



M 2020

ANÁLISE ESTATÍSTICA DA VARIAÇÃO DA GRANULOMETRIA NO PROCESSO DE FABRICO DE TINTA EM PÓ

ROBERTO ALEXANDRE OLIVEIRA MOREIRA
DISSERTAÇÃO DE Mestrado APRESENTADA
À FACULDADE DE ENGENHARIA DA UNIVERSIDADE DO PORTO EM
ENGENHARIA QUÍMICA

Mestrado Integrado em Engenharia Química

Análise Estatística da Variação da Granulometria no Processo de Fabrico de Tinta em Pó

Dissertação de Mestrado

de

Roberto Alexandre Oliveira Moreira

Desenvolvida no âmbito da unidade curricular de Dissertação

realizado em

CIN Industrial Coatings S.A.



Orientador na FEUP: Prof. Joana Peres

Coordenador na CIN: Eng. Vasco Coelho



outubro de 2020

Agradecimentos

A realização deste trabalho não teria sido possível sem a contribuição de algumas pessoas. Assim, expresso aqui todo o meu agradecimento.

Aos meus pais, que me proporcionaram toda a minha educação, por todo o apoio ao longo dos anos, mas principalmente nesta última fase.

À CIN por apoiar a realização desta dissertação e pela disponibilização de todos os recursos necessários.

Ao meu orientador empresarial, Eng.º Vasco Coelho, pelo tempo, e conhecimento que me proporcionou para a realização deste projeto.

Um agradecimento especial à Diana Valdoleiros e ao Rogério Amorim por todo o bom ambiente, tempo e ajuda que me facultaram.

A todo o pessoal do laboratório de Controlo e Qualidade, por sempre se demonstrarem disponíveis a ajudar, pelo bom ambiente que proporcionaram e por toda a paciência que tiveram comigo e com os meus ensaios no equipamento usado.

A todos os operários, por toda a informação sobre o equipamento usado e ajuda prestada para a realização deste projeto.

À minha orientadora académica, professora Joana Peres, por toda a orientação, disponibilidade, sugestões e ajuda prestada na realização desta dissertação. A Professora Joana Peres, orientadora desta dissertação, é membro integrado do LEPABE - Laboratório de Engenharia de Processos, Ambiente, Biotecnologia e Energia, financiado pelo Projeto UID/EQU/00511/2019 - Laboratório de Engenharia de Processos, Ambiente, Biotecnologia e Energia - O LEPABE financiado por fundos nacionais através de FTC/MCTES (PIDDAC).

Ao professor Júlio Paiva, Fernando Rocha e a investigadora Joana Rocha, pela disponibilização de todo o conhecimento associado à pipeta de *Andreasen* e pela própria pipeta.

Ao Eng.º Luís Carlos que tanto me ajudou não só para a realização desta dissertação, mas como em grande parte do meu percurso académico. Um sincero obrigado por toda a ajuda prestada e todo o conhecimento partilhado. Uma genuína palavra de apreço.

Aos meus amigos por todos os bons momentos de convívio, palavras de encorajamento, e por estarem lá nos momentos mais difíceis.

À minha namorada por sempre acreditar no meu trabalho, por toda a ajuda prestada, todas as sugestões dadas, todos os bons momentos e por todas as vezes que não me deixou ser preguiçoso. A ti, um grande Obrigado!

Resumo

A distribuição granulométrica da tinta, é um parâmetro fundamental na sua caracterização, uma vez que, influencia fatores tais como brilho, aplicação, formação de filmes homogêneos, entre outros.

Assim, é de todo o interesse estudar variações de granulometria, que ocorram durante o processo de fabrico, os fatores que as provocam, e a sua influência, a fim de poder fabricar um produto uniforme e de qualidade. Deste modo, foram estudados dois parâmetros da granulometria da tinta, a mediana da distribuição granulométrica e a fração volúmica com granulometria inferior a dez micrómetros, obtidos por um equipamento de difração laser.

A fim de se obter uma boa caracterização da granulometria da tinta, começou-se por definir qual o método de amostragem mais representativo. Dado que a tinta é armazenada em caixas de 25 kg, determinou-se qual o local do topo da caixa mais indicado para a recolha de amostras, por comparação com os valores obtidos no doseador, tendo se escolhido a parte central da caixa.

De seguida, monitorizou-se o processo de fabrico de três tintas diferentes de forma a averiguar se este era uniforme, ou se sofria variações. Foram também estudados fatores que pudessem contribuir para a variação dos valores de granulometria da tinta, sendo eles, o tamanho da pastilha à entrada do moinho, a variação da quantidade de carga na formulação da tinta e o desgaste das peças do moinho.

Com esta abordagem, verificou-se que o processo de fabrico era uniforme, e que os fatores que provocavam maior variação nos valores de granulometria eram o tamanho da pastilha à entrada do moinho e a quantidade de carga na formulação da tinta.

Para além disto, foi realizado um estudo sobre outras formas de caracterizar as partículas de tinta em pó. Compararam-se as distribuições granulométricas, obtidas pelo equipamento de difração laser e pela pipeta de Andreasen, não tendo sido possível encontrar uma correlação entre elas.

Palavras Chave: Tinta em pó, granulometria, mediana da distribuição de partículas, fração volúmica com granulometria inferior a dez micrómetros

Abstract

The granulometric distribution of the powder coat is a fundamental parameter in its characterization since it influences factors such as brightness, application, formation of homogeneous films, among others.

Thus, it is of all interest to study variations in granulometry, which occur during the manufacturing process, the factors that cause them, and their influence, to be able to manufacture a uniform and quality product. In this way, two parameters of the paint granulometry were studied, the median of the particle size distribution and the volume fraction with a particle size of less than ten micrometers, obtained by a laser diffraction equipment.

To obtain a good characterization of the granulometry of the paint, we started by defining which sampling method was most representative. Since the ink is stored in 25 kg boxes, it was determined which location of the top of the box was most suitable for collecting samples, by comparison with the values obtained in the dispenser, having chosen the central part of the box.

Then, the manufacturing process of three different paints was monitored to find out if it was uniform, or if it suffered variations. Factors that could contribute to the variation of the values of granulometry of the paint were also studied, namely, the size of the pellets at the entrance of the mill, the variation of the amount of fillers in the formulation of the paint and the wear of the components of the mill.

With this approach, it was found that the manufacturing process was uniform, and that the factors that caused the greatest variation in granulometry values were the size of the pellets at the entrance of the mill and the amount of filler in the paint formulation.

In addition, a study was carried out on other ways to characterize powder coats particles. The granulometric distributions obtained by the laser diffraction equipment and the Andreasen pipette were compared, and it was not possible to find a correlation between them.

Key words: Powder coat, granulometry, median of the particle size distribution, volume fraction with a particle size of less than ten micrometers

Declaração

Declara, sob compromisso de honra, que este trabalho é original e que todas as contribuições não originais foram devidamente referenciadas com identificação da fonte.

Roberto Alexandre Oliveira Pereira

22 de outubro de 2020

Índice

1	Introdução.....	1
1.1	Enquadramento e Apresentação do Projeto	1
1.2	Apresentação da Empresa	1
1.3	Contributos do Trabalho.....	2
1.4	Organização da Tese	2
2	Contexto e Estado da Arte	3
2.1	Introdução às Tintas em Pó	3
2.1.1	Constituintes Genéricos das Tintas em Pó	3
2.1.2	Processo de Fabrico	4
2.1.3	Métodos de Aplicação	5
2.2	Tamanho das Partículas de Tinta em Pó.....	7
2.2.1	Diâmetro Equivalente	8
2.2.2	Métodos de Amostragem	9
2.2.3	Métodos de Caracterização dos Tamanhos de Partículas.....	11
3	Materiais e Métodos	13
3.1	Equipamento de Difração Laser	13
3.2	Pipeta de Andreasen	14
3.3	Verificação de Amostras e Processo de Amostragem	15
3.3.1	Análise do Método de Amostragem.....	15
3.3.2	Estudo da Uniformidade no Processo de Fabrico	15
3.3.3	Determinação do Diâmetro de Stokes (d_{St}) e Diâmetro Aerodinâmico (d_{ae})	16
3.4	Estudo da Influência de Fatores Processuais na Granulometria	17
3.4.1	Tamanho da Pastilha à Entrada do Moinho.....	17
3.4.2	Quantidade de Carga na Formulação da Tinta.....	18
3.4.3	Desgaste das Peças do Moinho	19
3.5	Métodos Estatísticos	19
4	Resultados e Discussão.....	20

4.1	Análise do Método de Amostragem	20
4.2	Uniformidade no Processo de Fabrico	26
4.3	Determinação do d_{st} e do d_{ae}	33
4.4	Tamanho da Pastilha à Entrada do Moinho.....	35
4.5	Quantidade de Carga na Formulação da Tinta.....	40
4.6	Desgaste das Peças do Moinho.....	45
5	Conclusões	47
6	Avaliação do trabalho realizado.....	48
6.1	Objetivos Realizados	48
6.2	Trabalho Futuro.....	48
6.3	Apreciação Final	48
7	Referências	49
A	Anexos	51
A.1	Subdivisão de Amostras.....	51
A.2	Válvulas de Doseador.....	52
B	Apêndice.....	53
B.1	Dados da Análise do Método de Amostragem	53
B.2	Dados do Estudo da Uniformidade do Processo de Fabrico	60
B.3	Dados do Estudo do d_{st} e d_{ae}	66
B.4	Dados do Estudo da Influência do Tamanho da Pastilha.....	75
B.5	Dados do Estudo da Influência da Carga na Formulação da Tinta	82
B.6	Dados do Estudo da Influência do Desgaste das Peças do Moinho	88

Notação e Glossário

C_{dae}	Fator de correção de <i>Cunningham</i> referente ao diâmetro aerodinâmico	
C_{dSt}	Fator de correção de <i>Cunningham</i> referente ao diâmetro de Stokes	
d_{50}	Mediana da distribuição granulométrica	μm
d_{ae}	Diâmetro aerodinâmico	μm
d_{geo}	Diâmetro geométrico	μm
d_{St}	Diâmetro de Stokes	μm
f_{10}	Fração volúmica da amostra com granulometria inferior a dez micrómetros	%
f_{x10}	Fração volúmica do composto X com granulometria inferior a dez micrómetros	%
g	Aceleração gravítica	m s^{-2}
h	Altura genérica	m
H_0	Hipótese nula	
H_1	Hipótese alternativa	
Re	Número de Reynolds	
s	Desvio padrão	
\bar{x}	Média aritmética	

Letras gregas

Δt	Espaço de tempo	s
μ	Valor médio populacional	
α	Nível de significância	
η	Viscosidade	Pa s
ρ	Massa volúmica	kg m^{-3}

Lista de Siglas

ACM	<i>Air Classifier Mill</i>
IC	Intervalo de confiança
PVC	Policloreto de vinilo
PVF	Polivinil fluorado
UV	Ultravioleta

1 Introdução

1.1 Enquadramento e Apresentação do Projeto

As recentes regulamentações ambientais e a procura dos consumidores por produtos cada vez mais sustentáveis, fez com que a importância das tintas em pó aumentasse. São produzidas a partir de materiais 100 % sólidos sem a existência de componentes voláteis, de fácil aplicação, o que posteriormente facilita também a automação do processo de aplicação, e têm um grande rendimento, uma vez que a tinta que não adere à peça durante a aplicação, pode ser reaproveitada [1].

O mercado das tintas em pó tem vindo a crescer tanto no campo da indústria como no campo da arquitetura, no que diz respeito a revestimentos de peças metálicas para a aplicação de fachadas de edifícios [2]. Nesse sentido, as tintas têm de assegurar a sua qualidade de formação de filmes homogéneos durante a sua aplicação. Assim, um dos parâmetros a averiguar é o tamanho das partículas e a sua distribuição no final do processo de produção da tinta.

Com o estudo da variação da granulometria da tinta em pó, a CIN Industrial Coatings consegue averiguar as variações de granulometria no processo de micronização, determinar fatores que provoquem tais variações e quantificar a influência destes fatores de modo a garantir a qualidade de excelência do produto, o que confere vantagem competitiva no mercado.

1.2 Apresentação da Empresa

O grupo CIN (Corporação Industrial do Norte) fundado em 1917 é a maior empresa Ibérica de tintas e vernizes e 16^a da Europa e 48^a do Mundo. Conta com 10 unidades de produção espalhadas por Portugal, Espanha, França, Angola e Moçambique, onde tem mais de 1400 colaboradores e 7 centros de I&D e laboratórios onde investigam 150 técnicos. Em 2019 apresentou um volume de receitas de 241 milhões de euros.

Dedica-se exclusivamente à produção e comercialização de tintas, vernizes e produtos afins. Os seus principais segmentos de mercado são na área das tintas decorativas, proteção anticorrosiva e indústria.

A CIN Industrial Coatings foi criada pelo Grupo CIN em 2007, com o objetivo de otimizar a intervenção no mercado das tintas industriais. Disponibiliza uma gama alargada de produtos que inclui tintas em pó, tintas líquidas de base aquosa e solvente e produtos de cura ultravioleta (UV) [3].

1.3 Contributos do Trabalho

O trabalho desenvolvido nesta dissertação permite averiguar variações nos valores de granulometria no final do processo de fabrico da tinta em pó.

O estudo desenvolvido permite conhecer o melhor local de recolha de amostras de tintas e a uniformidade do processo de fabrico. Permite também conhecer alguns dos fatores que contribuem para a variação dos valores da granulometria.

Para além disso, averiguaram-se outras formas de caraterizar as partículas de tinta diferentes da geralmente usada, não se conseguindo obter nenhuma relação entre elas.

1.4 Organização da Tese

A presente dissertação é composta em sete capítulos dispostos de forma a obter a melhor compreensão do trabalho realizado.

No primeiro capítulo é feita uma pequena introdução ao tema, onde são descritas principais motivações para a realização do projeto.

Posteriormente, dá-se a conhecer o produto estudado, tinta em pó, no segundo capítulo, Contexto e Estado de Arte. São dados a conhecer os componentes principais da tinta, processo de fabrico e principais métodos de aplicação. Seguidamente, são abordados os principais fatores que influenciam a granulometria da tinta, principais medidas que melhor descrevem as partículas de tinta, quais os melhores métodos para a recolha de amostras e principais métodos de caraterização de partículas. Por fim é feita uma pequena introdução da análise estatística realizada.

No capítulo 3, Materiais e Métodos, são explicados os equipamentos utilizados e procedimentos realizados para os ensaios.

Com os ensaios realizados foi possível obter o quarto capítulo, Resultados e Discussão. Aqui são demonstrados os resultados obtidos em cada um dos ensaios. Verificou-se qual o melhor local de recolha de amostras, a uniformidade do processo de fabrico e as diferentes medidas das partículas. Seguidamente, analisaram-se alguns dos fatores que pudessem contribuir na variabilidade nos valores de granulometria, tais como o tamanho de pastilha à entrada do moinho, a quantidade de carga adicionada na formulação e o desgaste das peças do moinho.

Seguidamente, são apresentadas as Conclusões, capítulo 5, retiradas a partir dos resultados obtidos. É também realizada uma pequena Avaliação do trabalho realizado.

Por fim são apresentadas todas as Referências utilizadas, capítulo 7, e também dados adicionais ao projeto em Apêndice.

2 Contexto e Estado da Arte

2.1 Introdução às Tintas em Pó

O aparecimento das tintas em pó é muitas vezes associado a eventos de carácter ambiental no final da década de 60 e início da década de 70. No entanto, o seu primeiro desenvolvimento remonta à década de 50, quando policloreto de vinilo (PVC) em pó foi aplicado com sucesso numa superfície de metal, através de um processo de leito fluidizado [2].

As primeiras tintas em pó foram produzidas em base de tintas de polímeros termoplásticos que fundiam à temperatura de aplicação e posteriormente solidificavam depois de arrefecidos, formando um filme homogéneo. Estas tintas possuem um alto peso molecular e originam filmes de espessura entre 0,2 mm e 1,5 mm com um aspeto plastificado com baixo a médio brilho [4]. As resinas mais comuns neste tipo de tintas são poliolefinas, poliamidas, policloreto de vinilo (PVC) e polivinil fluorado (PVF). Apresentam algumas características importantes como, excelente resistência a solventes, grande capacidade de resistência ao meio ambiente, desgaste muito lento e boa relação custo/qualidade [5].

As tintas baseadas em polímeros termoendurecíveis são as mais utilizadas, representando 90 % do consumo mundial de tintas em pó, sendo estas as produzidas na CIN Industrial Coatings [6]. Estas tintas precisam de um endurecedor de maneira a criar um filme homogéneo durante o processo de cura onde se dá uma reação irreversível de polimerização entre a resina e o endurecedor. Esta reação dá-se geralmente em fornos de convecção de ar quente com temperaturas entre os 180 e 200 °C. As resinas mais comuns neste tipo de tintas são epóxi, poliéster e poliuretano [5]. Formam filmes de menor espessura, desde 30 a 500 µm e apresentam uma elevada gama de brilho desde o mate total até brilho máximo. Apresentam algumas características como boa resistência à corrosão e diluentes, excelente durabilidade exterior e resistência ao impacto (flexibilidade) e ao calor [7].

2.1.1 Constituintes Genéricos das Tintas em Pó

As tintas em pó são constituídas por resinas, pigmentos, endurecedores, cargas e aditivos.

A resina é o componente principal da tinta, representando, tipicamente, mais de 50 % em massa, da sua constituição. É o composto que permite a ligação entre todos os outros componentes e é responsável pela formação de películas e adesão às superfícies. As resinas mais usadas são as resinas epóxi e poliéster [8].

A resina epóxi é normalmente usada para o revestimento de superfícies que não fiquem expostas ao meio ambiente nem a radiação solar, no entanto, conferem alta resistência mecânica e química.

A resina poliéster é geralmente usada para o revestimento de superfícies que fiquem expostas ao meio ambiente. Esta resina apresenta boa estabilidade ao calor e à luz solar, excelente adesão, flexibilidade e boa retenção de brilho e cor [9].

Os pigmentos são substâncias que, quando adicionadas à tinta, conferem cor, incorporam a película, e alguns deles podem conferir propriedades anticorrosivas. Podem ser classificados na sua natureza como orgânicos ou inorgânicos. Os pigmentos orgânicos conferem cor e opacidade à tinta, possuindo alto brilho e baixa densidade. Os pigmentos inorgânicos são de maior densidade e podem ser usados também como cargas e anticorrosivos [8, 10].

Os endurecedores, ou agentes de cura, são compostos que por ação do calor reagem com a resina formando posteriormente uma película de tinta.

As cargas têm diferentes funções, tais como moderar brilho e dureza na película, proporcionar enchimento e melhorar a proteção do filme por barreira. As principais cargas são os carbonatos de cálcio e os sulfatos de bário [8].

Os aditivos têm o objetivo de melhorar o processamento ou as características da tinta, sendo designados pela função que desempenham. Aparecem nas formulações da tinta consoante a exigência de qualidade solicitada pelo cliente [9, 10].

2.1.2 Processo de Fabrico

O processo de fabrico de tintas em pó resume-se em três fases principais, pré-mistura, extrusão e micronização [6].

Na Figura 1 é ilustrado um esquema do processo de fabrico de tinta em pó. Na primeira etapa deste processo, as matérias-primas (1,2,3 e 4) são pesadas e introduzidas num pré-misturador (5) de maneira a formar uma mistura completamente homogénea, mesmo nos compostos com concentração mais baixa. No entanto, não se deve quebrar em demasia a resina de forma a evitar perdas de funcionalidade. Esta é a etapa mais importante pois é a que determina a composição, e como tal, o resultado da tinta.

De seguida, a mistura é alimentada pelo doseador (6) e entra numa extrusora (7) onde ocorre a fusão da resina e a dispersão dos pigmentos e das cargas. Para tal acontecer é necessário fornecer energia térmica que é obtida devido às forças de fricção e cisalhamento e às trocas de calor nas paredes, sendo que a temperatura nesta etapa ronda os 130 °C.

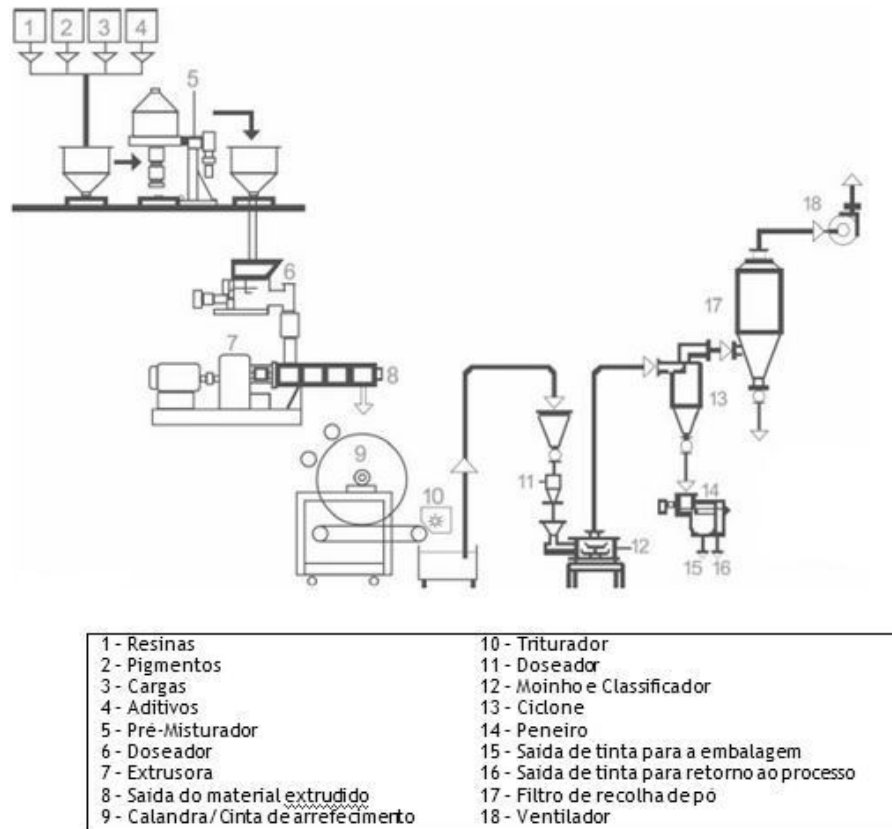


Figura 1 - Esquema ilustrativo do processo de fabrico de tinta em pó. Adaptado de [9].

Posteriormente, o produto é comprimido entre dois rolos refrigerados e levado a um tapete rolante (9), também este refrigerado, para que arrefeça até solidificar. No final do tapete rolante o material passa num triturador (10), onde são formadas pequenas lamelas denominadas de pastilhas.

As pastilhas são então levadas ao moinho (11) para que ocorra a fase de micronização. Dentro do moinho ocorre o impacto entre as pastilhas com os martelos, intrínsecos a um prato rotativo, impacto das pastilhas com a parede rugosa do moinho (*liner*) e impacto entre pastilhas, conseguindo-se assim atingir-se um pó com as dimensões desejadas. De seguida, o pó passa no classificador aerodinâmico em contínuo, separando-o até se obter uma distribuição de tamanhos de partículas otimizada. Finalmente o produto passa num ciclone (13), onde é separado o ar de transporte e, seguidamente, num peneiro (14), de forma a separar o produto de maiores dimensões, enquanto que o produto desejado, é enviado para a linha de embalagem (15) [2].

2.1.3 Métodos de Aplicação

A aplicação das tintas em pó é feita maioritariamente por dois métodos, pulverização eletrostática e em leito fluidizado, sendo que o primeiro se adequa mais a tintas termoendurecíveis e o segundo a tintas termoplásticas.

No primeiro processo, uma pistola carrega eletricamente as partículas da tinta e estas são projetadas sobre uma superfície metálica com uma forte ligação à terra para não acumular carga em demasia.

Durante a aplicação eletrostática, as partículas mais pequenas têm uma carga elétrica específica maior do que as partículas maiores, no entanto, devido ao efeito de gaiola de Faraday, as partículas de menores dimensões vão penetrar menos na superfície de peças com geometrias complexas. No caso das partículas de maiores dimensões, como têm maior massa e menor carga elétrica específica, a força gravítica tende a sobrepor-se à força electrostática, acabando por cair fora da nuvem de *spray* [2].

Seguidamente, as peças metálicas são levadas até uma estufa ou forno onde se dá a cura da tinta, na qual ocorre uma reação química de polimerização entre a resina e o agente endurecedor, que converte o pó num filme sobre a peça.

A aplicação electrostática de tinta em pó é efetuada com o uso de pistolas Corona e pistolas Triboelétricas.

A pistola Corona carrega negativamente as partículas com uso de um elétrico ligado a um gerador. Este elétrico localizado na ponta da pistola ioniza o ar produzindo assim uma nuvem de ar ionizado. As partículas de pó, levadas com recurso a uma corrente de ar controlado, ao atravessarem esta nuvem ficam carregadas negativamente (Figura 2a) [2, 11].

A pistola Triboelétrica utiliza o princípio da fricção para carregar as partículas de tinta. Estas pistolas, normalmente são constituídas por um tubo de *Teflon* no qual as partículas se deslocam, com uso a uma corrente de ar. Dentro da pistola as partículas apresentam um regime turbulento, o que promove a fricção com as paredes do tubo carregando assim, as partículas de tinta (Figura 2b) [2, 11].

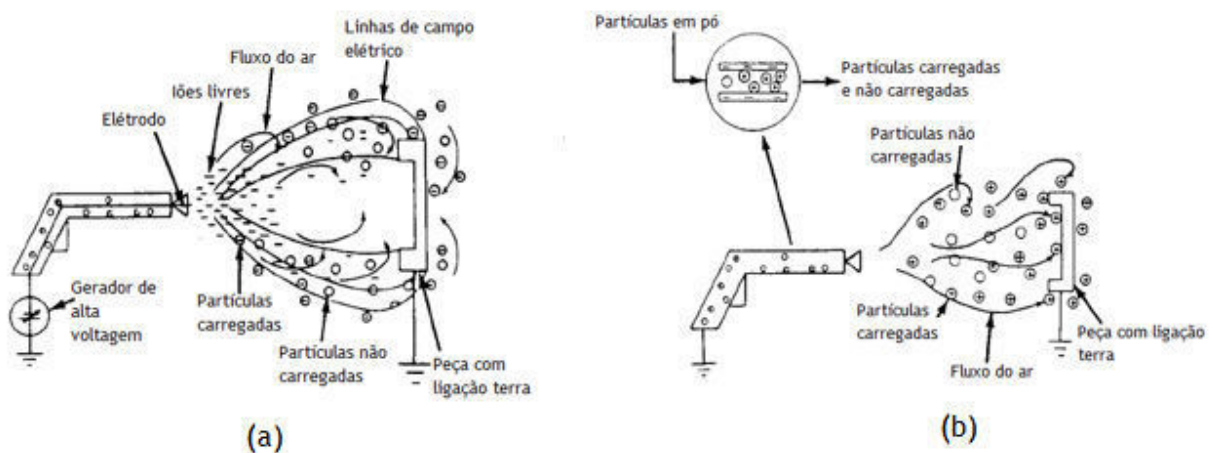


Figura 2 - Ilustração do funcionamento da pistola a) Corona; b) Triboelétrica. Adaptado de [11].

No caso do método de leito fluidizado, a peça é previamente aquecida a uma temperatura superior à temperatura de fusão do pó e imersa num tanque onde o pó se encontra fluidizado com recurso a uma corrente de ar. As partículas de pó aderem à peça e fundem na superfície da mesma formando uma película de tinta [12].

2.2 Tamanho das Partículas de Tinta em Pó

O tamanho das partículas em pó, tal como a sua distribuição de tamanhos, é um parâmetro importante que influencia vários fatores tais como, a aplicação, a formação de filmes homogêneos, o brilho, a opacidade, entre outros. Normalmente é expresso em micrómetros (μm) [13].

Para uma aplicação adequada da tinta, a distribuição de tamanhos de partículas deve estar compreendida entre os 10 μm e os 70 μm . Partículas com dimensões inferiores a 10 μm tendem a aglomerar por forças de *Van der Waals*, dificultando a sua aplicação. Partículas acima de 70 μm impedem a correta formação de filme no momento de fusão da resina, apresentando imperfeições, tal como o efeito casca de laranja [5]. Na Figura 3, encontra-se representado um exemplo de distribuições cumulativas de tamanhos de partículas de tinta em pó.

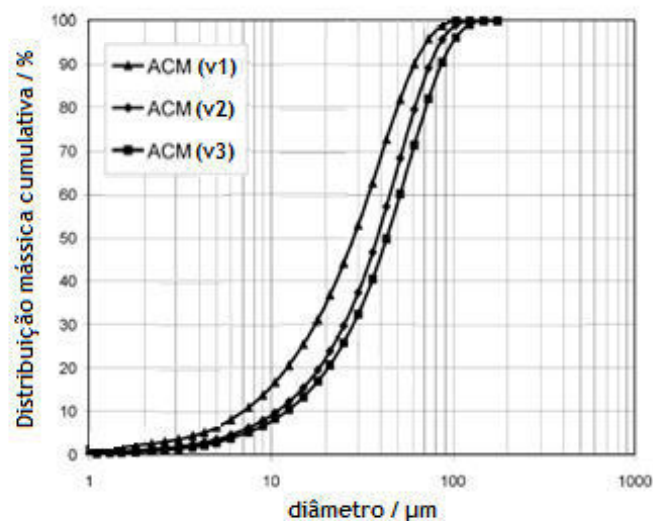


Figura 3 - Distribuição de tamanhos de tinta em pó em classificadores Air Classifier Mill (ACM) a três velocidades decrescentes ($v_1 > v_2 > v_3$). Adaptado de [14].

No final do processo de micronização, as partículas passam por um classificador onde há duas forças opostas, a força de arrasto do ar, proporcional à área projetada da partícula, e a força centrífuga, proporcional ao volume da partícula. Deste modo, as partículas de maior massa, são novamente lançadas para o moinho, devido à força centrífuga ser superior à força de arrasto do ar. As partículas menores são levadas pelo ar e seguem o seu percurso na linha

de produção [6]. Na Figura 4, está representado um esboço das forças envolvidas no classificador.

Dependendo dos parâmetros do moinho e do classificador, é possível manipular a distribuição dos tamanhos, onde as partículas maiores podem variar entre 40 e 100 μm com valores de tamanho médio entre 30 a 50 μm [14].

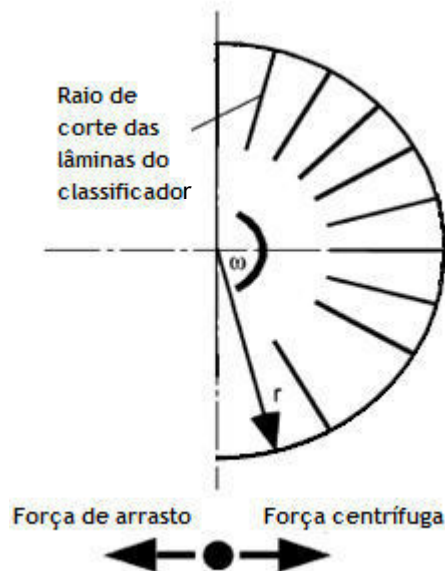


Figura 4 - Princípio de classificação centrífuga. Adaptado de [14].

Para se obter um produto final com diferentes valores de tamanhos médios, um dos parâmetros a atuar é a velocidade, tanto do moinho como do classificador.

Aumentando a velocidade de rotação do moinho, este terá mais força de impacto, que por sua vez produzirá partículas de menores dimensões. Aumentando a velocidade a que o classificador opera, a força centrífuga será maior que a força de arrasto do ar, e apenas as partículas de menores dimensões terão capacidade de o atravessar [2].

2.2.1 Diâmetro Equivalente

Normalmente, o parâmetro mais utilizado para caracterizar as partículas de tinta em pó é o seu diâmetro geométrico. O diâmetro geométrico, d_{geo} , é definido como o diâmetro de uma esfera com volume igual ao da partícula em questão.

No entanto, existem também outras medidas que se ajustam para determinar o tamanho de partículas, sendo elas o diâmetro de Stokes, d_{st} , e o diâmetro aerodinâmico, d_{ae} . Estes diâmetros descrevem o mecanismo principal de sedimentação das partículas num meio, sendo que para d_{st} , normalmente é água e no caso do d_{ae} é ar.

O d_{st} é definido como o diâmetro de uma partícula esférica, que sedimenta à mesma velocidade terminal da partícula em questão. O d_{ae} é definido como o diâmetro de uma

partícula esférica, de massa específica 1 g.cm^{-3} , que sedimenta à mesma velocidade terminal da partícula em questão [15, 16].

A velocidade terminal, v , pode ser expressa pela lei de Stokes, Equação 1, apenas sendo válida para partículas que sedimentem em regime laminar, com um número de Reynolds igual ou inferior a 1 [17].

$$v = \frac{d_{St}^2 (\rho_p - \rho_f) g}{18 \eta_f} \quad (1)$$

Onde, d_p é o diâmetro da partícula, ρ_p e ρ_f são as massas volúmicas da partícula e do fluido respetivamente, g é a aceleração da gravidade e η_f é a viscosidade do fluido.

A velocidade terminal pode ser definida em termos de distância h , percorrida num certo espaço de tempo Δt . Na maioria dos casos as partículas introduzidas no fluido atingem velocidade terminal muito rapidamente e num curto espaço percorrido. Assim, substituindo na Equação 1 obtêm-se o diâmetro da partícula através da Equação 2:

$$d_{St} = \left[\frac{18 \eta h}{(\rho_f - \rho_p) g \Delta t} \right]^{1/2} \quad (2)$$

De forma a ser possível calcular o diâmetro das partículas de tinta em pó é necessário que estas tenham todas a mesma densidade. Seguindo esta condição, apenas o diâmetro influencia a velocidade de sedimentação das partículas [18].

Sendo a única diferença entre o d_{St} e o d_{ae} , a massa volúmica do material, real e unitária, estes dois diâmetros são relacionáveis entre si, podendo-se obter um, caso se conheça o outro. Esta relação é apresentada pela Equação 3:

$$(d_{St})^2 C_{d_{St}} \rho_p = (d_{ae})^2 C_{d_{ae}} \rho_0 \quad (3)$$

onde, $C_{d_{St}}$ e $C_{d_{ae}}$ representam os fatores de correção de Cunningham referentes ao diâmetro de Stokes e diâmetro aerodinâmico. Para partículas com dimensões superiores a $1 \mu\text{m}$ o $C_{d_{St}}$ é aproximadamente igual a $C_{d_{ae}}$, podendo assim excluir-se da Equação 3 [19, 20].

2.2.2 Métodos de Amostragem

Para se obter uma boa caracterização das partículas de tinta em pó, é necessário primeiro definir um método de amostragem. Este, é definido por uma pequena quantidade de produto que melhor represente as características, tanto físicas como químicas, do lote. Caso a amostra não seja representativa de todo o lote, a caracterização pode não ser

representativa e por isso comprometer a classificação da qualidade. Assim, é de extrema importância desenvolver o melhor método de amostragem para cada produto e processo.

Quando se recolhem amostras de grandes reservatórios, o processo de amostragem é focado maioritariamente nas características mínimas que é preciso assegurar, devido à grande quantidade de tinta em pó envolvida. A forma ideal de recolher as amostras é durante o enchimento do reservatório. No entanto, este procedimento muitas vezes não é viável. Neste caso, a forma mais prática de se obter as amostras, é recolhendo-a do reservatório em repouso.

De forma a ser possível obter uma amostra de pó em repouso, é necessário o uso de um amostrador de pó. Um amostrador de pó consiste numa vara longa com uma câmara na ponta. Esta câmara pode ser aberta e fechada por ação do operador. O amostrador é colocado em vários pontos e várias amostras são recolhidas. Depois de todas as amostras serem recolhidas, estas são novamente misturadas numa única amostra. Posteriormente, esta nova amostra é subdividida de forma a obter uma pequena amostra para a análise em laboratório.

Neste método, utilizando o amostrador, não é aconselhável analisar pós com dimensões inferiores a 2 μm , uma vez que são de difícil fluidização e recolha.

De forma análoga, para a recolha de amostras de produto embalado em pequenas quantidades (p.e em caixas), a maneira mais adequada de o fazer é durante o seu processo de enchimento. Caso não seja viável, deve proceder-se à recolha de amostras de pó dentro da caixa em repouso.

Depois de recolhidas as amostras, estas necessitam de ser subdivididas de forma a obter uma quantidade mensurável para análise em laboratório. A subdivisão das amostras pode ser realizada por vários métodos, tais como quarteamento, recolha de amostras com uma colher de amostragem, *table sampling*, repartição em calhas e *spin riffling*.

No método de quarteamento, o pó é disposto inicialmente em forma de pirâmide sobre uma superfície lisa. Esta pirâmide é então espalmada e dividida em quatro volumes idênticos. Um destes volumes é retirado e repete-se o procedimento anterior até alcançar uma amostra com tamanho ideal para ser analisado. Vários erros podem ocorrer devido à forma como a pirâmide é formada e como é posteriormente dividida.

A técnica de recolha de amostras com uma colher de amostragem é bastante simples. O operador recolhe a amostra a ser analisada, com recurso a uma colher, da porção inicial de pó. Uma das desvantagens deste método é o facto de a amostra muitas vezes não ser representativa de toda a porção retirada. Assim, antes de recolher a amostra, a porção inicial deve ser homogeneizada, fazendo a agitação da mesma.

No método de *table sampling* (Figura A.1 do Anexo A.1), o pó flui numa mesa inclinada com obstáculos, normalmente triangulares, de forma a controlar a direção em que flui. A mesa possui várias fendas de forma a retirar o pó em excesso da mesa. O pó que é recolhido no final da mesa, é a amostra levada para análise.

No método de repartição em calhas (Figura A.2 do Anexo A.1), o pó é introduzido num pequeno contentor em forma de “V” com dois pratos de recolha de cada um dos lados do contentor. O pó flui por uma série de calhas adjacentes ao contentor até cair nos pratos. Seguidamente o produto de um dos pratos é eliminado enquanto que o conteúdo do novo prato servirá de nova alimentação ao contentor. O processo é repetido até se obter uma pequena amostra para análise em laboratório.

No método de *spin riffling* (Figura A.3 do Anexo A.1) ocorre a divisão do pó numa série de recipientes inseridos num prato rotativo. O pó é inicialmente inserido numa tremonha. Seguidamente, o pó flui da tremonha para uma calha vibratória, até cair nos recipientes que circulam a uma velocidade constante. Assim, todos os recipientes enchem uniformemente. Por fim, um dos recipientes é levado para análise.

Quanto melhor a homogeneização no processo de subdivisão, menor será o desvio padrão da distribuição de tamanhos na amostra. Assim, o método que apresenta menor erro associado é o *spin riffling*, devido à grande capacidade de homogeneização que possui, e o método que apresenta maior erro associado será o quarteamento [18].

2.2.3 Métodos de Caracterização dos Tamanhos de Partículas

Os métodos existentes para a análise dos tamanhos das partículas podem ser caracterizados em métodos em linha e fora de linha.

Nos métodos em linha, a amostra é analisada enquanto o processo produtivo está a decorrer, podendo assim obter-se resultados rapidamente e serem feitas alterações ao funcionamento do equipamento de seguida, caso seja necessário. No entanto, estes métodos apresentam algumas desvantagens uma vez que, a amostra analisada segue a linha de produção, não podendo ser repetida, o que acarreta problemas caso a leitura não seja a correta, prejudicando a viabilidade do processo de caracterização.

Nos métodos fora de linha, uma amostra é transportada e avaliada em laboratório. Apesar da amostra poder ser avaliada bastantes vezes, permitindo reduzir erros no resultado, os tempos de espera entre a recolha da amostra e a análise podem ser longos, impedindo que seja possível fazer alterações nos parâmetros no decorrer do processo.

Os métodos fora de linha mais comuns são peneiração, métodos baseados em imagem e difração de luz laser.

A peneiração é o método mais tradicional para caracterizar a distribuição de tamanhos de qualquer sistema. Tipicamente, uma amostra de partículas passa por um conjunto de peneiras em cascata, onde as partículas maiores ficam retidas nas primeiras peneiras, enquanto que, as mais pequenas ficam retidas nas últimas. A distribuição de tamanhos é posteriormente calculada com recurso à fração mássica de partículas retida em cada peneira.

Em métodos baseados em imagem, a amostra de partículas é dispersa num circuito de câmaras. Em espaços de tempo bem definidos, são obtidas imagens a duas dimensões da amostra. Analisando estas imagens é possível obter informações sobre o seu tamanho e forma [21].

O princípio de funcionamento da técnica de difração de luz laser, baseia-se na interação de ondas eletromagnéticas com a matéria em questão. Esta técnica é das mais usadas para a determinação do tamanho das partículas, uma vez que é de fácil aprendizagem e manuseamento, apresentando resultados exatos e rápidos [2]. Usando a teoria de Mie é possível estimar um diâmetro da partícula baseado na difração do laser que uma partícula esférica de volume equivalente faria. Para tal, deve-se conhecer as propriedades óticas do material tal como o seu índice de refração e índice de absorção. Este método de análise é aplicável a partículas com um tamanho desde os 10 nm até vários milímetros [21].

3 Materiais e Métodos

Tendo em conta os objetivos desta dissertação, foram estudadas as granulometrias de tintas em pó no final do processo de micronização. A distribuição dos tamanhos foi analisada no equipamento *Malvern Mastersizer 3000* e pela técnica de sedimentação com recurso a uma pipeta de *Andreasen*.

Depois de recolhidos todos os dados, estes foram tratados no programa *Minitab® Statistical Software* [22], que fornece um variado conjunto de ferramentas de análise estatística.

3.1 Equipamento de Difração Laser

O equipamento usado foi o *Malvern Mastersizer 3000*. Este equipamento possui um alcance entre 0,01 e 3500 micrómetros com uma precisão de 1% nos seus resultados. Utiliza os princípios matemáticos de *Mie* e *Fraunhofer* no cálculo dos resultados. Contêm dois lasers, um vermelho para a deteção de pequenos ângulos de difração e um azul para a deteção de grandes ângulos de difração. O equipamento possui um *software* que posteriormente relaciona a difração da luz com a granulometria das partículas.

Sendo as amostras tintas em pó, é necessário acoplar uma unidade de dispersão de amostras secas (*Aero S*). Esta unidade de dispersão tem como função desagregar os aglomerados e alimentar de forma uniforme a amostra ao equipamento de medição, utilizando uma corrente de ar contínua.

As propriedades de granulometria de maior interesse neste trabalho são, a mediana da distribuição de tamanhos de partículas em micrómetros, d_{50} , e a fração volúmica da amostra com granulometria inferior a dez micrómetros, f_{10} .

A instalação utilizada é constituída pela unidade ótica (1) onde são emitidos os lasers, a unidade de dispersão seca (2) que dispersa a amostra e a alimenta à unidade ótica, a célula de leitura (3) onde a amostra passa pelos lasers, a unidade de vácuo (4) que remove a amostra da célula depois de analisada e um interruptor auxiliar (5) que ativa a unidade vácuo (Figura 5) [23].

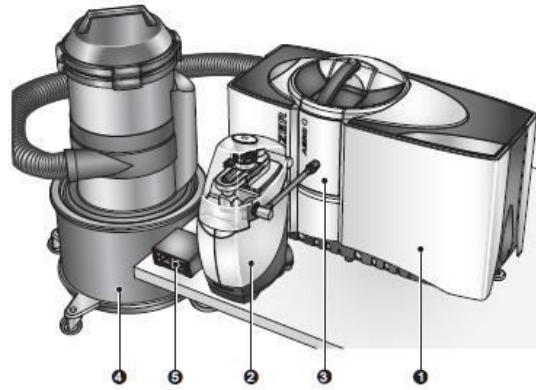


Figura 5 - Esquema representativo da instalação [23].

3.2 Pipeta de Andreasen

A pipeta de Andreasen é um instrumento baseado em métodos de sedimentação utilizado para o cálculo do d_{5t} .

Esta pipeta consiste num cilindro graduado, 0 a 20 cm de altura, com volume entre os 500 e 600 mL. Possui uma pipeta no centro, ligada a um bulbo de 10 mL, através de uma válvula de três vias, para a recolha de amostras.

A amostra de tinta é dispersa na pipeta e várias amostras são recolhidas periodicamente, em função da altura de líquido, podendo assim calcular-se a dimensão média destas partículas. Posteriormente, é possível obter uma distribuição cumulativa de tamanhos médios [17, 24]. No final de cada ensaio, deve-se limpar bem a pipeta central e o bulbo para eliminar todos os resíduos e não afetar ensaios futuros. Na Figura 6, está representada a pipeta utilizada.



Figura 6 - Pipeta de Andreasen utilizada.

3.3 Verificação de Amostras e Processo de Amostragem

3.3.1 Análise do Método de Amostragem

Antes de mais, verificou-se se as amostras recolhidas no final do enchimento do lote eram representativas de todo o lote em questão. Como foi descrito no capítulo 2.2.2, o local de recolha que melhor caracteriza o lote, é à saída do doseador durante o enchimento. No entanto, a recolha de amostras a partir do doseador não é favorável numa situação do dia a dia, uma vez que, é necessário interferir com a linha de enchimento.

Para este estudo, foram recolhidas amostras durante o enchimento, provenientes do doseador, e no final do enchimento, na parte superior da caixa. Posteriormente, verificou-se se as amostras apresentavam diferenças significativas. Assim, foram analisadas duas caixas de 25 kg durante e no final do seu enchimento.

Analisaram-se três linhas de produção, as linhas 3, 8 e 9, devido às diferentes tecnologias de válvulas no doseador. A linha 3 possui uma válvula alveolar (Figura A.4 do Anexo A.2) no doseador enquanto que nas linhas 8 e 9, existem duas válvulas borboleta no doseador (Figura A.5 do Anexo A.2).

Na Tabela 1, apresentam-se as condições dos ensaios realizados.

Tabela 1 - Condições dos ensaios de análise do método de amostragem

Momento de recolha	Durante enchimento	Final de enchimento
Local de recolha	Doseador	Parte central e quatro cantos da caixa
Número de amostras recolhidas por caixa	10	5
Subdivisão	Colher de amostragem	
Número de leituras por amostra	3	

3.3.2 Estudo da Uniformidade no Processo de Fabrico

Seguidamente, estudou-se a variação de granulometria de algumas tintas durante todo o seu processo de fabrico, de forma a averiguar se era uniforme.

Foram analisadas três tintas, todas produzidas na linha 3, de forma a manter a consistência de eventuais erros sistemáticos. As caixas analisadas foram escolhidas de maneira aleatória de forma a introduzir o mínimo de erros. Na Tabela 2, apresentam-se as condições dos ensaios realizados.

Tabela 2 - Condições dos ensaios do estudo da uniformidade no processo de fabrico.

Momento de recolha	Final de enchimento
Local de recolha	Parte central da caixa
Quantidade de caixas analisadas	30
Subdivisão	Colher de amostragem
Número de leituras por amostra	3

3.3.3 Determinação do Diâmetro de Stokes (d_{st}) e Diâmetro Aerodinâmico (d_{ae})

Finalmente estudou-se o d_{st} e o d_{ae} de partículas três tintas distintas, para tentar perceber se existia alguma relação com o d_{geo} obtido no equipamento de difração laser. Também foi estudado se a fração mássica de um componente transversal às três tintas estava abaixo de um limite estabelecido.

Os ensaios realizados seguiram o seguinte protocolo:

- a) Passar a amostra por um peneiro abaixo de 56 μm .
- b) Pesar previamente os recipientes de recolha das amostras numa balança analítica com pelo menos 4 casas decimais.
- c) Preparar a solução dispersante, fazendo adicionar 5 g de hexametáfosfato de sódio a 1 L de água destilada e agitar durante 15 min com recurso a um agitador magnético.
- d) Pesar 1 g de tinta na balança analítica e adicionar a um balão de 500 mL. Completar com a solução dispersante.
- e) Agitar o balão para dispersar toda a tinta. Para facilitar o processo, deixar em banho de ultra sons durante 10 min.
- f) Transferir a mistura para a pipeta de Andreasen e agitar por inversão manual durante 1 min.
- g) Colocar a pipeta num banho termostático a 25 °C.
- h) Ao pousar a pipeta, recolher a amostra 0 e apontar a altura de líquido.
- i) Repetir a pipetagem mais 9 vezes, como apresentado na Tabela 3 (dependendo do caso pode repetir-se mais vezes):
- j) Após a recolha da amostra, colocar o recipiente numa estufa a 85 °C durante 24 horas para evaporar a água.
- k) Colocar o recipiente no exsiccador até atingir a temperatura ambiente e proceder à pesagem.

É de notar que este procedimento resulta da adaptação de outros já existentes, que se encontram em [17, 24, 25].

Tabela 3 - Tempos de recolha de amostra e respetivas alturas.

Tempo (s)	Altura (mm)
0	...
240	...
480	...
900	...
1800	...
3600	...
7200	...
14400	...
25200	...
82800	...

3.4 Estudo da Influência de Fatores Processuais na Granulometria

Posteriormente, analisaram-se alguns dos fatores do processo que pudessem contribuir na variabilidade da distribuição granulométrica da tinta. Os três fatores analisados foram, o tamanho da pastilha à entrada do moinho, a precisão do doseamento de quantidade de carga na formulação da tinta e o desgaste das peças do moinho.

3.4.1 Tamanho da Pastilha à Entrada do Moinho

À saída do triturador, (Figura 1) a pastilha é armazenada em reservatórios do tipo tanques até que estes estejam cheios. Depois de cheios são levados ao moinho para que ocorra a fase de micronização. À medida que a pastilha é transportada do tanque para o moinho, a restante pastilha começa a movimentar-se dentro do tanque e acaba por partir um pouco mais, até que, no final do tanque, fica uma quantidade substancial de pastilha de dimensões muito pequenas. Assim, sendo a pastilha mais pequena, esta consegue dispor-se de uma melhor forma na válvula de alimentação, acabando por entrar um maior caudal para dentro do moinho, o que pode afetar os valores de granulometria.

Foram então recolhidas amostras de duas tintas distintas, fabricadas na linha 3, no início com o tanque cheio, sendo as amostras recolhidas da segunda e terceira caixa, com o tanque a metade, sendo as amostras recolhidas da décima e décima primeira caixa e no final do tanque, sendo as amostras recolhidas da penúltima e antepenúltima caixa.

Na Tabela 4 apresentam-se as condições deste ensaio.

Tabela 4 - Condições dos ensaios do estudo do tamanho da pastilha

Número de tanques analisados	5		
Momento de recolha no tanque	Início	Meio	Fim
Número de amostras	2	2	2
Local de recolha da amostra	Parte central da caixa		
Subdivisão	Colher de amostragem		
Número de leituras por amostra	3		

3.4.2 Quantidade de Carga na Formulação da Tinta

Seguidamente, estudou-se o impacto que a variação da quantidade de carga na formulação da tinta teria na distribuição granulométrica.

Algumas das cargas usadas são armazenadas em silos e posteriormente doseadas com recurso a um doseador automático. Sendo as cargas um produto em pó de pequenas dimensões por natureza, no momento da dosagem, alguma desta carga acaba por ficar presa nas paredes do silo, podendo chegar até aos 5 kg. Isto pode levar a variações na quantidade de carga de mistura para mistura, o que posteriormente pode afetar os valores de granulometria.

Assim, foram recolhidas amostras de duas tintas distintas fabricadas uma vez mais na linha 3, com diferentes quantidades de carga em diversos tanques. Todas as amostras foram retiradas da parte central das caixas, sendo que foram recolhidas da nona, décima e décima primeira caixa de cada tanque. Na Tabela 5 encontram-se as condições deste ensaio.

Tabela 5 - Condições dos ensaios da quantidade de carga na formulação da tinta.

Quantidade de carga usada	Subtração de 5 kg	Normal	Adição de 5 kg
Número de tanques analisados	3	3	3
Número de amostras	3		
Local de recolha da amostra	Parte central da caixa		
Subdivisão	Colher de amostragem		
Número de leituras por amostra	3		

3.4.3 Desgaste das Peças do Moinho

Finalmente, estudou-se o efeito que o desgaste das peças do moinho teria na granulometria da tinta.

Foram trocadas duas peças no moinho da linha 8, a coroa e o *liner*. As amostras foram recolhidas antes da troca das peças e depois da troca. Mais uma vez, as amostras foram recolhidas no final do enchimento de cinco caixas, na parte central. Na Tabela 6 encontram-se as condições dos ensaios realizados.

Tabela 6 - Condições dos ensaios do desgaste do equipamento.

Momento de recolha	Antes da troca de peças	Depois da troca de peças
Número total de amostras	5	5
Local de recolha	Parte central da caixa	
Subdivisão	Colher de amostragem	
Número de leituras por amostra	3	

3.5 Métodos Estatísticos

Com recurso a inferências estatísticas pode-se retirar conclusões para um todo a partir de uma pequena amostra.

Um intervalo de confiança (IC) indica um intervalo com um certo nível de confiança que contenha o verdadeiro valor do parâmetro que se está a estimar. Para uma dada amostra, seja \bar{x} o valor observado, então o intervalo a $(1 - \alpha)$ 100 % de confiança para μ , sendo α o nível de significância, é determinado pela Equação 4.

$$\bar{x} - \frac{Z\alpha\sigma}{\sqrt{n}} < \mu < \bar{x} + \frac{Z\alpha\sigma}{\sqrt{n}} \quad (4)$$

Um teste de hipóteses tem como objetivo determinar se certas afirmações sobre uma população são suportadas pelos dados da amostra. É um procedimento que permite decidir se a amostra observada conduz à rejeição ou não da hipótese nula. A H_0 chama-se hipótese nula, a H_1 chama-se hipótese alternativa [26].

Uma forma de representar o resultado do teste é recorrendo ao cálculo do valor-p ou valor de prova p. O valor-p é a probabilidade de obter um valor igual ou mais extremo que o observado, admitindo que a hipótese nula é verdadeira. Quanto menor for o valor-p menor é a consistência dos dados com a hipótese nula. Assim rejeita-se H_0 se valor-p $\leq \alpha$ [26].

4 Resultados e Discussão

4.1 Análise do Método de Amostragem

Começou-se por avaliar a granulometria em dois momentos diferentes, durante e no final do enchimento das caixas, de forma a perceber se a amostra recolhida era representativa de toda a caixa. Foram analisadas três tintas diferentes, produzidas nas linhas 3, 8 e 9 respetivamente.

Nas Tabelas 7, 8 e 9 encontram-se sumariados os valores médios das dez amostras recolhidas durante o enchimento e os valores médios das cinco amostras recolhidas no final do enchimento, referentes a cada uma das linhas estudadas (linha 3, 8 e 9). Todos os dados recolhidos encontram-se nas Tabelas B.1, B.2 e B.4 do Apêndice B.1.

Tabela 7 - Resumo dos dados obtidos na linha 3.

d_{50}				
Durante o Enchimento			Final do Enchimento	
	$\bar{x} \pm s$ (μm)	IC 95 % para μ (μm)	$\bar{x} \pm s$ (μm)	IC 95 % para μ (μm)
Caixa 1	42,6 \pm 2,2	(41,7 ; 43,4)	42,2 \pm 0,4	(41,8 ; 42,6)
Caixa 2	42,6 \pm 2,1	(41,9 ; 43,4)	42,0 \pm 0,7	(41,7 ; 42,4)
f_{10}				
Durante o Enchimento			Final do Enchimento	
	$\bar{x} \pm s$ (%)	IC 95 % para μ (%)	$\bar{x} \pm s$ (%)	IC 95 % para μ (%)
Caixa 1	5,47 \pm 0,57	(5,26 ; 5,69)	5,49 \pm 0,19	(5,39 ; 5,60)
Caixa 2	5,45 \pm 0,55	(5,24 ; 5,65)	5,55 \pm 0,18	(5,44 ; 5,65)

Como é possível observar na Tabela 7, os valores médios de d_{50} são semelhantes entre as duas caixas analisadas, nos dois momentos de recolha. Os seus desvios padrões são também semelhantes entre as duas caixas o que indica, que não há grande variabilidade de resultados. No entanto os desvios padrões são inferiores no final do enchimento, havendo assim uma menor variabilidade destes valores.

Analisando a variável f_{10} , é possível observar que os seus valores médios são semelhantes entre as duas caixas, nos dois momentos de recolha. Os seus desvios padrão são também semelhantes entre as duas caixas o que indica, que não há grande variabilidade de resultados. Igualmente à variável d_{50} , os desvios padrão são inferiores no final do enchimento.

Quanto aos intervalos de confiança, é possível observar que tanto na variável d_{50} como f_{10} , os intervalos são ligeiramente mais amplos durante o enchimento, o que significa um maior erro na estimativa intervalar para o valor médio.

Tabela 8 - Resumo dos dados obtidos na linha 8.

d_{50}				
Durante o Enchimento			Final do Enchimento	
	$\bar{x} \pm s$ (μm)	IC 95 % para μ (μm)	$\bar{x} \pm s$ (μm)	IC 95 % para μ (μm)
Caixa 1	41,2 \pm 0,3	(41,0 ; 41,3)	39,8 \pm 1,0	(39,2 ; 40,3)
Caixa 2	40,8 \pm 1,5	(40,2 ; 41,3)	40,2 \pm 0,7	(39,8 ; 40,6)
f_{10}				
Durante o Enchimento			Final do Enchimento	
	$\bar{x} \pm s$ (%)	IC 95 % para μ (%)	$\bar{x} \pm s$ (%)	IC 95 % para μ (%)
Caixa 1	8,12 \pm 0,43	(7,91 ; 8,33)	9,12 \pm 0,56	(8,71 ; 9,53)
Caixa 2	8,82 \pm 0,73	(8,47 ; 9,18)	8,92 \pm 0,46	(8,57 ; 9,25)

Pela análise da Tabela 8 observa-se que, os valores médios de d_{50} são semelhantes entre as duas caixas analisadas, sofrendo um ligeiro decréscimo no final do enchimento. Os seus desvios padrão são semelhantes entre as duas caixas apenas no final do enchimento o que indica, que não há variações significativas nos resultados. No entanto os desvios padrão durante o enchimento diferem bastante entre si, havendo assim uma variabilidade destes valores.

Analisando a variável f_{10} , é possível observar que os seus valores médios são semelhantes entre as duas caixas apenas no final do enchimento. Os seus desvios padrão não diferem muito entre si, tanto nas duas caixas analisadas como nos dois momentos de recolha.

Quanto aos intervalos de confiança, é possível observar que na variável d_{50} , as amplitudes dos intervalos são semelhantes. No caso da variável f_{10} a amplitude dos intervalos é superior no final do enchimento para a caixa 1, o que significa uma menor precisão na estimativa intervalar para o valor médio. No caso da caixa 2 a amplitude dos intervalos é semelhante.

Tabela 9 - Resumo dos dados obtidos na linha 9.

d_{50}				
Durante o Enchimento			Final do Enchimento	
	$\bar{x} \pm s$ (μm)	IC 95 % para μ (μm)	$\bar{x} \pm s$ (μm)	IC 95 % para μ (μm)
Caixa 1	46,4 \pm 1,4	(45,7 ; 47,1)	46,4 \pm 0,5	(46,0 ; 46,8)
Caixa 2	46,2 \pm 1,1	(45,7 ; 46,8)	46,0 \pm 0,6	(45,5 ; 46,4)
f_{10}				
Durante o Enchimento			Final do Enchimento	
	$\bar{x} \pm s$ (%)	IC 95 % para μ (%)	$\bar{x} \pm s$ (%)	IC 95 % para μ (%)
Caixa 1	6,23 \pm 0,31	(6,11 ; 6,35)	6,45 \pm 0,10	(6,40 ; 6,51)
Caixa 2	6,22 \pm 0,29	(6,11 ; 6,33)	6,25 \pm 0,24	(6,11 ; 6,38)

Como é possível observar na Tabela 9, os valores médios de d_{50} são semelhantes entre as duas caixas analisadas, nos dois momentos de recolha. Os seus desvios padrão são também semelhantes entre as duas caixas o que indica, que não há grande variabilidade de resultados. No entanto os desvios padrão são inferiores no final do enchimento, havendo assim uma menor variabilidade destes valores.

Analisando a variável f_{10} , é possível observar que os seus valores médios são semelhantes entre as duas caixas, nos dois momentos de recolha. Os seus desvios padrão são também semelhantes entre as duas caixas e nos dois momentos de recolha o que indica, que não há grande variação nos resultados obtidos.

Quanto aos intervalos de confiança, é possível observar que na variável d_{50} , os intervalos são ligeiramente mais amplos durante o enchimento, o que significa um maior erro na estimativa intervalar para o valor médio. Já no caso da variável f_{10} os intervalos têm amplitudes semelhantes.

Posteriormente, realizou-se uma análise de variância com os dados anteriormente apresentados, de forma a perceber se os valores de d_{50} e f_{10} nos dois momentos de recolha (durante enchimento e final de enchimento) e nas duas caixas, sofriam variações significativas. Na Tabela 10 encontram-se sumariados os valores de prova obtidos na análise de variância com dois fatores, efetuada para cada uma das variáveis, em cada uma das linhas em estudo.

Tabela 10 - Valores de prova obtidos na análise de variância nas três linhas de estudo.

Linha 3			
d_{50}	Valor P	f_{10}	Valor-p
Caixa	0,981	Caixa	0,993
Recolha	0,232	Recolha	0,584
Linha 8			
d_{50}	Valor P	f_{10}	Valor-p
Caixa	0,6190	Caixa	0,05502
Recolha	0,0001	Recolha	0,00005
Linha 9			
d_{50}	Valor P	f_{10}	Valor-p
Caixa	0,256	Caixa	0,177
Recolha	0,563	Recolha	0,040

Nesta análise definiu-se que a hipótese nula seria os valores médios de d_{50} e f_{10} , para cada fator, não apresentarem diferenças enquanto que, a hipótese alternativa seria, apresentarem diferenças.

Observou-se que na linha 3, o valor-p para cada uma das variáveis em estudo, mediana da distribuição e fração volúmica abaixo de dez micrómetros é superior a 0,05, podendo concluir-se que os dados não contrariam a hipótese nula, ou seja, os dados não dão suporte à afirmação que diz que há diferenças entre os valores médios de d_{50} e f_{10} tanto para o fator caixa como para o fator momento de recolha.

No caso da linha 9, o valor-p é ligeiramente inferior a 0,05 para a variável f_{10} para o fator recolha, rejeitando-se assim a hipótese nula, ou seja, o momento de recolha influencia o valor de f_{10} . Por outro lado, o valor-p é superior a 0,05 para a variável d_{50} para os fatores recolha e caixa, ou seja, os dados não apontam que haja diferenças entre os valores de d_{50} para os fatores em estudo.

No que diz respeito à linha 8, o valor-p é muito inferior a 0,05 para o fator recolha, tanto para a variável d_{50} como f_{10} , rejeitando-se assim a hipótese nula, ou seja, o momento de recolha afeta os valores de d_{50} e de f_{10} . Já no fator caixa, o valor-p das variáveis d_{50} e f_{10} é superior a 0,05, podendo concluir-se que os dados não contrariam a hipótese nula da igualdade de médias.

Apesar das diferenças apresentadas acima na linha 8 para a variável d_{50} , estas diferenças não são consideradas relevantes, tendo em conta que a diferença máxima entre os valores recolhidos é de 2,1 μm . Para uma diferença ser considerada relevante, esta terá de ser acima dos 3 μm .

Analisando a variável f_{10} , existem diferenças na linha 8 e 9. Apesar disso, estas diferenças só se consideram relevantes caso sejam acima de 1 % como é o caso da linha 8 com uma diferença de 1,62 %. No caso da linha 9 esta diferença é 0,40 %, não representando assim uma diferença relevante.

Assim, pode-se afirmar que as amostras recolhidas no final do enchimento da caixa são representativas de toda a caixa.

Posteriormente, tentou perceber-se qual seria o melhor local para a recolha das amostras no final do enchimento (centro da caixa e os quatro cantos da caixa) por comparação com o local para a recolha durante o enchimento (doseador). Assim, estudou-se a variabilidade das variáveis d_{50} e f_{10} , consoante o local de recolha, através da determinação dos respetivos intervalos de confiança a 95 % para os valores médios das mesmas. Nas Figuras 7, 8 e 9 encontram-se representados os intervalos referentes às linhas 3, 8 e 9 respetivamente.

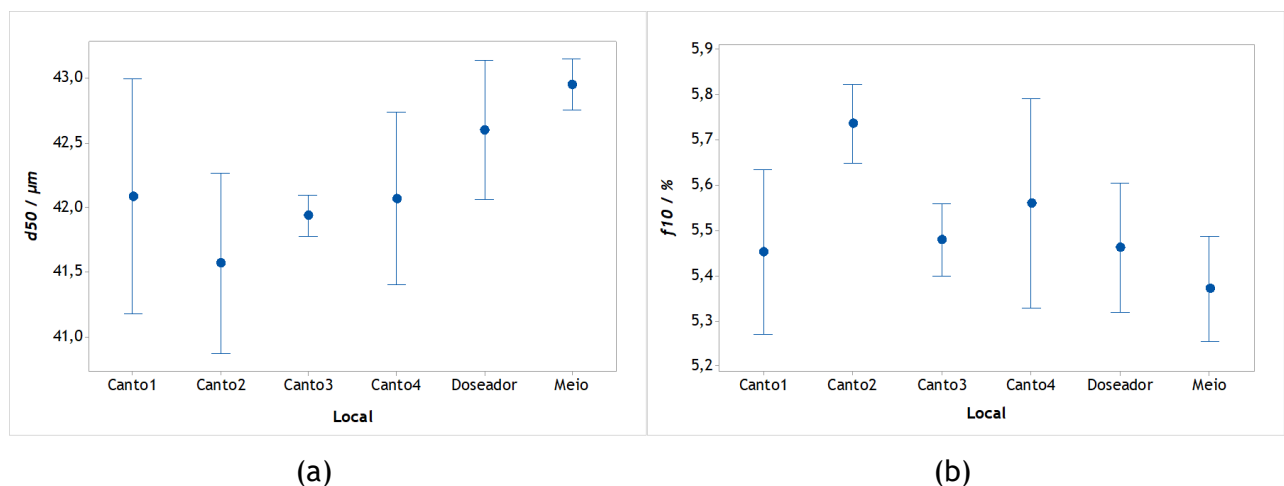


Figura 7 - Intervalos de confiança da linha 3 consoante o local de recolha para a) d_{50} e b) f_{10} .

Pela análise da Figura 7 observa-se que os valores referentes aos cantos estão bastante dispersos entre si, com intervalos amplos. Isto deve-se ao facto de haver uma maior concentração de partículas de menores dimensões nos cantos distribuídas de uma forma desigual. Por outro lado, os valores referentes ao meio estão mais próximos dos valores referentes ao doseador com intervalos menos amplos.

De forma a corroborar esta análise qualitativa, calcularam-se as diferenças das médias entre os quatro cantos e meio, com o doseador. Os resultados encontram-se na Tabela 11.

Tabela 11 - Diferenças entre os valores médios das amostras recolhidas nos diferentes locais de recolha para d_{50} e f_{10} da linha 3.

Variável	Análise	Diferença de \bar{x} (μm)	Variável	Análise	Diferença de \bar{x} (%)
d_{50}	Canto1-Doseador	-0,517	f_{10}	Canto1-Doseador	-0,009
	Canto2-Doseador	-1,033		Canto2-Doseador	0,274
	Canto3-Doseador	-0,667		Canto3-Doseador	0,017
	Canto4-Doseador	-0,533		Canto4-Doseador	0,097
	Meio-Doseador	0,350		Meio-Doseador	-0,091

Como se observa para a variável d_{50} a diferença de médias é menor para o meio (0,350 μm). No caso da variável f_{10} , o meio é o terceiro local com menor diferença (0,091 %). No entanto, sendo os cantos um local propício à acumulação de partículas muito pequenas, estes valores podem ser influenciados de uma maneira imprevisível como é o caso do canto 2.

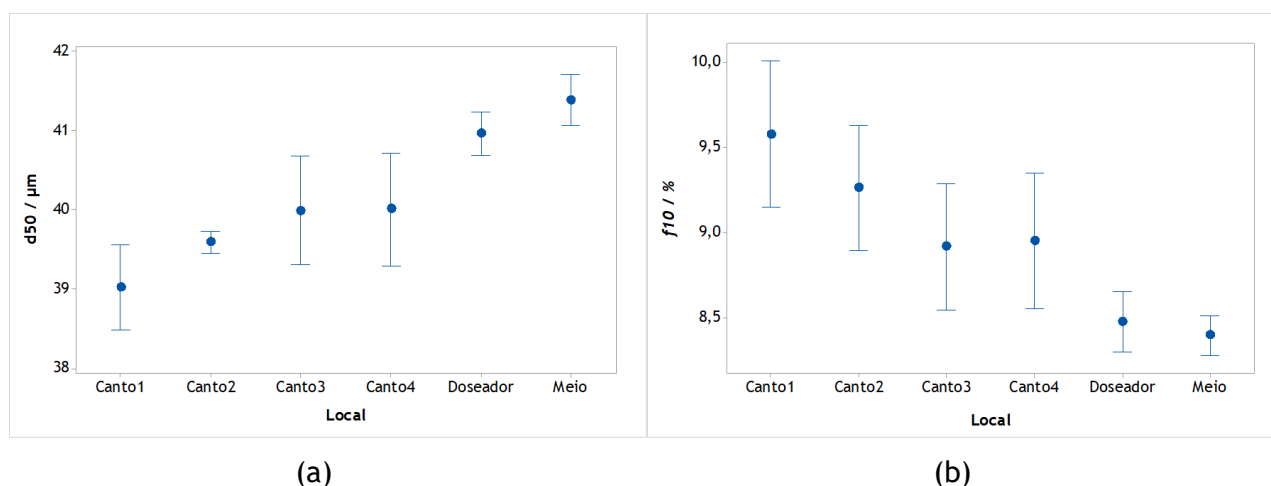


Figura 8 - Intervalos de confiança da linha 8 consoante o local de recolha para a) d_{50} e b) f_{10} .

Na Figura 8 observa-se que os valores referentes aos cantos têm intervalos amplos, mas são semelhantes entre si à exceção do canto 1, estando um pouco afastados dos valores do doseador. Os valores referentes ao meio estão mais próximos do valor do doseador com intervalos menos amplos.

De igual forma calcularam-se as diferenças das médias entre os quatro cantos e meio, com o doseador para a linha 8. Os resultados encontram-se na Tabela B.3 do Apêndice B.1.

Como se observa pela Tabela B.3, tanto para a variável d_{50} como f_{10} a diferença de médias é menor para o meio (0,425 μm) e (0,081 %) respetivamente.

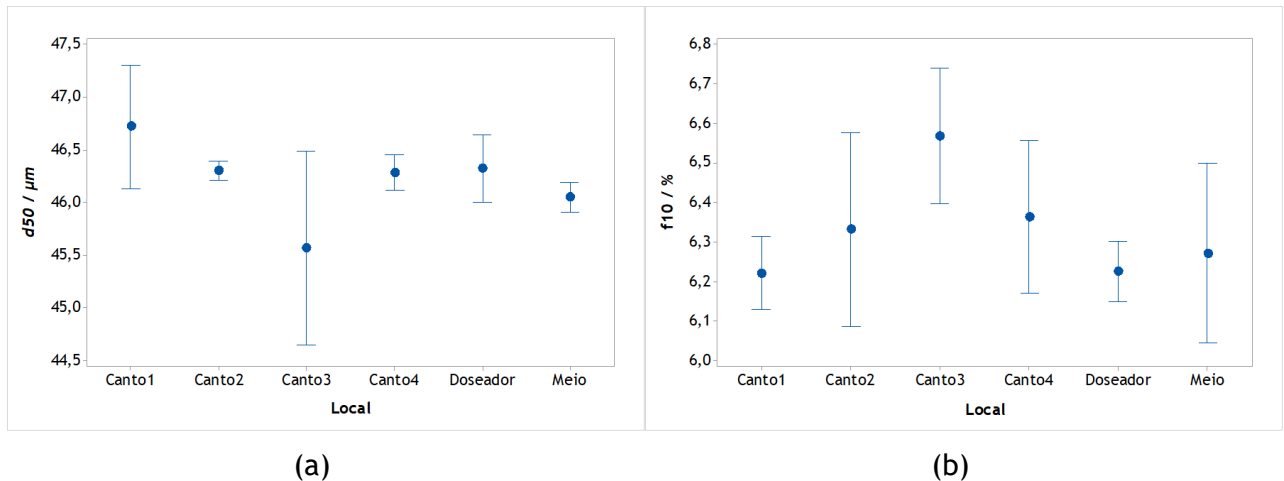


Figura 9 - Intervalos de confiança da linha 9 consoante o local de recolha para a) d_{50} e b) f_{10} .

Na Figura 9 observa-se que para a variável d_{50} os valores referentes aos cantos têm intervalos pouco amplos, sendo semelhantes entre si à exceção do canto 3, estando próximos dos valores do doseador. O valor do meio também está próximo do valor do doseador com um intervalo pouco amplo. No caso da variável f_{10} apenas o canto 1 tem um intervalo pouco amplo e o seu valor próximo do doseador. O valor referente ao meio também é próximo do valor do doseador.

Calcularam-se as diferenças das médias entre os quatro cantos e meio, com o doseador para a linha 9. Os resultados encontram-se na Tabela B.5 do Apêndice B.1.

Como se observa pela Tabela B.5, para a variável d_{50} o canto 2 e 4 são os que têm valores mais próximos do doseador, sendo o terceiro mais próximo, o valor referente ao meio (0,273 μm). Para a variável f_{10} , o valor referente ao canto 1 é mais próximo do doseador e o segundo mais próximo o valor do meio (0,047 %). De forma análoga à linha 3 os cantos sofrem variações imprevisíveis.

Assim, optou-se pela recolha de amostras na parte central (meio), uma vez que, apresenta resultados bastante próximos do doseador e que sofrem menos variações em comparação aos cantos.

4.2 Uniformidade no Processo de Fabrico

De seguida, estudou-se a existência de variações na distribuição granulométrica durante todo o processo de fabrico de tinta. Foram analisadas três tintas distintas, todas produzidas na linha 3, de onde se retirou trinta amostras de cada uma delas. Nas Tabelas 12 e 13 estão sumariados os resultados obtidos e a análise de variância para a tinta T_a . Todos os valores recolhidos para esta análise encontram-se na Tabela B.6 do Apêndice B.2.

Tabela 12 - Caracterização estatística da tinta T_a .

Variável	Número leituras	$\bar{x} \pm s$	Coefficiente de variação (%)	IC 95 % para μ
d_{50}	90	42,6 \pm 0,7 (μm)	1,74	(42,4 ; 42,8) (μm)
f_{10}	90	5,71 \pm 0,20 (%)	3,55	(5,67; 5,75) (%)

Como se pode observar pela Tabela 12, as duas variáveis, mediana da distribuição e fração volúmica abaixo de dez micrómetros, têm um coeficiente de variação baixo, o que indica que os valores recolhidos não se afastam muito do valor médio obtido. Também os intervalos de confiança são pouco amplos, o que indica muito pouco erro associado à estimativa intervalar do valor médio.

Tabela 13 - Análise de variância da tinta T_a .

Variável	Fonte de variação	Contribuição (%)	Valor P
d_{50}	Caixa	98,9	≈ 0
	Erro	1,1	—
f_{10}	Caixa	98,4	≈ 0
	Erro	1,6	—

Nesta análise, definiu-se a hipótese nula como, não haver diferenças entre os valores médios de d_{50} e f_{10} de todas as caixas (ou seja, ao longo do processo), enquanto que, a hipótese alternativa como, pelo menos duas caixas terem valores médios diferentes para as duas variáveis em estudo.

Como se pode observar na Tabela 13, o valor-p para as duas variáveis, d_{50} e f_{10} , é muito inferior a 0,05, podendo assim afirmar-se que há diferenças nos valores médios, de ambas as variáveis, em pelos duas caixas.

De forma a perceber se a análise é adequada, os dados recolhidos têm de obedecer a certas premissas. Assim, os erros associados às leituras têm de ser independentes, seguir uma distribuição normal com média igual a zero e variância constante, mas desconhecida.

Para verificar a validade destas premissas, analisaram-se os resíduos da análise de variância efetuada. Nas Figuras 10, 11 e 12 estão representadas as análises aos resíduos referentes à tinta T_a .

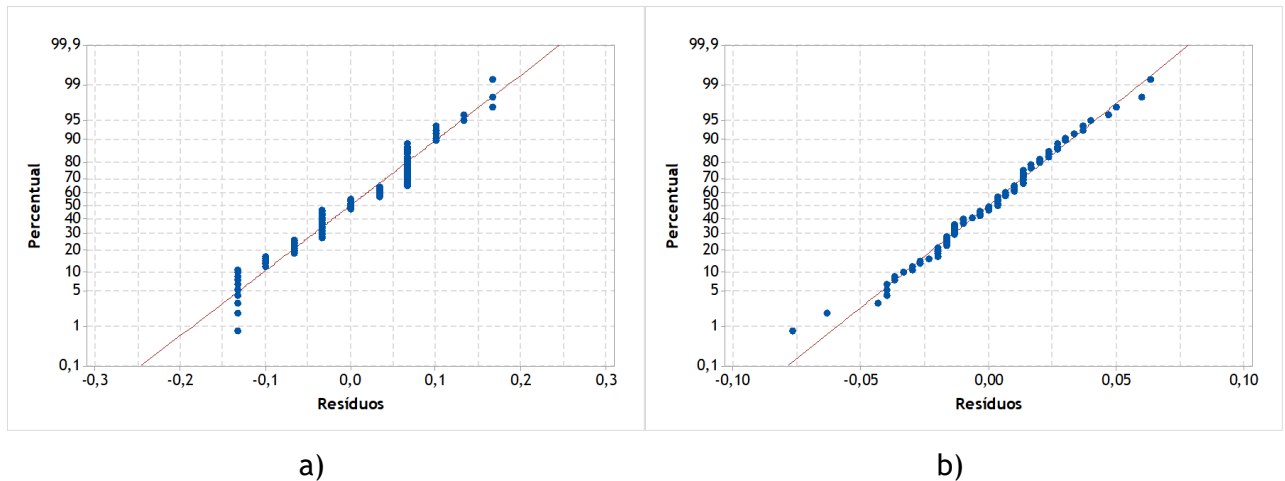


Figura 10 - Teste da normalidade para a) d_{50} e b) f_{10} .

Analisando a Figura 10, observa-se que tanto a distribuição dos resíduos para os valores de d_{50} como de f_{10} , estão muito próximas da linha traçada que representa a distribuição normal, não apresentando assim, desvios da normalidade.

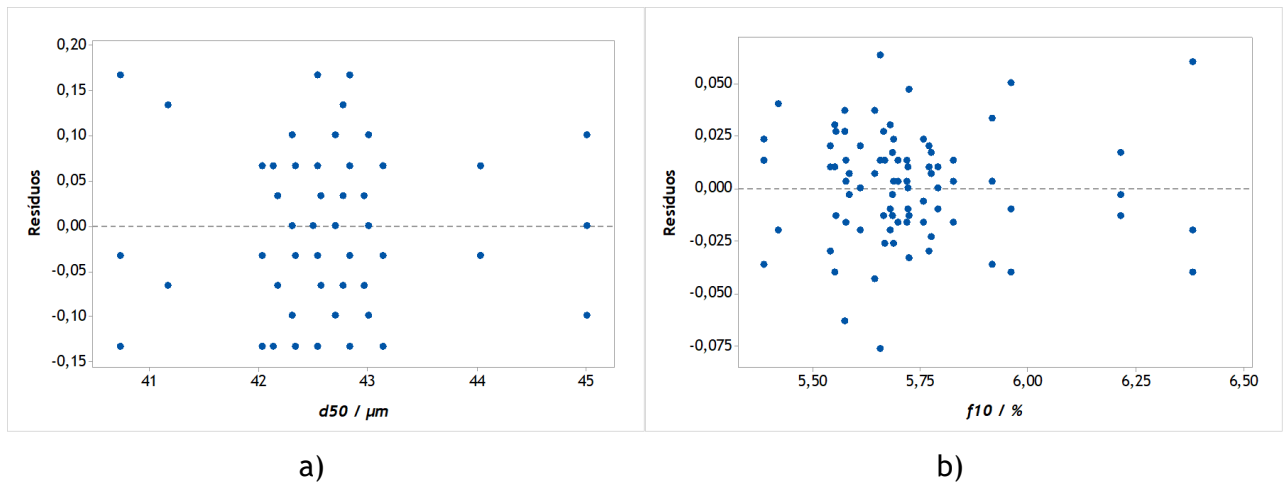


Figura 11 - Resíduos vs a) d_{50} e b) f_{10} .

Pela Figura 11 analisamos a consistência na variância dos erros. Como se pode observar, nos dois casos analisados, os resíduos exibem a mesma dispersão em torno de zero, não apresentando nenhum padrão. Assim podemos assumir que os erros aleatórios têm variância constante.

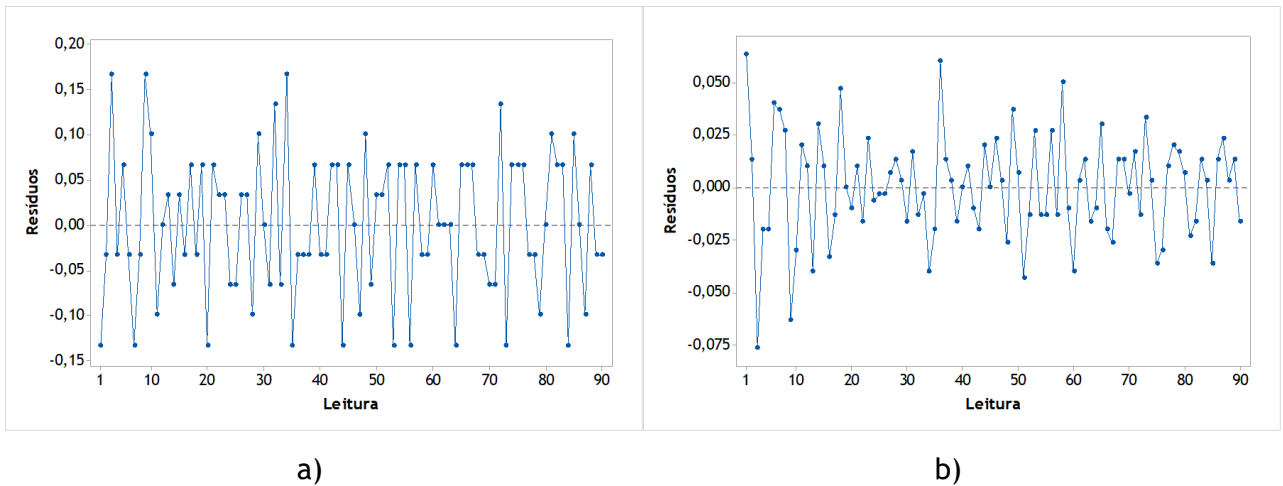


Figura 12 - Resíduos vs ordem temporal das leituras para a) d_{50} e b) f_{10} .

Lendo a Figura 12, podemos retirar conclusões acerca de fatores que influenciem as leituras ao longo do tempo, que sugira a existência de uma correlação entre os erros. Como se observa, não há nenhuma tendência de resíduos positivos e negativos. Assim, podemos assumir que os erros são independentes uns dos outros.

Uma vez que nenhuma das premissas estabelecidas foi refutada, a análise de variância efetuada é válida.

Apesar de os valores de d_{50} e f_{10} apresentarem diferenças significativas, é necessário avaliar se estas diferenças são ou não relevantes na prática. Deste modo, contruíram-se gráficos de intervalos de confiança a 95 % para estes valores, com os limites estabelecidos no capítulo anterior, diferenças de três micrómetros relativamente ao valor médio de d_{50} e diferenças de um ponto percentual relativamente ao valor médio de f_{10} . Na Figura 13 são apresentados estes gráficos, onde o valor médio para ambas as variáveis é o valor médio estimado que se encontra na Tabela 12.

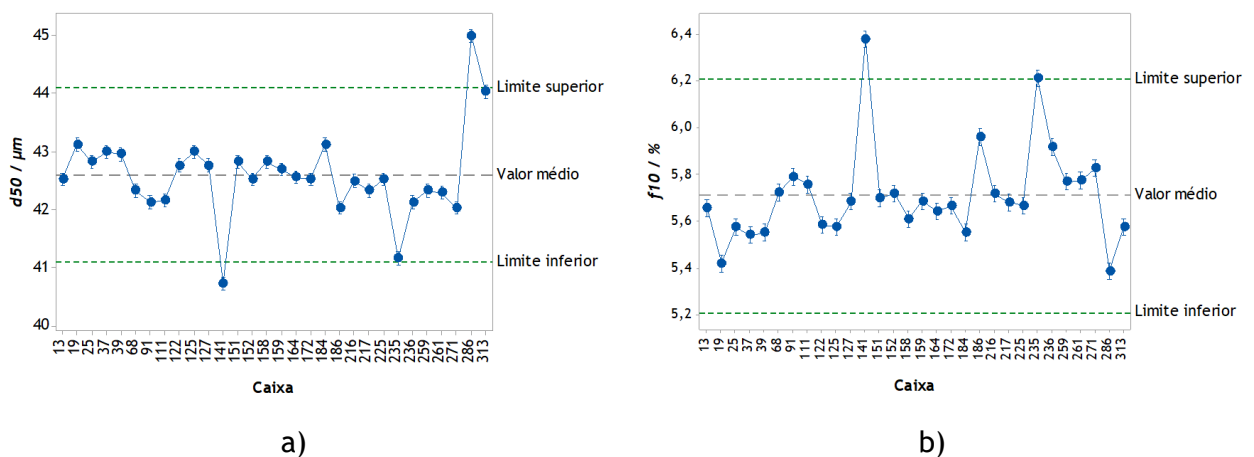


Figura 13 - Intervalos máximos admitidos da tinta T_a para a) d_{50} e b) f_{10} .

Como se pode observar na Figura 13, apenas três caixas estão fora do limite estabelecido para o d_{50} . Já no caso do f_{10} apenas duas caixas ficam fora deste limite.

Assim, segundo os critérios da empresa, podemos concluir que não houve grandes desvios na produção da tinta e que o seu processo é uniforme ao longo do tempo.

De seguida analisou-se a tinta T_b . Nas Tabelas 14 e 15 estão sumariados os resultados obtidos e a análise de variância para a tinta T_b . Todos os valores recolhidos para esta análise, encontram-se na Tabela B.7 do Apêndice B.2 .

Tabela 14 - Caracterização estatística da tinta T_b .

Variável	Número leituras	$\bar{x} \pm s$	Coefficiente de variação (%)	IC 95 % para μ
d_{50}	90	38,4 \pm 0,9 (μm)	2,45	(38,2 ; 38,6) (μm)
f_{10}	90	7,67 \pm 0,30 (%)	3,86	(7,61; 7,73) (%)

Como se pode observar pela Tabela 14, as duas variáveis, d_{50} e f_{10} , têm um coeficiente de variação baixo, o que indica que os valores recolhidos não se afastam muito do valor médio obtido. Também os intervalos de confiança são pouco amplos, o que indica muito pouco erro associado à estimativa intervalar do valor médio.

Tabela 15 - Análise de variância da tinta T_b .

Variável	Fonte de variação	Contribuição (%)	Valor P
d_{50}	Caixa	99,1	≈ 0
	Erro	0,9	—
f_{10}	Caixa	98,5	≈ 0
	Erro	1,5	—

Analisando a Tabela 15, observa-se que o valor-p para as duas variáveis, mediana da distribuição e fração volúmica abaixo de dez micrómetros, é muito inferior a 0,05, podendo assim afirmar-se que há diferenças nos valores médios, de ambas as variáveis em estudo.

Novamente, realizou-se uma análise aos resíduos dos valores obtidos da tinta T_b . Estas análises estão representadas nas Figuras B.1, B.2 e B.3 do Apêndice B.2.

Pela análise das Figuras B.1, B.2 e B.3, observa-se uma vez mais que, para as duas variáveis, d_{50} e f_{10} , os erros seguem uma distribuição normal, visto que os resíduos não se afastam muito da reta traçada; não há nenhum padrão observável nos resíduos e estes estão distribuídos em torno de zero; não há nenhuma tendência nos resíduos ao longo do tempo.

Assim a análise de variância efetuada é válida, uma vez que as premissas foram todas cumpridas.

Avaliou-se por fim se as diferenças apresentadas por esta análise são relevantes. De igual modo à tinta T_a , construíram-se gráficos de intervalos de confiança a 95 % com limites estabelecidos, que se encontram na Figura 14.

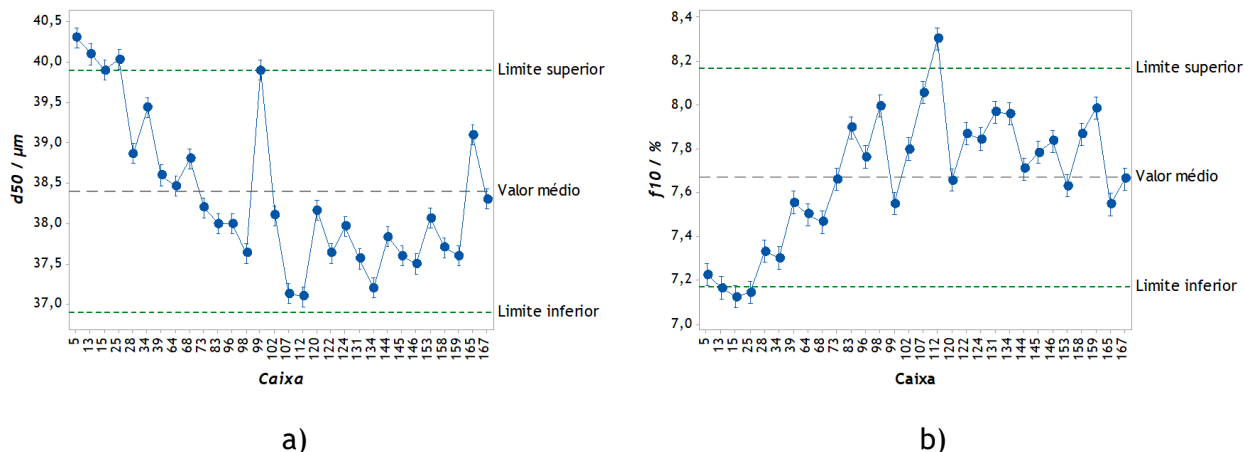


Figura 14 - Intervalos máximos admitidos da tinta T_b para a) d_{50} e b) f_{10} .

Como se pode observar na Figura 14, cinco caixas estão fora do limite estabelecido para o d_{50} . Visto que a maioria das caixas fora do intervalo são caixas iniciais, a granulometria da tinta poderia ainda não estar regulada e daí a discrepância com as outras caixas.

Já no caso do f_{10} , quatro caixas ficam fora do limite estabelecido, sendo que a maioria são iniciais.

Assim, segundo os critérios da empresa, podemos concluir que não houve grandes desvios na produção da tinta e que o seu processo é uniforme ao longo do tempo.

Por fim, analisou-se a tinta T_c . Nas Tabelas 16 e 17 estão sumariados os resultados obtidos e a análise de variância para a tinta T_c . Todos os valores recolhidos para esta análise encontram-se na Tabela B.8 do Apêndice B.2.

Tabela 16 - Caracterização estatística da tinta T_c .

Variável	Número leituras	$\bar{x} \pm s$	Coefficiente de variação (%)	IC 95 % para μ
d_{50}	90	40,8 \pm 0,8 (μm)	1,87	(40,7 ; 41,0) (μm)
f_{10}	90	6,86 \pm 0,25 (%)	3,64	(6,81; 6,91) (%)

Como se pode observar pela Tabela 16, as duas variáveis, d_{50} e f_{10} , têm um coeficiente de variação baixo, o que indica que os valores recolhidos não se afastam muito do valor

médio obtido. Também os intervalos de confiança são pouco amplos, o que indica muito pouco erro associado à estimativa do valor médio.

Tabela 17 - Análise de variância da tinta T_c .

Variável	Fonte de variação	Contribuição (%)	Valor P
d_{50}	Caixa	98,8	≈ 0
	Erro	1,2	—
f_{10}	Caixa	97,8	≈ 0
	Erro	2,2	—

Analisando a Tabela 17, observa-se que o valor-p para as duas variáveis, d_{50} e f_{10} , é muito inferior a 0,05, podendo assim dizer-se que há diferenças nos valores médios, de ambas as variáveis em estudo.

Uma vez mais, realizou-se uma análise aos resíduos dos valores obtidos da tinta T_c . Estas análises estão representadas nas Figuras B.4, B.5 e B.6 do Apêndice B.2.

Pela análise das Figuras B.4, B.5 e B.6, observa-se que, para as duas variáveis, d_{50} e f_{10} , os erros seguem uma distribuição normal, visto que os resíduos não se afastam muito da reta traçada; não há nenhum padrão observável nos resíduos e estes estão distribuídos em torno de zero; não há nenhuma tendência nos resíduos ao longo do tempo.

Uma vez que as premissas foram todas cumpridas, a análise de variância efetuada é válida.

Falta apenas averiguar se as diferenças apresentadas por esta análise são relevantes. De igual modo à tinta T_a , construíram-se gráficos de intervalos de confiança a 95 % com limites estabelecidos, que se encontram na Figura 15.

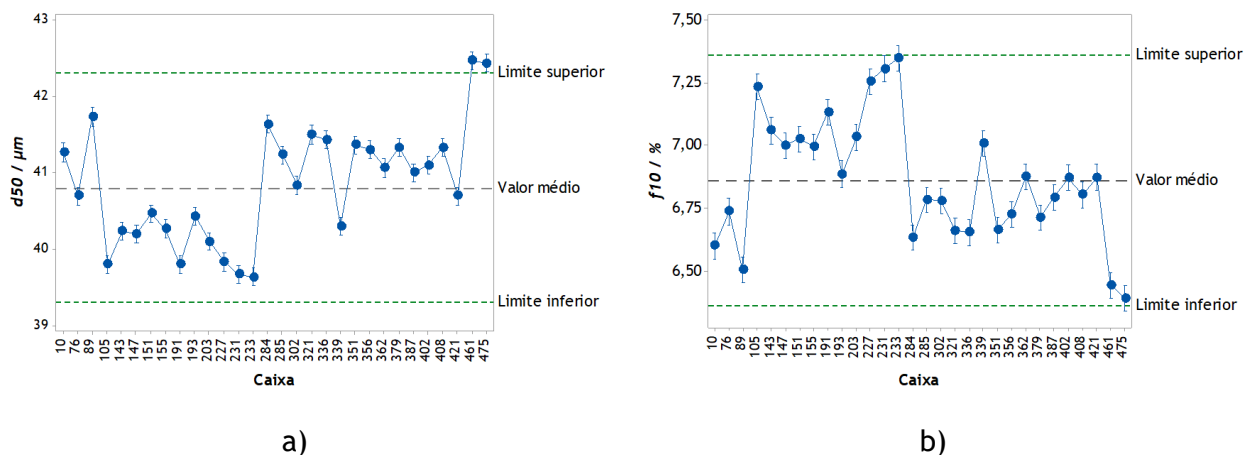


Figura 15 - Intervalos máximos admitidos da tinta T_c para a) d_{50} e b) f_{10} .

Como se pode observar na Figura 15, apenas duas caixas estão fora do limite estabelecido tanto para o d_{50} , como para o f_{10} . É possível observar também que há uma tendência nos valores, isto deve-se a um ajuste de granulometria efetuado durante o processo de fabrico. Assim, segundo os critérios da empresa, podemos concluir que não houve grandes desvios na produção da tinta e que o seu processo é uniforme ao longo do tempo.

Deste modo analisando três tintas distintas, todas produzidas na linha 3, pode-se concluir que o processo de fabrico nesta linha é uniforme.

4.3 Determinação do d_{St} e do d_{ae}

Após realizadas as leituras no equipamento de difração laser (Tabela B.9, B.13 e B.17 do Apêndice B.3) e a recolha das amostras da pipeta de Andreasen (Tabela B.11, B.12, B.15, B.16, B.19 e B.20 do Apêndice B.3) de três tintas, T_1 , T_2 e T_3 foi possível obter as distribuições de tamanhos destas tintas para os três diâmetros, d_{geo} , d_{St} e d_{ae} . Na Figura 16, 17 e 18 estão representadas as distribuições para a tinta T_1 , T_2 e T_3 .

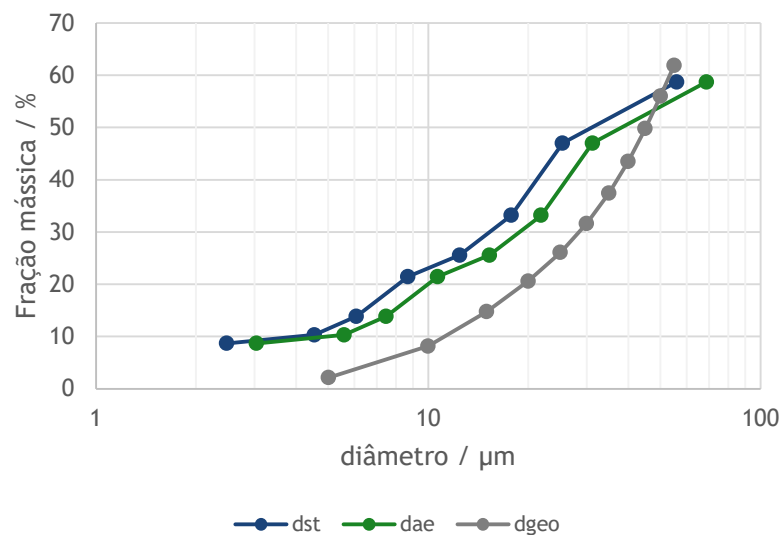


Figura 16 - Distribuições de tamanhos da tinta T_1 para d_{geo} , d_{St} e d_{ae} .

Pela leitura da Figura 16, é possível observar que as distribuições de tamanhos para o d_{St} e d_{ae} têm valores de fração mássica superiores para os mesmos valores de diâmetro quando comparadas à distribuição do d_{geo} .

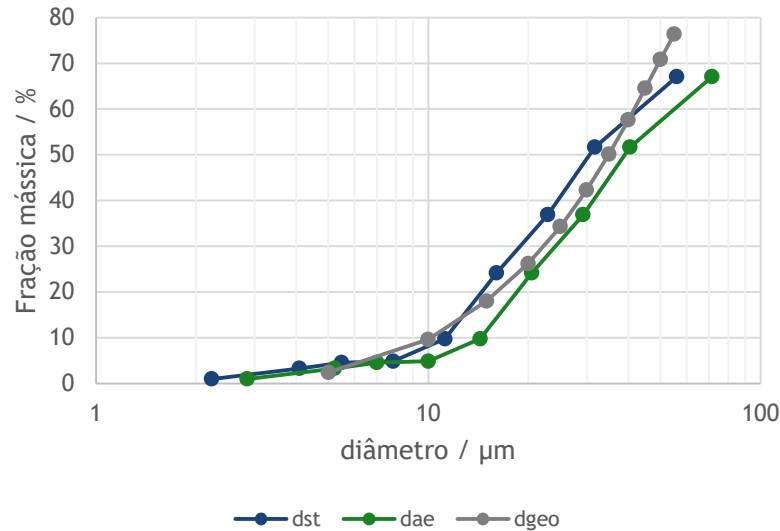


Figura 17 - Distribuições de tamanhos da tinta T_2 para d_{geo} , d_{St} e d_{ae} .

Pela leitura da Figura 17, é possível observar que as diferentes distribuições de tamanhos têm valores de fração mássica próximos para os mesmos valores de diâmetro.

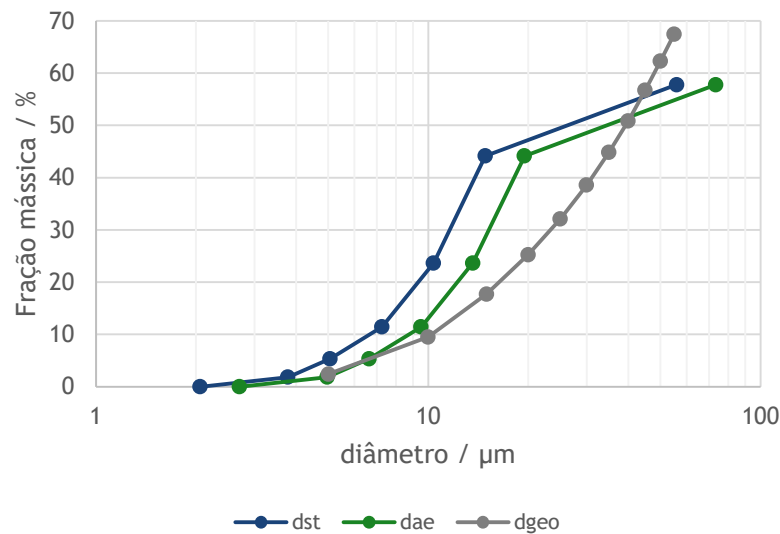


Figura 18 - Distribuições de tamanhos da tinta T_3 para d_{geo} , d_{St} e d_{ae} .

Analisando a Figura 18, é possível observar que a tinta T_3 exibe um comportamento semelhante à tinta T_1 , ou seja, as distribuições de tamanhos para o d_{St} e d_{ae} têm valores de fração mássica superiores para os mesmos valores de diâmetro quando comparadas à distribuição do d_{geo} .

Observando os resultados das três tintas não se consegue apurar nenhuma correlação entre o d_{geo} obtido por difração laser, e os dois diâmetros, d_{St} e d_{ae} obtidos a partir da pipeta de *Andreasen*, o que seria de esperar, uma vez que, utilizam métodos diferentes de leitura das partículas.

Seguidamente estudou-se se a fração mássica de um componente X, transversal às três tintas, estava abaixo de um limite estabelecido. O valor de fração mássica máximo permitido para este componente, abaixo de dez micrómetros, sendo o diâmetro aqui aplicável o d_{ae} , é 1 %.

Assim, com os valores de f_{10} referentes aos diâmetros d_{geo} , d_{St} e d_{ae} , obtidos pelo equipamento de difração laser, e por interpolação nas distribuições das Figuras 16, 17 e 18, é possível obter a fração do composto X abaixo dos 10 μm , f_{x10} , multiplicando o valor de f_{10} , pelo valor do teor de composto X em cada tinta. Na Tabela 18 encontram-se os valores obtidos para as três tintas.

Tabela 18 - Valores de diâmetro e teor de componente X para as tintas T_1 , T_2 e T_3 .

Tinta	f_{10} (%)			Teor de X (%)	f_{x10} (%)
	d_{geo}	d_{St}	d_{ae}		
T_1	8,2	23,2	20,1	1,75	0,35
T_2	9,6	8,1	4,9	29,6	1,44
T_3	9,5	22,5	13,0	14,8	1,92

Pela análise da Tabela 18, observa-se que os valores de f_{10} , referentes ao diâmetro d_{ae} são inferiores aos valores de f_{10} , referentes ao diâmetro d_{St} , o que seria de esperar tendo em conta a Equação 3 da Secção 2.2.1.

Quanto aos valores de f_{x10} , observa-se que apenas a tinta T_1 cumpre o requisito de estar abaixo de 1 %. Apesar de apresentar o valor mais elevado de f_{10} , referente ao seu d_{ae} (20,1 %), é a tinta que apresenta menor teor de componente X.

As tintas T_2 e T_3 não cumprem o requisito imposto, uma vez que os seus valores de f_{x10} são superiores a 1 %, tendo assim, a tinta de passar por um processo de separação de partículas finas para que o valor de f_{x10} fique dentro dos limites estabelecidos. Outra medida capaz de garantir o limite estabelecido, será a alteração da formulação da tinta, de maneira a reduzir o teor do composto X.

4.4 Tamanho da Pastilha à Entrada do Moinho

Sendo o tamanho da pastilha um fator variável ao longo do processo, estudou-se o impacto que este teria na granulometria da tinta. Analisaram-se cinco tanques em três momentos, início meio e fim. Na Figura 19 estão representados os valores médios e respetivas barras de erro, que representam o desvio padrão, de d_{50} e f_{10} obtidos para a tinta T_d . Todos os valores usados para a construção da figura encontram-se na Tabela B.21 do Apêndice B.4.

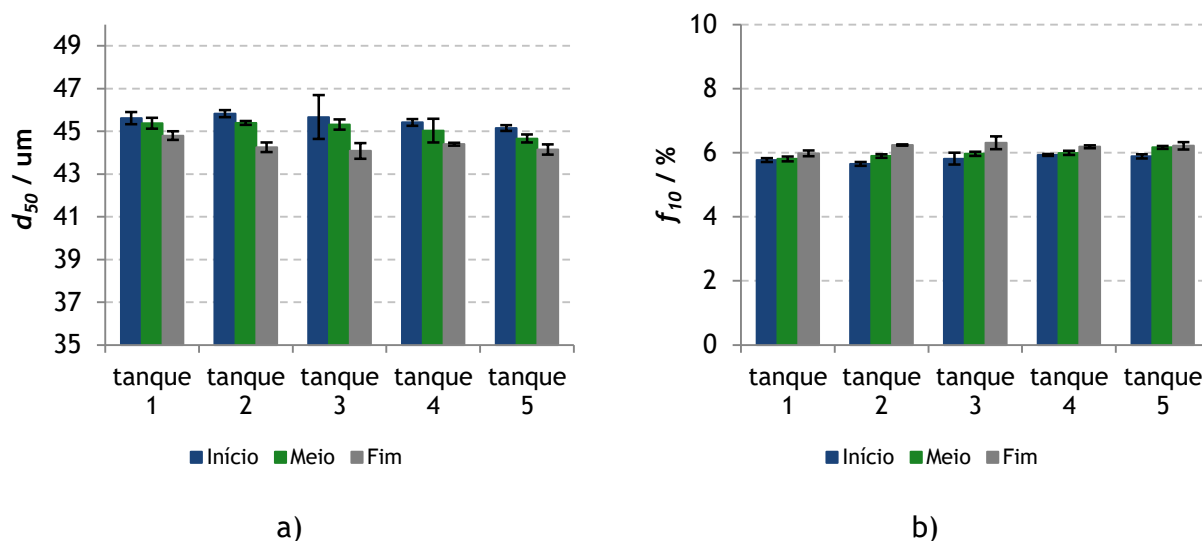


Figura 19 - Resultados obtidos do estudo do tamanho da pastilha para a tinta T_d quanto ao seu a) d_{50} e b) f_{10} .

Uma primeira análise à Figura 19, indica que o valor d_{50} tende a decrescer consoante o momento de recolha no tanque. Por sua vez, o valor de f_{10} tende a aumentar. De maneira a comprovar se existem diferenças significativas, fez-se uma análise de variância, sumariada na Tabela 19. Neste caso, para acautelar uma possível influência dos diferentes tanques na variabilidade dos valores de d_{50} e f_{10} , efetuou-se a análise de variância com dois fatores, tanque e momento, e a sua interação, tanque-momento.

Tabela 19 - Análise de variância da tinta T_d .

Variável	Fonte de variação	Contribuição (%)	Valor P
d_{50}	Tanque	10,2	$4,2 \times 10^{-5}$
	Momento	58,8	≈ 0
	Interação Tanque-Momento	5,3	0,07
	Erro	25,7	—
f_{10}	Tanque	16,7	$1,3 \times 10^{-10}$
	Momento	55,4	≈ 0
	Interação Tanque-Momento	11,0	$4,5 \times 10^{-6}$
	Erro	16,9	—

Observa-se na Tabela 19, que os valores de prova para os fatores tanque e momento para as duas variáveis, d_{50} e f_{10} , são todos inferiores a 0,05, querendo isto dizer, que estes fatores afetam de forma significativa os seus valores.

Verifica-se também que o fator que mais impacto tem na variação, tanto de d_{50} como de f_{10} , é o momento, sendo essa contribuição de 58,8 % e 55,4 % para o d_{50} e f_{10} respetivamente. A contribuição do fator tanque é bastante menor sendo apenas de 10,2 % e 16,7 % para o d_{50} e f_{10} respetivamente. Quanto à interação dos dois fatores, observa-se que não há diferenças significativas no caso do d_{50} , uma vez que o seu valor p é superior a 0,05. No caso de f_{10} a contribuição também é bastante baixa, sendo apenas de 11,0 %.

Assim, conclui-se que o fator de maior impacto é o tamanho da pastilha como se esperava inicialmente.

De forma a validar as conclusões retiradas a partir da análise de variância é necessário verificar os seus pressupostos através da análise aos resíduos. Nas Figuras B.7, B.8 e B.9 do Apêndice B.4 estão representadas estas análises.

Pela análise das Figuras B.7, B.8 e B.9, observa-se que, para as duas variáveis, d_{50} e f_{10} , os erros aleatórios não apresentam grandes desvios à normalidade, visto que os resíduos não se afastam muito da reta traçada; os resíduos estão dispersos de forma semelhante em torno de zero não evidenciando nenhum padrão observável, podendo concluir-se que a variância do erro é constante; não há nenhuma tendência nos resíduos ao longo do tempo, podendo concluir-se que, os erros aleatórios não estão correlacionados. Assim a análise de variância efetuada é válida, uma vez que as premissas foram todas cumpridas.

Falta apenas averiguar se as diferenças apresentadas por esta análise são relevantes. Para tal, construíram-se gráficos de intervalos de confiança a 95 % com limites estabelecidos, novamente de diferenças de três micrómetros relativamente ao valor médio global de d_{50} e diferenças de um ponto percentual relativamente ao valor médio global de f_{10} , que se encontram na Figura 20.

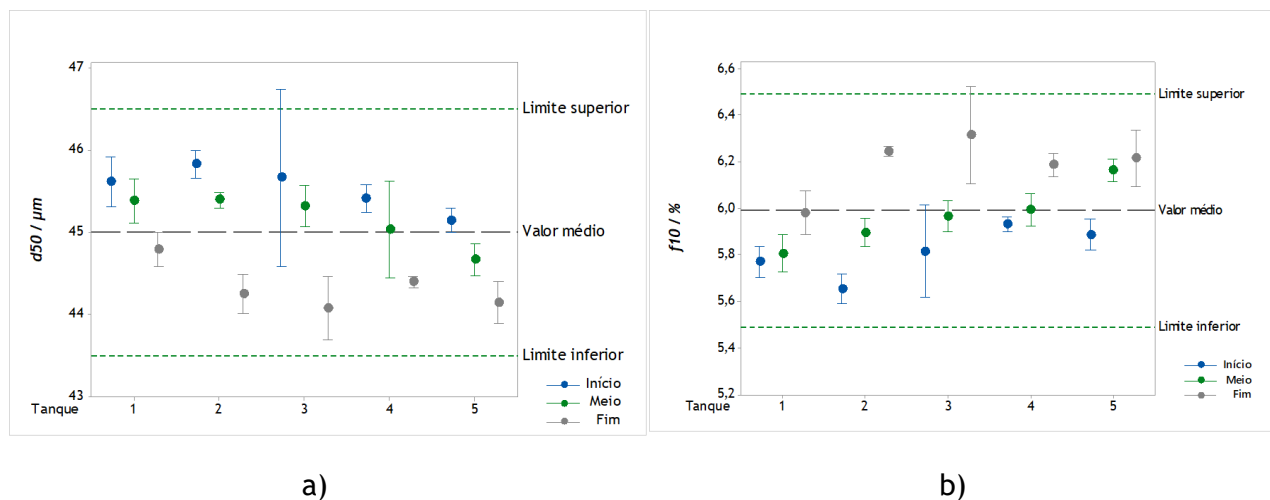


Figura 20 - Intervalos máximos admitidos da tinta T_d para a) d_{50} e b) f_{10} .

Pela análise da Figura 20, é possível observar que apenas as amostras recolhidas no início e no fim do tanque 3 ficam fora do intervalo estabelecido, para o d_{50} e f_{10} respetivamente. Como podemos observar, estes dois momentos apresentam grandes intervalos de confiança o que pode indicar um erro na recolha da amostra que terá afetado os valores de d_{50} e f_{10} .

Assim, segundo os critérios da empresa, a tendência decrescente no d_{50} e a crescente no f_{10} conforme o momento no tanque, não apresenta diferenças consideráveis a ter em conta.

Estudou-se este efeito noutra tinta, T_e , e os resultados obtidos encontram-se representados na Figura 21. Todos os valores usados para a construção da figura encontram-se na Tabela B.22 do Apêndice B.4.

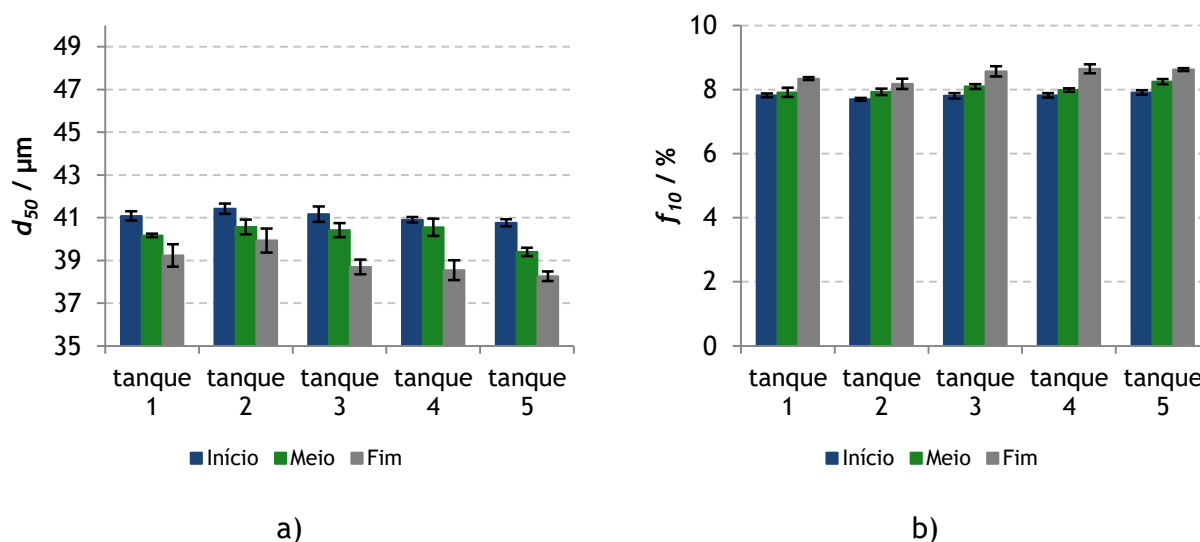


Figura 21 - Resultados obtidos do estudo do tamanho da pastilha para a tinta T_e quanto ao seu a) d_{50} e b) f_{10} .

Observa-se na Figura 21, que o valor d_{50} tende a decrescer consoante o momento de recolha no tanque, tal como acontecia na tinta T_d . Por sua vez, o valor de f_{10} tende a aumentar. De maneira a comprovar se existem diferenças significativas, fez-se uma análise de variância, sumariada na Tabela 20. De igual forma à tinta anterior efetuou-se a análise de variância com dois fatores, tanque e momento, e a sua interação, tanque-momento.

Tabela 20 - Análise de variância da tinta T_e .

Variável	Fonte de variação	Contribuição (%)	Valor P
d_{50}	Tanque	13,1	≈ 0
	Momento	72,7	≈ 0
	Interação Tanque-Momento	5,3	$1,6 \times 10^{-5}$
	Erro	8,9	—
f_{10}	Tanque	13,2	≈ 0
	Momento	74,0	≈ 0
	Interação Tanque-Momento	4,9	$8,4 \times 10^{-6}$
	Erro	7,9	—

Observa-se na Tabela 20, que os valores de prova para os dois fatores tanque e momento, e a sua interação, para as duas variáveis, d_{50} e f_{10} , são todos inferiores a 0,05, querendo isto dizer, que estes fatores afetam de forma significativa os seus valores.

Verifica-se também que o fator que mais impacto tem na variação, tanto de d_{50} como de f_{10} , é o momento, sendo essa contribuição de 72,7 % e 74,0 % para o d_{50} e f_{10} respetivamente. A contribuição do fator tanque é bastante menor sendo apenas de 13,1 % e 13,2 % para o d_{50} e f_{10} respetivamente. Quanto à interação dos dois fatores, observa-se que a sua contribuição é muito baixa sendo de 5,3 % e 4,9 % para o d_{50} e f_{10} respetivamente.

De forma a comprovar a validade da análise de variância, fez-se uma análise aos resíduos. Nas Figuras B.10, B.11 e B.12 do Apêndice B.4 estão representadas estas análises.

Pela análise das Figuras B.7, B.8 e B.9, observa-se que, para as duas variáveis, d_{50} e f_{10} , os erros seguem uma distribuição normal, visto que os resíduos que não se afastam muito da reta traçada; não há nenhum padrão observável nos resíduos e estes estão distribuídos em torno de zero; não há nenhuma tendência nos resíduos ao longo do tempo. Assim, a análise de variância efetuada é válida, uma vez que as premissas foram todas cumpridas.

Igualmente à tinta T_d , averiguou-se se as diferenças apresentadas por esta análise são relevantes. Para tal, construíram-se gráficos de intervalos de confiança a 95 % com limites estabelecidos, que se encontram na Figura 22.

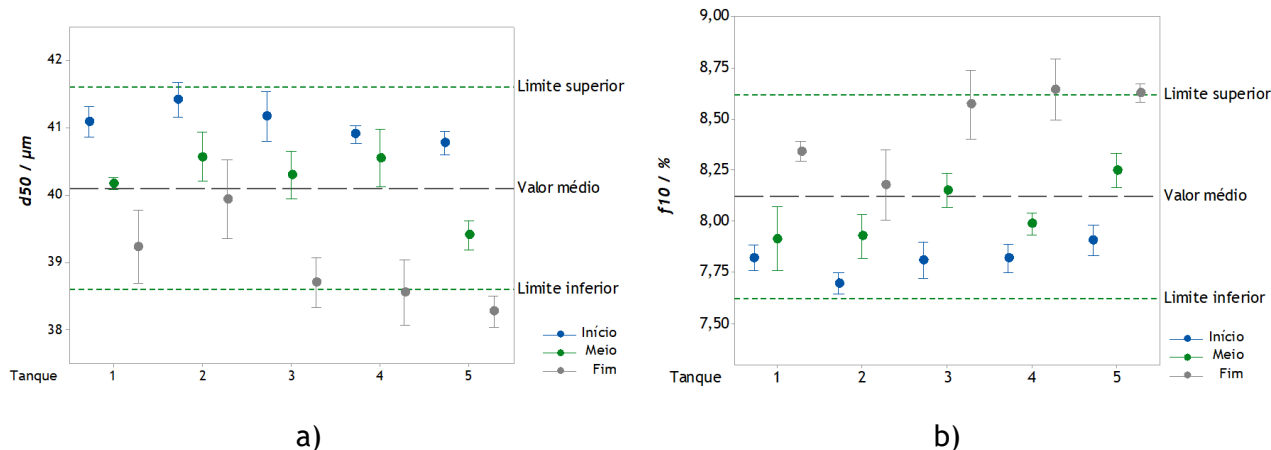


Figura 22 - Intervalos máximos admitidos da tinta T_e para a) d_{50} e b) f_{10} .

Pela análise da Figura 22, é possível observar que os intervalos de confiança para os valores do final dos tanques 3, 4 e 5 ficam fora do intervalo estabelecido tanto para o d_{50} como para o f_{10} . Como se observa estes 3 tanques tiveram uma descida acentuada no seu d_{50} , e uma subida quanto ao f_{10} , no final quando a pastilha tem menores dimensões.

Para além disso, o intervalo de confiança para o valor de d_{50} no início do tanque 2 também excede o limite superior. No entanto, estando este valor muito próximo do limite estabelecido, não se considera relevante esta exceção.

Assim o caso de maior preocupação será quando o tanque está na sua fase final onde há um decréscimo no valor d_{50} e um acréscimo no valor de f_{10} . Apesar de as diferenças não serem abruptas, deve-se prestar atenção a este momento e verificar se o produto mantém a sua qualidade.

4.5 Quantidade de Carga na Formulação da Tinta

Estudou-se também o efeito que a variação da quantidade de carga na formulação da tinta teria na granulometria. Analisaram-se 3 tanques da mesma tinta com 3 quantidades de carga diferentes, normal, adição de cinco quilogramas e subtração de cinco quilogramas. Na Figura 23 encontram-se representados os valores médios e respetivas barras de erro que representam o desvio padrão de cada tanque, obtidos para a tinta T_f . Todos os valores recolhidos para a construção da figura encontram-se na Tabela B.23 do Apêndice B.5.

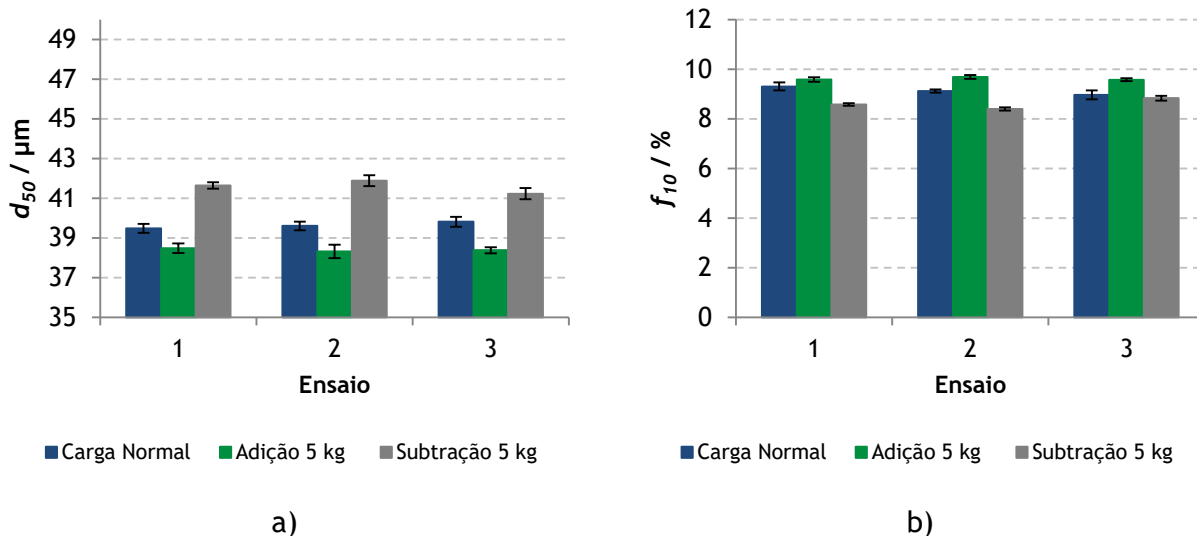


Figura 23 - Resultados obtidos do estudo da variação de carga para a tinta T_f quanto ao seu a) d_{50} e b) f_{10} .

Na Figura 23, em cada ensaio, é representado um tanque com quantidade de carga normal, um tanque com a adição de 5 kg e outro tanque com a subtração de 5 kg.

Pela análise da Figura 23, é possível observar que a quantidade de carga, afeta os valores da granulometria da tinta. Quando é adicionada mais carga, o valor de d_{50} tende a diminuir e o de f_{10} a aumentar. Por outro lado, quando a quantidade de carga adicionada é menor, o valor de d_{50} tende a aumentar e o de f_{10} a diminuir.

De maneira a comprovar se existem diferenças significativas, fez-se uma análise de variância, sumariada na Tabela 21. De igual forma ao capítulo anterior, realizou-se a análise de variância com dois fatores, quantidade de carga e tanque.

Tabela 21 - Análise de variância da tinta T_f .

Variável	Fonte de variação	Contribuição (%)	Valor P
d_{50}	Quantidade de carga	95,2	≈0
	Tanque	0,2	0,306
	Erro	4,6	—
f_{10}	Quantidade de carga	86,1	≈0
	Tanque	0,7	0,155
	Erro	13,2	—

Observa-se na Tabela 21, que os valores de prova para o fator tanque são superiores a 0,05, para as duas variáveis de estudo, indicando assim que o fator tanque não afeta os valores de forma significativa.

Já no caso do fator quantidade de carga, os seus valores de prova são muito inferiores a 0,05, querendo isto dizer, que este fator influencia de forma significativa os valores das variáveis estudadas. Como se observa, é este fator que tem maior contribuição na variação de d_{50} e f_{10} , sendo essa contribuição de 95,2 % e 86,1 %, respetivamente.

De forma a comprovar a validade da análise de variância, fez-se uma análise aos resíduos. Nas Figuras B.13, B.14 e B.15 do Apêndice B.5 estão representadas estas análises.

Pela análise das Figuras B.13, B.14 e B.15, observa-se que, para as duas variáveis, d_{50} e f_{10} , os erros aleatórios não apresentam grandes desvios à normalidade, visto que não se afastam muito da reta traçada; os resíduos estão dispersos de forma semelhante em torno de zero não evidenciando nenhum padrão, podendo concluir-se que a variância do erro é constante; não há nenhuma tendência nos resíduos ao longo do tempo, podendo concluir-se que, os erros aleatórios não estão correlacionados. Assim a análise de variância efetuada é válida, uma vez que as premissas foram todas cumpridas.

Seguidamente, averiguou-se se as diferenças apresentadas por esta análise são relevantes. Para tal, construíram-se gráficos de intervalos de confiança a 95 % com limites estabelecidos, de diferenças de três micrómetros relativamente ao valor médio de d_{50} e diferenças de um ponto percentual relativamente ao valor médio de f_{10} , referentes aos tanques com quantidade de carga normal, que se encontram na Figura 24.

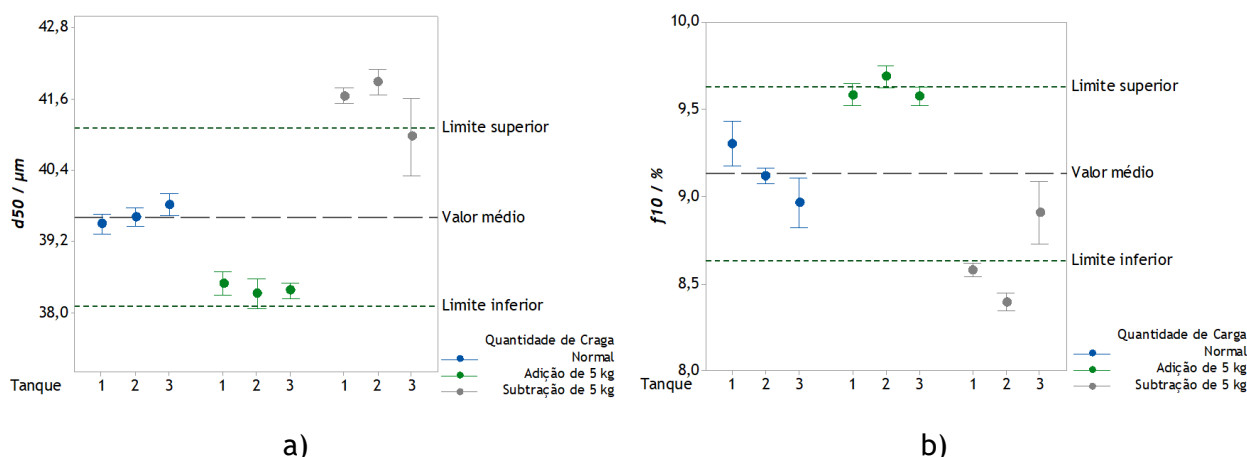
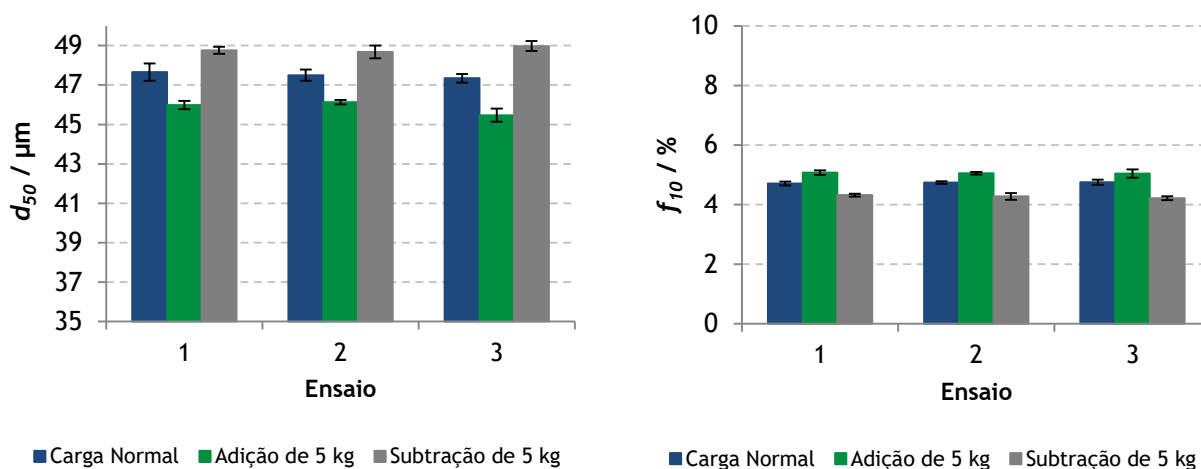


Figura 24 - Intervalos máximos admitidos da tinta T_f para a) d_{50} e b) f_{10} .

Pela leitura da Figura 24, verifica-se que os intervalos de confiança para o d_{50} nos tanques com a subtração de carga ficam fora dos limites estabelecidos. Já no caso do f_{10} , tanto nos tanques com adição de carga como nos de subtração, há dois intervalos que ficam de fora do limite estabelecido.

Assim, segundo os critérios da empresa, as variações de quantidade de carga na formulação de tinta apresentam diferenças relevantes nos valores de granulometria, tanto por excesso como por defeito.

Estudou-se este efeito noutra tinta, T_g , e os resultados obtidos encontram-se representados na Figura 25. Todos os valores usados para a construção da figura encontram-se na Tabela B.24 do Apêndice B.5.



a)

b)

Figura 25 - Resultados obtidos do estudo da variação de carga para a tinta T_g quanto ao seu a) d_{50} e b) f_{10} .

Analisando a Figura 25, é possível observar que a quantidade de carga, afeta os valores na granulometria da tinta T_g de igual forma à tinta T_f . Quando é adicionada mais carga, o valor de d_{50} tende a diminuir e o de f_{10} a aumentar. Por outro lado, quando a quantidade de carga adicionada é menor, o valor de d_{50} tende a aumentar e o de f_{10} a diminuir.

Assim, para comprovar se existem diferenças significativas, fez-se uma análise de variância, sumariada na Tabela 22.

Tabela 22 - Análise de variância da tinta T_g .

Variável	Fonte de variação	Contribuição (%)	Valor P
d_{50}	Quantidade de carga	93,2	≈ 0
	Tanque	0,5	0,050
	Erro	6,3	—
f_{10}	Quantidade de carga	94,1	≈ 0
	Tanque	0,2	0,373
	Erro	5,7	—

Observa-se na Tabela 22, que os valores de prova para o fator tanque são superiores a 0,05, para as duas variáveis de estudo, indicando assim que o fator tanque não afeta os valores de forma significativa.

Já no caso do fator quantidade de carga, os seus valores de prova são muito inferiores a 0,05, querendo isto dizer, que este fator influencia de forma significativa os valores das variáveis estudadas. Como se observa, é este fator que tem maior contribuição na variação de d_{50} e f_{10} , sendo essa contribuição de 93,2 % e 94,1 %, respetivamente.

Mais uma vez, comprovou-se a validade da análise de variância, fazendo uma análise aos resíduos. Nas Figuras B.16, B.17 e B.18 do Apêndice B.5 estão representadas estas análises.

Pela análise das figuras anteriores, observa-se que, para as duas variáveis, d_{50} e f_{10} , os erros seguem uma distribuição normal, visto que os resíduos que não se afastam muito da reta traçada; não há nenhum padrão observável nos resíduos e estes estão distribuídos em torno de zero; não há nenhuma tendência nos resíduos ao longo do tempo. Uma vez que as premissas foram todas cumpridas, a análise de variância efetuada é válida.

Seguidamente, averiguou-se se as diferenças apresentadas por esta análise são relevantes. De igual forma à tinta T_f , construíram-se gráficos de intervalos de confiança com limites estabelecidos, que se encontram na Figura 26.

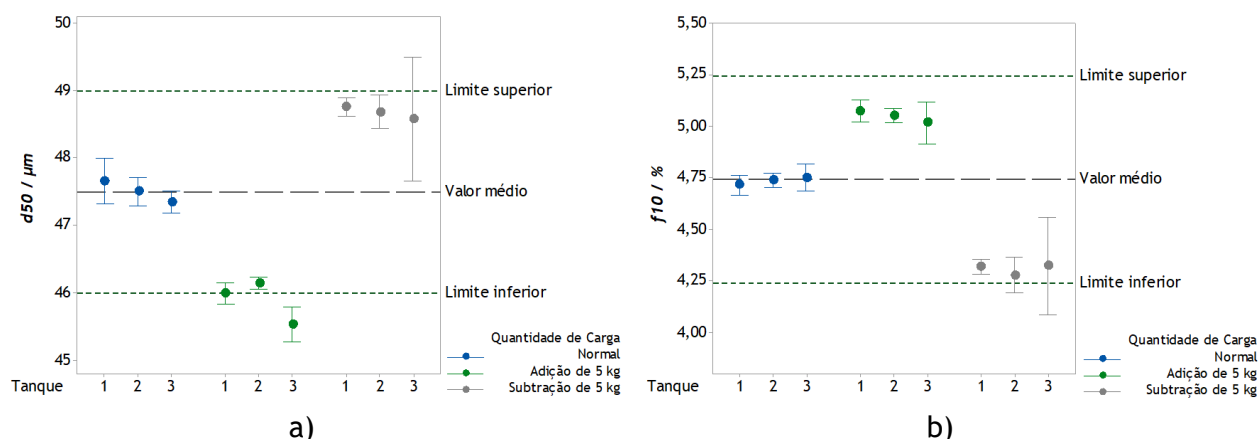


Figura 26 - Intervalos máximos admitidos da tinta T_g para a) d_{50} e b) f_{10}

Pela leitura da Figura 26, verifica-se que os intervalos de confiança para o d_{50} em dois tanques com a adição de carga e um com a subtração de carga ficam fora dos limites estabelecidos. Já no caso do f_{10} , apenas os intervalos de confiança de dois tanques com a subtração de carga ficam de fora do limite estabelecido.

Como se observa nas duas tintas estudadas, a variação da quantidade de carga na formulação de tinta provoca diferenças relevantes nos valores de granulometria, tanto por excesso como por defeito. Assim, o método de dosagem automática deverá ser alvo de estudo pela empresa de forma a minimizar estas variações e prevenir algum defeito no produto final.

4.6 Desgaste das Peças do Moinho

Um dos fatores que terá um impacto mais direto na granulometria da tinta será o desgaste das peças do moinho. Analisaram-se cinco caixas antes e depois da troca das duas peças, coroa e *liner*. Na Figura 27 encontram-se os valores médios e respectivas barras de erro que representam o desvio padrão de d_{50} e f_{10} para cada uma das caixas da tinta T_h . Todos os valores usados para a construção da figura encontram-se na Tabela B.25 do Apêndice B.6.

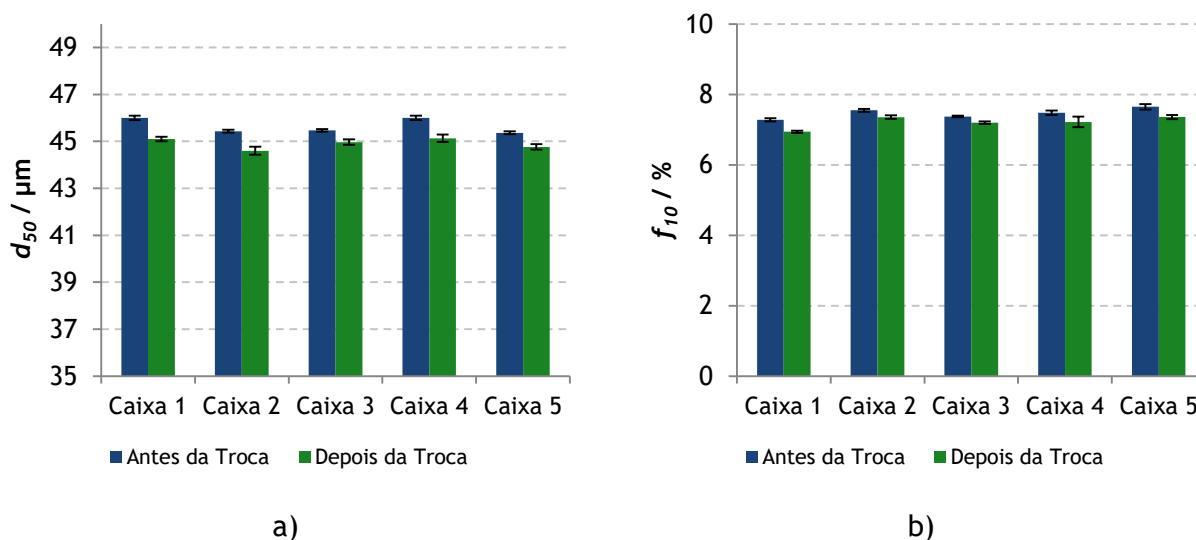


Figura 27 - Resultados obtidos do estudo do desgaste das peças para a tinta T_h quanto ao seu a) d_{50} e b) f_{10} .

Analisando a Figura 27, é possível observar que a troca das peças tem um ligeiro impacto na granulometria da tinta. Ambos os valores de d_{50} e f_{10} sofreram um decréscimo no seu valor. Este efeito seria de esperar, uma vez que, as novas peças têm um melhor desempenho, conseguindo assim quebrar melhor a pastilha e proporcionar valores mais baixos tanto da mediana da distribuição, como de fração volúmica abaixo dos dez micrómetros.

A fim de comprovar a existência de diferenças significativas, realizou-se uma análise de variância com dois fatores, caixa e troca de peças, sumariada na Tabela 23.

Tabela 23 - Análise de variância da tinta T_h .

Variável	Fonte de variação	Contribuição (%)	Valor P
d_{50}	Caixa	25,6	$3,2 \times 10^{-7}$
	Troca de Peças	66,4	≈ 0
	Erro	8,0	—
f_{10}	Caixa	42,7	$1,1 \times 10^{-7}$
	Troca de peças	45,4	$1,1 \times 10^{-9}$
	Erro	11,8	—

Como se observa na Tabela 23, os valores de prova para os dois fatores são inferiores a 0,05, nas duas variáveis estudadas, querendo isto dizer que estes fatores afetam de forma significativa os valores de granulometria. É possível verificar que no caso do d_{50} o fator com maior contribuição é a troca de peças, sendo essa contribuição de 66,4 %. Já no caso de f_{10} os dois fatores têm contribuições idênticas, o que indica uma grande sensibilidade desta variável nas diferentes caixas também.

Comprovou-se a validade da análise de variância, fazendo uma análise aos resíduos. Nas Figuras B.19, B.20 e B.21 do Apêndice B.6 estão representadas estas análises.

Pela análise das Figuras B.19, B.20 e B.21, observa-se que, para as duas variáveis, d_{50} e f_{10} , os erros seguem uma distribuição normal, visto que os resíduos não se afastam muito da reta traçada; não há nenhum padrão observável nos resíduos e estes estão distribuídos em torno de zero; não há nenhuma tendência nos resíduos ao longo do tempo. Assim a análise de variância efetuada é válida, uma vez que as premissas foram todas cumpridas.

Averiguou-se se as diferenças apresentadas por esta análise são relevantes, contruindo-se gráficos de intervalos de confiança a 95 % com limites estabelecidos, diferenças de três micrómetros relativamente ao valor médio global de d_{50} e diferenças de um ponto percentual relativamente ao valor médio global de f_{10} , que se encontram na Figura 28.

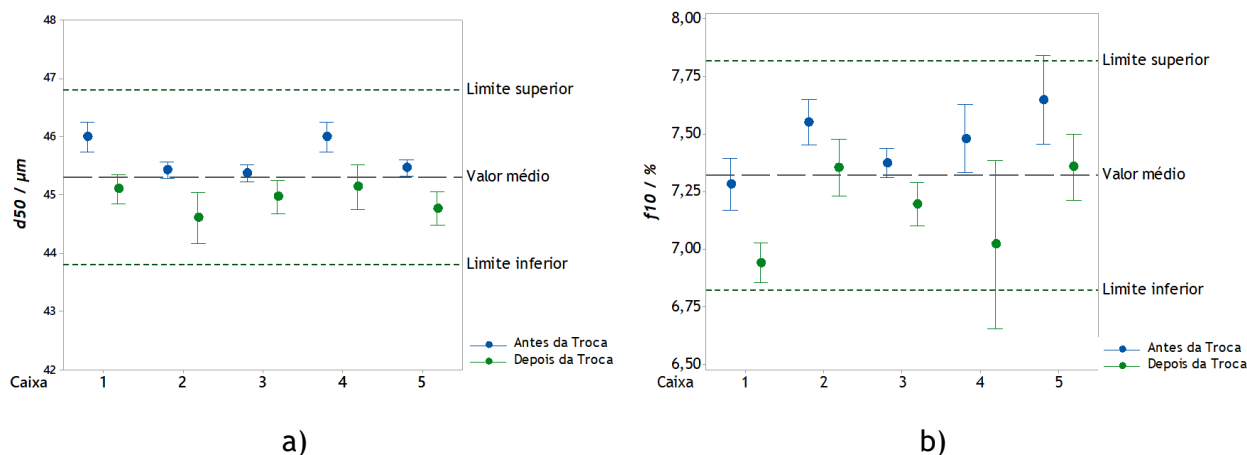


Figura 28 - Intervalos máximos admitidos da tinta T_x para a) d_{50} e b) f_{10} .

Observando a Figura 28, conclui-se que a troca de peças não proporciona diferenças relevantes no que diz respeito aos valores de d_{50} . Já no caso dos valores de f_{10} , é possível observar que dois dos intervalos de confiança ficam fora dos limites estabelecidos. No entanto como não se afastam muito do limite estabelecido, não se consideram relevantes estas exceções.

Assim, segundo os critérios da empresa, podemos concluir, que a troca destas duas peças não teve alterações relevantes nos valores de granulometria.

5 Conclusões

A distribuição granulométrica da tinta, é um parâmetro fundamental na sua caracterização, uma vez que, influencia fatores tais como brilho, aplicação, formação de filmes homogêneos, entre outros. Nesse sentido, realizou-se um estudo quanto à variação dos valores de granulometria no final do processo de fabrico de forma a assegurar a qualidade do produto fabricado.

Inicialmente, avaliou-se se a amostra recolhida do lote em questão (caixas) era representativa de todo o lote, e qual o melhor local de recolha das amostras. Foi possível averiguar que a amostra recolhida, era de facto representativa de todo o lote, não apresentando diferenças significativas quanto ao valor da mediana da distribuição granulométrica (d_{50}) e ao valor de fração volúmica da amostra com granulometria inferior a dez micrómetros (f_{10}), quando comparados aos valores do doseador, e o melhor local de recolha sendo a parte central da caixa. De seguida, averiguou-se a uniformidade do processo de fabrico. Das três tintas estudadas, nenhuma apresentou variações relevantes nos valores de granulometria, ao longo do processo, permitindo assim concluir que o processo de fabrico é uniforme.

Foram também estudados fatores que pudessem contribuir para a variação nos valores de granulometria, sendo um deles, o tamanho da pastilha à entrada do moinho. Foi possível comprovar que à medida que a pastilha tem menores dimensões, os valores de d_{50} tendem a diminuir e os de f_{10} a aumentar, provocando ligeiras variações. Assim, deve-se avaliar a qualidade do produto, quando a pastilha apresenta baixas dimensões.

Outro fator estudado, foi a variação da quantidade de carga na formulação de tinta. Concluiu-se que o aumento de carga na formulação tende a aumentar os valores de d_{50} e diminuir os valores de f_{10} . No caso de redução de carga observa-se o efeito contrário. Deste modo, é necessário avaliar o método de dosagem automática de forma a minimizar estas variações. Por último, estudou-se a influência que o desgaste das peças teria nos valores de granulometria. Comprovou-se que a troca da coroa, responsável pela condução do ar dentro do moinho, e da parede rugosa (*liner*), responsável por parte de quebra da pastilha não causam variações significativas nos valores de granulometria.

Para além disto, estudaram-se outras medidas de caracterizar as partículas de tinta diferentes da usual, diâmetro geométrico (d_{geo}), obtido pelo equipamento de difração laser. Com recurso à pipeta de Andreasen foi possível obter distribuições de tamanhos quanto ao seu d_{St} e d_{ae} . Deste estudo concluiu-se que não há nenhuma correlação entre o d_{geo} e os d_{St} e d_{ae} , uma vez que são obtidos por técnicas diferentes, baseadas em conceitos distintos.

6 Avaliação do trabalho realizado

6.1 Objetivos Realizados

O objetivo principal deste projeto consistia na análise de variações da granulometria no final do processo de fabrico de tinta em pó.

Assim, começou-se por definir o melhor local de recolha de amostras, para obter uma boa caracterização da tinta em estudo. Seguidamente, estudou-se a uniformidade da granulometria da tinta durante todo o processo de fabrico.

Após perceber que o processo de fabrico era bastante uniforme, estudaram-se alguns fatores que contribuíssem para a variabilidade da granulometria, tais como o tamanho de pastilha à entrada do moinho, a quantidade de carga na formulação da tinta e o desgaste do das peças do moinho. Destes fatores, os que contribuíam mais para a variação de granulometria foram os dois primeiros apresentados.

Além disso, foi realizada uma análise aos diferentes diâmetros que caracterizam as partículas de tinta em pó. No entanto, não se conseguiu obter nenhuma correlação entre os diferentes diâmetros.

6.2 Trabalho Futuro

Como trabalho futuro, sugere-se que se façam estudos do diâmetro aerodinâmico em equipamentos próprios, como o impactador de Andersen, de forma a obter resultados mais precisos e exatos.

Sugere-se também, estudar a influência do desgaste dos martelos do prato rotativo do moinho, uma vez que não foi possível obter dados relativamente a esse fator.

6.3 Apreciação Final

Durante o tempo em que estive na CIN Industrial Coatings a desenvolver este projeto, tive oportunidade de contactar pela primeira vez um ambiente empresarial e aplicar um pouco daquilo que aprendi na FEUP.

Tive também a oportunidade de aprofundar o meu conhecimento no processo de fabrico de tintas, não só em pó como líquidas.

Para além disso, tive também a oportunidade de falar com várias pessoas da empresa o que me permitiu alargar horizontes.

7 Referências

- [1] Du Z., Wen S., Wang J., Yin C., Yu D., Luo J. The review of powder coatings. *Journal of Materials Science and Chemical Engineering*. 4(3): 54-9 (2016).
- [2] Lange PG. *Powder Coatings: Chemistry and Technology*: Vincentz Network; 2004.
- [3] CIN. Corporativo 2020 [Available from: <https://cin.com/pt/pt/>].
- [4] Tusell R. Recubrimientos com materiales termoplásticos en polvo: aplicación por lecho fluidizado. *Pinturas y Acabados Industriales*. 12(3): 227-34 (1975).
- [5] Janardhanan S., Zvonkina I., Soucek MD. Powder Coating Technology. In: Sons JW, editor. *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*. The University of Akron, Akron, OH, USA. 2016.
- [6] Zeno W., Wicks J., Pappas SP. *Organic Coatings-Science and Technology*. Wiley-Interscience; 2017.
- [7] Pujadas, R. Recubrimientos en polvo termoendurecidos en la industria del automóvil. Un estudio del estado actual y de las nuevas aplicaciones. *Pinturas y Acabados Industriales*. 12(3): 317-24 (1989).
- [8] CIN. *Manual Cin - Curso Geral de Tintas*. 2016.
- [9] Tintas WISA. *Treinamento: Pintura Industrial com Tintas em Pó*. In: WEG, editor. 2018.
- [10] *Paints and Coatings*, 3. Paint Systems. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. 26 (2012).
- [11] Knobbe AJ. Powder spray guns. *Metal Finishing*. 98(6): 242-5 (2000).
- [12] Cowley M. *A Practical Guide to Equipment, Processes and Productivity at a Profit, Powder Coating*: Wiley; 2000.
- [13] Lima LS. Particle Size By Laser Diffraction. In: Paralab, editor. 2019.
- [14] Wadenpohl DIC. Production of powder coatings with defined particle size distribution by grinding and inline classification. *International Journal of Mineral Processing*. 74: S155-S64 (2004).
- [15] Sjöholm P., Ingham DB, Lehtimäki M., Perttu-Roiha L., Goodfellow H., Torvela H. 13 - GAS-CLEANING TECHNOLOGY. In: Goodfellow H, Tähti E, editors. *Industrial Ventilation Design Guidebook*. San Diego: Academic Press; p. 1197-316 (2001).
- [16] Anthony J., Hickey SG. *Pharmaceutical Powder and Particles*. 1 ed: Springer International Publishing; IX, 104 p, 2018.

- [17] Farmer RW., Beckman JR. Particle size distribution analysis of blended solids by a modified Andreasen pipet method. *Industrial & Engineering Chemistry Process Design and Development*. 23(2): 341-3 (1984).
- [18] Jilavenkatesa A., Dapkunas JS., Lum HLS. NIST Recommended Practice Guide: Particle Size Characterization. 2001.
- [19] Marple VA., Rubow KL. Aerodynamic particle size calibration of optical particle counters. *Journal of Aerosol Science*. 7(5): 425-33 (1976).
- [20] Okubo M., Kuwahara T. Chapter 3 - Principle and design of emission control systems. In: Okubo M, Kuwahara T, editors. *New Technologies for Emission Control in Marine Diesel Engines*: Butterworth-Heinemann; p. 53-143. 2020
- [21] Bück A., Tsotsas E., Sommer K. Size enlargement. *Ullmann's Encyclopedia of industrial chemistry*. 1-47 (2014).
- [22] Minitab 17 Statistical Software [Computer software]. State College, PA: Minitab, Inc. (2010). (www.minitab.com)
- [23] Mastersizer 3000 User Manual. Malvern Instruments Ltd.; 2011.
- [24] Lima RM., Luz JA. Análise granulométrica por pipeta de Andreasen. CETEM/MCTI. 2007.
- [25] Rideal GR., Dodds UK., Pons MN., Leschonski K., Clausthal TU., Lloyd GP. *The Development of New Reference Standards For Particle Size Instrument Calibration*. 1998.
- [26] Ross SM. *Introduction to probability and statistics for engineers and scientists*: Elsevier; 2004.

A Anexos

A.1 Subdivisão de Amostras

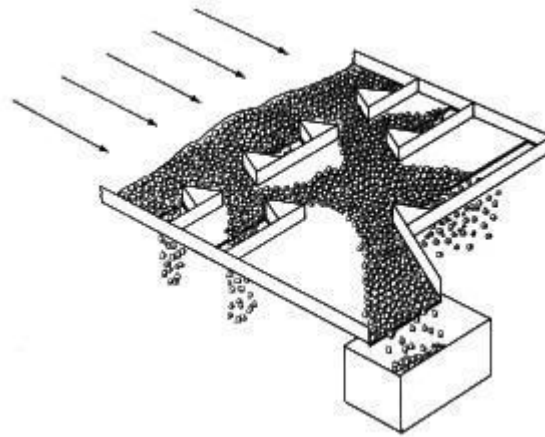


Figura A.1 - Ilustração do método de subdivisão de table sampling [18].

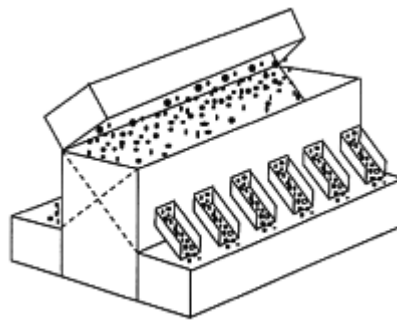


Figura A.2 - Ilustração do método de subdivisão de repartição em calhas [18].

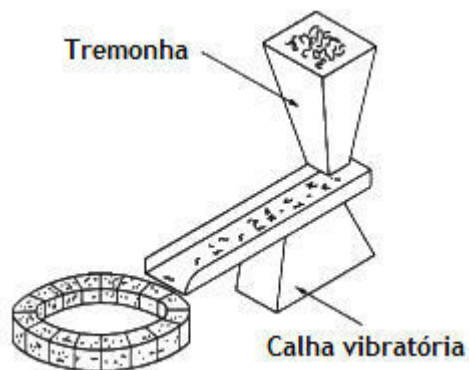


Figura A.3 - Ilustração do método de subdivisão de spin riffing [18].

A.2 Válvulas de Doseador

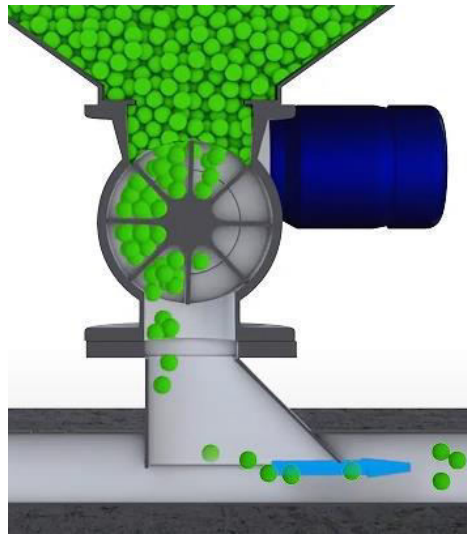


Figura A.4 - Ilustração do funcionamento de uma válvula alveolar.

Fonte: <https://www.youtube.com/watch?v=-fLGtONpcQA&t> - acessado em outubro 2020.

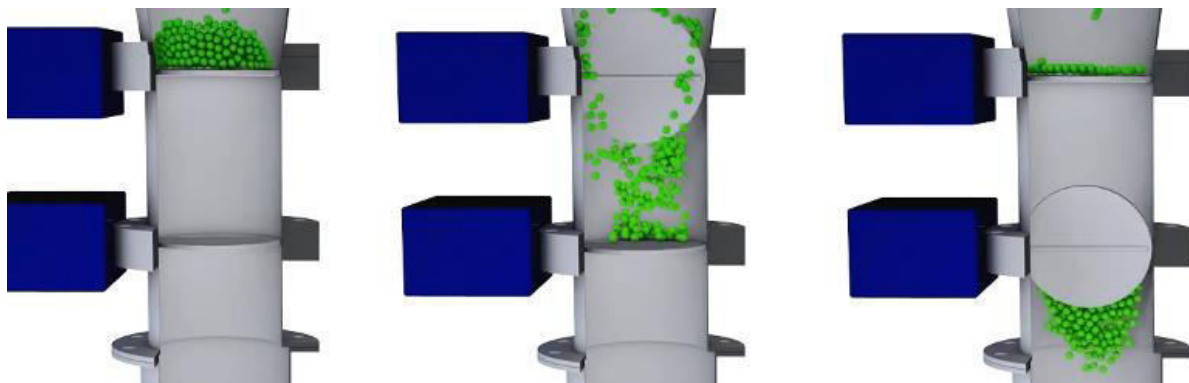


Figura A.5 - Ilustração do funcionamento de válvulas borboleta.

Fonte: <https://www.youtube.com/watch?v=-fLGtONpcQA&t> - acessado em outubro 2020.

B Apêndice

B.1 Dados da Análise do Método de Amostragem

Tabela B.1 - Valores obtidos na linha 3 usados na análise do método de amostragem.

Caixa	Momento	Local	Amostra	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)
1	Enchimento	Doseador	1	1	43,8	5,41
				2	43,8	5,36
				3	43,8	5,39
			2	1	43,4	5,02
				2	43,4	5,01
				3	43,4	5,06
			3	1	45,2	4,68
				2	45,3	4,67
				3	45,0	4,69
			4	1	43,3	5,14
				2	43,3	5,17
				3	43,4	5,14
			5	1	40,2	5,89
				2	40,5	5,83
				3	40,5	5,88
			6	1	44,1	5,26
				2	44,1	5,11
				3	44,0	5,11
			7	1	38,8	6,39
				2	39,0	6,34
				3	38,7	6,44
			8	1	44,1	5,34
				2	43,9	5,35
				3	43,9	5,32
			9	1	43,5	5,29
				2	43,8	5,23
				3	43,6	5,29
			10	1	39,1	6,42
				2	39,1	6,48
				3	38,8	6,51
2			1	1	45,4	4,65
				2	45,5	4,68
				3	45,5	4,68
			2	1	45,0	4,88
				2	45,2	4,79
				3	45,2	4,85
			3	1	43,5	5,15

				2	43,3	5,23
				3	43,4	5,20
			4	1	42,7	5,31
				2	42,4	5,39
				3	42,4	5,36
			5	1	39,9	6,18
				2	40,0	6,19
				3	39,8	6,24
			6	1	41,3	5,69
				2	41,3	5,60
				3	41,2	5,67
			7	1	44,1	5,11
				2	44,1	5,12
				3	44,1	5,11
			8	1	39,7	6,40
				2	39,6	6,43
				3	39,5	6,49
			9	1	41,0	5,77
				2	40,9	5,82
				3	40,8	5,84
			10	1	44,0	5,23
				2	44,3	5,16
				3	44,1	5,22
1		Meio	1	1	42,9	5,46
				2	42,7	5,45
				3	42,8	5,44
2		Meio	1	1	43,1	5,34
				2	43,2	5,36
				3	43,0	5,17
1		Canto1	2	1	43,0	5,31
				2	42,9	5,28
				3	42,7	5,29
2		Canto1	2	1	41,2	5,60
				2	41,3	5,60
				3	41,4	5,63
1		Canto2	3	1	41,0	5,80
				2	40,9	5,82
				3	41,0	5,81
2		Canto2	3	1	42,3	5,64
				2	42,0	5,68
				3	42,2	5,66
1		Canto3	4	1	41,8	5,52
				2	41,8	5,57
				3	41,8	5,54
2		Canto3	4	1	42,0	5,45
				2	42,1	5,38

				3	42,1	5,41
1	Canto 4	5	1	1	42,7	5,37
				2	42,5	5,39
				3	42,7	5,32
2			1	1	41,5	5,73
				2	41,3	5,81
				3	41,7	5,73

Tabela B.2 - Valores obtidos na linha 8 usados na análise do método de amostragem.

Caixa	Momento	Local	Amostra	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)
1	Enchimento	Doseador	1	1	41,8	7,38
				2	41,5	7,49
				3	41,6	7,53
			2	1	41,1	8,08
				2	40,8	8,06
				3	40,7	8,10
			3	1	41,3	7,85
				2	41,3	7,80
				3	41,1	7,83
			4	1	41,5	7,66
				2	41,3	7,74
				3	41,4	7,66
			5	1	40,9	7,98
				2	41,0	7,89
				3	41,0	7,91
			6	1	41,0	8,73
				2	41,2	8,13
				3	41,5	8,12
			7	1	41,0	8,38
				2	40,7	8,44
				3	41,0	8,30
			8	1	41,1	8,25
				2	40,9	8,99
				3	40,7	8,46
			9	1	41,2	8,14
				2	41,6	8,18
				3	40,9	8,90
			10	1	40,9	9,11
				2	41,7	8,24
				3	41,1	8,37
2			1	1	41,4	8,48
				2	41,1	8,46
				3	41,2	8,55
			2	1	41,4	8,48
				2	41,4	8,44

				3	41,4	8,46
			3	1	41,1	8,45
				2	41,0	9,11
				3	41,2	8,41
			4	1	41,0	9,12
				2	41,2	9,05
				3	41,7	8,30
			5	1	41,8	8,24
				2	41,9	8,18
				3	41,7	8,25
			6	1	41,4	8,32
				2	41,1	8,72
				3	41,1	8,70
			7	1	40,8	9,45
				2	41,3	8,64
				3	41,0	8,74
			8	1	41,4	8,38
				2	41,2	8,35
				3	41,6	8,90
			9	1	40,8	8,53
				2	40,4	9,20
				3	40,6	8,54
			10	1	36,5	10,76
				2	36,5	10,76
				3	36,5	10,76
1	Fim	Meio	1	1	41,6	8,29
				2	41,7	8,31
				3	41,6	8,29
2		2	1	41,3	8,44	
			2	40,9	8,55	
			3	41,2	8,48	
1	Canto1	2	2	1	38,9	9,18
				2	38,5	9,90
				3	38,6	9,87
2		3	1	39,7	9,00	
			2	39,6	9,55	
			3	38,8	9,97	
1	Canto2	3	3	1	39,6	9,56
				2	39,6	9,55
				3	39,8	8,81
2		4	1	39,6	9,61	
			2	39,4	9,06	
			3	39,5	8,98	
1	Canto3	4	4	1	39,4	9,58
				2	39,6	8,94
				3	39,2	8,95

2	Canto 4	5	1	40,6	8,64
			2	40,6	8,66
			3	40,5	8,71
1			1	39,1	9,68
			2	39,4	9,02
			3	39,7	8,90
2			1	40,6	8,69
			2	40,6	8,77
			3	40,6	8,64

Tabela B.3 - Diferenças entre os valores médios nos diferentes locais de recolha para d_{50} e f_{10} da linha 8.

Variável	Análise	Diferença de \bar{x} (μm)	Variável	Análise	Diferença de \bar{x} (%)
d_{50}	Canto1-Doseador	-1,942	f_{10}	Canto1-Doseador	1,105
	Canto2-Doseador	-1,375		Canto2-Doseador	0,788
	Canto3-Doseador	-0,975		Canto3-Doseador	0,440
	Canto4-Doseador	-0,958		Canto4-Doseador	0,476
	Meio-Doseador	0,425		Meio-Doseador	-0,081

Tabela B.4 - Valores obtidos na linha 9 usados na análise do método de amostragem.

Caixa	Momento	Local	Amostra	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)
1	Enchimento	Doseador	1	1	46,7	6,35
				2	46,8	6,35
				3	46,8	6,39
			2	1	45,4	6,41
				2	45,5	6,45
				3	45,4	6,47
			3	1	43,8	6,71
				2	43,7	6,69
				3	44,0	6,60
			4	1	44,6	6,69
				2	44,6	6,75
				3	44,8	6,63
			5	1	46,7	5,97
				2	46,2	6,04
				3	46,4	6,02
			6	1	47,2	6,27
				2	47,1	6,31
				3	46,9	6,37
			7	1	48,2	5,75
				2	48,8	5,67

				3	48,5	5,70
			8	1	47,6	5,96
				2	47,6	5,92
				3	47,2	5,99
			9	1	47,6	6,02
				2	47,4	6,04
				3	47,8	5,94
			10	1	46,2	6,15
				2	46,6	6,09
				3	46,1	6,19
2			1	1	44,6	6,65
				2	44,0	6,67
				3	44,5	6,60
			2	1	46,9	6,28
				2	46,5	6,36
				3	47,0	6,26
			3	1	46,0	6,45
				2	46,8	6,27
				3	45,7	6,42
			4	1	46,5	5,95
				2	46,2	5,98
				3	45,9	6,04
			5	1	48,0	5,74
				2	48,1	5,70
				3	47,7	5,81
			6	1	46,4	6,37
				2	46,6	6,33
				3	46,5	6,32
			7	1	44,7	6,60
				2	44,7	6,59
				3	44,9	6,50
			8	1	45,3	6,34
				2	45,5	6,31
				3	45,6	6,35
			9	1	46,4	6,01
				2	46,5	6,00
				3	46,4	6,02
			10	1	47,8	5,85
				2	47,9	5,83
				3	47,6	5,91
1	Fim	Meio	1	1	45,9	6,44
				2	45,9	6,49
				3	46,0	6,47
2				1	46,2	6,07
				2	46,1	6,10
				3	46,2	6,05

1	Canto1	2	1	47,1	6,31
			2	47,3	6,31
			3	47,2	6,28
2		2	1	46,4	6,14
			2	46,4	6,12
			3	45,9	6,16
1	Canto2	3	1	46,3	6,55
			2	46,4	6,53
			3	46,4	6,55
2		3	1	46,2	6,11
			2	46,2	6,13
			3	46,3	6,11
1	Canto3	4	1	46,6	6,38
			2	46,7	6,36
			3	45,5	6,56
2		4	1	44,8	6,73
			2	44,8	6,68
			3	45,0	6,70
1	Canto 4	5	1	46,4	6,51
			2	46,3	6,51
			3	46,1	6,57
2		5	1	46,5	6,17
			2	46,1	6,24
			3	46,3	6,18

Tabela B.5 - Diferenças entre os valores médios nos diferentes locais de recolha para d_{50} e f_{10} da linha 9.

Variável	Análise	Diferença de \bar{x} (μm)	Variável	Análise	Diferença de \bar{x} (%)
d_{50}	Canto1-Doseador	0,393	f_{10}	Canto1-Doseador	-0,003
	Canto2-Doseador	-0,023		Canto2-Doseador	0,107
	Canto3-Doseador	-0,757		Canto3-Doseador	0,345
	Canto4-Doseador	-0,040		Canto4-Doseador	0,140
	Meio-Doseador	-0,273		Meio-Doseador	0,047

B.2 Dados do Estudo da Uniformidade do Processo de Fabrico

Tabela B.6 - Valores obtidos da tinta T_a usados na análise da uniformidade do processo de fabrico.

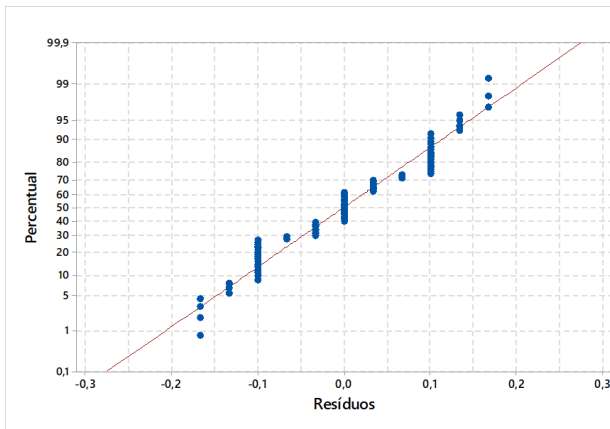
Caixa	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)	Caixa	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)
13	1	42,4	5,72	159	1	42,7	5,71
	2	42,5	5,67		2	42,6	5,69
	3	42,7	5,58		3	42,8	5,66
19	1	43,1	5,40	164	1	42,5	5,68
	2	43,2	5,40		2	42,6	5,65
	3	43,1	5,46		3	42,6	5,60
25	1	42,7	5,61	172	1	42,6	5,65
	2	42,8	5,60		2	42,4	5,69
	3	43,0	5,51		3	42,6	5,65
37	1	43,1	5,51	184	1	43,2	5,54
	2	42,9	5,56		2	43,0	5,58
	3	43,0	5,55		3	43,2	5,54
39	1	43,0	5,51	186	1	42,0	6,01
	2	42,9	5,58		2	42,0	5,95
	3	43,0	5,56		3	42,1	5,92
68	1	42,3	5,69	216	1	42,5	5,72
	2	42,4	5,71		2	42,5	5,73
	3	42,3	5,77		3	42,5	5,70
91	1	42,2	5,79	217	1	42,2	5,67
	2	42,0	5,78		2	42,4	5,71
	3	42,2	5,80		3	42,4	5,66
111	1	42,2	5,74	225	1	42,6	5,64
	2	42,2	5,78		2	42,5	5,68
	3	42,1	5,75		3	42,5	5,68
122	1	42,7	5,58	235	1	41,1	6,21
	2	42,8	5,58		2	41,1	6,23
	3	42,8	5,59		3	41,3	6,20
125	1	42,9	5,59	236	1	42,0	5,95
	2	43,1	5,58		2	42,2	5,92
	3	43,0	5,56		3	42,2	5,88
127	1	42,7	5,70	259	1	42,4	5,74
	2	42,9	5,67		2	42,3	5,78
	3	42,7	5,68		3	42,3	5,79
141	1	40,9	6,34	261	1	42,2	5,79
	2	40,6	6,36		2	42,3	5,78
	3	40,7	6,44		3	42,4	5,75
151	1	42,8	5,71	271	1	42,1	5,81
	2	42,8	5,70		2	42,1	5,84
	3	42,9	5,68		3	41,9	5,83

152	1	42,5	5,72	286	1	45,1	5,35
	2	42,5	5,73		2	45,0	5,40
	3	42,6	5,71		3	44,9	5,41
158	1	42,9	5,59	313	1	44,1	5,58
	2	42,7	5,63		2	44,0	5,59
	3	42,9	5,61		3	44,0	5,56

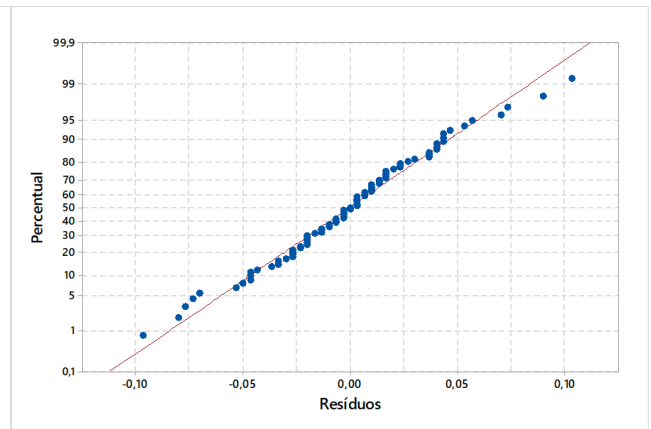
Tabela B. 7 - Valores obtidos da tinta T_b usados na análise da uniformidade do processo de fabrico.

Caixa	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)	Caixa	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)
5	1	40,2	7,22	107	1	37,0	8,06
	2	40,3	7,22		2	37,3	8,03
	3	40,4	7,23		3	37,1	8,08
13	1	40,2	7,14	112	1	37,2	8,31
	2	40,0	7,20		2	37,0	8,31
	3	40,1	7,15		3	37,1	8,29
15	1	40,0	7,08	120	1	38,2	7,66
	2	39,9	7,12		2	38,1	7,64
	3	39,8	7,17		3	38,2	7,67
25	1	39,9	7,18	122	1	37,7	7,86
	2	40,0	7,18		2	37,6	7,85
	3	40,2	7,07		3	37,6	7,90
28	1	39,0	7,34	124	1	38,1	7,86
	2	38,9	7,32		2	37,8	7,83
	3	38,7	7,33		3	38,0	7,84
34	1	39,4	7,34	131	1	37,7	7,92
	2	39,3	7,28		2	37,6	7,97
	3	39,6	7,28		3	37,4	8,01
39	1	38,7	7,57	134	1	37,3	7,91
	2	38,6	7,52		2	37,1	7,97
	3	38,5	7,57		3	37,2	8,00
64	1	38,5	7,50	144	1	37,8	7,72
	2	38,3	7,57		2	37,9	7,69
	3	38,6	7,43		3	37,8	7,72
68	1	38,8	7,57	145	1	37,7	7,81
	2	38,8	7,44		2	37,5	7,78
	3	38,8	7,39		3	37,6	7,76
73	1	38,1	7,75	146	1	37,5	7,84
	2	38,3	7,65		2	37,6	7,83
	3	38,2	7,58		3	37,4	7,84
83	1	38,0	7,89	153	1	38,1	7,64
	2	37,9	7,91		2	38,1	7,60
	3	38,1	7,89		3	38,0	7,65
96	1	38,1	7,78	158	1	37,8	7,84
	2	37,9	7,78		2	37,7	7,87

	3	38,0	7,73		3	37,6	7,89
98	1	37,6	8,02	159	1	37,7	7,96
	2	37,6	8,01		2	37,6	8,06
	3	37,7	7,96		3	37,5	7,94
99	1	39,9	7,53	165	1	39,2	7,50
	2	39,8	7,59		2	39,1	7,59
	3	40,0	7,53		3	39,0	7,55
102	1	38,1	7,85	167	1	38,3	7,61
	2	38,0	7,70		2	38,4	7,72
	3	38,2	7,84		3	38,2	7,66

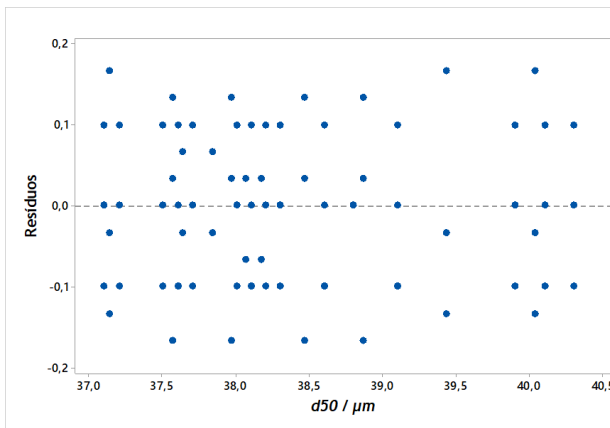


a)

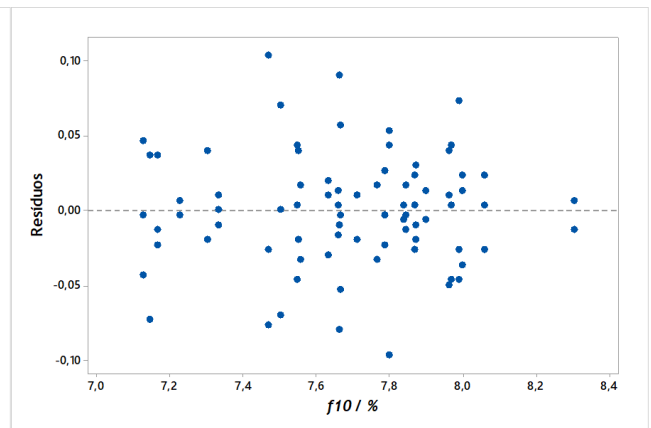


b)

Figura B.1 - Teste da normalidade da tinta T_b para a) d_{50} e b) f_{10} .

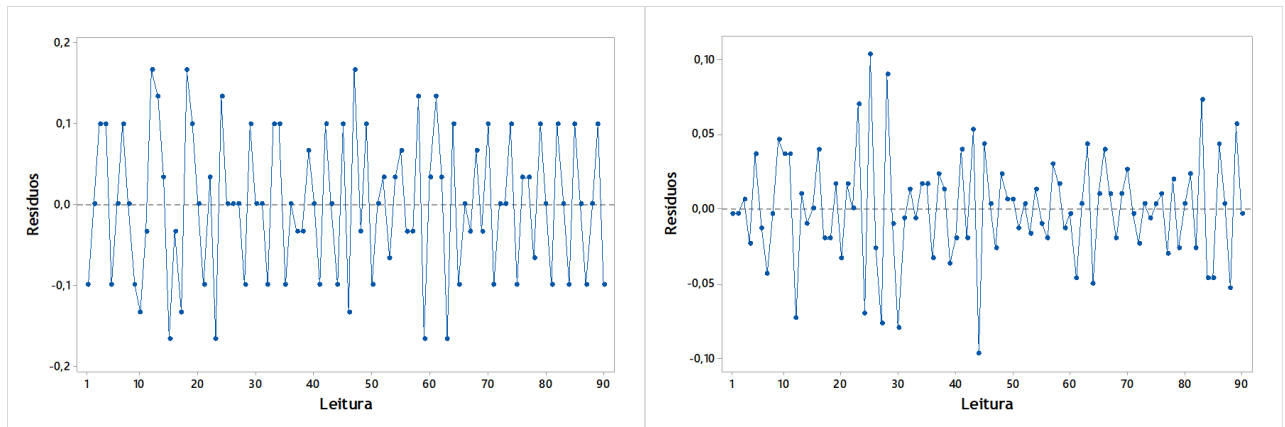


a)



b)

Figura B.2 - Resíduos da tinta T_b vs a) d_{50} e b) f_{10} .



a)

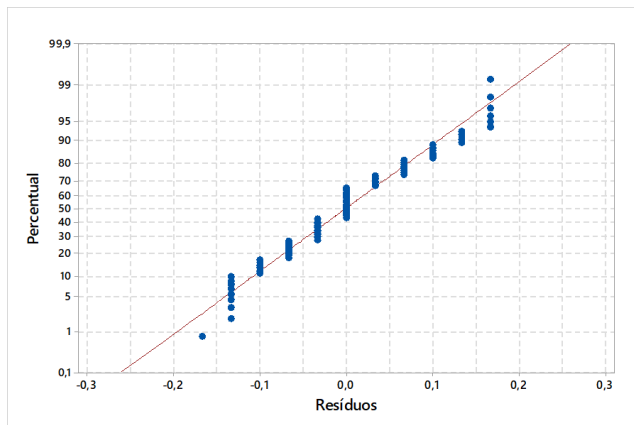
b)

Figura B.3 - Resíduos da tinta T_b vs tempo para a) d_{50} e b) f_{10} .

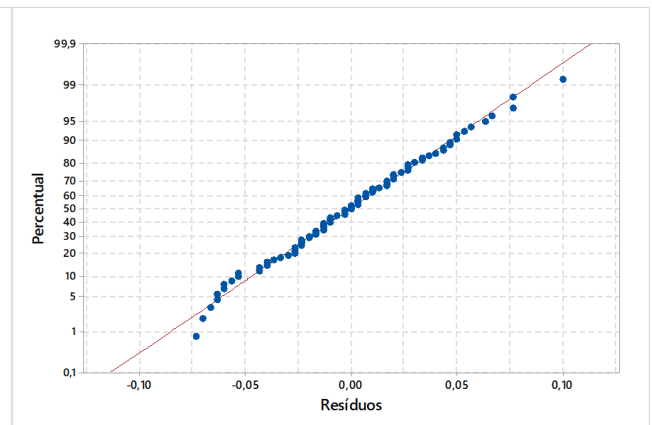
Tabela B.8 - Valores obtidos da tinta T_c usados na análise da uniformidade do processo de fabrico.

Caixa	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)	Caixa	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)
10	1	41,3	6,62	285	1	41,2	6,77
	2	41,3	6,53		2	41,1	6,86
	3	41,2	6,65		3	41,4	6,72
76	1	40,7	6,74	302	1	41,0	6,72
	2	40,7	6,80		2	40,8	6,74
	3	40,7	6,67		3	40,7	6,88
89	1	41,9	6,48	321	1	41,4	6,65
	2	41,6	6,51		2	41,5	6,66
	3	41,7	6,52		3	41,6	6,67
105	1	39,9	7,28	336	1	41,3	6,72
	2	39,7	7,16		2	41,5	6,60
	3	39,8	7,26		3	41,5	6,64
143	1	40,3	7,04	339	1	40,4	6,97
	2	40,1	7,05		2	40,2	7,03
	3	40,3	7,09		3	40,3	7,03
147	1	40,3	6,94	351	1	41,4	6,66
	2	40,1	7,05		2	41,4	6,63
	3	40,2	7,01		3	41,3	6,70
151	1	40,6	6,97	356	1	41,4	6,74
	2	40,4	7,03		2	41,2	6,73
	3	40,4	7,08		3	41,3	6,71
155	1	40,4	6,96	362	1	41,2	6,92
	2	40,2	7,03		2	41,0	6,85
	3	40,2	7,00		3	41,0	6,86
191	1	39,8	7,12	379	1	41,5	6,77
	2	39,8	7,07		2	41,3	6,71

	3	39,8	7,21		3	41,2	6,66
193	1	40,4	6,86	387	1	41,0	6,77
	2	40,3	6,88		2	41,0	6,79
	3	40,6	6,92		3	41,0	6,82
203	1	40,1	7,03	402	1	41,2	6,88
	2	40,1	7,05		2	41,1	6,87
	3	40,1	7,02		3	41,0	6,86
227	1	39,8	7,28	408	1	41,4	6,76
	2	39,9	7,23		2	41,3	6,83
	3	39,8	7,26		3	41,3	6,82
231	1	39,7	7,29	421	1	40,7	6,90
	2	39,7	7,28		2	40,7	6,83
	3	39,6	7,35		3	40,7	6,89
233	1	39,8	7,32	461	1	42,3	6,45
	2	39,5	7,39		2	42,5	6,45
	3	39,6	7,34		3	42,6	6,43
284	1	41,6	6,61	475	1	42,4	6,39
	2	41,6	6,68		2	42,4	6,37
	3	41,7	6,61		3	42,5	6,41

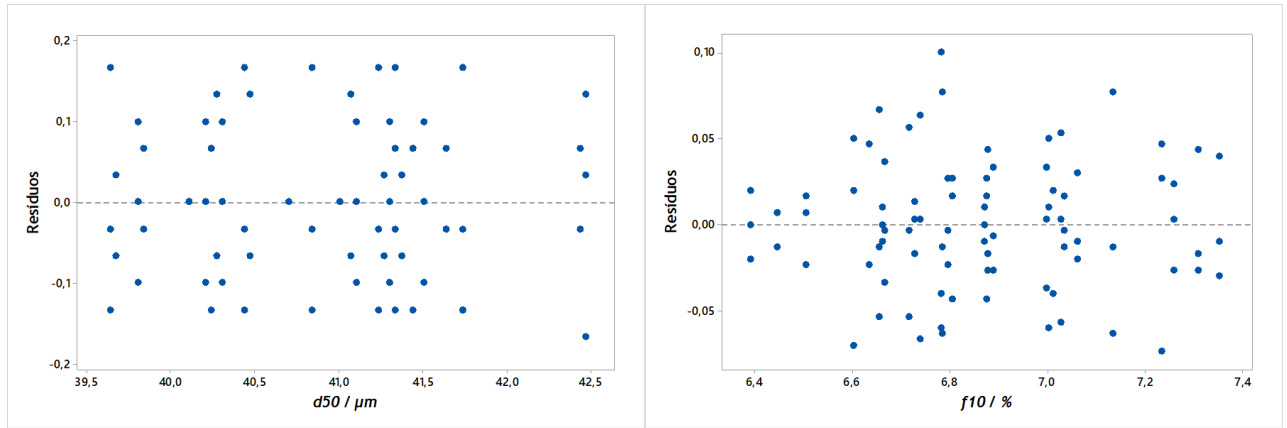


a)



b)

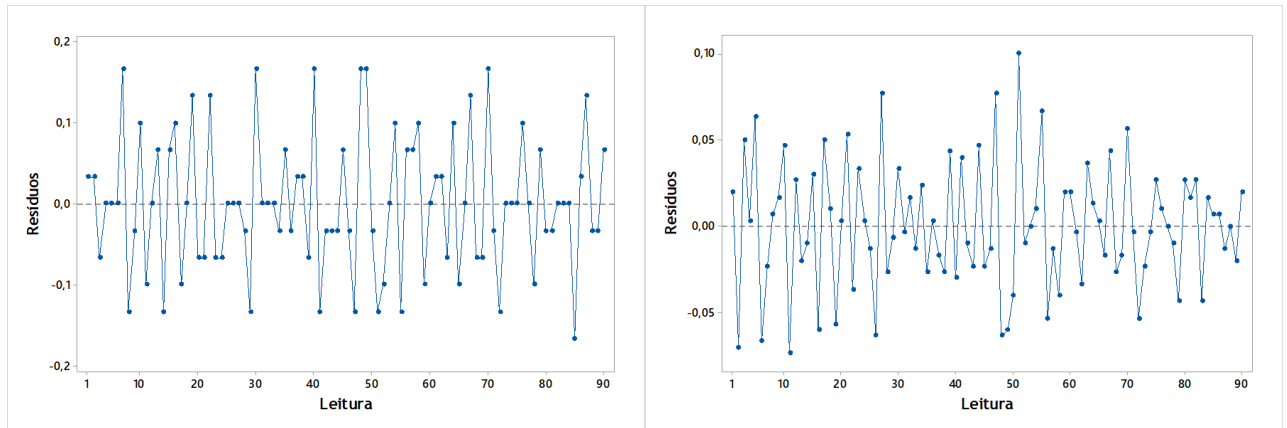
Figura B.4 - Teste da normalidade da tinta T_c para a) d_{50} e b) f_{10} .



a)

b)

Figura B.5 - Resíduos da tinta T_c vs a) d_{50} e b) f_{10} .



a)

b)

Figura B.6 - Resíduos da tinta T_c vs tempo para a) d_{50} e b) f_{10} .

B.3 Dados do Estudo do d_{St} e d_{ae}

Tabela B.9 - Valores das curvas de distribuição de tamanhos obtidos por difração laser para a tinta T_1 .

Leitura 1		Leitura 2		Leitura 3		Leitura média	
d_{geo} (μm)	Fração mássica (%)	d_{geo} (μm)	Fração mássica (%)	d_{geo} (μm)	Fração mássica (%)	d_{geo} (μm)	Fração mássica (%)
5	2,1	5	2,1	5	2,1	5	2,1
10	8,1	10	8,3	10	8,2	10	8,2
15	14,6	15	14,9	15	14,8	15	14,8
20	20,5	20	20,7	20	20,6	20	20,6
25	26,0	25	26,2	25	26,1	25	26,1
30	31,5	30	31,7	30	31,6	30	31,6
35	37,3	35	37,5	35	37,5	35	37,4
40	43,4	40	43,6	40	43,6	40	43,5
45	49,6	45	49,9	45	49,8	45	49,8
50	55,7	50	56,2	50	56,0	50	56,0
55	61,6	55	62,1	55	61,9	55	61,9

Tabela B.10 - Condições dos ensaios realizados na pipeta de Andreasen para a tinta T_1 .

Concentração de dispersante (g/L)	5,0009
Massa de pó inicial (g) (ensaio 1 e 2)	0,9996 0,9995
Volume inicial da pipeta (cm^3)	550
Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	25
Aceleração gravítica (m/s^2)	9,8
Massa volúmica T_1 (kg/m^3)	1512
Massa volúmica do fluido (kg/m^3)	997
Volume de amostra recolhida (cm^3)	10
Tamanho do peneiro (μm)	56
Massa total de tinta (g)	93,0
Massa de tinta abaixo de $56 \mu\text{m}$ (g)	54,6
Massa de tinta acima de $56 \mu\text{m}$ (g)	38,4

Tabela B.11 - Resultados obtidos do primeiro ensaio na pipeta de Andreasen para a tinta T₁.

Amostra	Tempo de recolha (s)	Altura de líquido (mm)	Velocidade terminal (m/s)	d_{St} (μm)	d_{ae} (μm)	Massa copo vazio (g)	Massa copo com amostra (g)	Massa de amostra (g)	Massa de tinta (g)	Fração mássica total (%)
0	0	195	---	56,0	68,9	7,4785	7,5396	0,0611	0,0111	58,7
1	240	191	$7,96 \times 10^{-4}$	50,3	61,8	7,6632	7,7282	0,0650	0,015	79,3
2	480	187	$3,90 \times 10^{-4}$	35,2	43,2	7,4686	7,5327	0,0641	0,0141	74,6
3	900	183	$2,03 \times 10^{-4}$	25,4	31,2	7,4878	7,5468	0,0590	0,009	47,6
4	1800	179	$9,94 \times 10^{-5}$	17,8	21,8	7,6127	7,6688	0,0561	0,0061	32,3
5	3600	175	$4,86 \times 10^{-5}$	12,4	15,3	7,4703	7,5250	0,0547	0,0047	24,9
6	7200	171	$2,37 \times 10^{-5}$	8,7	10,7	7,5968	7,6510	0,0542	0,0042	22,2
7	14400	168	$1,17 \times 10^{-5}$	6,1	7,5	7,5446	7,5972	0,0526	0,0026	13,7
8	25200	164	$6,51 \times 10^{-6}$	4,5	5,6	7,6462	7,6983	0,0521	0,0021	11,1
9	82800	160	$1,93 \times 10^{-6}$	2,5	3,0	7,4937	7,5453	0,0516	0,0016	8,5

Tabela B.12 - Resultados obtidos do segundo ensaio na pipeta de Andreasen para a tinta T₁.

Amostra	Tempo de recolha (s)	Altura de líquido (mm)	Velocidade terminal (m/s)	d_{St} (μm)	d_{ae} (μm)	Massa copo vazio (g)	Massa copo com amostra (g)	Massa de amostra (g)	Massa de tinta (g)	Fração mássica total (%)
0	0	195	---	56,0	68,9	7,4912	7,5517	0,0605	0,0105	58,7
1	240	191	$7,96 \times 10^{-4}$	50,3	61,8	7,4696	7,5328	0,0632	0,0132	73,8
2	480	187	$3,90 \times 10^{-4}$	35,2	43,2	7,4442	7,5061	0,0619	0,0119	66,5
3	900	183	$2,03 \times 10^{-4}$	25,4	31,2	7,4839	7,5422	0,0583	0,0083	46,4
4	1800	180	$1,00 \times 10^{-4}$	17,8	21,9	7,4968	7,5529	0,0561	0,0061	34,1
5	3600	176	$4,89 \times 10^{-5}$	12,5	15,3	7,4787	7,5334	0,0547	0,0047	26,3
6	7200	172	$2,39 \times 10^{-5}$	8,7	10,7	7,4912	7,5449	0,0537	0,0037	20,7
7	14400	168	$1,17 \times 10^{-5}$	6,1	7,5	7,4436	7,4961	0,0525	0,0025	14,0
8	25200	164	$6,51 \times 10^{-6}$	4,5	5,6	7,6027	7,6544	0,0517	0,0017	9,5
9	82800	160	$1,93 \times 10^{-6}$	2,5	3,0	7,5406	7,5922	0,0516	0,0016	8,9

Tabela B.13 - Valores das curvas de distribuição de tamanhos obtidos por difração laser para a tinta T₂.

Leitura 1		Leitura 2		Leitura 3		Leitura média	
d_{geo} (μm)	Fração mássica (%)	d_{geo} (μm)	Fração mássica (%)	d_{geo} (μm)	Fração mássica (%)	d_{geo} (μm)	Fração mássica (%)
5	2,4	5	2,4	5	2,4	5	2,4
10	9,5	10	9,6	10	9,7	10	9,6
15	17,8	15	18,0	15	18,1	15	18,0
20	25,9	20	26,3	20	26,4	20	26,2
25	34,0	25	34,4	25	34,5	25	34,3
30	42,0	30	42,5	30	42,5	30	42,3
35	49,8	35	50,3	35	50,3	35	50,1
40	57,3	40	57,7	40	57,8	40	57,6
45	64,3	45	64,6	45	64,8	45	64,6
50	70,7	50	70,8	50	71,0	50	70,8
55	76,3	55	76,2	55	76,6	55	76,4

Tabela B.14 - Condições dos ensaios realizados na pipeta de Andreasen para a tinta T₂.

Concentração de dispersante (g/L)	5,0009
Massa de pó inicial (g) (ensaio 1 e 2)	0,9999 1,0005
Volume inicial da pipeta (cm ³)	550
Temperatura (°C)	25
Aceleração gravítica (m/s ²)	9,8
Massa volúmica T ₁ (kg/m ³)	1630
Massa volúmica do fluido (kg/m ³)	997
Volume de amostra recolhida (cm ³)	10
Tamanho do peneiro (μm)	56
Massa total de tinta (g)	78,6
Massa de tinta abaixo de 56 μm (g)	52,7
Massa de tinta acima de 56 μm (g)	25,9

Tabela B.15 Resultados obtidos do primeiro ensaio na pipeta de Andreasen para a tinta T₂.

Amostra	Tempo de recolha (s)	Altura de líquido (mm)	Velocidade terminal (m/s)	d_{St} (μm)	d_{ae} (μm)	Massa copo vazio (g)	Massa copo com amostra (g)	Massa de amostra (g)	Massa de tinta (g)	Fração mássica total (%)
0	0	195	---	56,0	71,5	7,4695	7,529	0,0595	0,0095	67,0
1	240	191	$7,96 \times 10^{-4}$	45,3	57,9	7,5425	7,6042	0,0617	0,0117	82,6
2	480	187	$3,90 \times 10^{-4}$	31,7	40,5	7,6076	7,6655	0,0579	0,0079	55,8
3	900	183	$2,03 \times 10^{-4}$	22,9	29,3	7,5465	7,6016	0,0551	0,0051	36,0
4	1800	180	$1,00 \times 10^{-4}$	16,1	20,5	7,4446	7,498	0,0534	0,0034	24,0
5	3600	176	$4,89 \times 10^{-5}$	11,2	14,3	7,6503	7,7016	0,0513	0,0013	9,2
6	7200	172	$2,39 \times 10^{-5}$	7,9	10,0	7,4702	7,5208	0,0506	0,0006	4,2
7	14400	168	$1,17 \times 10^{-5}$	5,5	7,0	7,4953	7,5459	0,0506	0,0006	4,2
8	25200	164	$6,51 \times 10^{-6}$	4,1	5,2	7,4851	7,5356	0,0505	0,0005	3,5
9	82800	160	$1,93 \times 10^{-6}$	2,2	2,9	7,4923	7,5424	0,0501	0,0001	0,7

Tabela B.16 - Resultados obtidos do segundo ensaio na pipeta de Andreasen para a tinta T₂.

Amostra	Tempo de recolha (s)	Altura de líquido (mm)	Velocidade terminal (m/s)	d_{St} (μm)	d_{ae} (μm)	Massa copo vazio (g)	Massa copo com amostra (g)	Massa de amostra (g)	Massa de tinta (g)	Fração mássica total (%)
0	0	195	---	56,0	71,5	7,4676	7,5286	0,0610	0,0110	67,0
1	240	191	$7,96 \times 10^{-4}$	45,3	57,9	7,5406	7,6022	0,0616	0,0116	70,7
2	480	188	$3,92 \times 10^{-4}$	31,8	40,6	7,6057	7,6635	0,0578	0,0078	47,5
3	900	184	$2,04 \times 10^{-4}$	23,0	29,3	7,544	7,6002	0,0562	0,0062	37,8
4	1800	180	$1,00 \times 10^{-4}$	16,1	20,5	7,4427	7,4967	0,0540	0,0040	24,4
5	3600	176	$4,89 \times 10^{-5}$	11,2	14,3	7,6431	7,6948	0,0517	0,0017	10,4
6	7200	172	$2,39 \times 10^{-5}$	7,9	10,0	7,4669	7,5178	0,0509	0,0009	5,5
7	14400	168	$1,17 \times 10^{-5}$	5,5	7,0	7,4939	7,5447	0,0508	0,0008	4,9
8	25200	164	$6,51 \times 10^{-6}$	4,1	5,2	7,4835	7,5340	0,0505	0,0005	3,0
9	82800	160	$1,93 \times 10^{-6}$	2,2	2,9	7,4898	7,5400	0,0502	0,0002	1,2

Tabela B.17 - Valores das curvas de distribuição de tamanhos obtidos por difração laser para a tinta T₃.

Leitura 1		Leitura 2		Leitura 3		Leitura média	
d_{geo} (μm)	Fração mássica (%)	d_{geo} (μm)	Fração mássica (%)	d_{geo} (μm)	Fração mássica (%)	d_{geo} (μm)	Fração mássica (%)
5	2,4	5	2,4	5	2,4	5	2,4
10	9,6	10	9,5	10	9,5	10	9,5
15	17,8	15	17,8	15	17,6	15	17,7
20	25,3	20	25,3	20	25,1	20	25,3
25	32,2	25	32,2	25	32,0	25	32,1
30	38,7	30	38,6	30	38,5	30	38,6
35	44,9	35	44,8	35	44,7	35	44,8
40	51,0	40	50,8	40	50,8	40	50,9
45	56,9	45	56,7	45	56,7	45	56,7
50	62,5	50	62,2	50	62,2	50	62,3
55	67,6	55	67,4	55	67,3	55	67,5

Tabela B.18 - Condições dos ensaios realizados na pipeta de Andreasen para a tinta T₃.

Concentração de dispersante (g/L)	5,0009
Massa de pó inicial (g) (ensaio 1 e 2)	0,9998 1,0007
Volume inicial da pipeta (cm ³)	550
Temperatura (°C)	25
Aceleração gravítica (m/s ²)	9,8
Massa volúmica T ₁ (kg/m ³)	1721
Massa volúmica do fluido (kg/m ³)	997
Volume de amostra recolhida (cm ³)	10
Tamanho do peneiro (μm)	56
Massa total de tinta (g)	102,1
Massa de tinta abaixo de 56 μm (g)	59,0
Massa de tinta acima de 56 μm (g)	43,1

Tabela B.19 - Resultados obtidos do primeiro ensaio na pipeta de Andreasen para a tinta T₃.

Amostra	Tempo de recolha (s)	Altura de líquido (mm)	Velocidade terminal (m/s)	d_{St} (µm)	d_{ae} (µm)	Massa copo vazio (g)	Massa copo com amostra (g)	Massa de amostra (g)	Massa de tinta (g)	Fração mássica total (%)
0	0	195	---	56,0	73,5	7,4785	7,5353	0,0568	0,0068	57,8
1	150	192	$1,28 \times 10^{-3}$	53,8	70,5	7,6628	7,7242	0,0614	0,0114	96,9
2	240	188	$7,83 \times 10^{-4}$	42,1	55,2	7,4684	7,5310	0,0626	0,0126	107,1
3	480	184	$3,83 \times 10^{-4}$	29,4	38,6	7,4876	7,5470	0,0594	0,0094	79,9
4	900	180	$2,00 \times 10^{-4}$	21,3	27,9	7,6123	7,6696	0,0573	0,0073	62,0
5	1800	176	$9,78 \times 10^{-5}$	14,9	19,5	7,4695	7,5250	0,0555	0,0055	46,7
6	3600	172	$4,78 \times 10^{-5}$	10,4	13,6	7,5959	7,6484	0,0525	0,0025	21,2
7	7200	168	$2,33 \times 10^{-5}$	7,3	9,5	7,5438	7,5950	0,0512	0,0012	10,2
8	14400	164	$1,14 \times 10^{-5}$	5,1	6,7	7,645	7,6956	0,0506	0,0006	5,1
9	25200	160	$6,35 \times 10^{-6}$	3,8	5,0	7,4411	7,4912	0,0501	0,0001	0,8
10	82800	156	$1,88 \times 10^{-6}$	2,1	2,7	7,4383	7,4883	0,0500	0,0000	0,0

Tabela B.20 - Resultados obtidos do segundo ensaio na pipeta de Andreasen para a tinta T₃.

Amostra	Tempo de recolha (s)	Altura de líquido (mm)	Velocidade terminal (m/s)	d_{St} (μm)	d_{ae} (μm)	Massa copo vazio (g)	Massa copo com amostra (g)	Massa de amostra (g)	Massa de tinta (g)	Fração mássica total (%)
0	0	195	---	56,0	73,5	7,4905	7,5487	0,0582	0,0082	57,8
1	150	191	$1,27 \times 10^{-3}$	53,8	70,5	7,4691	7,5310	0,0619	0,0119	83,9
2	240	188	$7,83 \times 10^{-4}$	42,1	55,2	7,4438	7,5066	0,0628	0,0128	90,2
3	480	184	$3,83 \times 10^{-4}$	29,4	38,6	7,4838	7,5436	0,0598	0,0098	69,1
4	900	180	$2,00 \times 10^{-4}$	21,3	27,9	7,4958	7,5543	0,0585	0,0085	59,9
5	1800	176	$9,78 \times 10^{-5}$	14,9	19,5	7,4776	7,5335	0,0559	0,0059	41,6
6	3600	172	$4,78 \times 10^{-5}$	10,4	13,6	7,4901	7,5438	0,0537	0,0037	26,1
7	7200	168	$2,33 \times 10^{-5}$	7,3	9,5	7,4424	7,4942	0,0518	0,0018	12,7
8	14400	164	$1,14 \times 10^{-5}$	5,1	6,7	7,6014	7,6522	0,0508	0,0008	5,6
9	25200	160	$6,35 \times 10^{-6}$	3,8	5,0	7,5393	7,5897	0,0504	0,0004	2,8
10	82800	156	$1,88 \times 10^{-6}$	2,1	2,7	7,4922	7,5422	0,0500	0,0000	0,0

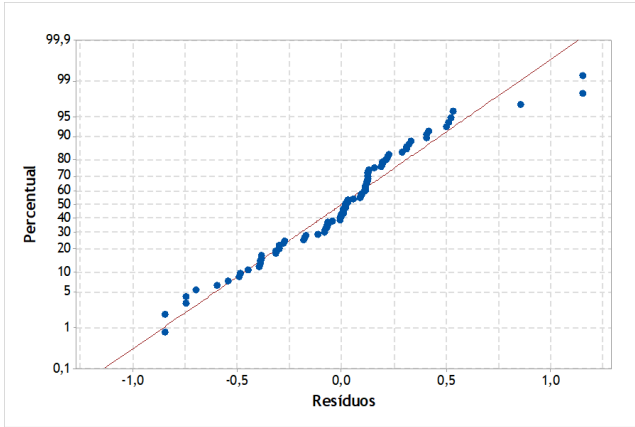
B.4 Dados do Estudo da Influência do Tamanho da Pastilha

Tabela B.21 - Valores obtidos da tinta T_d usados no estudo da influência do tamanho da pastilha.

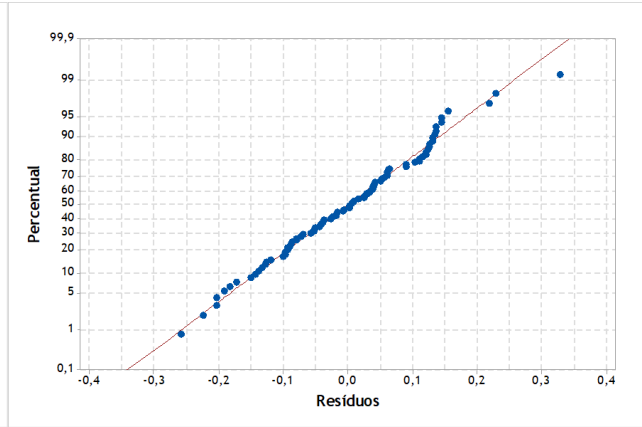
Tanque	Momento	Amostra	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)
1	Início	1	1	45,4	5,80
			2	45,3	5,83
			3	45,4	5,79
		2	1	46,0	5,70
			2	45,8	5,68
			3	45,8	5,82
	Meio	1	1	45,6	5,75
			2	45,7	5,71
			3	45,5	5,76
		2	1	45,3	5,86
			2	45,1	5,87
			3	45,1	5,89
	Fim	1	1	45,1	5,86
			2	44,9	5,88
			3	44,9	6,01
		2	1	44,6	6,06
			2	44,7	6,00
			3	44,6	6,08
2	Início	1	1	45,8	5,62
			2	45,9	5,61
			3	46,1	5,57
		2	1	45,6	5,73
			2	45,8	5,68
			3	45,8	5,70
	Meio	1	1	45,3	5,85
			2	45,4	5,91
			3	45,5	5,96
		2	1	45,4	5,91
			2	45,3	5,81
			3	45,5	5,94
	Fim	1	1	44,4	6,25
			2	44,6	6,22
			3	44,3	6,26
		2	1	44,1	6,25
			2	44,0	6,26
			3	44,1	6,22
3	Início	1	1	44,7	5,99
			2	44,7	5,98
			3	44,8	5,99

		2	1	46,7	5,63	
			2	46,7	5,65	
			3	46,4	5,65	
		Meio	1	1	45,1	5,99
				2	45,1	6,05
				3	45,2	5,97
			2	1	45,5	5,87
				2	45,7	5,92
				3	45,3	6,00
	Fim	1	1	44,5	6,08	
			2	44,3	6,15	
			3	44,4	6,18	
		2	1	43,9	6,46	
			2	43,6	6,56	
			3	43,8	6,45	
4	Início	1	1	45,3	5,91	
			2	45,4	5,97	
			3	45,6	5,90	
		2	1	45,2	5,97	
			2	45,6	5,92	
			3	45,4	5,92	
	Meio	1	1	44,4	6,05	
			2	44,5	6,07	
			3	44,7	6,03	
		2	1	45,6	5,97	
			2	45,5	5,92	
			3	45,5	5,92	
	Fim	1	1	44,3	6,21	
			2	44,5	6,15	
			3	44,4	6,11	
2		1	44,4	6,23		
		2	44,4	6,20		
		3	44,4	6,22		
5	Início	1	1	45,2	5,95	
			2	45,2	5,95	
			3	45,1	5,92	
		2	1	45,2	5,81	
			2	45,3	5,82	
			3	44,9	5,87	
	Meio	1	1	44,5	6,09	
			2	44,5	6,21	
			3	44,5	6,19	
		2	1	44,8	6,20	
			2	44,9	6,17	
			3	44,8	6,13	
Fim	1	1	44,0	6,27		

		2	43,8	6,35
		3	44,1	6,29
	2	1	44,3	6,19
		2	44,5	6,03
		3	44,2	6,16

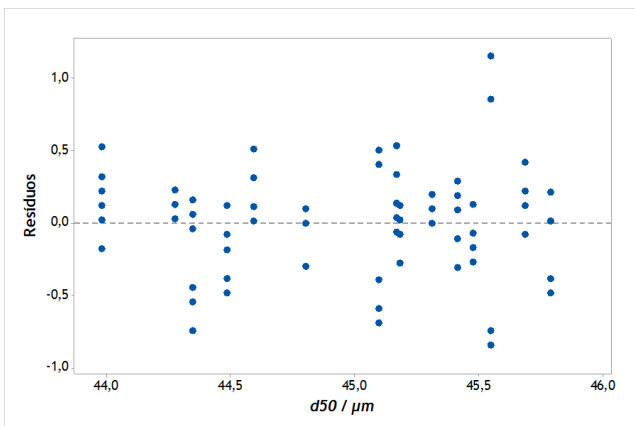


a)

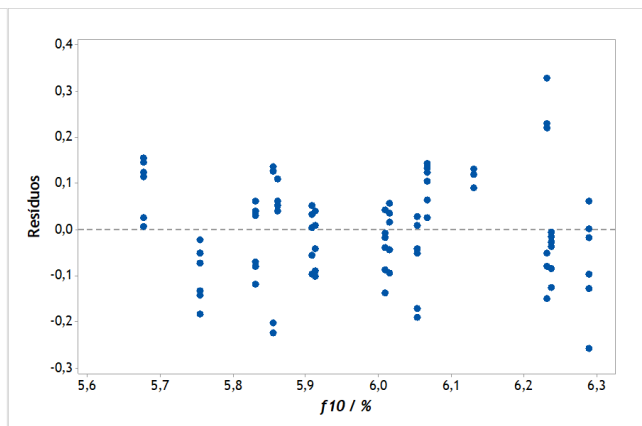


b)

Figura B.7 - Teste da normalidade da tinta T_d para a) d_{50} e b) f_{10} .

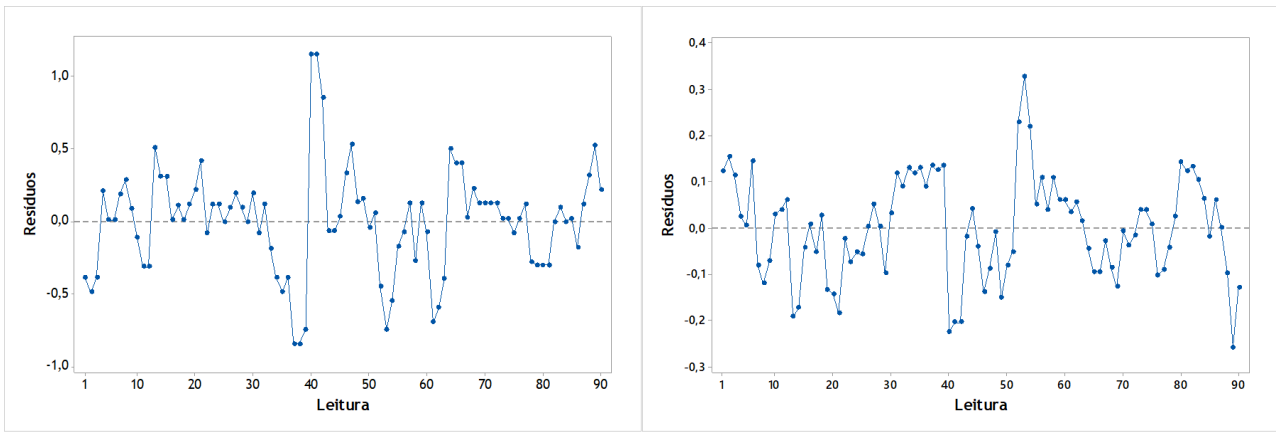


a)



b)

Figura B.8 - Resíduos da tinta T_d vs a) d_{50} e b) f_{10} .



a)

b)

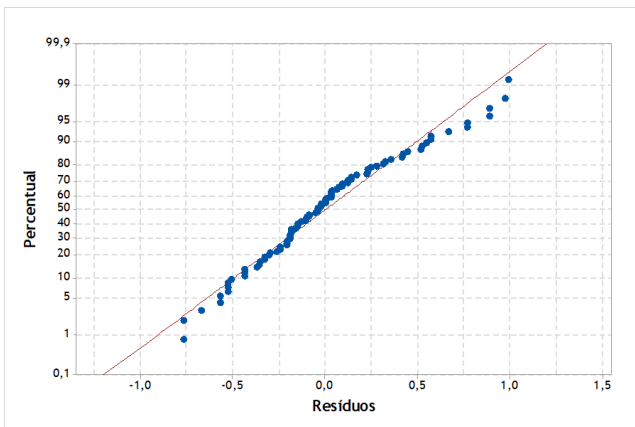
Figura B.9 - Resíduos da tinta T_d vs tempo para a) d_{50} e b) f_{10} .

Tabela B.22 - Valores obtidos da tinta T_e usados no estudo da influência do tamanho da pastilha.

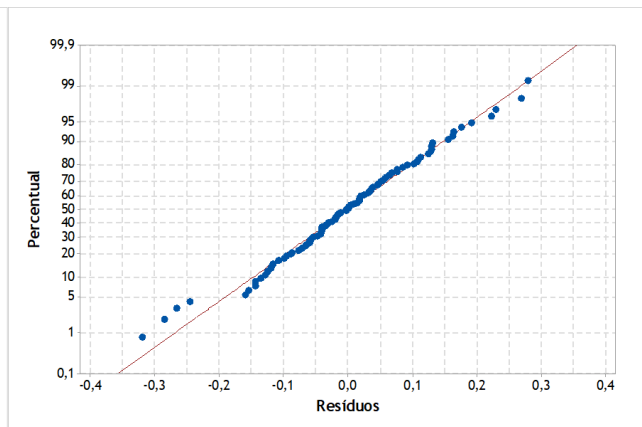
Tanque	Momento	Amostra	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)
1	Início	1	1	41,3	7,77
			2	41,2	7,80
			3	41,3	7,76
		2	1	41,0	7,80
			2	40,8	7,90
			3	40,9	7,88
	Meio	1	1	40,1	7,64
			2	40,3	7,98
			3	40,2	7,93
		2	1	40,1	8,09
			2	40,2	7,92
			3	40,1	7,92
	Fim	1	1	39,6	8,32
			2	39,8	8,31
			3	39,7	8,30
2		1	38,9	8,33	
		2	38,7	8,42	
		3	38,7	8,37	
2	Início	1	1	41,6	7,65
			2	41,6	7,67
			3	41,7	7,65
		2	1	41,2	7,76
			2	41,2	7,74
			3	41,2	7,70
	Meio	1	1	40,4	7,97
			2	40,2	8,00
			3	40,2	8,03

		2	1	41,0	7,82	
			2	40,8	7,96	
			3	40,8	7,78	
		Fim	1	1	40,4	8,01
				2	40,5	8,03
				3	40,4	8,05
	2	1	39,4	8,32		
		2	39,3	8,35		
		3	39,6	8,30		
	3	Início	1	1	41,0	7,78
				2	40,9	7,85
				3	40,7	7,96
2			1	41,5	7,76	
			2	41,6	7,75	
			3	41,3	7,74	
Meio		1	1	40,0	8,24	
			2	40,0	8,22	
			3	40,0	8,17	
		2	1	40,5	8,15	
			2	40,7	8,04	
			3	40,6	8,07	
Fim		1	1	38,9	8,43	
			2	38,9	8,44	
			3	39,2	8,42	
		2	1	38,4	8,73	
			2	38,4	8,76	
			3	38,4	8,65	
4	Início	1	1	41,0	7,79	
			2	40,7	7,90	
			3	40,9	7,88	
		2	1	41,0	7,72	
			2	41,0	7,79	
			3	40,8	7,83	
	Meio	1	1	41,1	7,94	
			2	40,9	7,94	
			3	40,7	7,93	
		2	1	40,2	8,05	
			2	40,3	8,02	
			3	40,1	8,03	
	Fim	1	1	39,1	8,50	
			2	38,9	8,52	
			3	38,9	8,53	
		2	1	38,1	8,79	
			2	38,1	8,78	
			3	38,2	8,74	

5	Início	1	1	41,0	7,80
			2	40,8	7,84
			3	40,9	7,96
		2	1	40,7	7,94
			2	40,6	7,94
			3	40,6	7,96
	Meio	1	1	39,4	8,21
			2	39,5	8,26
			3	39,7	8,18
		2	1	39,3	8,32
			2	39,1	8,36
			3	39,4	8,16
	Fim	1	1	38,1	8,68
			2	38,1	8,62
			3	38,2	8,58
		2	1	38,3	8,62
			2	38,7	8,58
			3	38,2	8,67

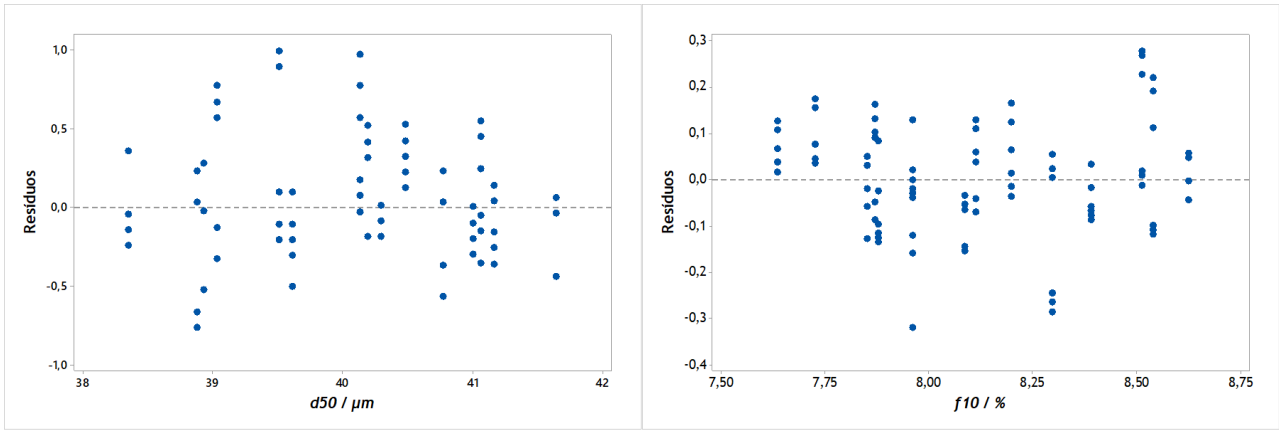


a)



b)

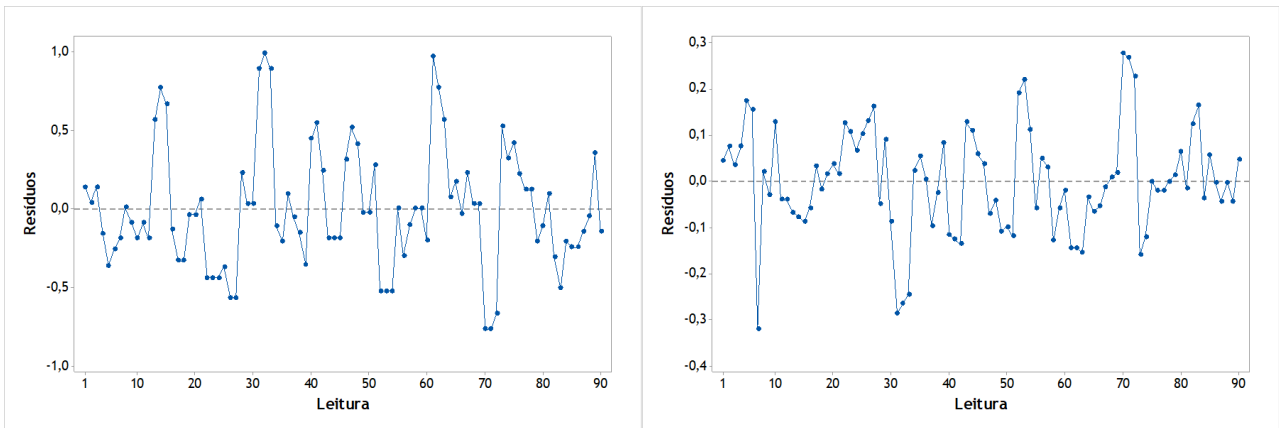
Figura B.10 - Teste da normalidade da tinta T_e para a) d₅₀ e b) f₁₀.



a)

b)

Figura B.11 - Resíduos da tinta T_e vs a) d_{50} e b) f_{10} .



a)

b)

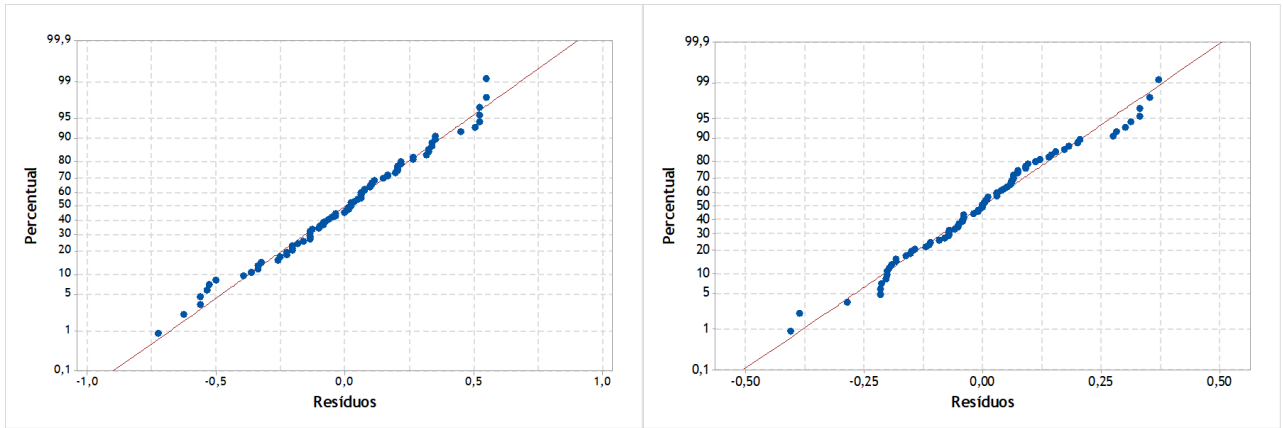
Figura B.12 - Resíduos da tinta T_e vs tempo para a) d_{50} e b) f_{10} .

B.5 Dados do Estudo da Influência da Carga na Formulação da Tinta

Tabela B.23 - Valores obtidos da tinta T_f usados no estudo da influência da quantidade de carga na formulação da tinta.

Ensaio	Quantidade de carga	Amostra	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)
1	Normal	1	1	39,7	9,29
			2	39,7	9,22
			3	39,8	9,23
		2	1	39,5	9,17
			2	39,5	9,18
			3	39,5	9,11
		3	1	39,1	9,54
			2	39,3	9,52
			3	39,3	9,48
	Adição de 5 kg	1	1	38,6	9,60
			2	38,9	9,45
			3	38,6	9,51
		2	1	38,6	9,61
			2	38,5	9,65
			3	38,5	9,56
		3	1	38,0	9,71
			2	38,4	9,66
			3	38,3	9,50
	Subtração de 5 kg	1	1	41,8	8,60
			2	41,5	8,56
			3	41,6	8,65
		2	1	41,8	8,57
			2	41,4	8,60
			3	41,5	8,59
3		1	41,6	8,63	
		2	41,9	8,52	
		3	41,7	8,49	
2	Normal	1	1	39,5	9,14
			2	39,5	9,14
			3	39,8	9,12
		2	1	39,8	9,11
			2	39,7	9,01
			3	39,9	9,06
		3	1	39,5	9,22
			2	39,6	9,17
			3	39,2	9,11
	Adição de 5 kg	1	1	38,1	9,71
			2	37,9	9,72
			3	37,9	9,84

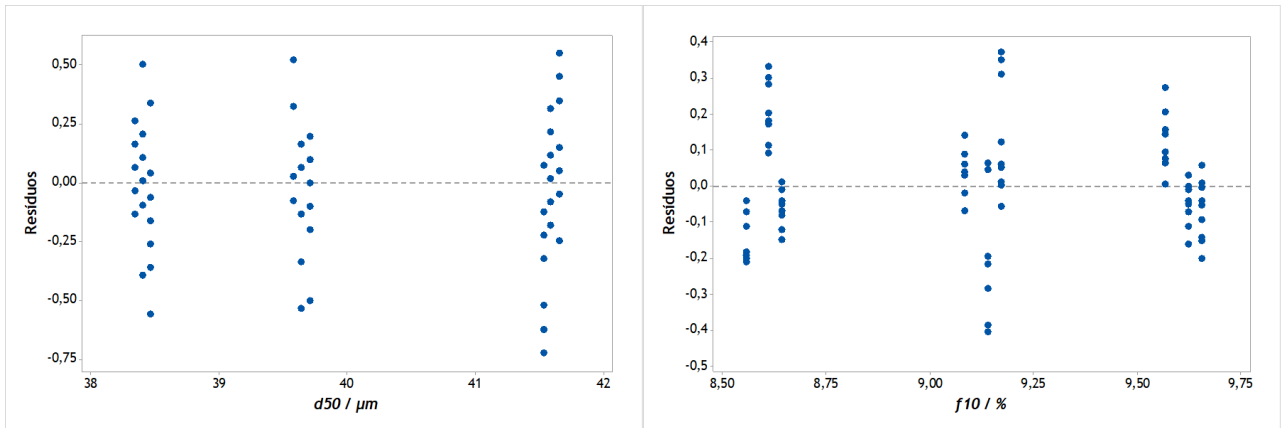
		2	1	38,3	9,77	
			2	38,4	9,64	
			3	38,2	9,57	
		3	1	38,5	9,64	
			2	38,8	9,63	
			3	38,8	9,66	
		Subtração de 5 kg	1	1	42,1	8,34
				2	42,0	8,35
				3	41,8	8,36
	2		1	42,2	8,37	
			2	42,0	8,37	
			3	42,2	8,35	
	3		1	41,4	8,44	
			2	41,6	8,51	
			3	41,7	8,48	
3	Normal	1	1	39,9	8,75	
			2	39,6	8,85	
			3	39,9	8,73	
		2	1	40,1	8,92	
			2	40,1	8,92	
			3	40,1	8,94	
		3	1	39,6	9,18	
			2	39,5	9,20	
			3	39,6	9,20	
		Adição de 5 kg	1	1	38,2	9,62
				2	38,3	9,62
				3	38,4	9,46
	2		1	38,6	9,61	
			2	38,6	9,65	
			3	38,4	9,55	
	3		1	38,3	9,57	
			2	38,2	9,51	
			3	38,5	9,58	
	Subtração de 5 kg	1	1	40,9	8,81	
			2	41,0	8,91	
			3	40,8	8,78	
		2	1	41,2	8,79	
			2	41,6	8,70	
			3	41,3	8,72	
		3	1	41,4	8,94	
			2	41,6	8,94	
			3	41,3	8,89	



a)

b)

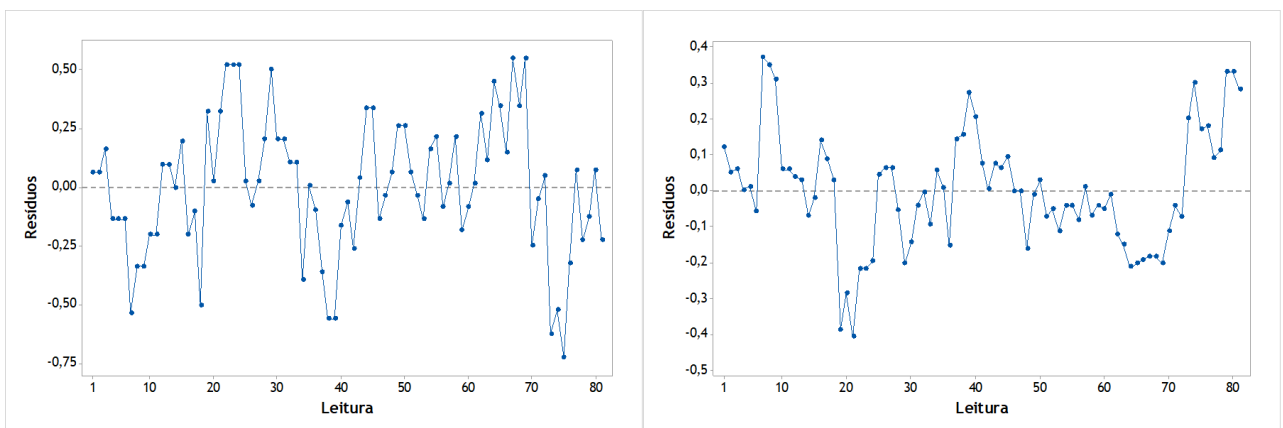
Figura B.13 - Teste da normalidade da tinta T_f para a) d_{50} e b) f_{10} .



a)

b)

Figura B.14- Resíduos da tinta T_f vs a) d_{50} e b) f_{10} .



a)

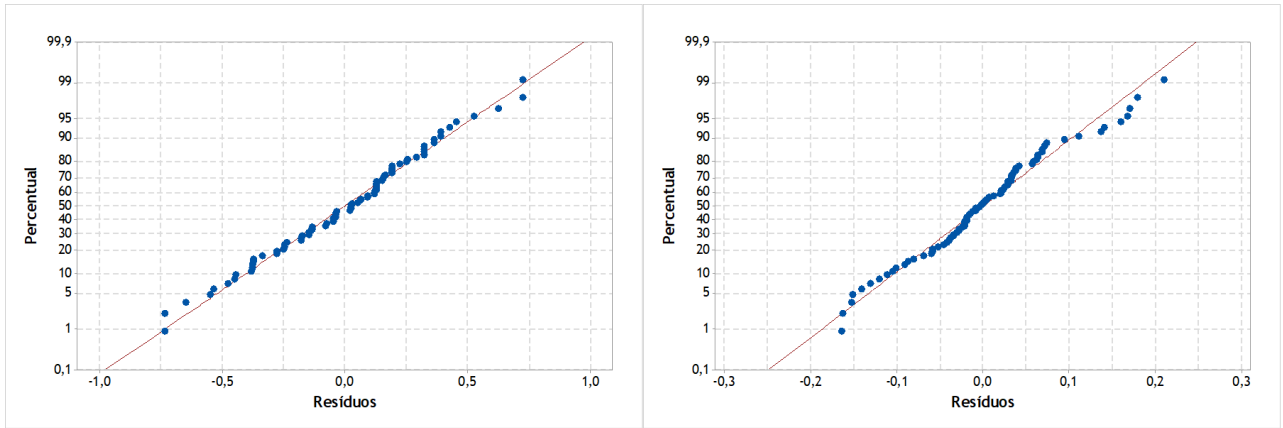
b)

Figura B.15 - Resíduos da tinta T_f vs tempo para a) d_{50} e b) f_{10} .

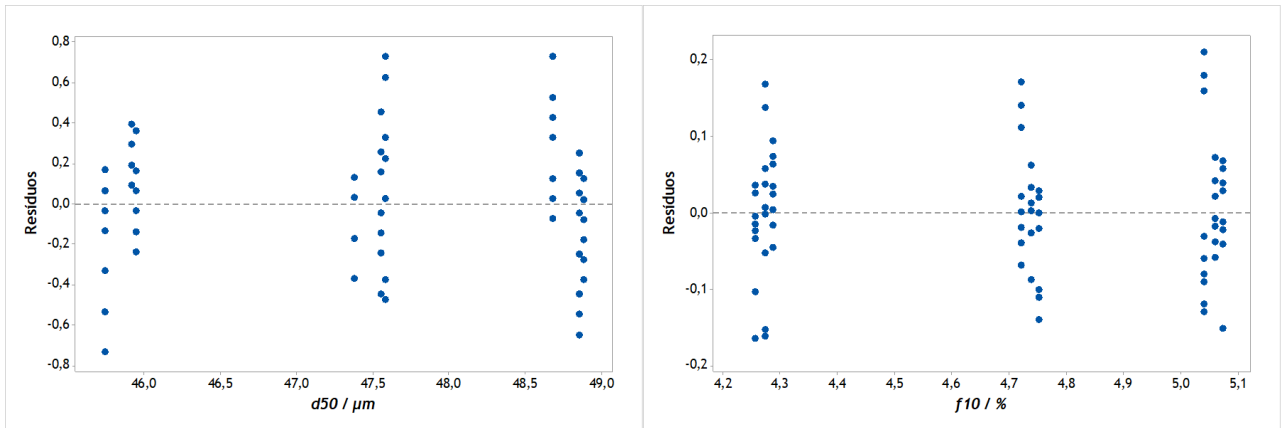
Tabela B.24 - Valores obtidos da tinta T_g usados no estudo da influência da quantidade de carga na formulação da tinta.

Ensaio	Quantidade de carga	Amostra	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)
1	Normal	1	1	48,3	4,61
			2	47,9	4,64
			3	48,2	4,65
		2	1	47,6	4,78
			2	47,8	4,75
			3	47,6	4,73
		3	1	47,1	4,77
			2	47,2	4,78
			3	47,2	4,73
	Adição de 5 kg	1	1	45,9	5,14
			2	45,8	5,11
			3	45,7	5,13
		2	1	46,3	5,05
			2	46,1	5,03
			3	46,3	5,06
		3	1	46,0	5,10
			2	45,9	5,14
			3	45,9	4,92
	Subtração de 5 kg	1	1	48,6	4,27
			2	48,5	4,29
			3	48,8	4,31
		2	1	49,0	4,35
			2	48,7	4,32
			3	49,0	4,24
3		1	48,6	4,36	
		2	48,7	4,35	
		3	48,9	4,38	
2	Normal	1	1	47,8	4,75
			2	48,0	4,71
			3	47,7	4,80
		2	1	47,4	4,65
			2	47,3	4,71
			3	47,1	4,77
		3	1	47,4	4,74
			2	47,5	4,77
			3	47,3	4,77
	Adição de 5 kg	1	1	46,1	5,05
			2	46,1	5,05
			3	46,2	5,00
		2	1	46,1	5,04
			2	46,0	5,13
			3	46,3	5,02

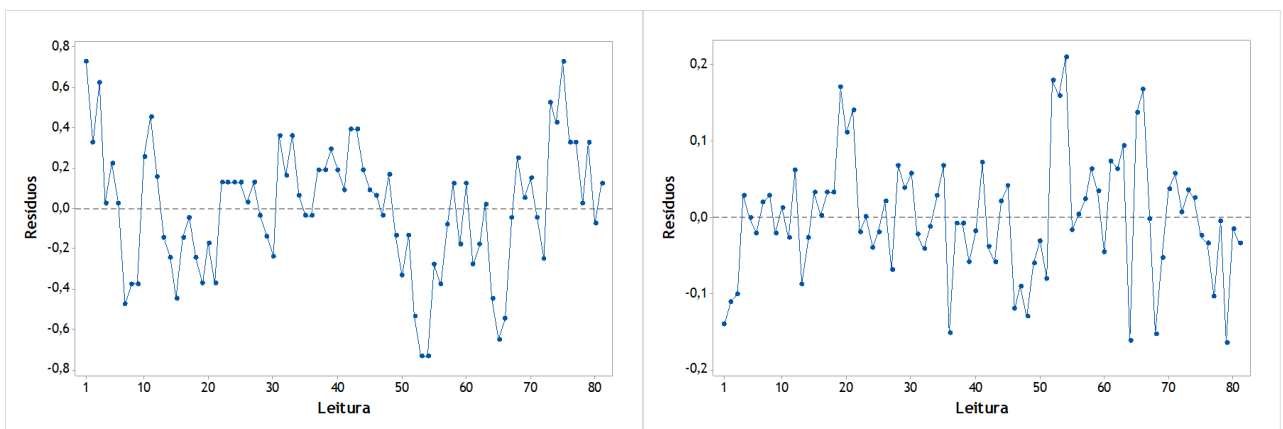
		3	1	46,3	5,00	
			2	46,1	5,08	
			3	46,0	5,10	
		Subtração de 5 kg	1	1	48,4	4,11
				2	48,2	4,41
				3	48,3	4,44
	2		1	48,8	4,27	
			2	49,1	4,12	
			3	48,9	4,22	
	3	1	49,0	4,31		
		2	48,8	4,33		
		3	48,6	4,28		
3	Normal	1	1	47,0	4,89	
			2	47,2	4,83	
			3	47,0	4,86	
		2	1	47,5	4,70	
			2	47,5	4,72	
			3	47,5	4,68	
		3	1	47,5	4,70	
			2	47,4	4,74	
			3	47,5	4,65	
		Adição de 5 kg	1	1	45,8	4,92
				2	45,7	4,95
				3	45,9	4,91
	2		1	45,6	4,98	
			2	45,4	5,01	
			3	45,6	4,96	
	3		1	45,2	5,22	
			2	45,0	5,20	
			3	45,0	5,25	
	Subtração de 5 kg	1	1	49,2	4,29	
			2	49,1	4,28	
			3	49,4	4,23	
		2	1	49,0	4,22	
			2	49,0	4,15	
			3	48,7	4,25	
3		1	49,0	4,09		
		2	48,6	4,24		
		3	48,8	4,22		



a) b)
 Figura B.16 - Teste da normalidade da tinta T_g para a) d_{50} e b) f_{10} .



a) b)
 Figura B.17 - Resíduos da tinta T_g vs a) d_{50} e b) f_{10} .

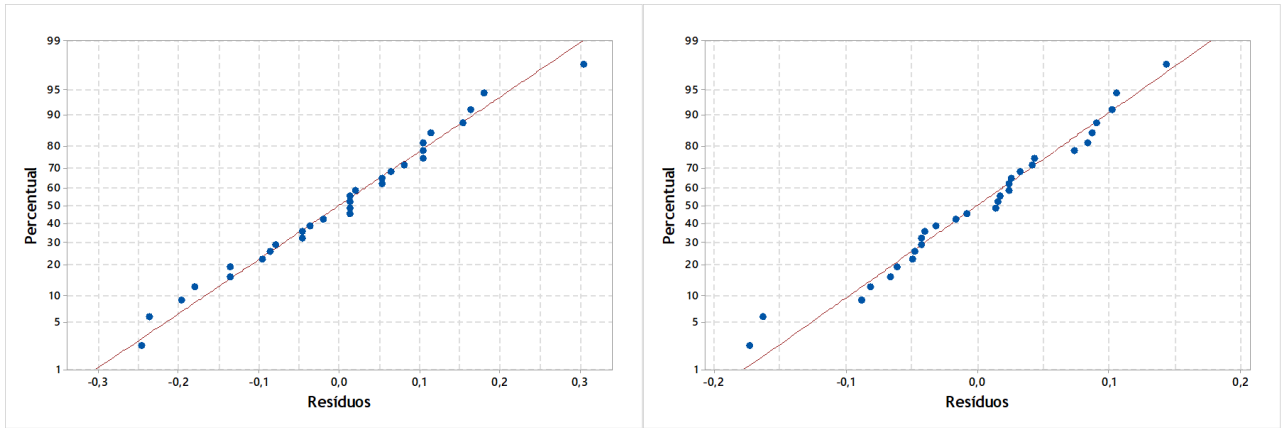


a) b)
 Figura B.18 - Resíduos da tinta T_g vs tempo para a) d_{50} e b) f_{10} .

B.6 Dados do Estudo da Influência do Desgaste das Peças do Moinho

Tabela B.25 - Valores obtidos da tinta T_h usados no estudo da influência do desgaste das peças do moinho.

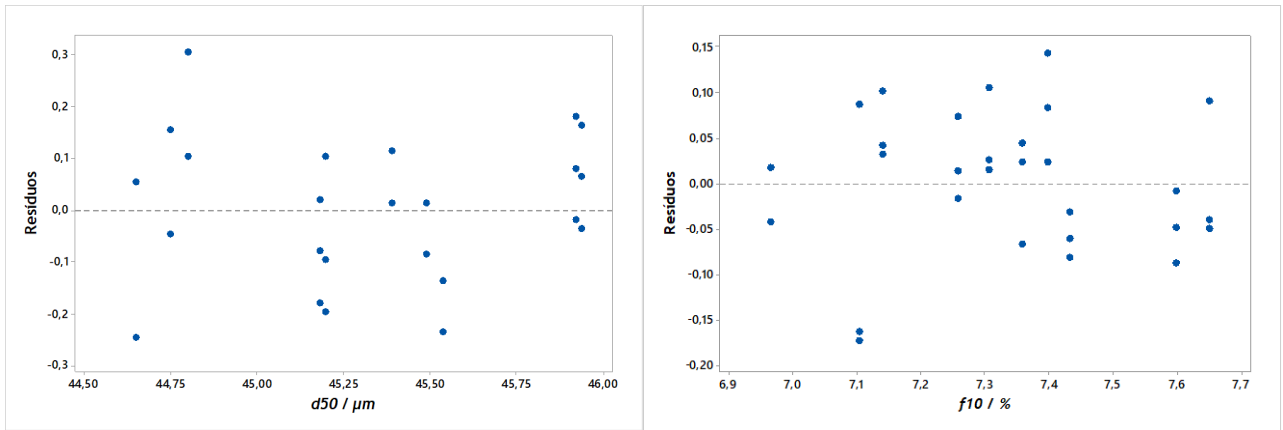
Troca de Peças	Amostra	Leitura	d_{50} (μm)	f_{10} (%)
Antes	1	1	45,9	7,33
		2	46,0	7,27
		3	46,1	7,24
	2	1	45,4	7,55
		2	45,4	7,59
		3	45,5	7,51
	3	1	45,4	7,35
		2	45,4	7,40
		3	45,3	7,37
	4	1	46,0	7,42
		2	45,9	7,54
		3	46,1	7,48
	5	1	45,5	7,74
		2	45,5	7,61
		3	45,4	7,60
Depois	1	1	45,1	6,92
		2	45,2	6,98
		3	45,0	6,92
	2	1	44,7	7,32
		2	44,7	7,33
		3	44,4	7,41
	3	1	44,9	7,18
		2	44,9	7,24
		3	45,1	7,17
	4	1	45,0	6,93
		2	45,1	6,94
		3	45,3	7,19
	5	1	44,7	7,40
		2	44,7	7,38
		3	44,9	7,29



a)

b)

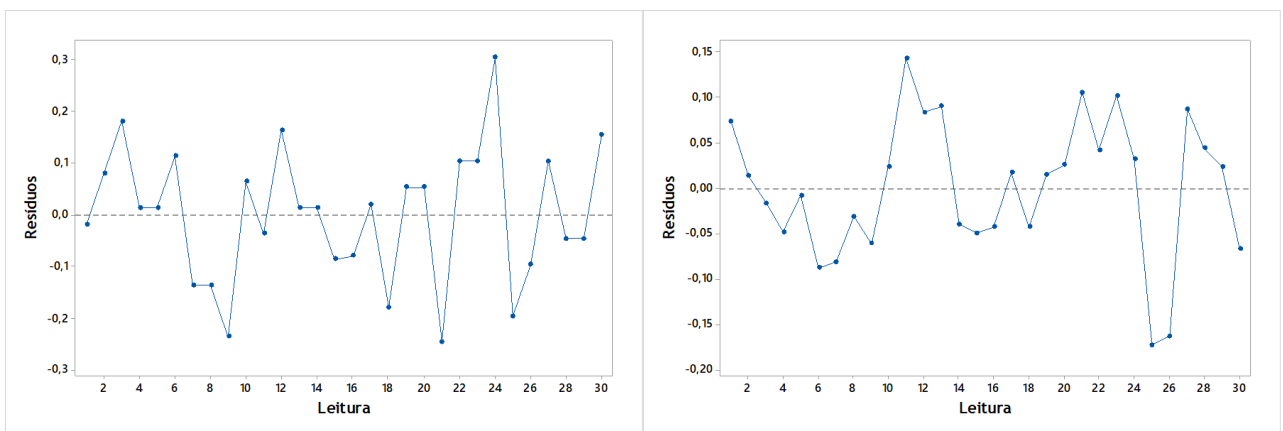
Figura B.19 - Teste da normalidade da tinta T_h para a) d_{50} e b) f_{10} .



a)

b)

Figura B.20 - Resíduos da tinta T_h vs a) d_{50} e b) f_{10}



a)

b)

Figura B.21 - Resíduos da tinta T_h vs tempo para a) d_{50} e b) f_{10} .