



Estudo e implementação de um método de análise na determinação da viscosidade dinâmica nas matérias primas

BEATRIZ MARTINS NUNES FERNANDES

Outubro de 2020



Estudo e implementação de um método de análise na determinação da viscosidade dinâmica nas matérias primas

18 de outubro 2020

Beatriz Martins Nunes Fernandes

ORIENTAÇÃO

Engenheira Carla Maciel – Continental Mabor - Indústria de Pneus, Sa

Doutor Paulo Silva – Instituto Superior de Engenharia do Porto

Dissertação Submetida como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia Química, ramo opcional Qualidade

Agradecimentos

A realização deste projeto bem como todo o percurso académico contou com importantes apoios e incentivos, aos quais estarei eternamente grata.

À Continental Mabor – Indústria de Pneus S.A. pela oportunidade de realizar o meu estágio curricular nas suas instalações. Ao Engenheiro Pedro Maia por ter aceitado que integrasse um dos projetos da sua equipa e por todo o apoio dado.

À Engenheira Carla Maciel, pela orientação dada na empresa, por todo o esforço e dedicação que me prestou e pelo auxílio, aconselhamento e planeamento de todo o trabalho que me permitiu crescer profissionalmente. À Sr.^a Clara Costa e ao Sr. ^o Rui Azevedo pelo auxílio durante o período de estágio presencial e por me fazerem sentir parte da equipa da Direção da Qualidade. Ao Ivo Costa, ao Nuno Maia e ao José Nogueira por me acolherem de braços abertos e me terem feito sentir um membro da equipa. À Ivânia Costa e ao André Lopes pelo acolhimento e amizade.

Ao Professor Doutor Paulo Silva pela orientação e apoio prestados, durante o tempo de estágio, sendo este um período atípico, e que me permitiu sentir apoiada pela instituição de ensino.

À grande família Nunes que me incentivou a continuar esta caminhada, que me deu força nos momentos mais difíceis e pelas alegrias que me dão todos os dias. À família Freitas pela amizade e carinho, por me limparem as lágrimas nas derrotas e por festejarem comigo as vitórias. À Filipa Mota, Joel Mota e Bárbara Pais pela amizade e pelo apoio nas etapas boas e menos boas desta caminhada.

Por fim, agradecer ao Bruno pelo amor, confiança, amizade e por estar presente todos os dias, aos meus irmãos por me fazerem crescer pessoalmente sabendo que me apoiaram sempre que foi necessário e um agradecimento especial aos meus pais pelo apoio e por fazerem os possíveis e impossíveis para que este sonho fosse tornado realidade.

Resumo

A presente dissertação descreve o estudo e implementação de um método de teste para a determinação da viscosidade dinâmica de matérias primas numa empresa da indústria automóvel. Este projeto desenvolvido em ambiente industrial insere-se no último ano do Mestrado em Engenharia Química, no ramo de Qualidade para conclusão do curso. Este trabalho foi desenvolvido na empresa Continental Mabor – Indústria de Pneus S.A. do grupo alemão em Portugal que se dedica ao fabrico de pneus, mais concretamente no laboratório de matérias primas no Departamento da Qualidade.

Os principais objetivos do estágio curricular foram o estudo e implementação de um método de análise, em que se determina a viscosidade dinâmica das matérias primas líquidas – Viscosidade de Brookfield para a sua aprovação quando estas são rececionadas. Ainda englobou a organização do laboratório de acordo com a política dos 5S's e a verificação da atividade laboratorial que está a ser executada atualmente.

O método analítico foi validado pelo Departamento de Metrologia depois da aplicação de vários testes estatísticos. Neste trabalho recorreu-se ao estudo estatístico do Tipo 1 – Estudo da Capacidade e ao estudo do Tipo 2 – Estudo do Fator de Repetibilidade e reprodutibilidade. No estudo do Tipo 1 obteve-se valores de capacidade referente à repetibilidade de 2,02 e de capacidade referente à repetibilidade e bias de 1,83, o que são superiores a 1,33. No Estudo do Tipo 2 obteve-se um número de categorias distintas de 516 que é superior a 5 sendo este um critério de validação, outro critério é a percentagem do fator de repetibilidade e reprodutibilidade em que se obteve o valor de 18,26% e uma vez que está entre 10 e 30% é marginalmente aceite, mas idealmente deveria ser inferior a 10%. Quanto ao ensaio de Cross-Check obteve-se um valor de viscosidade de 1242,7 cP que é muito próximo do valor de referência, 1250 cP, apresentando um erro de 0,6%.

Através do estudo das possíveis interferências que o método poderá apresentar, verificou-se que as que mais tem influência são o nível apresentando um erro máximo de 5,49%, e a temperatura uma vez que com o aumento desta a viscosidade diminui. Segue-se a presença de bolhas de ar na solução em que o erro máximo foi de 4,75% a posição da marca do rotor com um erro máximo de 3,28% e o auto-zero com um erro máximo de 1,56%. Por fim quanto à influência do tempo verificou-se que a viscosidade não varia

com o tempo e quanto à influência da velocidade de rotação, quando são aplicadas as condições especificadas para cada análise a viscosidade também pouco varia.

Quanto ao estudo da evolução da viscosidade das matérias primas com a temperatura verificou-se que para as matérias primas estudadas a viscosidade diminui com o aumento da temperatura. Concluiu-se que a matéria prima G tem uma temperatura ótima de utilização no processo de cerca 65°C. Para a matéria prima J a viscosidade estabiliza perto dos 30°C. Uma vez que se espera que esta varie o mínimo possível com a temperatura, assumiu-se o valor de referência como sendo o valor da viscosidade a 25°C. Assim, verificou-se um erro máximo de 43,5%, sendo um erro elevado conclui-se que a temperatura faz variar a viscosidade desta matéria prima, mais do que é esperado. Por fim pode-se dizer que o método foi implementado com sucesso uma vez que se efetuou todos os testes programados bem como a devida formação dos técnicos do laboratório.

Quanto aos 5S's foi possível concluir que as mudanças efetuadas no espaço físico do laboratório ajudaram a diminuir o tempo de procura e arrumação quer das amostras, quer dos materiais utilizados nas análises. O ambiente tornou-se assim mais limpo, organizado e seguro.

Palavras Chave: Pneus, Controlo de Qualidade, Viscosidade Dinâmica, Brookfield, 5S's

Abstract

The present essay describes the study and implementation of a test method to determine the dynamic viscosity of raw materials in an industrial automobile enterprise. Said project was developed in industrial environment and is inserted as part of the last year of the Masters degree in Chemical Engineering, in the Quality branch as part of the conclusion of said course. This essay was developed in Continental Mabor – Tire Industry S.A of the German group in Portugal which dedicates itself to the production of tires, more precisely in the laboratory of raw materials of the Quality Department.

The primary objectives of this scholar internship were the study and implementation of the new analysis method, one which the focus is the determination of the viscosity of raw liquid matter – Brookfield's viscosity for their approval when received from shipping, this is crucial during an initial step of the process, the mixing phase. Moreover, the internship also included the organization of the laboratory in strict following of the 5S's politic and current laboratorial activity verification.

The analytic method was approved by the Department of Metrology after the application of multiple statistic tests. In the present work it was resorted to the statistical study Type 1 – Study of capacitance and Type 2 – Study of Repeatability and Reproducibility. In this study, the values for the repeatability and repeatability with bias were 2.02 and 1.83 respectively, which are superior to 1.33 determining that the equipment is accepted by the Type 1 Study. Furthermore, in the Type 2 Study 516 was obtained as number of distinct categories, being that the criteria of acceptance is 5, this part of the study was validated. Moreover, the percentage of repeatability and reproducibility was 18.26% and given that it is between 10 and 30% it is only marginally accepted, since ideally it should be inferior to 10%. Relative to the Cross-Check trial a 1247.7 cP value of viscosity was attained which compared to the real value 1250 cP presents a 0,6% error and thus is very close to the reference value.

Through the study of possible interferences the method may present, it was found that the more influential was the level with a 5.49% error margin and the temperature given that the bigger the temperature the smaller is the value of the viscosity. The previous is followed by the presence of air bubbles in the solution in which the maximum error

found was 4.75%, the position of the spindle with a maximum value of 3.28% and the auto-zero with a maximum level of 1.56%. Relative to the influence of time it was found that the viscosity does not alter based on time and the velocity of the spindle when the specified conditions for each analysis are applied the viscosity is also mostly unaffected.

In the study of the changes of viscosity of raw materials created by the change of temperature, it was found that each raw material studied viscosity diminishes as temperature rises. It was concluded that the raw material G has an optimal temperature of 65°C for the process. For the raw material J, its viscosity stabilizes around 30°C. Given that it is expected that the viscosity variation is minimal with temperature, the value of viscosity at 25°C was assumed to be the reference value. Thus, it was found that a maximum error value of 43.5%, since the value is elevated, we can deduce that the temperature makes the viscosity vary, more so than expected. In the end it may be said that the method implemented with success since all programmed tests were done as well as the technicians of the lab which were educated on the process.

As for the 5S's implementation we can conclude that the changes applied to the physical space of the laboratory helped diminishing the time needed to find and store of the samples, as well of the materials used for analysis. The space became more organized, cleaner and safer.

Key words: Tires, Quality Control Department, Dynamic Viscosity, Brookfield, 5S's

Índice Geral

Capítulo 1 – Introdução.....	1
1.1. Enquadramento.....	1
1.2. Continental Mabor-Indústria de Pneus, S.A.....	1
1.3. Objetivos do Estágio.....	3
1.4. Estrutura da Dissertação	3
Capítulo 2- Pneus para Automóveis.....	5
2.1. Indústria de Componentes para Automóveis	5
2.2. Pneus e a sua evolução	5
2.3. Composição de Pneus	6
2.3.1. Piso	7
2.3.2. Reforço	7
2.3.3. Tela Têxtil	8
2.3.4. Camada Estanque.....	8
2.3.5. Parede Lateral	8
2.3.6. Talão	9
2.3.7. Carcaça	9
2.4. Processo de Produção de Pneus	9
2.4.1. Mistura	10
2.4.2. Preparação	10
2.4.3. Construção	10
2.4.4. Vulcanização.....	10
2.4.5. Inspeção Final.....	10
2.5. Materiais utilizados na Construção de Pneus	11
2.6. Controlo de Qualidade	12
Capítulo 3 - Técnicas de Controlo Implementadas	13
3.1. Viscosidade de Brookfield	13
3.1. Estudos Estatístico de Avaliação do Sistema de Medição.....	17
3.2.1. Estudo Tipo 1 – Estudo Cg/Cgk.....	18
3.2.2. Estudo Tipo 2 – Estudo R&R.....	20
3.2. 5S's	23
3.3.1. SEIRI – Senso de Utilização.....	24
3.3.2. SEITON – Senso de Organização.....	24
3.3.3. SEISO – Senso de Limpeza	24
3.3.4. SEIKETSU – Senso de Padronização e Saúde.....	24

3.3.5. SHITSUKE – Senso de Disciplina ou Autodisciplina	25
Capítulo 4 – Resultados e Discussão.....	27
4.1. Receção e Instalação do Viscosímetro de Brookfield	27
4.2. Verificação das Medições do Viscosímetro Recorrendo a Soluções Padrão	29
4.3. Estudo Estatísticos.....	30
4.4. Ensaio Cross-Check.....	33
4.5. Estudo das Interferências do Método.....	33
4.5.1. Nivelamento do Equipamento, Auto-zero, Posição do Rotor e Bolhas de Ar na Solução a Analisar	37
4.5.2. Velocidade de Rotação do Rotor.....	39
4.5.3. Estabilidade da medição num Intervalo de Tempo.....	41
4.5.4. Temperatura.....	42
4.6. Estudo da Influência da Temperatura na Viscosidade das Matérias Primas	43
4.7. Comparação dos Valores de Viscosidade Determinados Experimentalmente com os Indicados pelos Fornecedores.....	45
4.8. 5S's	46
Capítulo 6 – Conclusões.....	51
Bibliografia	55
ANEXOS.....	57
Anexo A – Estudo Cg e Cgk.....	57
Anexo B – Estudo R&R.....	58
Anexo C – Estudo das Possíveis Interferências do Método	60
Anexo D – Estudo da Influência da Temperatura nas Matérias Primas.....	76

Índice de Figuras

Figura 2.1. Representação da constituição do pneu em camadas: (1) piso, (2) cinta têxtil, (3) cinta metálica, (4) tela têxtil, (5) camada estanque, (6) parede lateral, (7) reforço, (8) cunha e (9) núcleo [7].	7
Figura 3.1. Representação do escoamento de um fluido.	14
Figura 3.2. Representação gráfica que ilustra a evolução de tensão de corte em função do gradiente de velocidades para diferentes tipos de fluidos [11].	15
Figura 3.3 Viscosímetro rotacional utilizado na implementação do método em estudo.	16
Figura 3.4. Esquema representativo da política dos 5S's.	23
Figura 4.1. Montagem do viscosímetro e do banho termostatizado.	27
Figura 4.2. Diagrama espinha de peixe para o método a implementar.	33
Figura 4.3. Diferentes posições da bolha do nível do equipamento estudadas.	34
Figura 4.4. Diferentes torques estudados.	35
Figura 4.5. Diferentes posições do rotor estudadas.	35
Figura 4.6. Solução com e sem a presença de bolhas de ar.	36
Figura 4.7. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da velocidade de rotação (rpm) a 25°C para a solução padrão 1 que tem uma viscosidade de 48,80cP.	39
Figura 4.8. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da velocidade de rotação (rpm) a 25°C para a solução padrão 2 que tem uma viscosidade de 495cP.	40
Figura 4.9. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da velocidade de rotação (rpm) a 25°C para a solução padrão 3 que tem uma viscosidade de 4870cP.	40
Figura 4.10. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função do tempo a 25°C para solução padrão 1 (cor azul) com o rotor LV1-S61 a 50 rpm, para a solução padrão 2 (cor de laranja) com o rotor LV2-S62 a 30 rpm e para a solução padrão 3 (cor cinza) com o rotor LV3-S63 a 20 rpm.	41
Figura 4.11. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da temperatura (°C) para a solução padrão 1 utilizando o rotor LV1-S61 e a 50 rpm.	42
Figura 4.12. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função a temperatura (°C) para a solução padrão 2 utilizando o rotor LV2-S62 e a 30 rpm.	42
Figura 4.13. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da temperatura (°C) para a solução padrão 3 utilizando o rotor LV3-S63 e a 20 rpm.	43
Figura 4.14. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da temperatura (°C) para a matéria prima G.	44
Figura 4.15. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da temperatura (°C) para a matéria prima J.	45
Figura 4.16. Fotografias do antes e o depois da implementação dos 5S's no laboratório.	48
Figura 4.17. Código de cores criado para a arrumação das amostras analisadas.	49
Figura 4.18. Fotografias do antes e depois da alteração da estante de arrumação das amostras analisadas.	50
Figura A.1. Estudo do Tipo 2 - Cg e Cgk realizado pelo Departamento de Metrologia.	57
Figura B.1. Primeira página do estudo do Tipo 2 - R&R realizado pelo Departamento de Metrologia.	58
Figura B.2. Segunda página do estudo do Tipo 2 - R&R realizado pelo Departamento de Metrologia.	59

Índice de Tabelas

Tabela 3.1. Parâmetros estatísticos a determinar para a avaliação do equipamento segundo o estudo do Tipo 2.....	21
Tabela 4.1. Valores de leitura máximos em cP de cada rotor para cada velocidade de rotação. 28	
Tabela 4.2. Representação das tolerâncias associadas ao equipamento, a cada solução padrão, a tolerância total e os respectivos limites.....	29
Tabela 4.3. Determinação das viscosidades das soluções padrão.	30
Tabela 4.4 Valores da tolerância e a sua amplitude, a média, o desvio padrão, bias e os valores de C_g e C_{gk} obtidos.	31
Tabela 4.5. Condições de análise para cada amostra, os valores de viscosidade dados pelos fornecedores e as respectivas tolerâncias definidas pela empresa.	31
Tabela 4.6. Valores da tolerância e a sua amplitude, repetibilidade, reprodutibilidade, fator de repetibilidade e reprodutibilidade e do número de categorias distintas obtidos.....	32
Tabela 4.7. Valor de viscosidade médio obtido e valor de referência.....	33
Tabela 4.8. Resultados obtidos para cada parâmetro estudado e o respectivo erro máximo.	38
Tabela 4.9. Resultados obtidos da medição da viscosidade (cP) a 25°C para cada matéria-prima.	46
Tabela C.1. Resultados obtidos no estudo do nível para a solução padrão 1 a 25°C, utilizando o rotor LV1-S61 a 50 rpm.....	60
Tabela C.2. Resultados obtidos no estudo do nível para a solução padrão 2 a 25°C, utilizando o rotor LV2-S62 a 30 rpm.	61
Tabela C.3. Resultados obtidos no estudo do nível para a solução padrão 3 a 25°C, utilizando o rotor LV3-S63 a 20 rpm.....	61
Tabela C.4. Resultados obtidos no estudo do auto-zero para a solução padrão 1 a 25°C, utilizando o rotor LV1-S61 a 30 rpm.	62
Tabela C.5. Resultados obtidos no estudo do auto-zero para a solução padrão 2 a 25°C, utilizando o rotor LV2-S62 a 30 rpm.	62
Tabela C.6. Resultados obtidos no estudo do auto-zero para a solução padrão 3 a 25°C, utilizando o rotor LV3-S63 a 20 rpm.	62
Tabela C.7. Resultados obtidos no estudo da posição da marca do rotor para a solução padrão 1 a 25°C, utilizando o rotor LV1-S61 a 50 rpm.	63
Tabela C.8. Resultados obtidos no estudo da posição da marca do rotor para a solução padrão 2 a 25°C, utilizando o rotor LV2-S62 a 30 rpm.	63
Tabela C.9. Resultados obtidos no estudo da posição da marca do rotor para a solução padrão 3 a 25°C, utilizando o rotor LV3-S63 a 20 rpm.	64
Tabela C.10. Resultados obtidos no estudo da presença/ausência de bolhas de ar na solução padrão 1 a 25°C, utilizando o rotor LV1-S61 a 50 rpm.	64
Tabela C.11. Resultados obtidos no estudo da presença/ausência de bolhas de ar na solução padrão 2 a 25°C, utilizando o rotor LV2-S62 a 30 rpm.	64
Tabela C.12. Resultados obtidos no estudo da presença/ausência de bolhas de ar na solução padrão a 25°C, utilizando o rotor LV3-S63 a 20 rpm.	65
Tabela C.13. Resultados obtidos no estudo da influência da velocidade de rotação a 25°C para a solução padrão 1 com o rotor LV1-S61.	65
Tabela C.14. Resultados obtidos no estudo da influência da velocidade de rotação a 25°C para a solução padrão 2 com o rotor LV2-S62.	67
Tabela C.15. Resultados obtidos no estudo da influência da velocidade de rotação a 25°C para a solução padrão 3 com o rotor LV3-S63.	68
Tabela C.16. Resultados obtidos no estudo da influência do tempo a 25°C para a solução padrão 1 com o rotor LV1-S61 e a 50 rpm.	70

Tabela C.17. Resultados obtidos no estudo da influência do tempo a 25°C para a solução padrão 2 com o rotor LV2-S62 e a 30 rpm	71
Tabela C.18. Resultados obtidos no estudo da influência do tempo a 25°C para a solução padrão 3 com o rotor LV3-S63 e a 20 rpm.	73
Tabela C.19. Resultados obtidos no estudo da influência da temperatura para as diferentes soluções padrão.	75
Tabela D.1. Resultados obtidos no estudo da influência da temperatura na viscosidade para a matéria prima G.....	77
Tabela D.2. Resultados obtidos no estudo da influência da temperatura na viscosidade para a matéria prima J.....	78

Lista de Siglas

GRR – Gage Repeatability and Reproducibility (Fator de Repetibilidade e Reprodutibilidade)

MSA – Measurement Systems Analysis (Análise de Sistema de Medição)

NDC – Number of Distinct Categories (Número de categorias distintas)

R&R – Repetibilidade e Reprodutibilidade

Lista de Símbolos

TW – Amplitude da tolerância

C_g – Índice de capacidade (repetibilidade)

C_{gk} – Índice de capacidade (repetibilidade e bias)

v_r – Velocidade de rotação

Capítulo 1 – Introdução

Neste capítulo é descrito de forma introdutória o contexto da realização do presente projeto de estágio.

Inicialmente é apresentado o enquadramento do projeto, referindo a empresa onde foi realizado e explicado o motivo da sua realização. Posteriormente é abordado um breve resumo sobre a empresa em questão e de seguida os objetivos esperados são delineados, assim como a metodologia utilizada para os atingir. Por último é apresentada a estrutura da presente dissertação por forma a orientar o leitor.

1.1. Enquadramento

A cada estudante compete a missão de realizar uma dissertação para concluir o Mestrado em Engenharia Química, ramo Qualidade. Esta tanto pode ser realizada em ambiente académico como em ambiente industrial.

A presente dissertação é o relatório de um projeto realizado em ambiente industrial, na empresa Continental Mabor – Indústria de Pneus S.A.

O estudo incidiu na implementação do método de análise da viscosidade dinâmica das matérias primas, o projeto foi realizado no Laboratório de Matérias Primas sob a orientação da Eng.^a Carla Maciel.

1.2. Continental Mabor-Indústria de Pneus, S.A.

A Continental-Caoutchouc und Gutta-Percha Compagnie foi fundada em Hannover a 8 de outubro de 1871 como uma empresa de ações conjuntas. A produção na principal fábrica da Vahrenwalder Street inclui produtos de borracha macia, tecidos emborrachados e pneus sólidos para carruagens e bicicletas. O cavalo galopante foi adotado como marca registada em 1882. Em 1898, iniciou a produção de pneus pneumáticos lisos (sem padrão de piso) para automóveis em Hannover-Vahrenwald em 1898 [1].

A partir de então, acompanha a evolução operada na indústria automóvel com o estudo e aplicação de técnicas, produtos e equipamento para a melhoria de pneumáticos. Em 1904 a Continental apresenta o primeiro pneu de automóvel do mundo com uma banda de rodagem padronizada. A Continental inventou o aro destacável para os automóveis - uma inovação notável para ajudar a economizar tempo e esforço ao trocar um pneu em 1908. Em 1921 no seu 50º aniversário, esta torna-se a primeira empresa alemã a lançar o pneu com fio no mercado. O tecido rígido de linho quadrado é, portanto, substituído pelo tecido de fibra de cordão mais flexível. Neste mesmo ano os primeiros pneus pneumáticos gigantes são fabricados pela empresa e substituem os pneus sólidos usados até aquele momento em veículos comerciais [1].

Em 2007, a Continental adquire a Siemens VDO Automotive AG e avança para os cinco maiores fornecedores mundiais da indústria automóvel e ao mesmo tempo desenvolve a sua posição na Europa, América do Norte e Ásia. O grupo Continental é também especialista na produção de sistemas de travagem, controlos dinâmicos para viaturas, tecnologias de transmissão de potência, sistemas eletrónicos e sensores. A Continental tem cerca de 177.762 colaboradores, divididos em seis áreas: Chassis e Segurança, “Powertrain”, Interior, Pneus para Viaturas de Passageiros e Comerciais Ligeiros, Pneus Pesados e ContiTech [1].

A Continental Mabor S.A. foi fundada em dezembro de 1989 e localiza-se em Lousado, Vila Nova de Famalicão e é especializada na produção de pneus, tanto para equipamento de origem (marcas automóveis) como para o mercado de substituição [1]. O seu nome provém da união de duas empresas renome na manufatura da borracha, a Mabor, a nível nacional, e a Continental AG, de dimensão mundial. A Mabor – Manufatura Nacional de Borracha, S.A., foi a primeira fábrica de pneumáticos de Portugal, tendo iniciado a sua produção em 1946. Partindo de uma produção média diária de 5.000 pneus/dia em 1990, foram atingidos os 21.000 pneus/dia em 1996, ou seja, a produção quadruplicou [2]. Atualmente produz cerca de 16 milhões de pneus/ano, quer para os mais prestigiados construtores da indústria automóvel quer para o mercado de substituição. Emprega cerca de 1750 pessoas e está entre as maiores empresas exportadoras do país. A sua política de recursos humanos aposta estrategicamente na qualificação dos seus colaboradores e no recrutamento de jovens de elevado potencial. O Grupo Continental está presente em 49 países e emprega 180 mil colaboradores a nível mundial [3].

1.3. Objetivos do Estágio

O objetivo principal desta dissertação foi analisar e implementar um método de análise para a determinação da viscosidade dinâmica nas matérias primas rececionadas que se encontrem em estado líquido. Outro objetivo importante foi a implementação da política dos 5S's no laboratório de materiais em processamento, na empresa Continental Mabor – Indústria de Pneus S.A.

Em suma, as fases da implementação do método de análise foram:

- Proceder à tradução do método;
- Fazer uma lista de materiais e equipamentos e encomendá-los;
- Efetuar a verificação dos equipamentos;
- Definir o modo e a frequência da verificação e da calibração do equipamento;
- Implementar o método/realização de ensaios (nesta fase é necessário fazer um desenho de experiências, a utilização das ferramentas da qualidade para a definição das variáveis a estudar como *Brainstorming*, Diagrama de espinha de peixe, Pareto, entre outros, e ainda a própria realização das experiências);
- Efetuar estudos de repetibilidade e reprodutibilidade (R&R).

Quanto à implementação da política 5S's no laboratório de matérias primas, o trabalho consistiu em:

- Listagem de todos os materiais e equipamento presente no laboratório;
- Decidir o que é necessário;
- Arrumar em locais próprios todos os objetos;
- Pintar prateleiras com códigos de cor;
- Etiquetar armários e prateleiras.

1.4. Estrutura da Dissertação

A presente dissertação encontra-se organizada em cinco capítulos, sendo que no presente é feito um pequeno enquadramento ao trabalho bem como são descritos os seus objetivos e a respetiva metodologia utilizada neste projeto.

No segundo capítulo é feita uma introdução, onde é descrita a indústria de componentes para automóveis, assim como a indústria de pneumáticos e a sua evolução. É também descrito o processo de produção de um pneu, assim como a descrição do controlo de qualidade que lhe está associado.

No terceiro capítulo são abordadas a Viscosidade de Brookfield e o controlo de qualidade associado a essa determinação, bem como a política dos 5S's.

No quarto capítulo é abordado a definição do problema, a metodologia do estudo e a implementação da Viscosidade de Brookfield, bem como os resultados obtidos. Também foi mencionada a metodologia da implementação da política dos 5S's bem como o resultado.

Por fim, no quinto capítulo são descritas as conclusões do trabalho realizado, assim como algumas sugestões para trabalhos futuros.

Capítulo 2- Pneus para Automóveis

O objetivo deste capítulo é efetuar uma introdução ao estudo que se vai realizar. Este está dividido em duas partes, uma parte centrada na indústria de componentes para automóveis, aprofundando a indústria de pneus, e outra centrada na análise de processos produtivos e de qualidade do produto.

2.1. Indústria de Componentes para Automóveis

Segundo cálculos realizados pela Associação de Fabricantes para a Indústria Automóvel, AFIA, baseados em dados do INE – Estatísticas do Comércio Internacional [4], em 2018 a exportação de componentes atingiu os 9,4 mil milhões de euros e apresenta um volume de vendas de cerca de 11,5 mil milhões de euros.

Segundo a AFIA o maior destino de venda de componentes para automóveis é a Europa com uma percentagem de 92% sendo que Espanha foi o destino com maior percentagem (21%) e a seguir encontra-se Portugal com 19% [4].

2.2. Pneus e a sua evolução

O pneu é um componente fundamental no funcionamento dos veículos por ser o ponto de contato com o solo. Desde que foi criado, no século XIX, passou por muitas mudanças até atingir a tecnologia atual [5].

No princípio, a borracha não passava de uma goma utilizada para impermeabilizar tecidos e, quando era exposta a temperaturas elevadas, apresentava sério risco de se tornar mole e perder a forma desejada. Depois de muitas pesquisas e experiências iniciadas pelo americano Charles Goodyear, por volta de 1830, foi confirmado acidentalmente que a borracha cozida a altas temperaturas com enxofre mantinha as suas condições de elasticidade no frio ou no calor. Estava descoberto o processo de vulcanização da borracha, anunciado somente em 1843, que possibilitou dar forma ao pneu, aumentar a segurança nas travagens e diminuir as trepidações nos carros [5].

Alguns anos mais tarde, em 1845, os irmãos Michelin foram os primeiros a patentear o pneu para automóvel. Em 1847 o inglês Robert Thompson colocou uma câmara cheia de ar dentro dos pneus de borracha maciça e patenteou assim, o pneu pneumático. Em 1888 foi fabricado o primeiro pneu para bicicletas, produzido pela Dunlop e, neste mesmo ano, o pneu começou a ser utilizado em larga escala [5].

O primeiro pneu de avião foi lançado em 1906. O negro de fumo começou a ser acrescentado à borracha em 1910 pela BF Goodrich Company, aumentando sua vida útil. Os pneus de camiões foram anunciados em 1919 pela Goodyear e Dunlop e, em 1946, a Michelin lançou o pneu radial. Em 1947 a Goodyear introduziu os primeiros pneus de nylon. Já a Pirelli introduziu o pneu radial largo em 1974 e a tecnologia de zero grau de nylon em 1978 [5].

Segundo o Relatório 2011/2012 divulgado pela European Tire and Rubber Manufacturers' Association existe 4,2 mil empresas do ramo na Europa, um setor que gera 374 mil empregos diretos e negócios estimados em 47 bilhões de euros. Das 10 maiores empresas de pneus do mundo, 6 estão na Europa e movimentam 65% do volume mundial do setor, aponta a entidade. O balanço da ETRMA mostra também que em 2011 foram 20 milhões de toneladas produzidas em pneus o que corresponde a 24% de participação do mercado internacional [6].

2.3. Composição de Pneus

Um pneu é composto por várias matérias-primas que são transformadas e trabalhadas para originar o produto final que é o pneu. Em termos de matéria-prima um pneu é composto por:

- Borracha (natural/sintética);
- Aço;
- Negro de fumo;
- Fibras têxteis;
- Óxido de Zinco;
- Enxofre;
- Sílica;

- Outros aditivos;

Na Figura 2.1 pode-se ver o esquema da constituição de um pneu.

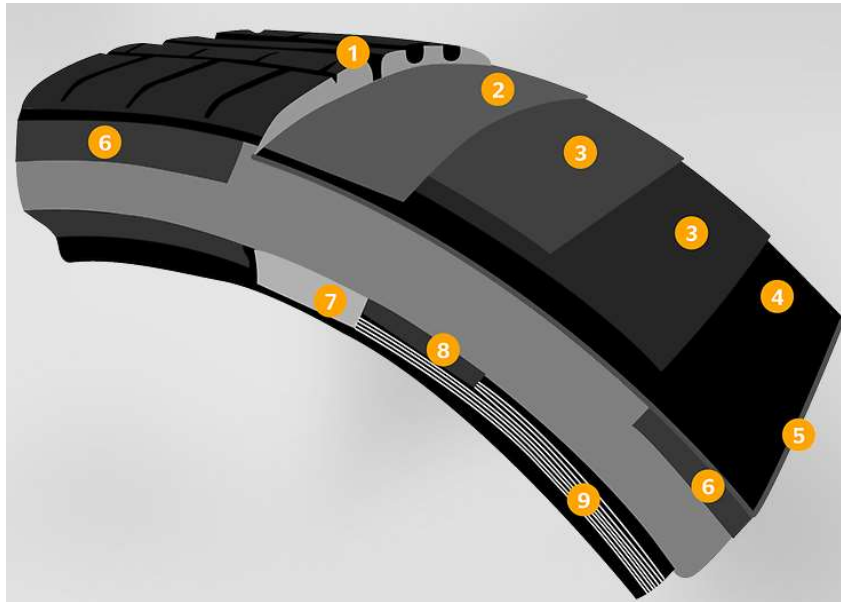


Figura 2.1. Representação da constituição do pneu em camadas: (1) piso, (2) cinta têxtil, (3) cinta metálica, (4) tela têxtil, (5) camada estanque, (6) parede lateral, (7) reforço, (8) cunha e (9) núcleo [7].

2.3.1. Piso

O **piso** (1) é feito de borracha natural e sintética. Num pneu novo, esta superfície texturizada garante alta quilometragem, boa aderência à estrada e expulsão de água. Isso equivale a direção segura em todas as condições. O piso do pneu conecta-se à estrada e à parede lateral e possui três áreas:

A capa é feita de borracha natural e sintética e fornece a aderência entre o pneu e o piso das estradas. Reduz a resistência ao rolamento e aumenta a estabilidade do pneu.

A base tem a função de ligar o piso à carcaça e de efetuar descarga de eletricidade estática. O ombro tem a função de unir o piso à parede lateral e é uma das partes do pneu que mais sofre desgaste excessivo devido a ser uma área de grande esforço [7].

2.3.2. Reforço

O reforço do pneu é constituído por duas áreas:

A **cinta têxtil** (2), que fica diretamente abaixo do piso, permite viajar a altas velocidades. São constituídas por um conjunto de fios têxtil envolto em borracha, que formam uma espécie de cabo. Este componente é aplicado na cinta metálica em espiral sem se sobrepor, servindo este conjunto de reforço para a carcaça. Evita a deformação do pneu a altas velocidades [7].

A **cinta metálica** (3) consiste numa tela de borracha com fios de aço embutidos com orientação oblíqua que fornecem rigidez ao pneu. Normalmente um pneu leva duas lonas de reforço que sobrepostas formam triângulos indeformáveis. Posicionam-se sobre a carcaça formando uma cintura que garante a resistência mecânica do pneu à velocidade e à força centrífuga. Melhora a retenção da forma e a estabilidade direcional, reduz a resistência ao rolamento e aumenta o desempenho de quilometragem do pneu [7].

2.3.3. Tela Têxtil

A **tela têxtil** (4) é uma lona composta por borracha e finos cabos de fibras têxteis (que podem ser de rayon ou poliéster) dispostas em ângulos retos e envoltas em borracha. Tem a função de controlar a pressão interna do pneu e manter a sua forma. Este componente é sobreposto à camada estanque e agrupado ao par de talões, e posteriormente à parede lateral.

Um pneu pode ser composto por mais do que uma tela dependendo da sua especificação [7].

2.3.4. Camada Estanque

A **camada estanque** (5) é o revestimento interno e consiste numa camada hermética de borracha butílica que é estanque ao ar, funcionando como uma câmara-de-ar [7].

2.3.5. Parede Lateral

A **parede lateral** (6) é feita de borracha natural e é a parte lateral do pneu que tem a função de proteger contra choques que poderiam causar danos na carcaça e também e proteger esta zona das condições atmosféricas.

Esta é constituída por compostos de borracha com grande flexibilidade e resistência à fadiga.

Esta zona do pneu é sujeita a uma maior pressão por isso é mais espessa e flexível [7].

2.3.6. Talão

Este componente é constituído por um núcleo, uma cunha e um reforço, sendo que cada pneu tem dois talões.

O **reforço** (7) é feito de nylon ou aramida (tipos de fibra sintética fortes, resistentes ao calor). Este cabo fino melhora a estabilidade direcional o que facilita a resposta precisa da direção [7]. A **cunha** (8) consiste num perfil de borracha sintética que tem a função de preencher o espaço entre o núcleo e a tela têxtil que o vai sobrepor, e ajuda a endurecer o pneu [8].

O **núcleo** (9) é composto por um conjunto de arames de aço agrupados em forma de matriz e envoltos em borracha, sendo que esta borracha protege os arames contra a abrasão e garante que eles ficam fixos [7].

2.3.7. Carcaça

A carcaça serve para receber pressão, carga e impacto, ou seja, retém o ar sob pressão para suportar o peso e a carga do veículo. Esta é composta por talões, telas têxteis e parede lateral. Este componente do pneu é responsável por aspetos importantes de dirigibilidade, como geometria e simetria.

2.4. Processo de Produção de Pneus

A produção de um pneu divide-se em 5 grandes etapas [9]:

- Mistura;
- Preparação;
- Construção;

- Vulcanização;
- Inspeção Final;

2.4.1. Mistura

O início do processo de produção de um pneu dá-se com a mistura das matérias-primas. Esta junção dos diferentes componentes (borracha, enxofre, pigmentos, negro de fumo, entre outros) ocorre numa misturadora. Existem duas misturas neste processo antes que a borracha possa passar à fase seguinte.

2.4.2. Preparação

Depois da mistura são preparados todos os materiais necessários para a construção do pneu. Aqui são feitos os talões, pisos e as paredes do pneu, as telas (têxteis e metálicas), bem como as camadas estanques.

As extrusoras, as calandras e as máquinas de corte são responsáveis pela preparação destes materiais, que seguem depois em carros de transporte para a área de construção.

2.4.3. Construção

Nesta etapa os produtos fabricados anteriormente são montados, ficando pronto o “pneu em cru”. Para este efeito são utilizados dois tipos de máquinas, uma que constrói a carcaça do pneu, e outra que constrói e junta à carcaça as cintas têxteis, cintas metálicas e piso.

2.4.4. Vulcanização

Nesta fase o pneu é submetido a elevadas temperaturas nas prensas, onde os moldes dão o aspeto final ao pneu.

2.4.5. Inspeção Final

Por fim verifica-se o pneu para garantir todos os requisitos de qualidade. Depois desta fase os pneus seguem para o armazém de produto acabado.

2.5. Materiais utilizados na Construção de Pneus

Vários ramos da indústria fornecem à indústria de fabricação de pneus matérias-primas, usadas para criar os compostos necessários. Tais como [9]:

Aço - a indústria siderúrgica fornece aço de alta resistência. Isso serve como material de partida para a fabricação de correias de aço (cordão de aço) e de núcleos de cordão (fio de aço).

Produtos químicos - a indústria química é uma importante fornecedora de ingredientes para pneus. Em particular, borracha sintética e materiais usados para reduzir o desgaste, aumentar a aderência e prolongar a vida útil de um pneu.

Têxteis - a indústria têxtil fornece materiais básicos (fibras de rayon, nylon, poliéster e aramida) para a fabricação de cabos que servem como reforço em pneus.

Borracha natural - a borracha é extraída de árvores especiais cultivadas em grandes plantações. O líquido leitoso (látex) que sai coagula quando se adiciona o ácido. Depois é limpo com água e pressionado em fardos sólidos para facilitar o transporte e o armazenamento.

Também se utiliza **borracha sintética**, sendo que esta difere da natural por conter um monômero diferente, isto leva a que apresentam propriedades diferentes. Estas propriedades apresentam uma alta influência nas propriedades e performance dos pneus. Estas borrachas podem ser comercializadas no estado líquido ou sólido. O tipo de borracha e o estado desta são escolhidos consoante o tipo de pneu desejado.

A viscosidade dinâmica da borracha é importante na etapa de doseamento na misturação uma vez que se pretende aumentar a produtividade do processo. Como a viscosidade varia com a temperatura é necessário que a borracha entre nos misturadores com a temperatura ótima, ou seja, a temperatura mínima de forma a reduzir o máximo possível os gastos de energia no aquecimento, para conseguir a viscosidade menor otimizando assim o processo. A temperatura ótima de cada material é escolhida com base em estudos internos.

2.6. Controlo de Qualidade

Cada etapa individual do processo produtivo, desde a inspeção das matérias-primas, aos materiais em processamento até a entrega dos pneus acabados está sujeita a um controle contínuo da qualidade.

Cada matéria prima rececionada têm associado um plano de controlo específico, sendo definido internamente. A estes planos estão associados diversos tipos de análises como a inspeção visual, a determinação do pH, da densidade, do índice de refração, entre outras. Com tudo, tornou-se necessária a implementação do método da determinação da viscosidade dinâmica nas matérias primas líquidas, por forma a validar as características deste tipo de matérias, sendo este o objetivo deste projeto.

Existem várias etapas de controlo ao produto acabado que garantem que os pneus Continental sejam minuciosamente verificados quanto à qualidade. Uma vez finalizados, passam por:

- Inspeção visual;
- Radiografia;
- Várias verificações de uniformidade dos pneus [9].

Capítulo 3 - Técnicas de Controlo Implementadas

Neste capítulo são abordados os fundamentos teóricos necessários na implementação do método para a determinação da Viscosidade de Brookfield, a sua validação e a metodologia da implementação dos 5S's.

3.1. Viscosidade de Brookfield

Um fluido é toda a substância que apresenta a capacidade de escoar, quando sujeita a uma força externa e que se deforma continuamente quando sobre ela atuam tensões de corte (forças tangenciais à área sobre a qual atuam) [11].

A força por unidade de área, designada por tensão, é a forma mais apropriada, em Mecânica de Fluidos, de apresentar as forças que atuam sobre superfícies; classificando-se em dois tipos [11]:

- Tensões Normais que atuam perpendicularmente às superfícies;
- Tensões Tangenciais ou de Corte que atuam tangencialmente às superfícies.

A viscosidade, é uma propriedade importante na avaliação do comportamento e movimento de fluídos. Esta propriedade origina as forças resistentes ao movimento relativo de placas adjacentes, ou seja, a resistência é causada pelo atrito intermolecular exercido entre as camadas do fluído ao deslizarem umas pelas outras. Nos líquidos, este atrito interno tem origem nas forças de atração entre moléculas relativamente próximas. A viscosidade pode ser dinâmica (ou absoluta) ou cinemática [12].

A viscosidade dinâmica representa a força tangencial por unidade de área que é necessária para mover um plano horizontal em relação a outro. No sistema SI as unidades de viscosidade dinâmica são $\text{N}\cdot\text{s}/\text{m}^2$, $\text{Pa}\cdot\text{s}$ ou $\text{kg}/(\text{m}\cdot\text{s})$, e no sistema métrico CGS pode ser apresentada em P (Poise). Para uso prático, o Poise é normalmente muito grande e, portanto, é utilizada a sua unidade menor centipoise (cP) [12].

Isaac Newton (1643-1727) matemático, químico e físico inglês dedicou-se ao estudo dos fluidos. Para a situação representada na figura 3.1 Newton concluiu que [11]:

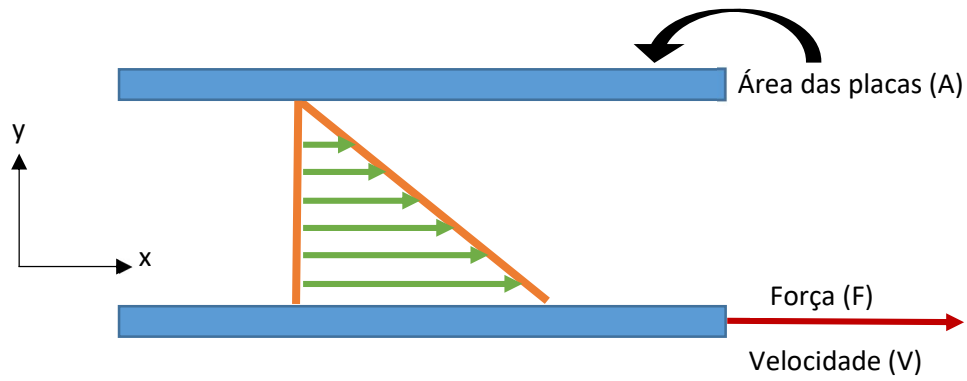


Figura 3.1. Representação do escoamento de um fluido.

- Este regime é de escoamento laminar;
- A força F é diretamente proporcional à velocidade v e à área A e inversamente proporcional à distância y entre placas; viscosidade, μ , é a constante de proporcionalidade na equação 1.

$$\frac{F}{A} = -\mu \frac{\Delta v}{\Delta y} = -\frac{\mu}{\rho} \frac{\Delta v \rho}{\Delta y} \quad \text{Equação 1}$$

Em que:

F/A é a tensão de corte, τ_{yx} , em N/m^2 ;

ρ é a massa volúmica do fluido em kg/m^3 .

No limite, quando $\Delta \rightarrow 0$ surge a conhecida lei de Newton da viscosidade:

$$\tau_{yx} = -\nu \frac{d(v_x \rho)}{dy} \quad \text{Equação 2}$$

Em que

ν é a viscosidade cinemática em m^2/s ;

v_x é a velocidade da camada de fluido em m/s .

Se ρ for constante então a equação apresenta-se por:

$$\tau_{yx} = -\mu \frac{dv}{dy} \quad \text{Equação 3}$$

Em que $\frac{dv}{dy}$ é o gradiente de velocidades ou taxa de deformação de corte.

Os fluidos para os quais a tensão de corte varia linearmente com o gradiente de velocidades designam-se por fluidos Newtonianos. Estes são gases e líquidos com baixa massa molecular como por exemplo água, etanol, gasolina, etc [11].

Os fluidos para os quais a tensão de corte não varia linearmente com o gradiente de velocidades designam-se fluidos Não Newtonianos. Estes podem necessitar de uma tensão de corte inicial para escoar, sendo designados de plásticos de Bingham, sendo que o mais simples desta categoria mostra uma relação linear entre a tensão de corte e a taxa de deformação, após vencer a tensão de corte inicial (ex: pasta dos dentes, ketchup, maionese, ...). Caso não necessitem de uma tensão de corte inicial para escoar podem ser classificados de duas formas: dilatantes/reoesspessantes em que a viscosidade aparente aumenta com a taxa de deformação (ex: suspensões concentradas de amido,...) ou pseudoplásticos/reofluidificantes a viscosidade aparente decresce com a taxa de deformação (ex: gelatina, argila, leite, sangue, tintas, cimento líquido, ...) [11].

Na figura 3.2 encontra-se o comportamento dos fluidos Newtonianos e Não Newtonianos, tendo em conta a tensão de corte em função do gradiente de velocidades.

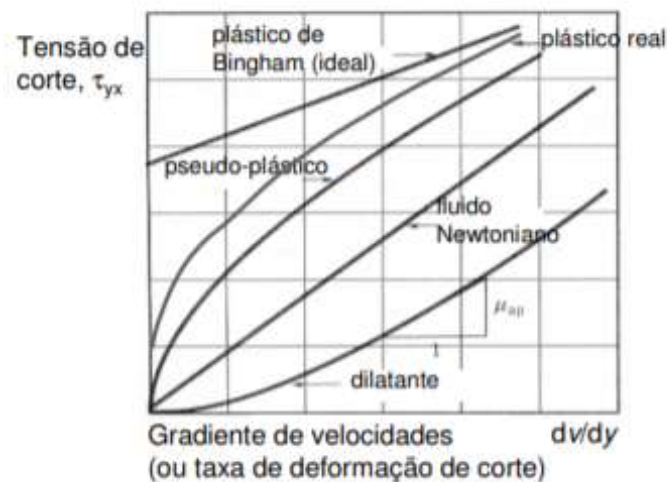


Figura 3.2. Representação gráfica que ilustra a evolução de tensão de corte em função do gradiente de velocidades para diferentes tipos de fluidos [11].

A viscosidade é uma propriedade dependente da temperatura. Os fluidos gasosos apresentam um aumento da viscosidade com o aumento da temperatura e os fluidos líquidos apresentam uma diminuição da viscosidade com o aumento da temperatura. Com

o aumento da temperatura, a energia cinética média das moléculas torna-se maior e consequentemente o intervalo de tempo médio no qual as moléculas passam próximas umas das outras torna-se menor. Assim, as forças intermoleculares tornam-se menos efetivas e a viscosidade diminui com o aumento da temperatura. Por este motivo, um óleo lubrificante torna-se menos viscoso com o aumento da temperatura [11].

Existem três tipos principais de viscosímetros [11]:

- Viscosímetro capilar: a viscosidade é medida pela velocidade de escoamento do líquido através de um capilar de vidro (usado para fluidos newtonianos);
- Viscosímetro de esfera: a viscosidade é medida pela velocidade de queda de uma esfera dentro de um líquido colocado num cilindro vertical de vidro (usado para fluidos newtonianos);
- Viscosímetro rotacional: a viscosidade é medida pela velocidade angular de uma parte móvel separada de uma parte fixa pelo líquido (usado para fluidos newtonianos e não-newtonianos).

Na implementação deste método de análise recorreu-se a um Viscosímetro rotacional de marca Ametek Brookfield, modelo DV1MLVTJ0 (figura 3.3).



Figura 3.3. Viscosímetro rotacional utilizado na implementação do método em estudo.

3.1. Estudos Estatístico de Avaliação do Sistema de Medição

Segundo a norma IATF 16949: 2016 “Estudos estatísticos devem ser conduzidos para analisar a variação presente nos resultados de cada tipo de sistema de inspeção, medição e de equipamento teste identificado no plano de controlo. Os métodos analíticos e os critérios de aceitação usados devem estar em conformidade com os manuais de referência de análise dos sistemas de medição. Outros métodos analíticos e respetivos critérios de aceitação podem ser usados se forem aprovados pelo cliente” [13].

Uma análise de sistema de medição (MSA) é um método experimental e matemático para avaliar a quantidade de variação que existe num processo de medição. O MSA é usado para certificar a adequação do sistema de medição, avaliando a exatidão, precisão e estabilidade do sistema. Normalmente inclui experiências projetadas para identificar os componentes de variação nesse processo, nomeadamente [14]:

- Processo - método de teste e especificação;
- Pessoas - os operadores, o seu nível de conhecimento e de habilidade, prática, etc;
- Ferramentas/Equipamento - acessórios, equipamentos de teste usados e seus sistemas de calibração associados;
- Itens a serem medidos - as amostras de peças ou materiais medidos, o plano de amostragem, etc.
- Fatores ambientais - temperatura, humidade, etc.

Esta análise pode ser feita por diferentes tipos de estudos. Neste caso recorreu-se ao estudo do Tipo 1- Estudo da Capacidade (C_g/C_{gk}) e ao Estudo do Tipo 2 – Estudo do Fator de Repetibilidade e Reprodutibilidade (GRR).

A avaliação de um sistema de medição deve incluir o uso de ferramentas de qualidade específicas para identificar a fonte mais provável de variação, como por exemplo, o diagrama de Ishikawa ou espinha de peixe [14].

3.2.1. Estudo Tipo 1 – Estudo C_g/C_{gk}

O Estudo do Tipo 1 (C_g e C_{gk}) é uma ferramenta estatística usada para caracterizar a capacidade do processo em repetir resultados relativamente a um valor de referência, identificando possíveis deficiências no modo de medição. Ele usa as medições para verificar a repetibilidade, a variação do sistema e o rigor das medições [15].

Uma vez que este estudo utiliza uma solução padrão, é necessário determinar a combinação da tolerância associada ao equipamento e da tolerância associada à solução. Segundo o manual do fabricante [16], a tolerância (T) é a soma da tolerância associada ao equipamento (TE) com a tolerância associada à solução padrão (TP).

$$T = TE + TP \quad (\text{Equação 4})$$

Sendo que a tolerância associada à solução padrão é 1% da viscosidade da solução padrão (VSP).

$$TP = 1\% * VSP \quad (\text{Equação 5})$$

E a tolerância associada ao equipamento é 1% da faixa de escala completa de viscosidade (FSR).

$$TE = 1\% * FSR \quad (\text{Equação 6})$$

A FSR é calculada através da seguinte equação:

$$FSR = \frac{TK * SMC * 10000}{v_r} \quad (\text{Equação 7})$$

Em que:

TK – Torque Constante e o valor encontra-se na tabela D.2 do Manual de Instruções do equipamento e neste caso, para o modelo específico do equipamento, assume o valor de 0,09375 [16].

SMC – Constante de multiplicação do rotor (*Spindle Multiplier Constant*) e o valor encontra-se na tabela D.1 do Manual de Instruções do equipamento e neste caso varia consoante o rotor que está a ser utilizado [16].

v_r – Velocidade de rotação em rpm.

Este estudo inicia-se com a determinação da amplitude da tolerância (TW), que é o dobro da tolerância.

$$TW = 2 * T \quad \text{(Equação 8)}$$

Neste caso fizeram-se 50 medições e determinou-se a média (Xg) e o desvio padrão (Sg).

$$Xg = \frac{\sum x_i}{n} \quad \text{(Equação 9)}$$

$$Sg = \sqrt{\frac{\sum (x_i - Xg)^2}{n}} \quad \text{(Equação 10)}$$

Em que:

- x_i é a medição com $i=1,2,\dots,50$
- n é o número total de medições realizadas.

Para determinar o bias (Bi) é necessário subtrair o valor de referência da solução padrão (Xm) ao valor médio:

$$Bi = Xg - Xm \quad \text{(Equação 11)}$$

Uma vez calculados estes parâmetros, é possível determinar o índice de capacidade referente à repetibilidade (C_g) e o índice de capacidade referente à repetibilidade e ao bias (C_{gk}). Estes parâmetros são determinados da seguinte forma:

$$C_g = \frac{0,2 * TW}{6 * Sg} \quad \text{(Equação 12)}$$

$$C_{gk} = \frac{(0,1 * TW) - |Bi|}{3 * Sg} \quad \text{(Equação 13)}$$

Segundo a empresa, os critérios de aceitação são os seguintes:

- $C_g, C_{gk} \geq 1,33$ é aceitável;
- $1,00 \leq C_g, C_{gk} \leq 1,33$ é marginalmente aceitável;
- $C_g, C_{gk} \leq 1,00$ indica que é necessário melhorar ou restringir.

O valor de C_g e C_{gk} igual ou superior a 1,33 indica que pelo menos 70% das medições encontram-se dentro da TW.

3.2.2. Estudo Tipo 2 – Estudo R&R

Para garantir a veracidade dos resultados obtidos através de um método de análise é necessário validá-lo utilizando parâmetros como repetibilidade e reprodutibilidade.

A repetibilidade é a variação das medições obtidas com um mesmo instrumento de medição, quando utilizado várias vezes, pelo mesmo operador e medindo a mesma característica de uma dada amostra. Refere-se à variação em sucessivas medições, num curto prazo, sob as mesmas e especificadas condições de trabalho. É comumente referida como a variação do instrumento de medição [17].

A reprodutibilidade é a variação na média das medições realizadas por diferentes operadores, utilizando o mesmo instrumento de medição, para medir a mesma característica de uma dada amostra. Ou seja, a única variável que muda em relação à repetibilidade é o avaliador, por isso, a reprodutibilidade é conhecida como variação do operador [17].

O R&R é uma estimativa da variação combinada da repetibilidade e da reprodutibilidade de um sistema de medição. Dito de outra forma, o R&R é a variância resultante da soma da variância dentro de um mesmo sistema e da variância entre sistemas de medição [17].

Este estudo inicia-se com a determinação da tolerância do processo e da amplitude da tolerância, determinadas pelas equações 4 e 8 respetivamente.

Neste estudo, 3 operadores diferentes (o=3) analisaram as mesmas 10 amostras (p=10) e para cada amostra mediram três vezes a viscosidade (q=3). Concluída a parte experimental determinaram-se os parâmetros estatísticos indicados na tabela 3.1.

Tabela 3.1. Parâmetros estatísticos a determinar para a avaliação do equipamento segundo o Estudo do Tipo 2.

Variável	Descrição
X_m	Média dos valores obtidos na medição i das 10 amostras para cada um dos operadores.
R_a	Diferença) entre o maior valor obtido e o menor para cada amostra.
R_m	Média das amplitudes obtidas por cada operador.
X_a	Média dos valores obtidos pelos diferentes operadores para cada amostra.
x_{bar}	Média de todos os valores obtidos para cada operador.
$x_{bar} Diff$	Diferença entre o maior e o menor valor de x_{bar} .
$x_{bar} (m)$	Média dos valores de x_{bar} obtidos.
R_{bar}	Média das diferenças dos valores obtidos em cada amostra para cada operador.
R_n	Diferença entre o maior e o menor valor obtidos na determinação de X_a .

Uma vez determinados estes parâmetros, tem-se as condições necessárias para a avaliação do método. É agora necessário determinar a variação do equipamento (EV) que se refere à repetibilidade, a variação entre operadores (AV) que se refere à reprodutibilidade, a variação das amostras (PV_s), a variação total (TV_s), o parâmetro que junta a repetibilidade e a reprodutibilidade (GRR) e a sua percentagem (%GRR).

A variação do método é determinada pelo produto de R_{bar} com uma constante K_1 que assume o valor de 0,5908 por serem 3 medições [17].

$$EV = R_{bar} * K_1 \quad (\text{Equação 14})$$

A variação de operadores é determinada da seguinte forma:

$$AV = \sqrt{(x_{bar} Diff - K_2)^2 - \frac{EV^2}{p*q}} \quad (\text{Equação 15})$$

Em que K_2 assume o valor de 0,5231 para 3 operadores [17].

O fator que conjuga a repetibilidade e a reprodutibilidade é dado por:

$$GRR = \sqrt{EV^2 + AV^2} \quad (\text{Equação 16})$$

A variação das amostras é determinada pelo produto entre o R_n e uma constante K_3 que assume o valor de 0,3146 para 10 amostras [17].

$$PV_S = R_n * K_3 \quad (\text{Equação 17})$$

A determinação da %GRR é feita pela seguinte equação:

$$\%GRR = \frac{GRR}{TV_S} * 100 \quad (\text{Equação 18})$$

Em que TV_S é [17]:

$$TV_S = \frac{TW}{6} \quad (\text{Equação 19})$$

Substituindo na equação 23 tem-se que:

$$\%GRR = \frac{6 * GRR}{TW} * 100 \quad (\text{Equação 20})$$

Por último o número de categorias distintas representa o número de 97% dos intervalos de confiança não sobrepostos, que cobre a variação esperada do produto e é dado pela seguinte equação:

$$ndc = 1,41 * \frac{PV_S}{GRR} \quad (\text{Equação 21})$$

De acordo com a Manual de Measurement Systems Analysis (MSA) [17] os critérios de aceitação são:

- %GRR < 10% - Aceitável
 - 10% < %GRR < 30% - Marginalmente Aceitável
 - %GRR > 30% - Necessita melhoria
-
- ndc > 5 - Aceitável
 - 2 < ndc < 4 - Aplicações Limitadas

3.2. 5S's

O conceito de 5S's possui como base as cinco palavras japonesas cujas iniciais formam o nome do programa. As palavras são Seiri, Seiton, Seiso, Seiketsu e Shitsuke, que traduzidas para o Português acrescentou-se a palavra “senso”, visando não descaracterizar a nomenclatura do programa. São eles: senso de utilização, senso de organização, senso de limpeza, senso de saúde e senso de autodisciplina [19].

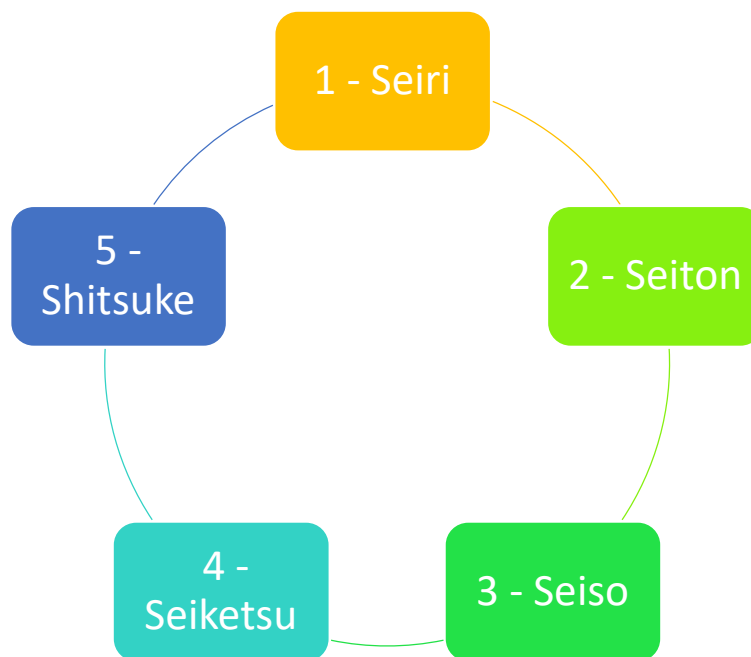


Figura 3.4. Esquema representativo da política dos 5S's.

3.3.1. SEIRI – Senso de Utilização

Significa utilizar materiais, ferramentas, equipamentos, dados, etc. de forma equilibrada. É descartado ou realocado tudo aquilo que é considerado dispensável para realização das atividades. Os resultados da aplicação do senso de utilização são o ganho de espaço, a facilidade de limpeza e manutenção, o melhor controle de stocks e consequentemente a redução de custos [18].

3.3.2. SEITON – Senso de Organização

O senso de organização pode ser interpretado como a importância de se ter todos materiais, ferramentas, equipamentos, dados, etc. disponíveis de forma a terem um fácil acesso e poderem ser utilizadas instantaneamente. Para isto é necessário fixar padrões e utilizar algumas ferramentas como painéis, etiquetas, estantes, armários etc. sendo que cada objeto deve ter o seu próprio local. Os resultados visíveis do senso de organização são a economia de tempo, a facilidade na localização das ferramentas e a redução de pontos inseguros [18].

3.3.3. SEISO – Senso de Limpeza

Este senso define a importância de eliminar resíduos ou mesmo objetos estranhos ou desnecessários ao ambiente. Trata-se de manter o asseio do piso, armários, gavetas, estantes, etc. A aplicação do senso de limpeza traz como resultados um ambiente saudável e agradável, a diminuição da possibilidade de acidentes e a melhor conservação dos materiais, ferramentas, equipamentos, dados, etc [18].

3.3.4. SEIKETSU – Senso de Padronização e Saúde

O senso de padronização é alcançado com a fixação de padrões de cores, formas, iluminação, localizações, placas, etc. Como abrange também o conceito de saúde, é importante que sejam verificados o estado das salas de trabalho com o objetivo de se identificar problemas que afetam a saúde dos colaboradores como os problemas ergonômicos, de iluminação, ventilação, etc. Este senso tem como principal finalidade manter os 3 primeiros S' (seleção, ordenação e limpeza). Os principais resultados da

aplicação deste conceito são a facilidade de localização e identificação dos materiais, ferramentas, equipamentos, dados, etc., o equilíbrio físico e mental, a melhoria de áreas comuns e a melhoria das condições de segurança [18].

3.3.5. SHITSUKE – Senso de Disciplina ou Autodisciplina

A última etapa da política dos 5S's é definida pelo cumprimento e comprometimento dos colaboradores para com as etapas anteriores. Este senso é composto pelos padrões éticos e morais de cada indivíduo. Esta etapa é executada quando os colaboradores passam a fazer o que precisa ser feito mesmo quando não há a vigilância geralmente feita pela chefia. Como resultados pode-se identificar a melhor qualidade, produtividade e segurança no trabalho, um trabalho diário agradável, a valorização do ser humano e o cumprimento dos procedimentos operacionais e administrativos [18].

A implementação numa empresa da política dos cinco sentidos apresentada, leva os seus colaboradores a compreenderem melhor o seu papel na organização e torna-os parte da pirâmide dos resultados alcançados, fazendo nascer a consciência de que é preciso ser disciplinado mesmo quando não há cobranças. Por isso, os Programas de Qualidade têm auxiliado as empresas no processo de melhoria contínua dos produtos ou serviços, principalmente através da mudança cultural, a fim de se obter a vantagem competitiva necessária que será colhida a curto, médio e longo prazo [18].

Capítulo 4 – Resultados e Discussão

Neste capítulo são abordadas as metodologias do estudo e implementação do método de análise da viscosidade dinâmica das matérias primas rececionadas e da implementação da política dos 5S's.

4.1. Receção e Instalação do Viscosímetro de Brookfield

Inicialmente foi adquirido um viscosímetro rotativo da marca Ametek Brookfield, modelo DV1MLVTJ0, munido de 4 rotores diferentes, bem como um banho termostaticado auxiliar (Brookfield, TC-550MX-230) para garantir a temperatura pretendida da amostra em cada análise e as 3 soluções padrão fornecidas pelo mesmo fabricante.

Posteriormente fez-se uma leitura dos manuais de instruções dos fabricantes e montou-se ambos os equipamentos, como se pode observar na figura 4.1.



Figura 4.1. Montagem do viscosímetro e do banho termostaticado.

Na tabela 4.1 estão apresentados os valores de leitura máximos da viscosidade em cP de cada rotor para cada velocidade de rotação.

Tabela 4.1. Valores de leitura máximos em cP de cada rotor para cada velocidade de rotação.

v_r (rpm)	LV1	LV2	LV3	LV4
0,3	20 000	100 000	400 000	2 000 000
0,5	12 000	60 000	240 000	1 200 000
0,6	10 000	50 000	200 000	1 000 000
1	6 000	30 000	120 000	600 000
1,5	4 000	20 000	80 000	400 000
2	3 000	15 000	60 000	300 000
2,5	2 400	12 000	48 000	240 000
3	2 000	10 000	40 000	200 000
4	1 500	7 500	30 000	150 000
5	1 200	6 000	24 000	120 000
6	1 000	5 000	20 000	100 000
10	600	3 000	12 000	60 000
12	500	2 500	10 000	50 000
20	300	1 500	6 000	30 000
30	200	1 000	4 000	20 000
50	120	600	2 400	12 000
60	100	500	2 000	10 000
100	60	300	1 200	6 000

De seguida foi traduzido quer o procedimento de análise quer o procedimento de verificação do viscosímetro.

O procedimento consiste em ligar os equipamentos, verificar que o viscosímetro se encontra nivelado e deixar que o equipamento realize o auto-zero antes de se colocar o rotor. Após finalizar este passo, é então necessário colocar o rotor e o respetivo código (manualmente) e indicar a velocidade de rotação. De seguida insere-se o valor da temperatura desejada no banho. Quando a amostra atinge o equilíbrio térmico inicia-se a análise, sendo que a leitura deve ser registada cerca de 50 segundos após o rotor ter começado a girar. Por fim é necessário desligar os equipamentos e limpar quer o rotor utilizado, quer o gobelé que continha a amostra.

O procedimento de verificação do viscosímetro é idêntico e utilizam-se as soluções padrão fornecidas pelo fabricante. A frequência da verificação do equipamento deverá ser feita uma vez por semana segundo os planos de controlo internos.

4.2. Verificação das Medições do Viscosímetro Recorrendo a Soluções Padrão

De forma a garantir que o viscosímetro se encontrava apto a ser utilizado, procedeu-se à sua verificação recorrendo a 3 leituras para cada uma das três soluções padrão de gamas de viscosidades diferentes. Ao utilizar as três soluções padrão consegue-se garantir que o equipamento abrange uma ampla gama de leituras. Para cada solução padrão foi necessário escolher o rotor e a velocidade de rotação. Prepararam-se, também, as cartas de controlo para o registo das verificações do equipamento.

Segundo o fabricante [16], na escolha do rotor e da velocidade de rotação é importante considerar o valor do torque aplicado pelo equipamento, idealmente, deve estar compreendido entre 40 e 60% e sempre superior a 10% do valor máximo aplicável.

Foi necessário recorrer ao cálculo das tolerâncias associadas ao equipamento, às soluções padrão e à combinação de ambas (equação 4 a 7), os valores obtidos encontram-se na tabela 4.2.

Tabela 4.2. Representação das tolerâncias associadas ao equipamento, a cada solução padrão, a tolerância total e os respetivos limites.

Rotor	LV1 – S61	LV2 – S62	LV3 – S63
SMC	6,4	32	128
v_r (rpm)	50	30	20
FSR (cP)	120	1 000	6 000
TE (cP)	1,2	10	60
Solução Padrão	1	2	3
Viscosidade (cP)	48,8	495	4870
TP (cP)	0,5	5	50
T (cP)	1,7	15	110
Limite Inferior (cP)	47,1	480	4 760
Limite Superior (cP)	50,5	510	4 980
Temperatura (°C)	25,0 ± 0,1	25,0 ± 0,1	25,0 ± 0,1

A verificação do equipamento foi feita com 3 leituras de viscosidade para cada solução. As medições foram seguidas, procedendo-se à lavagem do equipamento e materiais sempre que se trocou de solução padrão. Os resultados obtidos na verificação do equipamento encontram-se na tabela 4.3.

Tabela 4.3. Determinação das viscosidades das soluções padrão.

Condições	Medição	T (°C)	Viscosidade (cP)	Viscosidade Esperada (cP)	Erro (%)	Limites da Tolerância
SP1 50 cP; 50 RPM	1	25,0	48,84	48,8	0,08	47,1 - 50,5
	2	25,0	48,96		0,33	
	3	25,0	48,96		0,33	
SP2 500 cP; 30 RPM	1	25,0	499,0	495	0,81	480 - 510
	2	25,0	496,0		0,20	
	3	25,0	497,0		0,40	
SP3 5000 cP; 20 RPM	1	25,0	4878	4870	0,16	4760 – 4980
	2	25,0	4872		0,04	
	3	25,0	4872		0,04	

Pela análise da tabela anterior é possível concluir que o equipamento se encontra calibrado seguindo as especificações do fabricante, uma vez que todos os valores obtidos se encontram dentro dos limites de tolerância.

4.3. Estudo Estatísticos

A aprovação do equipamento pelo Departamento de Metrologia engloba a realização de testes estatístico, ou seja, fazer uma análise ao sistema de medição. Foram efetuados dois tipos de estudos: o Tipo 1 – C_g e C_{gk} onde se avalia a capacidade do equipamento repetir resultados relativamente a um valor de referência (solução padrão) e um único operador e o Tipo 2- Estudo R&R que avalia a repetibilidade e reprodutibilidade do equipamento face a vários operadores e várias amostras.

O estudo C_g e C_{gk} foi feito com a solução padrão de maior viscosidade dado que é a mais representativa das análises a efetuar às matérias-primas. Para este efeito leu-se 50 vezes o valor da viscosidade da referida solução.

Este estudo encontra-se no anexo A. Na tabela 4.4 estão representados os valores da tolerância do processo (T), a amplitude da tolerância (TW), a média (X_g), o desvio padrão (Sg), bias (Bi) e os parâmetros C_g e C_{gk} .

Tabela 4.4. Valores da tolerância e a sua amplitude, a média, o desvio padrão, bias e os valores de C_g e C_{gk} obtidos.

T	110,0
TW	220,0
Xg	4872,0
Sg	3,637
Bi	2,000
C_g	2,02
C_{gk}	1,83

Segundo os procedimentos internos da metrologia o equipamento é aprovado se os valores de C_g e C_{gk} forem iguais ou superiores a 1,33. Com a análise da tabela 4.4 verificou-se, neste caso, que o equipamento consegue repetir os resultados referentes ao padrão, sendo que o equipamento foi aprovado neste primeiro estudo.

Realizou-se também um estudo de repetibilidade e reprodutibilidade relativamente às matérias primas utilizadas na empresa. Foi necessário fazer um levantamento de todas as matérias primas que a empresa recebe e em que há necessidade de determinar a viscosidade dinâmica, de forma a precisar as gamas de trabalho. As matérias primas líquidas cuja, determinação da viscosidade é um parâmetro de avaliação, são essencialmente borrachas, resinas, lubrificantes, agentes de ligação e tintas. Para estas matérias primas foram revistas quais as condições de análise para cada amostra com base nas especificações dos métodos internos. Pode verificar-se na tabela 4.5 as condições de análise para cada amostra, bem como os valores de viscosidade apresentados pelo fornecedor e as respetivas tolerâncias. Por motivos de sigilo de informação as matérias primas estão codificadas por letras, não estando identificado o tipo de matéria prima.

Tabela 4.5. Condições de análise para cada amostra, os valores de viscosidade dados pelos fornecedores e as respetivas tolerâncias definidas pela empresa.

Código	Rotor	v_r (rpm)	T (°C)	Viscosidade (cP)	Limites (cP)
A	LV2 – S62	20	25	873	500 – 1000
B	LV2 – S62	10	25	1760	1200 – 1900
C	LV2 – S62	4	25	4941	2800 – 5000
D	LV2 – S62	0,5	25	8730	6000 – 10000
E	LV2 – S62	0,5	25	9900	6000 – 10000
F	LV4 – S64	30	25	8720	7500 – 13000
G	LV4 – S64	20	20	15390	8000 – 30000
H	LV4 – S64	30	25	8378	6000 – 20000
I	LV4 – S64	30	25	7458	6000 – 20000
J	LV4 – S64	30	25	4140	3500 – 5000

Na escolha das amostras a serem analisadas, primeiramente verificou-se quais os lotes existentes para cada um dos tipos de matérias primas e desses selecionou-se um aleatoriamente. Uma vez que os lotes estavam selecionados, recolheu-se as amostras em frascos de 1000 mL.

Este estudo foi feito por 3 operadores diferentes em que cada um analisou as 10 amostras apresentadas na tabela 4.5. Para este efeito cada operador leu 3 vezes o valor da viscosidade da referida amostra. Este estudo encontra-se no anexo B.

Na tabela 4.6 estão representados os valores da tolerância (T) e a sua amplitude (TW), da repetibilidade (EV), da reprodutibilidade (AV), do R&R (GRR), a percentagem da análise da tolerância para o R&R (%GRR) e do número de categorias distintas (ndc).

Tabela 4.6. Valores da tolerância e a sua amplitude, repetibilidade, reprodutibilidade, fator de repetibilidade e reprodutibilidade, da sua percentagem e do número de categorias distintas obtidos.

T	250
TW	500
EV	15,2
AV	0,00
GRR	15,2
%GRR	18,3
ndc	516

Segundo o Manual de Measurement Systems Analysis [18] o método é aprovado quando o parâmetro %GRR é inferior a 10%, embora seja marginalmente aceitável se estiver entre 10 e 30%. Já o parâmetro ndc deverá ser superior a 5. Com a análise da tabela 4.6 verificou-se que o ndc é aceitável e que a %GRR é marginalmente aceitável. Neste caso, a nível de operadores, os valores estão coerentes, ou seja, o mesmo operador consegue repetir resultados (AV=0,00), no entanto o equipamento apresenta variações entre os diferentes operadores o que podem estar relacionadas com a posição de submersão dos rotores que varia de operador para operador. Idealmente, o valor de EV e AV deverão ser iguais ou muito próximos de 0,00 uma vez que indicam que o equipamento consegue repetir e reproduzir os resultados. Em conclusão, os resultados desta análise estatística permitem validar o método analítico.

4.4. Ensaio Cross-Check

Uma vez que o equipamento foi aprovado internamente, foi necessário aprová-lo de acordo com a Sede. Para isso fez-se o que é chamado de Ensaio Cross-Check em que a Sede envia uma amostra de uma das matérias primas e é necessário um operador ler a viscosidade da amostra 3 vezes e comparar com o valor de referência.

Quanto a este ensaio o valor obtido bem como o valor de referência fornecido pela Sede encontra-se na tabela 4.7.

Tabela 4.7. Valor de viscosidade médio obtido e valor de referência.

Viscosidade media (cP)	1242,7
Viscosidade Referência (cP)	1250,0

Ao comparar o valor obtido com o valor de referência conclui-se que os valores são próximos apresentando um erro de 0,6%, sendo aceite pela Sede pois é inferior a 1%.

4.5. Estudo das Interferências do Método

Para se perceber as possíveis fontes de erro deste método recorreu-se a uma ferramenta da qualidade, o diagrama espinha de peixe que está representado na figura 4.2.

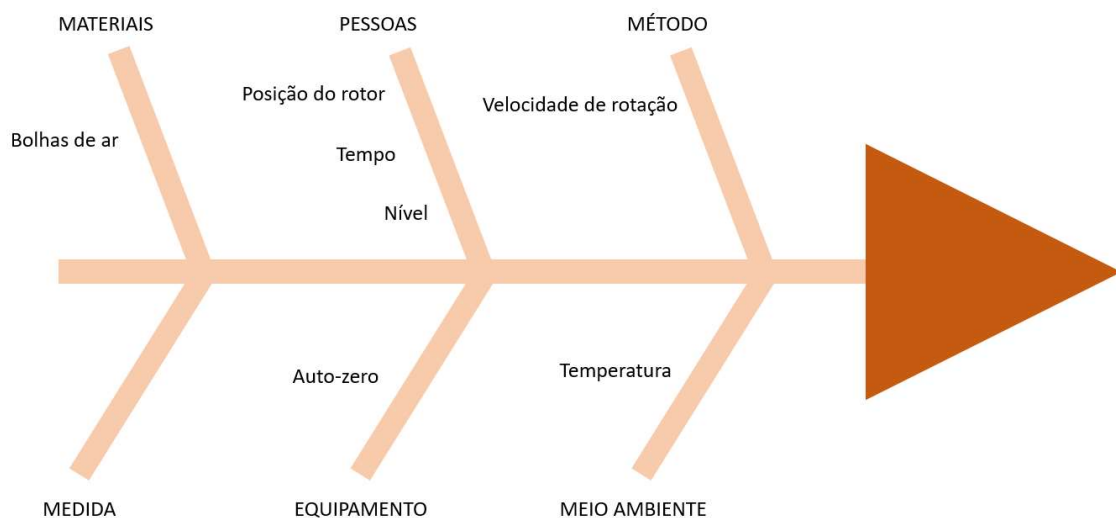


Figura 4.2. Diagrama espinha de peixe para o método a implementar.

Pela análise do diagrama de espinha de peixe realizado verificou-se que as variáveis mais importantes a analisar seriam:

- Nivelamento do equipamento
- Auto-zero do equipamento;
- Posição do rotor;
- Bolhas de ar na solução a analisar;
- Velocidade de rotação do rotor;
- Estabilidade da medição num intervalo de tempo;
- Temperatura.

Nivelamento do Equipamento

O equipamento apresenta uma bolha de ar que demonstra se este se encontra bem nivelado. Quanto a este parâmetro testou-se cinco posições diferentes da bolha em relação ao círculo (bolha no centro – nivelado; bolha fora do círculo – desnivelado). Para cada posição efetuou-se 3 leituras da viscosidade. Na figura 4.3 encontram-se as diferentes posições estudadas.



Figura 4.3. Diferentes posições da bolha do nível do equipamento estudadas.

Auto-zero do Equipamento

Sempre que se liga o equipamento, este efetua o auto-zero sem o rotor conectado. Após finalizar esta etapa o equipamento mostra no ecrã que o seu torque é de 0,0% e quando o rotor é colocado, este valor pode variar. Segundo o fabricante existem duas formas de verificar se o motor está em perfeito funcionamento. A primeira forma é retirar o rotor e verificar o valor e a segunda forma consiste em ligar o motor à velocidade de rotação de 10 ou 12 rpm sem o rotor colocado e o torque em ambas deverá ser igual a 0,0% com uma tolerância de ± 0.1 %. Para este estudo impôs-se ao equipamento uma perturbação durante o seu auto-zero, sendo notado através do torque por ele apresentado (figura 4.4) e fez-se 3 leituras da viscosidade para cada torque imposto.



Figura 4.4. Diferentes torques estudados.

Posição do Rotor

Cada rotor contém uma marca e esta deve estar mergulhada na solução até ao meio. Na figura 4.5 estão apresentadas as três posições testadas (marca totalmente submersa, marca submersa até meio e marca não submersa). Neste estudo leu-se 3 vezes a viscosidade para cada posição do rotor.

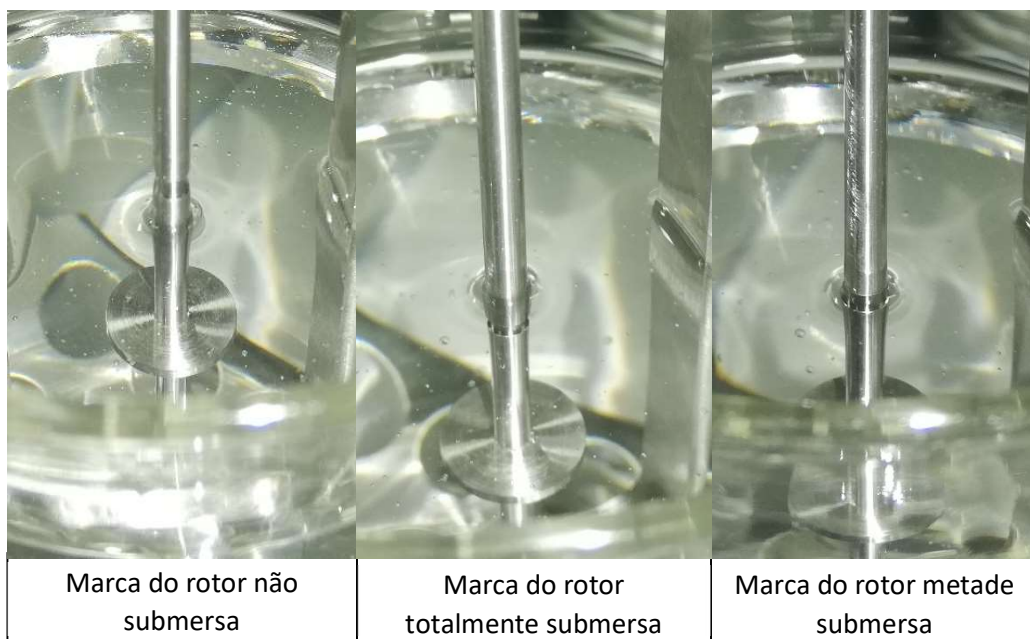


Figura 4.5. Diferentes posições do rotor estudadas.

Bolhas de Ar na Solução a Analisar

A passagem da substância a analisar do recipiente onde é armazenada para o frasco onde irá ser testada podem ser introduzidas bolhas de ar. Na figura 4.6 está visível uma solução com presença de bolhas de ar e outra com ausência destas.



Figura 4.6. Solução com e sem a presença de bolhas de ar.

Velocidade de Rotação do Rotor

Segundo os procedimentos da Sede e de acordo com o manual do fabricante a velocidade de rotação deve ser escolhida tendo em conta o valor do torque aplicado. Este deverá ser superior a 10% e idealmente deverá estar compreendido entre 40% e 60%. Realizou-se o estudo da influência da velocidade de rotação para cada rotor, onde se fez três leituras da viscosidade para cada velocidade de rotação.

Estabilidade da Medição num Intervalo de Tempo

Realizou-se o estudo da influência do tempo durante 4 horas após a amostra estabilizar a temperatura. Colocou-se a amostra no banho e esperou-se até a temperatura estabilizar a 25°C inicializando-se a contagem do tempo. Até fazer uma hora registou-se o valor da viscosidade em intervalos de 10 minutos, de forma a verificar quanto tempo é necessário deixar a solução em repouso, a partir do momento em que ela atinge a temperatura pretendida, para que o valor da viscosidade estabilize. Após a primeira hora o registo da viscosidade passou a ser feito de 20 em 20 minutos para se perceber se nesse tempo existia alterações nas soluções que fizessem variar a viscosidade.

Temperatura

Segundo o fabricante a verificação do equipamento apenas é válida se a temperatura pretendida estiver dentro da tolerância de $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$. Por esta razão determinou-se a viscosidade das diferentes soluções a 24,7°C; 25,0°C e 25,3°C. Também se efetuou o estudo do efeito da temperatura na determinação da viscosidade sendo medida em intervalos de 0,5°C desde os 23°C até aos 27°C. Para cada temperatura estudada efetuou-se três leituras da viscosidade.

4.5.1. Nivelamento do Equipamento, Auto-zero, Posição do Rotor e Bolhas de Ar na Solução a Analisar

Após o estudo das interferências como o nível, o auto-zero, a posição do rotor e a presença de bolhas de ar para as diferentes soluções, foi possível resumir os resultados obtidos na tabela 4.8. Os resultados numéricos individuais encontram-se no Anexo C.

Tabela 4.8. Resultados obtidos para cada parâmetro estudado e o respectivo erro máximo.

Estudo	Solução	Condição	Viscosidade média (cP)	Erro Máximo (%)
Nivelamento	SP1 48,80 cP	Cima	50,28	3,03
		Baixo	50,24	3,03
		Direita	49,84	2,30
		Esquerda	51,48	5,49
		Centro	49,44	1,31
	SP2 495,0 cP	Cima	482,0	2,63
		Baixo	486,3	1,82
		Direita	487,0	1,62
		Esquerda	481,3	2,83
		Centro	498,0	0,61
	SP3 4870 cP	Cima	4904	0,78
		Baixo	4860	0,21
		Direita	4896	0,53
		Esquerda	4800	1,44
		Centro	4876	0,16
Auto-zero	SP1 48,80 cP	< - 0,1%	49,52	1,56
		= 0%	49,44	1,31
		> 0,1%	49,56	1,56
	SP2 495,0 cP	< - 0,1%	498,7	0,80
		= 0%	498,0	0,61
		> 0,1%	499,0	0,80
	SP3 4870 cP	< - 0,1%	4874	0,16
		= 0%	4874	0,16
		> 0,1%	4876	0,16
Posição Rotor	SP1 48,80 cP	Acima	49,68	1,80
		Centro	49,44	1,31
		Abaixo	47,20	3,28
	SP2 495,0 cP	Acima	504,0	1,82
		Centro	498,0	0,61
		Abaixo	491,3	0,80
	SP3 4870 cP	Acima	5010	2,87
		Centro	4874	0,16
		Abaixo	4736	2,79
Bolhas de ar na solução	SP1 48,80 cP	Com	51,08	4,75
		Sem	49,44	1,31
	SP2 495,0 cP	Com	507,3	2,63
		Sem	498,0	0,61
	SP3 4870 cP	Com	4846	4,52
		Sem	4874	0,16

Deste estudo concluiu-se que o fator com maior influência é o nivelamento do equipamento com um erro máximo de 5,49%. Segue-se a presença de bolhas de ar com

um erro máximo de 4,75%, a posição do rotor com um erro máximo de 3,28% e o auto-zero com um erro máximo de 1,56%. Em geral verifica-se que para as variáveis apresentadas a solução padrão de menor viscosidade apresenta maiores erros máximos associados, sendo que à medida que a viscosidade aumenta os erros máximos tornam-se menores.

4.5.2. Velocidade de Rotação do Rotor

As representações gráficas da evolução da viscosidade em função da velocidade de rotação para a solução padrão 1, 2 e 3 encontram-se nas figuras 4.7, 4.8 e 4.9 respetivamente (resultados numéricos obtidos no Anexo C).

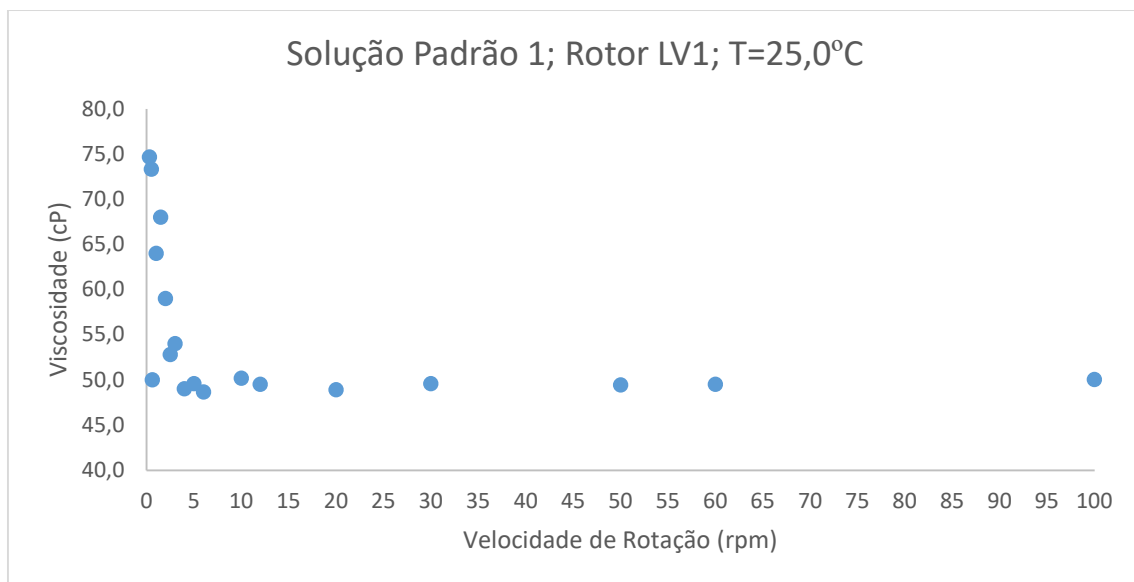


Figura 4.7. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da velocidade de rotação (rpm) a 25°C para a solução padrão 1 que tem uma viscosidade de 48,80cP.

Pela observação da figura verifica-se que para velocidades de rotação mais baixas o erro associado à medição é maior. Verificou-se que até 12 rpm o torque aplicado pelo equipamento fica abaixo de 10% do torque máximo e os erros nas medidas de viscosidade são muito grandes (56%.) Uma vez que segundo o fabricante, este deve ser superior a 10%, concluiu-se que para esta solução padrão e para este rotor apenas se pode utilizar velocidades de rotação superiores a 12 rpm.

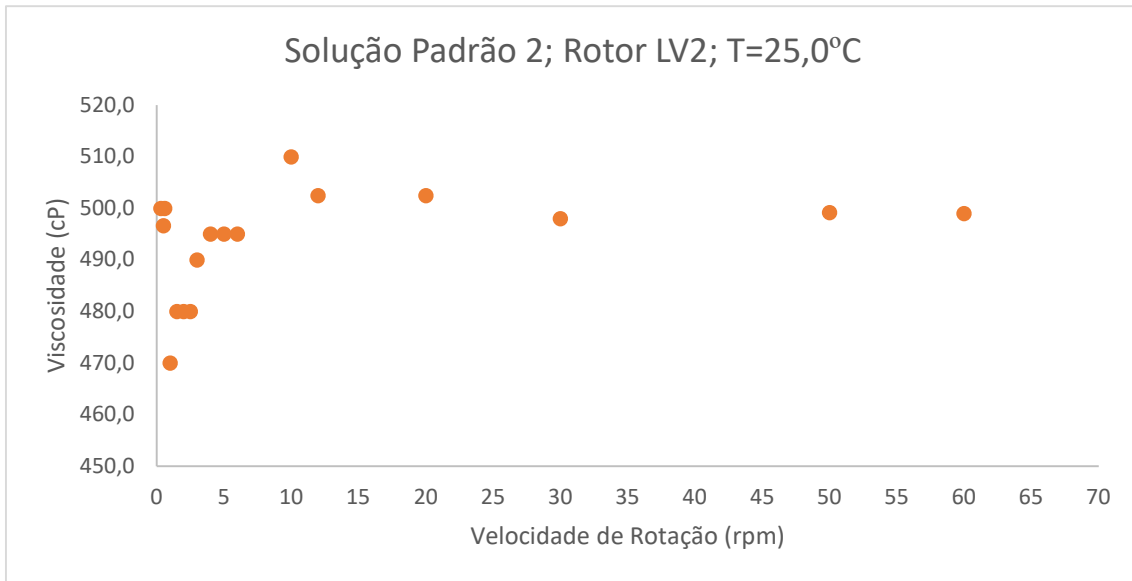


Figura 4.8. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da velocidade de rotação (rpm) a 25°C para a solução padrão 2 que tem uma viscosidade de 495cP.

Pela observação da figura 4.8 verifica-se que para velocidades de rotação mais baixas o erro associado à medição é maior tal como na solução padrão 1. Verificou-se que até 10 rpm o torque aplicado fica abaixo de 10% do torque máximo e os erros nas medidas de viscosidade (9%) já não são tao elevados como para a solução padrão 1. Concluiu-se que para a solução padrão 2 e para este rotor apenas se pode utilizar velocidades de rotação superiores a 10 rpm.

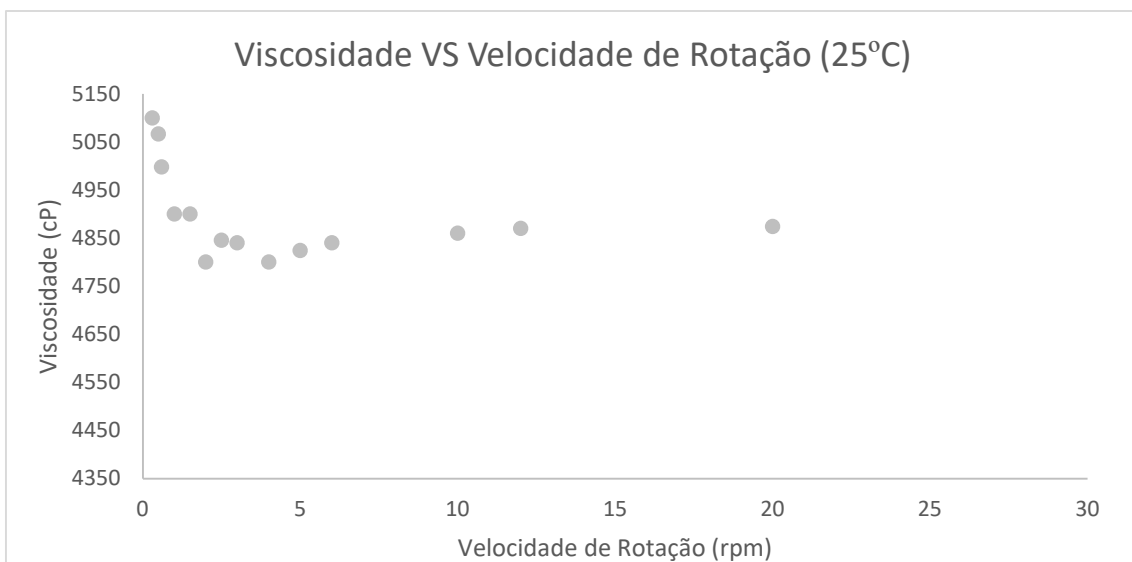


Figura 4.9. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da velocidade de rotação (rpm) a 25°C para a solução padrão 3 que tem uma viscosidade de 4870 cP.

Observando a figura 4.9. verifica-se que mantém o comportamento das outras soluções padrão, uma vez que para velocidades de rotação mais baixas o erro associado à medição é maior. Verificou-se que até 2,5 rpm o torque aplicado fica abaixo de 10% do torque máximo e apresenta erros nas medidas de viscosidade de cerca de 5%, concluindo-se que para a solução padrão 3 e para este rotor apenas se pode utilizar velocidades de rotação superiores a 2,5 rpm.

Verificou-se ainda que quanto maior é a viscosidade de solução padrão, menor é o erro associado à medição, tendo-se já verificado este comportamento no estudo das outras variáveis (nível, auto-zero, posição do rotor e presença de bolhas de ar na solução).

4.5.3. Estabilidade da medição num Intervalo de Tempo

A representação gráfica da evolução da viscosidade com o tempo para as diferentes soluções padrão encontra-se na figura 4.10 (resultados numéricos no Anexo C).

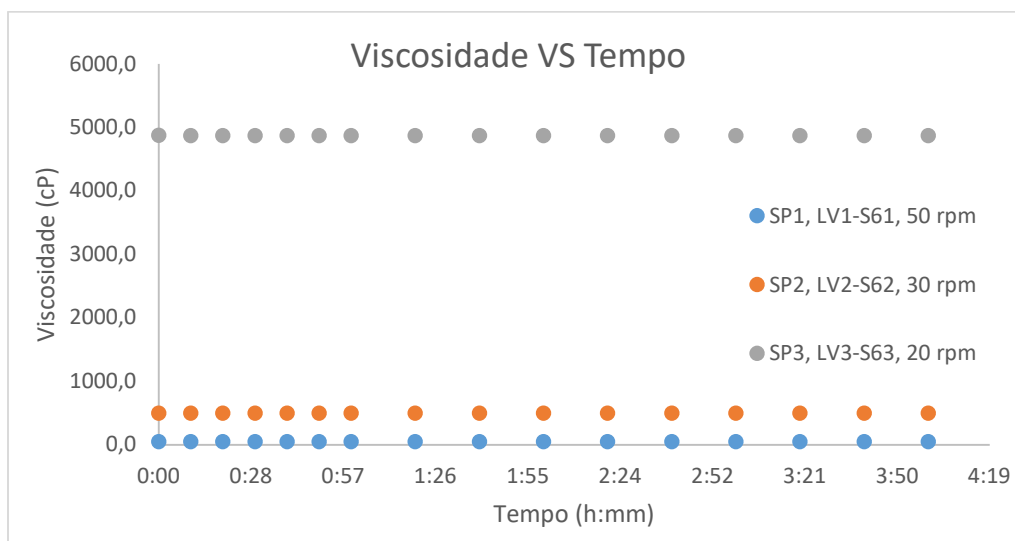


Figura 4.10. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função do tempo a 25°C para solução padrão 1 (cor azul) com o rotor LV1-S61 a 50 rpm, para a solução padrão 2 (cor de laranja) com o rotor LV2-S62 a 30 rpm e para a solução padrão 3 (cor cinza) com o rotor LV3-S63 a 20 rpm.

No estudo desta variável foi possível concluir que o tempo não faz variar a viscosidade sendo que os desvios máximos obtidos foram de 1,56%, 1,21% e 0,16% correspondendo à solução padrão 1, 2 e 3 respetivamente.

4.5.4. Temperatura

A representação gráfica da evolução da viscosidade com o tempo para a solução padrão 1, 2 e 3 encontram-se nas figuras 4.11, 4.12 e 4.13 respetivamente (resultados numéricos obtidos no Anexo C).

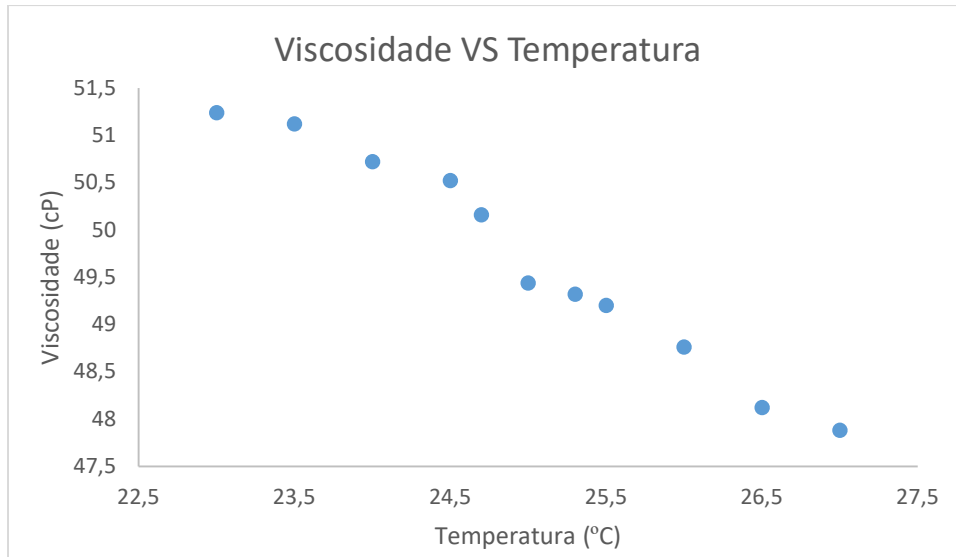


Figura 4.11. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da temperatura (°C) para a solução padrão 1 utilizando o rotor LV1-S61 e a 50 rpm.

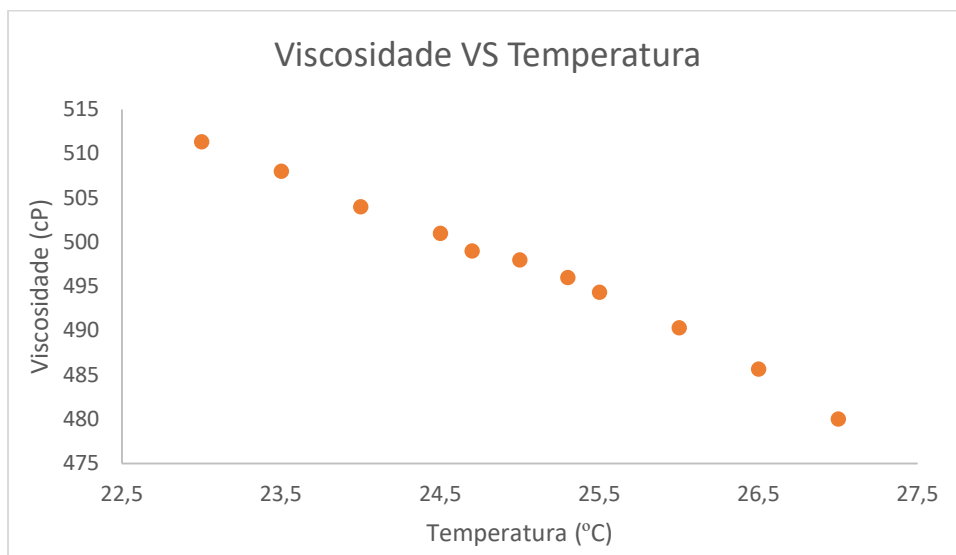


Figura 4.12. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da temperatura (°C) para a solução padrão 2 utilizando o rotor LV2-S62 e a 30 rpm.

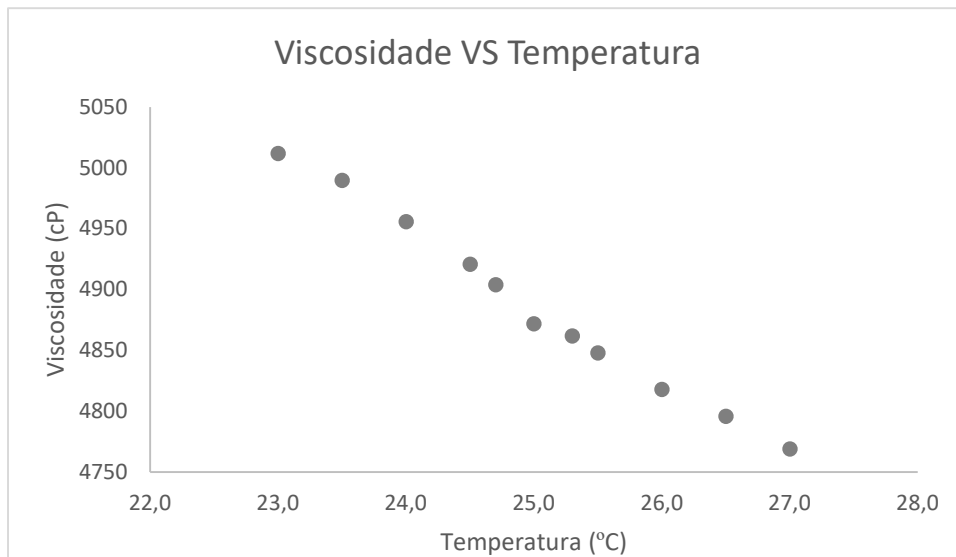


Figura 4.13. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da temperatura (°C) para a solução padrão 3 utilizando o rotor LV3-S63 e a 20 rpm.

Pela observação das figuras anteriores verificou-se que para as três soluções a viscosidade diminui com o aumento da temperatura, estando de acordo com o esperado uma vez que é sabido que a viscosidade dos líquidos diminui com o aumento da temperatura. Este estudo revela a importância do ajuste rigoroso da temperatura nas determinações da viscosidade.

4.6. Estudo da Influência da Temperatura na Viscosidade das Matérias Primas

Após a execução do estudo das possíveis interferências do método realizou-se o estudo da influência da temperatura no valor da viscosidade das matérias primas com os códigos G e J.

Para a matéria prima G é importante saber qual a temperatura ótima de entrada na mistura, isto é, a temperatura mais baixa a que se deve submeter a substância para que a sua viscosidade seja a menor possível de forma a facilitar a sua entrada na mistura. A temperatura ótima permite a redução dos custos de aquecimento desnecessários e a possível degradação da matéria prima, uma vez que com o aumento da temperatura podem ocorrer reações secundárias e indesejáveis que a degradam. Para esta matéria prima estudou-se o intervalo de 15°C a 80°C, onde se fez 3 leituras da viscosidade para cada incremento de 5°C.

Na figura 4.14 e 4.15 estão apresentados os comportamentos da viscosidade em função da temperatura para o material G e J respetivamente. Os resultados numéricos obtidos encontram-se no anexo D.

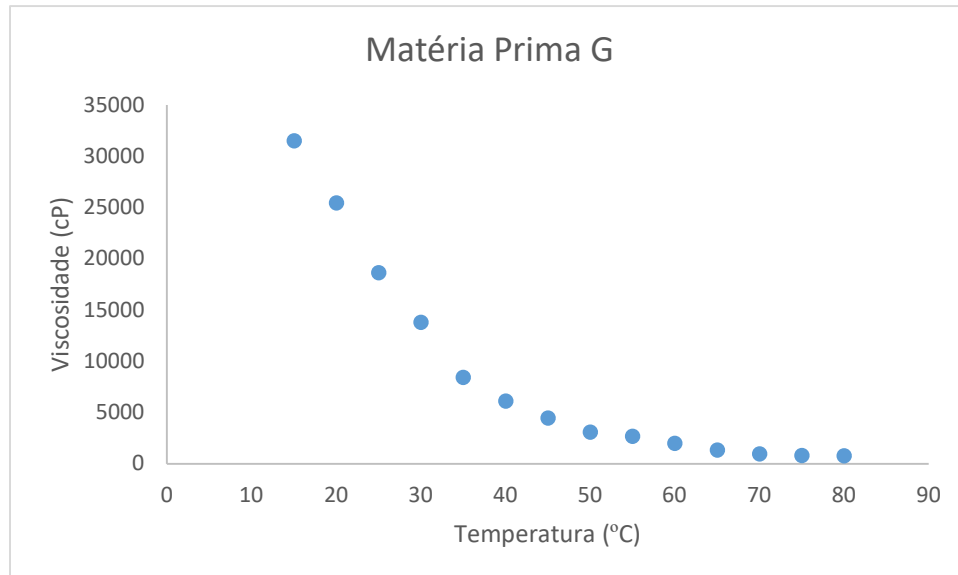


Figura 4.14. Representação gráfica da viscosidade (cP) em função da temperatura (°C) da matéria prima G.

Pela análise da figura 4.14 é possível concluir que a viscosidade da matéria prima G diminui com o aumento da temperatura, tal como era esperado. Verificou-se que os valores da viscosidade desta matéria prima estabilizam perto dos 65°C.

Depreende-se que a temperatura de otimização do processo desta matéria prima é de cerca 65°C, uma vez que é a temperatura mais baixa para a qual a viscosidade desta substância assume o valor mínimo.

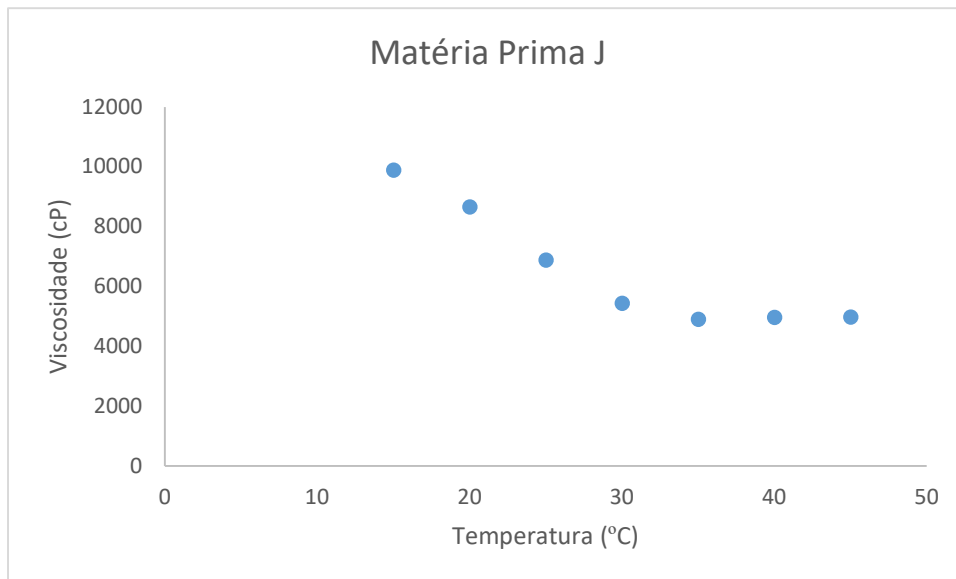


Figura 4.15. Representação gráfica da evolução da viscosidade (cP) em função da temperatura (°C) da matéria prima J.

Pela análise da figura 4.15 é possível concluir que a viscosidade diminui com o aumento da temperatura tal como foi observado para a matéria prima G. Verificou-se que os valores da viscosidade da matéria prima J estabilizam perto dos 30°C.

É expectável que a viscosidade da matéria prima J não varie muito com a temperatura, tendo-se assumido o valor de referência como sendo o valor da viscosidade a 25°C. Assim, verificou-se um erro máximo de 43,5%, sendo um erro elevado conclui-se que a temperatura faz variar a viscosidade desta matéria prima, mais do que é esperado.

4.7. Comparação dos Valores de Viscosidade Determinados Experimentalmente com os Indicados pelos Fornecedores

Realizou-se a análise de controlo de qualidade às amostras das matérias primas já recolhidas (A, B, C, D, E, F, G, H, I e J) com o objetivo de comparar o valor obtido experimentalmente com o valor apresentado pelo fornecedor. Para cada amostra fez-se 3 leituras da viscosidade.

Na tabela 4.9 estão apresentados os valores obtidos da viscosidade de várias matérias primas bem como a viscosidade indicada pelos fornecedores, os limites de aceitação da empresa e os respetivos erros.

Tabela 4.9. Resultados obtidos da medição da viscosidade (cP) a 25°C para cada matéria prima.

Código	Viscosidade (cP)	Viscosidade Fornecedor(cP)	Erro (%)	Limites (cP)
A	941,3	873	7,83	500 – 1000
B	1952	1760	10,9	1200 – 1900
C	3943	4941	20,2	2800 – 5000
D	8697	8730	0,38	6000 – 10000
E	8960	9900	9,49	6000 – 10000
F	8933	8720	2,44	7500 – 13000
G	18647	15390	21,2	8000 – 30000
H	17600	8378	110	6000 – 20000
I	14833	7458	98,9	6000 – 20000
J	5940	4140	43,5	3500 – 5000

Analisando a tabela anterior conclui-se que as matérias primas A, C, D, E, F, G, H e I podem ser aprovadas, uma vez que se encontram dentro dos limites de aprovação. Verifica-se também que a amostra H, I e a J apresentam um erro de 110%, 98,9% e 43,5% respetivamente. Diferenças desta magnitude são difíceis de atribuir a erros no método de determinação e devem ocorrer devido a problemas nas matérias primas. Para confirmar esta conclusão seria aconselhável fazer um ensaio de Cross-Check entre outros laboratórios relativamente a estes materiais. No entanto a percentagem de erro máximo para as soluções H e I é inferior à percentagem de erro máximo permitido pelos limites de aprovação. Já a solução J apresenta um erro muito máximo muito próximo ao erro máximo permitido pelos limites de aprovação.

A matérias primas B e J apresentam valores um pouco superiores ao limite máximo de aprovação destes tipos de matérias primas. Seria necessário repetir a análise destas matérias primas e caso se confirmasse os valores, então seria necessário avaliar-se a possibilidade da sua aprovação.

4.8. 5S's

Quanto a este objetivo, foram feitos vários trabalhos, quer físicos como a limpeza e organização do espaço do laboratório quer digital como a atualização de ficheiros já existente como os planos de controlo internos e a execução de novos.

Na secção digital, foi necessário recolher e verificar se todos os planos de controlo realizados pelo laboratório estavam de acordo com os planos de controlo das restantes áreas da fábrica que interagem com este, bem como se estavam de acordo com os planos de controlo pedidos pela Sede. Neste caso conclui-se que tudo o que a Sede exige nos

planos de controlo está a ser executado pelo laboratório, porém existem análises extras a serem feitas, uma vez que são requeridas pelas diferentes áreas de produção da fábrica de Lousado.

De modo a auxiliar os técnicos do laboratório, elaborou-se um ficheiro numa folha de cálculo, em que ao introduzir o presente mês e ano, este apresenta a percentagem de controlos feitas e a ser feita, bem como a percentagem de controlos que tinham falhado nesse mês. Existindo uma folha de cálculo para cada tipo de controlo, o técnico pode ver quais os dias do mês em que determinado controlo deverá ser realizado, sendo que este deve indicar ao sistema quando algum foi executado, de forma ao ficheiro poder ser atualizado.

Quanto ao espaço físico, o laboratório está dividido em 3 partes, a sala das matérias primas, a sala principal onde se receciona matérias primas e materiais em desenvolvimento e a sala das propriedades físicas. A implementação dos 5S's foi feita quer na sala principal, quer na sala das propriedades físicas.

Inicialmente verificou-se todos os materiais e equipamentos presentes nas salas, quer dentro, quer fora dos armários. Seguiu-se a realização de uma lista onde tudo estava discriminado bem como os locais que ocupariam. De seguida arrumou-se os materiais tendo em vista a opinião dos técnicos, uma vez que se pretendia que estivessem ao alcance de qualquer um, bem como fosse de rápido e fácil acesso. Depois desta etapa etiquetou-se nas gavetas e prateleiras o lugar específico de cada objeto, de forma a que os técnicos saibam onde procurar e arrumar, mantendo sempre o ambiente de trabalho limpo e agilizando o processo de recolha e arrumação.

Na figura 4.16 encontram-se exemplos do antes de serem arrumados e organizados e o depois para alguns armários das salas.



Figura 4.16. Fotografias do antes e depois da implementação dos 5S's no laboratório.

Na sala principal existe uma estante onde são colocadas as amostras para analisar e as amostras de materiais em processamento já analisadas, nesta última, os materiais são divididos de acordo com o facto de serem de produção diária (o que se chama amostras de Level Check) ou serem de testes/estudos (o que se chama amostras Trials). As amostras dos materiais em processamento estão organizadas por grupos de acordo com o destino que irão ter após serem descartadas no início de cada mês, uma vez que são reaproveitadas no processo de produção. Internamente, este aproveitamento tem o nome de Workoff (WO) e ReWork (RW). Foi necessário verificar o WO e RW de cada material com o DIP-

Direção de Industrialização do Produto e agrupar os mais recentes, para que houvesse uma economia de espaço. Com o apoio da equipa, criou-se algumas regras como:

- Não colocar amostras na última prateleira de cada estante devido à ergonomia;
- Colocar 3 parcelas de amostras por cada prateleira de forma a caber mais amostras num menor número de prateleiras disponíveis;
- Em cada secção, organizar as parcelas por dias para agilizar a procura de amostras para eventuais repetições de análises.
- Pintar as prateleiras de acordo com o código RW/WO de forma a haver uma melhor visualização do local de arrumação de cada amostra.

Atribuiu-se uma cor a cada grupo, bem como a cada secção, como se verifica na figura 4.17.

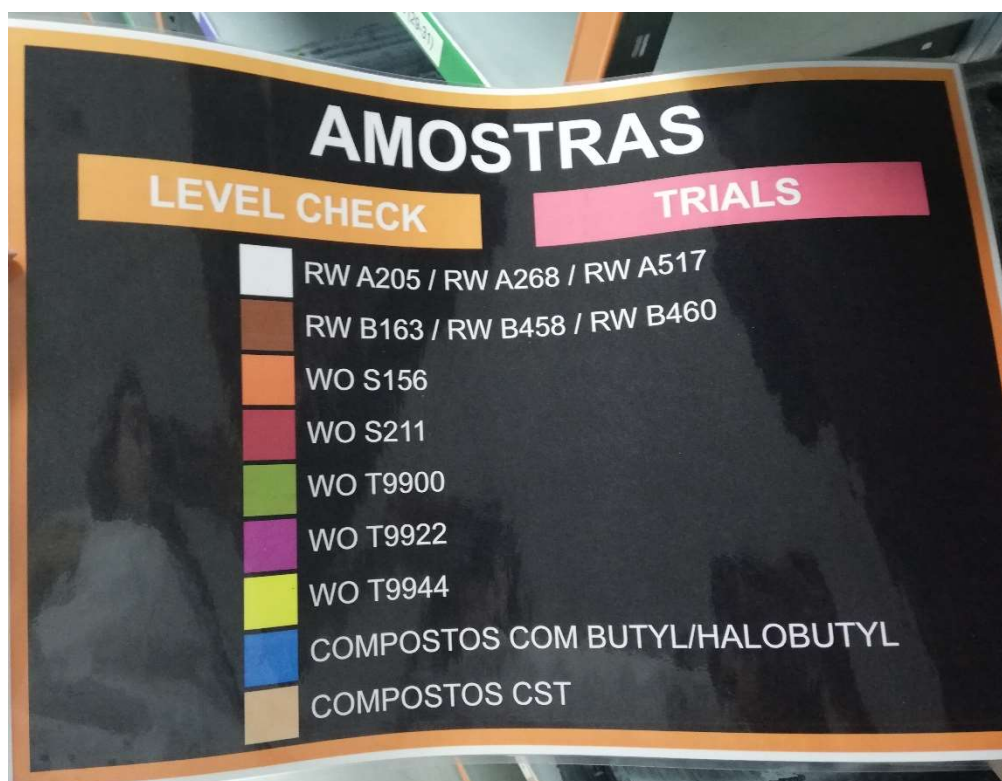


Figura 4.17. Código de cores criado para a arrumação das amostras analisadas.

Por fim a estante de arrumação das amostras foi pintada de acordo com o código de cores criado tal como é possível observar na figura 4.18.



Figura 4.18. Fotografias do antes e do depois das alterações da estante de arrumação das amostras analisadas.

Com a implementação desta política foi possível observar que as mudanças efetuadas no espaço físico do laboratório ajudaram a diminuir o tempo de procura e arrumação quer das amostras, quer dos materiais utilizados nas análises. O ambiente tornou-se assim, mais limpo e seguro.

Capítulo 6 – Conclusões

Após a realização do estágio na empresa Continental Mabor – Indústria de Pneus S.A. foi possível perceber a importância e o rigor do controle de qualidade quer das matérias primas, quer dos materiais em desenvolvimento.

Quanto à implementação do método da determinação da viscosidade dinâmica concluiu-se que este foi implementado com sucesso uma vez que se cumpriu todos os testes programados, a devida formação dos técnicos do laboratório bem como se obteve a aprovação do equipamento pelo Departamento de Metrologia.

As determinações da viscosidade foram validadas através do estudo estatístico do Tipo 1 os valores obtidos de C_g e de C_{gk} (2,02 e 1,83 respectivamente) são superiores a 1,33. A aplicação do estudo estatístico do Tipo 2 em que os critérios de validação são: ndc superior a 5 e %GRR inferior a 10%, revela que o método analítico é marginalmente aceite porque a %GRR determinada experimentalmente (18,26%) é superior a 10% e inferior a 30%. Através da análise das soluções padrão foi possível concluir que o equipamento se encontra calibrado seguindo as especificações do fabricante, uma vez que todos os valores obtidos se encontram dentro dos limites de tolerância.

Quanto ao ensaio de Cross-Check realizado a amostra analisada apresentava um valor de viscosidade de 1242,7 cP que comparando com o valor apresentado pela Sede de 1250 cP são próximos sendo que o erro é de 0,6%.

Através do estudo das possíveis interferências que o método poderá apresentar verificou-se que as variáveis com mais influência são o nivelamento do viscosímetro e a temperatura da amostra. O erro máximo associado ao nivelamento do equipamento é de 5,49%, segue-se a presença de bolhas de ar na solução com um erro máximo de 4,75%, a posição da marca do rotor com um erro máximo de 3,28%, e o auto-zero com um erro máximo de 1,56%. Observou-se que a viscosidade diminui com o aumento da temperatura e que a viscosidade não se altera ao longo do tempo tendo-se obtido um erro máximo de 1,56%. Verificou-se ainda que a viscosidade pouco varia com a velocidade de rotação do rotor desde que o torque aplicado seja superior a 10% do valor máximo, tal como indica o fabricante.

Quanto ao estudo da evolução da viscosidade das matérias primas com a temperatura verificou-se que para ambas as matérias primas a viscosidade diminui com o aumento da temperatura. Concluiu-se que a matéria prima G tem uma temperatura de otimização de cerca 65°C. Torna-se desnecessário aquecer a uma temperatura superior, dado que a partir deste valor ela apresenta sempre o mesmo valor de viscosidade, diminuindo os custos de aquecimento e diminuindo a probabilidade da degradação da matéria prima por reações secundárias indesejáveis provocadas por temperaturas elevadas. Para a matéria prima J a viscosidade estabiliza perto dos 30°C. Uma vez que se espera que esta varie o mínimo possível com a temperatura, assumiu-se o valor de referência como sendo o valor da viscosidade a 25°C. Assim, verificou-se um erro máximo de 43,5%, sendo este um valor elevado, conclui-se que para o intervalo de temperatura estudado, a viscosidade desta matéria prima varia mais do que é esperado.

Quanto à comparação dos valores da viscosidade das 10 matérias primas analisadas com os valores dados pelos fornecedores e pelos limites de aceitação, verificou-se que as matérias primas A, C, D, E, F, G, H e I podem ser aprovadas, uma vez que se encontram dentro dos limites. Já as matérias primas B e J apresentam valores (1952,0 e 6393,3 cP respetivamente) superiores ao limite máximo de aprovação da empresa (1900 e 5000 cP respetivamente) sendo necessário repetir a análise para confirmação dos resultados. Verifica-se também que a amostra H, I e a J apresentam um erro de 110%, 99,9% e 43,5% respetivamente, no entanto estão próximos dos valores de erros máximos permitidos pelos limites de aprovação. Sugere-se a realização de ensaios de Cross-Check noutros laboratórios destas matérias primas.

Quanto aos 5S's foi possível concluir que as mudanças efetuadas no espaço físico do laboratório ajudaram a diminuir o tempo de procura e arrumação quer das amostras, quer dos materiais utilizados nas análises. O ambiente tornou-se assim, mais limpo e seguro.

Deve-se realçar que a existência destes projetos é importante para um crescimento contínuo a nível pessoal e académico dos estudantes. Durante o período de estágio foi possível crescer na vida pessoal e principalmente na profissional. Foi importante ser bem integrada quer na equipa do laboratório quer na equipa do departamento de Qualidade, uma vez que aprendi muito com os colaboradores da Empresa.

Como trabalhos futuros sugiro a continuação da implementação dos métodos Stiffness e BET, uma vez que já havia sido começado o estudo desses métodos durante o período de estágio. Esse estudo consistiu em traduções de métodos e contactos com fornecedores, apenas faltava a parte mais prática da implementação que seria fazer os testes de aprovação dos equipamentos. Também seria interessante continuar a implementar os 5S's nas outras salas do laboratório.

Bibliografia

- [1] Our History. (acedido a 21 de novembro de 2019) Obtido de Continental: <https://www.continental.com/en/company/history>
- [2] Sobre a Mabor. (Acedido a 21 de novembro de 2019) Obtido de Mabor: <https://www.mabor.pt/ligeiros/the-brand>
- [3] Continental Mabor - Indústria de Pneus, S.A (Acedido a 21 de novembro de 2019) Obtido de European Job Days: <https://www.europeanjobdays.eu/en/company/continental-maborind%C3%BAstria-de-pneus-sa>
- [4] Indústria de Componentes para Automóveis. (Acedido a 04 de dezembro de 2019) Obtido de Associação de Fabricantes para Indústria Automóvel: https://afia.pt/wpcontent/uploads/2019/01/afia_indcompautomoveis.pdf
- [5] História do Pneu. (Acedido a 1 de dezembro de 2019) Obtido de ANIP: <http://www.anip.org.br/historia-e-fabricacao/>
- [6] Europa Representa 24% Do Mercado Mundial De Pneus. (Acedido a 01 de dezembro de 2019) Obtido de Transporte Press: <https://www.transportepress.com/europa-representa-24do-mercado-mundial-de-pneus/>
- [7] Tire Components. (Acedido a 08 de dezembro de 2019) Obtido de Continental: <https://www.continental-tires.com/car/tire-knowledge/tire-basics/tire-components>
- [8] Compound Development and Applications George Burrowes, The Goodyear Tire & Rubber Company, Lincoln, Nebraska , U.S.A. Brendan Rodgers, The Goodyear Tire & Rubber Company, Akron, Ohio, U.S.A., 2015, REINFORCING MATERIALS IN RUBBER PRODUCTS (versão PDF do documento descarregado a 04 de janeiro de 2020)
- [9] Tire Production. (Acedido a 08 de dezembro de 2019) Obtido de Continental: <https://www.continental-tires.com/car/tire-knowledge/tire-basics/tire-production>
- [10] Introdução à Mecânica de Fluidos. (Acedido a 25 de agosto de 2020) Obtido de Luso Academia: <https://lusoacademia.org/2015/08/01/introducao-a-mecanica-dos-fluidos/>
- [11] Sistema de transporte de fluidos, Maria Teresa Esteves, disponibilizado na unidade curricular Sistema de Transporte de Fluidos da Licenciatura em Engenharia Química do Instituto Superior de Engenharia do Porto
- [12] Absolute, Dynamic and Kinematic Viscosity. (Acedido a 25 de agosto de 2020) Obtido de The Engineering Toolbox: https://www.engineeringtoolbox.com/dynamic-absolute-kinematic-viscosity-d_412.html
- [13] Norma IATF 16949, 2016 – The International Automotive Quality Standard
- [14] MSA (MEASUREMENT SYSTEM ANALYSIS). (Acedido a 9 de outubro de 2020). Obtido de CLT Services: <https://www.cltservices.net/formacao/cursos-de-curta-duracao/portfolio/msa-measurement-system-analysis>
- [15] Estudo do Tipo I (Cg e Cgk). (Acedido a 9 de outubro de 2020) Obtido de Portal Action: <http://www.portalaction.com.br/manual-ferramentas-da-qualidade/estudo-do-tipo-cg-e-cgk>

[16] Brookfield Ametek, Digital Viscosimeter, Operating Instructions, Manual No. M14-023-A0416

[17] Automotive Industry Action Group - AIAG 2010. Measurement Systems Analysis – MSA. Fourth Edition. Southfield: AIAG.

[18] O que é a metodologia 5S e como ela é utilizada. (Acedido a 25 de agosto de 2020) Obtido de Sobreadministração: <http://www.sobreadministracao.com/o-que-e-a-metodologia-5s-e-como-ela-e-utilizada/>

ANEXOS

Anexo A – Estudo Cg e Cgk

Plant: Lousado	Measurement System Analysis Type 1 Study - C_g/C_{gk} Study (Bias and Repeatability)	Area of Application: 																																																																																																														
Data Acquisition (Data Input in Yellow Fields)																																																																																																																
Measurement Gage Measurement System: 4872 Identification Number: 4878 Measurement Range: 4878 Resolution: 4872	Measurement Standard Description: Viscosity Standard 5000 Identification Number: Known Value: 4870,000	Date: 22/06/2020 Characteristic: Viscosidade Brookfield Measurement Unit: cP (mPa.s) Remarks: 																																																																																																														
Tolerance Width (TW): 220,00 <small>(as example, if Tolerance ± 5, TW = 10)</small>																																																																																																																
Process Width (PV): (if known) <small>(PV = 6 x process st. dev.)</small>																																																																																																																
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; font-size: small;"> <thead> <tr> <th>Repeat</th><th>Value</th><th>Repeat</th><th>Value</th><th>Repeat</th><th>Value</th><th>Repeat</th><th>Value</th><th>Repeat</th><th>Value</th></tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>4878,000</td><td>11</td><td>4872,000</td><td>21</td><td>4872,000</td><td>31</td><td>4872,000</td><td>41</td><td>4866,000</td></tr> <tr><td>2</td><td>4866,000</td><td>12</td><td>4878,000</td><td>22</td><td>4872,000</td><td>32</td><td>4872,000</td><td>42</td><td>4872,000</td></tr> <tr><td>3</td><td>4878,000</td><td>13</td><td>4872,000</td><td>23</td><td>4878,000</td><td>33</td><td>4866,000</td><td>43</td><td>4878,000</td></tr> <tr><td>4</td><td>4878,000</td><td>14</td><td>4872,000</td><td>24</td><td>4866,000</td><td>34</td><td>4872,000</td><td>44</td><td>4872,000</td></tr> <tr><td>5</td><td>4872,000</td><td>15</td><td>4872,000</td><td>25</td><td>4866,000</td><td>35</td><td>4866,000</td><td>45</td><td>4872,000</td></tr> <tr><td>6</td><td>4866,000</td><td>16</td><td>4878,000</td><td>26</td><td>4872,000</td><td>36</td><td>4872,000</td><td>46</td><td>4872,000</td></tr> <tr><td>7</td><td>4878,000</td><td>17</td><td>4872,000</td><td>27</td><td>4872,000</td><td>37</td><td>4872,000</td><td>47</td><td>4872,000</td></tr> <tr><td>8</td><td>4872,000</td><td>18</td><td>4872,000</td><td>28</td><td>4872,000</td><td>38</td><td>4872,000</td><td>48</td><td>4872,000</td></tr> <tr><td>9</td><td>4866,000</td><td>19</td><td>4878,000</td><td>29</td><td>4872,000</td><td>39</td><td>4872,000</td><td>49</td><td>4872,000</td></tr> <tr><td>10</td><td>4872,000</td><td>20</td><td>4872,000</td><td>30</td><td>4866,000</td><td>40</td><td>4872,000</td><td>50</td><td>4872,000</td></tr> </tbody> </table>			Repeat	Value	Repeat	Value	Repeat	Value	Repeat	Value	Repeat	Value	1	4878,000	11	4872,000	21	4872,000	31	4872,000	41	4866,000	2	4866,000	12	4878,000	22	4872,000	32	4872,000	42	4872,000	3	4878,000	13	4872,000	23	4878,000	33	4866,000	43	4878,000	4	4878,000	14	4872,000	24	4866,000	34	4872,000	44	4872,000	5	4872,000	15	4872,000	25	4866,000	35	4866,000	45	4872,000	6	4866,000	16	4878,000	26	4872,000	36	4872,000	46	4872,000	7	4878,000	17	4872,000	27	4872,000	37	4872,000	47	4872,000	8	4872,000	18	4872,000	28	4872,000	38	4872,000	48	4872,000	9	4866,000	19	4878,000	29	4872,000	39	4872,000	49	4872,000	10	4872,000	20	4872,000	30	4866,000	40	4872,000	50	4872,000
Repeat	Value	Repeat	Value	Repeat	Value	Repeat	Value	Repeat	Value																																																																																																							
1	4878,000	11	4872,000	21	4872,000	31	4872,000	41	4866,000																																																																																																							
2	4866,000	12	4878,000	22	4872,000	32	4872,000	42	4872,000																																																																																																							
3	4878,000	13	4872,000	23	4878,000	33	4866,000	43	4878,000																																																																																																							
4	4878,000	14	4872,000	24	4866,000	34	4872,000	44	4872,000																																																																																																							
5	4872,000	15	4872,000	25	4866,000	35	4866,000	45	4872,000																																																																																																							
6	4866,000	16	4878,000	26	4872,000	36	4872,000	46	4872,000																																																																																																							
7	4878,000	17	4872,000	27	4872,000	37	4872,000	47	4872,000																																																																																																							
8	4872,000	18	4872,000	28	4872,000	38	4872,000	48	4872,000																																																																																																							
9	4866,000	19	4878,000	29	4872,000	39	4872,000	49	4872,000																																																																																																							
10	4872,000	20	4872,000	30	4866,000	40	4872,000	50	4872,000																																																																																																							
Analysis																																																																																																																
<table style="width: 100%; font-size: small;"> <tr> <td>Actual Value, X_m: 4870,000</td> <td>Maximum Value: 4878,000</td> <td>Average Value, X_g: 4872,000</td> <td>Bias: 2,000 <small>(Bi = X_g - X_m)</small></td> </tr> <tr> <td>Upper Reference Value: 4892,000 <small>(X_m + (0.1 x TW))</small></td> <td>Minimum Value: 4866,000</td> <td>Standard Deviation, S_g: 3,637</td> <td>Upper Variation Limit: 4882,910 <small>(X_g + (3 x S_g))</small></td> </tr> <tr> <td>Lower Reference Value: 4848,000 <small>(X_m - (0.1 x TW))</small></td> <td>Range, R: 12,000</td> <td></td> <td>Lower Variation Limit: 4861,090 <small>(X_g - (3 x S_g))</small></td> </tr> </table>			Actual Value, X_m: 4870,000	Maximum Value: 4878,000	Average Value, X_g: 4872,000	Bias: 2,000 <small>(Bi = X_g - X_m)</small>	Upper Reference Value: 4892,000 <small>(X_m + (0.1 x TW))</small>	Minimum Value: 4866,000	Standard Deviation, S_g: 3,637	Upper Variation Limit: 4882,910 <small>(X_g + (3 x S_g))</small>	Lower Reference Value: 4848,000 <small>(X_m - (0.1 x TW))</small>	Range, R: 12,000		Lower Variation Limit: 4861,090 <small>(X_g - (3 x S_g))</small>																																																																																																		
Actual Value, X_m: 4870,000	Maximum Value: 4878,000	Average Value, X_g: 4872,000	Bias: 2,000 <small>(Bi = X_g - X_m)</small>																																																																																																													
Upper Reference Value: 4892,000 <small>(X_m + (0.1 x TW))</small>	Minimum Value: 4866,000	Standard Deviation, S_g: 3,637	Upper Variation Limit: 4882,910 <small>(X_g + (3 x S_g))</small>																																																																																																													
Lower Reference Value: 4848,000 <small>(X_m - (0.1 x TW))</small>	Range, R: 12,000		Lower Variation Limit: 4861,090 <small>(X_g - (3 x S_g))</small>																																																																																																													
<div style="display: flex; justify-content: space-around;"> <div style="width: 45%;"> </div> <div style="width: 45%;"> </div> </div>																																																																																																																
<table style="width: 100%; font-size: small;"> <tr> <td> Capability Index, C_g (Repeatability) $C_g = (0.2 \times TW) / (6 \times S_g)$ 2,02 </td> <td> Capability Index, C_{gk} (Bias and Repeatability) $C_{gk} = ((0.1 \times TW) - B_i) / (3 \times S_g)$ 1,83 </td> </tr> <tr> <td> Minimum Tolerance, T_{Cg} <small>(Based upon Gage Repeatability)</small> $T_{Cg} = (6 \times S_g) / 0.2$ 109,10 </td> <td> Minimum Tolerance Width for Acceptable Measurement Equipment Use <small>(Based upon Maximum of T_{Cg} and T_{Res})</small> 48720,00 </td> </tr> <tr> <td> Minimum Tolerance, T_{Res} <small>(Based upon Gage Resolution)</small> $T_{Res} = \text{Resolution} / 0.1$ 48720 </td> <td></td> </tr> </table>			Capability Index, C_g (Repeatability) $C_g = (0.2 \times TW) / (6 \times S_g)$ 2,02	Capability Index, C_{gk} (Bias and Repeatability) $C_{gk} = ((0.1 \times TW) - B_i) / (3 \times S_g)$ 1,83	Minimum Tolerance, T_{Cg} <small>(Based upon Gage Repeatability)</small> $T_{Cg} = (6 \times S_g) / 0.2$ 109,10	Minimum Tolerance Width for Acceptable Measurement Equipment Use <small>(Based upon Maximum of T_{Cg} and T_{Res})</small> 48720,00	Minimum Tolerance, T_{Res} <small>(Based upon Gage Resolution)</small> $T_{Res} = \text{Resolution} / 0.1$ 48720																																																																																																									
Capability Index, C_g (Repeatability) $C_g = (0.2 \times TW) / (6 \times S_g)$ 2,02	Capability Index, C_{gk} (Bias and Repeatability) $C_{gk} = ((0.1 \times TW) - B_i) / (3 \times S_g)$ 1,83																																																																																																															
Minimum Tolerance, T_{Cg} <small>(Based upon Gage Repeatability)</small> $T_{Cg} = (6 \times S_g) / 0.2$ 109,10	Minimum Tolerance Width for Acceptable Measurement Equipment Use <small>(Based upon Maximum of T_{Cg} and T_{Res})</small> 48720,00																																																																																																															
Minimum Tolerance, T_{Res} <small>(Based upon Gage Resolution)</small> $T_{Res} = \text{Resolution} / 0.1$ 48720																																																																																																																
Results																																																																																																																
<table style="width: 100%; font-size: small;"> <tr> <td> Acceptance Criteria: <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 30%;">$C_{gk} \geq 1.33$</td> <td>Acceptable</td> </tr> <tr> <td>$1.0 - 1.33$</td> <td>Marginally Acceptable</td> </tr> <tr> <td>< 1.0</td> <td>Needs Improvement or Restrictions</td> </tr> </table> </td> <td> Measurement System Acceptable? X NO <small>YES</small> </td> </tr> <tr> <td> Restrictions or Limitations for Tolerance Width? </td> <td> Actions: </td> </tr> <tr> <td> Metrology: </td> <td> Release by QM: <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="border: 1px solid black; width: 30%;"></td> <td style="border: 1px solid black; width: 30%;"></td> <td style="border: 1px solid black; width: 30%;"></td> </tr> <tr> <td style="font-size: x-small; text-align: center;">Name</td> <td style="font-size: x-small; text-align: center;">Date</td> <td style="font-size: x-small; text-align: center;">Signature</td> </tr> </table> </td> </tr> </table>			Acceptance Criteria: <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 30%;">$C_{gk} \geq 1.33$</td> <td>Acceptable</td> </tr> <tr> <td>$1.0 - 1.33$</td> <td>Marginally Acceptable</td> </tr> <tr> <td>< 1.0</td> <td>Needs Improvement or Restrictions</td> </tr> </table>	$C_{gk} \geq 1.33$	Acceptable	$1.0 - 1.33$	Marginally Acceptable	< 1.0	Needs Improvement or Restrictions	Measurement System Acceptable? X NO <small>YES</small>	Restrictions or Limitations for Tolerance Width?	Actions: 	Metrology:	Release by QM: <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="border: 1px solid black; width: 30%;"></td> <td style="border: 1px solid black; width: 30%;"></td> <td style="border: 1px solid black; width: 30%;"></td> </tr> <tr> <td style="font-size: x-small; text-align: center;">Name</td> <td style="font-size: x-small; text-align: center;">Date</td> <td style="font-size: x-small; text-align: center;">Signature</td> </tr> </table>				Name	Date	Signature																																																																																												
Acceptance Criteria: <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 30%;">$C_{gk} \geq 1.33$</td> <td>Acceptable</td> </tr> <tr> <td>$1.0 - 1.33$</td> <td>Marginally Acceptable</td> </tr> <tr> <td>< 1.0</td> <td>Needs Improvement or Restrictions</td> </tr> </table>	$C_{gk} \geq 1.33$	Acceptable	$1.0 - 1.33$	Marginally Acceptable	< 1.0	Needs Improvement or Restrictions	Measurement System Acceptable? X NO <small>YES</small>																																																																																																									
$C_{gk} \geq 1.33$	Acceptable																																																																																																															
$1.0 - 1.33$	Marginally Acceptable																																																																																																															
< 1.0	Needs Improvement or Restrictions																																																																																																															
Restrictions or Limitations for Tolerance Width?	Actions: 																																																																																																															
Metrology:	Release by QM: <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="border: 1px solid black; width: 30%;"></td> <td style="border: 1px solid black; width: 30%;"></td> <td style="border: 1px solid black; width: 30%;"></td> </tr> <tr> <td style="font-size: x-small; text-align: center;">Name</td> <td style="font-size: x-small; text-align: center;">Date</td> <td style="font-size: x-small; text-align: center;">Signature</td> </tr> </table>				Name	Date	Signature																																																																																																									
Name	Date	Signature																																																																																																														

Figura A.1. Estudo do Tipo 2 - C_g e C_{gk} realizado pelo Departamento de Metrologia.

Anexo B – Estudo R&R



Measurement System Analysis
Gage R&R - Type 2 Study
(Average and Range Method)

Area of Application:

Plant: **Lousado**

LEMP

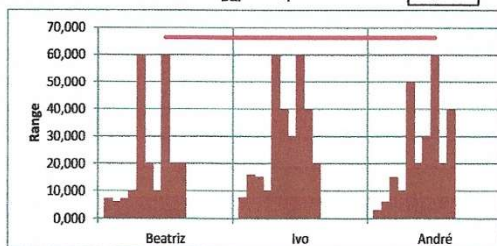
Data Acquisition

Measurement System:	Viscosimetro	Sample Part:	Soluções	Date:	30/07/2020
Identification Number:	VI0003	Characteristic:	Viscosidade	Remark:	0
Gage Measuring Range:	0	Unit of Measure:	cP		
Gage Resolution:	1,0000	Where Measured:	LEMP		
Tolerance Width (TW):	500,000 <small>(as example, if Tolerance ± 5, TW = 10)</small>	Process Width (PW):	0,000 <small>(PV = 6 x process st. dev.)</small>	Number of Appraisers:	3 (3 or 2)
				Number of Parts:	10 (10 or 15)

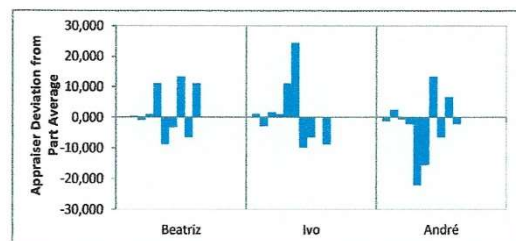
Part	Appraiser A Beatriz				Part	Appraiser B Ivo				Part	Appraiser C André				Part Mean	
	Trial 1	Trial 2	Trial 3	Range		Trial 1	Trial 2	Trial 3	Range		Trial 1	Trial 2	Trial 3	Range		
1	939,00	946,00	939,00	7,00	1	946,50	942,00	939,00	7,50	1	942,00	939,00	939,00	3,00	941,28	
2	1950,00	1950,00	1956,00	6,00	2	1950,00	1940,00	1956,00	16,00	2	1950,00	1956,00	1956,00	6,00	1951,56	
3	3938,00	3945,00	3945,00	7,00	3	3953,00	3945,00	3938,00	15,00	3	3953,00	3938,00	3938,00	15,00	3943,67	
4	8700,00	8700,00	8690,00	10,00	4	8700,00	8690,00	8700,00	10,00	4	8690,00	8700,00	8690,00	10,00	8695,56	
5	8940,00	9000,00	8940,00	60,00	5	9000,00	8940,00	8940,00	60,00	5	8960,00	8910,00	8910,00	50,00	8948,89	
6	8940,00	8940,00	8920,00	20,00	6	8940,00	8980,00	8980,00	40,00	6	8940,00	8920,00	8920,00	20,00	8942,22	
7	18650,00	18640,00	18650,00	10,00	7	18650,00	18620,00	18650,00	30,00	7	18680,00	18660,00	18650,00	30,00	18650,00	
8	17620,00	17620,00	17560,00	60,00	8	17620,00	17560,00	17560,00	60,00	8	17620,00	17560,00	17560,00	60,00	17586,67	
9	14840,00	14820,00	14840,00	20,00	9	14840,00	14820,00	14860,00	40,00	9	14840,00	14860,00	14840,00	20,00	14840,00	
10	6400,00	6400,00	6380,00	20,00	10	6380,00	6360,00	6380,00	20,00	10	6380,00	6400,00	6360,00	40,00	6382,22	
11					11					11						
12					12					12						
13					13					13						
14					14					14						
15					15					15						
Average:	9091,700	9096,100	9062,000	22,000		9097,950	9079,700	9090,300	29,850		9095,500	9084,300	9076,300	25,400		
x_{bar} (A):	9089,933				x_{bar} (B):	9089,317				x_{bar} (C):	9085,367				x_{bar} (Parts):	9088,206
x_{bar} Diff (ABC):	4,5667				R_{bar}:	25,7500				Range (Parts):	#####					

Data Review

RANGE UCL = R_{bar} x D₄ UCL = **66,4350**



AVERAGE DEVIATION



IF any Range value exceeds UCL, Repeat Data Collection study due to Special Cause variation

Figura B.1. Primeira página do estudo do Tipo 2 - R&R realizado pelo Departamento de Metrologia.

Plant: **Lousado**

Area of Application:

LEMP

Data Acquisition

Measurement System: **Viscosimetro**
 Identification Number: **VI0003**

Sample Part: **Soluções**
 Characteristic: **Viscosidade**

Date: **30/07/2020**
 Remark: **0**

Analysis

% Tolerance Analysis

% Process Spread Analysis

REPEATABILITY = Equipment Variation (EV)

$EV = R_{\bar{bar}} \times K_1$ **15,2131**

$K_1 = 0.8862$ for 2 trials, 0.5908 for 3 trials

$\%EV = (6EV / TW)100$ **18,26 %**

$\%EV = (6EV / PW)100$ **0,27 %**

REPRODUCIBILITY = Appraiser Variation (AV)

$AV = \text{SQRT}((X_{\bar{bar}} \text{Diff} \times K_2)^2 - (EV^2 / nr))$ **0,0000**

$K_2 = 0.7071$ for 2 appr, 0.5231 for 3 appr
 $n = \text{parts}$ $r = \text{trials} (= 3)$

$\%AV = (6AV / TW)100$ **0,00 %**

$\%AV = (6AV / PW)100$ **0,00 %**

REPEATABILITY & REPRODUCIBILITY (GRR)

$GRR = \text{SQRT}(EV^2 + AV^2)$ **15,213**

$\%GRR = (6GRR / TW)100$ **18,26 %**

$\%GRR = (6GRR / PW)100$ **0,27 %**

Part Variation - Study (PV_s)

$PV_s = \text{Range}_{\text{Parts}} \times K_3$ **5570**

$\%PV_s = (6PV_s / TW)100$ **98,3 %**

$\%PV_s = (6PV_s / PW)100$ **100,00 %**

Total Variation - Study (TV_s)

$TV_s = \text{SQRT}(GRR^2 + PV_s^2)$ **#####**

$\%TV_s = (6TV_s / TW)100$ **100,00 %**

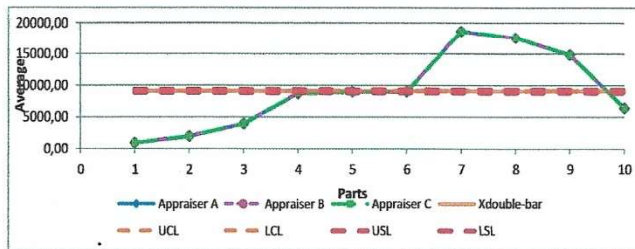
$\%TV_s = (6TV_s / PW)100$ **100,00 %**

Number of Distinct Categories (ndc)

$ndc = 1.41 \times (PV_s / GRR)$ or $1.41 \times (PW / GRR)$

516

516



Results

% Gage R&R

- < 10% Acceptable
- 10 - 30% Marginally Acceptable
- > 30% Needs Improvement

ndc

- > 5 Acceptable
- 2 - 4 Limited Applications

Measurement System Acceptable?

YES **NO**

Actions: Repetir com diferentes rotores.

Metrology Tech.	Eduarda Matos	30/07/2020	
Metrology:	J. Martins	30/07/2020	
	Name	Date	Signature

Figura B.2. Segunda página do estudo do Tipo 2 - R&R realizado pelo Departamento de Metrologia.

Anexo C – Estudo das Possíveis Interferências do Método

Quanto às possíveis interferências do método estudou-se o nivelamento do equipamento, o auto-zero deste, a posição do rotor, a presença/ausência de bolhas de ar na solução, a velocidade de rotação do rotor, a estabilidade da medição num intervalo de tempo e a temperatura.

Influência do Nivelamento do Equipamento

Nesta interferência optou-se por testar 5 formas de nivelar o equipamento, uma correta e quatro incorretas. Na tabela C.1, C.2 e C.3 estão apresentados os resultados obtidos para as soluções padrão 1, 2 e 3 respetivamente.

Tabela C.1. Resultados obtidos no estudo do nível para a solução padrão 1 a 25°C, utilizando o rotor LV1-S61 a 50 rpm.

Condição	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade teórica (cP)	Erro (%)
Bolha por cima da circunferência	1	50,28	50,28	48,8	3,03
	2	50,28			3,03
	3	50,28			3,03
Bolha por baixo da circunferência	1	50,28	50,24		3,03
	2	50,28			3,03
	3	50,16			2,79
Bolha à direita da circunferência	1	49,80	49,84		2,05
	2	49,80			2,05
	3	49,92			2,30
Bolha à esquerda da circunferência	1	51,48	51,48	5,49	
	2	51,48		5,49	
	3	51,48		5,49	
Bolha no centro da circunferência	1	49,44	49,44	1,31	
	2	49,44		1,31	
	3	49,44		1,31	

Tabela C.2. Resultados obtidos no estudo do nível para a solução padrão 2 a 25°C, utilizando o rotor LV2-S62 a 30 rpm.

Condição	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média(cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
Bolha por cima da circunferência	1	482,0	482,0	495	2,63
	2	482,0			2,63
	3	482,0			2,63
Bolha por baixo da circunferência	1	486,0	486,3		1,82
	2	487,0			1,62
	3	486,0			1,82
Bolha à direita da circunferência	1	487,0	487,0		1,62
	2	487,0			1,62
	3	487,0			1,62
Bolha à esquerda da circunferência	1	481,0	481,3		2,83
	2	482,0			2,63
	3	481,0			2,83
Bolha no centro da circunferência	1	498,0	498,0	0,61	
	2	498,0		0,61	
	3	498,0		0,61	

Tabela C.3. Resultados obtidos no estudo do nível para a solução padrão 3 a 25°C, utilizando o rotor LV3-S63 a 20 rpm.

Condição	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
Bolha por cima da circunferência	1	4902	4904	4870	0,66
	2	4908			0,78
	3	4902			0,66
Bolha por baixo da circunferência	1	4860	4860		0,21
	2	4860			0,21
	3	4860			0,21
Bolha à direita da circunferência	1	4896	4896		0,53
	2	4896			0,53
	3	4896			0,53
Bolha à esquerda da circunferência	1	4800	4800		1,44
	2	4800			1,44
	3	4800			1,44
Bolha no centro da circunferência	1	4878	4876	0,16	
	2	4878		0,16	
	3	4872		0,04	

Influência do Auto-zero do Equipamento

Para o a percepção da influência do auto-zero na performance do equipamento estudou-se três valores de torques iniciais, um dos quais o correto (0,0%) e os outros incorretos (\leq -

0,1% e $\geq 0,1\%$). Nas tabelas C.4, C.5 e C.6 encontram-se os resultados obtidos para as soluções padrão 1, 2 e 3 respectivamente.

Tabela C.4. Resultados obtidos no estudo do auto-zero para a solução padrão 1 a 25°C, utilizando o rotor LV1-S61 a 30 rpm.

Condição	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade teórica (cP)	Erro (%)
Torque inicial $\leq -0,1\%$	1	49,56	49,52	48,8	1,56
	2	49,44			1,31
	3	49,56			1,56
Torque inicial = 0,0 %	1	49,44	49,44		1,31
	2	49,44			1,31
	3	49,44			1,31
Torque inicial $\geq 0,1\%$	1	49,56	49,56		1,56
	2	49,56			1,56
	3	49,56			1,56

Tabela C.5. Resultados obtidos no estudo do auto-zero para a solução padrão 2 a 25°C, utilizando o rotor LV2-S62 a 30 rpm.

Condição	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
Torque inicial $\leq -0,1\%$	1	499,0	497,3	495	0,80
	2	499,0			0,80
	3	498,0			0,61
Torque inicial = 0,0 %	1	498,0	498,0		0,61
	2	498,0			0,61
	3	498,0			0,61
Torque inicial $\geq 0,1\%$	1	499,0	499,0		0,80
	2	499,0			0,80
	3	499,0			0,80

Tabela C.6. Resultados obtidos no estudo do auto-zero para a solução padrão 3 a 25°C, utilizando o rotor LV3-S63 a 20 rpm.

Condição	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
Torque inicial $\leq -0,1\%$	1	4878	4874	4870	0,16
	2	4872			0,04
	3	4872			0,04
Torque inicial = 0,0 %	1	4872	4874		0,04
	2	4878			0,16
	3	4872			0,04
Torque inicial $\geq 0,1\%$	1	4878	4876		0,16
	2	4878			0,16
	3	4872			0,04

Influência da Posição do Rotor

Quanto à influência da posição do rotor estudou-se três posições diferentes, a correta (metade da marca do rotor submersa) e duas incorretas (marca do rotor não submersa e marca do rotor totalmente submersa). Nas tabelas C.7, C.8 e C.9 encontram-se os resultados obtidos para as soluções padrão 1, 2 e 3 respectivamente.

Tabela C.7. Resultados obtidos no estudo da posição da marca do rotor para a solução padrão 1 a 25°C, utilizando o rotor LV1-S61 a 50 rpm.

Condição	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
Marca Submersa	1	49,68	49,68	48,8	1,80
	2	49,68			1,80
	3	49,68			1,80
Meio da Marca	1	49,44	49,44		1,31
	2	49,44			1,31
	3	49,44			1,31
Marca Não Submersa	1	47,20	49,20		0,82
	2	47,20			0,82
	3	47,20			0,82

Tabela C.8. Resultados obtidos no estudo da posição da marca do rotor para a solução padrão 2 a 25°C, utilizando o rotor LV2-S62 a 30 rpm.

Condição	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
Marca Submersa	1	504,0	504,0	495	1,82
	2	504,0			1,82
	3	504,0			1,82
Meio da Marca	1	498,0	498,0		0,61
	2	498,0			0,61
	3	498,0			0,61
Marca Não Submersa	1	491,0	491,3		0,80
	2	491,0			0,80
	3	492,0			0,61

Tabela C.9. Resultados obtidos no estudo da posição da marca do rotor para a solução padrão 3 a 25°C, utilizando o rotor LV3-S63 a 20 rpm.

Condição	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade teórica (cP)	Erro (%)
Marca Submersa	1	5010	5010	4870	2,87
	2	5010			2,87
	3	5010			2,87
Meio da Marca	1	4872	4874		0,04
	2	4878			0,16
	3	4872			0,04
Marca Não Submersa	1	4734	4736		2,79
	2	4734			2,79
	3	4740			2,67

Influência da Presença de Bolhas de Ar na Solução a Analisar

Estudou-se também a influência da presença de bolhas de ar na solução a analisar. Nas tabelas C.10, C.11 e C.12 encontram-se os resultados obtidos para as soluções padrão 1, 2 e 3 respectivamente.

Tabela C.10. Resultados obtidos no estudo da presença/ausência de bolhas de ar na solução padrão 1 a 25°C, utilizando o rotor LV1-S61 a 50 rpm.

Condição	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade teórica (cP)	Erro (%)
Com bolhas de ar na solução	1	51,12	51,08	48,8	4,75
	2	51,12			4,75
	3	51,00			4,51
Sem bolhas de ar na solução	1	49,44	49,44		1,31
	2	49,44			1,31
	3	49,44			1,31

Tabela C.11. Resultados obtidos no estudo da presença/ausência de bolhas de ar na solução padrão 2 a 25°C, utilizando o rotor LV2-S62 a 30 rpm.

Condição	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
Com bolhas de ar na solução	1	507	507,3	495	2,42
	2	507			2,42
	3	508			2,63
Sem bolhas de ar na solução	1	498	498,0		0,61
	2	498			0,61
	3	498			0,61

Tabela C.12. Resultados obtidos no estudo da presença/ausência de bolhas de ar na solução padrão a 25°C, utilizando o rotor LV3-S63 a 20 rpm.

Condição	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade teórica (cP)	Erro (%)
Com bolhas de ar na solução	1	4938	4846	4870	1,40
	2	4950			1,64
	3	4650			4,52
Sem bolhas de ar na solução	1	4872	4874		0,04
	2	4878			0,16
	3	4872			0,04

Influência da Velocidade de Rotação do Rotor

O equipamento consegue atingir 18 velocidades de rotação diferentes. Todas as velocidades de rotação foram estudadas para as diferentes soluções analisadas. Na tabela C.13 encontram-se os resultados obtidos para a solução padrão 1.

Tabela C.13. Resultados obtidos no estudo da influência da velocidade de rotação a 25°C para a solução padrão 1 com o rotor LV1-S61.

v_r (rpm)	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
0,3	76,00	74,67	48,8	55,7
	76,00			55,7
	72,00			47,5
0,5	72,00	73,33		47,5
	76,00			55,7
	72,00			47,5
0,6	50,00	50,00		2,5
	50,00			2,5
	50,00			2,5
1	66,00	64,00		35,2
	66,00			35,2
	60,00			23,0
1,5	68,00	68,00		39,3
	68,00			39,3
	68,00			39,3
2	60,00	59,00		23,0
	60,00			23,0
	57,00			16,8
2,5	52,80	52,80	8,2	
	52,80		8,2	
	52,80		8,2	

Tabela C.13. Resultados obtidos no estudo da influência da velocidade de rotação a 25°C para a solução padrão 1 com o rotor LV1-S61 – Continuação.

v_r (rpm)	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
3	54,00	54,00	48,8	10,7
	54,00			10,7
	54,00			10,7
4	48,00	49,00		1,6
	49,50			1,4
	49,50			1,4
5	49,20	49,60		0,8
	49,20			0,8
	50,40			3,3
6	49,00	48,67		0,4
	48,00			1,6
	49,00			0,4
10	50,40	50,20		3,3
	50,40			3,3
	49,80			2,0
12	49,50	49,50		1,4
	49,50			1,4
	49,50			1,4
20	48,90	48,90		0,2
	48,90			0,2
	48,90			0,2
30	49,60	49,60	1,6	
	49,60		1,6	
	49,60		1,6	
50	49,44	49,44	1,3	
	49,44		1,3	
	49,44		1,3	
60	49,50	49,50	1,4	
	49,50		1,4	
	49,50		1,4	
100	50,04	50,04	2,5	
	50,04		2,5	
	50,04		2,5	

Na tabela C.14 encontram-se os resultados obtidos para a solução padrão 2.

Tabela C.14. Resultados obtidos no estudo da influência da velocidade de rotação a 25°C para a solução padrão 2 com o rotor LV2-S62.

v_r (rpm)	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
0,3	500,0	500,0	495	1,01
	500,0			1,01
	500,0			1,01
0,5	490,0	496,7		-1,01
	500,0			1,01
	500,0			1,01
0,6	500,0	500,0		1,01
	500,0			1,01
	500,0			1,01
1	450,0	470,0		9,09
	510,0			3,03
	450,0			9,09
1,5	480,0	480,0		3,03
	480,0			3,03
	480,0			3,03
2	480,0	480,0		3,03
	480,0			3,03
	480,0			3,03
2,5	480,0	480,0		3,03
	480,0			3,03
	480,0		3,03	
3	490,0	490,0	1,01	
	490,0		1,01	
	490,0		1,01	
4	495,0	495,0	0,00	
	495,0		0,00	
	495,0		0,00	
5	495,0	495,0	0,00	
	495,0		0,00	
	495,0		0,00	
6	495,0	495,0	0,00	
	495,0		0,00	
	495,0		0,00	
10	510,0	510,0	3,03	
	510,0		3,03	
	510,0		3,03	
12	502,5	502,5	1,52	
	502,5		1,52	
	502,5		1,52	

Tabela C.14. Resultados obtidos no estudo da influência da velocidade de rotação a 25°C para a solução padrão 2 com o rotor LV2-S62 - Continuação.

v_r (rpm)	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
20	502,5	502,5	495	1,52
	502,5			1,52
	502,5			1,52
30	498,0	498,0		0,61
	498,0			0,61
	498,0			0,61
50	499,2	499,2		0,85
	499,2			0,85
	499,2			0,85
60	499,0	499,0		0,81
	499,0			0,81
	499,0			0,81
100	*	*	*	
	*		*	
	*		*	

*A viscosidade medida ultrapassa a viscosidade máxima que o equipamento consegue medir com o rotor LV2-S62 e para a respetiva velocidade de rotação.

Na tabela C.15 encontram-se os resultados obtidos para a solução padrão 3.

Tabela C.15. Resultados obtidos no estudo da influência da velocidade de rotação a 25°C para a solução padrão 3 com o rotor LV3-S63.

v_r (rpm)	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP))	Erro (%)
0,3	5100	5100	4870	4,72
	5100			4,72
	5100			4,72
0,5	5100	5067		4,72
	5100			4,72
	5000			2,67
0,6	4998	4998		2,63
	4998			2,63
	4998			2,63
1	4900	4900		0,62
	4900			0,62
	4900			0,62
1,5	4900	4900	0,62	
	4900		0,62	
	4900		0,62	

Tabela C.15. Resultados obtidos no estudo da influência da velocidade de rotação a 25°C para a solução padrão 3 com o rotor LV3-S63 - Continuação.

v_r (rpm)	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
2	4800	4800	4870	1,44
	4800			1,44
	4800			1,44
2,5	4848	4845		0,45
	4848			0,45
	4840			0,62
3	4840	4840		0,62
	4840			0,62
	4840			0,62
4	4800	4800		1,44
	4800			1,44
	4800			1,44
5	4824	4824		0,94
	4824			0,94
	4824			0,94
6	4840	4840		0,62
	4840			0,62
	4840			0,62
10	4860	4860	0,21	
	4860		0,21	
	4860		0,21	
12	4870	4870	0,00	
	4870		0,00	
	4870		0,00	
20	4872	4874	0,04	
	4872		0,04	
	4878		0,16	
30	*	*	*	
	*		*	
	*		*	
50	*	*	*	
	*		*	
	*		*	
60	*	*	*	
	*		*	
	*		*	
100	*	*	*	
	*		*	
	*		*	

*A viscosidade medida ultrapassa a viscosidade máxima que o equipamento consegue medir com o rotor LV3-S63 e para a respetiva velocidade de rotação.

Estabilidade da Medição num Intervalo de Tempo

No estudo da variação da viscosidade com o tempo, após a temperatura estabilizar realizou-se 3 medições em intervalos de 10 minutos até completar 1 hora e depois em intervalo de 20 minutos até às 4 horas. Os resultados obtidos para a solução padrão 1 encontram-se na tabela C.16.

Tabela C.16. Resultados obtidos no estudo da influência do tempo a 25°C para a solução padrão 1 com o rotor LV1-S61 e a 50 rpm.

Tempo	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
0:00	49,56	49,6	48,8	1,56
	49,56			1,56
	49,56			1,56
0:10	49,44	49,44		1,31
	49,44			1,31
	49,44			1,31
0:20	49,44	49,44		1,31
	49,44			1,31
	49,44			1,31
0:30	49,44	49,44		1,31
	49,44			1,31
	49,44			1,31
0:40	49,44	49,44		1,31
	49,44			1,31
	49,44			1,31
0:50	49,44	49,44	1,31	
	49,44		1,31	
	49,44		1,31	
1:00	49,44	49,44	1,31	
	49,44		1,31	
	49,44		1,31	
1:20	49,44	49,44	1,31	
	49,44		1,31	
	49,44		1,31	
1:40	49,44	49,44	1,31	
	49,44		1,31	
	49,44		1,31	

Tabela C.16. Resultados obtidos no estudo da influência do tempo a 25°C para a solução padrão 1 com o rotor LV1-S61 e a 50 rpm - Continuação.

Tempo	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
2:00	49,44	49,44	48,8	1,31
	49,44			1,31
	49,44			1,31
2:20	49,44	49,44		1,31
	49,44			1,31
	49,44			1,31
2:40	49,44	49,44		1,31
	49,44			1,31
	49,44			1,31
3:00	49,44	49,44		1,31
	49,44			1,31
	49,44			1,31
3:20	49,44	49,44	1,31	
	49,44		1,31	
	49,44		1,31	
3:40	49,44	49,44	1,31	
	49,44		1,31	
	49,44		1,31	
4:00	49,44	49,44	1,31	
	49,44		1,31	
	49,44		1,31	

Os resultados obtidos para a solução padrão 2 encontram-se na tabela C.17.

Tabela C.17. Resultados obtidos no estudo da influência do tempo a 25°C para a solução padrão 2 com o rotor LV2-S62 e a 30 rpm.

Tempo	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
00:00	501,0	500,3	495	1,21
	499,0			0,81
	501,0			1,21
00:10	498,0	498,0		0,61
	498,0			0,61
	498,0			0,61
00:20	498,0	498,0		0,61
	498,0			0,61
	498,0			0,61
00:30	498,0	498,0		0,61
	498,0			0,61
	498,0			0,61

Tabela C.17. Resultados obtidos no estudo da influência do tempo a 25°C para a solução padrão 2 com o rotor LV2-S62 e a 30 rpm - Continuação.

Tempo	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
00:40	498,0	498,0	495	0,61
	498,0			0,61
	498,0			0,61
00:50	498,0	498,0		0,61
	498,0			0,61
	498,0			0,61
01:00	498,0	498,0		0,61
	498,0			0,61
	498,0			0,61
01:20	498,0	498,0		0,61
	498,0			0,61
	498,0			0,61
01:40	498,0	498,0		0,61
	498,0			0,61
	498,0			0,61
02:00	498,0	498,0	0,61	
	498,0		0,61	
	498,0		0,61	
02:20	498,0	498,0	0,61	
	498,0		0,61	
	498,0		0,61	
02:40	498,0	498,0	0,61	
	498,0		0,61	
	498,0		0,61	
03:00	498,0	498,0	0,61	
	498,0		0,61	
	498,0		0,61	
03:20	498,0	498,0	0,61	
	498,0		0,61	
	498,0		0,61	
03:40	498,0	498,0	0,61	
	498,0		0,61	
	498,0		0,61	
04:00	498,0	498,0	0,61	
	498,0		0,61	
	498,0		0,61	

Os resultados obtidos para a solução padrão 3 encontram-se na tabela C.18.

Tabela C.18. Resultados obtidos no estudo da influência do tempo a 25°C para a solução padrão 3 com o rotor LV3-S63 e a 20 rpm.

Tempo	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
00:00	4878	4876	4870	0,16
	4872			0,04
	4878			0,16
00:10	4872	4872		0,04
	4872			0,04
	4872			0,04
00:20	4872	4872		0,04
	4872			0,04
	4872			0,04
00:30	4872	4872		0,04
	4872			0,04
	4872			0,04
00:40	4872	4872		0,04
	4872			0,04
	4872			0,04
00:50	4872	4872		0,04
	4872			0,04
	4872			0,04
01:00	4872	4872		0,04
	4872			0,04
	4872			0,04
01:20	4872	4872		0,04
	4872			0,04
	4872			0,04
01:40	4872	4872		0,04
	4872			0,04
	4872			0,04
02:00	4872	4872		0,04
	4872			0,04
	4872			0,04
02:20	4872	4872	0,04	
	4872		0,04	
	4872		0,04	
02:40	4872	4872	0,04	
	4872		0,04	
	4872		0,04	
03:00	4872	4872	0,04	
	4872		0,04	
	4872		0,04	

Tabela C.18. Resultados obtidos no estudo da influência do tempo a 25°C para a solução padrão 3 com o rotor LV3-S63 e a 20 rpm - Continuação.

Tempo	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade esperada (cP)	Erro (%)
3:20	4872	4872	4870	0,04
	4872			0,04
	4872			0,04
3:40	4872	4872		0,04
	4872			0,04
	4872			0,04
4:00	4872	4872		0,04
	4872			0,04
	4872			0,04

Influência da Temperatura

Para o estudo da influência da temperatura mediu-se 3 vezes a viscosidade em intervalos de 0,5°C de 23 a 27°C. Segundo o fabricante as determinações da viscosidade devem ser feitas com uma incerteza de 0,2°C, uma vez que neste caso a temperatura desejada para as diferentes soluções padrão era 25°C, também se mediu a viscosidade a 24,7°C e a 25,3°C. Na tabela C.19 encontram-se os resultados obtidos para diferentes soluções padrão.

Tabela C.19. Resultados obtidos no estudo da influência da temperatura para as diferentes soluções padrão.

T (°C)	Solução Padrão 1		Solução Padrão 2		Solução Padrão 3	
	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)
23,0	51,24	51,24	511	511	5010	5012
	51,24		511		5010	
	51,24		512		5016	
23,5	51,12	51,12	508	508	4992	4990
	51,12		508		4989	
	51,12		508		4989	
24,0	50,64	50,72	504	504	4956	4956
	50,76		504		4956	
	50,76		504		4956	
24,5	50,52	50,52	501	501	4921	4921
	50,52		501		4921	
	50,52		501		4921	
24,7	50,16	50,16	499	499	4902	4904
	50,16		499		4902	
	50,16		499		4908	
25,0	49,44	49,44	498	498	4872	4872
	49,44		498		4872	
	49,44		498		4872	
25,3	49,32	49,32	496	496	4860	4862
	49,32		496		4860	
	49,32		496		4866	
25,5	49,20	49,20	494	494	4848	4848
	49,20		495		4848	
	49,20		494		4848	
26,0	48,84	48,76	491	490	4818	4818
	48,72		490		4818	
	48,72		490		4818	
26,5	48,12	48,12	486	486	4797	4796
	48,12		486		4794	
	48,12		485		4797	
27,0	47,88	47,88	480	480	4767	4769
	47,88		480		4770	
	47,88		480		4770	

Anexo D – Estudo da Influência da Temperatura nas Matérias Primas

No estudo da influência da temperatura na viscosidade das matérias primas, decidiu-se analisar apenas 2 das 10 totais (G e J). Para a amostra fez-se 3 leituras da viscosidade em intervalos de 5°C desde 15°C até 80°C, sendo que os valores obtidos estão apresentados na tabela D.1.

Tabela D.1. Resultados obtidos no estudo da influência da temperatura na viscosidade para a matéria prima G.

T (°C)	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)
15	1	31500	31520
	2	31560	
	3	31500	
20	1	25440	25450
	2	25470	
	3	25440	
25	1	18650	18647
	2	18640	
	3	18650	
30	1	13800	13807
	2	13820	
	3	13800	
35	1	8440	8433
	2	8420	
	3	8440	
40	1	6180	6123
	2	6140	
	3	6050	
45	1	4460	4467
	2	4470	
	3	4470	
50	1	3110	3103
	2	3100	
	3	3100	
55	1	2690	2690
	2	2690	
	3	2690	
60	1	2003	2001
	2	2000	
	3	2000	
65	1	1355	1353
	2	1350	
	3	1355	
70	1	982,5	983,3
	2	982,5	
	3	985,0	
75	1	828,0	826,5
	2	826,5	
	3	825,0	
80	1	783,0	782,0
	2	781,5	
	3	781,5	

Para a amostra fez-se 3 leituras da viscosidade em intervalos de 5°C desde 15°C até 40°C e os valores obtidos estão apresentados na tabela D.2.

Tabela D.2. Resultados obtidos no estudo da influência da temperatura na viscosidade para a matéria prima J.

T (°C)	Ensaio	Viscosidade (cP)	Viscosidade média (cP)
15	1	9880	9893
	2	9900	
	3	9900	
20	1	8650	8670
	2	8680	
	3	8680	
25	1	6880	6887
	2	6880	
	3	6900	
30	1	5460	5447
	2	5440	
	3	5440	
35	1	4900	4907
	2	4900	
	3	4920	
40	1	4920	4973
	2	5000	
	3	5000	
45	1	4950	4980
	2	4990	
	3	5000	