



BEATRIZ GOMES MONTEIRO

Licenciada em Ciências da Engenharia Química e Bioquímica

Mitigação da Formação dos Pequenos Torrões do Açúcar Areado Amarelo

MESTRADO EM ENGENHARIA QUÍMICA E BIOQUÍMICA

Universidade NOVA de Lisboa
Setembro, 2022

MITIGAÇÃO DA FORMAÇÃO DOS PEQUENOS TORRÕES DO AÇÚCAR AREADO AMARELO

Beatriz Gomes Monteiro

Licenciada em Ciências da Engenharia Química e Bioquímica

Orientador: Engenheiro Joaquim Ribeiro,
Process Manager, Sidul Açúcares – ASR Group

Coorientador: Doutor Mário Eusébio,
Professor Auxiliar, Universidade NOVA de Lisboa

Júri:

Presidente: Doutora Isabel Maria de Figueiredo Ligeiro da
Fonseca,
Professora Associada, FCT-NOVA

Arguentes: Doutora Isabel Maria Rôla Coelho,
Professora Associada com Agregação, FCT-NOVA

Orientador: Engenheiro Joaquim Ribeiro
Process Manager, Sidul Açúcares – ASR Group

MESTRADO EM ENGENHARIA QUÍMICA E BIOQUÍMICA

Universidade NOVA de Lisboa

Setembro, 2022

Mitigação da Formação dos Pequenos Torrões do Açúcar Areado Amarelo

Copyright © Beatriz Gomes Monteiro, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade NOVA de Lisboa.

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade NOVA de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Para a minha família

Agradecimentos

Primeiramente, quero agradecer ao Engenheiro Joaquim Ribeiro pela oportunidade de fazer a tese na Sidul Açúcares e, por me ter orientado e motivado durante os 6 meses sempre com imensa paciência, mesmo estando muito ocupado.

Agradeço também à Engenheira Patrícia Costa por toda ajuda a compreender o processo de refinação, mais especificamente o processo de produção do Açúcar Areado Amarelo e pela sua disponibilidade para me ajudar.

Ao Engenheiro Gonçalo Almeida pelas lições sobre o *Six Sigma* e pelo auxílio em questões de estatística, que foram cruciais para realização desta tese.

Ao Professor Eusébio pelo apoio e pela disponibilidade para responder a todas as questões que surgiram ao longo deste trabalho.

Agradeço aos analistas do laboratório de qualidade e do processo por me receberem e pelo auxílio dado durante as análises laboratoriais. Aos cozedores, operadores do Areado e da embalagem do Areado, por me recolherem as amostras quando não as conseguia recolher e por todo o conhecimento que me transmitiram sobre o processo.

Em especial, agradeço à minha família pelo apoio incondicional, preocupação, por me facilitarem estes 5 anos do curso e por todos os conselhos durante os seis meses da tese.

Por fim, agradeço à Isabela Oliveira e ao Ricardo Hipólito por todos os momentos divertidos, por todas as vezes que me conseguiram acalmar com palavras encorajadoras e por todo o apoio na redação da tese.

Muito Obrigado a todos!

Resumo

A ocorrência de torrões no Açúcar Areado Amarelo (AAA) tornou-se um grande desvio na produção deste tipo de açúcar, devido ao aumento de reclamações por clientes de consumo final e de futuros compradores, sendo necessário a otimização da qualidade e produção deste produto.

De 7 de março a 21 de abril de 2022, um pacote de AAA de 1Kg era composto por cerca de 16,8% de torrões com diâmetro superior a 2 mm. Esta situação causava o aumento do reprocessamento deste açúcar e dificuldades no seu embalamento devido à qualidade reduzida, provocando também uma diminuição na margem de negócio e competitividade da empresa, sendo necessário o desenvolvimento de um projeto *Six Sigma*, de modo a minimizar este desvio de produtividade e qualidade, utilizando a metodologia DMAIC, uma estratégia de melhoria contínua que compreende cinco passos: *Define, Measure, Analyze, Improve e Control*.

Através de análises estatísticas, como regressões múltiplas lineares, verificou-se que a elevada temperatura do AAA durante o sistema de transporte e a sua elevada humidade são a causa-raiz da formação dos torrões, pois estas condições promovem o fenómeno de *caking*. Este é definido como a aglomeração de cristais de açúcar, por consequência de condições de armazenamento, como a humidade relativa e a temperatura, formando os torrões.

Foram implementadas um conjunto de ações, de modo a reverter as condições de *caking*, e observou-se melhorias consideráveis na mitigação da formação dos torrões de AAA. Afirma-se, com 99% de confiança, que a quantidade média de torrões de AAA por pacote diminuiu para 8,8%, ou seja, houve uma redução de cerca de 48%.

Portanto, foi possível mitigar a formação de torrões de AAA, aumentando deste modo a qualidade deste produto e, conseqüentemente, diminuindo a quantidade de AAA reciclado, sendo assim otimizada a produção deste açúcar.

Palavras-chave: Açúcar Areado Amarelo; Torrões; Humidade; Temperatura; *Caking*; DMAIC

Abstract

The occurrence of lumps in Areado Sugar (AAA) has become a major deviation in the production of this type of sugar, due to the increase in complaints by customers of final consumption and future buyers, being necessary the optimization of the quality and production of this product.

From March 7th to April 21st of 2022, a 1 Kg pack of AAA consisted of about 16,8% of lumps with a diameter greater than 2 mm. This situation caused the increased reprocessing of this sugar and difficulties in its packaging due to reduced quality, also causing a decrease in the company's business margin and competitiveness, requiring the development of a Six Sigma project in order to minimize this deviation in productivity and quality, using the DMAIC methodology, a continuous improvement strategy that comprehends five steps: Define, Measure, Analyze, Improve and Control.

Through statistical analysis, such as multiple linear regressions, it was found that the high temperature of the AAA during the conveying system and high moisture are the root cause of the formation of the lumps, because these conditions promote the caking of sugar. This phenomenon is defined as the agglomeration of sugar crystals, as a result of storage conditions such as relative humidity and temperature, forming the lumps.

A set of actions were implemented to reverse the caking conditions, and considerable improvements were observed in the mitigation of the formation of AAA lumps. It is stated, with 99% confidence, that the average amount of AAA lumps per pack decreased to 8,8%, i.e., there was a reduction of about 48%.

Therefore, it was possible to mitigate the formation of AAA lumps, thus increasing the quality of this product and, consequently, decreasing the amount of recycled AAA and optimizing the production of this sugar.

Keywords: Areado Sugar; Lumps; Moisture; Temperature; Caking; DMAIC

Conteúdo

1.	Enquadramento e Motivação	1
1.1.	Estrutura da Tese.....	3
2.	Introdução	5
2.1.	A Sacarose	5
2.2.	Processo de Refinação de Açúcar	6
2.3.	Processo da Cristalização da Sacarose.....	10
2.3.1.	Aparelhos de Cozer a Vácuo.....	15
2.3.2.	Equipamento de Vácuo	16
2.4.	Açúcar Areado Amarelo	18
2.5.	Humidade do Açúcar	21
2.6.	Secadores a Vácuo: O Areador	23
3.	Materiais e Métodos.....	27
3.1.	Análises Laboratoriais.....	27
3.1.1.	Quantidade de Torrões (%)	27
3.1.2.	Brix (° Bx)	28
3.1.3.	Cor (IU).....	28
3.1.4.	pH.....	29
3.1.5.	Cinzas (%).....	30
3.1.6.	Humidade (%)	30
3.2.	<i>Six Sigma</i> : Metodologia DMAIC	31
3.3.	Análise Estatística	32
3.3.1.	Regressão Múltipla	33
3.3.2.	Teste-t para 2 Amostras	33
3.3.3.	<i>One-Way</i> ANOVA	34
4.	Resultados e Discussão	35
4.1.	Definir (<i>Define</i>).....	35
4.2.	Medir (<i>Measure</i>)	40

4.3.	Analisar (<i>Analyze</i>).....	42
4.3.1.	Causa-Raiz	42
4.3.2.	Origem dos Torrões de AAA.....	48
4.3.3.	Influência Humana.....	51
4.4.	Melhorar (<i>Improve</i>).....	52
4.5.	Controlar (<i>Control</i>)	55
4.5.1.	Objetivos	55
4.5.2.	Variáveis de Causa-Raiz	58
4.5.3.	Métricas de Equilíbrio.....	64
5.	Conclusões e Trabalhos Futuros	69
5.1.	Conclusões	69
5.2.	Trabalhos Futuros	71
	Referências Bibliográficas	73
	Anexo I – Determinação da Matéria Seca	77
	Anexo II – Cor em Solução de Xaropes e Açúcares Escuros	81
	Anexo III – Determinação do pH.....	87
	Anexo IV – Determinação da Cinza Condutivimétrica	89
	Anexo V –Temperaturas do Sistema de Transporte depois das Melhorias.....	93
	Anexo VI –Temperaturas do Sistema de Transporte depois da Substituição dos Filtros.	95
	Anexo VII– Teste-t para as Métricas de Equilíbrio	97
	Anexo VIII– Perfil de Secagem.....	99

Índice de Figuras

Figura 1.1: Previsão do consumo anual de açúcar na União Europeia .	1
Figura 2.1: Estrutura química da sacarose.	5
Figura 2.2: Reação da inversão da sacarose	6
Figura 2.3: Esquema dos processos físicos e químicos compreendidos na refinação de açúcar.	7
Figura 2.4: Estrutura de sacarose demonstrando os hidrogénios que interagem com a água.	11
Figura 2.5: Curvas de sobressaturação de soluções de sacarose puras .	13
Figura 2.6: Curvas ilustrativas de distribuição de tamanhos.	14
Figura 2.7: Esquema simplificado de um aparelho de cozer a vácuo.	15
Figura 2.8: Esquema simplificado de uma calândria	16
Figura 2.9: Ilustração de uma coluna barométrica	17
Figura 2.10: Esquema do processo do Açúcar Areado Amarelo.	19
Figura 2.11: Esquema do fenómeno de <i>caking</i> .	22
Figura 2.12: Humidades teóricas do AAA a diferentes temperaturas, Brix e pureza da massa cozida.	25
Figura 3.1: Peneiro de 2mm.	27
Figura 3.2: Refratómetro utilizado para determinar o Brix da amostra.	28
Figura 3.3: Medidor de pH.	29
Figura 3.4: Condutímetro utilizado para determinar a quantidade de cinzas da amostra.	30
Figura 3.5: Balança de Humidade.	30
Figura 4.1: Amostra dos torrões presentes nos pacotes de AAA.	35
Figura 4.2: SIPOC do processo de produção do açúcar areado amarelo (AAA).	38
Figura 4.3: Carta de controlo para a quantidade de torrões de AAA por pacote de hora a hora.	42
Figura 4.4: Relatório resumo da regressão múltipla.	43
Figura 4.5: Quantidade de torrões em função da Humidade e Temperaturas ao longo do sistema de transporte.	44
Figura 4.6: Gráfico dos efeitos principais para a quantidade de torrões por pacote se se alterar as variáveis X.	45
Figura 4.7: Impacto incremental das variáveis X na quantidade de torrões.	46
Figura 4.8: Perfil de humidade média do AAA ao longo do sistema de transporte.	47
Figura 4.9: Perfil de temperatura média ao longo do sistema de transporte.	47
Figura 4.10: Porta de amostragem do Silo, com elevada concentração de torrões.	49
Figura 4.11: Análise Visual da quantidade de torrões aos longo do processo	50
Figura 4.12: Amostra de torrões com diâmetros superior a 2mm de um pacote de 1Kg.	51
Figura 4.13: Diagrama de Caixas da quantidade de torrões por Operador do Areado.	51
Figura 4.14: Análise One-Way ANOVA à quantidade de torrões por operador do Areado.	52

Figura 4.15: Comparação entre as leituras dos 2 termómetros presentes no Aparelho de cozer a vácuo	53
Figura 4.16: Ilustração do sistema de insuflação de ar de arrefecimento nos canais.	54
Figura 4.17: Carta de Controlo da quantidade de torrões por pacote antes e depois das melhorias.	56
Figura 4.18: Teste t de 2 amostras para a média da quantidade de torrões por pacote antes e depois das melhorias.	56
Figura 4.19: Quantidade de arrastamentos de AAA, antes e depois das melhorias.	57
Figura 4.20: Teste t de 2 amostras para a quantidade de arrastamentos de, antes e depois das melhorias.	57
Figura 4.21: Carta de Controlo da temperatura do AAA na tremonha antes e depois das melhorias...	58
Figura 4.22: Teste-t de 2 amostras para a média da temperatura do AAA na tremonha, antes e depois das melhorias.	59
Figura 4.23: Comparação dos termómetros do aparelho de cozer depois das melhorias.....	59
Figura 4.24: Carta de Controlo da temperatura do AAA no peneiro antes e depois das melhorias.....	60
Figura 4.25: Carta de Controlo da temperatura do AAA no silo antes e depois das melhorias.....	60
Figura 4.26: Carta de Controlo da temperatura do AAA na ishida antes e depois das melhorias.	61
Figura 4.27: Carta de Controlo da temperatura do AAA no peneiro antes e depois da troca dos filtros.	62
Figura 4.28: Carta de Controlo da temperatura do AAA no silo antes e depois da troca dos filtros. ...	62
Figura 4.29: Carta de Controlo da temperatura do AAA na ishida antes e depois da troca dos filtros.	63
Figura 4.30: Carta de Controlo da Humidade do AAA, antes e depois das melhorias.	63
Figura 4.31: <i>Big Bags</i> devolvidos ao início do processo, antes e depois das melhorias.....	64
Figura 4.32: OEE diário da máquina do Areador, antes e depois das melhorias.	65
Figura 4.33: Toneladas de AAA embalado por cozedura, por semana, antes e depois das melhorias.	66
Figura V. 1: Teste-t de 2 amostras para a temperatura do AAA no peneiro, antes e depois das melhorias.	93
Figura V. 2: Teste-t de 2 amostras para a temperatura do AAA no silo, antes e depois das melhorias.	93
Figura V. 3: Teste-t de 2 amostras para a temperatura do AAA na ishida, antes e depois das melhorias.	93
Figura VI. 1: Teste-t de 2 amostras para a temperatura do AAA no peneiro, antes e depois da substituição dos filtros.	95
Figura VI. 2: Teste-t de 2 amostras para a temperatura do AAA no silo, antes e depois da substituição dos filtros.	95

Figura VI. 3: Teste-t de 2 amostras para a temperatura do AAA na ishida, antes e depois da substituição dos filtros.	95
Figura VII. 1: Teste t de 2 amostras para a quantidade de <i>Big Bags</i> , antes e depois das melhorias.	97
Figura VII. 2: Teste-t de 2 amostras para o OEE, antes e depois das melhorias.	97
Figura VII. 3: Teste-t de 2 amostras para a quantidade de AAA embalado por cozedura, antes e depois das melhorias.	97
Figura VIII. 1: Pressão manométrica do Areador em função do tempo.	99

Índice de Tabelas

Tabela 2.1: Ponto de ebulição da água de acordo com a pressão.	24
Tabela 4.1: Carta do Projeto da Mitigação dos pequenos torrões do Açúcar Areado Amarelo (AAA).	36
Tabela 4.2: Digrama $Y=f(X)$ do processo de produção do Açúcar Areado Amarelo (AAA).....	39
Tabela 4.3: Plano de Recolha de Dados.....	40
Tabela 4.4: Plano de melhorias para a Mitigação da Formação dos Torrões do AAA.	55
Tabela 4.5: Plano de Controlo da Mitigação da Formação dos Torrões do AAA.	67

Lista de Siglas, Acrónimos e Abreviaturas

AAA - Açúcar Areado Amarelo

CIP – *Clean-In-Place*

CV - Coeficiente de Variação

DMAIC - *Define, Measure, Analyse, Improve, Control*

ICUMSA - *International Commission of Uniform Methods of Sugar Analysis*

MA - *Mean Average*

NIR – *Near-Infrared Spectroscopy*

OEE - *Overall Equipment Effectiveness*

SIPOC – *Suppliers, Inputs, Outputs, Customers*

SOP – *Standard Operating Procedures*

SS – Sobressaturação

T – Temperatura

T&LS – *Tate & Lyle Sugars*

UTA – Unidade de Tratamento de Ar

1. Enquadramento e Motivação

O açúcar é um ingrediente quase inevitável na alimentação diária dos humanos, havendo, no entanto, opiniões variadas no seu valor como parte da dieta humana.

No final do século XIX, o açúcar tornou-se um bem essencial na maioria dos lares europeus, sendo considerado um nutriente principal para uma boa alimentação e indispensável para atletas e soldados devido às suas dietas à base de açúcares ^[1]. Neste período, consideravam-se as gorduras e o colesterol como a principal causa de doenças relacionadas com a alimentação, o que contribuiu para a menor atenção na quantidade de açúcar consumida ^[2].

O crescimento acentuado no consumo de açúcar, despertou a atenção de alguns nutricionistas e profissionais de saúde, tendo-se iniciado a associação do consumo deste ingrediente com vários problemas de saúde, como obesidade e problemas dentários.

A crescente sensibilização para os efeitos negativos do açúcar impactará negativamente esta indústria, devido à diminuição do consumo de açúcar, aumentando, por consequência, a procura por açúcares alternativos por parte dos consumidores. Os incentivos por parte de governos, como a diminuição da gramagem de açúcar em *sticks* ^[3] e pelo aumento do preço de produtos com o maior teor de açúcar ^[4] contribuem também para a diminuição do seu consumo.

O impacto que a indústria açucareira europeia sofrerá é evidente na Figura 1.1, sendo previsto um decréscimo anual de cerca de 0,6%, de 2017 a 2029, no consumo europeu de açúcar ^[5].

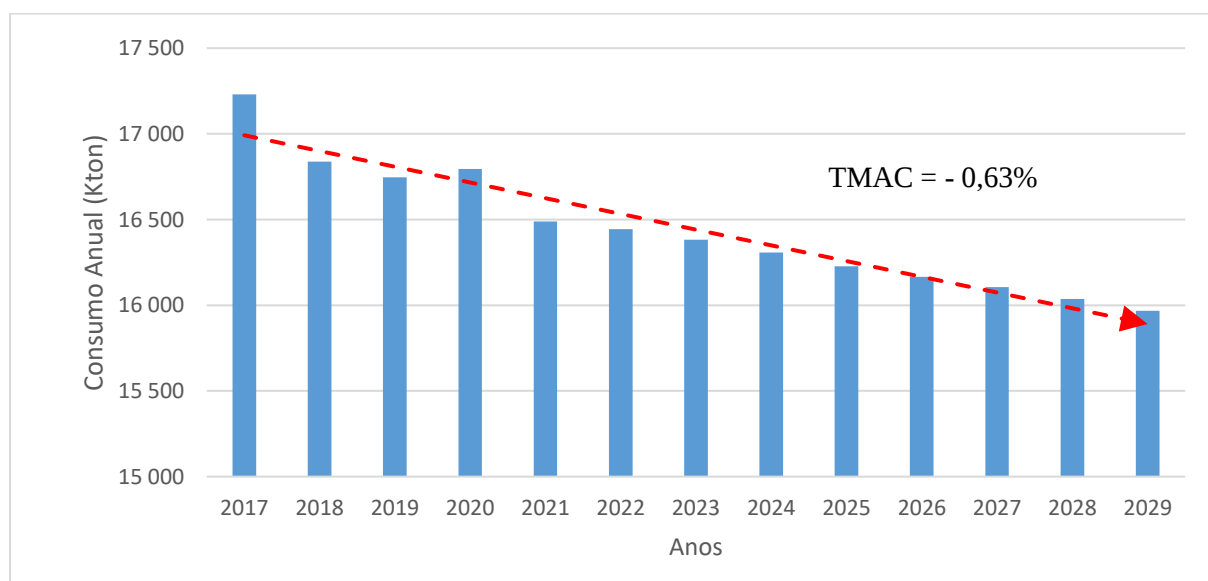


Figura 1.1: Previsão do consumo anual de açúcar na União Europeia ^[5].

Consequentemente, haverá menos receitas por parte desta indústria e, por isso, as refinarias de açúcar terão de operar eficazmente, de maneira a diminuir custos de operação, mantendo ou aumentando os lucros.

A qualidade e o reprocessamento do açúcar, que aumenta o índice de reciclo das refinarias, tornam-se assim parâmetros muito importantes para esta indústria, devido à menor margem para desperdícios e para perdas de clientes, sendo necessário tomar ações em processos que contribuam para tal, como por exemplo, a formação de torrões de açúcar.

A Sidul Açúcares é uma refinaria de açúcares portuguesa, onde ocorrem vários processos de purificação de modo a produzir vários tipos de açúcares como o açúcar branco, açúcar moreno e Açúcar Areado Amarelo.

O Açúcar Areado Amarelo (AAA) é produzido maioritariamente em Portugal e no Brasil, sendo caracterizado pelo elevado teor de humidade e pela sua cor dourada proveniente do xarope usado na sua produção ^[6]. A produção deste tipo de açúcar é visto como uma oportunidade de aumentar o rendimento de refinarias devido à inclusão do xarope granulado na sua composição.

Porém, na Sidul Açúcares, a produção de Açúcar Areado Amarelo está a ser pouco lucrativa, devido à elevada quantidade de torrões de açúcar produzidos, cerca de 16,8% por pacote de 1 Kg. Por consequência, existe uma elevada afluência de reclamações por parte dos consumidores e de futuros clientes.

Os torrões de açúcar são a aglomeração de dois ou mais cristais de sacarose formando um aglomerado, com diâmetro superior a 2 mm. Estes aglomerados apresentam dureza e coloração variada, de acordo com o local onde foram formados.

Com a eliminação ou diminuição da formação destes torrões, haverá menos açúcar embalado não conforme e menos torrões retidos no peneiro presente no processo. Por isso, haverá menos açúcar enviado para reciclo, isto é, menos custos associados com o reprocessamento do Açúcar Areado Amarelo.

A base da formação destes torrões são as condições de humidade e temperatura durante o processo. Por isso, a otimização das condições da cristalização, secagem e do sistema de transporte, de acordo com resultados estatísticos foi a abordagem adotada para atingir os objetivos desta tese.

O objetivo principal desta dissertação é a mitigação da formação dos pequenos torrões do Açúcar Areado Amarelo, de modo a aumentar a qualidade do mesmo, aumentando assim as vendas deste produto. No entanto, também tem como propósito, a standardização de todo o processo de produção deste açúcar e a diminuição de perdas físicas de açúcar para o sistema de vácuo, devido às condições de operação.

1.1. Estrutura da Tese

A presente dissertação está organizada em 5 capítulos:

No Capítulo 2 é feita uma introdução sobre todo o processo de refinação de açúcar branco e principalmente sobre o processo de produção do AAA (Açúcar Areado Amarelo), detalhando o processo de cristalização e de secagem. Neste capítulo é também introduzida informação teórica relativamente à formação dos torrões de açúcar.

No Capítulo 3 são descritos os materiais e métodos laboratoriais utilizados para analisar várias variáveis ao longo de todo o processo de produção do AAA. São também explicitados os métodos estatísticos utilizados de maneira a descobrir a causa-raiz da formação dos torrões de AAA e de modo a verificar se os objetivos do projeto foram atingidos.

No Capítulo 4 são apresentados os resultados obtidos nas cinco fases da metodologia DMAIC, sendo tratados estatisticamente os resultados das fases *Measure* e *Improve* com o objetivo de descobrir a causa-raiz da formação dos torrões de AAA e analisar se os objetivos do projeto foram atingidos, respetivamente.

No Capítulo 5 são citadas as conclusões da realização deste projeto *Six Sigma*, explicitando quais os objetivos atingidos e as principais adversidades deparadas durante o desenvolvimento do projeto para o sucedimento do mesmo. Por fim, são enumeradas propostas de melhorias futuras de modo a fomentar o sucesso da produção de Açúcar Areado Amarelo de qualidade.

2. Introdução

2.1. A Sacarose

Os açúcares são um dos grandes grupos de substâncias denominados de hidratos de carbono, que como o nome indica, são compostos por moléculas de carbono e hidrogénio. Os açúcares mais simples como a frutose e a glucose, são classificados como monossacáridos pois não podem ser hidrolisados, por enzimas ou ácidos, a menores carboidratos ^[7].

Porém, o açúcar utilizado no quotidiano, conhecido como açúcar de mesa, é designado pelos químicos como sacarose ($C_{12}H_{22}O_{11}$). A sacarose é um dissacárido formado pela ligação glicosídica entre a frutose e a glucose, com a libertação de uma molécula de água ^[7], como apresentado na Figura 2.1.

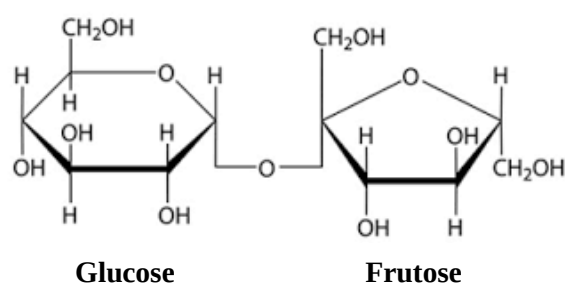


Figura 2.1: Estrutura química da sacarose.^[8]

Este dissacárido é um alimento que produz energia, sendo uma parte necessária da dieta dos humanos. Devido ao seu pequeno volume, fácil e rápida absorção, é muito útil para aqueles que estão prestes a sofrer um grande esforço físico, como atletas antes de uma corrida e pacientes hospitalares antes de uma operação ^[9].

A sacarose existe amplamente na natureza, mais especificamente no reino vegetal, como por exemplo em raízes e caules de plantas, na seiva de muitas árvores e no sumo da maioria dos frutos ^[9]. Em todas as plantas a presença da sacarose deve-se à ação provocada pela luz solar na clorofila, matéria corante verde presente nas plantas, onde o dióxido de carbono do ar combina-se com a água para formar açúcar.

Embora todas as frutas e plantas produzam açúcares devido à fotossíntese, a cana-de-açúcar (*Saccharum officinarum*) e a beterraba sacarina (*Beta vulgaris*) contém reservas de sacarose mais acessíveis ^[10]. Deste modo, a beterraba e a cana-de-açúcar são as matérias-primas para a produção de grandes quantidades de açúcar a um custo razoável.

Numa refinaria, existem dois tipos de açúcar a considerar, a sacarose, encontrada em alimentos e bebidas, e o açúcar “invertido”, que pode ser encontrado nas frutas e no mel. O açúcar invertido corresponde aos monossacáridos frutose e glucose, resultante da alteração rotacional na sequência da hidrólise ácida da sacarose ^[11] (Figura 2.2). Este tipo de açúcar é considerado prejudicial para uma refinaria, pois é resultado de uma reação irreversível, representando uma forma de reduzir o rendimento em sacarose.

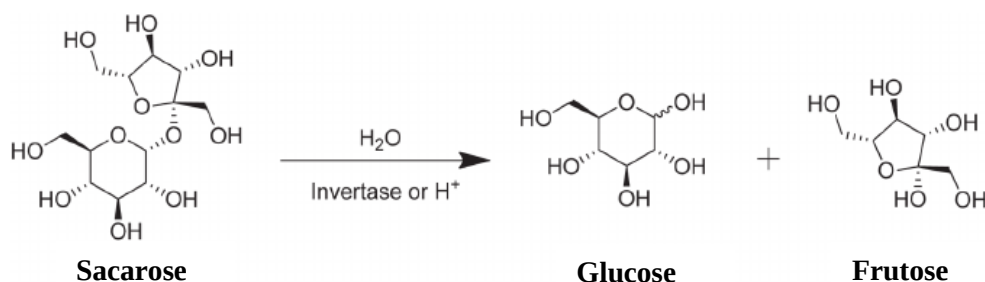


Figura 2.2: Reação da inversão da sacarose ^[12].

2.2. Processo de Refinação de Açúcar

A rama de açúcar no início do processo está contaminada com grandes quantidades de impurezas e corpos corantes, e como tal, não pode ser consumida sem ser submetida a um processo de refinação.

O objetivo da refinação da rama de açúcar é maximizar a recuperação de sacarose e remover coloração, mantendo o processo economicamente viável, produzindo, deste modo, açúcar de valor acrescentado, isto é, com aproximadamente 99,9% de pureza em sacarose ^[13].

A refinação do açúcar branco e areado amarelo, compreendem 5 etapas em comum (Figura 2.3), sendo estas: a Afinação, a Dissolução, a Carbonatação, a Descoloração por Resinas e a Evaporação.

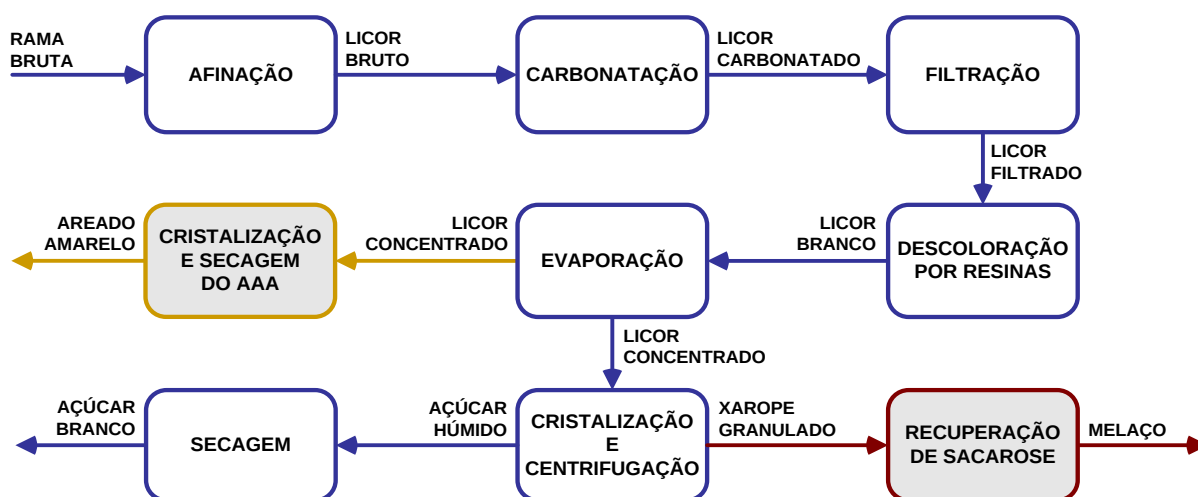


Figura 2.3: Esquema dos processos físicos e químicos compreendidos na refinação de açúcar.

A primeira etapa da refinação de açúcar é denominada de **Afinação**. Nesta etapa a rama de açúcar é misturada com uma solução de água doce quente ou com xarope de afinação, em misturadores de pás rotativas, denominados de *Minglers*, com o objetivo de soltar as impurezas presentes na superfície dos cristais de açúcar ^[14].

Este processo é bastante mecânico e consiste em amolecer o revestimento de impurezas aderente à superfície do cristal, através da fricção entre os cristais de açúcar ^[7], dissolvendo-os no xarope de afinação, formando deste modo, o magma de afinação.

O magma de afinação é posteriormente centrifugado, de modo a separar o xarope de afinação dos cristais, por força centrífuga, sendo depois lavado com água tratada, para libertar o máximo de melaço dos cristais. Nesta etapa são eliminados cerca de 60% da coloração e 90% das impurezas, dando origem ao produto denominado de rama afinada ^[13].

A rama afinada, é posteriormente, dissolvida em água doce, neutra e desprovida de impurezas ^[9], ou seja, é submetida ao processo de **Dissolução** (*Melting*), dando origem ao licor bruto, que seguirá para a Carbonatação.

A etapa da **Carbonatação** consiste na adição de leite de cal (produto da Equação 2.1) e um gás rico em dióxido de carbono ao licor bruto. O dióxido de carbono que borbulha através do licor reage com a água dando origem ao ácido carbónico (Equação 2.2), que irá combinar e neutralizar o leite de cal dissolvido no licor, formando assim precipitado de carbonato de cálcio ^[15] (Equação 2.3).

O carbonato de cálcio ao precipitar irá encapsular matérias corantes e gomas, adicionando assim mais um grau de clarificação ao licor. Este precipitado é granular e fácil de filtrar.





O produto da Carbonatação denomina-se de licor carbonatado e é enviado para a fase da **Filtração**, onde as impurezas carbonatadas (lamas) serão removidas do licor, em filtros de membrana sob pressão, mais especificamente em filtros *Putsch*, dando origem ao licor filtrado.

Para este processo são utilizados filtros de prensas, que consistem numa série de prensas separadas por molduras com a mesma espessura, que deslizam sobre duas barras de suporte e podem ser pressionadas firmemente umas contra as outras ^[14]. Nos filtros *Putsch*, as lamas são lavadas e secas através de água, ar, e da aplicação de pressão nas membranas no final de cada ciclo.

O licor filtrado passa por resinas de permuta iónica, com o objetivo de ser retirada cerca de 85 a 90% da sua coloração (**Descoloração por Resinas**). Os contaminantes responsáveis pela coloração do licor, provém da decomposição térmica, da extração e refinação do açúcar. Uma grande fração dos corantes contém grupos funcionais ácidos, possibilitando a sua remoção em superfícies catiónicas, tal como resinas de permuta iónica, mais precisamente resinas aniónicas ^[9].

Estas resinas são descritas como conjuntos de polímeros, onde as ligações são estabelecidas por natureza hidrofóbica de baixa energia, o que torna as resinas de decoloração facilmente regeneráveis ^[16].

A remoção dos iões corantes que ficam retidos na matriz das resinas é feita através da adição de salmoura, isto é, de uma solução de NaCl e de NaOH, onde os iões de Cl⁻ presentes na salmoura substituem os iões corantes na matriz ^[17].

Após ser removida a máxima coloração do licor, este é denominado de licor branco, que será concentrado na etapa da Evaporação. A **Evaporação** tem como objetivo remover a água onde estão dissolvidas a sacarose e algumas impurezas, o que por consequência fará com que haja concentração de açúcar até ao ponto de saturação.

Um evaporador consiste essencialmente numa calândria com a função de um permutador de calor, isto é, o vapor de aquecimento flui no exterior dos tubos, e no interior dos tubos circula o fluido que se pretende evaporar ^[14], dando origem ao licor concentrado.

São utilizados evaporadores de múltiplos-efeitos, mais precisamente de três efeitos, onde o vapor que resulta da evaporação da água, presente no licor branco do primeiro evaporador, é aproveitado para aquecer o licor no segundo evaporador e assim sucessivamente.

Para tal, é necessário criar vácuo de modo a gerar uma diferença de temperatura suficiente para que o vapor resultante da evaporação tenha capacidade para aquecer o licor no evaporador seguinte. O vácuo

permite que esta operação seja realizada a temperaturas mais baixas, evitando condições favoráveis à formação de invertidos e coloração no licor ^[13].

O processo de produção de açúcar branco e de Açúcar Areado Amarelo (AAA) são análogos até à produção do licor concentrado. Para a produção do AAA, o licor concentrado será misturado com o xarope granulado, resultante da centrifugação do açúcar branco, para posterior cozedura e secagem a vácuo. Sendo este tipo de açúcar o foco deste estudo, o seu processo de produção será explicitado com maior detalhe no Capítulo 2.4.

Para a produção do açúcar branco segue-se a **Cristalização** da sacarose num aparelho de cozer a vácuo. A formação de cristais, na produção de açúcar comercial, é efetuada de forma controlada, sendo este controlo feito através de inseminação.

O resultado da cristalização é denominado de massa cozida, sendo a mistura entre os cristais de açúcar e o licor mãe, que serão seguidamente centrifugados. Como a cristalização também é um processo de purificação, no licor mãe permanecem apenas as impurezas e matérias corantes restantes, que durante os processos anteriores não foram eliminados, e alguma sacarose que não cristalizou ^[7].

A etapa de **Centrifugação** tem como objetivo separar os cristais de sacarose do licor mãe, em centrífugas *Batch* ^[13], dando origem ao açúcar branco húmido, quase sob a forma comercial. Os cristais de açúcar brancos e ainda húmidos, ficam retidos nas redes das centrífugas, enquanto o licor mãe, que com a adição da água de lavagem denomina-se xarope granulado, passa pelas redes.

O açúcar comercial, resultante da centrifugação, geralmente apresenta cerca de 0,5 a 2% de humidade ^[14]. A humidade presente no açúcar é prejudicial para a qualidade do mesmo quando excede um certo limite, podendo ser favorável a crescimento microbológico e dificultando o armazenamento do mesmo.

O xarope granulado apresenta ainda elevada pureza em sacarose, sendo utilizado para dois processos na refinaria:

- 1) Na Recuperação, onde é usado para as sucessivas cristalizações e centrifugações, de modo a recuperar o máximo de sacarose, dando origem ao produto final denominado melaço. Este tem como aplicação final a produção de rações animais e a produção de etanol.
- 2) Na Produção do AAA, onde é utilizado para fazer a mistura do AAA, diminuindo assim a quantidade de xarope enviado para recuperação, havendo menos gastos com reciclo.

Na fase da **Secagem**, é possível reduzir o conteúdo em água para cerca de 0,2-0,5% através de secadores cilíndricos rotativos, por contacto com ar quente, com capacidade de absorção de água, a partir do qual a humidade evapora ^[14].

Posteriormente, o açúcar seco passa por um sistema de transporte, onde existem peneiros, de modo a reter torrões e conglomerados. Durante este sistema, o açúcar branco irá arrefecer e será transportado para silos de armazenamento ou para a embalagem, para ser embalado e finalmente comercializado.

2.3. Processo da Cristalização da Sacarose

Quando um soluto se encontra em solução significa que há interação entre o soluto e o solvente, onde existem moléculas de solvente suficiente para dissolver o soluto. No caso de uma solução de água doce, existem moléculas de água (H_2O) suficientes para fazer ligações de hidrogénio com as moléculas de sacarose ($C_{12}H_{22}O_{11}$) ^[18]. Porém, quando a quantidade de água diminui, isto é, quando há o aumento da concentração de sacarose em solução, as moléculas de sacarose interagem entre si dando origem a cristais.

A cristalização pode ser definida como sendo a mudança de estado do soluto que se encontrava em solução para um estado cristalino sólido devido ao aumento da concentração do meio ^[19]. O fenómeno de cristalização em solução é um processo extremamente complexo e, por isso, é praticamente impossível conhecer e quantificar todos os fatores que o influenciam ^[20].

O processo de cristalização é composto por vários passos cinéticos, mas podem ser reduzidos a três ^[20]:

- i) Transporte de massa do soluto para a interface cristal/solução;
- ii) Integração do soluto na rede cristalina;
- iii) Transporte do calor de cristalização da interface para a solução ou para o cristal.

O transporte de massa da solução para a superfície do cristal dá-se por difusão e por convecção ^[20], sendo a força motriz, na cristalização, a sobressaturação. A integração do soluto na rede cristalina é o mecanismo pelo qual o cristal cresce, sendo determinado pela natureza da interface cristal/solução ^[21]. A probabilidade do soluto se integrar depende da concentração de sítios favoráveis à integração.

No caso da sacarose, os sítios favoráveis para a integração são os hidrogénios presentes nos grupos hidroxilas (-OH) (Figura 2.4). Estes grupos permitem que a sacarose forme pontes de hidrogénio com a água, conferindo a solubilidade. Quando o meio não contém moléculas de água suficientes, as moléculas de sacarose interagem entre si, pelos grupos hidroxilas, formando núcleos cristalinos ^[18].

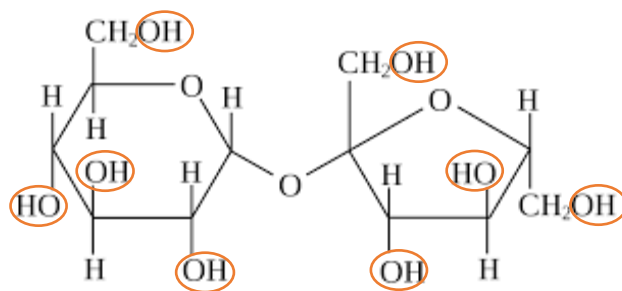


Figura 2.4: Estrutura de sacarose demonstrando os hidrogénios que interagem com a água.

A maioria das substâncias que cristalizam em solução libertam calor durante este processo, alterando a temperatura da solução à vizinhança da superfície do cristal ^[19]. No caso da sacarose, o calor da cristalização não é elevado, sendo por isso desprezável os efeitos de transferência de calor.

A cristalização da sacarose é possível sob diversas condições. Os fatores que podem influenciar o crescimento de cristais de sacarose são os seguintes ^[20]:

- i) Sobressaturação da solução;
- ii) Temperatura do sistema;
- iii) Velocidade relativa do cristal com a solução;
- iv) Natureza e concentração das impurezas;
- v) Natureza da superfície do cristal.

Industrialmente, a produção de cristais a partir de soluções necessita de controlo, para tal é essencial determinar a distribuição final de tamanho dos cristais, conhecendo e prevendo o fenómeno de nucleação ^[22], que por definição é a capacidade dos cristais em solução se organizarem em pequenos embriões (aglomeração com menos de 80 moléculas de sacarose ^[23]).

A solubilidade da sacarose em água é importante para a determinação da saturação. A saturação (σ) é dada pela Equação 2.4, segundo a ICUMSA ^[20].

$$\sigma = \frac{C}{C_{\text{sat}}} \quad (2.4)$$

C: Concentração de sacarose em solução (Kg sacarose/100 Kg de água)

C_{sat} : Concentração de sacarose numa solução saturada, (Kg sacarose/100 Kg de água)

Esta definição de saturação não depende da temperatura, podendo ser determinada por refração. O índice de refração, em soluções puras, permite determinar a concentração de sacarose em solução. Em soluções impuras permite determinar a concentração de sólidos dissolvidos, denominado de Brix da solução ^[7] (Equação 2.5).

$$\text{Brix} = \frac{\text{g sólidos dissolvidos}}{100 \text{ g solução}} \quad (2.5)$$

Numa refinaria, a presença de impurezas é inevitável, podendo afetar significativamente a velocidade de crescimento, a forma e a distribuição de tamanhos dos cristais, mesmo a concentrações reduzidas. As impurezas são preferencialmente adsorvidas pelas faces do cristal, o que diminui a área disponível para adsorção de outras moléculas de sacarose com consequente diminuição da velocidade de crescimento, afetando também a forma do cristal ^[20].

Devido à presença destas impurezas é importante conhecer a pureza da solução, de modo a conhecer a quantidade de sacarose em solução. A pureza da solução é então definida como sendo a fração de sacarose no total dos sólidos (Equação 2.6) ^[9].

$$\text{Pur} = \frac{\text{Kg sacarose}}{\text{Kg sólidos dissolvidos}} \quad (2.6)$$

Conhecendo a pureza da solução, é possível calcular o coeficiente de sobressaturação de uma dada solução de sacarose e água (Equação 2.7) ^[24].

$$\text{SS} = \frac{\frac{\text{Brix} \times \text{Pur (solução)}}{100 - \text{Brix (solução)}}}{\frac{\text{Brix} \times \text{Pur (solução saturada)}}{100 - \text{Brix (solução saturada)}}} \quad (2.7)$$

De modo a prever o comportamento da sacarose em solução, são utilizadas as curvas de sobressaturação, apresentadas na Figura 2.5. Estas curvas permitem saber se a sacarose cristaliza ou se dissolve a uma dada temperatura e Brix.

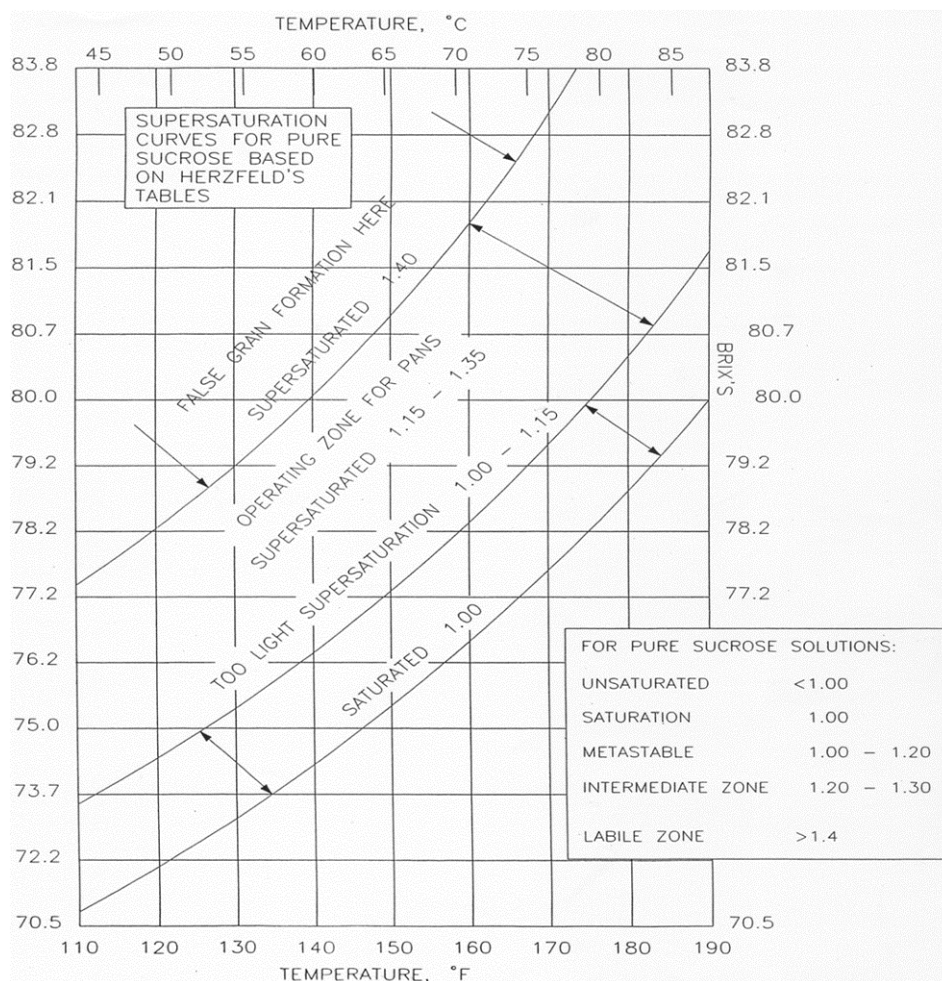


Figura 2.5: Curvas de sobressaturação de soluções de sacarose puras [24].

A curva com o coeficiente de sobressaturação (SS) igual a 1 ($SS=1,0$), indica o início da zona de sobressaturação. Em todos os pontos desta curva, a solução possui a quantidade máxima de sacarose, ou seja, não há dissolução de cristais, mas também não há crescimento de cristais.

Para soluções com Brix reduzidos e maiores temperaturas, isto é, a zona abaixo da curva de saturação, diz-se que se encontram na zona subsaturada ($SS<1,0$). Devido à concentração de sólidos dissolvidos, existe água suficiente para dissolver as moléculas de sacarose.

A primeira zona de sobressaturação situa-se entre os coeficientes 1,0 e 1,2 ($1,0<SS<1,2$) e é denominada zona Metaestável. Nesta zona, a solução possui mais sacarose dissolvida do que a água suporta, porém ainda não existe a ligação entre as moléculas de sacarose [25].

A zona Metaestável apresenta as condições ideais para a adição de núcleos pré-estabelecidos [23], permitindo que as moléculas de sacarose presentes na solução sobressaturada migrem para os núcleos adicionados, ou seja, é a zona favorável para ser feita a inseminação de modo a promover a formação de cristais, controlando o seu tamanho.

A seguinte zona de sobressaturação é designada de zona Intermediária, situando-se entre os coeficientes de sobressaturação 1,2 e 1,3 ($1,2 < SS < 1,3$)^[25]. Nesta zona a cristalização ocorre de modo mais acelerado e com menor precisão, aumentando o risco de formação de cristais indesejáveis.

Por fim, a coeficientes de sobressaturação superiores a 1,3 ($SS > 1,3$) a solução encontra-se na Zona Lábil, onde não é possível controlar a cristalização, havendo nucleação espontânea^[25]. Nesta fase os cristais formados são muito finos e ocorre também a formação de aglomerados prejudicando processos de cristalização onde o tamanho de cristais desejado é importante.

O fenómeno de aglomeração é comum quando a cristalização é feita de forma não controlada, dando origem a aglomerados de cristais de açúcar. Os fatores que influenciam este fenómeno são^[26]:

- A sobressaturação;
- A concentração da suspensão;
- O tempo de residência;
- A agitação da solução;
- O pH;
- A velocidade de cristalização;
- O tamanho dos cristais.

Quando os cristais apresentam tamanho muito reduzido são difíceis de separar do licor por centrifugação, por este motivo a aglomeração destes pequenos cristais é benéfica para o processo. Este fenómeno é prejudicial quando o objetivo é a obtenção de cristais simples, dificultando a separação do licor e afetando negativamente a pureza do produto final.

A principal consequência do efeito da aglomeração é o deslocamento da curva de distribuição de tamanhos para valores mais elevados (Figura 2.6.b), havendo também um aumento na amplitude da mesma^[20]. Sendo como tal, indesejável quando o objetivo é a obtenção de cristais com tamanho uniforme (Figura 2.6.a).

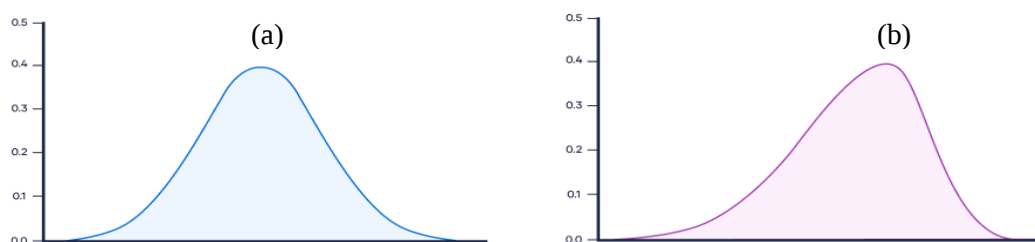


Figura 2.6: Curvas ilustrativas de distribuição de tamanhos. (a) Curva ilustrativa de distribuição de tamanhos normal. (b) Curva ilustrativa de distribuição de tamanhos assimétrica negativa.^[27]

O mecanismo pelo qual se dá a aglomeração é desconhecido, existindo apenas teorias e experiências que tentam explicar este fenómeno. Vários estudos concluíram que a formação de aglomerados é ^[20]:

- Proporcional à velocidade de crescimento;
- Inversamente proporcional à distância entre os cristais;
- Inversamente proporcional à agitação;
- Proporcional à pureza da solução;
- Dependente do tamanho.

2.3.1. Aparelhos de Cozer a Vácuo

O processo de cristalização industrial pode ser realizado em cristalizadores contínuos ou em cristalizadores em regime descontínuo, como os aparelhos de cozer a vácuo. Em cristalizadores contínuos são produzidos cristais com uma vasta distribuição de tamanhos, devido a oscilações das condições de sobressaturação, apesar de serem a operação mais económica ^[28].

Os aparelhos de cozer a vácuo são os mais usados na indústria, uma vez que permitem o processo de cristalização sem que haja a degradação térmica da sacarose, obtendo cristais de boa qualidade, com o máximo rendimento de cristais relativamente à sacarose na alimentação, no menor espaço de tempo e com menor consumo de vapor ^[20].

Os aparelhos de cozer a vácuo são recipientes cilíndricos metálicos e resistentes às condições a que são sujeitos ^[14]. Apresentam uma base cónica de modo a facilitar a descarga (Figura 2.7).

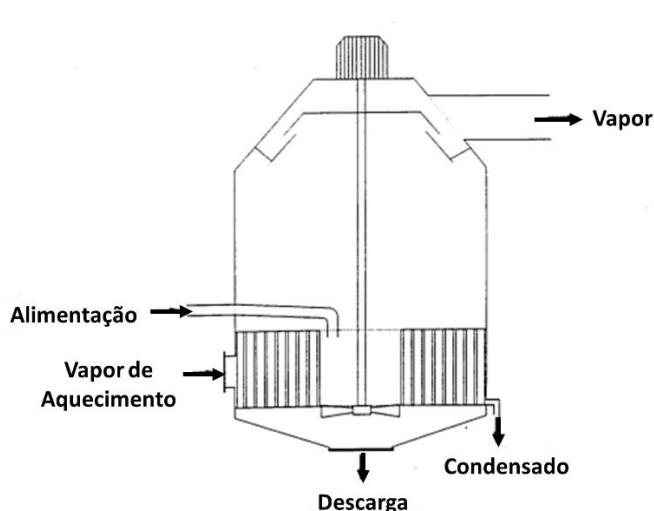


Figura 2.7: Esquema simplificado de um aparelho de cozer a vácuo ^[24].

A superfície pela qual se dá transferência de calor do vapor para o licor denomina-se de calândria (Figura 2.8). No interior dos tubos circula o licor e no exterior circula o vapor. A água evaporada do licor é posteriormente condensada na coluna barométrica em contacto com a água de arrefecimento.

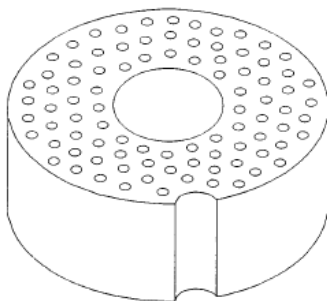


Figura 2.8: Esquema simplificado de uma calândria ^[20].

Adicionalmente, estes aparelhos apresentam um agitador, de maneira a melhorar a circulação da suspensão, conferindo-lhes maior uniformidade, evitando a formação de zonas estagnadas e a ocorrência de gradientes de temperatura. Possuem também pequenas janelas, onde os operadores poderão observar o estado e o grau de ebulição da suspensão.

2.3.2. Equipamento de Vácuo

Numa refinaria de açúcar são realizadas várias operações sob vácuo, por isso são necessários equipamentos adequados para garantir a produção de vácuo. Este equipamento é denominado de coluna barométrica, apresentado na Figura 2.9.

Na coluna barométrica é bombeada água fria, que por gravidade cai gerando um efeito de arrastamento dos gases, condensáveis e incondensáveis, provenientes dos aparelhos, provocando, deste modo, a diminuição da pressão no interior dos mesmos ^[14]. A coluna barométrica deve estar situada a uma altura favorável a que a queda da água seja capaz de arrastar os gases.

A água e o vapor possuem um rácio de volume de 1:1 600, o que significa que o volume ocupado pela água, a uma dada pressão, é 1 600 vezes menor que o volume ocupado pelo vapor, o que gera vácuo ^[29]. Por isso, os vapores dos aparelhos ao entrarem em contacto com a água fria presente na coluna barométrica, sofrerão o efeito de condensação. A enorme redução de volume ao condensar o vapor amplifica o efeito de vácuo provocado pela coluna barométrica ^[30].

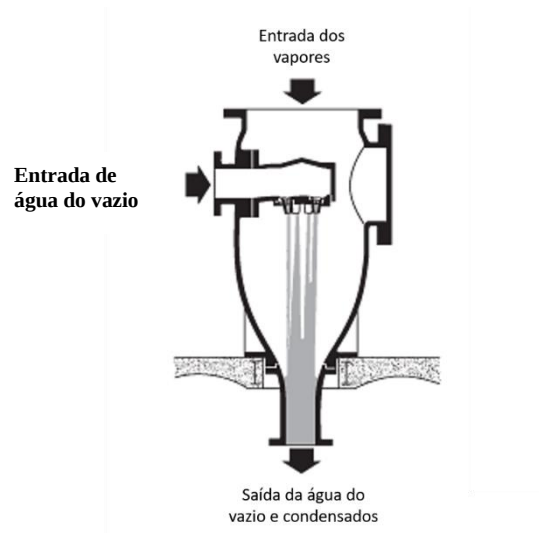


Figura 2.9: Ilustração de uma coluna barométrica ^[24].

Os gases não condensáveis, como o nome indica, não sofrem alteração de estado físico ao entrar em contacto com a água fria, por isso, não variam de volume, o que afeta a eficiência da coluna barométrica negativamente ^[14]. Estes tipos de gases são provenientes de fugas nos equipamentos, sendo por isso, importante o bom estado dos mesmos, não permitindo a entrada de ar.

A água à saída da coluna barométrica, quente devido à transferência de calor com o vapor, segue para uma torre de arrefecimento, onde irá arrefecer, de modo a retornar à coluna.

As colunas barométricas normalmente estão acopladas com separadores de partículas. Os separadores de partículas estão situados antes da coluna, e têm como função separar as partículas de sacarose dos gases arrastados pela coluna barométrica. Havendo assim menos perdas de açúcar para a água do sistema de vácuo na coluna barométrica.

2.4. Açúcar Areado Amarelo

O Açúcar Areado Amarelo (AAA) é caracterizado pela sua cor dourada, pelo seu teor de humidade e aroma agradável. Estas características devem-se à eliminação parcial e não total do xarope, tornando este açúcar o preferido para a confeção de bolos mais húmidos e para a preparação de *cocktails* ^[31].

As principais vantagens da produção de AAA são o aumento do rendimento da refinaria, devido à inclusão de *non-sugars* na sua composição ^[6]. Havendo, deste modo, a diminuição da produção de melaço, e a incorporação do sabor agradável da cana-de-açúcar, aumentando as suas aplicações.

A produção de Açúcar Areado Amarelo (Figura 2.10) consiste em três etapas principais:

1. Cristalização da mistura, num aparelho de cozer a vácuo, originando a massa cozida;
2. Secagem da massa cozida, num secador a vácuo, dando origem ao AAA;
3. Transporte do AAA até à Embalagem.

Previamente à etapa de cristalização, são misturados licor concentrado, proveniente do processo de evaporação do licor branco, com xarope granulado, originário da centrifugação do açúcar granulado, num tanque de 5,5 m³ com um agitador. A quantidade a introduzir de xarope granulado e de licor concentrado, são dependentes das cores dos mesmos, e da cor especificada para o Açúcar Areado Amarelo, sendo cerca de 2 500 UI.

Quando não são realizadas cozeduras anteriormente, é necessário vaporizar o aparelho de cozer antes da alimentação com a mistura, de modo a remover gases não condensáveis e cristais de sacarose que possam ainda existir, melhorando assim a eficiência da coluna barométrica e permitindo um melhor controlo do tamanho dos cristais, respetivamente.

Para iniciar o processo de cozedura do AAA, é necessário aumentar o vácuo dentro do aparelho de cozer, diminuindo a pressão do aparelho para cerca de 0.4 bar de pressão absoluta (-0.6 bar de pressão manométrica). O efeito da diminuição da pressão no aparelho de cozer, será a força motriz para o transporte da mistura do tanque para o aparelho, não sendo necessária uma bomba para a sua alimentação.

A alimentação da mistura ao aparelho de cozer é feita gradualmente até a calândria estar completamente coberta. Posteriormente, é introduzido vapor a 4 bar no corpo da calândria, atuando como meio de aquecimento da mistura e, dá-se início à agitação da mesma, de modo a concentrar a mistura até atingir o ponto de saturação.

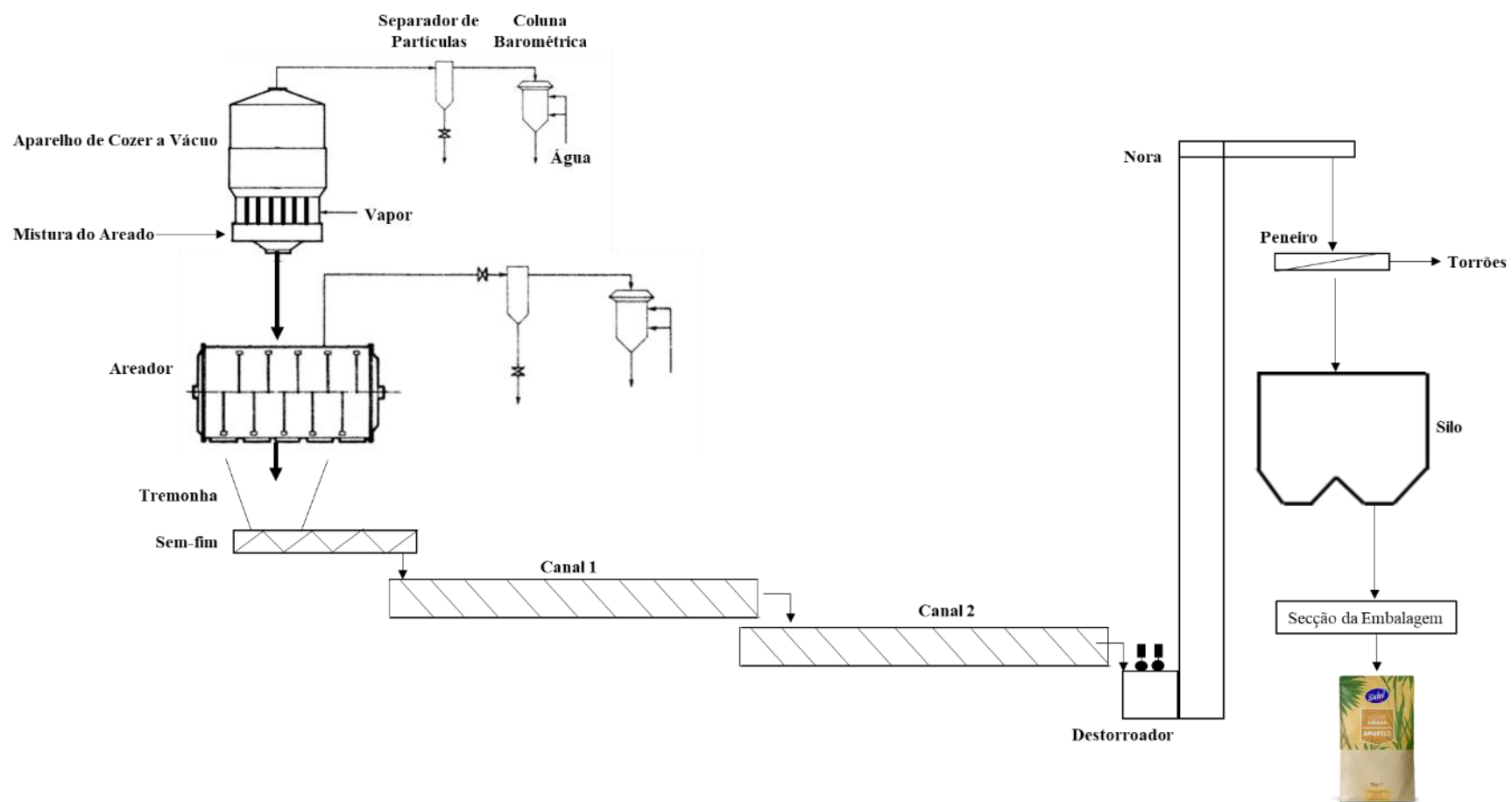


Figura 2.10: Esquema do processo do Açúcar Areado Amarelo.

Na produção do AAA na Sidul Açúcares, tanto o aparelho de cozer a vácuo como o Areador não são automáticos, o que torna este processo manual e, devido a tal, muito dependente da mão-de-obra de operados, do seu conhecimento e bom juízo.

O aparelho de cozer a vácuo do AAA, não apresenta um medidor de Brix, por isso, sabe-se que foi alcançada a zona Metaestável, no momento em que é observado o licor a escorrer lentamente através das vigias, conhecido como ponto de lágrima (próximo do ponto de sobressaturação 1,15).

Como mencionado anteriormente, a zona Metaestável é a zona mais favorável para fazer a inseminação pois, o soluto não se dissolve em solução, mas também não se agregam formando cristais. No entanto, ao serem adicionados núcleos, ou seja, ao ser feita a inseminação, as moléculas de sacarose em solução, agregam-se aos núcleos, formando cristais com tamanho controlado.

Na produção do AAA, o objetivo é obter cristais mais finos, o que leva a CV (coeficientes de variação) elevados, por isso, o controlo do tamanho dos cristais não é muito relevante, e devido a tal, a inseminação pode ser desnecessária^[6]. Em algumas refinarias, não é feita a inseminação na produção de AAA, porém, na Sidul, a inseminação é efetuada com açúcar granulado branco.

Posteriormente à inseminação, observa-se o crescimento dos cristais pelas vigias e, ao atingir-se o tamanho dos cristais pretendido, ao critério do operador que está a fazer a cozedura, inicia-se a preparação da massa cozida para ser enviada para a fase de secagem.

A preparação da massa cozida, consiste em aumentar a temperatura da massa, aumentando a pressão absoluta no aparelho de cozer, isto é, diminuindo o vácuo, até a massa ter 120 °C. Este aumento de temperatura permitirá também a caramelização do açúcar que confere o aroma e gosto característico do AAA.

Quando a temperatura pretendida é alcançada, diminui-se novamente a pressão absoluta, ou seja, aumenta-se o vácuo, de modo a aumentar o Brix da suspensão, evaporando a água presente na massa. Como não existe medidor de Brix, considera-se que a suspensão tem a concentração pretendida quando a potência do agitador atinge cerca de 2,5-3,0 Kw, pois quanto menos água tem a massa cozida, mais densa fica e, por isso, maior será a potência do agitador.

Ao serem alcançadas as condições finais da massa cozida, o processo de cozedura é terminado. A pressão absoluta do aparelho aumenta, por diminuição do vácuo, sendo também retirado o vapor da calândria, de modo a preparar o aparelho de cozer para a descarga da suspensão denominada de massa cozida.

A massa cozida é arreada para um secador a vácuo denominado de Areador, que apresenta um agitador no seu interior. Quando a massa cozida se encontra na sua totalidade no Areador, o vácuo

é aumentado lentamente, isto é, a pressão manométrica diminui até atingir-se no mínimo uma pressão de -0,6 bar (0,4 bar de pressão absoluta).

A etapa de secagem termina, quando o operador responsável observa, pelas vigias, o açúcar a saltar, considerando que a partir deste ponto o AAA está seco, ou seja, a humidade do açúcar não deverá exceder os 2,5%. De modo a descarregar o AAA para tremonha, é desativada a coluna barométrica, para quebrar o vácuo.

A tremonha é um reservatório, com forma de pirâmide quadrangular invertida, que tem como objetivo acolher o açúcar proveniente do Areador para o sistema de transporte. O sistema de transporte do AAA, inicia-se na tremonha, passando, de seguida, para um sem-fim, que irá transportar o açúcar até aos canais vibratórios.

Os canais vibratórios irão deslocar o AAA até à Nora, espalhando-o devido à vibração, de modo que o açúcar possa ter uma secagem adicional. Entre os canais e a Nora existe um Destorroador, com o propósito de partir os torrões maiores em torrões mais pequenos.

Na nora, o AAA ascenderá de maneira a passar, por gravidade, num peneiro vibratório que apresenta poros de 8 mm, com o objetivo de reter todos os torrões previamente formados com um tamanho superior a 8mm. Os torrões retidos são depois enviados para a dissolução de modo a serem reprocessados.

Depois de passar pelo peneiro, o açúcar cai por gravidade para o silo, um reservatório que armazena o açúcar até que seja embalado. Já na embalagem, o açúcar passa para a *Ishida*, uma máquina que irá realizar o doseamento do açúcar para os pacotes de 1 Kg.

2.5. Humidade do Açúcar

As moléculas de sacarose agregam-se formando uma estrutura aberta, permitindo a inclusão de outras moléculas, como por exemplo as moléculas de água. As moléculas de água, ou humidade, estão incluídas na estrutura do cristal de açúcar de duas formas ^[32]:

- Teor de água à superfície;
- Teor de água no interior.

A humidade superficial do cristal é removida através da fase de secagem do açúcar. No entanto, esta fase final do processo de refinação, não elimina o conteúdo em água no interior do cristal.

O teor de água no interior dos cristais, eventualmente migrará para a superfície dos cristais, normalmente durante o sistema de transporte e no armazenamento. Este teor de água é uma fração

significativa do teor total em água, possibilitando a ocorrência do fenômeno de *caking* ^[33]. Este fenômeno é caracterizado como a aglomeração de cristais de açúcar formando torrões, dependendo das condições de armazenamento, como a temperatura e a umidade relativa ^[34].

O *caking* ocorre quando a superfície dos cristais é humedecida, tanto por migração da água do interior dos cristais para a superfície ou por alguma fonte de água indesejável no processo, como por exemplo a condensação de água no sistema de transporte ^[35]. A superfície cristalina molhada irá fazer com que vários cristais se agreguem, sendo envolvidas por um filme de xarope, resultante da dissolução de alguns cristais (Figura 2.11).

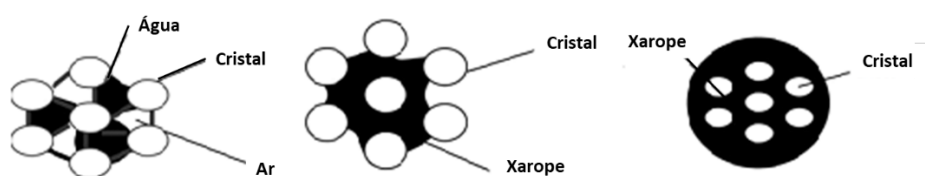


Figura 2.11:Esquema do fenômeno de *caking* ^[33].

Para combater este fenômeno indesejável, são instalados silos, que consistem em sistemas de armazenamento temporário, onde, teoricamente, não existem problemas com o aumento da umidade no açúcar armazenado, pois estes silos são condicionados, permitindo a diminuição contínua do teor em água nestes sistemas ^[32].

A secagem e arrefecimento adequado do açúcar deve ser assegurado por uma eficaz cristalização do licor nos aparelhos de cozer a vácuo, diminuindo assim a formação de aglomerados. Outro pré-requisito é um sistema de transporte eficiente, de maneira que o açúcar húmido possa ser transportado para a fase de secagem, minimizando a quebra do cristal, incentivando a evaporação natural da água e mantendo o açúcar húmido à temperatura ideal de entrada no secador.

A secagem mais simples e óbvia é a evaporação da água à superfície dos cristais em secadores, onde a umidade superficial é retirada, utilizando condições adequadas de secagem, deixando a superfície disponível para a migração da umidade no interior do cristal. A presença de um sistema de agitação apropriado no secador, é também uma mais-valia para a secagem do açúcar pois as superfícies de todos os cristais ficarão expostos ao calor ^[33].

Durante o sistema de transporte, é benéfico a existência de ar subsaturado com água, permitindo a migração das moléculas de água da região mais saturada para a menos saturada, possibilitando uma secagem adicional do açúcar ^[32].

A humidade no interior do cristal, pode ser eliminada, aumentando o tempo de secagem, encorajando assim a migração das moléculas para a superfície. Teoricamente, o tempo de secagem deverá ser cerca de 150% maior do que o tempo necessário para remover a água à superfície ^[32], não sendo benéfico para o AAA devido à sua humidade característica. A diminuição da temperatura ambiente para uma temperatura menor do que a do açúcar, é também uma condição benéfica para o processo, pois as superfícies dos cristais não se tornam impermeáveis, permitindo a migração da água para a superfície ^[32].

2.6. Secadores a Vácuo: O Areador

O processo de secagem ocorre quando o líquido é vaporizado através do fornecimento de calor à matéria-prima húmida ^[36]. Os equipamentos utilizados para este processo são denominados de Secadores.

A maioria dos secadores são classificados como secadores diretos, onde é usado ar quente como meio de aquecimento para evaporar água ou outros solventes de um produto. A secagem é uma operação energeticamente intensiva, devido ao elevado calor latente de vaporização da água e à ineficiência inerente à utilização de ar quente como meio de secagem ^[36].

Produtos de valor acrescentado, mas sensíveis ao calor, tais como alimentos, produtos farmacêuticos e biológicos, são degradados quando secos por convecção, a temperaturas elevadas. Os secadores a vácuo oferecem um método alternativo, para que não haja degradação do produto.

A secagem a vácuo é um processo em que os materiais são secos num ambiente de pressão reduzida, o que por consequência reduz o calor necessário para uma secagem rápida, permitindo deste modo, uma secagem a temperaturas menos prejudiciais ^[37]. O calor é normalmente fornecido através de vapor ou água quente.

A maior vantagem da secagem a vácuo é a conservação de energia, visto que é necessário menos energia para secar um dado sólido, havendo menos custos económicos e ambientais associados ^[37]. Este processo tende a ser mais rápido do que outros processos de secagem e menos prejudicial para produtos sensíveis a altas temperaturas.

O processo de secagem do Açúcar Areado Amarelo, na Sidul Açúcares, é feito num secador a vácuo não convencional, denominado de Areador. O Areador não possui uma fonte de calor para promover a secagem, sendo semelhante a um separador *flash*.

Num separador *flash*, a mistura líquida com temperatura elevada, ao passar de uma zona de alta pressão para uma zona de baixa pressão tem como consequência a vaporização súbita do líquido

^[38]. A energia para a vaporização é retirada da própria mistura, provocando uma diminuição da temperatura.

No caso do Açúcar Areado Amarelo, a suspensão composta por açúcar e água, que se encontra quente e a pressão atmosférica é introduzida no areador, onde a pressão manométrica irá diminuir para no mínimo - 0,6 bar (pressão absoluta de 0,4 bar), o que fará com que o ponto de ebulição da água diminua, de acordo com a Tabela 2.1.

Tabela 2.1: Ponto de ebulição da água de acordo com a pressão ^[30].

Pressão absoluta (bar)	Vácuo (bar)	P. ebulição da água (°C)
1,01	0	100
0,85	0,16	96
0,70	0,31	90
0,67	0,34	89
0,47	0,54	80
0,31	0,70	70

O ponto de ebulição da água irá diminuir para cerca de 80°C, possibilitando a secagem da suspensão que se encontra aproximadamente a 120°C. Nestas condições é possível secar parcialmente o AAA, permanecendo apenas o teor de humidade característico e de especificação, de no máximo 2,5% de humidade.

Na Figura 2.12, está representada a humidade que se conseguirá atingir, ao secar o AAA, de acordo com o Brix e pureza da massa cozida.

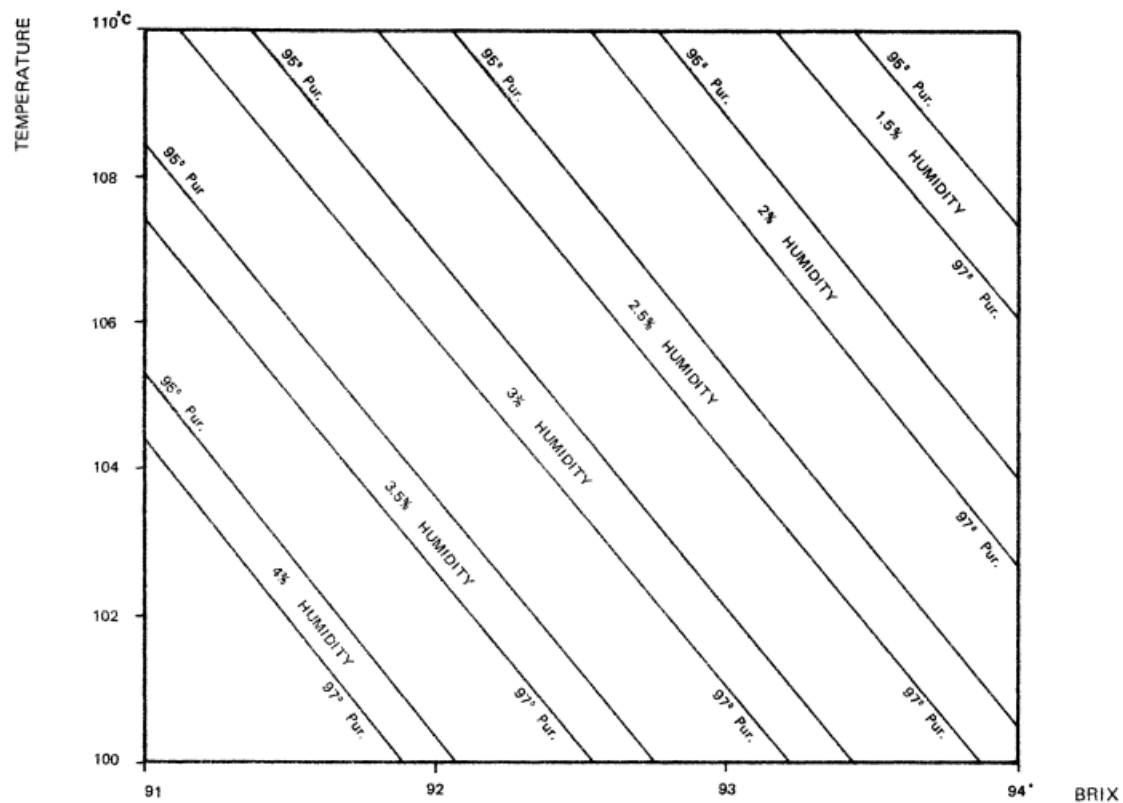


Figura 2.12: Humidades teóricas do AAA a diferentes temperaturas, Brix e pureza da massa cozida ^[6].

3. Materiais e Métodos

Este capítulo tem como objetivo descrever os métodos e materiais utilizados para a realização desta tese. Os protocolos para a execução das análises laboratoriais, segundo a ICUMSA e a *Tate & Lyle Sugars*, estão apresentados detalhadamente nos Anexos I a IV. As análises estatísticas foram feitas no *software* Minitab.

3.1. Análises Laboratoriais

3.1.1. Quantidade de Torrões (%)

Para determinar a quantidade de torrões, primeiramente pesou-se uma amostra de AAA retirada do processo, com aproximadamente 1 Kg, ou um pacote de 1 Kg de AAA, numa balança digital com uma incerteza de $\pm 0,1$ g.

De seguida, utilizando um peneiro de 2 mm, como apresentado na Figura 3.1, peneirou-se a amostra, onde apenas os torrões com um diâmetro igual ou superior a 2 mm ficaram retidos. Depois de se peneirar toda a amostra ou pacote, pesou-se a massa dos torrões.



Figura 3.1: Peneiro de 2mm.

A quantidade de torrões por pacote, em percentagem, calcula-se através da seguinte equação:

$$\text{Torrões (\%)} = \frac{\text{massa de Torrões (g)}}{\text{massa do Pacote/Amostra (g)}} \times 100 \quad (3.1)$$

Este parâmetro, antes da realização desta tese, nunca tinha sido medido, não havendo por este motivo um procedimento interno.

3.1.2. Brix (° Bx)

O Brix é uma medida da densidade ou quantidade de sólidos, em peso, numa solução pura de sacarose. Esta medida é expressa em grau Brix, que corresponde à quantidade de sólidos dissolvidos em 100 gramas de solução (Equação 2.5), e pode ser determinada por um refratômetro graduado a 20°C ^[40].

Resumidamente, para medir o Brix, no refratômetro (Figura 3.2), primeiro dissolve-se a amostra com água, numa proporção mássica de 1:1. Depois de dissolvida, é colocada uma gota no refratômetro para que seja medida, evitando a presença de bolhas de ar. O Brix da amostra será o dobro do valor lido pelo refratômetro, devido à diluição 1:1, com uma incerteza de $\pm 0,01$ °Bx. O método experimental apresenta-se com mais detalhe, no Anexo I.



Figura 3.2: Refratômetro utilizado para determinar o Brix da amostra.

3.1.3. Cor (IU)

A análise da cor de soluções de xarope ou de açúcar em solução, expressa em IU, é feita medindo a absorvância de uma amostra com pH $7,00 \pm 0,05$ num espectrofotómetro, num comprimento de onda de 420 nm, depois de ser filtrada através de uma membrana de 0,45 μm . Este método encontra-se no Anexo II.

A cor é, de seguida, calculada de acordo com a Equação 3.2, com a absorvância medida através do espectrofotómetro e com o Brix corrigido, a g/ mL.

$$\text{Cor (IU)} = \frac{\text{Absorvância}}{\text{Brix corrigido } \left(\frac{\text{g}}{\text{mL}}\right)} \times 100\,000 \quad (3.2)$$

3.1.4. pH

O pH, é um indicador da acidez ou basicidade de uma dada solução, e é determinado por potenciometria, usando um eléctrodo. O valor do pH é lido num medidor de pH (Figura 3.3) com uma incerteza de leitura $\pm 0,01$. O método experimental está apresentado detalhadamente no Anexo III.



Figura 3.3: Medidor de pH.

A medição do pH é feita, mergulhando o eléctrodo na amostra a ser analisada, enquanto esta é homogeneizada suavemente. Quando o valor lido pelo medidor de pH é estabilizado significa que é o valor de pH da amostra.

Esta análise foi feita, de modo a complementar a medição da cor, pois era necessário que as amostras estivessem a um pH de $7,00 \pm 0,05$. Deste modo, sempre que a amostra se encontrasse inicialmente a um pH menor que 6,95, eram adicionadas gotas de uma solução NaOH, enquanto a amostra era agitada. E, se o pH fosse superior a 7,05 eram adicionadas gotas de uma solução de HCl.

3.1.5. Cinzas (%)

De maneira a quantificar a quantidade de sais inorgânicos solúveis numa amostra, também conhecidos por cinzas, é medida a condutividade específica, utilizando um condutivímetro (Figura 3.4).



Figura 3.4: Condutivímetro utilizado para determinar a quantidade de cinzas da amostra.

A amostra a analisar deve apresentar uma concentração de 28 °Bx, de modo, a que se possa usar a tabela desenvolvida pela T&LS, que relaciona a condutividade específica com a quantidade de cinzas em percentagem. Este procedimento está descrito detalhadamente no Anexo IV.

3.1.6. Humidade (%)

O teor de água presente no açúcar, depois da fase de secagem, é denominado de humidade. A humidade é determinada através de uma balança de análise de humidade (Figura 3.5).



Figura 3.5: Balança de Humidade.

Nesta balança coloca-se uma amostra de açúcar entre 8,5 e 11,5 g, onde posteriormente há um aumento da temperatura, até 115°C, de modo que haja a evaporação da humidade presente na amostra. A balança mede a perda de massa entre a amostra antes e depois da secagem, em percentagem, dando a humidade evaporada.

3.2. *Six Sigma*: Metodologia DMAIC

O *Six Sigma* é uma estratégia de gestão que tem como objetivo melhorar a qualidade dos resultados de uma empresa, identificando e eliminando causas que originem defeitos e erros, reduzindo variações no processo. Esta estratégia é focada em resultados previsíveis, que correspondem aos requisitos do cliente.^[37]

Todos os projetos de *Six Sigma* numa organização seguem um protocolo predefinido e apresentam objetivos financeiros quantificáveis (redução de custos e/ou aumento de lucros). Um processo *Six Sigma* é um processo que apresenta 3,4 defeitos num milhão, isto é, 99,999666% dos produtos não apresentam defeitos^[41].

A estrutura de melhoria do *Six Sigma* consiste em 5 passos principais conhecidos pelo acrónimo DMAIC, isto é, *Define, Measure, Analyze, Improve* e *Control*.

A primeira etapa, denominada de **Definir (*Define*)**, tem como objetivo descrever o problema, os benefícios que a resolução deste problema trará para a empresa e definir detalhadamente o objetivo do projeto de melhoria^[41]. Nesta etapa também é feita a organização da equipa responsável pelo projeto.

As ferramentas usadas para a fase Definir são as seguintes:

- Carta do Projeto: documento onde são descritos detalhadamente o objetivo e o problema que se quer resolver, assim como a equipa necessária para realizar o projeto.
- SIPOC: diagrama que representa o âmbito do projeto, isto é, os *inputs* e *outputs* do processo, e quem os fornece e recebe, respetivamente.
- Digrama $Y=f(X)$: digrama com o objetivo de identificar as variáveis, *X*, que possivelmente têm influência no problema a resolver, *Y*.

Na fase **Medir (*Measure*)**, é estabelecido um sistema de medições adequado, de acordo com a informação base obtida sobre o desempenho do produto, para que seja conhecida a performance de referência do processo^[41].

O sistema de medições é denominado de Plano de Recolha de Dados, onde são descritas as análises que serão feitas, quantas vezes, onde e por quem serão executadas.

Depois de recolhidos os dados, estes são analisados, de modo a determinar quais das variáveis têm maior impacto no defeito a melhorar. Esta fase é denominada de **Analisar (Analyze)**, na qual será identificada a causa-raiz do problema^[41].

Nesta fase são feitas análises estatísticas aos dados, como por exemplo:

- Regressões Múltiplas: modelo estatístico utilizado para relacionar múltiplas variáveis de modo a prever o resultado de uma variável de resposta;
- Cartas de Controlo: gráfico utilizado para estudar a variação de um processo ao longo do tempo, de maneira a determinar se o processo é controlado;
- Testes de Hipóteses.

A etapa que se segue é a **Melhorar (Improve)** onde, de acordo com a causa-raiz, são identificadas as possíveis ações a implementar de modo a solucionar o problema, fazendo um Plano de Melhorias^[41]. Depois de identificadas estas melhorias, estas são implementadas para verificar a sua eficácia.

Finalmente, na fase **Controlar (Control)**, analisa-se os dados adquiridos na fase anterior, de maneira a verificar se as melhorias implementadas são sustentáveis, isto é, se permitem atingir o objetivo pretendido^[41]. Esta fase tem também como objetivo verificar se o processo se encontra estatisticamente controlado.

3.3. Análise Estatística

Para a realização deste estudo, foi necessário recorrer a várias ferramentas estatísticas executadas no *software* Minitab. Estas análises estatísticas foram realizadas com o propósito de relacionar os dados recolhidos, de modo a descobrir a causa-raiz da formação dos torrões e, de maneira a comparar os dados antes e depois das melhorias implementadas.

3.3.1. Regressão Múltipla

A regressão linear múltipla é um método estatístico utilizada para modelar a relação entre uma variável dependente (Y) e duas ou mais variáveis independentes (X), com o objetivo de ajustar os dados numa equação linear^[42].

Em qualquer análise de regressão, é necessário analisar o quão bem o modelo obtido foi ajustado aos dados. Para tal, é estudado o coeficiente de determinação, mais conhecido por R^2 . Por definição, o R^2 é a percentagem da variação da variável de resposta (Y) que é explicada por um modelo linear^[43].

O R^2 varia sempre entre 0 e 100%, onde 0% indica que o modelo não explica nada da variabilidade dos dados de resposta e, 100% o modelo explica toda a variabilidade dos dados de resposta^[43]. Por isso, quanto maior for R^2 , melhor os dados são ajustados ao modelo.

No Minitab, foram relacionadas as várias variáveis independentes medidas, segundo o Plano de Recolha de Dados, com a percentagem de torrões por pacote, por cozedura, de modo a obter o modelo com o maior R^2 , descobrindo assim a causa-raiz da formação dos torrões.

3.3.2. Teste-t para 2 Amostras

Os Testes-t para 2 amostras são testes de hipóteses utilizados para comparar as médias de duas amostras^[44]. Ou seja, uma amostra é comparada com a outra para determinar se são ou não iguais, ou se uma média é superior ou inferior à outra.

Um teste de hipóteses é um teste que especifica se se deve aceitar ou rejeitar uma afirmação sobre uma população, dependendo da amostra de dados fornecida^[45]. Este examina duas hipóteses opostas sobre uma população: a hipótese nula e a hipótese alternativa. A hipótese nula é a afirmação que está a ser testada e a hipótese alternativa é a afirmação que se pretende concluir que é verdadeira com base nos dados.

A determinação da aceitação ou rejeição da hipótese nula é feita utilizando o *p-value*. Se o *p-value* for inferior ao nível de significância (α), então a hipótese nula deve ser rejeitada^[45].

O nível de significância relaciona-se com o nível de confiança, de acordo com a Equação 3.3^[46]. O nível de confiança representa a percentagem de intervalos que iriam incluir o parâmetro populacional se fossem agrupadas amostras da mesma população, várias vezes. Normalmente é utilizado um nível de confiança de 95%.

$$\alpha (\%)=100 - \text{nível de confiança} \quad (3.3)$$

Nesta tese, o Teste-t foi utilizado na fase Controlar, para comprar se houve diferenças significativas nas médias de algumas variáveis, antes e depois das melhorias, como por exemplo se a média de torrões antes das melhorias era superior à média de torrões depois das melhorias.

3.3.3. *One-Way ANOVA*

O *One-way ANOVA* é uma análise utilizada para determinar se existem diferenças estatisticamente significativas entre dois ou mais grupos independentes, onde, a variável de resposta (Y) é contínua e as variáveis independentes são variáveis discretas ^[47].

Nesta análise as hipóteses consideradas são:

- H_0 : Não há diferenças entre as médias dos diferentes grupos;
- H_1 : Há diferenças entre as médias dos diferentes grupos.

Se o *p-value* for inferior ao nível de confiança, então a hipótese nula é rejeitada e, por isso, há diferenças entre as médias dos diferentes grupos.

Esta ferramenta estatística foi usada para estudar a influência dos operadores do Areado na formação dos torrões, isto é, se há diferença nas médias da percentagem de torrões por cozedura, segundo o operador que faz a secagem do AAA.

4. Resultados e Discussão

4.1. Definir (*Define*)

A presença dos torrões de Açúcar Areado Amarelo (AAA) nos pacotes começou a ser uma preocupação na Sidul Açúcares devido à elevada afluência de reclamações pelos clientes, pois não só afetava a qualidade do açúcar em termos das suas aplicações, devido à maior dificuldade em dissolvê-los em relação ao próprio açúcar, mas também em termos do seu aspeto, visto ser possível visualizá-los pelo pacote. Na Figura 4.1, está apresentada uma amostra dos torrões, com tamanho superior a 2 mm, presentes nos pacotes.



Figura 4.1: Amostra dos torrões presentes nos pacotes de AAA.

A fase inicial deste estudo foi a construção da Carta do Projeto (*Project Charter*), que resume o projeto a realizar, como apresentado na Tabela 4.1.

Para a realização deste documento foram definidas as métricas de equilíbrio. Estas métricas não podem ser prejudicadas ao atingir o objetivo do projeto. Para a diminuição da quantidade dos torrões as métricas de equilíbrio usadas foram as seguintes:

- OEE (*Overall Equipment Effectiveness*): É uma ferramenta de análise de desvios, com o objetivo final de melhorar a velocidade e/ou a qualidade de uma máquina de embalagem. Este é calculado multiplicando a disponibilidade da máquina, a performance da máquina e a qualidade do produto ^[48]. Por isso, a diminuição destes 3 fatores tem como consequência a diminuição do OEE.

- **Reciclo:** A quantidade de açúcar enviada para Dissolução de modo a ser reintroduzida no processo. Quanto maior a quantidade de AAA rejeitado, maior será a percentagem de reciclo.
- **Ton AAA/cozedura:** A quantidade de AAA embalado por cozedura. Quanto maior esta métrica, menor será a quantidade de AAA retida no peneiro, isto é, haverá menos torrões com diâmetro superior a 8 mm e, menos açúcar será rejeitado devido à qualidade.

Tabela 4.1: Carta do Projeto da Mitigação dos pequenos torrões do Açúcar Areado Amarelo (AAA).

Elemento	Descrição	Carta da Equipa
1. Definição do Processo:	O processo em que existe oportunidade de melhoria.	Mitigação da formação de pequenos torrões do AAA.
2. Objetivo Estratégico (O Y crítico)	Descrever a oportunidade no que diz respeito aos objetivos estratégicos do negócio.	Ao reduzir a formação de torrões, a empresa irá cumprir as especificações dos potenciais compradores, aumentando a qualidade do açúcar, e consequentemente, aumentando as vendas de AAA. A empresa estará também a diminuir a quantidade de açúcar reciclado, diminuindo a quantidade de açúcar enviado para dissolução.
3. Declaração do Problema (O Y do Projeto)	Afirmar a questão significativa que a equipa quer melhorar.	De 7 de março a 21 de abril, a média de torrões por pacote foi de cerca de 16,77%. Esta situação promove várias reclamações por parte dos clientes de consumo final e problemas na secção da embalagem, levando à sua paragem. Por consequência, há uma diminuição nas vendas de AAA, do OEE e da quantidade de AAA embalado por cozedura. Por isso, com a diminuição da quantidade de torrões a empresa pretende aumentar as vendas do AAA, aumentar o OEE e diminuir o reciclo, aumentando a quantidade de AAA embalado por cozedura.

Tabela 4.1: Carta do Projeto Mitigação dos pequenos torrões no Açúcar Areado Amarelo (Continuação).

		Métricas	Referência	Objetivo	Unidades
4. Objetivo do Projeto:	Que melhorias são visadas e qual será o impacto em métricas de qualidade, no custo devido à má qualidade e em melhorias de produtividade?	Quantidade de Torrões	16,77	0	%
		OEE	40,4	47	%
		Reciclo	17,13	16	%
		Ton AAA /cozedura	5,17	5,5	Ton/cozedura
5. Impacto dos benefícios: (em dólares do ano corrente)	Qual é a melhoria no desempenho empresarial prevista e quando?	Confidencial			
6. Âmbito/ Limites:	Descrever o âmbito e os limites do projeto.	O âmbito do projeto é a Mistura do AAA, o aparelho de cozer a vácuo, o Areador, o sistema de transporte e o silo.			
7. Calendário	Dar as principais etapas/datas.	Início do Projeto	07/02/2022		
	D - Define	“D” Comp.	19/02/2022		
	M- Measure	“M” Comp.	22/04/2022		
	A- Analyze	“A” Comp.	04/06/2022		
	I- Improve	“I” Comp.	09/07/2022		
	C- Control	“C” Comp.	06/08/2022		
8. Benefício para os Clientes:	Quem são os clientes, que benefícios terão e quais são as suas necessidades mais críticas?	O cliente beneficiário será a Embalagem. Esta beneficiará no aumento do OEE, pelo aumento da qualidade do AAA, pois haverá menos açúcar não conforme.			
9. Apoio Necessário:	Necessitará de alguma competência especial, hardware, etc.?	Qualidade (laboratório), Sistema de controlo e Manutenção.			
10. Membros da Equipa Principal:	Quem são os membros a tempo inteiro e quaisquer consultores especializados? Quem é o proprietário do processo?	Engenheiros do Processo, Responsável da Melhoria Contínua, Operadores do Areado, Cozedores e Chefes de turno.			

Depois de elaborado a Carta do Projeto, é necessário construir o digrama SIPOC (Figura 4.2), de modo a obter uma maior compreensão do processo de produção do AAA, apresentando todas as variáveis de entrada e saída do processo.

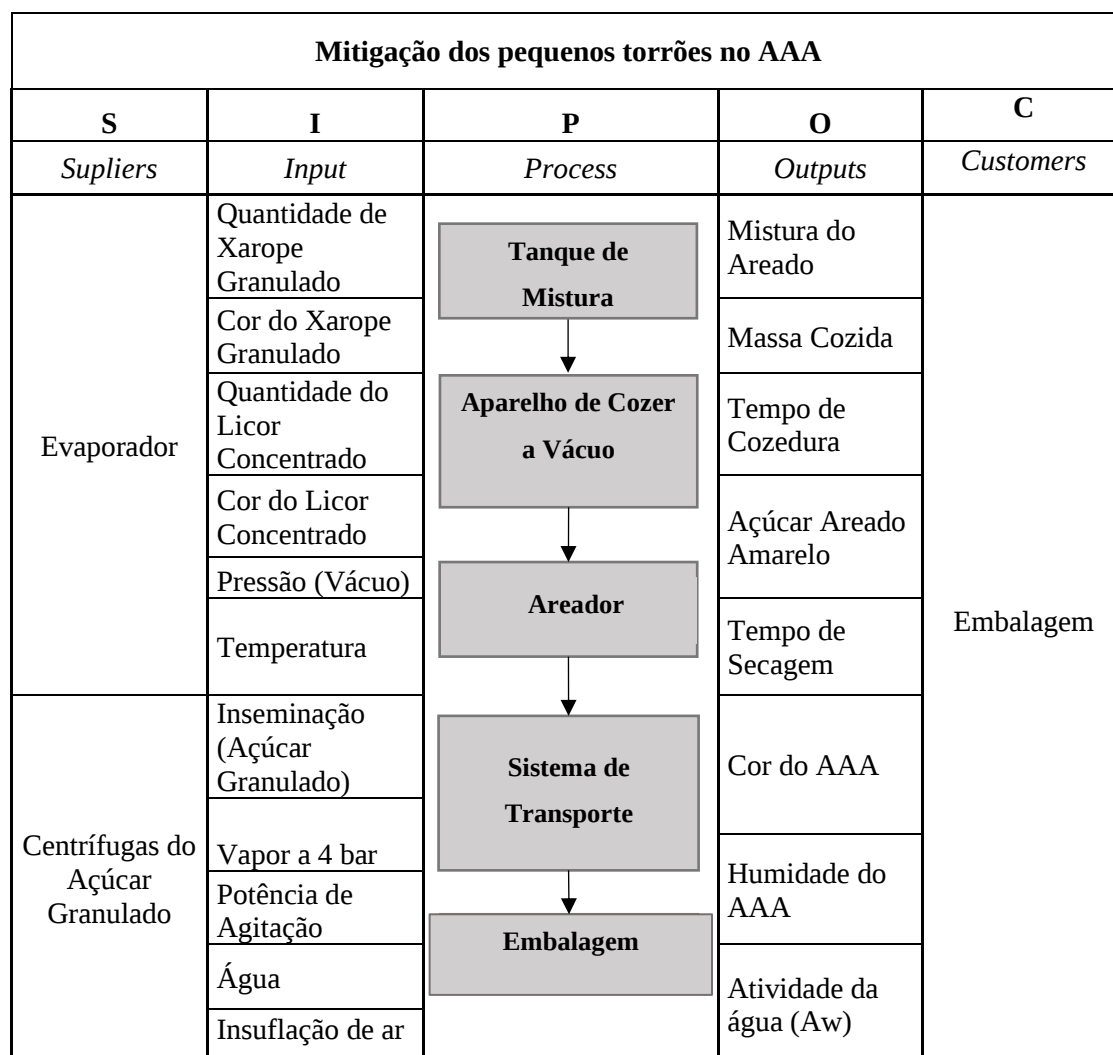


Figura 4.2: SIPOC do processo de produção do açúcar areado amarelo (AAA).

Conhecendo as variáveis intervenientes no processo foi possível fazer um diagrama $Y=f(X)$ (Tabela 4.2), de maneira a identificar as variáveis que possivelmente têm impacto na formação dos torrões de AAA. Este diagrama é muito importante para definir um sistema de medições adequado, para a fase seguinte do DMAIC.

Tabela 4.2: Digrama $Y=f(X)$ do processo de produção do Açúcar Areado Amarelo (AAA).

Y	Função de X	Variáveis	Medições
Quantidade de Torrões (%)	Mistura do Areado	Brix	Não medido
		Cor	Não medido
		Cinzas	Não medido
	Cristalização	Inseminação	SOP ¹
		Quantidade da inseminação	SOP
		Tempo	SOP
		Temperatura final	Termómetro (1/cozedura)
	Secagem da Massa Cozida	Tempo	SOP
		Vácuo	Manómetro (1/Secagem)
		Temperatura final	Não medido
	AAA	Temperatura	Não medido
		Humidade	NIR ² (1/cozedura)
		Cor	NIR (1/cozedura)
	Sistema de Transporte	Tempo de lavagem do CIP ³	Parâmetro do sistema de controlo
		Tempo de secagem do CIP	Parâmetro do sistema de controlo
		Temperatura	Não medido

Adicionalmente, através destas três ferramentas, foram definidos mais dois objetivos, de modo a melhorar o processo de produção do AAA e não só a quantidade de torrões presente.

A produção do AAA, como mencionado no Capítulo 2.4, é um processo pouco automatizado, e por consequência um processo pouco controlado, isto é, com muito desvios. Por isso, um dos objetivos deste projeto é estandardizar a produção do AAA, para que todos os operadores intervenientes operem o mais semelhantermente possível.

O terceiro objetivo é a diminuição dos arrastamentos de AAA do Areador para o esgoto, isto é, a diminuição da quantidade de AAA, que devido ao forte e repentino aumento do vácuo no Areador, faz com que o açúcar seja enviado diretamente para a coluna barométrica, passando pelo separador de partículas sem que seja feita a separação. Ao passar para a coluna barométrica, o açúcar entra na água de vazio e vai para a torre de arrefecimento, sendo posteriormente enviada para o esgoto, ou seja, há perdas físicas de AAA.

¹ SOP: *Standard Operating Procedures*.

² NIR: *Near-Infrared Spectroscopy*

³ CIP: *Clean-In-Place*

4.2. Medir (*Measure*)

A primeira fase desta etapa, é definir um Plano de Recolha de Dados detalhado, para assegurar que são medidas todas variáveis que possam influenciar a quantidade de torrões. Na Tabela 4.3 estão apresentadas todas as medições feitas, como foram feitas e com que frequência.

Tabela 4.3: Plano de Recolha de Dados.

O que medir?			Como medir?	Plano de recolha	
Medição	Tipo (Cont./Att.) ⁴	Definição Operacional	Método de Medição	Quantas?	Quando?
Brix da mistura	Contínuo	Brix da mistura do Areado do tanque.	Amostra da mistura medida num refratómetro.	1	Cada cozedura de AAA
Cor da mistura	Contínuo	Cor da mistura do Areado do tanque.	Amostra da mistura analisada segundo o método da ICUMSA.	1	Cada cozedura de AAA
Cinzas da mistura	Contínuo	Conteúdo em cinzas da mistura do Areado.	Amostra da mistura analisada de acordo com o método da T&LS.	1	Cada cozedura de AAA
Temperatura da Massa Cozida	Contínuo	Temperatura final da cozedura do AAA no aparelho de cozer a vácuo.	Medição da temperatura de uma amostra com um termómetro.	1	Cada cozedura de AAA
Vácuo no Areador	Contínuo	Vácuo atingindo no Areador.	Pressão registada no manómetro no final da secagem.	1	Cada cozedura de AAA
Tempo de secagem	Contínuo	Tempo de secagem do AAA.	Tempo de secagem medido com um cronómetro.	1	Cada cozedura de AAA
Temperatura do AAA (Areador)	Contínuo	Temperatura do AAA depois da secagem.	Medição da temperatura de uma amostra com um termómetro.	1	Cada cozedura de AAA
Temperatura do AAA (Peneiro)	Contínuo	Temperatura do AAA ao passar pelo Peneiro.	Medição da temperatura de uma amostra com um termómetro.	1	Cada cozedura de AAA

⁴ Cont.: Dados Contínuos; Att.: Dados de atributo

Tabela 4.3: Plano de Recolha de Dados (Continuação).

Medição	Tipo (Cont./Att.)	Definição Operacional	Método de Medição	Quantas?	Quando?
Quantidade de torrões (Peneiro)	Contínuo	Quantidade de torrões numa amostra de aproximadamente 1Kg, tirada do Peneiro.	Peneirar a amostra de aprox. 1 Kg num peneiro de 2mm e pesar os torrões.	1	Cada cozedura de AAA
Cor do AAA	Contínuo	Cor do AAA em solução.	Amostra do açúcar analisado de acordo com o método da TLS.	1	Cada cozedura de AAA
Humidade do AAA	Contínuo	Conteúdo em água do AAA.	Amostra do açúcar analisado numa balança de humidades.	1	Cada cozedura de AAA
Temperatura do AAA (Silo)	Contínuo	Temperatura do AAA no Silo.	Medição da temperatura de uma amostra com um termómetro.	1	Cada cozedura de AAA
Quantidade de torrões (Silo)	Contínuo	Quantidade de torrões numa amostra de aproximadamente 1 Kg do Silo.	Peneirar a amostra de aprox. 1 Kg num peneiro de 2mm e pesar os torrões.	1	Cada cozedura de AAA
Quantidade de torrões (Ishida)	Contínuo	Temperatura do AAA na Ishida.	Medição da temperatura de uma amostra com um termómetro.	1	Cada cozedura de AAA
Quantidade de torrões (Pacote)	Contínuo	Quantidade de torrões num pacote de 1 Kg.	Peneirar a amostra de aprox. 1 Kg num peneiro de 2mm e pesar os torrões.	1	Hora a Hora

Durante o mês de março e abril, foi feita a recolha dos dados, segundo a Tabela 4.3, de modo a obter resultados suficientes para possibilitar a análise estatística na fase Analisar.

A média da quantidade de torrões por pacote de referência, no início do projeto, era desconhecida pois esta métrica nunca tinha sido medida pela empresa. Por isso, foram peneirados pacotes de AAA de 1 Kg, de hora a hora, em simultâneo com a recolha de dados, de acordo com a Tabela 4.3, de maneira a definir o estado de referência da quantidade de torrões por pacote.

4.3. Analisar (Analyze)

De maneira a completar a fase de Definir, a primeira análise feita na fase Analisar foi verificar a quantidade média de torrões por pacote, durante o mês de março e abril, de modo a obter o valor de referência. Na Figura 4.3 verifica-se que a média de torrões é cerca de 16,8%, sendo o mínimo 3.1% e o máximo 53.9%, correspondendo a AAA com elevada humidade.

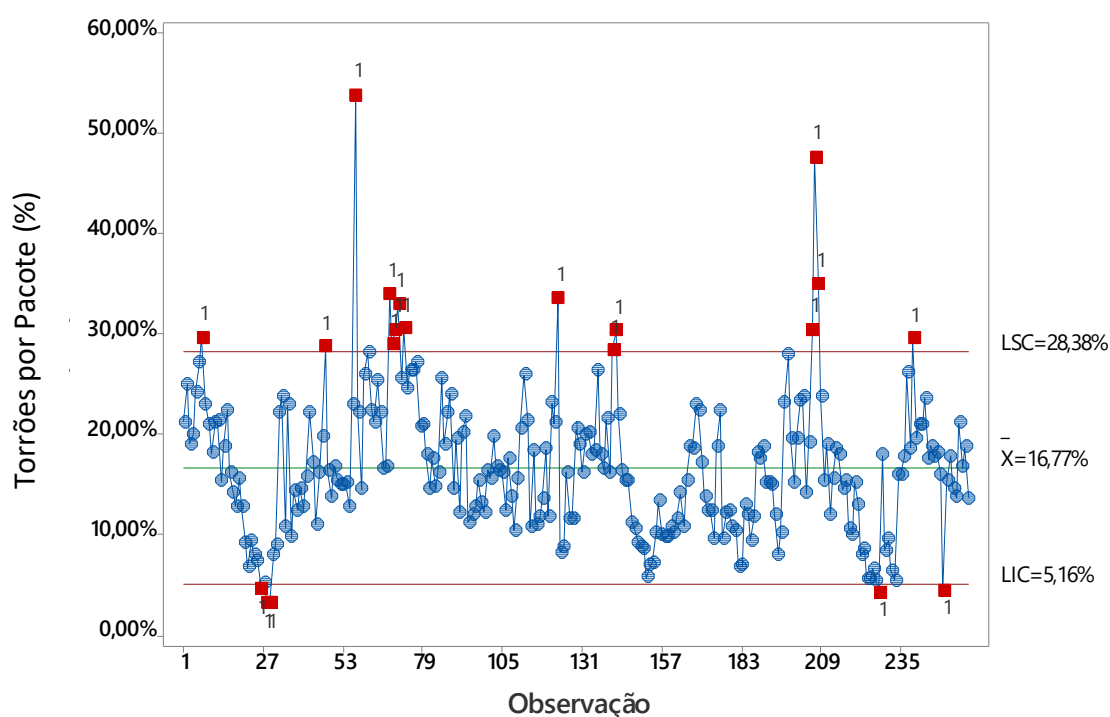


Figura 4.3: Carta de controle para a quantidade de torrões de AAA por pacote de hora a hora.

4.3.1. Causa-Raiz

A fase Analisar iniciou-se, oficialmente, com procura da causa-raiz da formação dos torrões, através da realização de várias regressões múltiplas.

Segundo a Tabela 4.3, foram medidas 14 variáveis independentes para relacionar com a quantidade de torrões por pacote. Porém, no programa Minitab no máximo é possível relacionar 5 variáveis independentes (X) com a variável dependente (Y), pois em regressões múltiplas com mais de 5 variáveis independentes há a tendência para problemas como a multicolinearidade, isto é, as variáveis independentes estarem altamente correlacionadas umas com as outras ^[49].

Por isso, foram feitas várias regressões múltiplas relacionando as várias variáveis com a quantidade de torrões por pacote, de modo a obter o maior R^2 .

A regressão com o maior R^2 obtida foi a que relaciona a quantidade de torrões por pacote com a humidade, a temperatura do AAA na tremonha, a temperatura do AAA no peneiro, a temperatura do AAA no silo e temperatura do AAA na ishida.

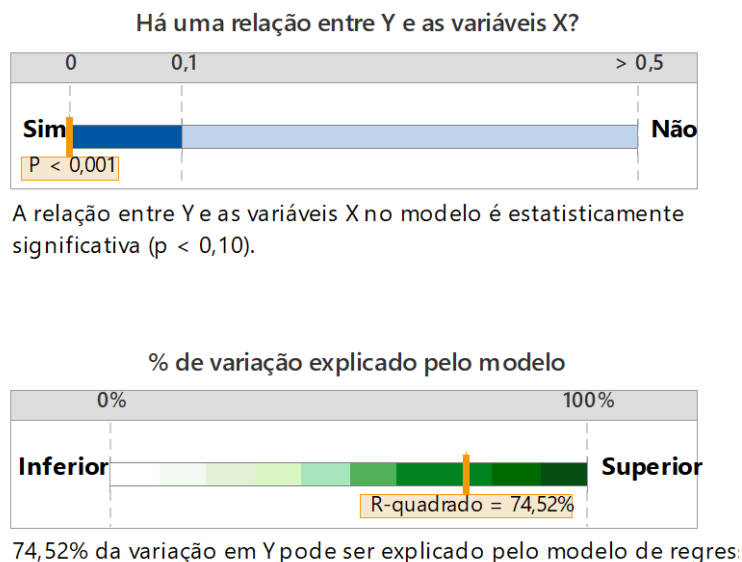


Figura 4.4: Relatório resumo da regressão múltipla.

Segundo a Figura 4.4, é possível afirmar com 90% de confiança que existe uma relação entre estas 5 variáveis e a quantidade de torrões por pacote. E, 74,5% da variação da percentagem de torrões por pacote é explicada por este modelo de regressão. Assim, a combinação destas 5 variáveis é a causa-raiz da formação dos torrões de AAA.

Para a determinação deste modelo foram utilizados 31 dados para cada variável, como demonstrado na Figura 4.5. Estes dados não foram analisados quanto à sua normalidade, pois sempre que o tamanho da amostra é grande o suficiente, ou seja, superior a 30, a infração da assunção da normalidade não constitui um problema para a análise dos dados ^[50].

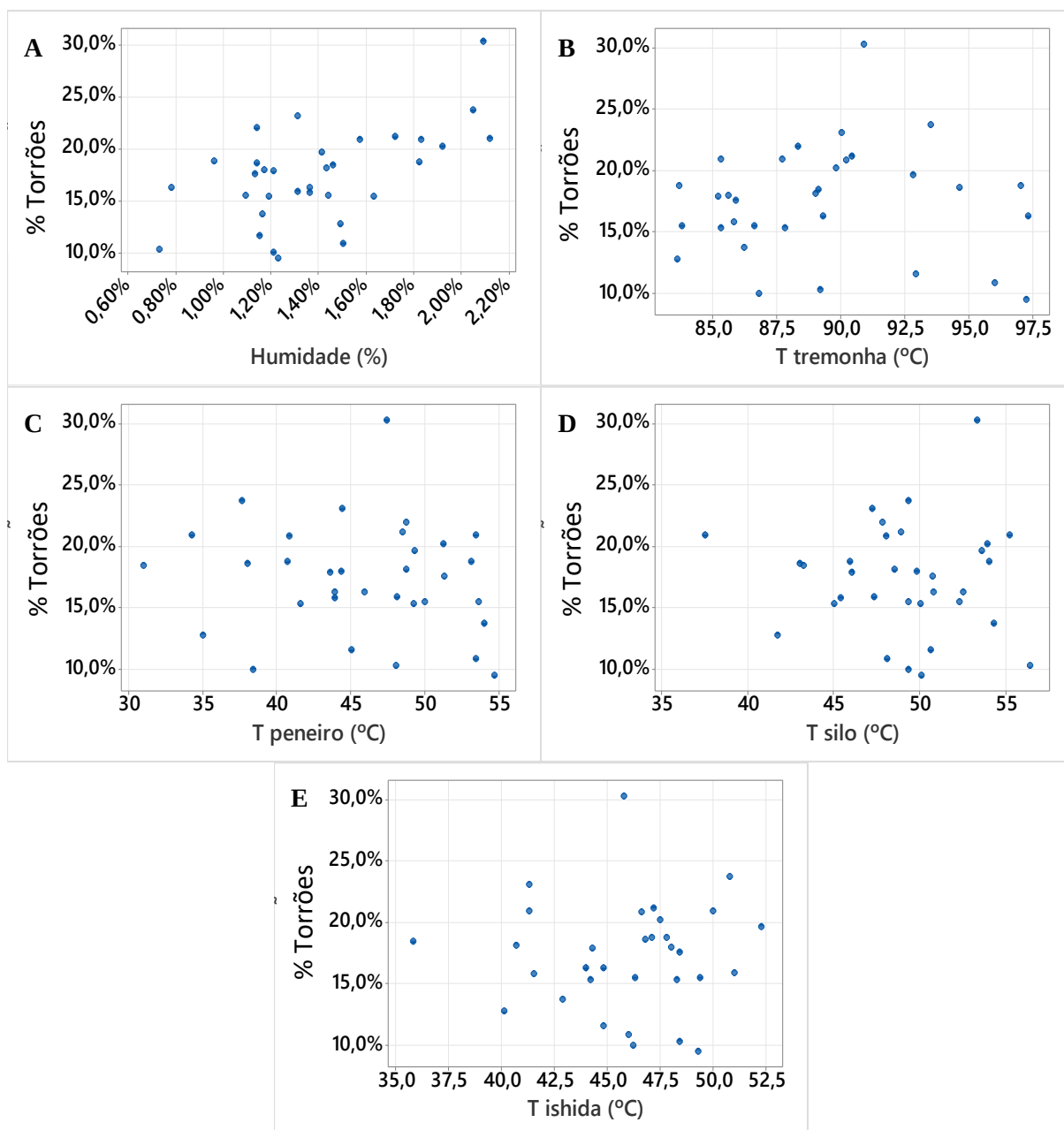


Figura 4.5: Quantidade de torrões em função da Humidade e Temperaturas ao longo do sistema de transporte. A: Torrões em função da humidade. B: Torrões em função da temperatura na tremonha. C: Torrões em função da temperatura no peneiro. D: Torrões em função da temperatura no silo. E: Torrões em função da temperatura na ishida.

Tal como explicado no Capítulo 2.5, a elevada humidade promove fenómeno de *caking*, ou seja, o fenómeno por detrás da formação dos torrões de açúcar ^{[33][34][35]}. E, a temperatura é uma variável que favorece este fenómeno, pois quanto maior a temperatura do açúcar, maior será a temperatura do ambiente onde este está localizado e, por isso, haverá a condensação das partículas de água presentes no ambiente quente em contacto com superfícies mais frias ^{[33][34][35]}. Adicionalmente, a elevada

temperatura promove a caramelização da superfície dos cristais, encapsulando a humidade interior e formando uma superfície pegajosa.

Na Figura 4.6 estão representados os gráficos de efeitos principais para a percentagem de torrões por pacotes, isto é, os gráficos que representam como a percentagem de torrões por pacote se comporta com a variação das variáveis independentes.

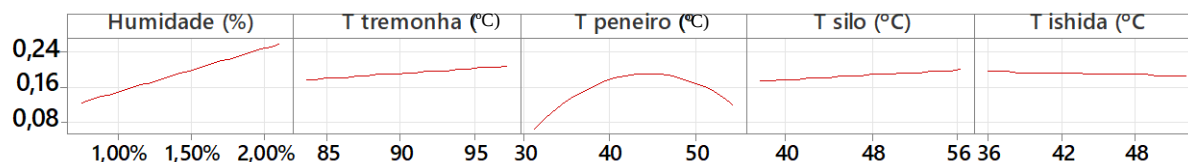


Figura 4.6: Gráfico dos efeitos principais para a quantidade de torrões por pacote se se alterar as variáveis X.

Como esperado, quanto menor for a humidade do AAA e, em geral, quanto menor for a temperatura, menor será a quantidade de torrões por pacote.

É de notar que o gráfico da quantidade de torrões por pacote em função da temperatura do AAA no peneiro não apresenta uma relação linear, assemelhando-se a uma parábola com concavidade para baixo, porém verifica-se que quanto menor a temperatura menor será a percentagem de torrões. É possível que a forma deste gráfico seja devido à ação do extrator de ar na sala de peneiro.

O peneiro de 8 mm, situa-se numa sala imediatamente acima do silo, de modo que o AAA ao ser peneirado passe para o silo, por gravidade. O silo não apresenta um extrator de ar, por isso todo o ar quente, sairá por cima, ou seja, pela única abertura deste recipiente. O ar quente irá ascender para a sala do peneiro, tornando este local extremamente quente.

De modo a regular a temperatura desta sala, o extrator de ar deveria estar sempre ligado, porém esta situação não acontecia, levando a que o ambiente nesta zona fosse extremamente quente, podendo afetar a medição da temperatura do AAA nesta fase.

O gráfico da quantidade de torrões por pacote em função da temperatura do AAA na ishida é uma reta com declive negativo, não estando acordo com a teoria da literatura ^{[33][34][35]}. No entanto, o declive apesar de ser negativo, aproxima-se de 0, indicando que ao variar a temperatura não haverá uma grande alteração na quantidade de torrões.

Na Figura 4.7, observa-se que a temperatura na ishida é a segunda variável com menos impacto na quantidade de torrões por pacote, sendo a variável com mais impacto a humidade do AAA e com menos impacto a temperatura do AAA no silo.

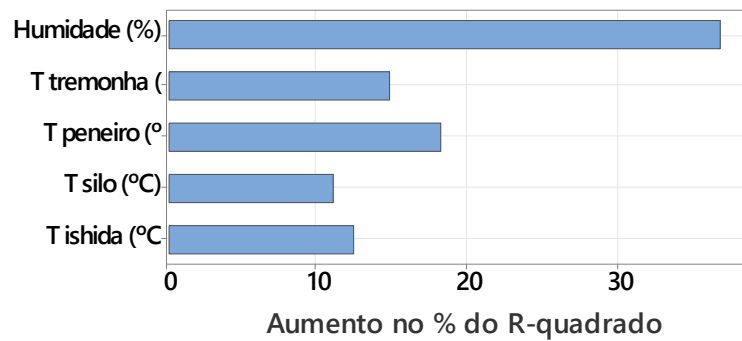


Figura 4.7: Impacto incremental das variáveis X na quantidade de torrões.

Por fim, a equação seguinte representa o modelo resultante desta regressão múltipla:

$$\begin{aligned} \% \text{ Torrões} = & -2.81 + 9.76 X_1 + 0.04 X_2 + 0.09 X_3 - 0.02 X_4 - 0.03 X_5 - 0.0007 X_3^2 \\ & - 0.0008 X_2 X_3 + 0.0004 X_3 X_4 + 0.0005 X_3 X_5 \end{aligned} \quad (4.1)$$

Sendo,

X_1 : Humidade (%);

X_2 : Temperatura do AAA na tremonha (°C);

X_3 : Temperatura do AAA no peneiro (°C);

X_4 : Temperatura do AAA no silo (°C);

X_5 : Temperatura do AAA na ishida (°C).

Para uma melhor análise do comportamento da humidade e da temperatura durante o sistema de transporte, realizou-se os gráficos com os perfis médios de temperatura e humidade durante o mesmo. Na Figura 4.8, está representado o perfil de humidade durante o sistema de transporte.

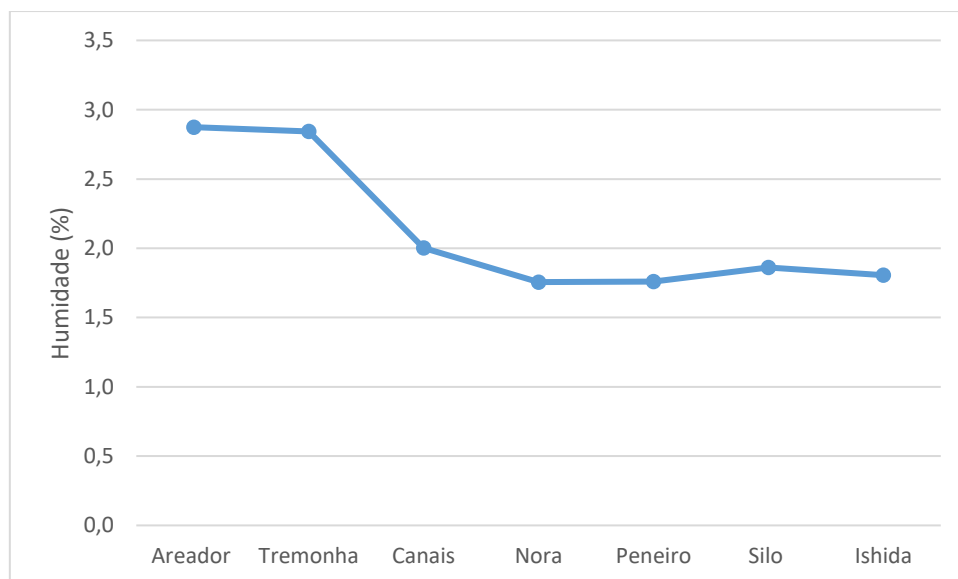


Figura 4.8: Perfil de humidade média do AAA ao longo do sistema de transporte

Observa-se que, em média, há uma diminuição de cerca de 37% da humidade do AAA desde a saída do Areador até à ishida, sendo o máximo de humidade cerca de 2.9% e o mínimo 1.8%. Porém, há um ligeiro aumento da humidade do açúcar do peneiro para o silo, podendo ser resultado da elevada temperatura do ar dentro do silo, em contacto com as paredes do mesmo, havendo assim condensação.

Na Figura 4.9, é apresentada o perfil de temperatura do AAA durante o processo, verifica-se que há uma diminuição de cerca 46% da temperatura média. A temperatura média máxima é 85°C, sendo a temperatura do AAA à saída do Areador e, a temperatura mínima cerca de 46°C, na ishida.

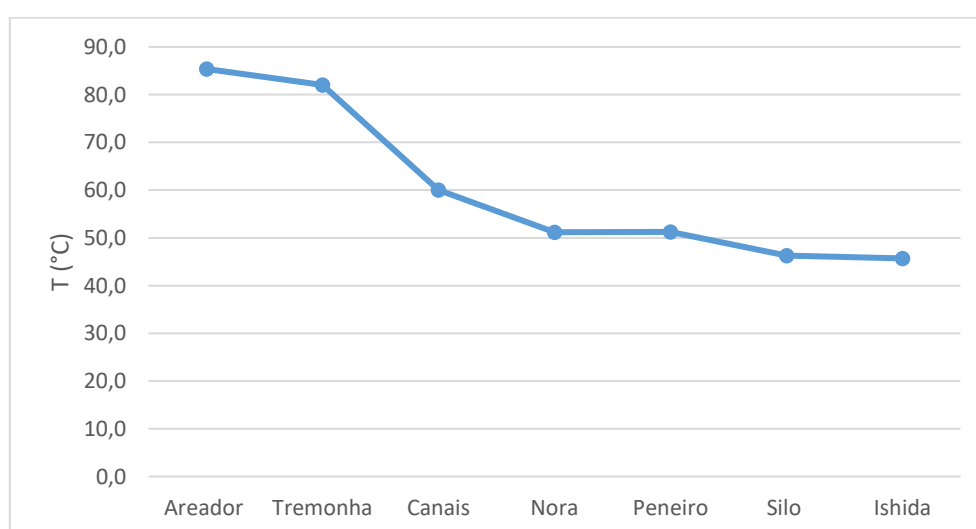


Figura 4.9: Perfil de temperatura média ao longo do sistema de transporte.

4.3.2. Origem dos Torrões de AAA

De acordo com o Plano de Recolha de Dados (Tabela 4.3), foi medida a quantidade de torrões em várias fases do processo. Estas medições foram feitas com o propósito de averiguar o local onde se iniciava a formação dos torrões de AAA.

Porém, devido à elevada temperatura e humidade do açúcar à saída do Areador, havia dificuldades em peneirar o açúcar, havendo influência humana nos dados para determinar a quantidade de torrões neste local. Ocorriam as duas seguintes situações:

1. Quando a amostra era peneirada logo após ser recolhida, o peneiro de 2 mm ficava completamente colmatado devido à elevada humidade do AAA, sendo necessário aplicar força para que o açúcar fosse peneirado. A aplicação da força com as mãos fazia com os torrões fossem destruídos.
2. Quando a amostra era peneirada após arrefecer, esta tornava-se um único torrão, pois a amostra era colocada num saco de plástico e, devido à elevada temperatura e humidade num espaço fechado, o AAA ficava um único conglomerado com elevada dureza, sendo necessário utilizar força humana para quebrá-lo.

No Silo, os torrões ficam todos concentrados na porta de amostragem, onde era retirada a amostra para posterior peneiração, como apresentado na Figura 4.10. Portanto, neste ponto havia sempre muitos mais torrões do que nos outros locais de amostragem, indicando que os torrões eram formados no Silo. No entanto, tal não pode ser afirmado, pois a amostra não era retirada de forma aleatória, devido à disposição do silo.



Figura 4.10: Porta de amostragem do Silo, com elevada concentração de torrões.

Em alternativa, a análise da origem dos torrões, fez-se visualmente (Figura 4.11), utilizando uma área delimitada, para assegurar, grosseiramente, a mesma quantidade de AAA em vários locais do processo.

Na amostra à saída do Areador (Figura 4.11 (a)), observam-se apenas os torrões rodeados a vermelho. Estes são normalmente mais escuros do que o açúcar e não é possível destruí-los aplicando força com as mãos.

Estes torrões, podem ser o resultado da massa cozida que ao alimentar o Areador se deposita na válvula de fundo, válvula por onde o AAA sai após seco, ou em locais do Areador onde a agitação não é eficaz. Esta massa não é seca devidamente, formando um grande conglomerado de AAA escuro. Ao descarregar o Areador após finalizada a secagem, o AAA que não secou adequadamente fragmenta-se formando os torrões apresentados na Figura 4.11 (a), podendo até ser fragmentos de secagens anteriores.

Na amostra retirada dos canais, apresentada na Figura 4.11 (b), verifica-se a formação de outro tipo de torrões, resultado da agregação do AAA devido à elevada humidade do mesmo e da temperatura, levando à condensação das moléculas de água presentes no ambiente, isto é, verifica-se o início do fenómeno de *caking*. Os canais apresentam um sistema vibratório, que promove que a morfologia destes aglomerados seja arredondada. Nesta fase, os torrões ainda são friáveis, sendo possível destruí-los com facilidade.

Na Nora (Figura 4.11 (c)), observa-se que existem mais torrões de AAA, resultando do *caking* nos canais, porém, devido à ação do destorroador, observam-se mais torrões com tamanho reduzido. Estes

torrões continuam friáveis, mas é necessário aplicar mais força para quebrá-los nesta fase do que nos canais.

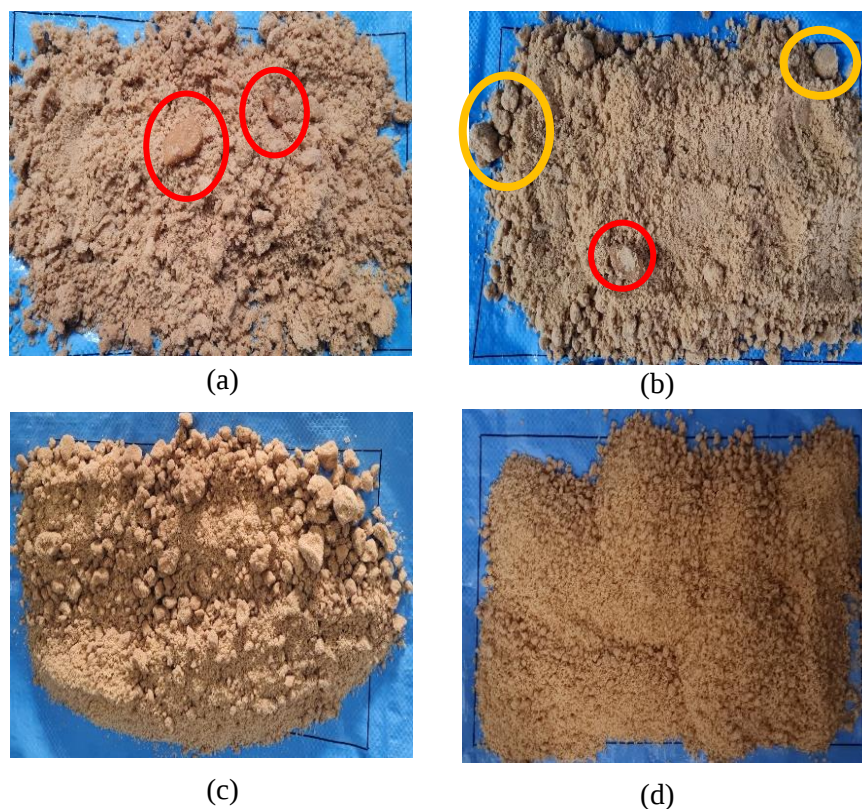


Figura 4.11: Análise Visual da quantidade de torrões aos longo do processo: (a) AAA à saída do Areador; (b) AAA nos Canais; (c) AAA na Nora; (d) AAA no Peneiro. Elipses vermelhas – Torrões do Tipo 1; Elipses amarelas – Torrões do Tipo 2.

Por fim, na amostra retirada após o AAA passar pelo Peneiro, na Figura 4.11 (d), verifica-se que existe uma grande quantidade de torrões com tamanho reduzido, inferior a 8 mm, devido à passagem pelo peneiro presente no processo. Estes torrões são da mesma cor do que o próprio AAA ou ligeiramente mais escuros e, apresentam mais dureza do que os torrões na fase anterior.

Em suma, a principal conclusão desta análise visual é que existem dois tipos de torrões de AAA, de acordo com a sua origem, podendo ser visualizados numa amostra de torrões de um pacote (Figura 4.12):

1. Os torrões formados devido a ineficiência da agitação no Areador, causando a deposição da massa de açúcar formando conglomerados escuros e difíceis de destruir.
2. Os torrões formados durante o sistema de transporte, segundo o fenómeno de *caking*. A maioria dos torrões são deste tipo e, normalmente apresentam a mesma coloração do açúcar, podendo ser ligeiramente mais escuros e aplicando força suficiente são friáveis.

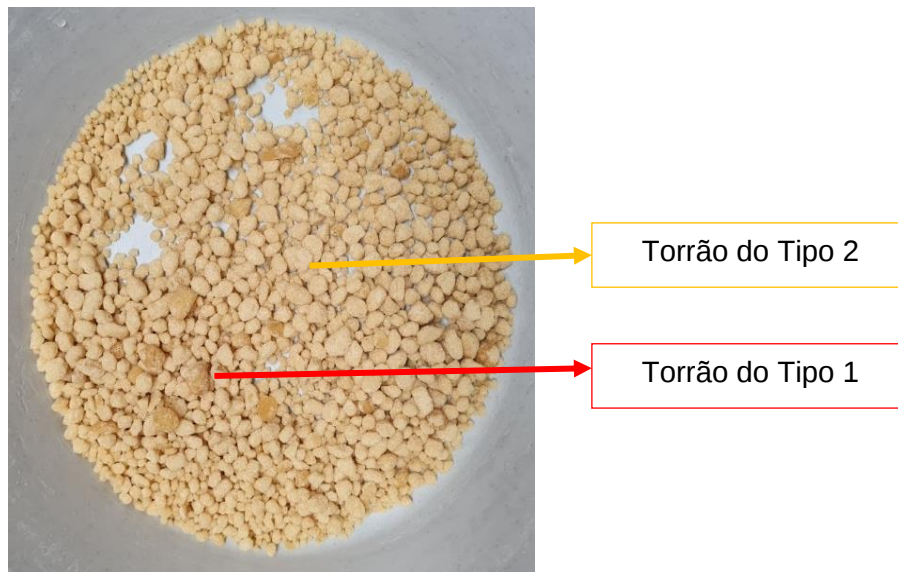


Figura 4.12: Amostra de torrões com diâmetros superior a 2mm de um pacote de 1Kg.

4.3.3. Influência Humana

A última análise feita nesta fase do DMAIC, foi o estudo da influência dos operadores do Areado, operadores responsáveis por fazer a secagem do AAA, na quantidade de torrões formada, pois o processo de secagem é extramente manual e dependente do julgamento dos operadores. Na Figura 4.13, estão representadas as diferenças nas médias dos torrões segundo o operador que a secou.

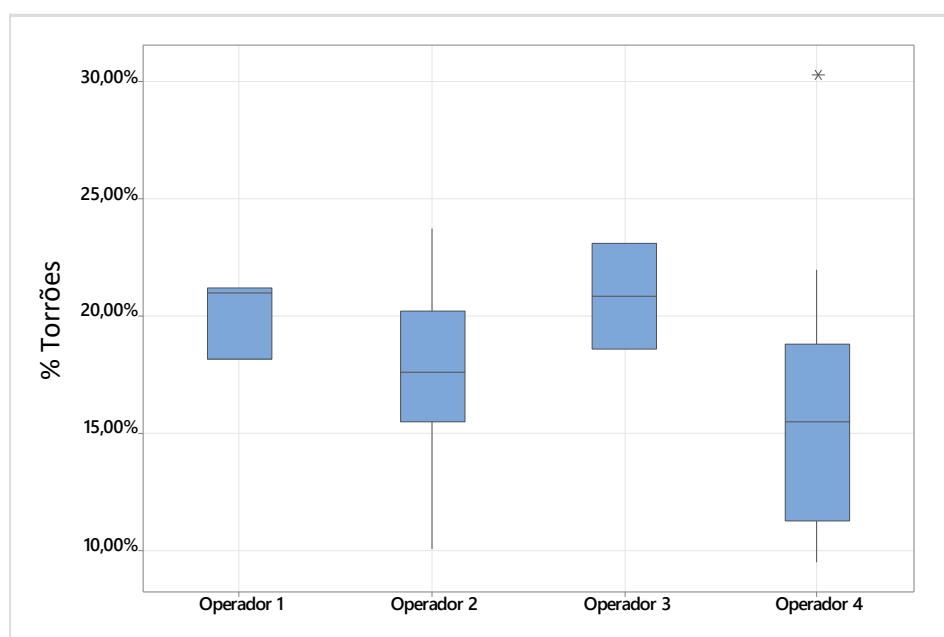


Figura 4.13: Diagrama de Caixas da quantidade de torrões por Operador do Areado.

De modo a verificar a influência dos operadores do Areado, realizou-se um teste *One-way* ANOVA, para verificar se existe diferenças significativas entre as médias da quantidade de torrões por pacote, por cozedura, de acordo com o operador que seca o AAA.

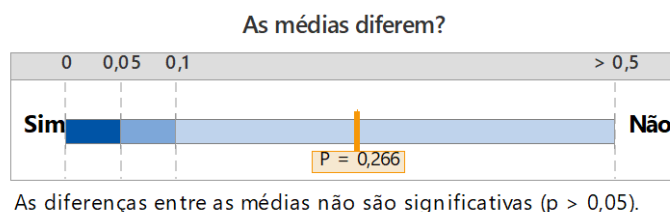


Figura 4.14: Análise One-Way ANOVA à quantidade de torrões por operador do Areado.

Segundo a Figura 4.14, o *p-value* é superior a 0,05, por isso, não é possível afirmar com 95% de confiança que existem diferenças significativas entre as quantidades médias de torrões por operador do Areado. Por este motivo, desconsiderou-se a influência dos operadores na formação dos torrões de AAA.

4.4. Melhorar (*Improve*)

De acordo com a fase Analisar, a causa-raiz da formação dos torrões de AAA são a combinação da elevada temperatura e humidade durante sistema de transporte do processo, sendo a humidade a variável com a maior influência. E, por isso, era de esperar que o conjunto de melhorias a efetuar tivessem como principal objetivo diminuir a humidade do AAA.

No entanto, o AAA com humidade inferior a 1,5%, torna-se demasiado fluído e, por consequência, a ishida não consegue dosear devidamente o açúcar para os pacotes, diminuindo o OEE. O OEE, sendo uma métrica de equilíbrio deste projeto, não pode ser afetada negativamente. Por este motivo, as melhorias a implementar no processo foram focadas na diminuição da temperatura no sistema de transporte.

A primeira melhoria considerada, foi a diminuição da temperatura final da cozedura, com o objetivo de diminuir a temperatura do AAA, no resto do processo. Como mencionado no Capítulo 2.4, a temperatura final da massa cozida era de 120 °C e, após atingidas as condições finais de cozedura, a massa é enviada para o Areador, onde é seca apenas com a diminuição da pressão, sem introdução de calor, isto é, apenas usando o calor da própria massa.

Portanto, diminuindo a temperatura final da cozedura reduz, por consequência, a temperatura a que o AAA, depois de seco, é introduzido no sistema de transporte. E, como apresentado na Figura 4.9, do

Areador à Ishida há uma tendência decrescente de temperatura, por isso, haverá efetivamente a diminuição da temperatura ao longo do sistema de transporte.

Analisou-se a Figura 2.12, com o objetivo de verificar até que temperatura é possível secar a massa cozida, de modo a obter AAA com 1,5% de humidade. Observa-se que se a massa cozida apresentar temperaturas entre 106-110°C é possível obter AAA com 1,5% de humidade.

Definiu-se que a temperatura final de cozedura seria 110 °C, de modo a diminuir a temperatura de forma mais conservativa, sendo então implementada esta mudança em todas as cozeduras. Com a diminuição da temperatura da massa cozida há menos energia disponível para a secagem no Areador e, por isso, implementou-se também que a potência do agitador no aparelho de cozer a vácuo teria de atingir no mínimo 3 Kw.

Ou seja, foi necessário aumentar a densidade da suspensão, aumentando a concentração da mesma em sacarose e, diminuindo a água disponível, de maneira que seja necessário menos energia no meio para evaporar uma menor quantidade de água.

Adicionalmente, com a diminuição da temperatura de entrada da suspensão de AAA para o Areador, também será possível diminuir a quantidade de arrastamentos para o esgoto, pois para um sistema fechado, quanto maior for a temperatura de um gás, maior será o seu volume. Por isso, ao diminuir a temperatura para 110 °C, menor será a diferença entre o volume do vapor e da água, ou seja, menor será o vácuo gerado pela condensação do vapor, fazendo com que não haja uma elevação repentina da massa no Areador, podendo ser controlada pelo operador.

No aparelho de cozer a vácuo existem dois termómetros, um digital e um analógico e, verificou-se que havia um desfasamento entre os dois termómetros (Figura 4.15).

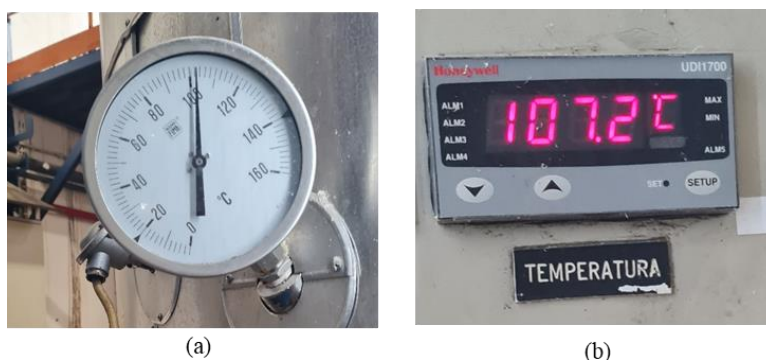


Figura 4.15: Comparação entre as leituras dos 2 termómetros presentes no Aparelho de cozer a vácuo: (a) Termómetro analógico a marcar 102°C. (b) Termómetro digital a marcar 107°C.

Antes deste estudo, não havia uma standardização em relação à leitura da temperatura nos termómetros e, por isso, operadores diferentes liam a temperatura em termómetros diferentes, causando um desvio no processo. Esta situação afetava principalmente a temperatura final da cozedura, causando problemas na secagem do AAA.

O termómetro digital apresentava maiores oscilações, por isso, com a ajuda da manutenção, este foi substituído, sendo uma melhoria implementada, para diminuir a influência humana no processo.

Os canais vibratórios do sistema de transporte apresentam um sistema de insuflação de ar (Figura 4.16), onde é introduzido ar com o propósito de arrefecer os canais, arrefecendo deste modo o AAA.

O sistema de insuflação não era usado pela empresa, porém, analisou-se que em teoria ao ligar este sistema sempre que havia AAA nos canais vibratórios, haveria uma diminuição da temperatura tanto do açúcar como do ar dentro dos canais, fazendo com que houvesse menos hipóteses de haver a condensação das moléculas de água presentes no meio. E, adicionalmente, o caudal de ar de arrefecimento arrasta o ar saturado presente dentro dos canais para o exterior, ou seja, este sistema de insuflação não só irá diminuir a temperatura do AAA, como também irá diminuir a humidade presente nos canais.

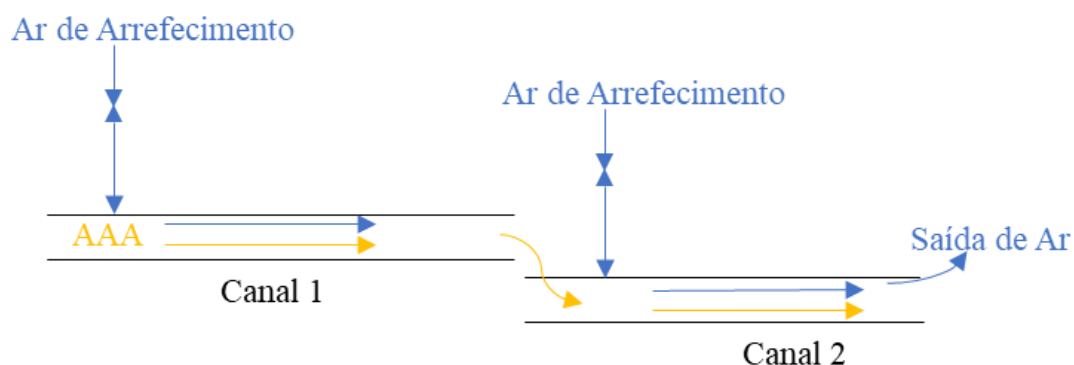


Figura 4.16: Ilustração do sistema de insuflação de ar de arrefecimento nos canais.

O ar de arrefecimento é introduzido no sistema através de um extrator diretamente da área de embalagem, onde a temperatura é próxima à temperatura exterior, com um caudal de cerca de $10 \text{ m}^3/\text{h}$. Este, passa por uma UTA (Unidade de Tratamento do Ar), que consiste num conjunto de três filtros: um pré-filtro, um filtro e um filtro absoluto, antes de entrar em contacto com o AAA.

Os filtros têm como objetivo reter qualquer tipo de contaminações, de modo a purificar o ar que entra para o sistema, ficando colmatados após um certo período, diminuindo desta forma o caudal de ar para os canais. A mudança destes filtros foi feita na última semana deste projeto, sendo considerado também uma melhoria implementada, devido à diminuição da temperatura que se verificará na fase Controlar.

A Tabela 4.4 resume as mudanças efetuadas no processo, com o objetivo de diminuir a quantidade de torrões de AAA e, como serão validadas na fase seguinte. Depois de realizado este plano, foram novamente recolhidos os dados de acordo com a Tabela 4.3.

Tabela 4.4: Plano de melhorias para a Mitigação da Formação dos Torrões do AAA.

Fator	Melhoria	Validação
Temperatura final da massa cozida	Diminuir a temperatura final da massa cozida para 110°C.	Carta de Controlo comparando os dados de referência e os dados depois de melhorias.
	Estandardizar a temperatura, mudando o termómetro digital do aparelho de cozer a vácuo.	Comparação das temperaturas entre os dois termómetros.
Potência do agitador final da cozedura do AAA	Aumentar a potência do agitador final para no mínimo 3 Kw.	Carta de Controlo comparando os dados de referência e os dados depois de melhorias.
Temperatura e humidade no sistema de transporte	Ligar o sistema de insuflação de ar para os canais vibratórios.	Carta de Controlo comparando os dados de referência e os dados depois de melhorias.
Caudal de ar de insuflação	Mudança dos filtros do sistema de insuflação, maximizando o caudal de ar para os canais.	Carta de Controlo comparando os dados de referência e os dados depois de melhorias.

4.5. Controlar (*Control*)

Nesta última etapa do DMAIC, serão analisados os dados recolhidos, depois de aplicadas as melhorias da Tabela 4.5, com o principal objetivo de verificar se houve de facto a diminuição da quantidade de torrões por pacote.

4.5.1. Objetivos

A primeira análise feita, foi uma carta de controlo comparando a quantidade de torrões por pacote, de hora a hora, antes e depois da implementação das melhorias, apresentada na Figura 4.17.

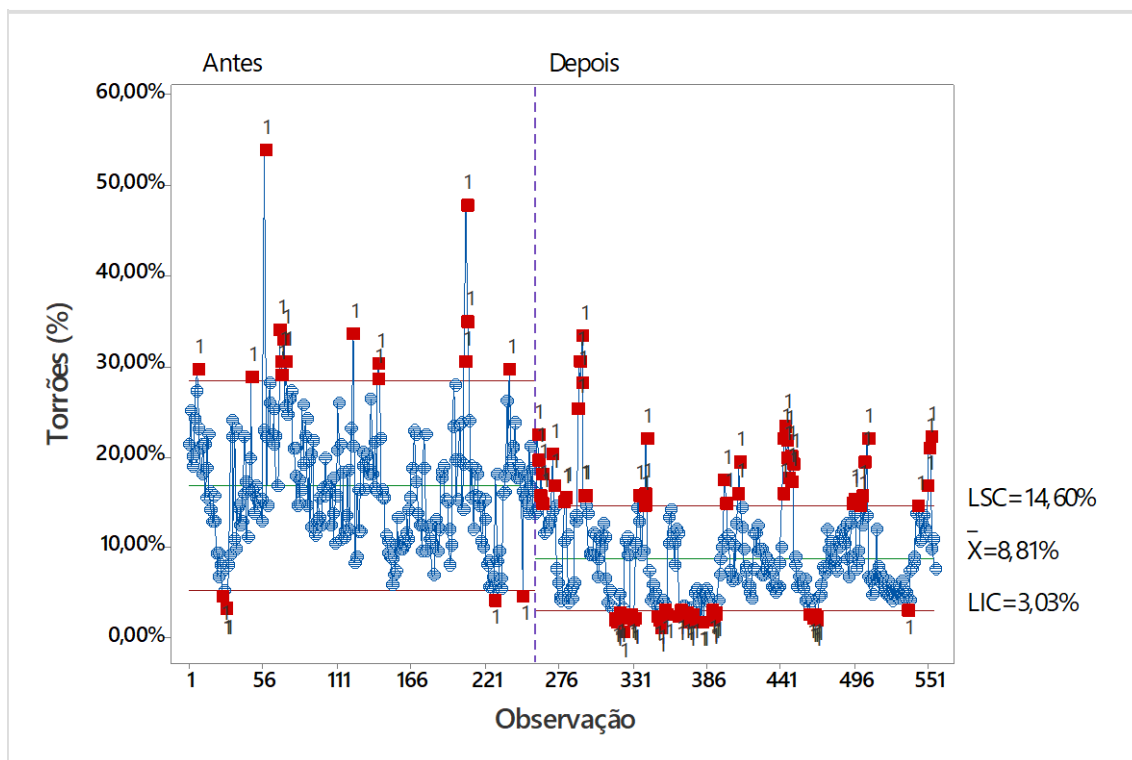


Figura 4.17: Carta de Controle da quantidade de torrões por pacote antes e depois das melhorias.

Observa-se que a média da percentagem de torrões por pacote de 1Kg, reduziu de 16,8% para 8,8%, ou seja, houve a diminuição de cerca 48% da média.

Adicionalmente, analisa-se que há uma diminuição da amplitude entre o limite superior e inferior de controlo depois da fase de Melhorar, indicando que estes dados estão mais controlados. No entanto, não é possível afirmar que se encontram estatisticamente controlados.

De modo a averiguar se a diferença entre a quantidade de torrões antes e depois das melhorias é significativa, realizou-se um Teste-t para 2 amostras (Figura 4.18), com 99% de confiança, tendo como hipótese nula se a média da quantidade de torrões de referência é maior que a quantidade de torrões depois das melhorias.

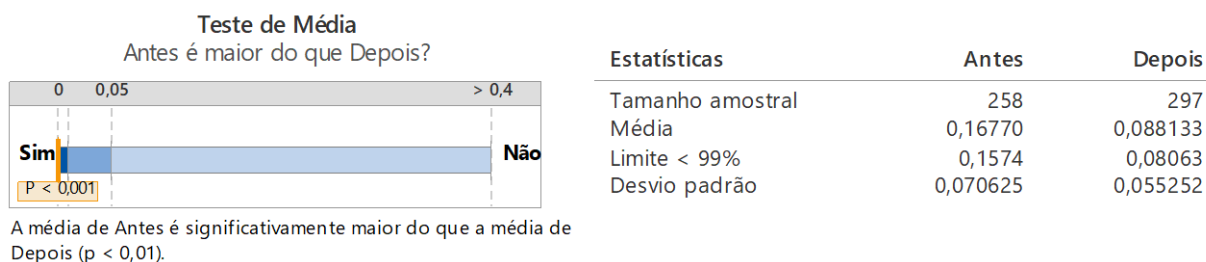


Figura 4.18: Teste t de 2 amostras para a média da quantidade de torrões por pacote antes e depois das melhorias.

Verifica-se que o p -value é inferior a 0,01, ou seja, é possível afirmar com 99% de confiança que a quantidade de torrões depois das melhorias é significativamente inferior à quantidade de torrões de referência, havendo uma diminuição de 8 pontos percentuais.

Analisou-se também a quantidade dos arrastamentos de AAA para os esgotos por semana (Figura 4.19), antes e depois das melhorias, de modo a verificar se foi possível atingir o terceiro objetivo deste projeto.

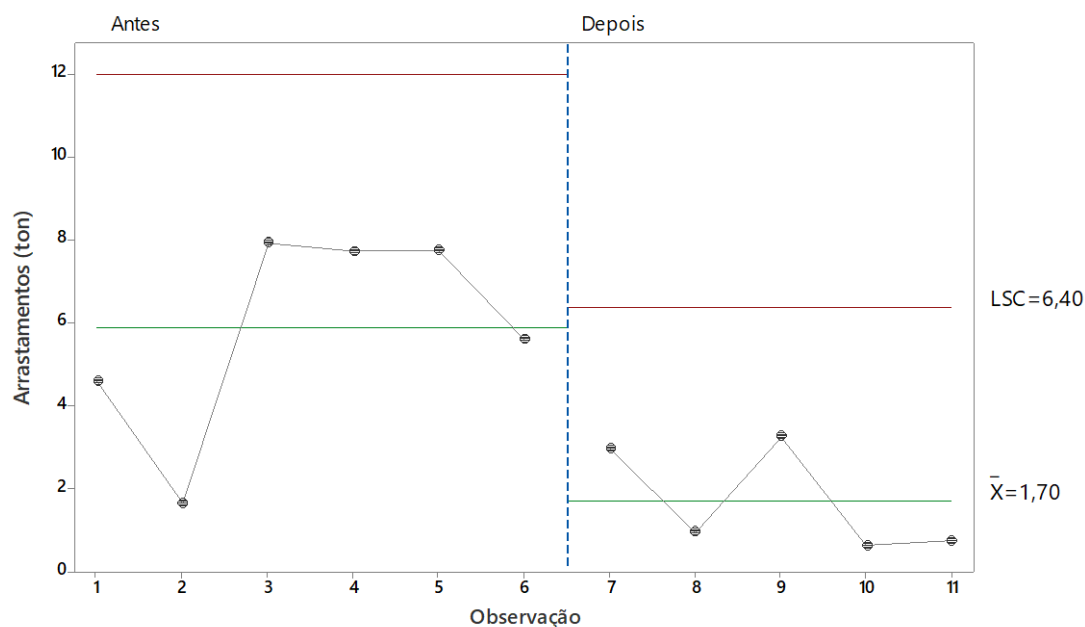


Figura 4.19: Quantidade de arrastamentos de AAA, antes e depois das melhorias.

Verifica-se que há uma diminuição da quantidade de AAA arrastados para o sistema de vácuo do Areador, havendo também uma redução da variabilidade deste parâmetro, sendo deste modo, mais controlado. Executou-se um Teste-t de 2 amostras (Figura 4.20), de maneira a verificar se houve uma diferença significativa entre a quantidade de arrastamentos antes e depois das melhorias.

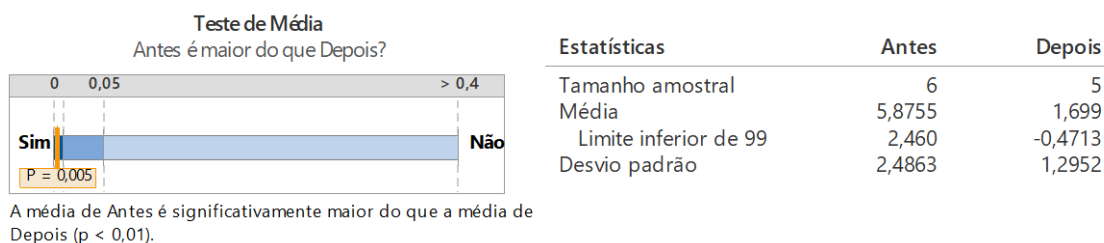


Figura 4.20: Teste t de 2 amostras para a quantidade de arrastamentos de, antes e depois das melhorias.

Afirma-se com 99% de confiança que a quantidade de arrastamentos após as melhorias é inferior à quantidade de arrastamentos antes das melhorias e, que efetivamente houve menos cerca de 4,2 toneladas de AAA por semana perdidas para o sistema de vácuo.

4.5.2. Variáveis de Causa-Raiz

Posteriormente, comparou-se as variáveis de causa-raiz, antes e depois da execução das mudanças no processo, ou seja, analisou-se as temperaturas do AAA na tremonha, no peneiro, no silo, na ishida e a humidade do AAA.

Na Figura 4.21, está representada a carta de controlo para a comparação das temperaturas do AAA na tremonha, por cozedura, antes e após as ações de melhorias.

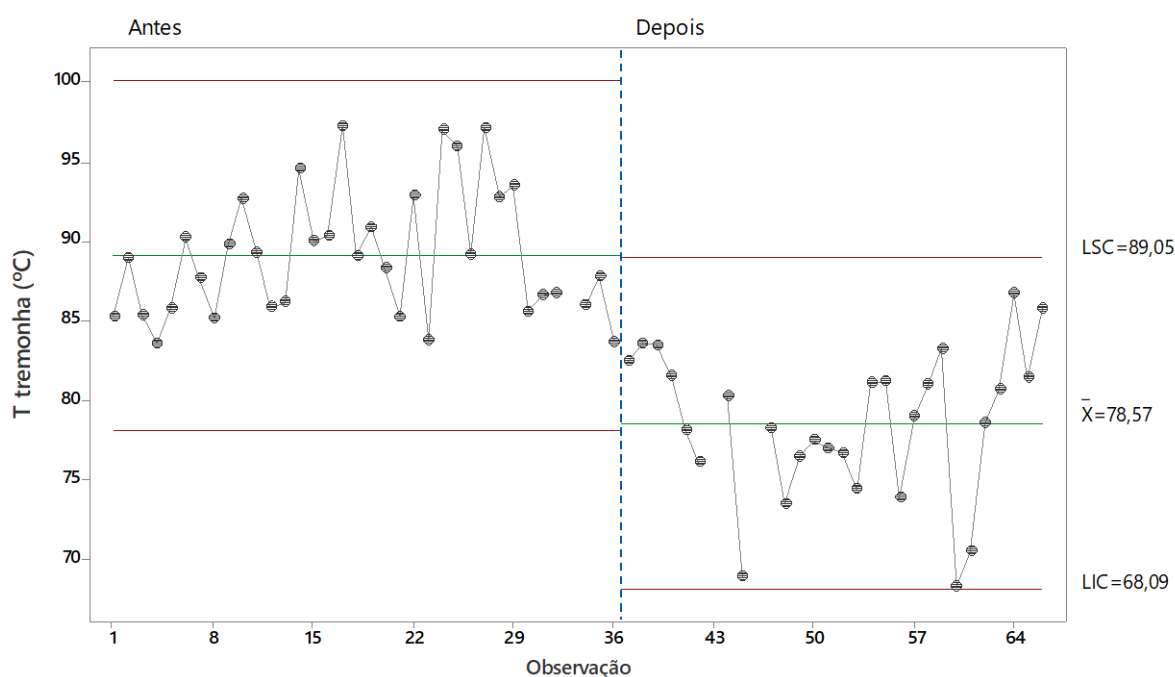


Figura 4.21: Carta de Controlo da temperatura do AAA na tremonha antes e depois das melhorias.

Observa-se a diminuição da temperatura média do AAA na tremonha, de 89°C para cerca de 79°C, ou seja, houve uma diminuição de cerca de 10°C da temperatura à saída do Areador, antes e depois das melhorias. Esta redução era esperada, visto que foi diminuída a temperatura final de cozedura, que corresponde à temperatura de entrada para o Areador, em 10°C.

Segundo o Teste-t de 2 amostras, apresentado na Figura 4.22, afirma-se com 95% de confiança, que a temperatura do AAA na tremonha depois das melhorias é menor do que antes das melhorias.

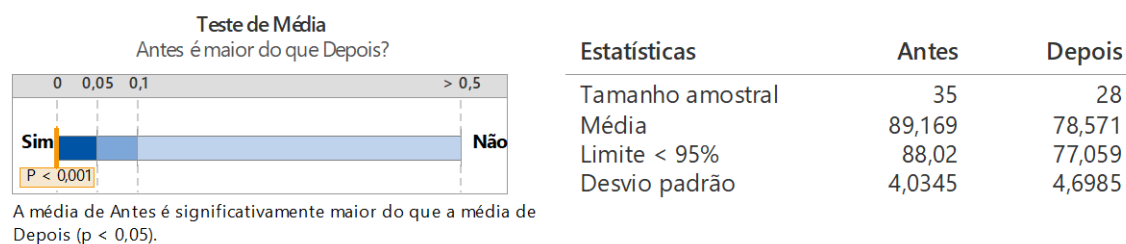


Figura 4.22: Teste-t de 2 amostras para a média da temperatura do AAA na tremonha, antes e depois das melhorias.

No entanto, verifica-se que houve um aumento da variabilidade deste parâmetro, devido ao ligeiro aumento do desvio padrão, indicando que o processo nesta fase ficou menos controlado, mesmo depois de se substituir o termómetro no aparelho de cozer.

Apesar do termómetro digital ter sido substituído, havia igualmente um desfasamento entre os termómetros, porém, a diferença entre as leituras diminuiu (Figura 4.23).

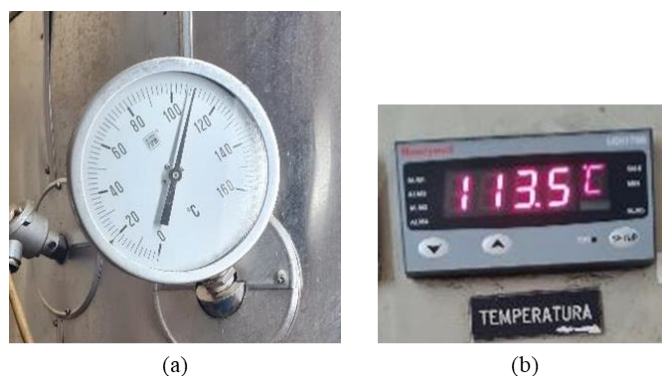


Figura 4.23: Comparação dos termómetros do aparelho de cozer depois das melhorias: (a) Termómetro analógico: 110°C. (b) Termómetro digital: 113,5°C.

De maneira a controlar e estandardizar este parâmetro, definiu-se nos SOPs (*Standard Operating Procedures*) da empresa, que a temperatura final da cozedura será quando for lido: 110°C no termómetro analógico e 113°C no termómetro digital.

Na temperatura do AAA no resto do sistema de transporte, não se aferiu um decréscimo acentuado, apesar da amplitude dos limites ter diminuído, indicando o maior controlo destas varáveis, como pode ser observado Figuras 4.24, 4.25 e 4.26.

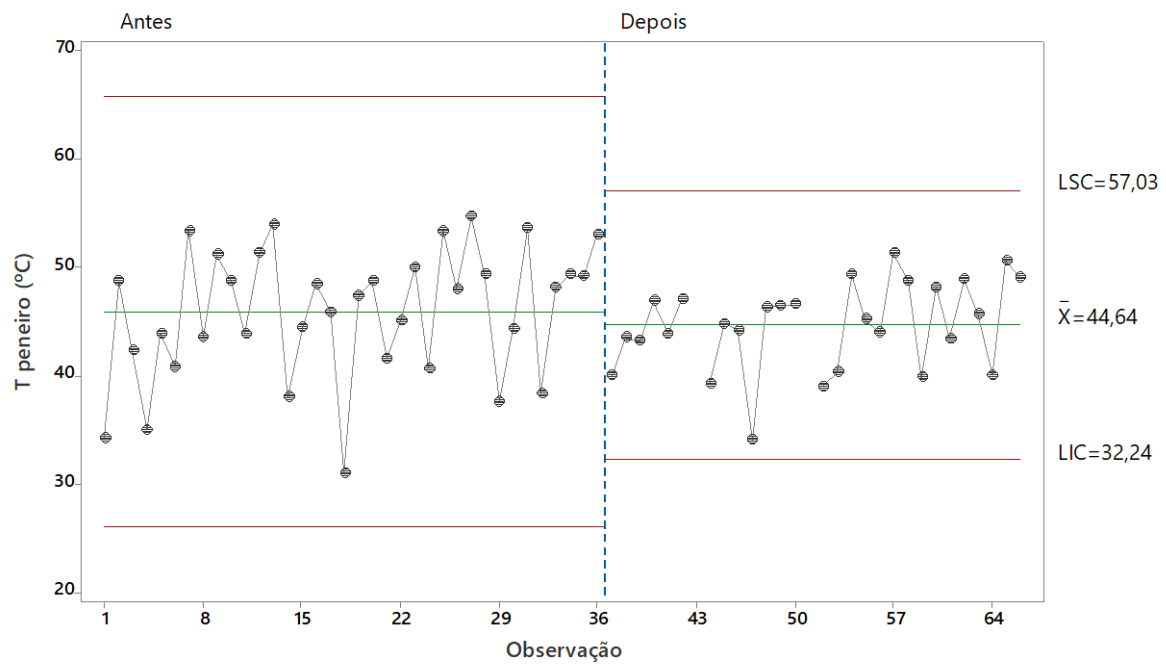


Figura 4.24: Carta de Controle da temperatura do AAA no peneiro antes e depois das melhorias.

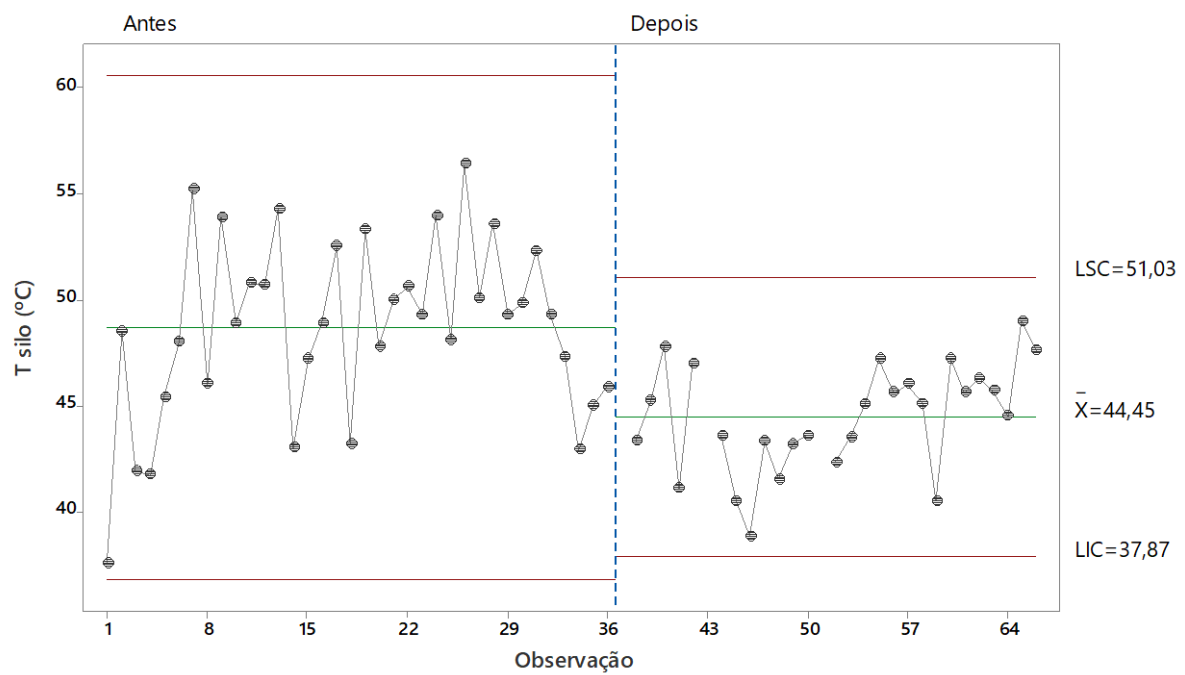


Figura 4.25: Carta de Controle da temperatura do AAA no silo antes e depois das melhorias.

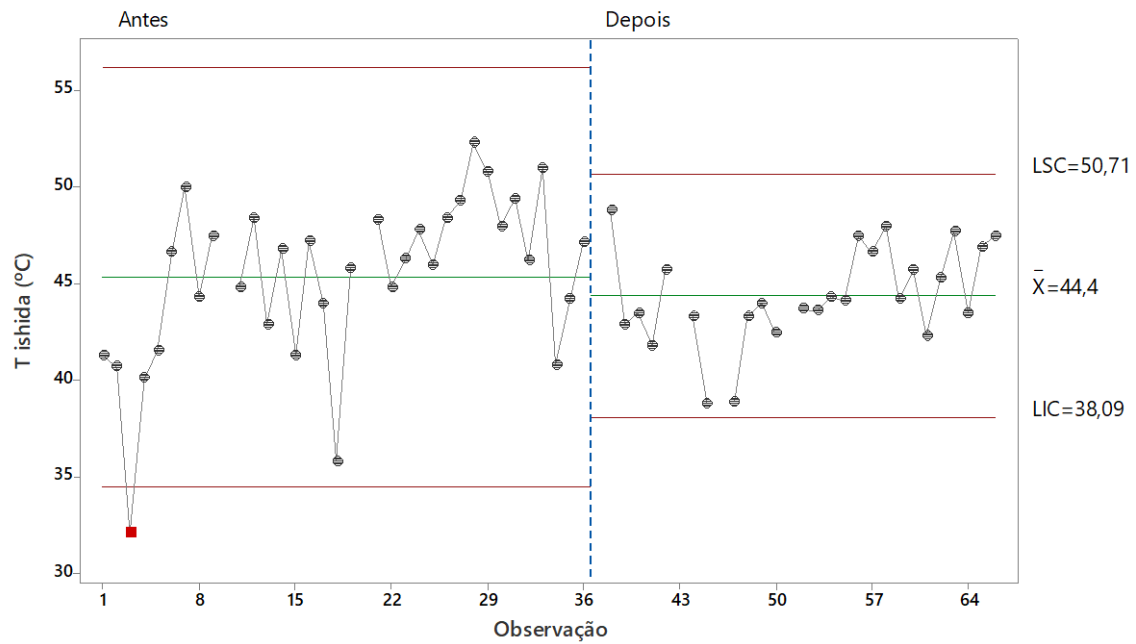


Figura 4.26: Carta de Controle da temperatura do AAA na ishida antes e depois das melhorias.

No silo (Figura 4.25), verifica-se uma ligeira diminuição da temperatura, e segundo um Teste-t para duas amostras com 95% de confiança (Anexo V), há uma diferença significativa das temperaturas antes e depois das melhorias, porém esperava-se que a diferença fosse mais acentuada.

Foram também realizados Teste-t para a temperatura do AAA no peneiro e na ishida (Anexo V) e, com 95% de confiança, afirma-se que não há uma diferença significativa entre as temperaturas antes e depois das melhorias.

Estes resultados demonstraram a ineficiência do sistema de insuflação de ar, pois com a diminuição da temperatura do AAA na tremonha em cerca de 10°C, expectava-se que a temperatura no resto do sistema de transporte também reduzisse cerca de 10°C.

A ineficiência da insuflação deve-se à colmatagem dos filtros que, por consequência, diminui o caudal de ar de arrefecimento, não sendo o suficiente para arrefecer a massa de AAA nos canais.

Como mencionado na fase de melhorias, os filtros foram apenas mudados na última semana do projeto, portanto, há poucos dados para comparação, como é possível observar nas Figuras 4.27, 4.28 e 4.29.

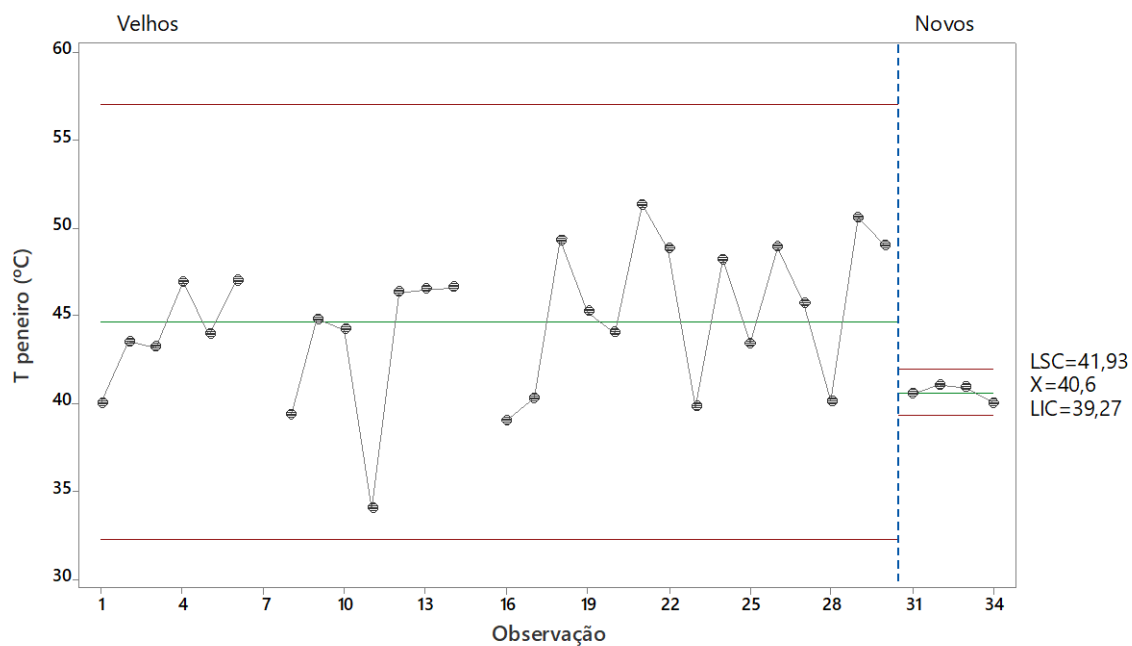


Figura 4.27: Carta de Controle da temperatura do AAA no peneiro antes e depois da troca dos filtros.

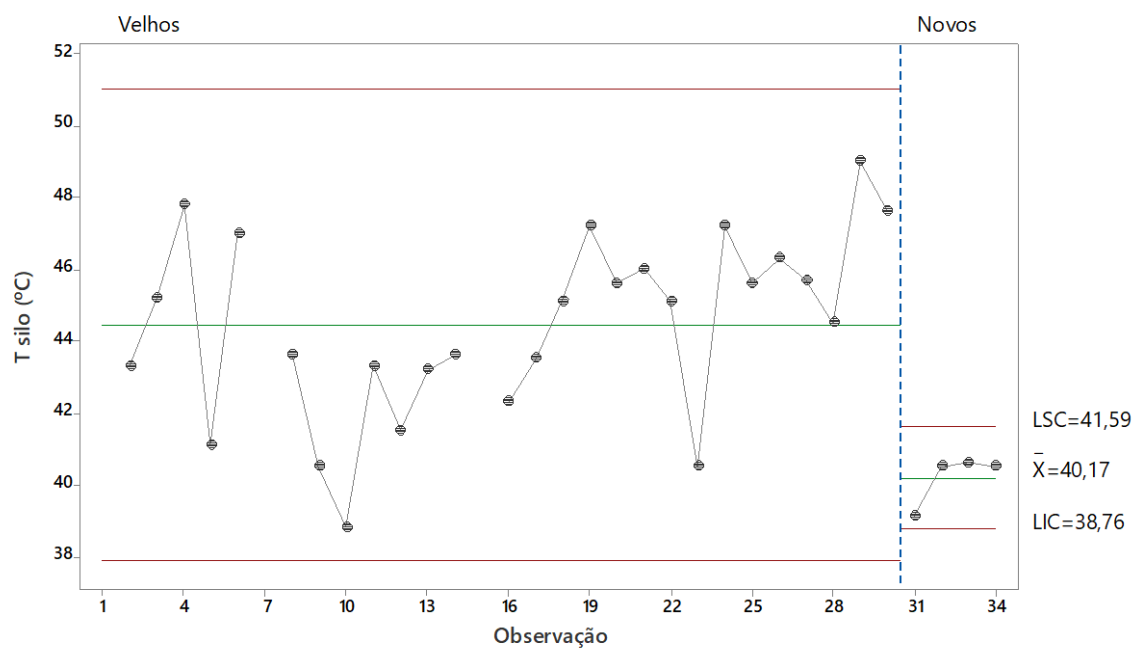


Figura 4.28: Carta de Controle da temperatura do AAA no silo antes e depois da troca dos filtros.

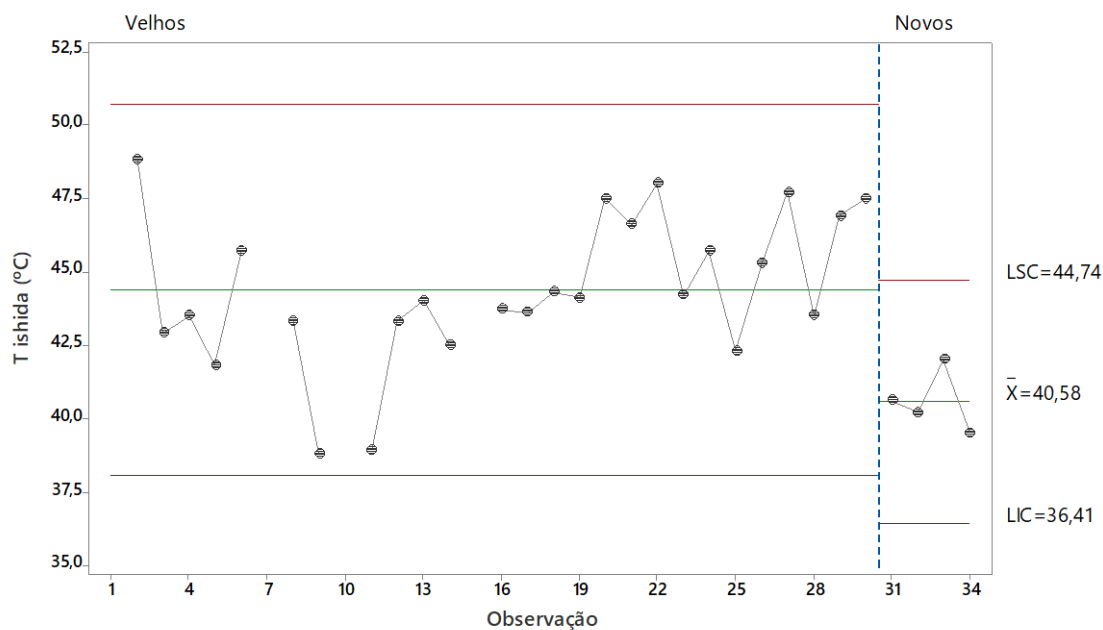


Figura 4.29: Carta de Controle da temperatura do AAA na ishida antes e depois da troca dos filtros.

Posteriormente à substituição dos filtros, é possível aferir que houve uma diminuição acentuada da temperatura. E, apesar do tamanho da amostra das temperaturas do AAA com os filtros novos ser muito reduzida, é possível afirmar com 99% confiança que as temperaturas diminuíram nos três locais em estudo (Anexo VI). Esta análise demonstrou a necessidade da regularização da substituição dos filtros.

Por fim, a carta de controle de comparação entre a humidade do AAA antes e após a execução das ações de melhoria, apresenta-se na Figura 4.30.

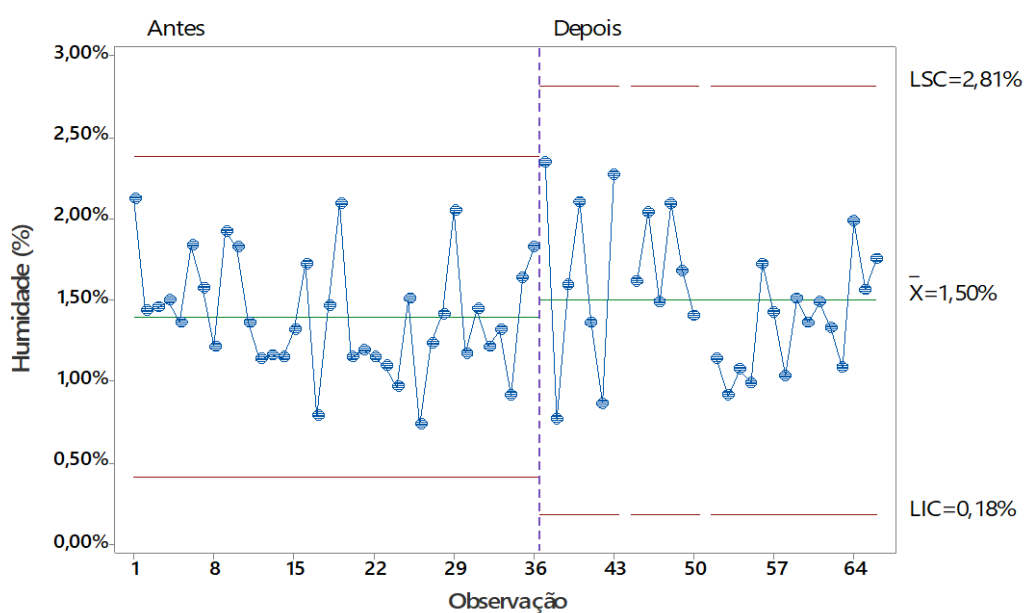


Figura 4.30: Carta de Controle da Humidade do AAA, antes e depois das melhorias.

Constata-se um ligeiro aumento da humidade do AAA após as melhorias, e o aumento da amplitude dos limites de controlo, revelando a diminuição do controlo deste parâmetro. No entanto a humidade aumentou, para o valor que se pretendia, não afetando assim o OEE nem a quantidade de torrões.

Observa-se que os primeiros sete dados de humidade, após melhorias, apresentam uma maior variabilidade, estes correspondem ao período em que a temperatura da massa cozida era menos controlada devido ao desfasamento dos termómetros e ao período em que a massa não era concentrada até no mínimo 3 Kw de potência de agitador. Por isso, se fosse possível adquirir mais dados de humidade do AAA, após corrigidas as condições da massa cozida, verificar-se-ia um maior controlo da humidade, sendo possível considerar os sete pontos como valores atípicos.

4.5.3. Métricas de Equilíbrio

Seguidamente, foram analisadas as variáveis de equilíbrio que, por definição, não podem ser prejudicadas ao serem alcançados os objetivos do projeto.

O reciclo foi definido como métrica de equilíbrio de modo a contabilizar a quantidade de AAA que era rejeitado devido à elevada quantidade de torrões. Porém, o reciclo medido na Sidul, contabiliza toda a quantidade de açúcar que retorna ao processo, não sendo exclusivo para o AAA.

Portanto, estudou-se a quantidade de *Big Bags* preenchidos por semana de AAA, antes e depois das melhorias (Figura 4.31). Os *Big Bags* são sacos que compreendem 1 100 Kg de açúcar, e são preenchidos com AAA que será enviado para dissolução e, novamente processado.

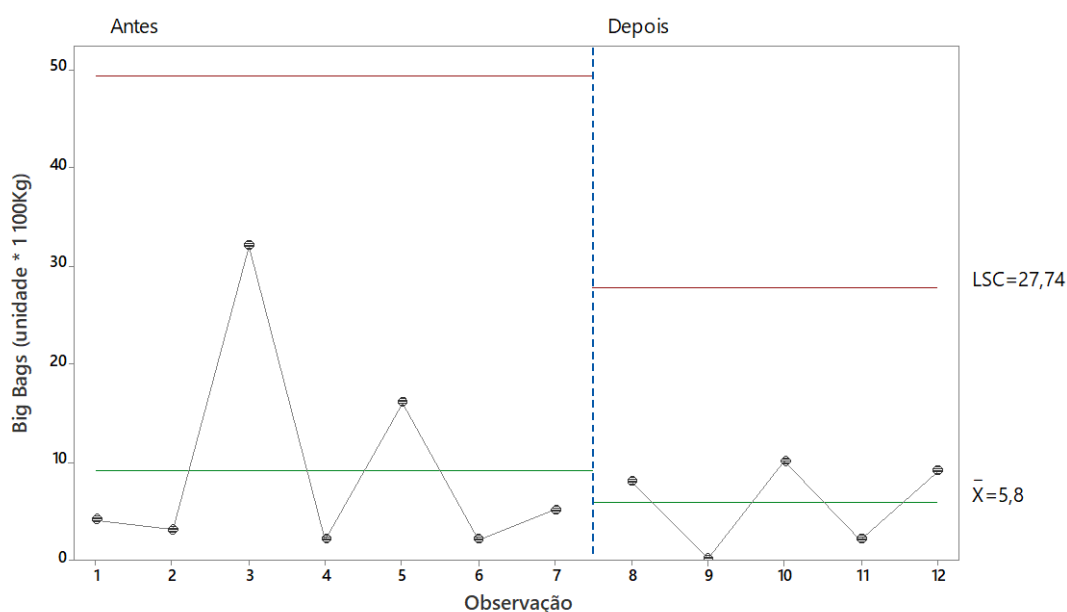


Figura 4.31: *Big Bags* devolvidos ao início do processo, antes e depois das melhorias.

Observa-se um ligeiro decréscimo da quantidade de *Big Bags* devolvidos ao início do processo, ou seja, houve menos AAA rejeitado pela secção da embalagem. Porém, não é possível afirmar que a elevada quantidade de torrões foi a causa para a devolução de todos os *Big Bags*.

Na Figura 4.32, está apresentada a carta de controlo do OEE diário da máquina de embalagem do AAA, antes e após as melhorias.

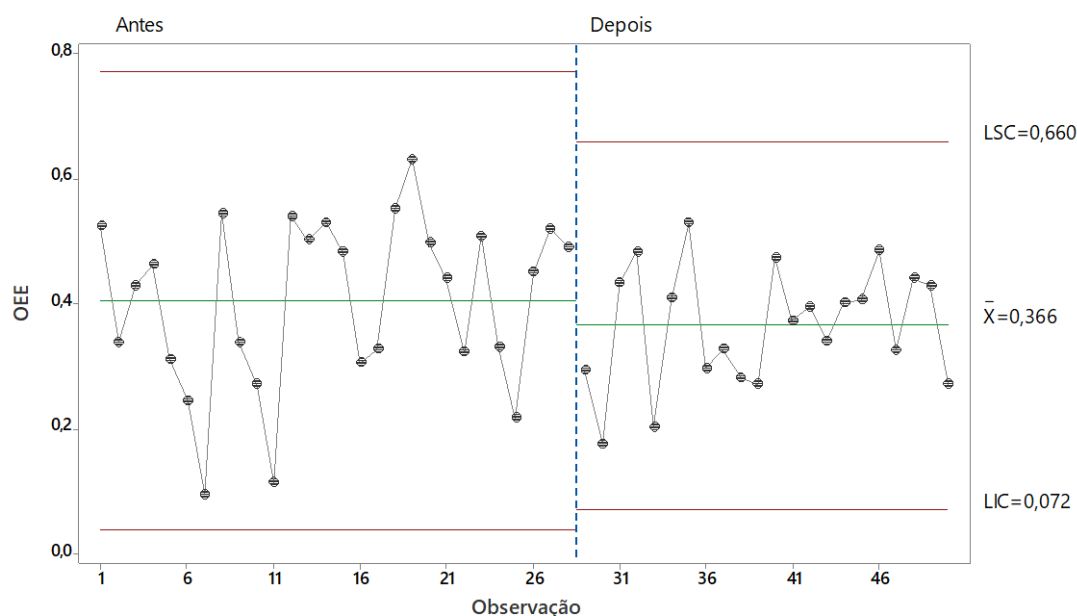


Figura 4.32: OEE diário da máquina do Areador, antes e depois das melhorias.

Verifica-se uma diminuição do OEE de 40,4% para 36,6%, porém não é possível garantir que a diminuição desta métrica foi devido à quantidade de torrões. Aliás, durante o período das melhorias, a maioria das paragens da máquina, foi devido à quantidade de goma do AAA.

A goma é uma propriedade do açúcar, que se traduz na aderência do AAA, ou seja, devido à elevada goma, este fica agarrado às paredes da ishida, causando problemas de embalagem e, por consequência, diminuindo o OEE. A goma é consequência da elevada cor do açúcar, devido à elevada quantidade de xarope granulado, não sendo, por isso, influenciada pelos parâmetros modificados neste estudo.

Por último, comparou-se a quantidade de AAA embalado por cozedura, como apresentado na Figura 4.33, antes e depois das melhorias. É de notar que para esta carta de controlo foram usados os valores semanais dos anos fiscais de 2021 e 2022 até ao mês de abril.

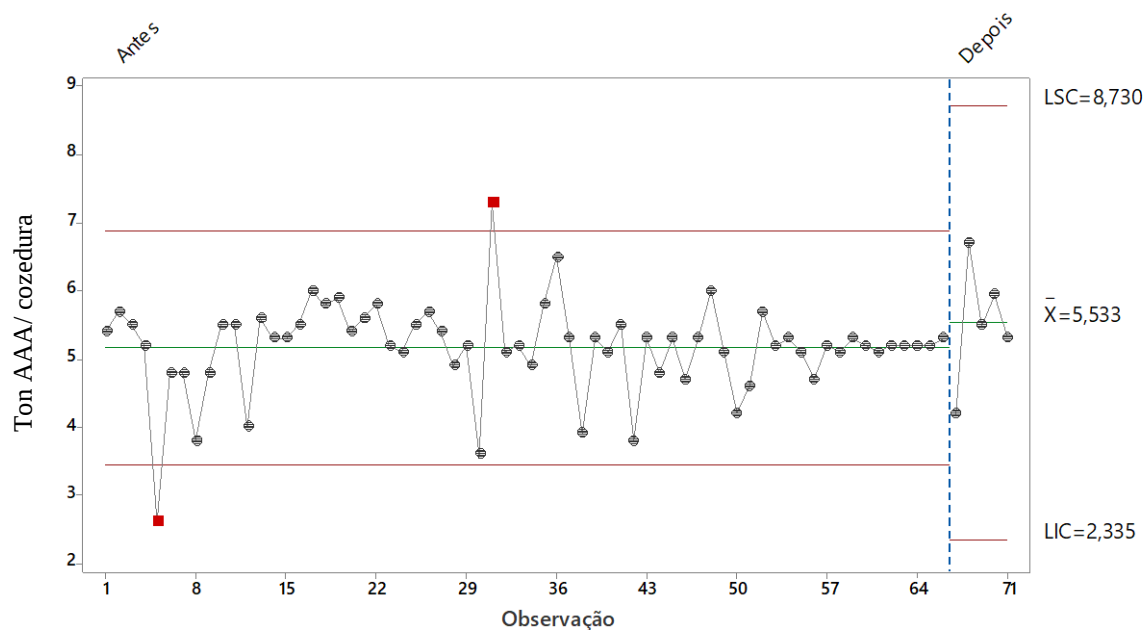


Figura 4.33: Toneladas de AAA embalado por cozedura, por semana, antes e depois das melhorias.

Analisa-se que a quantidade de AAA embalado por cada cozedura feita, aumentou para 5,5 ton AAA/cozedura, atingido o objetivo definido na fase de Definir, mas houve um aumento da variabilidade.

Realizou-se Teste-t para 2 amostras, para as três métricas de equilíbrio, tal como apresentado no Anexo VII, resultando que não existem diferenças significativas nestas métricas com a diminuição da quantidade de torrões. Concluindo que não se alcançou os objetivos definidos na fase Definir, mas também não houve o prejuízo das métricas, por isso, o objetivo principal do estudo foi alcançado não prejudicando as métricas de equilíbrio.

Por fim, de modo a completar o projeto, foi realizado um plano de controle, para que as condições de melhorias sejam controladas e mantidas pela empresa no futuro (Tabela 4.6).

Tabela 4.5: Plano de Controlo da Mitigação da Formação dos Torrões do AAA.

Item	Processo	Ações de Controlo ou Medição	Método de controlo ou medição	Tamanho da amostra	Quem mede?	Regra de decisão
1	Quantidade de torrões.	Controlar a quantidade de torrões por pacote.	O analista irá retirar um pacote por semana e peneirá-lo.	1x por semana	Analista do laboratório	Quantidade de torrões superior a 16,8%.
2	Pressão nos filtros do Extrator.	Registar na folha de cálculo "Cozeduras AAA", a diferença de pressão dos filtros no extrator.	O operador do Areado registará a diferença de pressão dos filtros do extrator.	1x todas as secagens	Operadores do Areado	Diminuição da diferença de pressão.
3	Quantidade de arrastamentos.	Controlar se há arrastamentos de AAA para o sistema de vácuo.	Deve-se consultar a folha de cálculo "Mapas do Laboratório" para verificar se houve arrastamentos.	1x todas as secagens	Engenheiro do processo	Aumento da quantidade de arrastamentos.
4	Temperatura final da cozedura.	Registar na folha de cálculo "Cozeduras AAA", a temperatura final lida no termómetro digital e analógico.	O operador no final da cozedura irá ler a temperatura em ambos os termómetros e registá-los na folha de cálculo.	1x todas as cozeduras	Cozedores	Diferença entre as temperaturas superior a 3°C

5. Conclusões e Trabalhos Futuros

5.1. Conclusões

A presença dos torrões nos pacotes de Açúcar Areado Amarelo (AAA) são um prejuízo para a Sidul Açúcares, devido às elevadas reclamações, resultando em menos receitas para empresa e, ao aumento do reciclo de açúcar, resultando em mais gastos associados ao reprocessamento, demonstrando a necessidade para a realização das estratégias desenvolvidas para mitigar a formação dos pequenos torrões do AAA.

A diminuição da temperatura final da cozedura acoplada com o funcionamento do sistema de insuflação de ar de arrefecimento para os canais promoveu a redução da formação dos torrões.

Com a implementação destas ações houve um decréscimo de cerca de 48% da quantidade de torrões de AAA por pacote de 1Kg. E, realizando um Teste-t para 2 amostras, conclui-se com um nível de confiança de 99%, que a média de torrões de AAA por pacote diminuiu de cerca de 17% para 9%.

As métricas de equilíbrio, reciclo e quantidade de AAA embalado por cozedura foram beneficiadas, verificando-se uma diminuição de AAA enviado para dissolução, de 10 ton para 6 ton, e um aumento da quantidade de AAA embalado por cozedura para 5,5 Ton AAA/cozedura, atingindo deste modo o objetivo definido.

Porém, houve uma diminuição do OEE (*Overall Equipment Effectiveness*) da máquina de embalamento de AAA, de 40,4% para 36,6%, esta situação pode ter sido causada pela diminuição da qualidade do açúcar, pela menor disponibilidade e desempenho da máquina. Visto que houve uma diminuição considerável da quantidade de torrões formada e, que a temperatura não é um parâmetro que afeta o desempenho da máquina, não é possível afirmar que a diminuição do OEE é consequência das modificações feitas neste projeto.

Através de testes de hipóteses, foram analisadas que as variações nas métricas de equilíbrio não são estatisticamente significativas para um nível de confiança de 95%, ou seja, estatisticamente as médias destes parâmetros permaneceram constantes, não havendo uma melhoria ou agravamento das mesmas.

Portanto, é possível declarar que o principal objetivo deste projeto foi atingido, isto é, houve a mitigação da formação dos pequenos torrões do AAA, sem prejudicar as métricas de equilíbrio e, sem investimentos adicionais ao processo.

Em relação ao objetivo de standardizar o processo, foram alterados vários SOPs (*Standard Operating Procedures*) internos, diminuindo a variabilidade entre o modo como os operadores operam e, foram

substituídos equipamentos causadores desta variabilidade, como os termómetros. Em geral, verificou-se uma diminuição da amplitude dos limites de controlo das variáveis estudadas, demonstrando uma diminuição do desvio padrão das mesmas, ou seja, estatisticamente os parâmetros estudados encontram-se mais controlados.

Relativamente às perdas de AAA para o sistema de vácuo, aferiu-se uma diminuição da quantidade média dos arrastamentos de 5,9 ton/semana para 1,7 ton/semana. Segundo um teste de hipóteses com um nível de confiança de 99%, afirma-se que houve uma diminuição significativa das perdas de AAA para o esgoto e preservou-se 4,2 toneladas de AAA por semana.

As perdas de açúcar custam à empresa cerca de 338,8 €/ton, ou seja, a empresa poupará cerca de 54 000 € anuais, com a diminuição dos arrastamentos de AAA para o esgoto, não contabilizando custos adicionais com a limpeza da torre de arrefecimento depois de ser contaminada pelo AAA.

Em suma, foram alcançados todos os objetivos definidos no início do projeto, e por isso, este projeto *Six Sigma* foi bem-sucedido, apesar de não se terem atingidos os valores definidos para as métricas no início do trabalho.

Em relação às métricas de equilíbrio, acredita-se que se fosse possível adquirir mais dados e mais tempo de estudo seria possível otimizar-las e obter resultados significativos. Mas devido às várias semanas de paragens de produção do AAA, não houve tempo para se realizar um plano de melhorias mais detalhado e metódico para se obter um melhor desempenho destas métricas.

É importante referir que a produção do AAA se encontrava num período instável, pois havia muitas paragens devido à elevada quantidade em *stock*, indicando as poucas vendas deste tipo de açúcar.

A quantidade de torrões por pacote, também não atingiu o objetivo de 0%, porém, este era pouco realista pois seria necessário um investimento pela empresa e, visto que existe pouca procura pelo AAA, não seria economicamente viável.

5.2. Trabalhos Futuros

A partir deste estudo foi possível diminuir a quantidade de torrões AAA por pacote, sem a necessidade de investimentos pela empresa, indicando a importância de otimizar as condições de operação dos processos existentes numa unidade fabril. No entanto, ainda há margem para melhorias, tanto na diminuição da quantidade de torrões formados, como na standardização do processo de produção do AAA.

De modo a standardizar todo o processo seria necessário analisar a possibilidade de automatizar o processo de produção de AAA, isto é, automatizar a cozedura e secagem do AAA.

Para a automatização do Areador, durante este projeto, foi feita uma análise ao perfil de secagem (Anexo VIII), de maneira a investigar como a válvula automática de vazão deverá abrir para secar o AAA adequadamente.

Estimou-se que a automatização do Areador seria de aproximadamente 7 500€, contudo a procura pelo AAA demonstra uma evolução negativa, havendo gradualmente menos semanas de produção. Sendo necessário realizar uma avaliação económica de modo a analisar se a automatização do processo de produção do AAA é economicamente viável para a empresa, devido à instável procura por este açúcar provocando várias interrupções na produção do mesmo.

Futuramente, também deverá ser considerada a hipótese de utilização de vapor a 0,8 bar sobreaquecido para a calândria do aparelho de cozer a vácuo ao invés do vapor a 4 bar, pois a cozedura do AAA atualmente atinge apenas 110°C.

A utilização de vapor 0,8 bar geraria poupanças energéticas à empresa, pois o vapor a 4 bar passa por uma turbina de modo a gerar o vapor a 0,8 bar, gerando energia para utilização na Sidul Açúcares.

Referências Bibliográficas

- [1] W. Clay, “Public Perceptions of Sugar and Health”. <https://www.fao.org/3/x4988e/x4988e11.htm> (acedido 1 de março de 2022).
- [2] I. Leslie, “The sugar conspiracy”, *The Guardian*, 7 de abril de 2016. Acedido: 1 de março de 2022. [Online]. Disponível em: <https://www.theguardian.com/society/2016/apr/07/the-sugar-conspiracy-robert-lustig-john-yudkin>
- [3] B. Rafaela, “Nova redução de gramagem nos pacotes de açúcar”, *Jornal de Notícias*, 18 de julho de 2018. Acedido: 1 de março de 2022. [Online]. Disponível em: <https://www.jn.pt/nacional/nova-reducao-de-gramagem-nos-pacotes-de-acucar-9609507.html>
- [4] “Sugar tax cutting consumption - The Portugal News”. <https://www.theportugalnews.com/news/sugar-tax-cutting-consumption/55408> (acedido 1 de março de 2022).
- [5] “Sugar consumption volume EU-27 2016-2029”, *Statista*. <https://www.statista.com/statistics/549753/sugar-consumption-volume-european-union-28/> (acedido 14 de março de 2022).
- [6] L. Bento, “The Production of Areado Sugar at RAR Refinery – Portugal”, apresentado na S.I.T Sugar Industry, New York, mai. 1983
- [7] J. Chen e C. Chou, *Cane Sugar Handbook*, 12.^a ed., New York: John Wiley & Sons, INC, 1993.
- [8] F. Z. Amchra, C. A. Faiz, S. Chaouqi, A. Benhmimou, e T. Guedira, “Effect of Stevia rebaudiana, sucrose and aspartame on human health: A comprehensive review”, *Journal of Medicinal Plants Studies*, vol. 6, n. 1, pp. 102–108, mai. 2018.
- [9] O. Lyle, *Technology for Sugar Refinery Workers*, 3.^a ed., London: Chapman & Hall, 1957.
- [10] G. Eggleston, “Positive Aspects of Cane Sugar and Sugar Cane Derived Products in Food and Nutrition”, *J. Agric. Food Chem.*, vol. 66, n. 16, pp. 4007–4012, abr. 2018, doi: [10.1021/acs.jafc.7b05734](https://doi.org/10.1021/acs.jafc.7b05734).
- [11] I. Safarik, Z. Sabatkova, e M. Safarikova, “Invert sugar formation with *Saccharomyces cerevisiae* cells encapsulated in magnetically responsive alginate microparticles”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 321, n. 10, pp. 1478–1481, mai. 2009, doi: [10.1016/j.jmmm.2009.02.056](https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2009.02.056).
- [12] E. Roemer, M. K. Schorp, J.-J. Piadé, J. I. Seeman, D. E. Leyden, e H.-J. Haussmann, “Scientific assessment of the use of sugars as cigarette tobacco ingredients: a review of published and other publicly available studies”, *Crit Rev Toxicol*, vol. 42, n. 3, pp. 244–278, mar. 2012, doi: [10.3109/10408444.2011.650789](https://doi.org/10.3109/10408444.2011.650789).

- [13] V. E. Baikon, *Manufacture and Refining of Raw Cane Sugar*, 2.^a ed., Amsterdam: Elsevier, 1982.
- [14] E. Hugot, *Handbook of Cane Sugar Engineering*, 3.^a ed., Amsterdam: Elsevier, 1986.
- [15] M. Cole, G. Eggleston, e Y.-J. Wang, “Understanding the causes of calcium carbonate crystal growth and inhibition during the carbonatation refining of raw sugars”, *Food Chemistry*, vol. 275, n. 1, pp. 24–31, mar. 2019, doi: [10.1016/j.foodchem.2018.09.076](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.09.076).
- [16] S. D. Alexandratos, “Ion-Exchange Resins: A Retrospective from Industrial and Engineering Chemistry Research”, *Ind. Eng. Chem. Res.*, vol. 48, n. 1, pp. 388–398, jan. 2009, doi: [10.1021/ie801242v](https://doi.org/10.1021/ie801242v).
- [17] S. Cartier, M. A. Theoleyre, e M. Decloux, “Treatment of sugar decolorizing resin regeneration waste using nanofiltration”, *Desalination*, vol. 113, n. 1, pp. 7–17, nov. 1997, doi: [10.1016/S0011-9164\(97\)00110-0](https://doi.org/10.1016/S0011-9164(97)00110-0).
- [18] M. Mathlouthi e J. Genotelle, “Role of water in sucrose crystallization1Presented at the Second International Meeting of the Portuguese Carbohydrate Chemistry Group.1”, *Carbohydrate Polymers*, vol. 37, n. 3, pp. 335–342, nov. 1998, doi: [10.1016/S0144-8617\(98\)00079-4](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(98)00079-4).
- [19] P. A. Larsen, D. B. Patience, e J. B. Rawlings, “Industrial crystallization process control”, *IEEE Control Systems Magazine*, vol. 26, n. 4, pp. 70–80, ago. 2006, doi: [10.1109/MCS.2006.1657878](https://doi.org/10.1109/MCS.2006.1657878).
- [20] J. Chorão, “Operação assistida por Computador de um Cristalizador Evaporativo Industrial de Açúcar”, Tese de Doutorado, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, 1985.
- [21] S. Ouiazzane, B. Messnaoui, S. Abderafi, J. Wouters, e T. Bounahmidi, “Estimation of sucrose crystallization kinetics from batch crystallizer data”, *Journal of Crystal Growth*, vol. 310, n. 4, pp. 798–803, fev. 2008, doi: [10.1016/j.jcrysgro.2007.11.179](https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2007.11.179).
- [22] X. Y. Liu, “Heterogeneous nucleation or homogeneous nucleation? “, *J. Chem. Phys.*, vol. 112, n. 22, pp. 9949–9955, jun. 2000, doi: [10.1063/1.481644](https://doi.org/10.1063/1.481644).
- [23] D. Kashchiev e G. M. van Rosmalen, “Review: Nucleation in solutions revisited”, *Crystal Research and Technology*, vol. 38, n. 7–8, pp. 555–574, 2003, doi: [10.1002/crat.200310070](https://doi.org/10.1002/crat.200310070)
- [24] J. Ribeiro, “Formação de Cristalização”. Documento Interno. ASR-Sidul, 2018.
- [25] O. Z. El-Abdien, Y. M. Temerk, I. D. Abdullah, e S. T. Amin, “Design and Evaluation of a Full Control Program for Sucrose Crystallization Based on Soft Sensor Approach”, *International Journal of Engineering and Advanced Technology (IJEAT)*, vol. 3, n. 3, pp. 226–235, fev. 2014.

- [26] N. Faria, S. F. de Azevedo, F. A. Rocha, e M. N. Pons, “Modelling agglomeration degree in sucrose crystallisation”, *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, vol. 47, n. 9, pp. 1666–1677, set. 2008, doi: [10.1016/j.cep.2007.09.008](https://doi.org/10.1016/j.cep.2007.09.008).
- [27] S. Turney, “Skewness | Definition, Examples & Formula”, *Scribbr*, 10 de maio de 2022. <https://www.scribbr.com/statistics/skewness/> (acedido 22 de maio de 2022).
- [28] J. C. de C. Thelwall, “Features of continuous vacuum pan design.”, *International Sugar Journal*, vol. 102, n. 1224, pp. 630–637, dez. 2000.
- [29] “Why vacuum is maintained in condenser: an easy-to-understand guide - Industrial Manufacturing Blog | linquip”. <https://www.linquip.com/blog/why-vacuum-is-maintained-in-condenser/> (acedido 15 de agosto de 2022).
- [30] E. Delden, “CHAPTER 27 - Principles of Condensing Equipment”, em *Standard Fabrication Practices for Cane Sugar Mills*, 1 vols., Amsterdam: Elsevier, 1981, pp. 149–157.
- [31] “Açúcar Areado Amarelo | Sidul PT”. <https://www.sidul.pt/products/acucar-areado-amarelo> (acedido 14 de março de 2022).
- [32] P. Bostock, “A Theory of Sugar Drying”, apresentado na British Society of Sugar Technologists Meeting, London, abr. 2009.
- [33] M. Mathlouthi e B. Rogé, “Water vapour sorption isotherms and the caking of food powders”, *Food Chemistry*, vol. 82, n. 1, pp. 61–71, jul. 2003, doi: [10.1016/S0308-8146\(02\)00534-4](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00534-4).
- [34] R. Barbara e M. Mathlouthi, “Caking of sucrose crystals: Effect of water content and crystal size”, *Zuckerindustrie*, vol. 125, n. 5, pp. 336–340, mai. 2000.
- [35] E. Schreyer e S. Palzer, “Caking of powder mixtures of crystalline and amorphous solids”, apresentado na Proceedings of PARTEC (Particle Technology), Salt Lake City, jul. 2007.
- [36] F. Martins, J. Neto, A. Silva, e A. Siqueira, “Secagem: Uma revisão”, *The Journal of Engineering and Exact Sciences*, vol. 6, n. 4, pp. 600–607, out. 2020, doi: [10.18540/jcecvl6iss4pp0600-0607i](https://doi.org/10.18540/jcecvl6iss4pp0600-0607i).
- [37] D. Parikh, “Vacuum Drying: Basics and Application”, *Chemical Engineering*, vol. 122, n. 4, pp. 48–53, abr. 2015.
- [38] R. K. L. Morales e H. Alvarez, “Flash distillation modeling and a multiloop control proposal”, apresentado na 2015 IEEE 2nd Colombian Conference on Automatic Control (CCAC), Manizales, out. 2015. doi: [10.1109/CCAC.2015.7345215](https://doi.org/10.1109/CCAC.2015.7345215).
- [39] “Water boiling point vs pressure and vacuum”. https://myengineeringtools.com/Data_Diagrams/Water_Boiling_Point_Vs_Pressure.html (acedido 12 de setembro de 2022).

- [40] “Brix - Sugar Determination By Density and “. Acedido: 15 de agosto de 2022. [Online]. Disponível em: https://beta-static.fishersci.com/content/dam/fishersci/en_US/documents/programs/scientific/technical-documents/technical-bulletins/mettler-toledo-brix-sugar-determination-technical-bulletin.pdf
- [41] R. Schildmeijer e P. Suijkerbuijk, *Six Sigma in practice*, 4.^a ed., Rotterdam: The Lean Six Sigma Company, 2021.
- [42] E. C. Alexopoulos, “Introduction to Multivariate Regression Analysis”, *Hippokratia*, vol. 14, n.1, pp. 23–28, dez. 2010.
- [43] A. Colin Cameron e F. A. G. Windmeijer, “An R-squared measure of goodness of fit for some common nonlinear regression models”, *Journal of Econometrics*, vol. 77, n. 2, pp. 329–342, abr. 1997, doi: [10.1016/S0304-4076\(96\)01818-0](https://doi.org/10.1016/S0304-4076(96)01818-0).
- [44] “Noções básicas sobre Testes-t: Para uma amostra, para duas amostras e pareados.” <https://blog.minitab.com/pt/nocoas-basicas-sobre-testes-t-para-uma-amostra-para-duas-amostras-e-pareados> (acedido 16 de agosto de 2022).
- [45] S. M. C. Pereira e G. Leslie, “Hypothesis testing”, *Australian Critical Care*, vol. 22, n. 4, pp. 187–191, nov. 2009, doi: [10.1016/j.aucc.2009.08.003](https://doi.org/10.1016/j.aucc.2009.08.003).
- [46] “What is a confidence level?” <https://support.minitab.com/en-us/minitab/21/help-and-how-to/statistics/basic-statistics/supporting-topics/basics/what-is-a-confidence-level/> (acedido 17 de agosto de 2022).
- [47] T. K. Kim, “Understanding one-way ANOVA using conceptual figures”, *Korean J Anesthesiol*, vol. 70, n. 1, pp. 22–26, jan. 2017, doi: [10.4097/kjae.2017.70.1.22](https://doi.org/10.4097/kjae.2017.70.1.22).
- [48] J. Tempelman e R. Schildmeijer, *Lean in Practice*. Rotterdam The Lean Six Sigma Company., 2020.
- [49] “Multiple Regression”. <https://home.csulb.edu/~msaintg/ppa696/696regmx.htm> (acedido 29 de agosto de 2022).
- [50] B. O. Emmanuel, N. T. Maureen, e N. Wonu, “Detection of Non-Normality in Data Sets and Comparison between Different Normality Tests”, *AJPAS*, vol. 5, n. 4, pp. 1–20, jan. 2020, doi: [10.9734/ajpas/2019/v5i430149](https://doi.org/10.9734/ajpas/2019/v5i430149).

Anexo I – Determinação da Matéria Seca

INSTRUÇÃO DE TRABALHO



DETERMINAÇÃO DA MATÉRIA SECA (REFRACTOMETRIA)

Documento N°: 20.260.40.07

Edição N.º 02

Data de Aprovação: 28.02.2016

Data de Revisão: 28.02.2016

1. Introdução

O método refractométrico é utilizado para a determinação de substâncias dissolvidas (sólidos refractométricos) em soluções que contenham principalmente sacarose. Para produtos que contenham cristais é necessário diluir a amostra.

2. Campo de Aplicação

- Xaropes de açúcares e outros produtos em processo.

3. Princípio do Método

O valor refractométrico de soluções de produtos de açúcar é uma medida mais ou menos precisa do teor de matéria seca (sólidos) uma vez que os não açúcares presentes no processo têm uma influência semelhante à da sacarose no índice de refração.

As determinações são normalmente feitas em refractômetros graduados em % açúcar (g / 100g) à temperatura de 20 °C.

4. Equipamento e Material de Laboratório

- 4.1. - Refractômetro, para açúcar graduado em % sacarose (g / 100g);
- 4.2. - Fonte de iluminação apropriada;
- 4.3. - Vareta, de preferência de plástico

5. Método de Trabalho

5.1. - Preparação da Amostra:

As amostras que contêm cristais de açúcar são diluídos com uma quantidade determinada de água (geralmente 1 : 1 em peso).

5.2. - Medição:

Levantar o prisma de iluminação do refractômetro e colocar uma gota da amostra na superfície do prisma de medida com o auxílio da vareta.

DETERMINAÇÃO DA MATÉRIA SECA (REFRACTOMETRIA)

Documento N.º: 20.260.40.07

Edição N.º 02

Data de Aprovação: 28.02.2016

Data de Revisão: 28.02.2016

Espalha-se a amostra rapidamente sem tocar na face do prisma evitando a formação de bolhas de ar.

Baixar o prisma de iluminação e esperar algum tempo de modo que a amostra atinja a temperatura do aparelho.

Tomar nota da leitura a uma décima. Se a temperatura da leitura for diferente de 20 °C deve ser usada a tabela de correcção em anexo, no caso de se pretender uma maior precisão.

6. Cálculos e Expressão dos Resultados

6.1. O resultado de xaropes não diluídos é o valor determinado em 5.2..

6.2. No caso de se proceder à diluição da amostra a matéria seca refractométrica é dada por:

$$MS\ Refr. = R \frac{(S + H_2O)}{S}$$

onde:

MS Refr. = Teor de matéria seca (sólidos) na amostra original por refractometria % (g / 100g)

R = Matéria seca medida na solução diluída % (g / 100g)

S = Peso da amostra (g)

H₂O = Peso da água (g)

7. Referências Bibliográficas

- F. Schneider Ed. 1979 Sugar Analysis - ICUMSA Methods
- ICUMSA Methods Book

DETERMINAÇÃO DA MATÉRIA SECA (REFRACTOMETRIA)

Documento Nº: 20.260.40.07

Edição N.º 02

Data de Aprovação: 28.02.2016

Data de Revisão: 28.02.2016

8. Anexos

ANEXO I

Tabela I - Correção do Brix da solução em função da Temperatura (°C).

°C	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45	50	55	60	65	70
15	0,29	0,30	0,32	0,33	0,34	0,35	0,36	0,37	0,37	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38
16	0,24	0,25	0,26	0,27	0,28	0,28	0,29	0,30	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,31	0,31
17	0,18	0,19	0,20	0,20	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23	0,23
18	0,12	0,13	0,13	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
19	0,06	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
21	0,06	0,07	0,07	0,07	0,07	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
22	0,13	0,14	0,14	0,14	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,16	0,15
23	0,20	0,21	0,21	0,22	0,22	0,23	0,23	0,23	0,23	0,24	0,24	0,24	0,24	0,23	0,23
24	0,27	0,28	0,29	0,29	0,30	0,30	0,31	0,31	0,31	0,32	0,32	0,32	0,32	0,31	0,31
25	0,34	0,35	0,36	0,37	0,38	0,38	0,39	0,39	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,39	0,39
26	0,42	0,43	0,44	0,45	0,46	0,46	0,47	0,47	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,47	0,47
27	0,50	0,51	0,52	0,53	0,54	0,55	0,55	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,56	0,55	0,55
28	0,58	0,59	0,60	0,61	0,62	0,63	0,64	0,64	0,64	0,65	0,65	0,64	0,64	0,63	0,63
29	0,66	0,67	0,68	0,70	0,71	0,71	0,72	0,73	0,73	0,73	0,73	0,73	0,72	0,72	0,71
30	0,74	0,76	0,77	0,78	0,79	0,80	0,81	0,81	0,82	0,82	0,81	0,81	0,80	0,80	0,79
31	0,83	0,84	0,85	0,87	0,88	0,89	0,89	0,90	0,90	0,90	0,90	0,89	0,89	0,88	0,87
32	0,92	0,93	0,94	0,96	0,97	0,98	0,98	0,99	0,99	0,99	0,99	0,98	0,97	0,96	0,95
33	1,01	1,02	1,03	1,05	1,06	1,07	1,07	1,08	1,08	1,08	1,07	1,07	1,06	1,04	1,03
34	1,10	1,11	1,13	1,14	1,15	1,16	1,16	1,17	1,17	1,16	1,16	1,15	1,14	1,13	1,11
35	1,19	1,21	1,22	1,23	1,24	1,25	1,25	1,26	1,26	1,25	1,25	1,24	1,23	1,21	1,19
36	1,29	1,30	1,31	1,33	1,34	1,34	1,35	1,35	1,35	1,34	1,34	1,33	1,31	1,29	1,28
37	1,39	1,40	1,41	1,42	1,43	1,44	1,44	1,44	1,44	1,43	1,43	1,41	1,40	1,38	1,36
38	1,49	1,50	1,51	1,52	1,53	1,53	1,54	1,54	1,53	1,53	1,52	1,50	1,48	1,46	1,44
39	1,59	1,60	1,61	1,62	1,63	1,63	1,63	1,63	1,63	1,62	1,61	1,59	1,57	1,55	1,52
40	1,69	1,70	1,71	1,72	1,73	1,73	1,73	1,73	1,72	1,71	1,70	1,68	1,66	1,63	1,61

Anexo II – Cor em Solução de Xaropes e Açúcares Escuros

INSTRUÇÃO DE TRABALHO



COR EM SOLUÇÃO DE XAROPES E AÇÚCARES ESCUROS

Documento Nº: 20.260.40.03

Edição N.º 02

Data de Aprovação: 28.02.2016

Data de Revisão: 28.02.2016

1. Introdução

Todas as medições de cor são feitas em soluções filtradas de açúcares ou xaropes determinando-se o índice de absorvância da solução no comprimento de onda de 420nm. Este foi definido pela ICUMSA como:

$$a_s = \frac{A_s}{b \times c} \quad (1)$$

onde

a_s → índice de absorvância;

A_s → absorvância da solução que é dada por $A_s = -\log T_s$, onde T_s é a transmitância da solução comparada com a da água que é definida por:

$$T_s = \frac{T_{solu}}{T_{solv}}$$

sendo

T_{solu} → Transmitância dada pela célula que contém a solução;

T_{solv} → Transmitância dada pela célula que contém o solvente (água);

b → comprimento da célula (cm);

c → concentração da solução (g/cm³).

A cor em solução em unidades ICUMSA é dada por :

$$\text{Cor (U.I.)} = 1000 \times a_s \quad (2)$$

2. Campo de Aplicação

O método permite determinar a cor em solução de:

- rama de açúcar
- açúcar afinado
- xaropes em processo (xarope bruto e xarope de granulado).

- açúcares de recuperação (A₁, A, B e C) açúcar areado amarelo

3. Princípio do Método

Mede-se a absorvância de uma solução a pH = 7, no comprimento de onda de 420nm, após filtração.

4. Equipamento e Material de Laboratório

Espectrofotômetro

- Para medidas de rotina não é necessário o uso de um espectrofotômetro; um fotômetro com um filtro com uma largura de banda estreita ($\pm 10\text{nm}$) é adequado

Células de vidro

- Células de 10 mm de percurso óptico.
- As células devem ser selecionadas de tal modo que duas células cheias de água destilada, comparadas entre si, tenham uma absorvância zero.

Refractômetro

- Utilizado para medir a concentração da solução (°Bx).

Funil Büchner

Kitassatos

- de 250cm³ ou 500cm³.

Membranas filtrantes de 0.45 μ

Equipamento de filtração por membrana

- incluindo suporte de filtro e funil.

Papel de filtro

Aparelho de pH

5. Reagentes

- Terra de diatomáceas

6. Método de Trabalho

6.1 - Preparação da amostra:

6.1.1. - As soluções de açúcar ou diluições de xaropes são feitas com água destilada sem aquecimento.

A concentração é variável dependente da amostra a ser testada mas deve ser tal que permita uma filtração razoável e tendo em conta o percurso óptico da célula a utilizar (10 mm).

A solução diluída é filtrada por uma camada de terra diatomácea e em certos casos posteriormente por membrana filtrante (ver Anexo I).

Para certos produtos em que não seja praticável a filtração por membrana filtrante a solução pode ser filtrada através de filtro microfibras de vidro (Whatman GF/C ou equivalente).

Rejeitar a 1ª parte do filtrado.

Acertar a $\text{pH} = 7,0 \pm 0,2$ com soluções diluídas de ácido clorídrico ou soda cáustica.

6.1.2. - Para produtos extremamente escuros como por exemplo melaços a preparação da solução a ser lida no espectrofotómetro exige uma diluição suplementar.

Neste caso faz-se uma diluição da amostra de 15 a 20 Bx.

Procede-se como em 6.1.1. filtrando a solução por terra diatomácea e ajustando o pH a $7,0 \pm 0,2$.

Pipeta-se uma alíquota desta solução, 10 cm³, para um balão volumétrico de 100 cm³.

Completa-se ao traço com água destilada.

Ler a absorvância desta solução diluída no espectrofotómetro.

Determinar a concentração (Bx) da solução antes da diluição a 10 % por refractometria.

6.2 - Medição da cor

Antes de encher a célula destinada à amostra, passá-la com a solução, pelo menos duas vezes.

Encher a célula com a solução de açúcar. Caso a solução apresente estrias, homogeneizar por agitação.

Colocar a célula da amostra no espectrofotómetro, tendo o cuidado de verificar se as janelas estão bem limpas.

Efectuar a leitura da absorvância a 420 nm.

6.3 - Ler a concentração da solução em análise, no refractómetro.

7. Cálculos e Expressão dos Resultados

7.1 - Cálculos:

7.1.1. - Para uma temperatura da solução diferente de 20°C e se pretender um maior rigor na determinação utilizar a Tabela II do Anexo II para corrigir o valor de Brix.

Com base na Tabela II do Anexo II converte-se a concentração em (g/100g) para (g/100cm³), tendo como entrada a concentração da solução em (°Bx). Em seguida, calcula-se a cor do açúcar em solução utilizando a fórmula (2) referida em 1.

$$\text{Cor (U.I.)} = 1000 \times a_s \quad (2)$$

7.1.2. - No caso de se trabalhar com a solução diluída a 10 %

$$a_s = \frac{A_s}{b \times c}$$

em que:

A_s - absorvância da solução diluída

c - concentração da solução (g/cm³) antes da diluição

$$\text{Cor (U.I.)} = 10 \times 1000 \times a_s \quad (3)$$

8. Referências Bibliográficas

Sugar Analysis ICUMSA Methods - F. Schneider, 1979.

ICUMSA, Abril 1994.

Anexo III – Determinação do pH

INSTRUÇÃO DE TRABALHO



DETERMINAÇÃO DO pH

Documento N.º: 20.260.40.42
Edição N.º 02

Data de Aprovação: 28.02.2016
Data de Revisão: 28.02.2016

1. Introdução

O método de medição por potenciometria é aplicável para a determinação do pH em todos os produtos na refinaria.

2. Princípio do Método

Depois de calibração com soluções tampão, os eléctrodos são bem passados por água destilada e imersos na solução de açúcar. Ao fim de cerca de 5 minutos faz-se a leitura do valor do pH.

3. Equipamento e Material de Laboratório

3.1. - Aparelho de medição de pH

Para determinações que exijam grande rigor o aparelho deve ter uma precisão de $\pm 0,01$ pH.

3.2. - Eléctrodo de vidro combinado

4. Reagentes

4.1. - Solução de Cloreto de Potássio KCl 3M

4.2. - Solução Tampão pH = 7

Esta solução pode ser preparada a partir de soluções concentradas segundo as instruções do fabricante.

Podem também ser adquiridas soluções tampão padrão já preparadas.

4.3. - Solução Tampão pH = 9

Esta solução pode ser preparada a partir de soluções concentradas segundo as instruções do fabricante.

Podem também ser adquiridas soluções tampão padrão já preparadas.

5. Método de Trabalho

5.1. Verificar se o aparelho está calibrado.

A determinação do pH é feita imergindo o eléctrodo na solução da amostra.

INSTRUÇÃO DE TRABALHO



DETERMINAÇÃO DO pH

Documento N.º: 20.260.40.42
Edição N.º 02

Data de Aprovação: 28.02.2016
Data de Revisão: 28.02.2016

Faz-se a leitura ao fim de pelo menos 5 minutos. Se no fim deste tempo o valor de pH não estiver estabilizado esperar até obter uma leitura constante.

5.2. O pH das soluções de açúcares sólidos deve ser lido a uma concentração de cerca de 50 % m/m.

O pH dos xaropes da refinaria devem ser lidos à concentração tal qual, excepto produtos de viscosidade muito elevada (neste caso são diluídos a 40 - 45 Bx).

5.3. É essencial passar bem o eléctrodo por água destilada entre as determinações de pH das várias amostras.

Quando o eléctrodo não está a ser utilizado deve ficar imerso em água destilada.

6. Cálculos e Expressão dos Resultados

O resultado pode ser expresso a 0,1; 0,05 ou 0,01 pH conforme a precisão requerida.

7. Referências Bibliográficas

F. Schneider Ed. 1979 Sugar Analysis - ICUMSA Methods

Anexo IV – Determinação da Cinza Condutivimétrica

INSTRUÇÃO DE TRABALHO



DETERMINAÇÃO DE CINZA CONDUTIVIMÉTRICA DE PRODUTOS EM PROCESSO

Documento N.º: 20.260.40.25

Edição N.º 02

Data de Aprovação: 28.02.2016

Data de Revisão: 28.02.2016

1. Introdução

O método geralmente utilizado para determinação da cinza condutivimétrica em produtos em processo é um método desenvolvido pela TLS (Tate & Lyle Sugars).

2. Campo de Aplicação

Só para produtos em processo - xaropes e açúcares.

3. Princípio do Método

Mede-se a condutividade específica de uma solução de açúcar ou xarope a uma concentração determinada. O valor medido é multiplicado por um factor apropriado para se obter o valor da cinza condutivimétrica.

4. Equipamento e Material de Laboratório

4.1. - Condutivímetro

4.2. - Balão volumétrico, de 100, 500 e 1000 cm³

4.3. - Pipetas volumétricas, de 10, 20, 50 e 100 cm³

4.4. - Balança analítica, com leitura a 0,1 mg

4.5. - Balança de precisão, com leitura a 0,1 g

5. Reagentes

5.1. - Água Destilada ou Desionizada:

A condutividade não deve exceder 2 µ S/cm.

5.2. - Solução de Cloreto de Potássio 0,01 mol/dm³:

Pesar 745,5 mg de cloreto de potássio, previamente desidratado a 500 °C.

Dissolver em água (5.1.) e levar a 1000 cm³ num balão volumétrico.

Podem ser adquiridas soluções padrão com esta concentração.

DETERMINAÇÃO DE CINZA CONDUTIVIMÉTRICA DE PRODUTOS EM PROCESSO

Documento Nº: 20.260.40.25

Edição N.º 02

Data de Aprovação: 28.02.2016

Data de Revisão: 28.02.2016

5.3. - Solução de Cloreto de Potássio 0,0002 mol/dm³:

Pipetar 20 cm³ de solução de KCl 0,01 mol/dm³ para um balão volumétrico de 1000 dm³ e completar o volume com a água desionizada.

Esta solução tem uma condutividade de $26,6 \pm 0,3 \mu\text{S/cm}$ a 20 °C (depois de deduzida a condutividade específica da água utilizada).

6. Calibração do Equipamento

Ver 20.260.40.07.

7. Método de Trabalho

Prepara-se uma solução a 28% peso de matéria seca % peso da solução por pesagem ou diluição do produto em análise.

Faz-se a leitura no ~~condutímetro~~ regulando convenientemente a constante da célula e o coeficiente de temperatura (2,6%) para solução de açúcar a esta concentração.

8. Cálculos e Expressão dos Resultados

8.1. A cinza é calculada multiplicando a condutividade específica por um ~~factor~~ apropriado que aumenta de 0,000576 a 0,000682 para um teor de cinza de 1,20 %.

Estes ~~factores~~ foram determinados experimentalmente pela TLS e são válidos ~~especificamente~~ para os produtos TLS.

A relação condutividade/cinza para soluções a 28 Bx é dada na Tabela 1 em anexo.

A tabela é considerada pela TLS precisa até teores de cinza de 1,20 %.

Os valores apresentados nesta tabela para teores de cinza superiores são considerados pela TLS valores aproximados.

8.2. Para alguns produtos, nomeadamente xarope bruto e xarope carbonatado filtrado o valor de cinza não corresponde à relação dada pela tabela.

Utilizam-se por isso ~~factores de correcção~~ para determinar o valor da cinza. O resultado da tabela é multiplicado pelo ~~factor~~ apropriado:

DETERMINAÇÃO DE CINZA CONDUTIVIMÉTRICA DE PRODUTOS EM PROCESSO

Documento Nº: 20.260.40.25

Edição N.º 02

Data de Aprovação: 28.02.2016

Data de Revisão: 28.02.2016

- para xarope bruto 1,20
- para xarope carbonatado filtrado 1,10

8.3. A correção da temperatura, sempre que a condutividade não for lida a 20°C, a aplicar é:

- Aditiva + 2,6 % por °C para temperaturas inferiores a 20 °C
- Subtrativa - 2,6 % por °C para temperaturas superiores a 20 °C

9. Referências Bibliográficas

- Método ICUMSA GS2/3/9-17 (2011)

- Thames Procedure – Conductivity Ash

DETERMINAÇÃO DE CINZA CONDUTIVIMÉTRICA DE PRODUTOS EM PROCESSO

Documento Nº: 20.260.40.25

Edição N.º 02

Data de Aprovação: 28.02.2016

Data de Revisão: 28.02.2016

10. Anexos

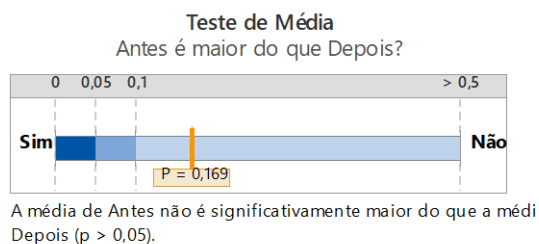
ANEXO

Tabela I - Relação condutividade específica/cinza para soluções a 28 % sólidos

Cinza %	$\mu\text{S cm}^{-1}$	Cinza %	$\mu\text{S cm}^{-1}$	Cinza %	$\mu\text{S cm}^{-1}$	Cinza %	$\mu\text{S cm}^{-1}$
.0010	1.7	.045	78	.40	694	3.2	4381
.0015	2.6	.050	87	.41	712	3.4	4663
.0020	3.5	.060	104	.42	729	3.6	4908
.0025	4.3	.070	122	.43	747	3.8	5167
.0030	5.2	.080	139	.44	764	4.0	5417
.0035	6.1	.090	156	.45	781	4.2	5666
.0040	6.9	.10	174	.46	799	4.4	5911
.0045	7.8	.11	191	.47	815	4.6	6161
.005	8.7	.12	208	.48	833	4.8	6373
.006	10.4	.13	226	.49	848	5.0	6651
.007	12.2	.14	243	.50	863	5.2	6891
.008	13.9	.15	260	.55	935	5.4	7155
.009	15.6	.16	278	.60	1005	5.6	7395
.010	17.4	.17	295	.65	1075	5.8	7649
.011	19.1	.18	313	.70	1140	6.0	7885
.012	20.8	.19	330	.75	1210	6.2	8134
.013	22.6	.20	347	.80	1270	6.4	8379
.014	24.3	.21	365	.85	1335	6.6	8620
.015	26.0	.22	382	.90	1396	6.8	8865
.016	27.8	.23	399	.95	1454	7.0	9105
.017	29.5	.24	417	1.00	1514	7.2	9364
.018	31.3	.25	434	1.10	1630	7.4	9599
.019	33.0	.26	451	1.20	1760	7.6	9854
.020	34.7	.27	469	1.30	1906	7.8	10094
.021	36.5	.28	486	1.40	2053	8.0	10344
.022	38.2	.29	503	1.50	2199	8.2	10602
.023	39.9	.30	521	1.60	2346	8.4	10838
.024	41.7	.31	538	1.70	2493	8.6	11088
.025	43.4	.32	556	1.80	2639	8.8	11337
.026	45.1	.33	573	1.90	2786	9.0	11578
.027	46.9	.34	590	2.00	2933	9.2	11832
.028	48.6	.35	608	2.20	3208	9.4	12044
.029	50.4	.36	625	2.40	3425	9.6	12289
.030	52.1	.37	642	2.60	3748	9.8	12520
.035	61	.38	660	2.80	4007	10.0	12761
.040	69	.39	677	3.00	4183	10.2	13006

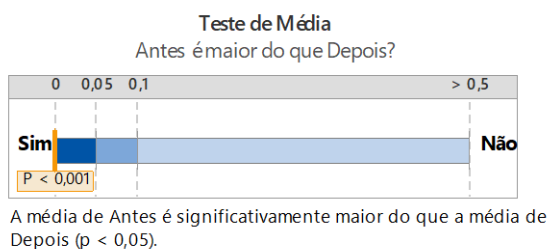
Anexo V –Temperaturas do Sistema de Transporte depois das Melhorias

Neste anexo são apresentados os Testes-t para 2 amostras realizados de modo a verificar se houve diferenças significativas nas Temperatura do sistema de transporte, antes e depois das melhorias, com um nível de confiança de 95%.



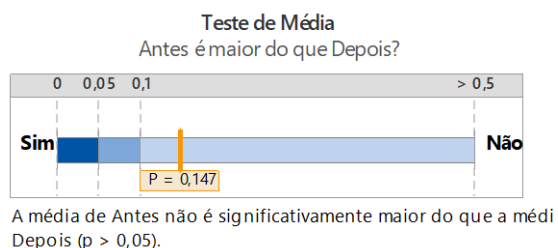
Estatísticas	Antes	Depois
Tamanho amostral	36	28
Média	45,867	44,636
Limite inferior de 95	44,16	43,314
Desvio padrão	6,0596	4,1048

Figura V. 1: Teste-t de 2 amostras para a temperatura do AAA no peneiro, antes e depois das melhorias.



Estatísticas	Antes	Depois
Tamanho amostral	36	27
Média	48,683	44,448
Limite inferior de 95	47,48	43,611
Desvio padrão	4,2806	2,5506

Figura V. 2: Teste-t de 2 amostras para a temperatura do AAA no silo, antes e depois das melhorias.



Estatísticas	Antes	Depois
Tamanho amostral	34	26
Média	45,347	44,4
Limite inferior de 95	44,09	43,548
Desvio padrão	4,3207	2,5442

Figura V. 3: Teste-t de 2 amostras para a temperatura do AAA na ishida, antes e depois das melhorias.

Anexo VI –Temperaturas do Sistema de Transporte depois da Substituição dos Filtros.

Neste anexo são apresentados os Testes-t para 2 amostras realizados de modo a verificar se houve diferenças significativas nas Temperatura do sistema de transporte, antes e depois da substituição dos filtros, com um nível de confiança de 99%.

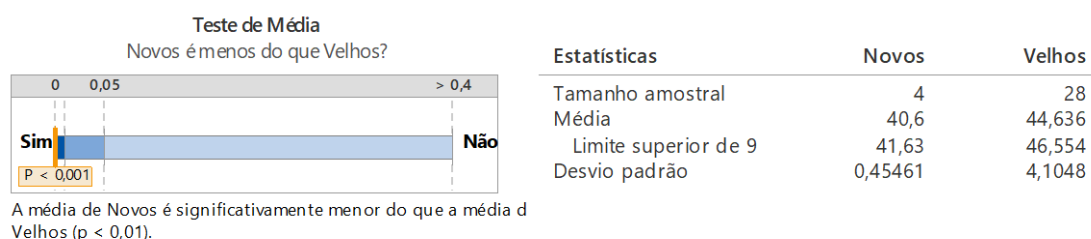


Figura VI. 1: Teste-t de 2 amostras para a temperatura do AAA no peneiro, antes e depois da substituição dos filtros.

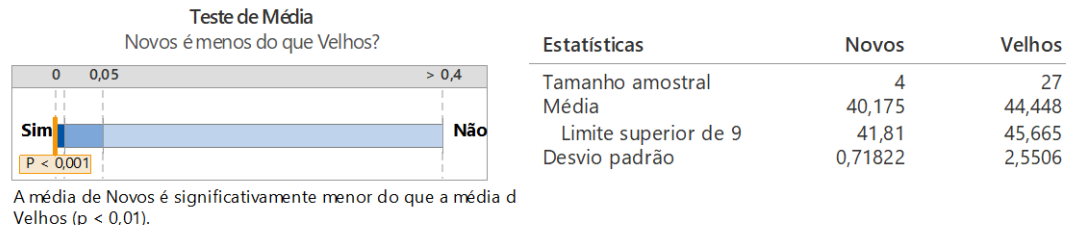


Figura VI. 2: Teste-t de 2 amostras para a temperatura do AAA no silo, antes e depois da substituição dos filtros.

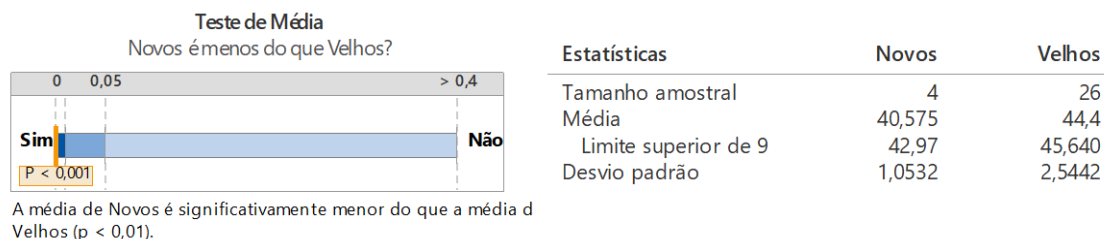


Figura VI. 3: Teste-t de 2 amostras para a temperatura do AAA na ishida, antes e depois da substituição dos filtros.

Anexo VII– Teste-t para as Métricas de Equilíbrio

Neste anexo são apresentados os Testes-t para 2 amostras realizados de modo a verificar se houve diferenças significativas nas Métricas de Equilíbrio, antes e depois das melhorias, com um nível de confiança de 95%.

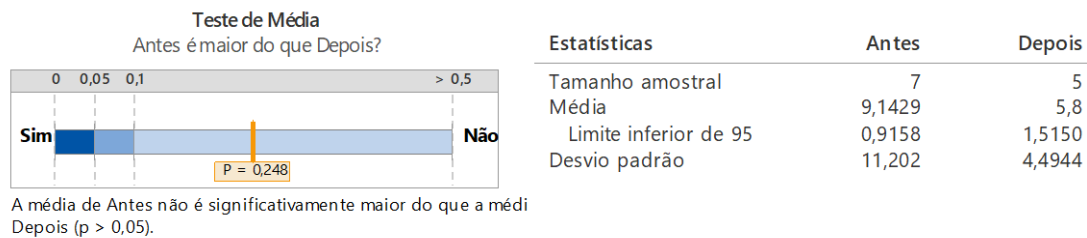


Figura VII. 1: Teste t de 2 amostras para a quantidade de *Big Bags*, antes e depois das melhorias.

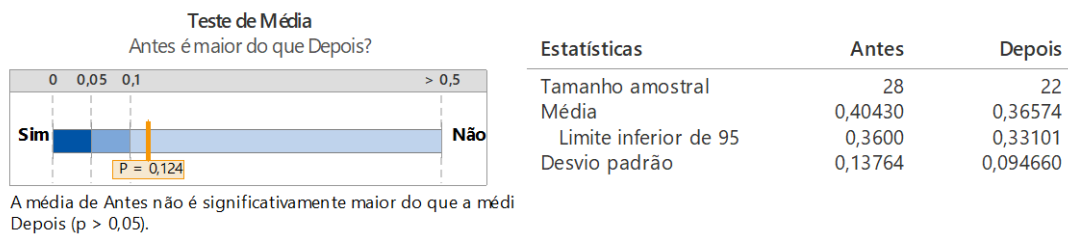


Figura VII. 2: Teste-t de 2 amostras para o OEE, antes e depois das melhorias.

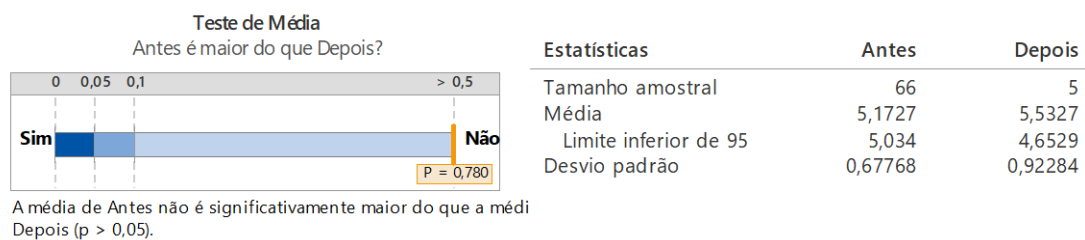


Figura VII. 3: Teste-t de 2 amostras para a quantidade de AAA embalado por cozedura, antes e depois das melhorias.

Anexo VIII– Perfil de Secagem

Para a determinação do melhor perfil de secagem, analisou-se a variação da pressão manométrica com tempo, durante várias secagens. E, definiu-se que a melhor perfil de secagem seria aquele que secasse o AAA com menor média de torrões por pacote de 1Kg.

O melhor perfil de secagem está apresentado na Figura VIII.1, onde em média havia 4.83% de torrões de AAA por pacote, o mínimo atingido na fase de Melhorar.

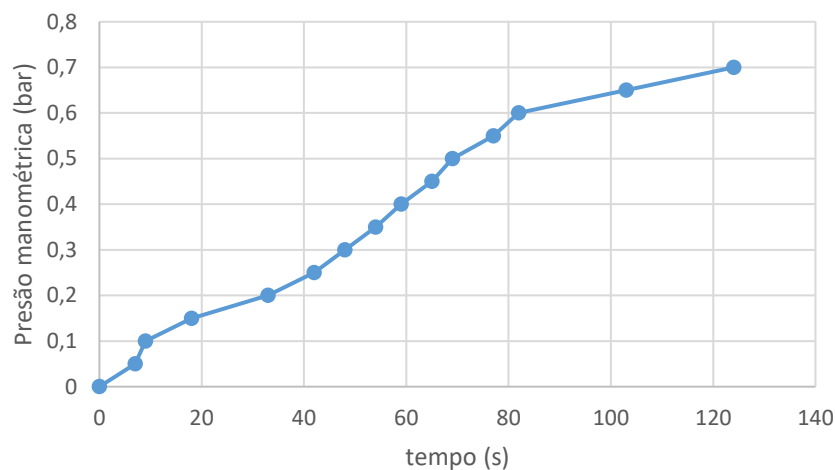


Figura VIII. 1: Pressão manométrica do Areador em função do tempo.

Este perfil será a curva a ser considerada para a automatização do Areador, isto é, a válvula automática de vazio será programada para que esta abra de acordo com esta curva.