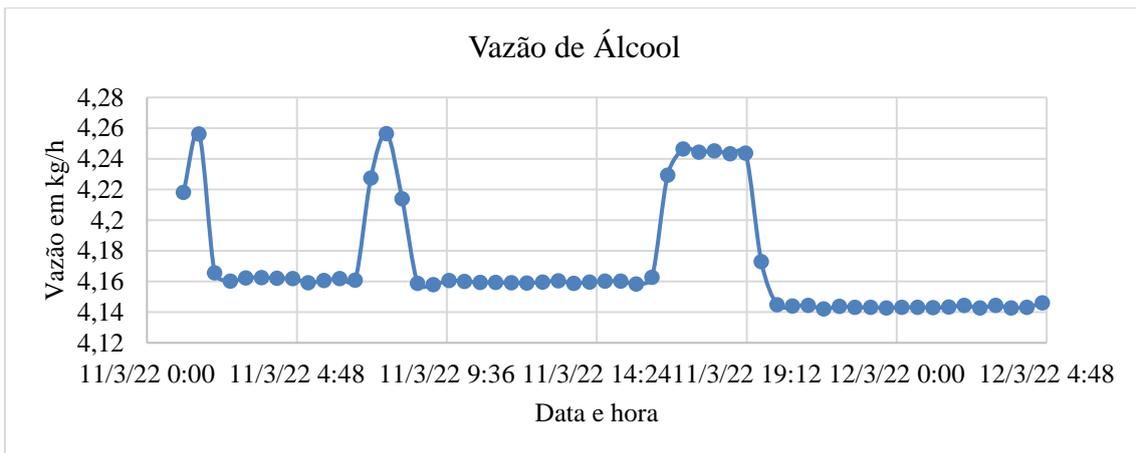
Fonte: Da Autora (2023).

Figura 5.2 – Dados da vazão de água da produção do dia 11/03/2022.



Fonte: Da Autora (2023).

Figura 5.3 – Dados da vazão de álcool da produção do dia 11/03/2022.



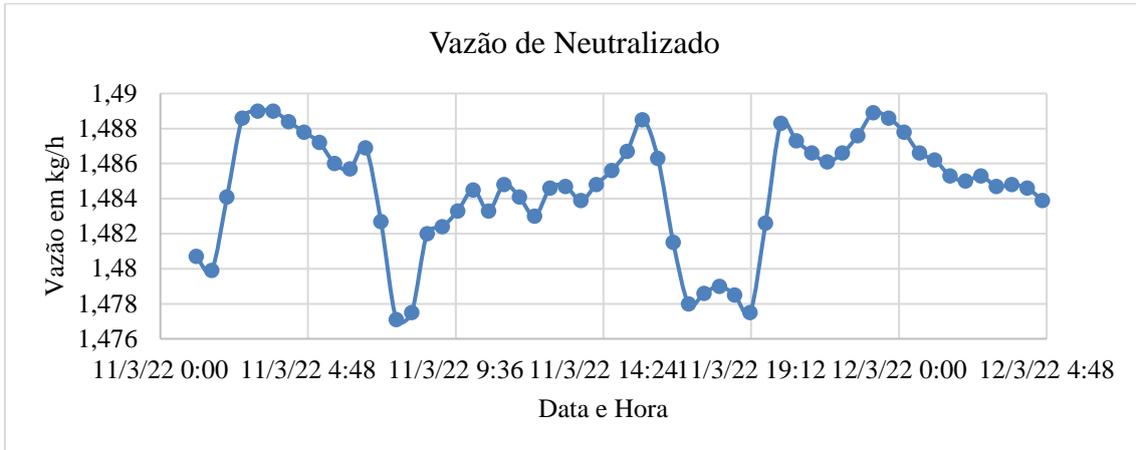
Fonte: Da Autora (2023).

Figura 5.4 – Dados da vazão de soda da produção do dia 11/03/2022.



Fonte: Da Autora (2023).

Figura 5.5 – Dados da vazão de Neutralizado da produção do dia 11/03/2022.



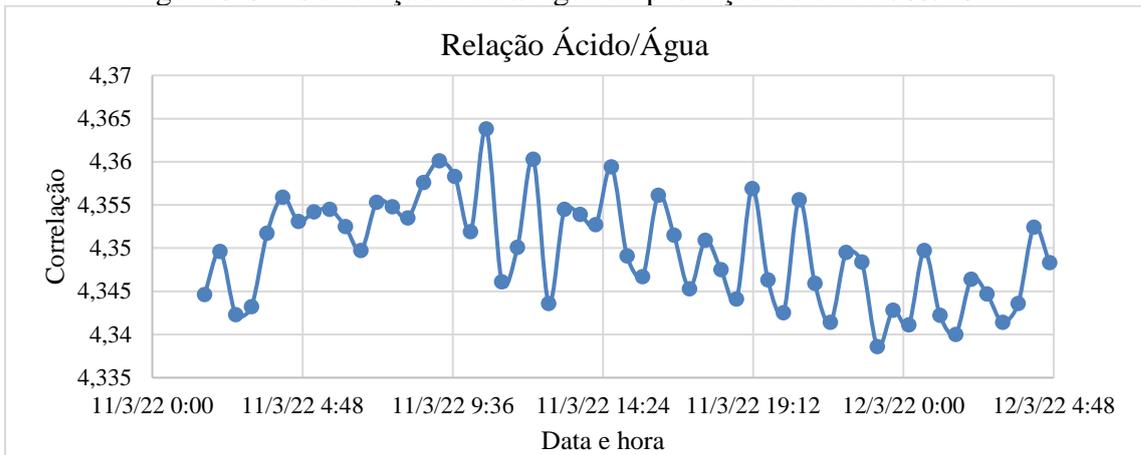
Fonte: Da Autora (2023).

As informações apresentadas nas anteriores foram obtidas pontualmente, através de medidores de vazão. Entretanto, avaliando-se criteriosamente as informações supracitadas é possível identificar diversas oscilações, como por exemplo, realizando uma diferença entre a medida e a resposta do medidor. Como se sabe, em um processo real, dificilmente é possível garantir que não se tenha oscilações, uma vez que todo equipamento está passível de erros, devido a vários fatores tais como: condições do ambiente no qual o dispositivo está localizado, o estado do equipamento, se são executadas manutenções periódicas, dentre outros fatores que podem afetar diretamente a precisão da medida.

Contudo, de acordo com as informações dos fabricantes dos equipamentos utilizados na planta e dos acompanhamentos diários realizados pela equipe de manutenção, para medições de vazão, oscilações de cerca de ± 15 kg/h, no valor da vazão indicada no medidor, são consideradas normais (de acordo com dados operacionais da Empresa A). Sendo assim, se as oscilações das vazões permanecerem dentro deste intervalo, pode-se assegurar a continuidade da produção. Portanto, para a produção iniciada no dia 11/03/2022 e para as demais avaliadas neste trabalho, as vazões asseguram que o processo se encontrava em regime permanente, ou seja, sem grandes variações nas medições.

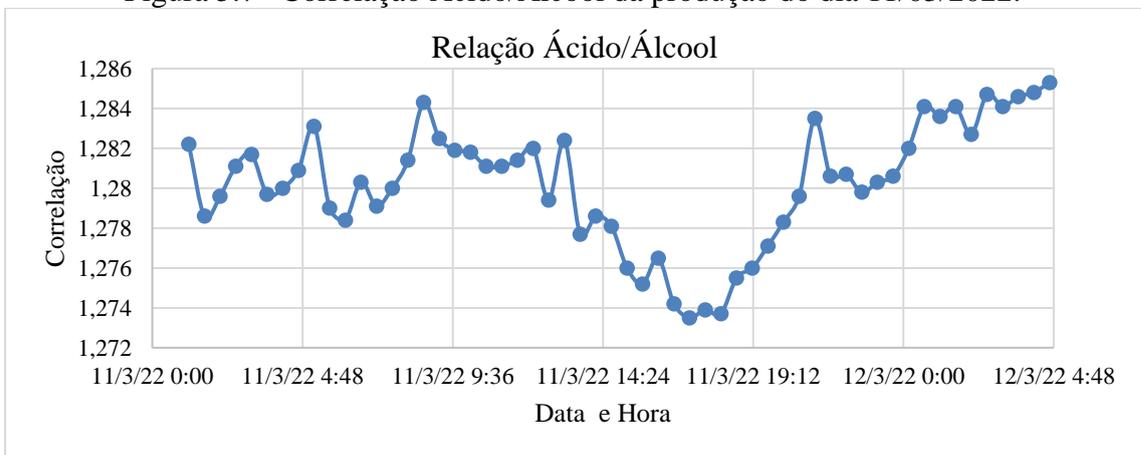
De posse de tais informações, e, após a constatação do regime contínuo, foi possível correlacionar as variáveis críticas e obter as métricas do estudo. Serão apresentadas, da Figura 5.6 à Figura 5.11, as métricas do mesmo exemplo utilizado anteriormente, a produção do dia 11/03/2022.

Figura 5.6 – Correlação Ácido/Água da produção do dia 11/03/2022.



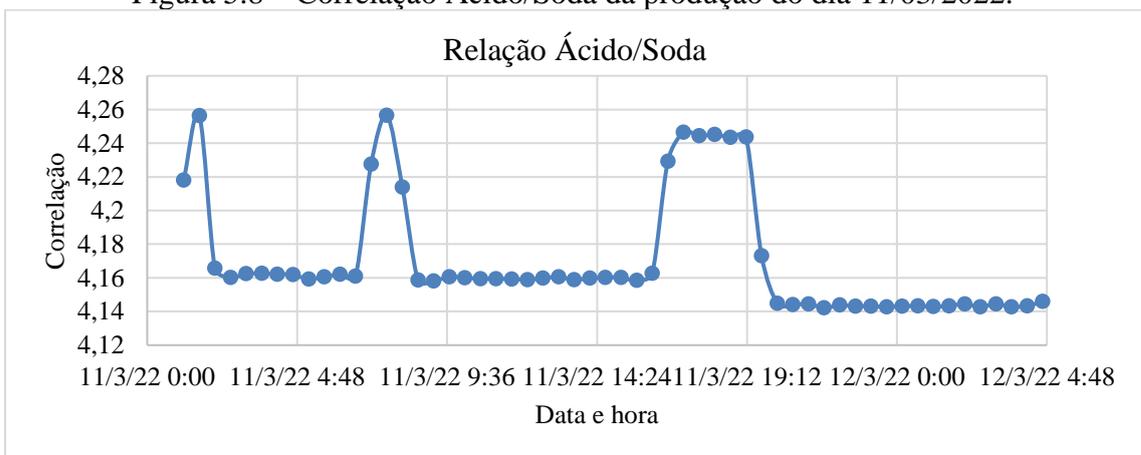
Fonte: Da Autora (2023).

Figura 5.7– Correlação Ácido/Álcool da produção do dia 11/03/2022.



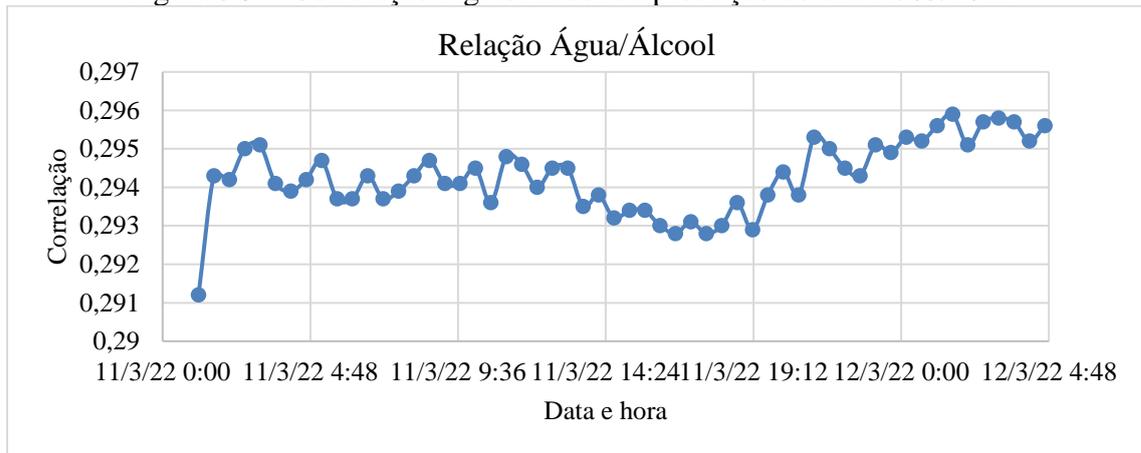
Fonte: Da Autora (2023).

Figura 5.8 – Correlação Ácido/Soda da produção do dia 11/03/2022.



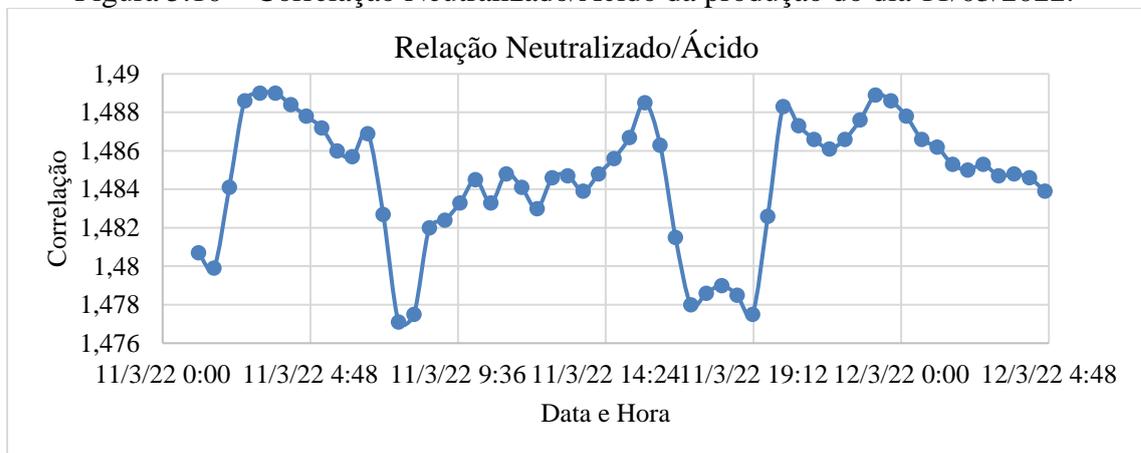
Fonte: Da Autora (2023).

Figura 5.9 – Correlação Água/Álcool da produção do dia 11/03/2022.



Fonte: Da Autora (2023).

Figura 5.10 – Correlação Neutralizado/Ácido da produção do dia 11/03/2022.



Fonte: Da Autora (2023).

Figura 5.11 – Correlação Neutralizado/Água da produção do dia 11/03/2022.



Fonte: Da Autora (2023).

A partir dos gráficos apresentados anteriormente, é possível visualizar que há uma certa tendência em cada uma das métricas, uma vez que durante toda a produção os valores apresentaram pequenas variações. Dessa forma, visando ampliar o processo de avaliação, para cada produção,

no intervalo de março de 2022 a agosto de 2022, foram obtidas as médias simples das métricas obtidas (Tabela 5.1) e os desvios médio para cada uma das produções (Tabela 5.2).

Tabela 5.1 – Média das métricas para todas as produções.

| Data da Produção | Relação Ácido/Água | Relação Ácido/Álcool | Relação Ácido/Soda | Relação Água/Álcool | Relação Neutralizado/Ácido | Relação Neutralizado/Água |
|------------------|--------------------|----------------------|--------------------|---------------------|----------------------------|---------------------------|
| 01/03/2022 | 4,1391 | 1,2820 | 4,1581 | 0,3101 | 1,4973 | 6,1964 |
| 11/03/2022 | 4,3605 | 1,2805 | 4,1709 | 0,2937 | 1,4837 | 6,4692 |
| 12/03/2022 | 3,9509 | 1,2837 | 4,1933 | 0,3252 | 1,5058 | 5,9485 |
| 17/03/2022 | 4,0107 | 1,2858 | 4,2045 | 0,3208 | 1,5016 | 6,0210 |
| 27/03/2022 | 4,0238 | 1,2883 | 4,1165 | 0,3215 | 1,5090 | 6,0675 |
| 05/04/2022 | 4,2877 | 1,4186 | 4,4518 | 0,3310 | 1,4654 | 6,2834 |
| 11/04/2022 | 4,0436 | 1,2864 | 4,1817 | 0,3183 | 1,5018 | 6,0714 |
| 23/04/2022 | 4,4723 | 1,2797 | 4,1700 | 0,2865 | 1,4810 | 6,6222 |
| 05/05/2022 | 3,9908 | 1,2880 | 4,1743 | 0,3231 | 1,5081 | 6,0173 |
| 07/05/2022 | 4,2281 | 1,2873 | 4,2010 | 0,3047 | 1,4960 | 6,3235 |
| 10/05/2022 | 4,5346 | 1,2795 | 4,2238 | 0,2824 | 1,4737 | 6,6815 |
| 14/05/2022 | 4,1930 | 1,2850 | 4,2458 | 0,3067 | 1,4892 | 6,2432 |
| 02/06/2022 | 4,3954 | 1,2826 | 4,2604 | 0,2922 | 1,4796 | 6,5019 |
| 03/06/2022 | 4,4282 | 1,2847 | 4,3181 | 0,2918 | 1,4726 | 6,4956 |
| 10/06/2022 | 4,0418 | 1,2844 | 4,2825 | 0,3180 | 1,4977 | 6,0528 |
| 08/07/2022 | 3,9047 | 1,2857 | 4,1727 | 0,3296 | 1,5146 | 5,9131 |
| 09/07/2022 | 4,1102 | 1,2798 | 4,1851 | 0,3117 | 1,5012 | 6,1690 |
| 01/08/2022 | 4,1445 | 1,2756 | 4,2912 | 0,3081 | 1,4928 | 6,1857 |
| 05/08/2022 | 4,2276 | 1,2780 | 4,1590 | 0,3028 | 1,4939 | 6,3137 |

Tabela 5.2 – Desvio médio das métricas durante todas as produções.

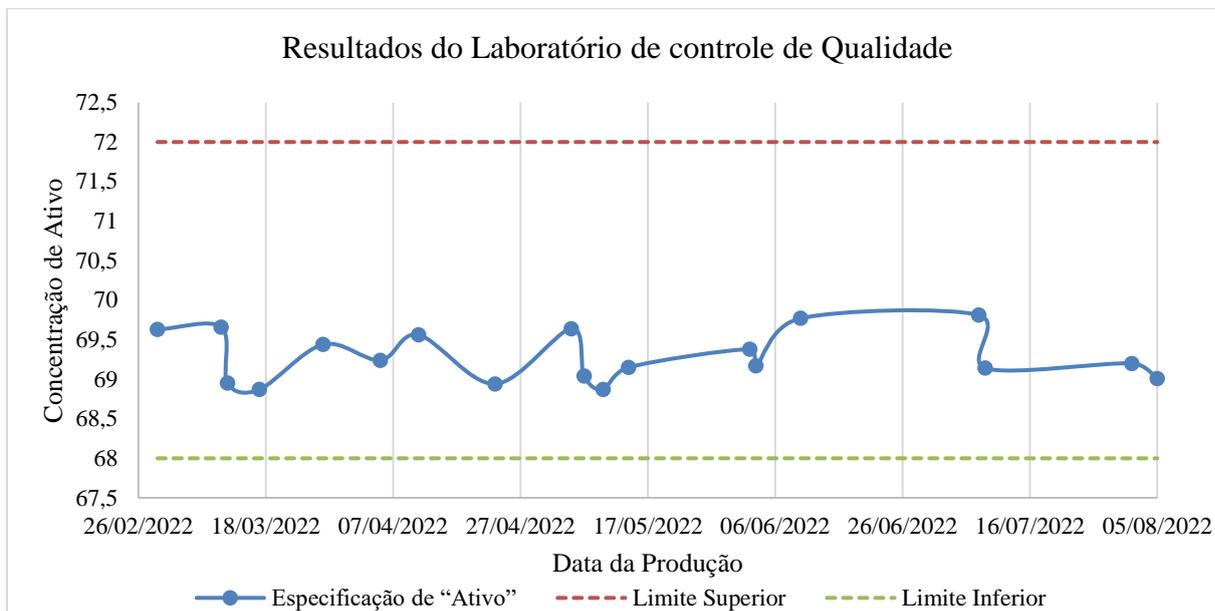
| Data da Produção | Relação Ácido/Água | Relação Ácido/Álcool | Relação Ácido/Soda | Relação Água/Álcool | Relação Neutralizado/Ácido | Relação Neutralizado/Água |
|------------------|--------------------|----------------------|--------------------|---------------------|----------------------------|---------------------------|
| 01/03/2022 | 0,1083 | 0,0024 | 0,0371 | 0,0080 | 0,0067 | 0,1366 |
| 11/03/2022 | 0,0204 | 0,0026 | 0,0265 | 0,0013 | 0,0035 | 0,0254 |
| 12/03/2022 | 0,0876 | 0,0017 | 0,0110 | 0,0068 | 0,0067 | 0,1058 |
| 17/03/2022 | 0,0578 | 0,0016 | 0,0442 | 0,0045 | 0,0056 | 0,0756 |
| 27/03/2022 | 0,1330 | 0,0028 | 0,0536 | 0,0092 | 0,0070 | 0,1679 |
| 05/04/2022 | 0,0510 | 0,0105 | 0,0348 | 0,0025 | 0,0176 | 0,1089 |
| 11/04/2022 | 0,0256 | 0,0016 | 0,0451 | 0,0018 | 0,0043 | 0,0268 |
| 23/04/2022 | 0,1070 | 0,0029 | 0,0367 | 0,0072 | 0,0052 | 0,1455 |
| 05/05/2022 | 0,0923 | 0,0013 | 0,0449 | 0,0077 | 0,0073 | 0,1110 |
| 07/05/2022 | 0,0934 | 0,0022 | 0,0456 | 0,0069 | 0,0125 | 0,0928 |
| 10/05/2022 | 0,1006 | 0,0030 | 0,0235 | 0,0059 | 0,0064 | 0,1224 |
| 14/05/2022 | 0,0932 | 0,0019 | 0,0356 | 0,0071 | 0,0068 | 0,1109 |
| 02/06/2022 | 0,0973 | 0,0027 | 0,0524 | 0,0061 | 0,0077 | 0,1202 |
| 03/06/2022 | 0,2157 | 0,0057 | 0,1207 | 0,0120 | 0,0217 | 0,1930 |
| 10/06/2022 | 0,0759 | 0,0017 | 0,0593 | 0,0060 | 0,0049 | 0,1002 |
| 08/07/2022 | 0,1039 | 0,0036 | 0,0578 | 0,0082 | 0,0080 | 0,1254 |

| Data da Produção | Relação Ácido/Água | Relação Ácido/Álcool | Relação Ácido/Soda | Relação Água/Álcool | Relação Neutralizado/Ácido | Relação Neutralizado/Água |
|-------------------------|---------------------------|-----------------------------|---------------------------|----------------------------|-----------------------------------|----------------------------------|
| 09/07/2022 | 0,0873 | 0,0017 | 0,0313 | 0,0065 | 0,0058 | 0,1093 |
| 01/08/2022 | 0,1072 | 0,0042 | 0,0241 | 0,0087 | 0,0081 | 0,1304 |
| 05/08/2022 | 0,0871 | 0,0024 | 0,0321 | 0,0064 | 0,0060 | 0,1104 |

Avaliando-se os desvios médios das métricas para todas as produções analisadas (Tabela 5.2), para algumas produções, como por exemplo, as dos dias 11/03, 17/03, 05/04 e 11/04, o desvio permaneceu inferior a 0,05 o que indica que durante toda a produção, a variação das relações permaneceu em torno de um mesmo valor, com pequenas variações. De maneira geral, é possível constatar que durante tais produções, considerando-se o pior cenário, que é aquele com maiores variações nas medidas, têm-se desvios girando em torno de 0,1 a 0,2. Sabendo-se que em todas essas produções foram obtidos produtos com qualidade e de acordo com todas as especificações, foi possível definir quais são os intervalos desejáveis de produção ao se analisar os desvios nas médias das métricas presentes na Tabela 5.1.

Estes intervalos ótimos de produção possuem confiança, pois em todas as produções foram avaliadas amostras do produto final pelo Laboratório de Controle de Qualidade, que confirmaram que durante toda a produção, as análises estiveram dentro das especificações do cliente. No laudo final do produto, constam diversas especificações, de acordo com cada cliente, porém, a única especificação que é comum a todos e que pode ser utilizada como parâmetro de validação de uma produção uniforme é a denominada “Ativo”. Tal especificação está diretamente ligada à parte reativa do produto final e deve permanecer entre 68% e 72%, isto é, é garantido que, tendo como base o limite inferior, 68% do surfactante irá reagir com as moléculas de sujeira, por exemplo, e 32% será o solvente, que neste caso é a água. Na Figura 5.12, têm-se o resultado final de especificação de “Ativo”, presente no Certificado de Liberação de Produto de cada produção, que garante que o processo estava de acordo com o esperado.

Figura 5.12 – Resultado de especificação de “Ativo” do Laboratório de Controle de Qualidade.



Fonte: Da Autora (2023).

Dessa forma, conforme apresentado na Tabela 5.3, foi possível estabelecer os intervalos ótimos de operação, para cada uma das métricas em estudo.

Tabela 5.3 – Intervalos ótimos de operação.

| Correlações | Mínimo | Máximo |
|----------------------------|--------|--------|
| Relação Ácido/Água | 3,90 | 4,50 |
| Relação Ácido/Álcool | 1,27 | 1,30 |
| Relação Ácido/Soda | 4,00 | 4,40 |
| Relação Água/Álcool | 0,29 | 0,34 |
| Relação Água/Soda | 0,95 | 1,10 |
| Relação Neutralizado/Ácido | 1,47 | 1,53 |
| Relação Neutralizado/Água | 5,90 | 6,50 |

5.2 Control Plan

De posse dos intervalos ótimos de produção, se fez necessário a criação de uma metodologia, para garantir que durante a produção fosse possível acompanhar a real situação do processo. Essa metodologia foi implantada através do desenvolvimento de uma planilha eletrônica, no *Microsoft Excel* (2016), que possui todas as informações pertinentes à produção em questão.

Inicialmente, para que fosse possível ter acesso ao Banco de dados da empresa, de uma maneira mais fácil, foi necessário vincular o Excel ao *Software* que reúne todas as informações do processo produtivo. Para isto, foi instalado um Suplemento do Excel denominado *Historian* (AVEVA™, 2022).

O *Historian* é um banco de dados de processos de alto desempenho capaz de armazenar

Figura 5.15 – Control Plan - Aba "Produção".

| Logo da Empresa A | | Control Plan - Tensativo Aniônico de Alto Teor de Ativo | | Código de Identificação da Planilha Controle Interno da Empresa | |
|--|--|---|-----------------------------|--|--------------------|
| Informações Gerais | | | | | |
| Ordem de Produção: | | Houve mudanças no tanque de Matéria Prima? | Se sim, para: | | Data e Hora |
| Tanque de Álcool | | Houve mudanças no tanque de Produto? | Se sim, para: | | Data e Hora |
| Tanque de Produto | | | | | |
| Qual reator está Sulfatando? | | | | | |
| Taxa de Produção | | Responsável por iniciar a Ordem de Produção: | | | |
| Início da Produção | | Responsável por encerrar a Ordem de Produção: | | | |
| Final da Produção | | | | | |
| Dados da Produção | | | | | |
| Consumo de Matéria Prima | | Variáveis Críticas do Processo | | | |
| Álcool | | Variáveis críticas de processo | Qtd fora dos limites | Mín. | Máx. |
| Enxofre | | Concentração SO3 | 0 | 3,7 | 4,5 |
| Soda | | Vazão de Álcool | 0 | 3900 | 4000 |
| Água | | Millis | 0 | 2,74 | 2,82 |
| Solução Tampão | | Nível 16/24V4 | 0 | 35 | 56 |
| H ₂ O ₂ | | Vazão de peróxido | 0 | 9 | 14,3 |
| Volume de Neutralizado | | Temp. do loop | 0 | 55 | 70,90 |
| Volume de Produto Final | | Vazão de Soda | 0 | 1155 | 1210 |
| Conv % | | Pressão saída do trocador 17E1 | 0 | 1,5 | 1,6 |
| Correlações para Acompanhamento da Produção | | | | | |
| Correlações | | Qtd fora dos limites | Mín. | Máx. | |
| Relação Ácido/Água | | 0 | 3,90 | 4,50 | |
| Relação Ácido/Álcool | | 0 | 1,27 | 1,30 | |
| Relação Ácido/Soda | | 0 | 4,00 | 4,40 | |
| Relação Água/Álcool | | 0 | 0,29 | 0,34 | |
| Relação Água/Soda | | 0 | 0,95 | 1,10 | |
| Relação Neutralizado/Ácido | | 0 | 1,47 | 1,53 | |
| Relação Neutralizado/Água | | 0 | 5,90 | 6,50 | |
| Observações | | | | | |
| Comentário | | | | Líder | Data e Hora |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |

Além disso, na mesma aba, no campo Dados da Produção será o local destinado para a avaliação do processo. No primeiro quadro, estão presentes as informações de consumo de matéria prima, visando a comparação entre o planejamento realizado para a produção e o seu gasto real. Haverá também o volume de Neutralizado que é o volume de produto final produzido, além de sua conversão em porcentagem, que é a avaliação do quanto de álcool foi convertido em produto final.

O segundo quadro, é direcionado para o controle das variáveis críticas do processo. Da mesma forma que para as correlações, elas possuem intervalos ótimos de operação, já determinados pela Empresa A. Porém, diferentemente do estudo proposto, que é voltado para o controle de qualidade do produto final, as variáveis críticas estão ligadas à capacidade operacional da planta. Quando as variáveis críticas se encontram fora dos limites estabelecidos, além da

geração de um produto fora da especificação, a operação pode comprometer a integridade dos equipamentos, devendo ser interrompido após uma tolerância definida a seguir.

Já o terceiro quadro, é direcionado para o acompanhamento das correlações desenvolvidas no presente estudo, juntamente com os intervalos de operação definidos. Tanto para o controle das variáveis críticas, quanto para o acompanhamento das correlações, há uma coluna denominada “Quantidade fora dos limites”, que será o principal ponto de observação durante o processo produtivo. Nesta coluna, há uma validação de dados, vinculada à segunda aba do *Control Plan*, onde estão todos os dados coletados em tempo real do processo, que indicará a soma dos pontos de desvio durante toda a produção, para a variável em questão. Por fim, no último quadro, há um campo para Comentários gerais, que é destinado para inclusão de informações consideradas relevantes sobre o processo produtivo que está sendo analisado.

Quando houver algum desvio em uma das variáveis, isto é, quando uma métrica estiver fora dos limites estabelecidos, este dado pontual ficará em vermelho na listagem presente na aba “Variáveis de Processo” e haverá a indicação do desvio na coluna “Quantidade fora dos limites” na variável em questão, também ficando demarcado de vermelho. Foi utilizada a cor vermelha com o intuito de facilitar a percepção e a análise crítica do operador sobre o processo.

No acompanhamento das variáveis críticas do processo, foi estabelecido pela Engenharia de Processos da Empresa A, uma margem de erro aceitável para a quantidade de valores fora dos limites, que é igual a 4. Assim, até 4 pontos fora dos limites de operação para as variáveis críticas, que representa cerca de 4% das medidas avaliadas, é considerado aceitável para o processo. Logo, este critério foi levado em consideração para as correlações. Divergências superiores a 4 são consideradas como críticas e como um forte indício de desvio no processo produtivo, que poderá resultar em produto não conforme.

Dessa forma, tomando por base o mesmo exemplo utilizado anteriormente para apresentar os dados operacionais, isto é, a produção do dia 11/03/2022, o *Control Plan* desenvolvido e aplicado para esta produção é apresentado na Figura 5.16.

Figura 5.16 – *Control Plan* da produção do dia 11/03/2022.

| Logo da Empresa A | | Control Plan - Tensativo Aniônico de Alto Teor de Ativo | | Código de Identificação da Planilha Controle Interno da Empresa | |
|--|------------------|--|-----------------------------|--|----------------------|
| Informações Gerais | | | | | |
| Ordem de Produção: | 8543289 | Houve mudanças no tanque de Matéria Prima? Se sim, para: <input type="text"/> Houve mudanças no tanque de Produto? Se sim, para: <input type="text"/> | | Data e Hora | <input type="text"/> |
| Tanque de Álcool | T110 | | | Data e Hora | <input type="text"/> |
| Tanque de Produto | T115D | | | | |
| Qual reator está Sulfatando? | 26R1 | Responsável por iniciar a Ordem de Produção: <input type="text"/> | | | |
| Taxa de Produção | 4,50 ton/h | Responsável por encerrar a Ordem de Produção: <input type="text"/> | | | |
| Início da Produção | 11/03/2022 00:40 | | | | |
| Final da Produção | 12/03/2022 05:00 | | | | |
| Dados da Produção | | | | | |
| Consumo de Matéria Prima | | Variáveis Críticas do Processo | | | |
| Álcool | 147,65 ton | Variáveis críticas de processo | Qtd fora dos limites | Mín. | Máx. |
| Enxofre | 17,41 ton | Concentração SO ₃ | 2 | 3,7 | 4,5 |
| Soda | 45,35 ton | Vazão de Álcool | 3 | 3900 | 4000 |
| Água | 46,60 ton | Millis | 3 | 2,74 | 2,82 |
| Buffer | 2,645 ton | Nível 16/24V4 | 0 | 35 | 56 |
| H ₂ O ₂ | 0,406 ton | Vazão de peróxido | 0 | 9 | 14,3 |
| Volume de Neutralizado | | Temp. do loop | 0 | 55 | 70,90 |
| Volume de Produto Final | 284,60 ton | Vazão de Soda | 1 | 1155 | 1210 |
| Conv % | 51,88% | Pressão saída do trocador 17E1 | 1 | 1,5 | 1,6 |
| Correlações para Acompanhamento da Produção | | | | | |
| Correlações | | Qtd fora dos limites | Mín. | Máx. | |
| Relação Ácido/Água | | 0 | 3,90 | 4,50 | |
| Relação Ácido/Álcool | | 0 | 1,27 | 1,30 | |
| Relação Ácido/Soda | | 0 | 4,00 | 4,40 | |
| Relação Água/Álcool | | 0 | 0,29 | 0,34 | |
| Relação Água/Soda | | 0 | 0,95 | 1,10 | |
| Relação Neutralizado/Ácido | | 0 | 1,47 | 1,53 | |
| Relação Neutralizado/Água | | 0 | 5,90 | 6,50 | |
| Observações | | | | | |
| Comentário | | | | Líder | Data e Hora |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |

5.3 Estudo de Caso

Com o intuito de validar o *Control Plan* desenvolvido, todas as produções do intervalo de março de 2022 a agosto de 2022 foram avaliadas na ferramenta e apresentaram um resultado satisfatório, não possuindo dados fora dos limites aceitáveis. Porém, o principal intuito da ferramenta é o indicativo de desvios na produção, situação que não foi constatada durante as produções avaliadas, sendo assim, para verificar o pleno funcionamento do *Control Plan*, a ferramenta foi aplicada em um cenário de ocorrência de desvio.

Avaliando-se o histórico de informações da Empresa A, foram obtidos os dados de quatro produções, dos dias 23/01/2022, 30/01/2022, 10/02/2022 e 24/02/2022. Em tais

produções, o Laboratório de Controle de Qualidade da Empresa A, através de dados analíticos de amostras da produção, constatou desvios no processo produtivo, que não estavam garantindo a qualidade final do produto, conforme as especificações. Assim, foi utilizada a ferramenta desenvolvida em cada uma destas produções e os resultados são apresentados na Figura 5.17, Figura 5.18, Figura 5.19 e Figura 5.20, para os dias 23/01/2022, 30/01/2022, 10/02/2022 e 24/02/2022, respectivamente.

Figura 5.17 – *Control Plan* da produção com desvio do dia 23/01/2022.

| | | | | | |
|--|---|--|-----------------------------|-------------|-------------|
| Logo da Empresa A | Control Plan - Tensoativo Aniônico de Alto Teor de Ativo | Código de Identificação da Planilha Controle Interno da Empresa | | | |
| Informações Gerais | | | | | |
| Ordem de Produção: | | | | | |
| Tanque de Álcool | T110 | <i>Houve mudanças no tanque de Matéria Prima?</i> Se sim, para: | | | |
| Tanque de Produto | T115D | <i>Houve mudanças no tanque de Produto?</i> Se sim, para: | | | |
| Qual reator está Sulfatando? | 26R1 | Data e Hora | | | |
| Taxa de Produção | 4,50 ton/h | Data e Hora | | | |
| Início da Produção | 23/01/2022 10:30 | <i>Responsável por iniciar a Ordem de Produção:</i> | | | |
| Final da Produção | 24/01/2022 08:30 | <i>Responsável por encerrar a Ordem de Produção:</i> | | | |
| Dados da Produção | | | | | |
| Consumo de Matéria Prima | | Variáveis Críticas do Processo | | | |
| Álcool | 83,12 ton | Variáveis críticas de processo | Qtz fora dos limites | Mín. | Máx. |
| Enxofre | 9,55 ton | Concentração SO3 | 14 | 3,7 | 4,5 |
| Soda | 22,76 ton | Vazão de Álcool | 42 | 3900 | 4000 |
| Água | 25,57 ton | Milis | 42 | 2,74 | 2,82 |
| Buffer | 1,512 ton | Nível 16/24V4 | 2 | 35 | 56 |
| H ₂ O ₂ | 0,239 ton | Vazão de peróxido | 4 | 9 | 14,3 |
| Volume de Neutralizado | | Temp. do loop | 4 | 55 | 70,90 |
| Volume de Produto Final | 147,57 ton | Vazão de Soda | 5 | 1155 | 1210 |
| Conv % | 56,32% | Pressão saída do trocador 17E1 | 3 | 1,5 | 1,6 |
| Correlações para Acompanhamento da Produção | | | | | |
| Correlações | | Qtz fora dos limites | Mín. | Máx. | |
| Relação Ácido/Água | | 20 | 3,90 | 4,50 | |
| Relação Ácido/Álcool | | 6 | 1,27 | 1,30 | |
| Relação Ácido/Soda | | 5 | 4,00 | 4,40 | |
| Relação Água/Álcool | | 11 | 0,29 | 0,34 | |
| Relação Água/Soda | | 42 | 0,95 | 1,10 | |
| Relação Neutralizado/Ácido | | 5 | 1,47 | 1,53 | |
| Relação Neutralizado/Água | | 42 | 5,90 | 6,50 | |

Figura 5.18 – Control Plan da produção com desvio do dia 30/01/2022.

| Logo da Empresa A | | Control Plan - Tensoativo Aniónico de Alto Teor de Ativo | | Código de Identificação da Planilha Controle Interno da Empresa | |
|--|------------------|--|----------------------|--|----------------------|
| Informações Gerais | | | | | |
| Ordem de Produção: | | <i>Houve mudanças no tanque de Matéria Prima?</i> | <i>Se sim, para:</i> | <input type="text"/> | <input type="text"/> |
| Tanque de Álcool | T110 | <i>Houve mudanças no tanque de Produto?</i> | <i>Se sim, para:</i> | <input type="text"/> | <input type="text"/> |
| Tanque de Produto | T115D | | | | |
| Qual reator está Sulfatando? | 26R1 | | | | |
| Taxa de Produção | 4,50 ton/h | Responsável por iniciar a Ordem de Produção: | | | |
| Início da Produção | 30/01/2022 10:30 | Responsável por encerrar a Ordem de Produção: | | | |
| Final da Produção | 31/01/2022 08:30 | | | | |
| Dados da Produção | | | | | |
| Consumo de Matéria Prima | | Variáveis Críticas do Processo | | | |
| Álcool | 88,18 ton | Variáveis críticas de processo | Qtd fora dos limites | Min. | Máx. |
| Enxofre | 10,19 ton | Concentração SO3 | 16 | 3,7 | 4,5 |
| Soda | 26,69 ton | Vazão de Álcool | 14 | 3900 | 4000 |
| Água | 28,63 ton | Mills | 14 | 2,74 | 2,82 |
| Buffer | 1,746 ton | Nível 16/24V4 | 0 | 35 | 56 |
| H ₂ O ₂ | 0,291 ton | Vazão de peróxido | 0 | 9 | 14,3 |
| Volume de Neutralizado | | Temp. do loop | 0 | 55 | 70,90 |
| Volume de Produto Final | 169,75 ton | Vazão de Soda | 39 | 1155 | 1210 |
| Conv % | 51,94% | Pressão saída do trocador 17E1 | 1 | 1,5 | 1,6 |
| Correlações para Acompanhamento da Produção | | | | | |
| Correlações | | Qtd fora dos limites | Min. | Máx. | |
| Relação Ácido/Água | | 15 | 3,90 | 4,50 | |
| Relação Ácido/Álcool | | 0 | 1,27 | 1,30 | |
| Relação Ácido/Soda | | 0 | 4,00 | 4,40 | |
| Relação Água/Álcool | | 0 | 0,29 | 0,34 | |
| Relação Água/Soda | | 4 | 0,95 | 1,10 | |
| Relação Neutralizado/Ácido | | 0 | 1,47 | 1,53 | |
| Relação Neutralizado/Água | | 23 | 5,90 | 6,50 | |

Figura 5.19 – Control Plan da produção com desvio do dia 10/02/2022.

| Logo da Empresa A | | Control Plan - Tensoativo Aniónico de Alto Teor de Ativo | | Código de Identificação da Planilha Controle Interno da Empresa | |
|--|------------------|--|----------------------|--|----------------------|
| Informações Gerais | | | | | |
| Ordem de Produção: | | <i>Houve mudanças no tanque de Matéria Prima?</i> | <i>Se sim, para:</i> | <input type="text"/> | <input type="text"/> |
| Tanque de Álcool | T110 | <i>Houve mudanças no tanque de Produto?</i> | <i>Se sim, para:</i> | <input type="text"/> | <input type="text"/> |
| Tanque de Produto | T115D | | | | |
| Qual reator está Sulfatando? | 26R1 | | | | |
| Taxa de Produção | 4,50 ton/h | Responsável por iniciar a Ordem de Produção: | | | |
| Início da Produção | 10/02/2022 06:10 | Responsável por encerrar a Ordem de Produção: | | | |
| Final da Produção | 11/02/2022 09:10 | | | | |
| Dados da Produção | | | | | |
| Consumo de Matéria Prima | | Variáveis Críticas do Processo | | | |
| Álcool | 106,27 ton | Variáveis críticas de processo | Qtd fora dos limites | Min. | Máx. |
| Enxofre | 12,58 ton | Concentração SO3 | 15 | 3,7 | 4,5 |
| Soda | 32,10 ton | Vazão de Álcool | 9 | 3900 | 4000 |
| Água | 36,59 ton | Mills | 9 | 2,74 | 2,82 |
| Buffer | 2,119 ton | Nível 16/24V4 | 0 | 35 | 56 |
| H ₂ O ₂ | 0,357 ton | Vazão de peróxido | 0 | 9 | 14,3 |
| Volume de Neutralizado | | Temp. do loop | 0 | 55 | 70,90 |
| Volume de Produto Final | 206,63 ton | Vazão de Soda | 16 | 1155 | 1210 |
| Conv % | 51,43% | Pressão saída do trocador 17E1 | 0 | 1,5 | 1,6 |
| Correlações para Acompanhamento da Produção | | | | | |
| Correlações | | Qtd fora dos limites | Min. | Máx. | |
| Relação Ácido/Água | | 21 | 3,90 | 4,50 | |
| Relação Ácido/Álcool | | 0 | 1,27 | 1,30 | |
| Relação Ácido/Soda | | 0 | 4,00 | 4,40 | |
| Relação Água/Álcool | | 34 | 0,29 | 0,34 | |
| Relação Água/Soda | | 51 | 0,95 | 1,10 | |
| Relação Neutralizado/Ácido | | 9 | 1,47 | 1,53 | |
| Relação Neutralizado/Água | | 52 | 5,90 | 6,50 | |

Figura 5.20 – *Control Plan* da produção com desvio do dia 24/02/2022.

| | | | | | |
|--|------------------|--|-----------------------------|--|--------------------|
| Logo da Empresa A | | Control Plan - Tensoativo Aniônico de Alto Teor de Ativo | | Código de Identificação da Planilha Controle Interno da Empresa | |
| Informações Gerais | | | | | |
| Ordem de Produção: | | Houve mudanças no tanque de Matéria Prima? Se sim, para: | | | Data e Hora |
| Tanque de Álcool | T110 | Houve mudanças no tanque de Produto? Se sim, para: | | | Data e Hora |
| Tanque de Produto | T115D | | | | |
| Qual reator está Sulfatando? | 26R1 | Responsável por iniciar a Ordem de Produção: | | | |
| Taxa de Produção | 4,50 ton/h | Responsável por encerrar a Ordem de Produção: | | | |
| Início da Produção | 24/02/2022 02:00 | | | | |
| Final da Produção | 26/02/2022 00:00 | | | | |
| Dados da Produção | | | | | |
| Consumo de Matéria Prima | | Variáveis Críticas do Processo | | | |
| Álcool | 168,45 ton | Variáveis críticas de processo | Qtd fora dos limites | Min. | Máx. |
| Enxofre | 20,61 ton | Concentração SO3 | 11 | 3,7 | 4,5 |
| Soda | 41,59 ton | Vazão de Álcool | 27 | 3900 | 4000 |
| Água | 39,59 ton | Millis | 27 | 2,74 | 2,82 |
| Buffer | 2,617 ton | Nível I6/24V4 | 3 | 35 | 56 |
| H ₂ O ₂ | 0,441 ton | Vazão de peróxido | 24 | 9 | 14,3 |
| Volume de Neutralizado | | Temp. do loop | 24 | 55 | 70,90 |
| Volume de Produto Final | 260,32 ton | Vazão de Soda | 77 | 1155 | 1210 |
| Conv % | 64,71% | Pressão saída do trocador 17E1 | 28 | 1,5 | 1,6 |
| Correlações para Acompanhamento da Produção | | | | | |
| Correlações | | Qtd fora dos limites | Min. | Máx. | |
| Relação Ácido/Água | | 30 | 3,90 | 4,50 | |
| Relação Ácido/Álcool | | 19 | 1,27 | 1,30 | |
| Relação Ácido/Soda | | 22 | 4,00 | 4,40 | |
| Relação Água/Álcool | | 47 | 0,29 | 0,34 | |
| Relação Água/Soda | | 47 | 0,95 | 1,10 | |
| Relação Neutralizado/Ácido | | 24 | 1,47 | 1,53 | |
| Relação Neutralizado/Água | | 48 | 5,90 | 6,50 | |

Para todas as produções analisadas, foi possível constatar que o *Control Plan* indicou desvios tanto nas correlações, quanto nas variáveis críticas do processo. Isto demonstra que durante o processo produtivo houve alguma interferência que ocasionou variações no produto final. Das 4 produções avaliadas, a que exibiu o pior cenário, no qual todas as correlações e boa parte das variáveis críticas se encontraram fora dos limites estabelecidos, foi a do dia 24/02/2022 (Figura 5.20). Esta interferência pode ser explicada e compreendida a partir dos dados de processo, presentes na aba “Variáveis de Processo” do *Control Plan*, conforme a Figura 5.21 e Figura 5.22, onde constam as informações das primeiras 12 horas de produção para esse dia e suas correlações, respectivamente.

Figura 5.21 – Controle das variáveis de processo críticas na produção do dia 24/02/2022.

| | | |
|-------------------|--|---|
| Logo da Empresa A | CONTROLE DAS VARIÁVEIS DE PROCESSO CRÍTICAS | Código de Identificação da Planilha |
|-------------------|--|---|

| | |
|----------------|------------------|
| Início | 24/02/2022 02:00 |
| Final | 26/02/2022 00:00 |
| Duração | 46,00 horas |

Início produção (1 hora para ajuste)

Fora dos limites de processo

| Identificação do medidor | CO_SO3_26 | FR_26_3 | RunTime_RECIPÉ_Meqgm_R2 | FT_26_11 | FT_17_02 |
|--------------------------|------------------|-----------------|-------------------------|-------------------|---------------|
| Data e hora | Concentração SO3 | Vazão de Álcool | Millis | Vazão de peróxido | Vazão de Soda |
| 24/2/22 2:00 | 3,94 | 3899,45 | 2,78 | 14,10 | 1140,73 |
| 24/2/22 2:30 | 3,99 | 3899,67 | 2,79 | 13,93 | 1140,52 |
| 24/2/22 3:00 | 3,99 | 3882,42 | 2,79 | 14,05 | 1157,47 |
| 24/2/22 3:30 | 4,06 | 3878,64 | 2,80 | 14,07 | 1168,77 |
| 24/2/22 4:00 | 3,96 | 3879,52 | 2,80 | 14,04 | 1153,95 |
| 24/2/22 4:30 | 4,03 | 3879,53 | 2,80 | 14,05 | 1146,82 |
| 24/2/22 5:00 | 3,94 | 3880,05 | 2,79 | 14,04 | 1146,81 |
| 24/2/22 5:30 | 3,96 | 3879,52 | 2,80 | 13,92 | 1147,94 |
| 24/2/22 6:00 | 3,96 | 3747,60 | 2,34 | 5,28 | 478,34 |
| 24/2/22 6:30 | 3,94 | 3104,40 | 0,12 | 0,00 | 0,88 |
| 24/2/22 7:00 | 3,94 | 3131,54 | 0,27 | 0,00 | 0,84 |
| 24/2/22 7:30 | 3,97 | 3208,11 | 0,43 | 0,00 | 0,81 |
| 24/2/22 8:00 | 3,91 | 3254,18 | 0,58 | 0,00 | 0,78 |
| 24/2/22 8:30 | 3,28 | 3229,65 | 0,73 | 0,00 | 0,78 |
| 24/2/22 9:00 | 3,28 | 3224,17 | 0,89 | 0,07 | 0,77 |
| 24/2/22 9:30 | 2,06 | 1930,34 | 1,04 | 0,00 | 0,77 |
| 24/2/22 10:00 | 0,68 | 0,74 | 1,19 | 0,07 | 0,78 |
| 24/2/22 10:30 | 1,35 | 0,67 | 1,34 | 0,26 | 0,80 |
| 24/2/22 11:00 | 2,02 | 0,75 | 1,50 | 0,00 | 0,81 |
| 24/2/22 11:30 | 2,70 | 1091,26 | 1,65 | 0,00 | 0,84 |
| 24/2/22 12:00 | 3,94 | 3437,11 | 1,80 | 0,39 | 0,86 |
| 24/2/22 12:30 | 3,76 | 3374,58 | 1,95 | 0,35 | 0,90 |
| 24/2/22 13:00 | 3,76 | 3242,84 | 2,11 | 0,34 | 0,93 |
| 24/2/22 13:30 | 4,06 | 3244,25 | 2,26 | 0,48 | 0,96 |
| 24/2/22 14:00 | 3,79 | 3244,62 | 2,41 | 0,63 | 0,99 |
| 24/2/22 14:30 | 3,72 | 3267,88 | 2,57 | 0,80 | 1,00 |
| 24/2/22 15:00 | 3,83 | 3274,82 | 2,72 | 1,44 | 1,01 |
| 24/2/22 15:30 | 3,81 | 3287,95 | 2,87 | 0,84 | 1,05 |
| 24/2/22 16:00 | 3,85 | 3315,12 | 3,02 | 0,39 | 1,08 |
| 24/2/22 16:30 | 3,87 | 3701,72 | 3,23 | 5,90 | 484,36 |
| 24/2/22 17:00 | 3,89 | 3899,82 | 2,80 | 13,54 | 1215,84 |

Figura 5.22 – Correlações de controle das variáveis de processos críticas na produção do dia 24/02/2022.

| Logo da Empresa A | CORRELAÇÕES DE CONTROLE DAS VARIÁVEIS DE PROCESSO CRÍTICAS | | | | | | | Código de Identificação da Planilha Controle Interno da | |
|-------------------|--|--|--------------------------------------|--|--|--|--|--|--|
| Início | 24/02/2022 02:00 | | Início produção (1 hora para ajuste) | | | | | | |
| Final | 24/02/2022 02:00 | | Fora dos limites de processo | | | | | | |
| Duração | 4600 horas | | | | | | | | |

| Identificação do medidor | Relação Ácido/Água | Relação Ácido/Álcool | Relação Ácido/Soda | Relação Água/Ácido | Relação Água/Álcool | Relação Água/Soda | Relação Neutralizado/Ácido | Relação Neutralizado/Água |
|--------------------------|--------------------|----------------------|--------------------|--------------------|---------------------|-------------------|----------------------------|---------------------------|
| 24/2/22 2:00 | 3,88 | 1,27 | 4,35 | 0,26 | 0,33 | 1,12 | 1,49 | 5,76 |
| 24/2/22 2:30 | 4,14 | 1,27 | 4,35 | 0,24 | 0,31 | 1,05 | 1,48 | 6,13 |
| 24/2/22 3:00 | 4,18 | 1,27 | 4,27 | 0,24 | 0,30 | 1,02 | 1,49 | 6,24 |
| 24/2/22 3:30 | 4,18 | 1,28 | 4,24 | 0,24 | 0,31 | 1,01 | 1,49 | 6,24 |
| 24/2/22 4:00 | 4,18 | 1,28 | 4,29 | 0,24 | 0,31 | 1,03 | 1,49 | 6,21 |
| 24/2/22 4:30 | 4,30 | 1,27 | 4,31 | 0,23 | 0,30 | 1,00 | 1,48 | 6,35 |
| 24/2/22 5:00 | 4,33 | 1,27 | 4,31 | 0,23 | 0,29 | 0,99 | 1,48 | 6,41 |
| 24/2/22 5:30 | 4,35 | 1,28 | 4,31 | 0,23 | 0,29 | 0,99 | 1,48 | 6,43 |
| 24/2/22 6:00 | 8,47 | 1,03 | 8,09 | 0,12 | 0,12 | 0,96 | 0,00 | 0,00 |
| 24/2/22 6:30 | 2211,07 | 1,30 | 4562,04 | 0,00 | 0,00 | 2,06 | 0,00 | 0,48 |
| 24/2/22 7:00 | 1205,64 | 1,35 | 5010,33 | 0,00 | 0,00 | 4,16 | 0,00 | 0,24 |
| 24/2/22 7:30 | 830,86 | 1,34 | 5322,30 | 0,00 | 0,00 | 6,41 | 0,00 | 0,15 |
| 24/2/22 8:00 | 634,58 | 1,34 | 5547,36 | 0,00 | 0,00 | 8,74 | 0,00 | 0,11 |
| 24/2/22 8:30 | 505,95 | 1,34 | 5548,35 | 0,00 | 0,00 | 10,97 | 0,00 | 0,09 |
| 24/2/22 9:00 | 422,43 | 1,34 | 5589,20 | 0,00 | 0,00 | 13,23 | 0,00 | 0,07 |
| 24/2/22 9:30 | 224,70 | 1,38 | 3491,61 | 0,00 | 0,01 | 15,54 | 0,00 | 0,07 |
| 24/2/22 10:00 | 4,22 | 76,95 | 73,73 | 0,24 | 18,23 | 17,46 | 0,01 | 0,06 |
| 24/2/22 10:30 | 0,87 | 19,75 | 16,68 | 1,15 | 22,67 | 19,14 | 0,06 | 0,05 |
| 24/2/22 11:00 | 1,48 | 33,39 | 30,81 | 0,68 | 22,54 | 20,80 | 0,03 | 0,05 |
| 24/2/22 11:30 | 60,41 | 1,03 | 1341,38 | 0,02 | 0,02 | 22,21 | 0,00 | 0,05 |
| 24/2/22 12:00 | 220,01 | 1,30 | 5158,70 | 0,00 | 0,01 | 23,45 | 0,00 | 0,04 |
| 24/2/22 12:30 | 206,50 | 1,34 | 5040,90 | 0,00 | 0,01 | 24,41 | 0,00 | 0,04 |
| 24/2/22 13:00 | 184,16 | 1,34 | 4668,68 | 0,01 | 0,01 | 25,35 | 0,00 | 0,04 |
| 24/2/22 13:30 | 171,53 | 1,34 | 4519,19 | 0,01 | 0,01 | 26,35 | 0,00 | 0,04 |
| 24/2/22 14:00 | 161,42 | 1,34 | 4410,41 | 0,01 | 0,01 | 27,32 | 0,00 | 0,04 |
| 24/2/22 14:30 | 153,15 | 1,34 | 4393,85 | 0,01 | 0,01 | 28,69 | 0,00 | 0,04 |
| 24/2/22 15:00 | 144,95 | 1,34 | 4340,63 | 0,01 | 0,01 | 29,95 | 0,00 | 0,03 |
| 24/2/22 15:30 | 137,70 | 1,34 | 4205,04 | 0,01 | 0,01 | 30,54 | 0,00 | 0,03 |
| 24/2/22 16:00 | 131,55 | 1,34 | 4104,52 | 0,01 | 0,01 | 31,20 | 0,00 | 0,03 |
| 24/2/22 16:30 | 10,48 | 1,30 | 9,91 | 0,10 | 0,12 | 0,95 | 1,56 | 16,32 |
| 24/2/22 17:00 | 4,61 | 1,28 | 4,12 | 0,22 | 0,28 | 0,89 | 1,48 | 6,82 |

Começando pela avaliação das variáveis críticas (Figura 5.21), foi possível constatar que desde o começo da produção, após a estabilização dos equipamentos, a Vazão de álcool estava inferior ao limite estabelecido, ou seja, há pouco álcool disponível para uma concentração alta de SO₃. Logo, a reação de sulfatação foi inferior à esperada, gerando uma taxa de produção de ácido (Éster ácido) menor. Assim, na etapa de neutralização, a reação ocorreu em menor escala, resultando em um produto com maior concentração de soda, ou seja, ao invés de se ter sal sulfatado haverá soda ocasionando, por exemplo, um grande impacto na especificação de % de Ativo, que foi inferior. Além disso, haverá também um aumento do pH, que não é indicado, uma vez que pode ocasionar deterioração nos equipamentos. Além disso, para esta mesma variável, no intervalo de 09:30 a 11:30, houve uma drástica queda na vazão, que é um indicativo de atenção. Pode ter ocorrido uma falha no transmissor, ou algum problema na instrumentação que bloqueou o envio de álcool ao reator de sulfatação.

A variável Millis, que é o éster Ácido, também teve variações além dos limites estabelecidos, pois ela é impactada diretamente pela concentração de Álcool e pela concentração de SO₃, assim, qualquer desvio que houver nestas duas variáveis, impactará diretamente o Millis.

Outro ponto de atenção é a vazão de soda, que juntamente com a vazão de peróxido

tiveram uma drástica queda após as 06:00, chegando a zero e retornando apenas às 17:00. Uma queda na Vazão de Soda, acarretará a não neutralização do éster Ácido, ocasionando a não obtenção do produto final desejado e sim de intermediários ou de subprodutos não desejados.

Ao avaliarmos as correlações, neste mesmo intervalo de tempo, após as 06:00, que foi o momento em que a maioria das variáveis críticas começaram a variar, todas as correlações estão fora dos limites aceitáveis. Indicando que houve uma grande falha no processo que impossibilitou a obtenção de um produto final de qualidade e dentro das especificações do cliente.

Visando o dia a dia na empresa, e o acompanhamento em uma produção, acontecimentos como esses, no qual todas as variáveis e correlações estão fora dos limites de aceitação, devem ser um alerta para o líder de operação e demais pessoas envolvidas, pois, em situações normais, não são esperados desvios, possibilitando que o processo seja interrompido evitando a produção de um grande volume de produto fora da especificação. Espera-se que em cada cenário, sejam avaliados os desvios, buscando-se a sua causa raiz para que possam ser tomadas as melhores decisões, de forma rápida, que garantam a normalização das variáveis de processo visando sempre assegurar a qualidade e especificação do produto.

6 CONCLUSÃO

Com o desenvolvimento do presente trabalho, foi possível compreender que a análise de dados de processo é uma forma efetiva de encontrar padrões durante uma produção. Como a empresa já possui o *software Historian* (AVEVA™, 2022), a análise dos dados se tornou simplificada. No entanto, observou-se a necessidade de um melhor tratamento nos dados disponibilizados pela ferramenta.

Através da identificação de padrões para as variáveis críticas do processo e da avaliação numérica, foi possível determinar métricas que indicam quando uma produção estaria operando de acordo com o padrão normal, sendo possível identificar possíveis desvios. Tais desvios foram identificados pelo *Control Plan* e através desta ferramenta, proposta neste trabalho, foi possível validar todas as produções do tensoativo aniônico de alto teor de ativo, ou também chamado de lauril éter sulfato de sódio (LESS), e assim garantir, pela parte do setor de Processos, que todas as especificações acordadas com o cliente sejam alcançadas.

Além disso, através da ferramenta, foi possível avaliar cenários de desvios e garantir sua eficácia na rastreabilidade destas informações, além de obter dados que permitem a avaliação da causa possível de cada desvio, possibilitando que o operador saiba quando a produção se encontra fora dos limites de operação e quando se faz necessário algum tipo de interferência.

Um ponto de dificuldade no presente trabalho foi a obtenção dos dados no *software Historian* (AVEVA™,2022), pois, primeiro, foi necessária uma ampla compreensão do funcionamento do *software* e um árduo treinamento em suas funcionalidades. Além disso, por ser um complemento muito robusto e com muitas informações, se faz necessário um computador com uma boa capacidade de processamento de dados. Devido a estes pontos, a etapa de levantamento de dados das produções levou um tempo superior ao esperado.

Para trabalhos futuros, um ponto de melhoria e aprofundamento, seria a extensão do estudo na empresa. Atualmente, na Empresa A, há a fabricação de uma variedade de produtos, que da mesma forma que o LESS, ainda não possuem uma forma eficaz de acompanhamento. Ademais, uma sugestão de melhoria para a ferramenta *Control Plan* seria a inclusão de gráficos, com os dados das variáveis, uma vez que a avaliação gráfica é muito mais intuitiva que a avaliação de dados numéricos.

REFERÊNCIAS

- ABIHPEC. Panorama do Setor de Higiene Pessoal, Perfumaria e Cosméticos - Resultados 2016. Disponível para download em: <<https://abihpec.org.br/mercado/panorama-do-setor/>> Acesso em 02 de novembro de 2022.
- ATTWOOD, D., FLORENCE, A.T. Surfactant Systems. 1. ed. London: Chapman and Hall, 1983. p. 615-622.
- BAIN & COMPANY. Potencial de diversificação da indústria química Brasileira - Relatório 4: Tensoativos. Chamada Pública BNDES/FEP, p. 52, 2014
- BALLESTRA. Sulphonation/Sulphation. Disponível para acesso em: <Ballestra - SULPHUREX Sulphonation/Sulphation> Acesso em 10 de março de 2023
- BARROS, Francisco Fábio Cavalcante et al. Surfactina: propriedades químicas, tecnológicas e funcionais para aplicações em alimentos. Química Nova, v. 30, n. 2, p. 409-414, 2007.
- CHEMAX. Alcanolamida de ácido graxo. Disponível para acesso em: < Alcanolamida de ácido graxo - Chemax> Acesso em 10 de março de 2023.
- CHEMAX. Cloreto de Behentrimônio. Disponível para acesso em: < Cloreto de behenyl - Chemax> Acesso em 10 de março de 2023.
- CHEMAX. Cocoamidopropil betaína. Disponível para acesso em: Cocoamidopropil betaína - Chemax> Acesso em 10 de março de 2023.
- DALTIN, D. Tensoativos: química, propriedades e aplicações. São Paulo: Blucher, 2011.
- HOLMBERG, K. et al. Surfactants and polymers in aqueous solutions. 2. ed. Göteborg, Sweden: John Wiley & Sons, 2002. p. 7-23.
- MB CONSULTORES LTDA. Processos de Fabricação de Ácido Sulfúrico. Disponível para download em:<<http://h2so4.com.br/mb-downloads/informacoes-tecnicas/>> Acesso em 20 de novembro de 2022.
- NITSCHKE, Marcia; PASTORE, Gláucia Maria. Biossurfactantes: propriedades e aplicações. Química Nova, , v. 25, n. 5, p. 772-776, 2002.
- ENXOFRE. Produção e aplicações do Enxofre Petrobras. Disponível para acesso em: < Enxofre | Petrobras> Acesso em 20 de novembro de 2022.
- QUÍMICA. Números do setor e hábitos de consumo – ABIPLA. Disponível para acesso em:

<<https://www.quimica.com.br/numeros-do-setor-e-habitos-de-consumo-abipla/>> Acesso em 10 de outubro de 2022.

ROSSI, Cátia Guaraciara Fernandes Teixeira et al. Tensoativos: uma abordagem básica e perspectivas para aplicabilidade industrial. Revista Universitária Rural, Série Ciências Exatas e da Terra, Seropédica, v. 25, n.1-2, p. 59-71, jan./dez. 2005.

SALAGER, J. L.; FERNANDEZ, A. Surfactantes en solución acuosa. Cuaderno FIRP S201-A Mérida: Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de los Andes, 1993.p.3-7.

SALAGER, J. L.; FERNANDEZ, A. Surfactantes: Generalidades y materias primas. sy In: Cuaderno FIRP S301. Mérida: Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de los Andes, 2004. p. 10-22.

SHAH, D. O. The world of surfactant science. Chemical Engineering Education, inverno, 1977. p. 14-24.