

Otimização do Processo de Secagem de Carbonato de Cálcio utilizando Planejamento de Experimentos

Darlan Marques da Silva

Universidade Federal de Pernambuco - UFPE
Av. Acadêmico Hélio Ramos, s/n - Cidade Universitária, Recife – PE, 50740-530
darlan_marques@yahoo.com.br

Maria Luíza Guerra de Toledo

Escola Nacional de Ciências Estatísticas - IBGE
Rua André Cavalcanti, 106, Santa Teresa, Rio de Janeiro – RJ, 20231-050
malutoledo83@gmail.com

Resumo

Este trabalho tem como objetivo avaliar o desempenho de um novo processo de secagem de carbonato de cálcio precipitado, utilizando micro-ondas. O carbonato de cálcio precipitado é amplamente utilizado pela indústria com várias finalidades, dentre elas a produção de cremes dentais. Diante disto, buscou-se investigar, por meio do planejamento de experimentos, quais são os fatores de processo com maior impacto no processo de secagem por micro-ondas, dentre os quais o pH, altura do leito, potência efetiva, percentagem de fosfato e sólidos. O desempenho do processo é medido por meio de duas variáveis resposta, viscosidade e tempo de secagem. A otimização é feita no sentido de se determinar configurações ótimas para os fatores de entrada, de modo a obter-se um melhor desempenho nas variáveis resposta. Os resultados destacaram três fatores como sendo importantes para a viscosidade, sendo eles a potência efetiva, pH e altura do leito, com uma configuração ótima de 1 w/s, 10,15 de acidez e 3 cm, respectivamente. Já em relação ao tempo de secagem, os fatores significativos foram potência efetiva e pH, na configuração de 2 w/s e 10 de acidez, respectivamente. A otimização conjunta do processo, considerando as duas variáveis resposta simultaneamente, indica que todos os três fatores devem permanecer em seus níveis mais altos, alcançando-se assim, 60% da otimização desejada.

Palavras-chave: Otimização de Processo, Planejamento de Experimentos, Carbonato de Cálcio.

Abstract.

This study aims to evaluate the performance of a new precipitated calcium carbonate drying process through microwave. The precipitated calcium carbonate is widely used in industry for various purposes, among them the production of toothpaste. Given this, design of experiments were used in order to investigate the process factors with greater influence in the microwave drying process. Among the factors are pH, bed height, effective power, percentage of phosphate and solids. The process performance is measured through two response variables, viscosity and drying time. The optimization is done in order to determine optimal conditions for input factors, resulting in a better performance for output variables. The results pointed three factors as being important for the viscosity: effective power, pH and bed height, with an optimal setting of 1 w/s, 10.15

of acidity and 3 cm, respectively. Also, for the drying time, the significant factors were effective power and pH, in the setting 2 w/s and 10 of acidity, respectively. The joint process optimization, which simultaneously considered both response variables, indicated that all three main effects should remain at their highest levels, reaching 60% of the desired optimization.

Keywords: Process Optimization, Design of Experiments, Calcium Carbonate.



1. Introdução

O Planejamento de Experimentos, também conhecido como DOE (*Design of Experiments*) é praticado para melhorar as características da qualidade de produtos e processos (Montgomery, 2009). Entretanto, na estratégia de experimentação mais utilizada nesse contexto, denominada de Experimentos Fatoriais Completos, se o número de fatores de entrada a serem estudados for grande, pode-se demandar um custo muito elevado para a realização de todos os ensaios necessários, tornando sua aplicação inviável (Tsao e Patel, 2013).

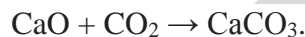
Uma alternativa aos Experimentos Fatoriais Completos são os Experimentos Fatoriais Fracionados. Esses, por sua vez, permitem estudar o efeito de um número grande de fatores usando relativamente poucos ensaios. Tal técnica permite determinar as condições ótimas de um processo ou produto, com menor demanda de tempo e custo (Montgomery, 2009).

Esse trabalho apresenta uma aplicação dos Experimentos Fatoriais Fracionados na melhoria de processos de uma siderúrgica. Essa aplicação envolveu o planejamento, a coleta e a análise de dados em laboratório, visando otimizar o processo de secagem de uma importante matéria prima: o carbonato de cálcio precipitado.

1.1. Situação Prática Motivadora

O Brasil apresenta-se como quinta potência mundial da produção de cal ou óxido de cálcio (CaO) com 2,4% do total mundial, algo em torno de 8,4 milhões de toneladas/ano em 2013, ficando atrás apenas da China (62,8%), Estados Unidos (5,4%), Índia (4,6%) e Rússia (3%) (USGS - *United States Geological Survey*, 2014).

Sabe-se que para produzir o carbonato de cálcio (CaCO₃), é necessária a queima do CaO cálcio, pois



Quando se fala em mecanismos de secagem do CaCO₃, existem três tipos de subprocessos, conforme Park *et al.*, (2006):

- A difusão líquida: vincula sua existência por meio do gradiente de concentração;
- A difusão do vapor: interligada ao gradiente da pressão no vapor, que foi ativada pelo gradiente de temperatura;
- Escoamento de líquido e de vapor: finda pela diferença entre a pressão externa e interna, concentrações, capilaridade e temperaturas do material com o meio ambiente.

Existem ainda alguns tipos de secagens. Na literatura, encontra-se com maior respaldo, três tipos, como é exposto por Field *et al.*, (1999):

- Secagem por Leito Fluidizado: o material é seco pelo contato com o ar aquecido e soprado através do leito do material para mantê-lo em estado contínuo fluidizado;
- Secagem por Chama Indireta (*flash dryers*): o CaCO₃ é desaguado em filtros prensa, só então, a torta é levada à secagem;
- E a terceira é a Secagem Rotativa (*drum dryers*): tal secagem acontece por meio de tambores rotativos, alimentados de forma líquida por tanques.

Como se pode observar há uma complexidade de formas de processos e secagens, mas o escopo deste trabalho concentra-se em secagem por micro-ondas. A utilização da secagem por micro-ondas apresenta grandes vantagens sanitárias e não interfere na estrutura do material em seu estado seco, preservando as características físico-químicas primordiais em vários produtos (Demirtaş *et al.*, 2015).

A radiação infravermelha, que predomina nos aquecimentos convencionais, está resolutamente ligada ao aumento de vibrações moleculares, do sentido exterior para o interior da amostra ou material, com uma transmissão de calor, ou seja, energia em trânsito do meio quente para o frio (Senise, 1985).

A radiação de micro-ondas é utilizada há pelo menos 60 anos como fonte de aquecimentos para reações, sejam químicas ou físicas (Kingston e Jassie, 1988). E há mais de 30 anos, usada na secagem de amostras em laboratórios (Wei *et al.*, 1985).

As micro-ondas podem ser classificadas no âmbito da sua frequência, em (Senise, 1985):

- 915 ± 25 MHz para as aplicações industriais;
- 2450 ± 13 MHz para as científicas;
- 5800 ± 75 e 22125 ± 125 MHz para a área médica

Embora apresente as vantagens já mencionadas, o processo de secagem por micro-ondas encontra-se em fase embrionária, tendo sido pouco discutido na literatura. Portanto, este trabalho tem o objetivo de contribuir para os estudos deste processo, por meio da determinação das condições ótimas de processo para a utilização da secagem por micro-ondas.

Esse trabalho está organizado da seguinte forma: Na Seção 2 são descritos os detalhes do planejamento dos experimentos realizados e análises dos resultados. Já a Seção 3 discute as conclusões que podem ser tiradas a respeito desta pesquisa e os futuros trabalhos que poderão ser construídos com este tema.

2. *Análises dos Experimentos*

O experimento foi realizado pelo Instituto Mauá de Tecnologia, em conjunto com uma empresa siderúrgica. Os dados coletados estão apresentados na Tabela 2.1, que já foram tratados por Leal (2012), sendo o pioneiro no assunto. O trabalho deste autor apresenta uma descrição mais completa do problema estudado e do experimento, bem como alguns resultados estatísticos preliminares.

Montgomery (2009) destaca a fórmula que serve para estimar os efeitos principais e os efeitos das interações de um DOE fracionado 2^{k-1} :

$$l_{AB...L} = \frac{2}{n2^{k-1}} \quad (1)$$

A notação $l_{AB...L}$ identifica o efeito de $AB \dots L$, n é o número de réplicas e k a quantidade de efeitos (diferentes níveis de um único fator, que deseja-se comparar).

Verma (2015) apresenta os seguintes conceitos, necessários para compreensão do tema:

- **Unidade experimental:** é a unidade básica para a qual será feita a medida da resposta.
- **Fatores:** são os tipos distintos de condições que são manipuladas nas unidades experimentais.
- **Nível do fator:** são os diferentes modos de presença de um fator no estudo.
- **Tratamento:** são as combinações específicas dos níveis de diferentes fatores e quando há apenas um fator, os níveis deste fator correspondem aos tratamentos.
- **Ensaio:** corresponde à aplicação de um tratamento a uma unidade experimental.
- **Variável resposta:** é o resultado de interesse registrado após a realização de um ensaio.

Tabela 2.1. Resultados dos Experimentos, com os fatores em relação às variáveis respostas.

<i>Ordem</i>	<i>Po4 %</i>	<i>pH (acidez)</i>	<i>Sólidos%</i>	<i>Potência Efetiva(w/g)</i>	<i>Altura do Leito(cm)</i>	<i>Viscosidade (cps)</i>	<i>Tempo de Secagem (s)</i>
6	0,13	10	71	2	2	180	2900
3	0,22	10	71	1	3	16700	5000
20	0,13	10,15	71	1	3	13720	5520
16	0,22	10,15	71	2	2	340	3640
15	0,13	10	75	2	3	1480	2940
11	0,22	10	75	1	2	8840	5220
4	0,13	10,15	75	1	2	16700	5600
2	0,22	10,15	75	2	3	9980	3400
17	0,13	10	71	2	2	400	3120
18	0,22	10	71	1	3	4080	5040
24	0,13	10,15	71	1	3	16900	5440
22	0,22	10,15	71	2	2	1700	3500
7	0,13	10	75	2	3	3720	3220
21	0,22	10	75	1	2	5780	5340
19	0,13	10,15	75	1	2	14940	5220
1	0,22	10,15	75	2	3	7120	3220
23	0,13	10	71	2	2	2200	3440
8	0,22	10	71	1	3	10650	5700
12	0,13	10,15	71	1	3	12260	5820
13	0,22	10,15	71	2	2	6380	3520
9	0,13	10	75	2	3	4680	3200
10	0,22	10	75	1	2	1320	5120
14	0,13	10,15	75	1	2	8840	5440
5	0,22	10,15	75	2	3	16600	3320

Fonte: Disponibilizada pelo Instituto Mauá de Tecnologia

No contexto dos Experimentos Fatoriais Fracionados, os denominados 2^{k-p} , $1 \leq p < k$, são os mais populares, podendo induzir a um confundimento na estimativa dos parâmetros. O confundimento entre dois fatores de interesse (efeitos principais ou interações) denota uma situação em que não é possível diferenciar seus efeitos. Para tanto, tem-se a análise das Resoluções III, IV e V, definidas por Montgomery (2009) e Bartos *et al.* (2015) da seguinte forma:

- **Resolução III:** Nenhum efeito principal está relacionado com qualquer outro efeito principal, mas pode estar relacionado com interações de segunda ordem, as quais, por sua vez, podem estar relacionadas também com interações de segunda ordem ou de ordem superior.
- **Resolução IV:** Esta resolução determina que nenhum efeito principal está relacionado com outro efeito principal ou interação de segunda ordem, mas as interações de segunda ordem estão relacionadas entre si.
- **Resolução V:** Nem os efeitos principais ou as interações de segunda ordem estão relacionados com efeitos principais ou interações de segunda ordem, mas as interações de segunda ordem podem estar relacionadas com interações de terceira ou maior ordem.

É indispensável conhecer os ‘confundimentos¹’ entre os fatores; destacados na Figura 2.1, permitindo-se pautar pontos cruciais, além daqueles já mencionados:

```

Fractional Factorial Design
Factors: 5 Base Design: 3; 8 Resolution: III
Runs: 24 Replicates: 3 Fraction: 1/4
Blocks: 1 Center pts (total): 0

* NOTE * Some main effects are confounded with two-way interactions.

Design Generators: D = AB; E = ABC

Alias Structure

I + ABD + CDE

A + BD + BCE
B + AD + ACE
C + DE + ABE
D + AB + CE
E + CD + ABC
AC + BE + ADE + BCD
AE + BC + ACD + BDE
  
```

Figura 2.1. Saída do Minitab®: Estrutura de Confundimento e informações sobre o experimento

No experimento, 24 ensaios foram realizados, sendo um planejamento de Resolução III, ou seja, os efeitos principais não são confundidos com os próprios efeitos principais, mas aqueles de segunda ordem são confundidos com os principais e os de segunda ordem são aliases entre si, demonstrados na *Alias Structure* da Figura 2.1, como, por exemplo, o D + AB + CE. Temos que A = percentual de fosfato, B = pH, C = percentual de sólidos, D = altura do leito e E = potência efetiva.

2.1. Análise em relação à Viscosidade

Inicialmente realizou-se análises separadas, considerando cada variável resposta individualmente. Buscando identificar os fatores que influenciam significativamente a variável resposta Viscosidade, criou-se gráficos de Pareto exibidos nas Figuras 2.2 e 2.3.

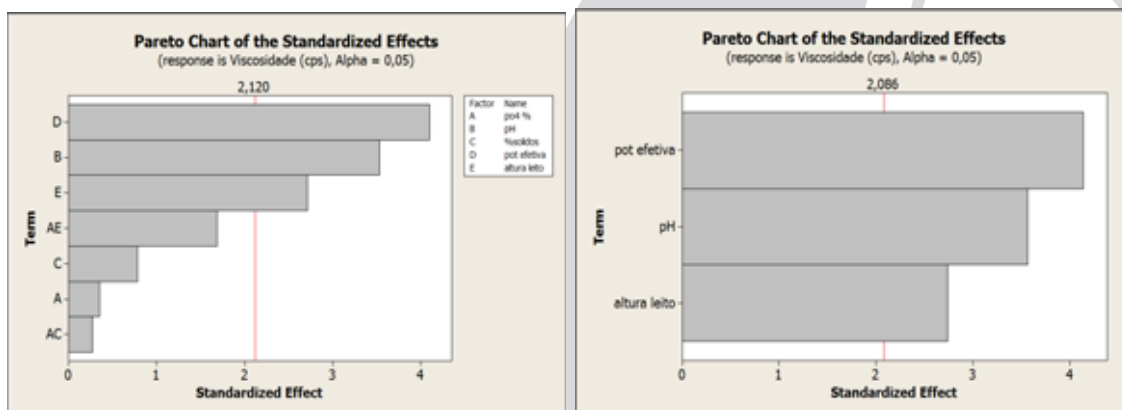


Figura 2.2 e 2.3. Saída do Minitab®: Gráfico de Pareto para todos os níveis e aos fatores mais impactantes na Viscosidade, respectivamente.

A Figura 2.2 é de suma importância, pois mostra quais efeitos são estatisticamente significativos. Pode-se deduzir a revelação de um efeito não-padronizado por envolver

¹ Confundimento é uma técnica de planejamento para arrumar um experimento fatorial completo em blocos, que lidam com variáveis controláveis, no qual o tamanho do bloco é menor do que o número de combinações dos tratamentos em uma replicação (Verma, 2015).

um modelo saturado, surgindo a necessidade de remover estes efeitos que não o impactam, para gerar um novo gráfico de Pareto (Minitab®). Neste gráfico, os fatores que ultrapassam a linha vermelha são aqueles que impactam significativamente (ao nível de 95% de confiança) a variável resposta, e o tamanho das barras revela a dimensão de cada efeito.

Retirando-se os efeitos não-significativos, o novo gráfico é então gerado, resultando na Figura 2.3. Os fatores que influenciam a variável resposta Viscosidade são, portanto, potência efetiva, pH e altura do leite.

Com a finalidade de interpretar os resultados gerados, a Figura 2.4 apresenta os resultados detalhados do modelo ajustado entre as variáveis selecionadas, e a resposta Viscosidade.

Factorial Fit: Viscosidade (cps) versus pH; pot efetiva; altura leite					
Estimated Effects and Coefficients for Viscosidade (cps) (coded units)					
Term	Effect	Coef	SE Coef	T	P
Constant		7730	765,3	10,10	0,000
pH	5454	2727	765,3	3,56	0,002
pot efetiva	-6329	-3165	765,3	-4,14	0,001
altura leite	4189	2095	765,3	2,74	0,013

S = 3749,21 PRESS = 404829336
 R-Sq = 65,09% R-Sq(pred) = 49,73% R-Sq(adj) = 59,85%

Figura 2.4. Saída do Minitab®: Modelo estatístico considerando os efeitos significativos para Viscosidade.

Unusual Observations for Viscosidade (cps)						
Obs	StdOrder	Viscosidade (cps)	Fit	SE Fit	Residual	St Resid
24	24	16600,0	9386,7	1530,6	7213,3	2,11R

R denotes an observation with a large standardized residual.

Estimated Coefficients for Viscosidade (cps) using data in uncoded units	
Term	Coef
Constant	-359588
pH	36361,1
pot efetiva	-6329,17
altura leite	4189,17

Figura 2.5. Saída do Minitab®: Equação preditiva para a Viscosidade.

Os resultados da Figura 2.4 mostram que os três efeitos são estatisticamente significativos ao nível $\alpha = 0,05$. O valor de R^2 (59,85%) confirma que estes três fatores explicam em torno de 60% da variabilidade na Viscosidade.

Para escrever a equação preditiva deste modelo, usam-se os coeficientes estimados para os fatores em unidades reais não-codificadas (Figura 2.5):

$$Visc. = -359588 + 36361,1 * pH - 6329,17 * Pot. Efet. + 4189,17 * Alt. do leite$$

A adequação do modelo ajustado pode ser verificada por meio dos resíduos, através dos gráficos exibidos na Figura 2.6.

- *Normal Probability Plot* - Como os pontos no gráfico de probabilidade normal seguem aproximadamente uma linha reta, pode-se assumir que os resíduos não se desviam de forma significativa de uma distribuição normal.
- *Histogram* - É usado juntamente com o gráfico de probabilidade normal para tomar decisões sobre a normalidade dos resíduos (Minitab®). Segunda aborda a literatura, este gráfico é mais confiável quando tratamos de amostras de tamanho

30 ou maior, o gráfico aparenta representar uma distribuição simétrica em torno de zero.

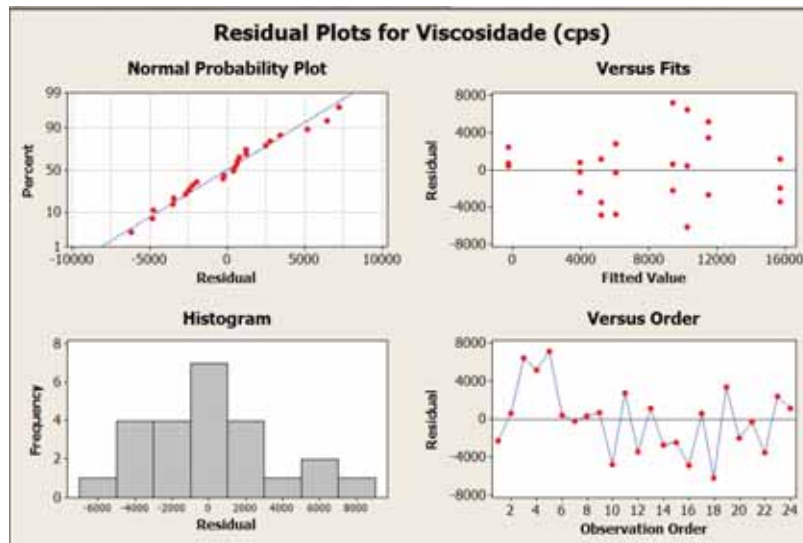


Figura 2.6. Saída do Minitab®: Gráficos Residuais para a Viscosidade.

- *Versus Fits* - A suposição de variância constante não parece ser violada, uma vez que os resíduos estão aleatoriamente dispersos em torno de zero e têm aproximadamente a mesma dispersão para todos os valores ajustados (Minitab®).
- *Versus Order* - O gráfico dos resíduos versus ordem não apresenta nenhum padrão, logo não há autocorrelação residual.

Desse modo, os pressupostos para os resíduos parecem ter sido satisfeitos, validando o modelo ajustado para a variável resposta Viscosidade.

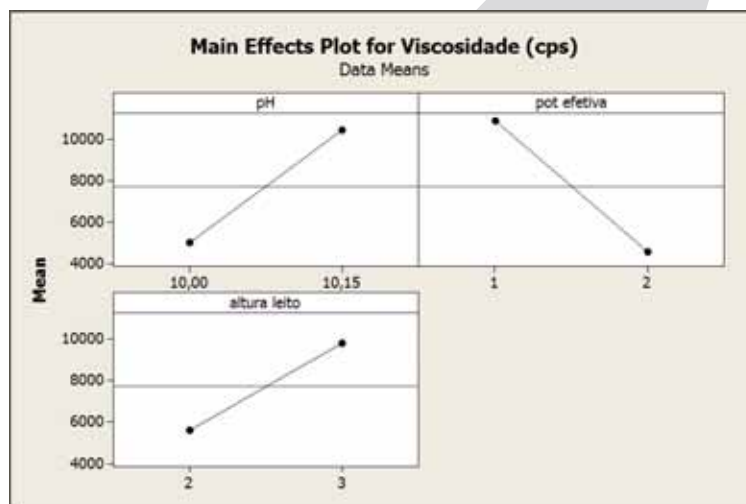


Figura 2.7. Saída do Minitab®: Gráfico dos efeitos principais da Viscosidade.

Como deseja-se maximizar a Viscosidade, pelo fato de ser uma propriedade importante do carbonato de cálcio, criou-se o gráfico de efeitos principais da Figura 2.7, o qual indica que:

- O pH mais alto (10,15 de acidez) aumenta a Viscosidade, em relação ao nível mais baixo (10 de acidez).
- A Potência Efetiva de 1 w/g melhora o desempenho da variável resposta.
- A Altura do Leito de 3 cm é melhor que 2 cm.

2.2. Análise em relação ao Tempo de Secagem

Trabalhando com a variável Tempo de Secagem, busca-se agora encontrar quais são os principais efeitos relacionados a esta segunda variável resposta. Inicialmente, criou-se o gráfico de Pareto para verificar quais efeitos são significativos no modelo (Figura 2.8).

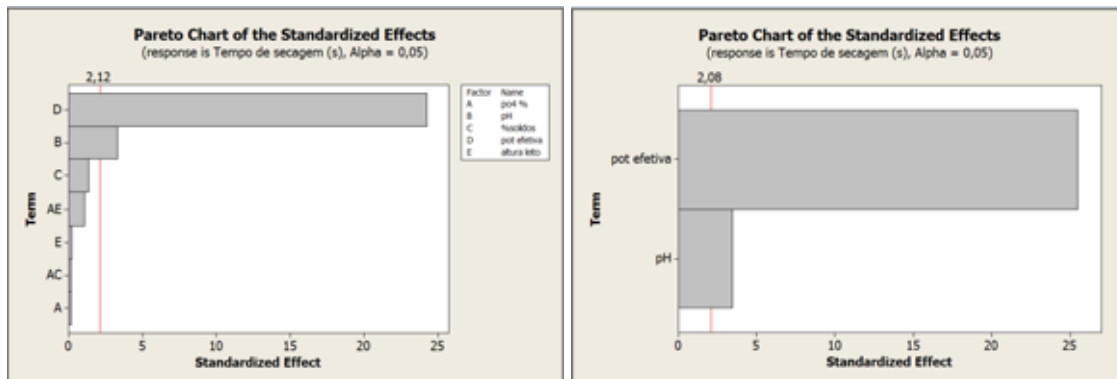


Figura 2.8 e 2.9. Saída do Minitab®: Gráfico de Pareto para todos os níveis e aos fatores mais impactantes no Tempo de Secagem, respectivamente.

As duas variáveis impactantes são a potência efetiva e o pH, semelhantemente aos relatados na Viscosidade, porém com a ausência da altura do leito. A Figura 2.9 exhibe os efeitos dessas variáveis, quando todos os outros efeitos são desconsiderados do modelo.

Buscou-se investigar então o quanto estes dois efeitos principais explicam o Tempo de Secagem, bem como a fórmula que traduz a otimização deste modelo. Os dois efeitos foram estatisticamente significativos ao nível $\alpha = 0,05$. O valor de $R^2 = 96,92\%$ mostra que estes dois fatores explicam grande parte da variabilidade no Tempo de Secagem, o que é um indicativo da qualidade do modelo ajustado.

Para escrever a equação preditiva para este modelo, usam-se os coeficientes estimados para os fatores em uma unidade real não-codificada:

$$\text{Tempo de Secag.} = -11572,2 + 1888,89 * pH - 2086,67 * Pot. Efet.$$

A validação do modelo então se torna necessária, por meio dos gráficos de resíduos (Figura 2.10):

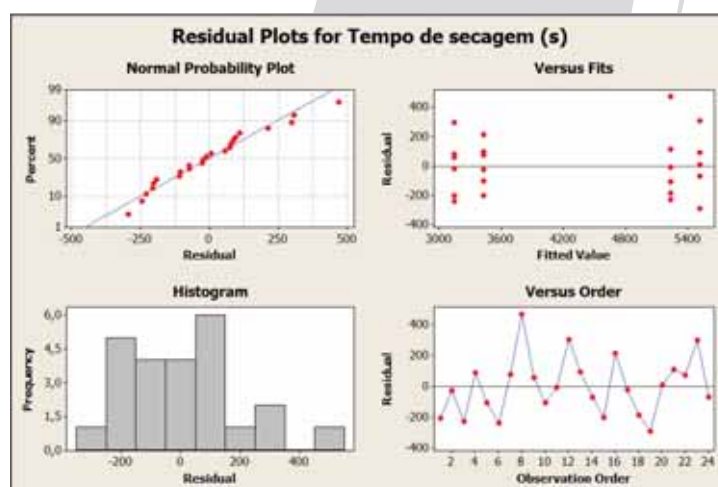


Figura 2.10. Saída do Minitab®: Gráficos Residuais para o Tempo de Secagem.

- *Normal Probability Plot* – Os pontos estão aparentemente em torno da reta, logo pode-se assumir que os resíduos se aproximam de uma distribuição normal.
- *Histogram* – Embora a amostra seja razoavelmente pequena, o histograma exibe um comportamento aproximadamente simétrico, em torno de zero.
- *Versus Fits* – Mostra variabilidade constante ao longo dos valores preditos pelo modelo, um indicativo de que a suposição de homocedasticidade dos resíduos é satisfeita.
- *Versus Order* - O gráfico dos resíduos versus ordem não apresenta nenhum padrão, logo não há dependência do tempo nos dados.

De forma inversa à Viscosidade, que quanto maior, melhor para o processo, quanto menos tempo empregado para secar as pastilhas de carbonato de cálcio, mais eficiente será o processo, disponibilizando menos recursos, tais como energia, operadores, equipamentos, dentre outros. Logo, quanto menor o valor da variável Tempo de Secagem, melhor o desempenho do processo. Assim, a otimização dessa variável é feita de forma a buscar os níveis dos fatores que minimizam essa variável resposta. Concluiu-se que:

- O pH mais baixo de 10 de acidez diminui o Tempo Secagem.
- A Potência Efetiva de 2 w/g melhora o desempenho do Tempo de Secagem.

2.3. *Condições Ótimas do Processo*

Após determinar os fatores de entrada mais significativos para as duas variáveis resposta, individualmente, deseja-se determinar as condições ótimas do processo considerando as duas variáveis resposta, conjuntamente. Assim, deseja-se responder a seguinte pergunta: “Quais são os níveis dos efeitos principais que melhoram o processo, considerando-se as duas variáveis resposta, simultaneamente?”.

A Figura 2.11 mostra a saída do Minitab® para a otimização conjunta. Nessa figura, o efeito de cada fator sobre cada resposta individual, ou sobre as respostas conjuntamente (Composite Desirability) é exibido nas colunas. As linhas verticais vermelhas no gráfico representam as configurações dos fatores atuais, os números mostrados na parte superior de uma coluna mostram as definições do fator no nível atual (em vermelho) e as linhas horizontais azuis e números representam as respostas para o nível atual dos fatores.

O software revela dois tipos de *desirability*, que visam avaliar como uma combinação de variáveis de entrada satisfaz os objetivos definidos para as respostas: o d = *Individual desirability* (Desejabilidade individual), como as configurações de otimizar apenas uma resposta individualmente e D = *Composite desirability* (Desejabilidade composta), otimiza as configurações de um conjunto de respostas (Minitab®), sendo este o foco. Importante destacar que estes valores variam entre 0 a 1, ou seja, de 0% a 100%.

Como se pode observar, a Viscosidade e o Tempo de Secagem são simultaneamente melhorados quando todos os fatores estão em seus níveis mais altos (pH = 10,15 de acidez, Potência Efetiva = 2 w/g, Altura do Leito = 3 cm).

Logo, chega-se aos valores reais das variáveis resposta que são maximizada e minimizada, Viscosidade = 9386,66 cps e Tempo de Secagem = 3426,66 minutos, respectivamente, levando a otimização do processo em aproximadamente 61% (D), e individualmente: $d_{(viscos.)} = 47\%$ e $d_{(temp. sec.)} = 78,5\%$, aproximadamente. Vale salientar, que utiliza-se, conforme sugerido pela empresa, uma viscosidade aceitável de no mínimo 3500 cps e como meta 16.000 cps, enquanto o Tempo de Secagem poderia atingir até 5000 minutos e a meta seria de 3000 minutos.

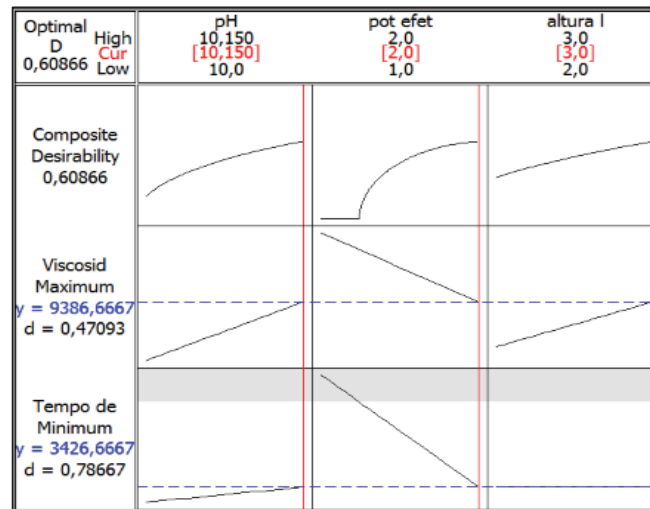


Figura 2.11. Saída do Minitab®: Gráfico da Simulação com o ótimo do processo.

3. Conclusões

Esse trabalho teve como objetivo principal analisar um novo tipo de secagem (por micro-ondas) de carbonato de cálcio precipitado para a produção de pastas de cremes dentais. Para tanto, foi necessário fazer uma avaliação quantitativa e gráfica dos dados por meio de uma importante técnica, o Planejamento e Análise de Experimentos.

Com a finalidade de fundamentar a base teórica que desse o suporte necessário para entender os reais significados dos resultados, buscou-se em referenciais da ferramenta do DOE as relações dos efeitos principais com as variáveis respostas, além de compreender a real definição da otimização em âmbito dos Experimentos Industriais.

É contundente afirmar a importância dos resultados da pesquisa para a empresa envolvida, pois os resultados serviram para ajudá-la na tomada de decisão, após uma análise social, ética, ambiental, econômica e tecnológica em implementar um novo processo que visa tornar o produto mais robusto e assim adquirir vantagens frente aos seus concorrentes e satisfazer os clientes, tornando a organização ainda mais próspera.

Alguns fatos marcantes e cruciais podem ser pautados ao longo das análises dos experimentos:

- A análise da Viscosidade, que se deseja maximizar, revelou que os efeitos principais mais impactantes para esta variável resposta são a potência efetiva em seu nível mais baixo de 1 w/g, sendo aquele de maior peso para esta variável, o pH no nível mais alto de 10,15 de acidez e a altura do leito também em seu nível mais alto de 3 cm.
- De forma análoga, porém desejando minimizar o Tempo de Secagem das pastilhas de carbonato de cálcio, apenas dois efeitos principais foram detectados para esta variável resposta, com grande respaldo para a potência efetiva em seu nível mais alto de 2 w/g e o pH menor de 10 de acidez, contribuem para diminuir o tempo.
- E quando se deseja avaliar as duas variáveis resposta ao mesmo tempo, as condições ótimas do processo são todos os três efeitos principais em seus níveis mais altos, da potência efetiva, pH e altura do leito em 2 w/g, 10,15 de acidez e 3 cm, respectivamente. A Otimização se deu de forma satisfatória e positiva, atingindo aproximadamente 60% dos objetivos definidos para as duas variáveis.

3.1. *Trabalhos Futuros*

Denotando a viabilidade em atender ao requisito qualidade do produto neste novo processo, cabe-se agora a empresa fazer um levantamento complexo a respeito dos fatores como o tecnológico e o econômico, sabendo-se que a secagem por micro-ondas é menos poluente que as demais e mais vantajosa nos aspectos levantados.

Referências Bibliográficas

Bartos, C.; Kukovecz, A.; Ambrus, R.; Farkas, G.; Radacsi, N.; Szabó-Révész, P. Comparison of static and dynamic sonication as process intensification for particle size reduction using a factorial design. *Chemical Engineering and Processing* 87, 26–34, 2015.

Demirtaş, T. T.; Kaynak, G.; Gümüşderelioğlu, M. Bone-like hydroxyapatite precipitated from 10xSBF-like solution by microwave irradiation. *Materials Science and Engineering* 49, 713-719, 2015.

Field, B. T.; Lindquist, W. E.; Euston, C. R. Selection of drying and calcining systems – an overview. *Society for Mining, Metallurgy and Exploration. Transactions*, 306, p.52-58. 1999.

Leal, B. P. Contribuição ao Estudo da Secagem com MICRO-ONDAS de Carbonato de cálcio precipitado. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos Químicos e Bioquímicos) – Centro Universitário do Instituto Mauá de Tecnologia. São Caetano do Sul, 2012.

Kingston, H. M.; Jassie, L. B. Introduction to Microwave Sample Preparation - Theory and Practice, ACS, Washington, DC, 1988.

Minitab® Statistical Software, versão 16, 2013. <http://www.minitab.com>.

Montgomery, D. C. Design and Analysis of Experiment (7th Ed). New York: John Wiley & Sons Inc. 2009.

Park, K. J.; Antonio, G. C.; Oliveira, R. A.; Park, K. J. B. Concepts of process and drying. FEAGRI: Campinas, 2006.

Senise, J. T. *Revista Brasileira de Engenharia Química*. 1985, 8, 51.

Tsao, H. S. J.; Patel, M. H. An intuitive design pattern for sequentially estimating parameters of a 2^k factorial experiment with active confounding avoidance and least treatment combinations. *Computers & Industrial Engineering*, 601–613, 2013.

USGS - U. S. Geological Survey. Lime. Statistics and Information: Mineral Commodity Summaries 2014. 2014.

Verma, J. P. Repeated Measures Design for Empirical Researchers. New York: John Wiley & Sons Inc. 2015.

Yetilmezsoy, K.; Abdul-Wahab, S. A. A composite desirability function-based modeling approach in predicting mass condensate flux of condenser in seawater greenhouse. *Desalination* 344, 171–180, 2014.

Wei, C. K.; Davis, H. T.; Davis, E. A.; Gordon, J. Heat and mass transfer in water-laden sandstone: microwave heating. *AIChE Journal* 31, 1985.