UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE PRODUÇÃO

# ANÁLISE DO SISTEMA DE MEDIÇÃO E DE FATORES DO ÂNGULO DE REPOUSO EM FERTILIZANTES

ISABEL SANTANA BORGES FERREIRA

Catalão – GO
2019

PRPG

UFG

**TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO PARA DISPONIBILIZAR VERSÕES ELETRÔNICAS DE TESES E DISSERTAÇÕES NA BIBLIOTECA DIGITAL DA UFG**

Na qualidade de titular dos direitos de autor, autorizo a Universidade Federal de Goiás (UFG) a disponibilizar, gratuitamente, por meio da Biblioteca Digital de Teses e Dissertações (BDTD/UFG), regulamentada pela Resolução CEPEC nº 832/2007, sem ressarcimento dos direitos autorais, de acordo com a Lei nº 9610/98, o documento conforme permissões assinaladas abaixo, para fins de leitura, impressão e/ou *download*, a título de divulgação da produção científica brasileira, a partir desta data.

**1. Identificação do material bibliográfico:** **[ x ] Dissertação** **[ ] Tese**

**2. Identificação da Tese ou Dissertação:**

Nome completo do autor: Isabel Santana Borges Ferreira

Título do trabalho: Análise do Sistema de Medição e de Fatores do Ângulo de Repouso em Fertilizantes

**3. Informações de acesso ao documento:**

Concorda com a liberação total do documento [ x ] SIM [ ] NÃO[1]

Havendo concordância com a disponibilização eletrônica, torna-se imprescindível o envio do(s) arquivo(s) em formato digital PDF da tese ou dissertação.

Assinatura do(a) autor(a)[2]

Ciente e de acordo:

Assinatura do(a) orientador(a)[2]

Data: 16 / 10 / 2019

[1] Neste caso o documento será embargado por até um ano a partir da data de defesa. A extensão deste prazo suscita justificativa junto à coordenação do curso. Os dados do documento não serão disponibilizados durante o período de embargo.
Casos de embargo:
- Solicitação de registro de patente;
- Submissão de artigo em revista científica;
- Publicação como capítulo de livro;
- Publicação da dissertação/tese em livro.

[2] A assinatura deve ser escaneada.

Versão atualizada em setembro de 2017.

# ANÁLISE DO SISTEMA DE MEDIÇÃO E DE FATORES DO ÂNGULO DE REPOUSO EM FERTILIZANTES

**ISABEL SANTANA BORGES FERREIRA**

**Dissertação** apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia de Produção da Universidade Federal de Goiás, como parte dos requisitos para obtenção do título de **MESTRE EM ENGENHARIA DE PRODUÇÃO.**

Área de Concentração: Engenharia de Operações e Processos Industriais.

**Orientador**: Prof. Dr. Rogério Santana Peruchi

**Catalão – GO**
**2019**

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do
Programa de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da UFG.

Ferreira, Isabel Santana Borges
Análise do Sistema de Medição e de Fatores do Ângulo de Repouso em Fertilizantes [manuscrito] / Isabel Santana Borges Ferreira. - 2019.
70 f.: il.

Orientador: Prof. Dr. Rogério Santana Peruchi; co-orientador Dr. Nilson José Fernandes.
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Goiás, Unidade Acadêmica Especial de Engenharia e Administração, Catalão, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Produção, Catalão, 2019.
Bibliografia.
Inclui siglas, abreviaturas, tabelas, lista de figuras, lista de tabelas.

1. Repetitividade. 2. Reprodutividade. 3. Ângulo de Repouso . 4. Fertilizantes. I. Peruchi, Rogério Santana, orient. II. Título.

CDU 658.5

UFG

UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS

UNIDADE ACADÊMICA ESPECIAL DE ENGENHARIA

**ATA DE DEFESA DE DISSERTAÇÃO**

Ata nº 013 da sessão de Defesa de Dissertação de **ISABEL SANTANA BORGES FERREIRA**, que confere o título de Mestra em **ENGENHARIA DE PRODUÇÃO**, na área de concentração em **ENGENHARIA DE OPERAÇÕES E PROCESSOS INDUSTRIAIS**.

Ao/s **dezenove dias do mês de setembro do ano de dois mil e dezenove**, a partir da(s) **13h e 30 min**, na **sala do mestrado em Engenharia de Produção** da **Unidade Acadêmica Especial de Engenharia**, realizou-se a sessão pública de Defesa de Dissertação intitulada **"ANÁLISE DO SISTEMA DE MEDIÇÃO E DE FATORES DO ÂNGULO DE REPOUSO EM FERTILIZANTES"**. Os trabalhos foram instalados pelo(a) Orientador, Professor Doutor **ROGÉRIO SANTANA PERUCHI (PPGEP)** com a participação dos demais membros da Banca Examinadora: Coorientador, Professor Doutor **NILSON JOSÉ FERNANDES (PPGEP)**, Professor Doutor **MARCO PAULO GUIMARÃES (PPGEP)** , membro titular interno; Professor Doutor **PAULO ROTELA JUNIOR (UFPB)**, membro titular externo, **cuja participação ocorreu através de videoconferência**. Durante a arguição os membros da banca **não fizeram** sugestão de alteração do título do trabalho. A Banca Examinadora reuniu-se em sessão secreta a fim de concluir o julgamento da Dissertação, tendo sido a candidata **aprovada** pelos seus membros. Proclamados os resultados pelo Professor Doutor **ROGÉRIO SANTANA PERUCHI**, Presidente da Banca Examinadora, foram encerrados os trabalhos e, para constar, lavrou-se a presente ata que é assinada pelos Membros da Banca Examinadora, aos dezenove dias do mês de setembro de dois mil e dezenove.

TÍTULO SUGERIDO PELA BANCA

**Título proposto pelo discente mantido**

Documento assinado eletronicamente por **Rogério Santana Peruchi, Usuário Externo**, em 19/09/2019, às 18:43, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015.

Documento assinado eletronicamente por **Paulo Rotella Junior, Usuário Externo**, em 19/09/2019, às 19:38, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015.

Documento assinado eletronicamente por **Marco Paulo Guimarães, Chefe**, em 23/09/2019, às 15:24, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015.

Documento assinado eletronicamente por **Nilson José Fernandes, Professor do Magistério Superior**, em 24/09/2019, às 17:24, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015.

A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://sei.ufg.br/sei/controlador_externo.php?

*Aos meus pais e marido,*
*pelo incentivo e apoio.*

# AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, professor Rogério Santana Peruchi e coorientador professor Nilson José Fernandes, pelas horas de dedicação para tornar realidade este trabalho. Aos integrantes da equipe de experimentos que contribuíram para a realização desta pesquisa e agradecimento individual à agência de fomento (FAPEG), pela bolsa de estudos que contribuiu de forma decisiva para a conclusão desta dissertação.

FERREIRA, I. S. B. **Análise do Sistema de Medição e de Fatores do Ângulo de Repouso em Fertilizantes.** 70p. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Goiás, Catalão, GO. 2018.

# RESUMO

Esta dissertação apresenta um estudo estatístico e experimental para analisar o sistema de medição do ângulo de repouso em fertilizantes de diferentes granulometrias (1,5 mm < $d_{50}$ < 5 mm) e também analisa a influência da granulometria, altura e barras laterais na medição do ângulo. Na indústria de fertilizantes, o ângulo de repouso é um importante parâmetro de projeto para equipamentos diversos. Tal ângulo é utilizado ainda para inferir o grau de fluidez do fertilizante. Devido a sua importância, existem diferentes métodos para determinação desse ângulo de repouso na literatura, porém os métodos apresentam muitas vezes valores diferentes e não padronizados. Diante disso, o objetivo dessa dissertação consiste em validar o sistema de medição a partir do estudo de Repetitividade e Reprodutividade (R&R), de um aparato técnico construído para medir o ângulo de repouso de fertilizantes. O aparato foi construído baseado na técnica do funil fixo e a medição do ângulo foi realizada através da análise de imagens fotográficas usando o software de computador “Image J”. Para os experimentos foram selecionados 3 (três) operadores e separadas 10 (dez) amostras que continham diferentes granulometrias. Com a aplicação do estudo foi possível identificar que o método inicial proposto apresentou uma grande variação, sendo classificado como inaceitável. Após investigação das causas de variação e alteração do procedimento operacional padrão, um novo resultado foi alcançado e o índice do sistema de medição que anteriormente apresentava uma variação elevada de 59,93% foi reduzido para 4,82%. E com relação aos fatores de processo investigados, utilizando técnicas estatísticas da análise de regressão linear múltipla, concluiu-se que todos eles (granulometria, altura e barras laterais) influenciam o valor do ângulo de repouso.

Palavras-chave: Repetitividade, Reprodutividade, Ângulo de Repouso e Fertilizantes.

FERREIRA, I. S. B**. Analysis of the Measurement System and Rest Angle Factors in Fertilizers**. 70p. Master Thesis, Federal University of Goiás, Catalão, GO. 2018.

# ABSTRACT

This dissertation presents a statistical study and experimental study to analyze the rest angle measurement system in fertilizers of different particle sizes (1.5 mm <$d_{50}$ <5 mm) and also analyzes the influence of particle size, height and side bars on the angle measurement. In the fertilizer industry, the angle of repose is an important design parameter for various equipment. This angle is also used to infer the degree of fluidity of the fertilizer. Due to its importance, there are different methods for determining this angle of repose in the literature, but the methods often have different and non-standard values. Therefore, the objective of this dissertation is to validate the measurement system based on the Repeatability and Reproductivity (R&R) study, of a technical apparatus built to measure the angle of repose of fertilizers. The apparatus was built based on the fixed funnel technique and the angle measurement was performed by analyzing photographic images using the “Image J” computer software. For the experiments were selected 3 (three) operators and separated 10 (ten) samples that contained different particle size. With the application of the study it was possible to identify that the proposed initial method presented a great variation, being classified as unacceptable. After investigating the causes of variation and change in the standard operating procedure, a new result was achieved and the measurement system index that previously had a high variation of 59.93% was reduced to 4.82%. And regarding the process factors investigated, using statistical techniques of multiple linear regression analysis, it was concluded that all of them (particle size, height and side bars) influence the rest angle value.

**Keywords**: Repeatability, Reproducibility, Rest Angle and Fertilizers.

# LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Principais métodos de Train para determinar o ângulo de repouso..... 19
Figura 2 - Determinação do ângulo de repouso através do método do funil..... 20
Figura 3 - Ângulo de repouso formado através do método do funil..... 20
Figura 4 - Aparato experimental desenvolvido por Geldart et al. (2006)..... 21
Figura 5 - Esquema do aparato desenvolvido para medir ângulo de repouso de materiais agrícolas desenvolvido por Chukwu e Akande (2007)..... 21
Figura 6 - Aparato experimental desenvolvido por Grasselli e Hermmann (1997)..... 22
Figura 7 - Aparato experimento proposto por Zhou et al. (2002)..... 22
Figura 8 - Determinação do ângulo de repouso estático através da metodologia do cilindro oco (YANG et al., 2017)..... 23
Figura 9 - Representação gráfica da metodologia de regressão..... 29
Figura 10 - Fluxograma com o passo a passo da análise estatística para validar os sistemas de medição do ângulo de repouso..... 33
Figura 11 - Fluxograma com o passo a passo da análise estatística da regressão linear... 34
Figura 12 - Aparato Experimental..... 39
Figura 13 - Amostras utilizadas no experimento..... 40
Figura 14 - Média do ângulo de repouso por amostras e por operador..... 43
Figura 15 - Carta R Chart por operador..... 44
Figura 16 - Possíveis problemas de interpretação de uma pilha..... 44
Figura 17 - Desvios observados no experimento..... 45
Figura 18 - Linha reta traçada para medição..... 46
Figura 19 - Linha da base traçada para medição..... 47
Figura 20 - Altura da linha da base traçada para medição..... 47
Figura 21 - Média do ângulo de repouso por amostras e por operador após melhorias..... 50
Figura 22 - Carta R Chart por operador após melhorias..... 50
Figura 23 - Aparatos Experimentais utilizados na pesquisa..... 52
Figura 24 - Teste de Normalidade dos Resíduos..... 55
Figura 25 - Gráfico de efeitos principais para a variável de resposta..... 55
Figura 26 - Gráfico de interação dos fatores analisados..... 56

# LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Análise da tabela de variação para o arranjo aninhado..... 17
Tabela 2 - Fatores que influenciam o ângulo de repouso..... 25
Tabela 3 - Análise da tabela de variação para o arranjo aninhado..... 28
Tabela 4 - Critérios de aceitação para o sistema de medição ..... 29
Tabela 5 - Dados do experimento GR&R..... 41
Tabela 6 - Índice de classificação do sistema de medição..... 42
Tabela 7 - Análise de variância ANOVA..... 43
Tabela 8 - Dados do experimento GR&R após melhoria do procedimento..... 48
Tabela 9 - Índice de classificação do sistema de medição após melhoria..... 49
Tabela 10 - Análise de variância ANOVA após melhorias..... 49
Tabela 11 - Dados do experimento de caracterização..... 52
Tabela 12 - ANOVA para o modelo estimado..... 53
Tabela 13 - Sumário do modelo estimado..... 54
Tabela 14 - Coeficientes Codificados do modelo estimado..... 54

# LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AIAG - Automotive Industry Action Group

ANOVA - Método Análise de Variância

GR&R - Estudo de Repetitividade e Reprodutividade do Instrumento de Medição *(Gage Repeatability and Reproducibility)*

MSA - Análise do sistema de medição *(Measurement System Analysis)*

R&R - Repetitividade e Reprodutividade *(Repeatability and Reproducibility)*

SM - Sistema de medição

# SUMÁRIO

**CAPÍTULO 1** ..... 15
**INTRODUÇÃO** ..... 15
1.1 Contextualização da pesquisa ..... 15
1.2 Justificativa da pesquisa ..... 16
1.3 Objetivo geral e específicos ..... 17
1.4 Contribuições científicas ..... 18
1.5 Limitações da pesquisa ..... 18
1.6 Estrutura da dissertação ..... 18
**CAPÍTULO 2** ..... 20
**FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA** ..... 20
2.1 Fertilizantes ..... 20
2.2 Ângulo de Repouso ..... 21
2.3. Estudo de Repetitividade e Reprodutividade com Arranjos Aninhados ..... 31
2.4. Regressão Linear Simples ..... 33
2.5. Regressão Linear Múltipla ..... 34
**CAPÍTULO 3** ..... 36
**MÉTODO PROPOSTO DE PESQUISA** ..... 36
3.1 Experimento para validar o sistema de medição ..... 37
3.2 Experimento para caracterizar o comportamento do ângulo de repouso ..... 38
**CAPÍTULO 4** ..... 42
**ANÁLISE DE RESULTADOS** ..... 42
4.1 Experimento para validar o sistema de medição ..... 42
4.1.1. Detalhamento do estudo experimental ..... 42
4.1.2. Análise estatística das medições do ângulo de repouso ..... 46
4.1.3. Conclusões e Recomendações ..... 48
4.1.4. Novo estudo experimental ..... 49
4.2 Experimento para caracterizar o comportamento do ângulo de repouso ..... 55
4.2.1. Detalhamento do estudo experimental ..... 55
4.2.2. Análise estatística das medições do ângulo de repouso ..... 57
4.2.3. Conclusões e Recomendações ..... 61
**CAPÍTULO 5** ..... 62

**CONCLUSÃO** ..... 62
**REFERÊNCIAS** ..... 64

# CAPÍTULO 1

# INTRODUÇÃO

## 1.1 Contextualização da pesquisa

Materiais granulares podem ser entendidos como matérias-primas que consistem em partículas sólidas exibindo uma composição granulométrica específica (WOJCIK et al, 2018). Esses materiais são de grande importância em muitos processos industriais e naturais, no entanto seu comportamento é complexo e ainda é pouco compreendido (RICHARD et al., 2005). Os desafios de manuseio de materiais granulares surgem quando os materiais são agitados, pois eles não se comportam como materiais estáveis e sólidos (KOU et al., 2017). Além disso, a distribuição de tensões em materiais granulares não é uniformemente distribuída ao longo das cadeias de força (PETERS et al., 2005), as quais dependem dos contatos entre as partículas e do arranjo de empacotamento para se estabilizar. A fluidez desses materiais granulares depende de um conjunto de parâmetros, um dos principais é o ângulo de repouso (SCHULZE, 2007). O ângulo de repouso é fisicamente definido como a inclinação medida na base de uma pilha de sólidos granulares, não compactados, após o escoamento (SCHULZE, 2007).

No setor da indústria de fertilizantes o ângulo de repouso de materiais granulares tem sido amplamente estudado, pois é um parâmetro macroscópico muito importante na caracterização da fluidez desses materiais (ZHIGUO et al., 2013). Chukwu e Akande (2007) afirmam que o valor do ângulo de repouso afeta o comportamento de um determinado material granular durante o transporte e a descarga, por isso é considerado um fator decisivo no projeto de transportadores e silos. O ângulo de repouso também é necessário para se projetar a

capacidade de armazenamento e a fabricação de tremonhas, calhas, entre outros. A revisão da literatura indica que o ângulo de repouso pode ser utilizado também em diferentes outros campos, como na agricultura (para a concepção de silos), farmacologia (na determinação de produção de droga e fluidez), geologia (para a avaliação e monitoramento de dunas de areia e formações granulares), manuseio de materiais a granel, mineração, engenharia civil e calibração de modelos numéricos (BEAKAWI e BAGHABRA, 2018).

## 1.2 Justificativa da pesquisa

Devido à importância do ângulo de repouso para a indústria de fertilizantes e também para diversos outros campos, existem diferentes métodos para determinação deste. Beakawi e Baghabra (2018) citam 05 (cinco) diferentes métodos para determinar o ângulo de repouso fisicamente: (1) método de caixa basculante, (2) método de funil fixo, (3) método de cilindro / tambor giratório, (4) método do cilindro oco, e (5) método do cilindro basculante. Mesmo existindo diferentes métodos e diretrizes disponíveis na literatura, esses métodos não são padronizados (RACKL et al., 2017).

Rousé (2014) comparou diferentes métodos para medir o ângulo de repouso de seis diferentes tipos de solos granulares. Os resultados obtidos neste estudo mostraram que cada método produziu valores diferentes, portanto o método usado para medir o ângulo de repouso de determinado material granular afeta significamente o seu valor, devendo ser escolhido conforme o objetivo específico definido. Já Rackl e Hanley (2017) observaram que dentro de um mesmo método, consideráveis variações e problemas podem ocorrer com relação à repetibilidade (isto é, o erro entre duas medições realizadas por um operador nas mesmas condições) e reprodutibilidade (ou seja, o erro entre duas medições realizadas por diferentes operadores em diferentes laboratórios nas mesmas condições). E ainda segundo Wojcik et. al. (2018) não há um método universal pelo qual o ângulo de repouso pode ser medido. Por isso esse assunto é de interesse de numerosos pesquisadores, pois o comportamento de um material granular deve ser sempre pesquisado e verificado sob distintas condições de operação. Embora a medição do ângulo de repouso seja bastante simples, pequenas diferenças nas condições da amostra ou do método de medição podem levar a resultados distorcidos, podendo provocar impactos negativos, físicos e financeiros (BEAKAWI e BAGHABRA, 2018).

Diante desse contexto da falta de padronização na forma de medição, das dificuldades para se definir o melhor método e das variações observadas dentro de um mesmo método, vale então destacar a importância da análise do sistema de medição (MSA - Measurement

System Analysis). A MSA é uma das mais importantes ferramentas de qualidade utilizadas para avaliar a adequação da variação do medidor, a fim de garantir a qualidade do sistema de medição e produtos relacionados (SAIKAEW, 2018). Dentre os estudos do MSA, merece destaque o estudo de Repetitividade e Reprodutividade (R&R). Nos estudos de R&R, o dispositivo de medição é usado para medir repetidas vezes as amostras de um produto (PERUCHI et al., 2014). A repetitividade é a variação nas medições obtidas com um instrumento de medição quando usado diversas vezes por um avaliador que mede a mesma característica em uma mesma peça. A reprodutividade é tipicamente definida como a variação na média das medições feitas por diferentes avaliadores usando o mesmo instrumento de medição para medir a mesma característica em uma mesma peça (AL-REFAIE e BATA, 2010; BURDICK et al., 2003; MAJESKE, 2008).

Sabendo ainda, que além do método, diversos outros fatores de processos podem alterar o valor do ângulo como a granulometria, a altura, a rugosidade, a umidade, o atrito, entre outras, já estudadas por, Chen et al. (2015), Chik e Vallejo (2005), Ileleji e Zhou (2008), Miura et al. (1997), Zhou et al. (2002) e demais autores, se faz importante analisar a forma como esses fatores podem impactar o ângulo de repouso.

## 1.3 Objetivo geral e específicos

Em função do que foi exposto nos itens anteriores, este trabalho foi desenvolvido com o objetivo geral de validar o sistema de medição do ângulo de repouso, para em seguida, avaliar quais fatores de processo afetam o comportamento do ângulo.

Com isso, os objetivos gerais enunciados anteriormente foram desdobrados nos seguintes objetivos específicos:

- Propor um método, baseado em um estudo de R&R aninhado, para validar o sistema de medição do ângulo de repouso de fertilizantes utilizando um software de análise de imagens;
- Desenvolver um procedimento operacional padrão para medição do ângulo de repouso;
- Definir uma estratégia para diminuir o erro de medição do ângulo de repouso;
- Estabelecer um estudo para avaliar estatisticamente quais fatores influenciam o comportamento do ângulo de repouso;
- Destacar qual fator determina um maior impacto no ângulo de repouso;
- Identificar se a interação entre os fatores pode alterar o comportamento do ângulo de repouso;
- Aplicar os estudos experimentais no processo de medição do ângulo de repouso de fertilizantes.

## 1.4 Contribuições científicas

A contribuição efetiva dessa dissertação está na criação de um método para validação do sistema de medição do ângulo de repouso. Tal método poderá ser replicado para determinação do ângulo de repouso por outras formas de medição e também para qualquer outro tipo de produto granular. Além disso, um roteiro completo contendo um estudo estatístico para avaliar a influência de fatores de processo no valor do ângulo de repouso foi desenvolvido, contribuindo assim para uma avaliação padronizada de todo o processo.

## 1.5 Limitações da pesquisa

O presente trabalho encontra-se limitado pelos seguintes elementos:

- Dentre os diferentes tipos de materiais granulares existentes (areia, soja, feijão, milho, etc ) utilizou-se apenas fertilizantes de classificações granulométricas identificadas como finos ($d_{50}$=1,5mm), produto ($d_{50}$ = 3,0 mm) e grossos ($d_{50}$ = 5 mm).

- O método de medição utilizado foi o de funil fixo juntamente com um software de análise de imagens, os demais métodos existentes, como por exemplo, método de cilindro, método da caixa basculante, entre outros, não foram considerados.

- Em termos de fatores que podem influenciar o ângulo de repouso, foram analisados a granulometria, altura e barras laterais. Outras variáveis como rugosidade da base, umidade, coeficiente de atrito foram considerados como parâmetros fixos.

## 1.6 Estrutura da dissertação

Neste primeiro capítulo procurou-se introduzir a relevância do tema e os fatores que motivaram a realização desta pesquisa. Com isso, os objetivos e as limitações deste trabalho foram estabelecidos juntamente com uma breve descrição de como a pesquisa foi desenvolvida. Finalmente, levando em consideração o que foi discutido anteriormente e para que os objetivos definidos pudessem ser devidamente alcançados, os capítulos seguintes foram organizados da seguinte forma:

- A seção 2 apresenta os conceitos necessários para a fundamentação teórica desta pesquisa.

- A seção 3 descreve o método experimental utilizado, detalhando as etapas seguidas em cada fase do estudo.

- Na seção 4 o método experimental é aplicado, apresentando e discutindo simultaneamente os resultados obtidos em cada etapa.

- Na seção 5 encerra-se o trabalho, apresentando a conclusões, contribuições e sugestões para estudos futuros.

# CAPÍTULO 2

# FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

## 2.1 Fertilizantes

Fertilizantes são materiais aplicados ao solo ou tecidos vegetais para prover nutrientes essenciais para o crescimento e desenvolvimentos das plantas. Entre os nutrientes disponibilizados através da adição de fertilizantes, alguns deles devem apresentar-se em quantidades significativas como nitrogênio, fósforo, potássio, enxofre, cálcio e magnésio. Esses nutrientes são constituintes fundamentais da estrutura das plantas, tais como: proteínas, ácidos nucléicos e clorofila, apresentando um papel importante nos processos de transferências de energia, manutenção da pressão interna e ação enzimática (IFA, 2000).

Outros elementos, como boro, cloro, cobre, ferro, manganês, molibdênio e zinco, mesmo que em pequenas quantidades, também são necessários no desencadeamento e manutenção de rotas metabólicas dos vegetais, sendo assim denominados como micronutrientes (IFA, 2000). Os metais, por exemplo, são constituintes de enzimas que controlam diferentes processos nas plantas. A deficiência de qualquer um desses nutrientes pode comprometer o desenvolvimento das plantas (MENGEL, 1997).

Fertilizantes são definidos na legislação brasileira como “substâncias minerais ou orgânicas, naturais ou sintéticas, fornecedoras de um ou mais nutrientes das plantas”. Os fertilizantes químicos são diretamente assimilados pelas plantas ou sofrem apenas pequenas transformações no solo para serem absorvidos. Podem conter apenas um elemento ou mais de um. Os elementos mais comumente encontrados em fertilizantes são: nitrogênio, fósforo e potássio (N-P-K) (JAFARI et al., 2018).

Na tentativa de granular fertilizantes foram testados vários métodos, incluindo a extrusão, a compactação e a aglomeração. Destes três, a aglomeração mostrou-se a mais vantajosa, levando-se em conta o custo do equipamento, a facilidade operacional, a flexibilidade e os custos de operação (XIN et al., 2014).

Na aglomeração, as partículas finas são agitadas para promover sua mistura em presença de um líquido ligante, que leva a aglomeração das partículas. Nesse método, os equipamentos típicos são tambores rotativos inclinados, discos rotativos inclinados e misturadores de aletas. Apesar da existência previa de estudos, em 1964 o disco granulador começou a ser utilizado para aglomeração de finos de minério de ferro, o que deu maior destaque a esse equipamento. Esse método prometia grãos com maiores durezas (MENGEL, 1997).

De acordo com o trabalho publicado por Jafari et al. (2018), o tamanho das partículas formadas era função da inclinação do disco e da velocidade de rotação. Estudos como de Lajeunesse et al. (2004) mostram que o processo de fabricação e classificação de fertilizantes apresentam relação direta com o ângulo de repouso formado pelo material granular, sendo este dependente de diversos fatores como por exemplo diâmetro e densidade do material.

## 2.2 Ângulo de Repouso

Quando partículas são derramadas sobre uma superfície plana, uma pilha cônica é formada e o ângulo entre a altura inclinada e a base do cone é conhecido como ângulo de repouso (CHUKWU e AKANDE, 2007). Lowe (1976) definiu o ângulo de repouso como sendo o ângulo máximo de inclinação no qual o material está em repouso. Acima deste ângulo de inclinação, o material começa a fluir; abaixo deste ângulo, o material é estável (KLEINHANS, 2011).

Na Tabela 1 encontra-se a classificação de Gaylord e Gaylord (1984) da fluabilidade (escoabilidade) do produto pela análise do ângulo de repouso.

Tabela 1 - Fluxo dos produtos armazenáveis (GAYLORD e GAYLORD, 1984).

| **Ângulo de repouso (◦)** | **Produto/Tipo de Fluxo** |
|---|---|
| 25 a 30 | Produto granular / Fluxo livre |
| 30 a 38 | Produto granular / Fluxo fácil |
| 38 a 45 | Produto pulverulento / Instabilidade no tipo de fluxo |
| 45 a 55 | Pós coesivos / Podem requerer equipamentos especiais |
| 55 a 70 | Pós muito coesivos / Requerem equipamentos especiais |

Beakawi e Baghabra (2018) afirmam que a definição do ângulo de repouso está associada a aplicações específicas e ao comportamento correspondente (ou seja, fluidez, atrito, etc.). Portanto, a finalidade de estudar e determinar o ângulo de repouso de qualquer material granular deve ser pré-determinada para que uma definição apropriada e relevante possa ser adotada no contexto desses objetivos.

Enquanto há divergências na literatura no que diz respeito à utilidade do ângulo de repouso como forma de caracterização de fluxo de materiais granulares, este ainda encontra-se como umas das principais técnicas aplicadas, uma vez que o aferimento do ângulo de repouso dar-se de maneira fácil e proporciona uma estimativa do comportamento coesivo destes materiais (BRIDGWATER, 2012).

Entender o comportamento de materiais granulares é de importância crucial em ambientes naturais e industriais. A previsão de eventos de grande escala, como quedas de rochas e avalanches de neve e gelo são, por exemplo, pontos de atenção fundamentais em áreas montanhosas, os quais requerem uma compreensão da dinâmica das encostas. Em silos de armazenagem, sabe-se que o fluxo de materiais granulares causa falhas de tensão na estrutura do silo (BEAKAWI e BAGHABRA, 2018). Uma das aplicações práticas para o uso do ângulo de repouso está na determinação da altura livre de armazenamento para sólidos, bem como sistemas de transporte de sólidos com correias transportadoras.

Diversos métodos vêm sendo empregados na investigação do ângulo de repouso, os quais variam em sua complexidade. Um dos primeiros pesquisadores do ângulo de repouso foi Train (1958) que realizou experimentos para determinar o ângulo de repouso de materiais pulverulentos. O autor apresentou quatro métodos (Figura 1) para determinar o ângulo de repouso:

Método I: utiliza-se um funil para formar uma pilha, nesse método o material é derramado no funil que é mantido a uma altura constante (H). A pilha é construída até que toque no orifício de saída do funil. Mede-se o diâmetro da base da pilha (2R) e calcula-se o ângulo de repouso pela fórmula $\alpha = \arctan (h/r)$ onde r é o raio adquirido através do descobrimento da base e h sendo a altura do cone.

Método II: também se utiliza de um funil para formar a pilha, porém nesse método o funil é preenchido com o material e então em seguida é levantado gradualmente para permitir que a amostra escoe para fora. Quando a superfície da base for completamente preenchida, mede-se a altura e calcula-se o ângulo de repouso de modo similar ao método I.

Método III: utiliza-se uma caixa retangular cheia do material, levanta-se esta levemente, com uma das quinas da base apoiada, até que o material comece a deslizar. O ângulo entre a superfície horizontal e a caixa é o ângulo de repouso.

Método IV: utiliza-se um cilindro, enche-o até a metade com o material e feche-o. Gira-se o cilindro numa superfície plana até que o material alcance uma forma plana. O ângulo entre este plano e a superfície horizontal é o ângulo de repouso.

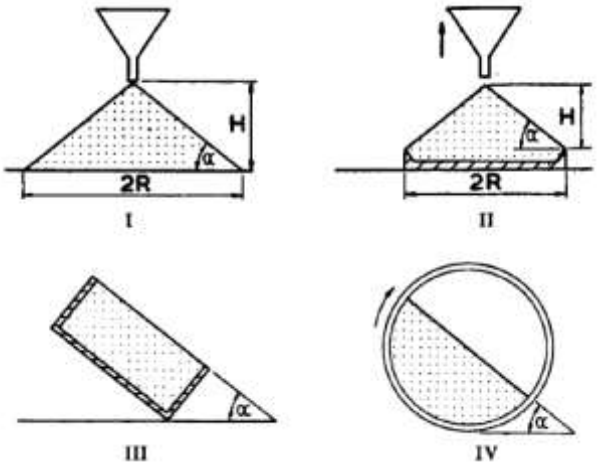


Figura 1 - Principais métodos de Train para determinar o ângulo de repouso (TRAIN, 1958)

Os resultados obtidos por cada método foram comparados e concluiu-se que os métodos influenciam na determinação do ângulo de repouso. Também se concluiu que o ângulo de repouso diminui com o aumento do tamanho da pilha, ou seja, diminui à medida que a quantidade de material aumenta. Sobre esses principais métodos Geldart et. al 2006 ainda concluíram que em nenhum desses métodos é fácil medir o ângulo com precisão e os métodos III e IV ainda requerem equipamentos que precisam ser montados em um eixo que possui baixo atrito de rolamento para que possa ser inclinado gradualmente até que ocorra escorregamento e assim possibilite que o ângulo seja medido.

Ao longo dos anos, diversos outros métodos surgiram e algumas propostas de métodos modificados também, Beakawi e Baghabra (2018) em seu artigo de revisão recente apresentou os 05 (cinco) métodos mais utilizados para determinar o ângulo de repouso fisicamente: (1) método do plano inclinado, (2) método de funil fixo, (3) método de cilindro / tambor rotatório, (4) método do cilindro oco e (5) método do cilindro inclinado. Uma breve descrição dos métodos serão apresentadas a seguir:

A) Método do plano inclinado

O método do plano inclinado é adequado para materiais com diâmetros superiores a 10 mm e sem que haja a presença de forças coesivas significativas. O plano deve conter abas laterais transparentes, assim o material granular é inserido sobre o plano, que é inclinado gradualmente a uma taxa de 18 ° / min. O ângulo de repouso é então medido como o ângulo de inclinação no qual o material começa a deslizar (PITANGA, GOURC e VILAR, 2009).

B) Método do funil fixo

Beakawi e Baghabra (2018) explicam que no método do funil fixo, os materiais granulares são inseridos em um funil a uma altura especificada sobre uma base selecionada. Então, é iniciado o fluxo dos materiais granulares até que o leito atinja uma altura ou largura predeterminada (Figura 2). Então, o ângulo de repouso é medido pela regra da tangente inversa (arctan) na qual o raio médio da forma cónica formada e da altura máxima do material amontoado é medido e, em seguida, o ângulo de repouso é determinado como o arctan da razão entre a altura máxima e a média do raio.

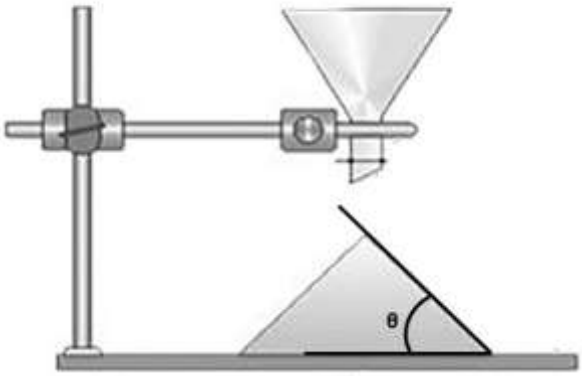


Figura 2 - Determinação do ângulo de repouso através do método do funil.
(FRIEDMAN e ROBINSON, 2002).

Wensrich e Katterfeld, (2012), por meio do método do funil fixo, avaliaram os efeitos do teor de umidade no ângulo de repouso de ervilhas, grão-de-bico, grama verde, sementes de feijão e de soja em cinco níveis de umidade (Figura 3). Eles concluíram que quanto maior a umidade contida no leito granular, maior o ângulo de repouso formado.

Figura 3 - Ângulo de repouso formado através do método do funil.
(WENSRICH e KATTERFELD, 2012).

Baseado nesse método, Geldart et al. (2006) desenvolveram, ao longo de vários anos, um dispositivo de funil fixo modificado, o qual oferece um teste robusto e de baixo custo. Foi completamente testado em cooperação com a indústria e considerado confiável mesmo quando os testes são realizados fora de um laboratório, podendo ser operado sem a necessidade de técnicos altamente treinados (Figura 4).

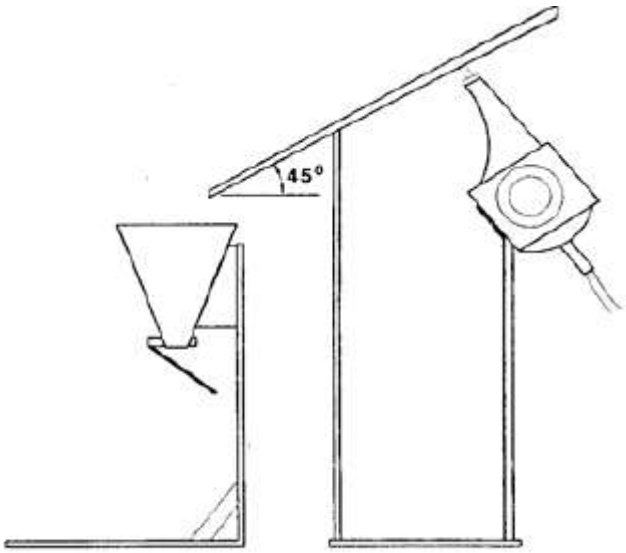


Figura 4 - Aparato experimental desenvolvido por Geldart et al. (2006).

Chukwu e Akande (2007) desenvolveram ainda um outro método de funil para obter o ângulo de repouso de diferentes materiais agrícolas. O aparelho desenvolvido por eles é uma réplica do aparelho criado por Fowler e Wyatt (1960), é e apresentado na Figura 5.

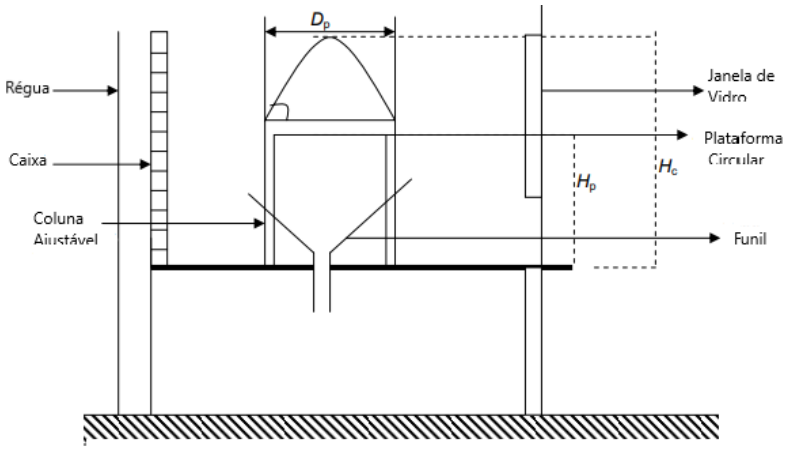


Figura 5 – Esquema do aparato desenvolvido para medir ângulo de repouso de materiais agrícolas desenvolvido por Chukwu e Akande (2007).

Grasselli e Herrmman (1997), com o objetivo de entender melhor a influência da presença de paredes na formação do ângulo de repouso, também criaram um aparato experimental de funil fixo modificado (Figura 6).

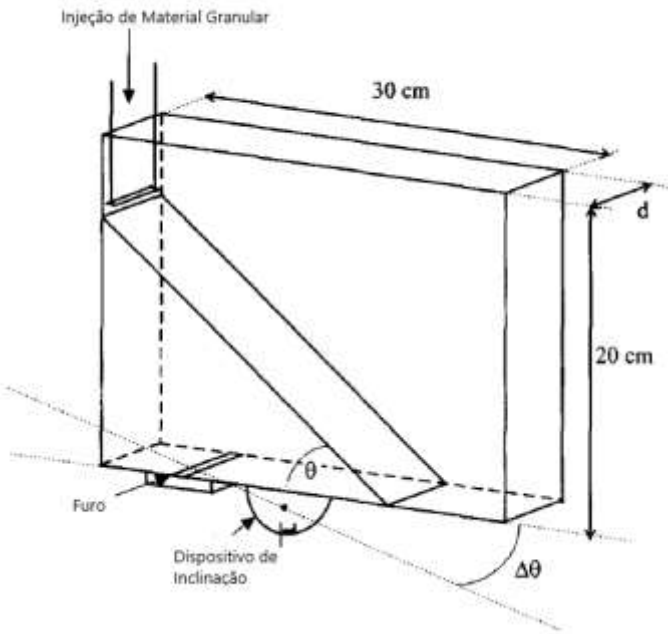


Figura 6: Aparato experimental desenvolvido por Grasselli e Hermmann (1997).

Zhou et al. (2002) ainda propôs um outro método modificado baseando-se no método originalmente proposto por Cundall e Strack (1979).

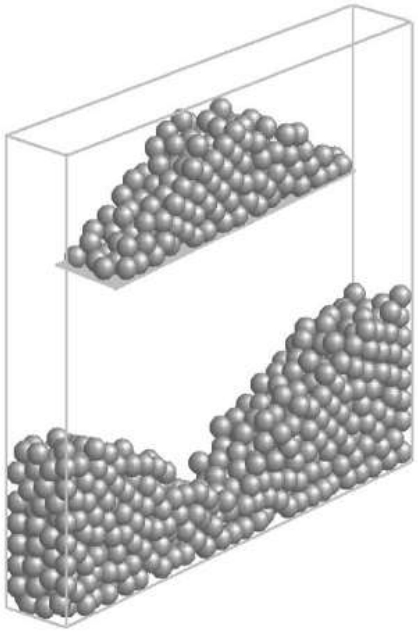

Figura 7 – Aparato experimento proposto por Zhou et al. (2002)

C) Método do cilindro/ tambor rotatório

O método de cilindro / tambor rotativo é usado para determinar o ângulo de repouso dinâmico, que é geralmente 3 a 10° menor que o ângulo de repouso estático (NOROUZI et al., 2015), sendo frequentemente relacionado aos fenômenos de segregação de materiais granulares. Neste método, os materiais granulares são colocados em um cilindro, que tem um lado transparente. Em seguida, o cilindro é rotacionado em uma velocidade fixa fazendo com que ocorra a movimentação dos materiais granulares, atingindo um ângulo máximo, denominado ângulo de repouso dinâmico.

Segundo Khan (2006), o ângulo de repouso dinâmico nas extremidades do cilindro rotativo é 5° maior que o ângulo dinâmico de repouso no centro do equipamento, devido ao efeito das paredes terminais. Além disto, Yang, Zou e Yu (2003) notaram um aumento linear no ângulo de repouso dinâmico à medida que a velocidade de rotação do cilindro aumenta. Os autores notaram também, que o ângulo de repouso dinâmico aumentou quando a relação entre o tamanho da partícula e o tamanho do tambor aumentou, enquanto a velocidade de rotação e o grau de enchimento tiveram efeitos menos expressivos nos resultados do teste.

D) Método do cilindro oco

O método do cilindro oco é empregado para determinar a ângulo de repouso de um material sem coesão. O material de teste é colocado em um cilindro oco de um certo diâmetro e altura sobre uma base selecionada com propriedades de rugosidade conhecidas. O cilindro é então cuidadosamente retirado da base, a uma velocidade específica para permitir que o material granular escoe formando uma forma cônica (YANG et al., 2017). O ângulo de repouso é então medido pela regra (arctan), conforme apresentado na Figura 8.

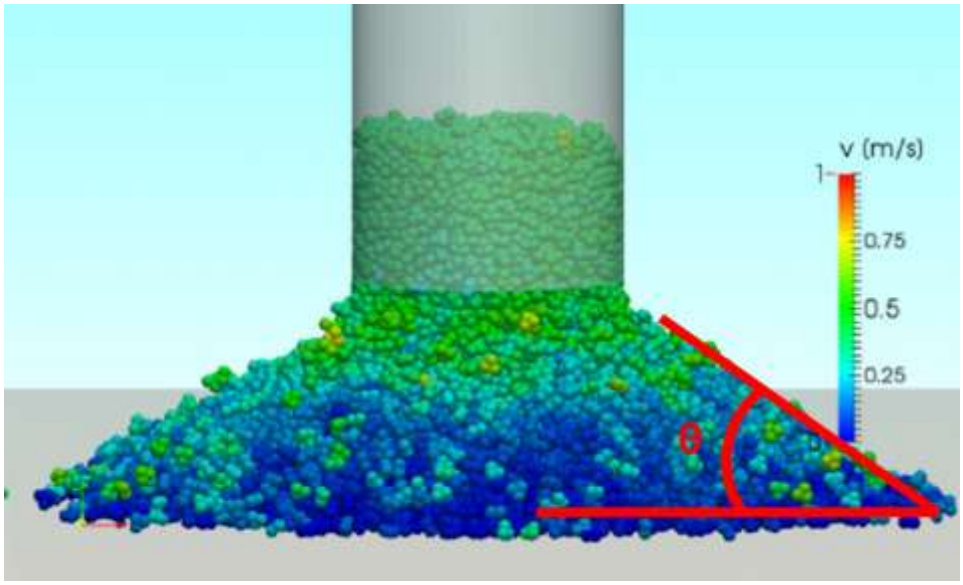


Figura 8: Determinação do ângulo de repouso estático através da metodologia do cilindro oco (YANG et al., 2017).

Lajeunesse et al. (2004) investigaram a dinâmica de fluxo de materiais granulares medindo o ângulo de repouso aplicando a metodologia do cilindro oco. Os autores usaram dois conjuntos diferentes de tamanhos de grãos. Eles examinaram qualitativamente os efeitos do tamanho dos grãos e da rugosidade da base no ângulo de repouso, bem como a influência da massa do material granular.

Chen et al. (2015), utilizando também a metodologia do cilindro oco, concluíram que à medida que a velocidade de elevação e a massa de material aumenta, o ângulo de repouso diminui. No entanto, quando a rugosidade da base aumenta, o ângulo de repouso também aumenta.

E) Método do cilindro inclinado

No método do cilindro inclinado, o material granular é inserido em um cilindro graduado cheio de água, e então o cilindro é inclinado ligeiramente 60° e lentamente restaurado à sua posição vertical. A partir deste momento é aferido o ângulo de inclinação do material granular em relação a base do cilindro, sendo assim considerado o ângulo de repouso (BEAKAWI et al., 2018).

### 2.2.1. Análise de pesquisas anteriores

É importante destacar que conforme Wojik (2018) concluiu, não há um método universal pelo qual o ângulo de repouso pode ser medido. O processo de determinação do ângulo de repouso pode se dividir em duas etapas: (1) o estudo de como um cone empilhado é formado; e (2) o estudo de como o ângulo de repouso adquirido é medido.

Considerando que os métodos diferem ligeiramente um do outro, eles são acompanhados por várias condições físicas (por exemplo, energia cinética molecular), produzem assim resultados um pouco diferentes. A questão básica, portanto, é garantir que a medição do o ângulo formado entre a altura inclinada e a base de um cone seja realizada com a máxima precisão.

A análise de pesquisas anteriores também mostrou que vários fatores influenciam no valor do ângulo. A Tabela 2 relaciona as pesquisas analisadas com os respectivos fatores de influência.

Tabela 2 – Fatores que influenciam o ângulo de repouso

(continua)

| Referência | Força de atrito | Tamanho do grão | Forma do Grão | Rugosidade da base | Teor de Umidade | Altura | Efeito de Parede | Veloc. de operação | Método | Qtde de Massa | Densidade |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Barabási et al. (1999) | | * | | | * | | | | | | |
| Botz et al.(2003) | | * | | | | | | | | | |
| Carstensen e Chan (1976) | | * | | | | | | | | | |
| Chen et al. (2015) | | * | * | * | | * | | | | * | |
| Chik e Vallejo (2005) | | | | * | | | | | | | |
| Chukwu e Akande (2007) | | | | * | | | | | | | |
| Coetzee (2016) | | | | | | | | | | * | |
| Cunha et al. (2016) | | * | * | | * | | | | * | | * |
| Dai et al. (2017) | | | * | | | | | | | | |
| Dury et al. (1998) | | | | | | | * | | | | |
| Fabyi et al. (2016) | * | | | * | | | * | | | * | |
| Fraczek, Złobecki e Zemanek (2007) | | | | | * | | | | | | |
| Friedman e Robinson (2002) | | * | * | | | | | | | | |
| Ghazavi et al. (2008) | * | | | | | | | | | | |
| Grasselli e Herrmann (1999) | | | | | | * | | | | | |
| Grasselli e Herrmann (1997) | | | | | | | * | | | | |
| Hill e Kakalios (1995) | * | | | | | | * | | | | |
| Höhner, Wirtz e Scherer (2014) | | | * | | | | | | | | |
| Ileleji e Zhou (2008) | | * | * | | * | | | | | | |
| Jeschke e Katterfeld (2009) | | * | * | | | | | | | | |
| Kalman et al. (1993) | | * | | * | | | | | | * | |
| Khanal et al. (2017) | | | * | | | | | | | | |
| Lajeunesse et al. (2004) | | * | | * | | * | | | | * | |
| Lanzerstorfer (2017) | | * | | | | | | | * | | |
| Li et al. (2017) | | * | * | | | | | | | | |

Tabela 2 – Fatores que influenciam o ângulo de repouso

(conclusão)

| Referência | Força de atrito | Tamanho do grão | Forma do Grão | Rugosidade da base | Teor de Umidade | Altura | Efeito de Parede | Veloc. de operação | Método | Qtde de Massa | Densidade |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Liu (2011) | | | | * | | * | | | | * | |
| Lumay et al. (2012) | | * | | | | | | | | | |
| Miura et al. (1997) | | * | * | * | | | | * | | * | * |
| Nakashima et al. (2011) | * | * | | | | | | | | | |
| Nowak et al. (2005) | * | | | | | | | | | | |
| Riley e Mann (1972) | | | * | | | | | | | | |
| Roessler e Ketterfeld (2018) | * | * | | | | | | * | | | |
| Rousé (2014) | | | | | | | | | * | | |
| Santamarina e Cho (2004) | | | * | | | | | | | | |
| Shorts e Feitosa (2017) | * | | | | | | * | | | * | |
| Stahl e Konietzky (2011) | | | | | | | | | | * | |
| Wensrich et al. (2012) | * | | | | * | | | | * | | |
| Zaalouk e Zabady (2009) | | | | * | * | | | | | | |
| Zhang et al. (2010) | | | | | | | | | | | |
| Zhou et al. (1999) | * | | | | | | | | | | * |
| Zhou et al. (2002) | * | * | | * | | | | | | | |

## 2.3. Estudo de Repetitividade e Reprodutividade com Arranjos Aninhados

Segundo Wang e Chien (2010), existem dois métodos comumente usados em estudos de Repetitividade e Reprodutividade do Instrumento de Medição (GR&R) univariado são eles: (1) Análise de Variância (ANOVA); e (2) Média e Amplitude. De acordo com AIAG (2010), o método ANOVA é mais recomendado que o método de Média e Amplitude, pois consegue estimar as variâncias mais precisamente e consegue extrair mais informação dos dados experimentais (através do efeito da interação entre peça e operador). Diante disso o método ANOVA será utilizado na presente dissertação.

Dentro de estudos de GR&R, quando os níveis de um fator são semelhantes, mas não exatamente os mesmos níveis do outro fator, o arranjo é chamado aninhado (nested) (MAJESKE, 2012). Nesse arranjo de estudo aninhado, cada peça é exclusiva do operador; dois operadores nunca medem a mesma peça, pois não há termo de interação entre os dois fatores. O o modelo ANOVA pode ser escrito da seguinte forma (AL-REFAIE e BATA, 2010; BURDICK et al., 2003), representado na Equação (1):

$$Y_{ijk} = \mu_y + \beta_j + \alpha(\beta)_{i(j)} + \varepsilon_{ijk} \begin{cases} i = 1, \ldots, p \\ j = 1, \ldots, o \\ k = 1, \ldots, r \end{cases} \tag{1}$$

Na Equação (1) $Y_{ijk}$ é a variável de resposta medida; $\mu_y$ é a média de valores medidos; $\beta_j \sim N(0, \sigma_\beta)$ ; $\alpha(\beta)_{i(j)} \sim N(0, \sigma_{\alpha(\beta)})$ são variáveis aleatórias e independentes, que representam a variação das peças aninhadas por operador e $\varepsilon_{ijk} \sim N(0, \sigma_\varepsilon)$ representa o termo de erro. As letras "*p*", "*o*" e "*r*" representam as partes, os operadores e as réplicas respectivamente.

Os componentes de variância na Equação (1) podem ser traduzidos em notação NGR&R, conforme observado a seguir (BURDICK et al., 2003):

$$\sigma^2_{process} = \sigma^2_{\alpha(\beta)} \tag{2}$$

$$\sigma^2_{repeatability} = \sigma^2_{\varepsilon} \tag{3}$$

$$\sigma^2_{reproducibility} = \sigma^2_{\beta} \tag{4}$$

$$\sigma^2_{NGR\&R} = \sigma^2_{repeatability} + \sigma^2_{reproducibility} \tag{5}$$

$$\sigma^2_{total} = \sigma^2_{process} + \sigma^2_{NGR\&R} \tag{6}$$

Os componentes de variação acima mencionados podem ser estimados usando o equações abaixo:

$$\sigma^2_{\varepsilon} = MS_{\varepsilon} \tag{7}$$

$$\sigma^2_{\beta} = \frac{MS_{\beta} - MS_{\alpha(\beta)}}{pr} \tag{8}$$

$$\sigma^2_{\alpha(\beta)} = \frac{MS_{\alpha(\beta)} - MS_{\varepsilon}}{r} \tag{9}$$

Os quadrados médios para operadores, peças (operador) e o termo de erro podem ser estimados pela ANOVA aninhada na Tabela 3 (AQUILA et al. 2018).

Tabela 3 - Análise da tabela de variação para o arranjo aninhado (AQUILA, et al. 2018).

| Fonte de Variação | Soma de quadrados | Graus de Liberdade | Quadrado médio | F-valor | P-valor |
|---|---|---|---|---|---|
| Operador | $SS_{\beta}$ = pr $\sum(\bar{y}_{.j} - \bar{y}_{...})^2$ | *o-1* | $MS_{\beta} = \frac{SS_{\beta}}{DF_{\beta}}$ | $\frac{MS_{\beta}}{MS_{\alpha(\beta)}}$ | $F_0 > F_{0.05,o-1,o(p-1)}$ |
| Amostra (Operador) | $SS_{\alpha(\beta)}$ = r $\sum\sum(\bar{y}_{ij.} - \bar{y}_{.j.})^2$ | *o(p-1)* | $MS_{\alpha(\beta)} = \frac{SS_{\alpha(\beta)}}{DF_{\alpha(\beta)}}$ | $\frac{MS_{\alpha(\beta)}}{MS_{\varepsilon}}$ | $F_0 > F_{0.05,o(p-1),op(r-1)}$ |
| Repetitividade | $SS_{\varepsilon}$ = $\sum\sum\sum(y_{ijk} - \bar{y}_{ij.})^2$ | *op(r-1)* | $MS_{\varepsilon} = \frac{SS_{\varepsilon}}{DF_{\varepsilon}}$ | | |
| Total | $SS_{Total}$ = $\sum\sum\sum(y_{ijk} - \bar{y}_{...})^2$ | *opr-1* | | | |

Após o cálculo dos componentes de variação por meio da ANOVA aninhada, deve ser avaliada a adequação do sistema de medição. O índice percentual NGR&R dimensiona a variância do sistema e a variância total do experimento. Este índice, que determina se o sistema de medição é aceitável ou não, é representado pela Equação (10) a seguir:

$$\%NGR\&R = \left(\frac{\sigma^2_{NGR\&R}}{\sigma^2_{total}}\right) \times 100\% \tag{10}$$

As diretrizes gerais para validação do sistema de medição baseado nos componentes de variância são apresentadas na Tabela 4 (AIAG, 2010). Se o índice demonstrar um resultado abaixo de 1%, a mensuração sistema é considerado aceitável, se o resultado estiver entre 1% e 9%, o sistema de medição é considerado marginal (dependendo da aplicação é

aceitável), e para resultados acima de 9%, a medição sistema é considerado inaceitável (AIAG, 2010).

Tabela 4 – Critérios de aceitação para o sistema de medição
(Adaptado AIAG, 2010).

| Critério | %R&R |
|---|---|
| Inaceitável | >9% |
| Marginal* | 1%<R&R<9% |
| Aceitável | <1% |

* - pode ser melhorado

## 2.4. Regressão Linear Simples

Análise de regressão é uma técnica estatística para modelar e investigar a relação entre duas ou mais variáveis (MONTGOMERY e RUNGER, 2012). Modelos de regressão são comumente utilizados para descrever comportamentos de uma variável resposta, Y, como uma função de uma variável independente, x. Com tais modelos busca-se encontrar e descrever relações entre um conjunto de observações de Y. Tal procedimento permite explicar, mesmo que parcialmente o comportamento de Y, quantificar a influência das das variáveis independentes sobre a resposta, selecionar, mediante algum critério, a relação que define as observações e predizer o comportamento de Y para estados observados. O estudo de uma série de problemas práticos, nas mais diversas áreas, podem ser avaliados sob esta abordagem, o que faz com que os modelos de regressão sejam largamente adotados, sendo uma metodologia estatística bastante utilizada (FREEDMAN, 2009).

O objetivo na adoção de modelos de regressão é associar um conjunto variáveis resposta, Y, a valores de x que denotamos por Y(x). A Figura 9 ilustra a ideia de regressão de Y em função de x.

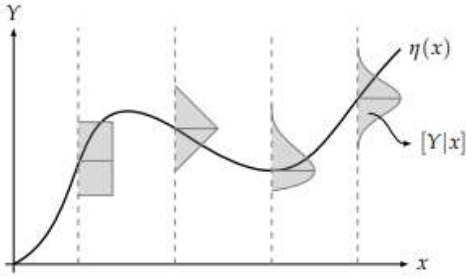


Figura 9: Representação gráfica da metodologia de regressão.
(FREEDMAN, 2009)

Na regressão linear, as relações são modeladas usando funções de predição lineares cujos parâmetros do modelo são estimados a partir dos dados, utilizando por exemplo o método dos mínimos quadrados que tem como intuito reduzir o erro da função preditora. Tais modelos são chamados de modelos lineares (PESARAN e SMITH, 2018).

A regressão linear foi o primeiro tipo de análise de regressão a ser estudada rigorosamente e a ser utilizadas em aplicações práticas. Isso ocorre porque os modelos que dependem linearmente de seus parâmetros (Equação 11) são mais fáceis de ajustar do que os modelos que não estão linearmente relacionados a seus parâmetros (ZHAO et al., 2019).

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x \tag{11}$$

sendo, β0 e β1 os coeficientes lineares e angular estimados a partir da regressão linear.

Como já mencionado, os modelos de regressão procuram relacionar o comportamento de uma variável resposta Y aos valores de uma variável explicativa x. Entretanto, quando verificado em dados reais, tal relacionamento não é perfeito, sendo assim Y é explicado não apenas por x mas também por desvios da relação entre ao valor observado.

## 2.5. Regressão Linear Múltipla

Muitas aplicações da análise de regressão envolvem situações em que há mais de um regressor (variável independente). Um modelo de regressão que contenha mais de um regressor é chamado de um Modelo de Regressão Linear Múltipla (MRLM). Essa é uma técnica estatística aplicada em todas as áreas do conhecimento, cujo objetivo é prever o relacionamento entre diversas variáveis preditoras (independentes) e uma variável resposta (dependente) (MONTGOMERY e RUNGER, 2003).

A regressão múltipla se refere a uma situação em que a reta ajustada não descreve bem o conjunto de dados e, com isso, podem ser levadas em consideração outras variáveis independentes que possivelmente influenciam no valor de *Y*, a variável dependente. Ou seja, a regressão múltipla pode ser usada no intuito de melhorar o modelo desenvolvido para explicar o comportamento das variáveis do banco de dados que estão sendo estudadas (XIN, 2009). É também uma ferramenta muito utilizada para compreender e prever o comportamento de variáveis em um processo com vistas a melhorar e otimizar processos.

Para Montgomery e Runger (2003), a equação que representa o MRLM é dada por:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \ldots + \beta_n x_n + \varepsilon \tag{12}$$

O coeficiente de regressão β0 é chamado de coeficiente de intercepto, já que é o valor em que a equação de regressão intercepta o eixo y, e os coeficientes β1, β2, ..., βn são chamados de coeficientes de inclinação, pois são a derivada parcial de y em relação à variável de controle $x_n$.

O resultado do modelo é um único valor que representa uma combinação do conjunto inteiro de variáveis que melhor atinge o objetivo da análise multivariada específica.

Modelos que incluem efeitos de interação podem também ser analisados pelos métodos de regressão linear múltipla. Uma interação entre duas variáveis pode ser representada por um termo de produto cruzado no modelo, tal como:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_1 x_2 + \varepsilon \qquad (13)$$

Neste caso, $x_1 x_2$ representa a interação existente entre as variáveis $x_1$ e $x_2$. Se a interação existir e for significativa, o efeito de $x_1$ na resposta média depende do nível $x_2$ e vice-versa. Segundo Montgomery et al. (2001), se o número de observações (n) for maior que o número de variáveis de controle (k), o método utilizado para estimar a equação de regressão é o método de Mínimos Quadrados Ordinários (MQO), que visa minimizar as somas quadráticas dos resíduos da regressão. O método dos mínimos quadrados pode ser usado para estimar os coeficientes de regressão no modelo de regressão múltipla (Equação 3). A estimativa de mínimos quadrados de $\beta$ é dada pela equação:

$$\hat{\beta} = (X'X)^{-1} X'y \qquad (14)$$

A solução de ajuste de reta pode ser generalizada a um conjunto de pontos (*x*1, *y*1),...,(*xn*, *yn*), pelo método de mínimos quadrados (MMQ), para que modelos de regressão múltipla possam ser utilizados (XIN, 2009).

Um aspecto importante para a validação de um ajuste de regressão linear múltipla é a análise de resíduos, que mostra a significância do modelo e avalia as contribuições das variáveis independentes utilizadas na regressão.

Quando se trabalha com análise de regressão, deve-se realizar a análise de variância com o objetivo de comparar os modelos e avaliar a significância da regressão. Considerando o modelo de regressão linear múltipla, pode-se construir a tabela ANOVA (XIN, 2009).

# CAPÍTULO 3

# MÉTODO PROPOSTO DE PESQUISA

Burdick et al. (2005) recomendam que para a concepção bem sucedida de um experimento, deve-se planejar da sequência de atividades. O método dessa pesquisa foi adaptado de Burdick et al. (2005) e está descrito nos seguintes passos.

O **Passo 1** consiste na declaração do problema. Para as particularidades da pesquisa os problemas identificados consistem em avaliar o erro de medição e fazer um estudo de caracterização do processo, determinando quais fatores mais influenciam o processo e em qual intensidade. No **Passo 02** é definida a variável de resposta, onde deve ser realizado com atenção de maneira a evitar erros operacionais de medição, para que se obtenham informações úteis sobre o processo de estudo.

No **Passo 3**, define-se as variáveis de controle que causam variação no objeto de estudo, amplitude de variação e os níveis de operação. No **Passo 4**, escolhe-se o arranjo experimental que determina a sequência de execução dos experimentos. No **Passo 5**, realizam-se os experimentos, cuidadosamente, de acordo com o planejado.

O **Passo 6** consiste em conduzir as análises estatísticas para explorar o problema apresentado no passo 1 e atingir os objetivos da pesquisa. Nesta dissertação serão conduzidos 2 estudos experimentais. O primeiro consiste em validar o sistema de medição do ângulo de repouso. Já o segundo aborda um experimento para caracterizar o comportamento do ângulo de repouso em função de variáveis de controle que são relevantes para o processo. Estas análises estatísticas estão detalhadas nas próximas subseções 3.1 e 3.2, respectivamente.

Finalmente, no **Passo 7** uma vez que os dados foram analisados, o experimentador deve tirar conclusões práticas sobre os resultados e recomendar um curso de ação.

### 3.1 Experimento para validar o sistema de medição

As primeiras análises estatísticas realizadas consistem em validar o sistema de medição do ângulo de repouso. O método proposto para as análises a serem realizada nesse passo foram subdivididas em 4 passos representados no fluxograma da Figura 10.

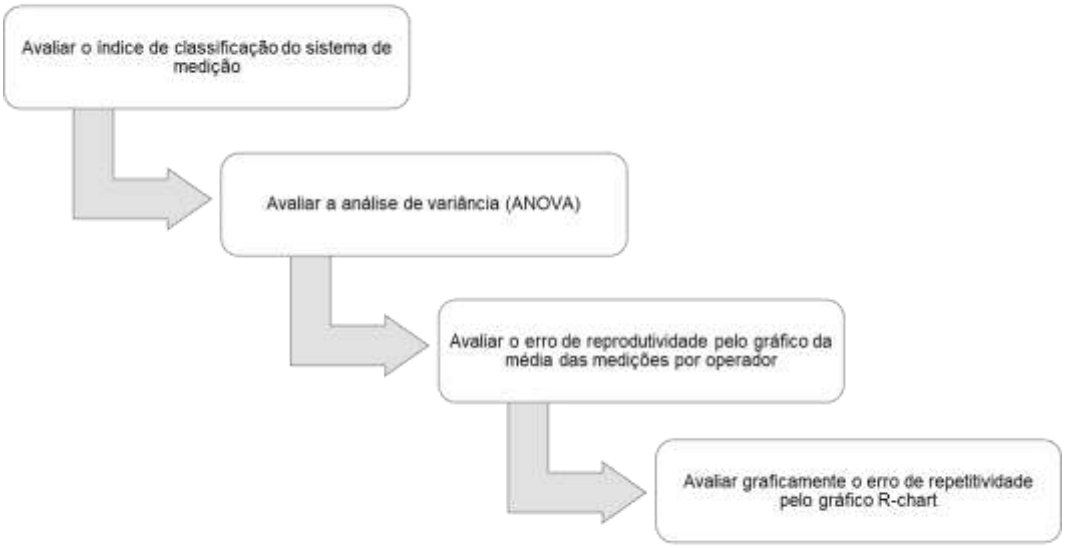


Figura 10 – Fluxograma com o passo a passo da análise estatística para validar os sistemas de medição do ângulo de repouso.

No **passo 1**, avalia-se o índice de classificação do sistema de medição com a Equação 10. Se o índice demonstrar um resultado abaixo de 1%, a mensuração sistema é considerado aceitável, se o resultado estiver entre 1% e 9%, o sistema de medição é considerado marginal (dependendo da aplicação é aceitável), e para resultados acima de 9%, a medição sistema é considerado inaceitável. No **passo 2**, avalia-se a ANOVA usando as equações da Tabela 3, que mostra como estimar os componentes de variância. Já no **passo 3**, analisa-se o gráfico da média das medições por operador para detectar erro de reprodutividade e no **passo 4**, avalia-se o gráfico R-chart para detectar o erro de repetitividade. Esse gráfico é uma carta de controle de amplitudes que representa graficamente a consistência do operador. Considerando que $y_1, y_2, \ldots, y_n$ é uma amostra de tamanho n, então a amplitude é calculada da seguinte forma:

$$R = y_{máx} - y_{\min} \tag{15}$$

Sejam $R_1, R_2, \ldots, R_m$ , as amplitudes das m amostras. A amplitude média é:

$$\overline{R} = \frac{R_1 + R_2 + \ldots + R_m}{m} \tag{16}$$

A linha central e os limites de controle do gráfico R são obtidos por:

$$\begin{aligned} UCL &= \overline{R} + 3\overline{R}\frac{d_3}{d_2} \\ LC &= \overline{R} \\ LCL &= \overline{R} - 3\overline{R}\frac{d_3}{d_2} \end{aligned} \tag{17}$$

**3.2 Experimento para caracterizar o comportamento do ângulo de repouso**

As análises estatísticas do segundo experimento foram realizadas para caracterizar o comportamento do ângulo de repouso em função de fatores de processo, essas análises foram subdivididas em 3 passos representados no fluxograma da Figura 11.

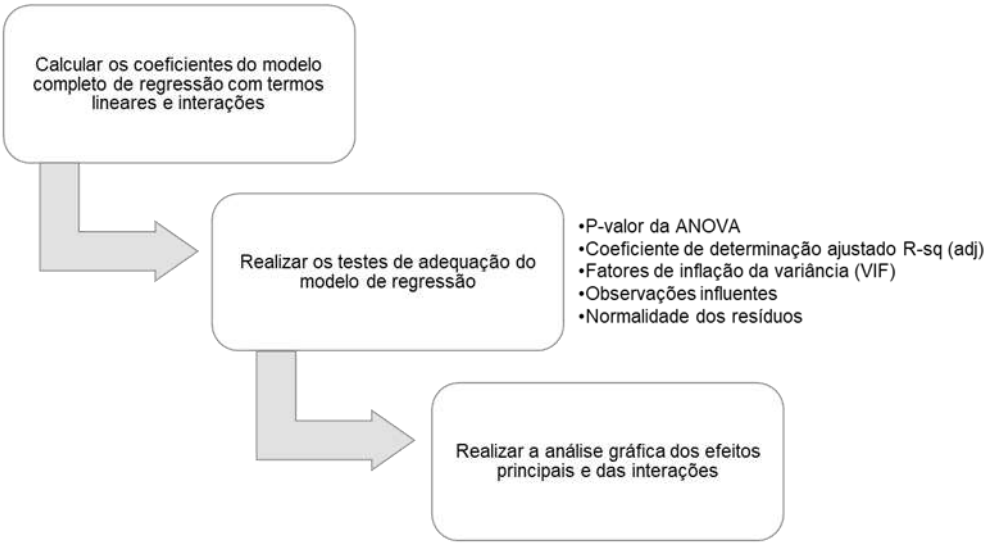


Figura 11 – Fluxograma com o passo a passo da análise estatística da regressão linear.

No **passo 1** calcula-se os coeficientes do modelo completo de regressão com termos lineares e interações conforme Equações 13 e 14 citadas no referencial teórico. No **passo 2** são realizados os testes de adequação do modelo de regressão. Adequar um modelo de regressão requer várias suposições. A estimação dos parâmetros do modelo requer a suposição de que os erros sejam variáveis aleatórias não correlacionadas, com média zero e variância constante. Testes de hipóteses e estimação do intervalo requerem que os erros sejam normalmente distribuídos. Para se adotar determinado modelo é necessário que este seja adequado e atenda as suposições estabelecidas e os testes são necessários para determinar se as suposições feitas sobre o modelo são adequadas. Os analistas devem sempre duvidar da validade dessas suposições e conduzir análises para examinar a adequação do modelo que se está testando (Montgomery e Runger, 2003). Nesse passo foram propostos 5 testes de adequação explicados a seguir:

- **Teste 1: Análise do p-valor da ANOVA**

Esse teste determina se existe uma relação linear entre a variável de resposta y e um subconjunto de fatores $x_1$, $x_2$,... $x_k$. As hipóteses apropriadas são:

$$H_0 : \beta_1 = \beta_2 = ... = \beta_k = 0 \qquad (18)$$
$$H_1 : \beta_j \neq 0 \text{ para no mínimo um j}$$

O p-valor para cada termo testa a hipótese nula de que o coeficiente é igual a zero (sem efeito). Um p-valor baixo (< 0,05) indica que você pode rejeitar a hipótese nula. Em outras palavras, um fator que tenha um p-valor baixo provavelmente será uma adição significativa ao seu modelo, porque as alterações no valor do fator estão relacionadas a alterações na variável resposta. Por outro lado, um p-valor maior (insignificante) sugere que as mudanças no fator não estão associadas a mudanças na resposta.

- **Teste 2: Análise do coeficiente de determinação ajustado ($R^2$ ajustado)**

Esse teste é realizado para determinar quão bem o modelo se ajusta aos dados. Para isso foi realizada a análise do coeficiente de determinação ajustado $R^2$ ajustado através da equação:

$$R^2_{ajustado} = 1 - \frac{SQ_E / (n-p)}{SQ_T / (n-1)} \qquad (19)$$

Uma vez que $SQ_E / (n-p)$ é a média quadrática do erro ou do resíduo e $SQ_T / (n-1)$ é uma constante, $R^2_{ajustado}$ somente aumentará quando uma variável for adicionada ao modelo,

se a nova variável reduzir a média quadrática do erro. O $R^2$ ajustado foi usado para comparar os diferentes números de fatores. É sabido que o $R^2$ sempre aumenta quando você adiciona um fator ao modelo, mesmo quando não existe uma verdadeira melhoria ao modelo. Avaliou-se, portanto, o valor de $R^2$ ajustado que incorpora o número de fatores no modelo para ajudá-lo a escolher o modelo correto. A estatística $R^2$ ajustado é uma maneira fácil de se resguardar contra ajuste em excesso. O valor de $R^2$ ajustado está sempre entre 0 e 100% e para realizar a análise quanto mais alto o valor do $R^2$ ajustado melhor o modelo ajusta seus dados. (MONTGOMERY e RUNGER, 2003).

- **Teste 3: Análise dos fatores de inflação da variância (VIF)**

  A análise dos fatores de inflação da variância (VIF) é definida através da equação:

$$\mathrm{VIF}(\beta_j) = \frac{1}{(1-R_j^2)} \quad \text{j= 1, 2, ..., k} \tag{20}$$

O VIF é uma maneira de medir o efeito da multicolinearidade entre seus fatores. A multicolinearidade ocorre quando o modelo inclui vários fatores correlacionados não apenas à sua variável de resposta, mas também uns aos outros, quanto maior for o fator de inflação da variância, mais severa será a multicolinearidade. Alguns autores sugerem que se qualquer fator de inflação de variância exceder 10, então a multicolinearidade será um problema. Uma vez que os valores de VIF são pequenos, é possível concluir que não há problema de multicolinearidade (MONTGOMERY e RUNGER, 2003).

- **Teste 4: Análise das observações influentes**

  As observações influentes são aquelas que individualmente ou em conjunto com as outras observações demonstram ter mais impacto do que as restantes no cálculo dos estimadores. Para identificar se houve essas observações atípicas, foi examinado os resíduos do modelo, que são dados pela diferença entre os valores da variável resposta observada e a variável resposta estimada, isto é:

$$e_i = y_i - \hat{y}_i, \qquad i = 1, ..., n. \tag{21}$$

Em que $y_i$ é uma observação real e $\hat{y}_i$ é o valor ajustado correspondente, proveniente do modelo de regressão. Se os erros forem distribuídos normalmente, então aproximadamente 95% dos resíduos padronizados devem cair no intervalo (-2, +2). Os

resíduos que estiverem fora desse intervalo podem indicar a presença de um outliers, ou seja, uma observação que não é típica do resto dos dados.

- **Teste 5: Normalidade dos resíduos**

O teste de normalidade dos resíduos tem o objetivo de determinar se os resíduos seguem uma distribuição normal. Para essa análise utilizou-se do gráfico de probabilidade normal dos resíduos. Sua construção começa com a ordenação dos resíduos $e_1, e_2, ..., e_n$ na ordem crescente. Os resíduos ordenados $e_j$ são então plotados versus a freqüência cumulativa $(j-0,5)/n$. A ordenada do gráfico é representada pelos valores da freqüência cumulativa em uma escala de probabilidade normal.

E por fim no **passo 3** são realizadas as análises gráficas de efeitos principais e interações, para avaliar o comportamento da variável de resposta em função dos fatores analisados no experimento. O gráfico de efeito principal avalia o efeito individualizado de cada fator na resposta e o gráfico de interação avalia o efeito combinado de 2 fatores na variável de saída.

# CAPÍTULO 4

# ANÁLISE DE RESULTADOS

Neste capítulo expõe-se os resultados obtidos do projeto de pesquisa. Os resultados são apresentados conforme as etapas da metodologia mencionada. Para facilitar a organização da análise dos resultados, no experimento para validar o sistema de medição (seção 4.1) os passos 1-5, 6 e 7 foram separados nas subseções 4.1.1, 4.1.2 e 4.1.3, respectivamente e a subseção 4.1.4. foi reservada para demonstrar a melhoria realizada no sistema de medição. E no experimento realizado para caracterizar o comportamento do ângulo de repouso (seção 4.2) os passos 1-5, 6 e 7 foram separados nas subseções 4.2.1, 4.2.2 e 4.2.3 respectivamente.

## 4.1 Experimento para validar o sistema de medição

### 4.1.1. Detalhamento do estudo experimental

O **passo 1** foi a definição do problema, conforme revisão bibliográfica realizada, há diferentes estratégias de medição do ângulo de repouso, porém não se sabe qual possui menor variação e maior confiabilidade. Diante disso, essa pesquisa propõe um método, baseado em um estudo de R&R aninhado, para avaliar o erro de medição do ângulo de repouso medido através de um software de análise de imagens.

O **passo 2** consistiu em definir a variável de resposta como sendo o ângulo de repouso. O ângulo de repouso (Ør) foi determinado através da queda livre de uma determinada porção do produto no aparato construído (Figura 12). Com a queda do material, um volume foi formado e dessa forma, mediu-se o ângulo que as paredes deste volume formavam com o plano horizontal utilizando o software ImageJ, que é um programa processador e analisador de imagens em Java de domínio público.

O aparato foi desenvolvido no laboratório da Universidade Federal de Goiás, regional Catalão, para se medir o angulo formado pelos grãos em queda. O equipamento é constituído de uma caixa retangular construída em vidro e madeira com as dimensões de 35x25 cm (largura x altura). O vidro transparente colocado na parte frontal foi escolhido para a visualização da formação dos ângulos. No equipamento foi acoplado no centro um funil para descarga do material, simulando tremonhas utilizadas em silos, dessa forma a queda de fertilizantes ocorre de maneira livre através de um funil fixo no centro. Decidiu-se que os lançamentos seriam realizados no centro do aparato, para eliminar o efeito de parede que ocorre quando o material é lançado na lateral e também para poder comparar os resultados com os demais aparatos criados. Realizando o lançamento no centro possibilita-se também a obtenção de ângulos de ambos os lados da pilha para efeito de comparação e melhoria na acuracidade dos dados.

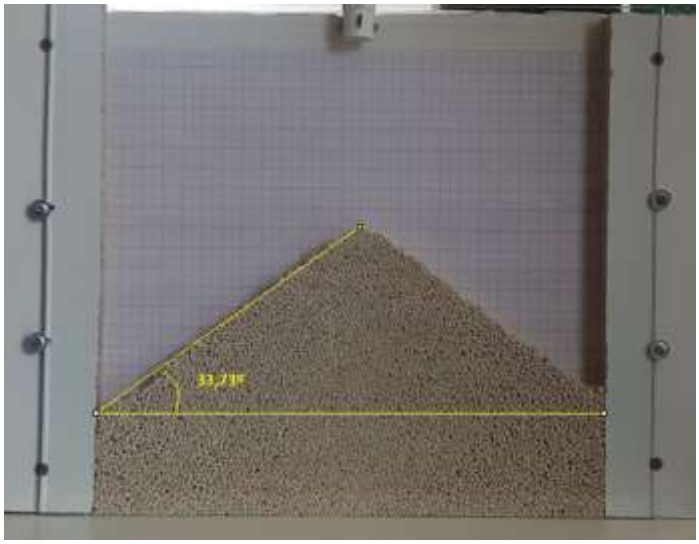


Figura 12 – Aparato Experimental.

No **passo 3** houve a definição das variáveis de controle, e foi determinado em testes experimentais preliminares que seriam utilizadas 10 amostras de fertilizantes (450 g) com distintas proporções de granulometrias. Cada amostra possuía uma identificação numérica, de 1 a 10 conforme demonstrado na Figura 13. As amostras foram distintas proporções de 3 classificações granulométricas usualmente observadas em uma operação de granulação, as quais são identificadas como finos ($d_{50}$=1,5mm), produto ($d_{50}$ = 3,0 mm) e grossos ($d_{50}$ = 5 mm). O índice de uniformidade das amostras foi de 100%, uma vez que estas foram classificadas em peneiras com frações entre 1 e 2 mm (para finos), 2 e 4 mm (para produto), e 4 e 6 mm (para grossos). O percentual de composição das amostras foi determinado utilizando um projeto experimental baseado em arranjo de mistura. A quantidade de avaliadores determinadas para o estudo foram de três pessoas. Os operadores selecionados

foram treinados pelo procedimento estabelecido, para garantir o padrão das medições e foi determinado que cada operador deveria executar o experimento no mesmo aparato três vezes em ordem aleatória.

Figura 13 – Amostras utilizadas no experimento.

O **passo 4** consistiu na determinação do arranjo experimental e este estudo foi caracterizado como um arranjo aninhado. Em um estudo aninhado, cada amostra é exclusiva do operador; dois operadores nunca medem a mesma amostra. Nesse experimento cada um dos 3 operadores preparou seus próprios experimentos e realizaram todo o procedimento por 3 vezes, portanto nunca realizavam a medição na mesma amostra. O percentual de composição das amostras e todas as observações de medição coletadas para o ângulo de repouso são apresentadas na Tabela 5.

No **passo 5**, realiza-se os experimentos através do seguinte procedimento operacional padrão:

i. Posicionar o aparato na bancada de teste;

ii. Verificar nivelamento do aparato, posicionando o instrumento de nivelamento no centro do aparato;

iii. Posicionar máquina fotográfica no tripé a 75 cm do aparato;

iv. Fazer a homogeneização de cada amostra antes de iniciar o experimento;

v. Despejar a amostra no funil em uma velocidade lenta e constante;

vi. Após finalização do despejo deve-se tirar uma foto no nível correto e realizar a nomeação conforme a seguinte legenda: identificação da amostra, seguida da identificação do operador. Exemplo: Am1.Op1

vii. Repetir os itens (i)-(vi) para todas amostras.

viii. Após fotografar as 10 amostras, descarregar as fotos em um notebook e carregar no software ImageJ.

ix. No software ImageJ, selecionar a ferramenta de medição do ângulo, e realizar o tracejado acompanhando o formato da pilha, dessa forma a medição já aparece no sistema, em seguida anotar na planilha de dados (Tabela 5).

Tabela 5 - Dados do experimento GR&R.

| | | | | | | *j=1* | *j=2* | *j=3* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ***k*** | ***i*** | ***%finos*** | ***%produto*** | ***%grossos*** | ***$d_{50}$ (mm)*** | ***Ør1*** | ***Ør1*** | ***Ør1*** |
| 1 | 1 | 100% | 0% | 0% | 1,50 | 33,73 | 34,91 | 35,72 |
| 1 | 2 | 50% | 50% | 0% | 2,25 | 33,29 | 34,75 | 31,55 |
| 1 | 3 | 50% | 0% | 50% | 3,25 | 33,18 | 31,24 | 32,18 |
| 1 | 4 | 0% | 100% | 0% | 3,00 | 33,35 | 34,62 | 34,49 |
| 1 | 5 | 0% | 50% | 50% | 4,00 | 33,07 | 34,15 | 32,03 |
| 1 | 6 | 0% | 0% | 100% | 5,00 | 31,50 | 32,54 | 30,46 |
| 1 | 7 | 33% | 33% | 33% | 3,14 | 33,63 | 34,12 | 33,07 |
| 1 | 8 | 67% | 17% | 17% | 2,37 | 33,85 | 34,14 | 34,24 |
| 1 | 9 | 17% | 67% | 17% | 3,12 | 33,44 | 33,69 | 33,25 |
| 1 | 10 | 17% | 17% | 67% | 4,12 | 31,13 | 33,66 | 31,11 |
| 2 | 1 | 100% | 0% | 0% | 1,50 | 34,73 | 34,77 | 34,23 |
| 2 | 2 | 50% | 50% | 0% | 2,25 | 32,80 | 34,07 | 32,01 |
| 2 | 3 | 50% | 0% | 50% | 3,25 | 33,02 | 31,85 | 31,21 |
| 2 | 4 | 0% | 100% | 0% | 3,00 | 33,63 | 33,53 | 31,50 |
| 2 | 5 | 0% | 50% | 50% | 4,00 | 30,86 | 33,06 | 32,50 |
| 2 | 6 | 0% | 0% | 100% | 5,00 | 33,06 | 32,64 | 30,54 |
| 2 | 7 | 33% | 33% | 33% | 3,14 | 34,01 | 34,55 | 31,12 |
| 2 | 8 | 67% | 17% | 17% | 2,37 | 32,33 | 33,50 | 32,47 |
| 2 | 9 | 17% | 67% | 17% | 3,12 | 34,10 | 32,68 | 32,31 |
| 2 | 10 | 17% | 17% | 67% | 4,12 | 33,44 | 33,02 | 33,35 |
| 3 | 1 | 100% | 0% | 0% | 1,50 | 34,00 | 34,67 | 34,33 |
| 3 | 2 | 50% | 50% | 0% | 2,25 | 33,91 | 34,32 | 33,17 |
| 3 | 3 | 50% | 0% | 50% | 3,25 | 34,46 | 32,01 | 32,60 |
| 3 | 4 | 0% | 100% | 0% | 3,00 | 33,41 | 34,16 | 33,69 |
| 3 | 5 | 0% | 50% | 50% | 4,00 | 30,11 | 34,01 | 32,20 |
| 3 | 6 | 0% | 0% | 100% | 5,00 | 33,03 | 35,15 | 30,07 |
| 3 | 7 | 33% | 33% | 33% | 3,14 | 32,97 | 34,22 | 32,75 |
| 3 | 8 | 67% | 17% | 17% | 2,37 | 34,16 | 33,02 | 32,91 |
| 3 | 9 | 17% | 67% | 17% | 3,12 | 34,80 | 33,91 | 33,56 |
| 3 | 10 | 17% | 17% | 67% | 4,12 | 34,66 | 33,63 | 33,91 |

k – operador; i – identificação de amostras; j – réplica

Ao fim da execução dos experimentos, no **passo 6** realizou-se as análises estatísticas dos dados para o aparato, conforme as equações definidas na metodologia.

4.1.2. Análise estatística das medições do ângulo de repouso

No **passo 6.1**, avalia-se o índice de classificação do sistema de medição (%R&R). A Tabela 6 apresenta os componentes de variância calculados usando as Equações 2 a 9 e a Tabela 3 da ANOVA aninhada. Usando a Equação 10, a Tabela 6 também apresenta o cálculo do percentual de contribuição para a variação total de cada fonte no estudo de R&R aninhado. Observa-se que o sistema de medição foi classificado como inaceitável, pois apresentou o valor de 59,93%, ou seja, um %NR&R > 9% e essa variabilidade excessiva compromete a qualidade do processo. Entre as fontes de variação do sistema de medição, a repetibilidade é a mais significativa, com 47,19% de contribuição. Um sistema de medição aceitável teria menos de 1% de variação; assim, a reprodutibilidade com 12,74% da contribuição também é uma fonte significativa de variação.

Tabela 6 - Índice de classificação do sistema de medição.

| **Fonte** | **VarComp** | **%Contribuição (of VarComp)** |
|---|---|---|
| Total de R&R da Medição | 0,94565 | 59,93 |
| Repetitividade | 0,74461 | 47,19 |
| Reprodutividade | 0,20104 | 12,74 |
| Peça a Peça | 0,63215 | 40,07 |
| Variação Total | 1,57779 | 100,00 |

No **passo 6.2**, a Tabela 7 demonstra a análise de variância (ANOVA) realizada para determinar se as médias de dois ou mais grupos são diferentes quando o fator peça está aninhado dentro de operadores. Nessa tabela, analisou-se a coluna de p-valor para determinar se as diferenças entre algumas das médias são estatisticamente significativas. Geralmente p-valores menores que 0,05 na tabela ANOVA são estatisticamente significativos. O p-valor para o operador foi de 0,053, isso significa que a variação ocorrida entre os operadores não é significativa. Já o p-valor para amostra (operador) apresentou valor menor que 0,05 indicando que o sistema demonstrou diferenças significativas entre as amostras, porém esse comportamento já era esperado pois as amostras foram preparadas com diferentes granulometrias. O gráfico da Figura 14 apresenta essa variação da média por amostra.

Tabela 7 – Análise de variância ANOVA.

| Fonte | DF | SS | MS | F | P |
|---|---|---|---|---|---|
| Operador | 2 | 17,344 | 8,67214 | 3,28359 | 0,053 |
| Amostra (Operador) | 27 | 71,308 | 2,64105 | 3,54690 | 0,000 |
| Repetitividade | 60 | 44,677 | 0,74461 | | |
| Total | 89 | 133,329 | | | |

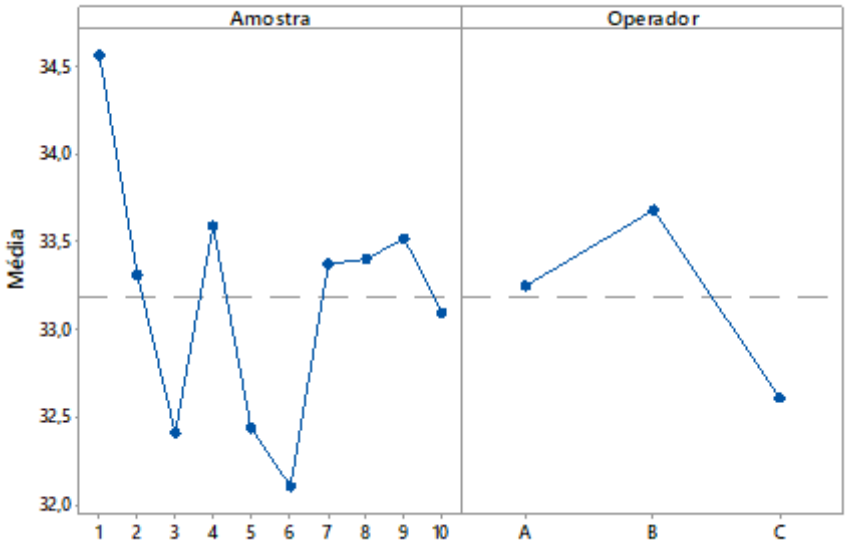


Figura 14 – Média do ângulo de repouso por amostras e por operador.

No **passo 6.3**, avaliou-se graficamente o erro de reprodutividade. A Figura 14 apresentou as médias das medições por operador. Conforme visto na ANOVA, a variação observada entre os operadores neste gráfico não é estatisticamente significativa.

No **passo 6.4**, a repetitividade que é a variação em função do dispositivo de medição pode ser analisada utilizando o gráfico R chart por operador (Figura 15). Nota-se que os valores estão dentro dos limites de controle. Como não é possível especificar qual amostra e operador são as principais fontes de erro de repetitividade, conclui-se que este excesso de variação está diluído sobre todas as medições dos operadores e as amostras.

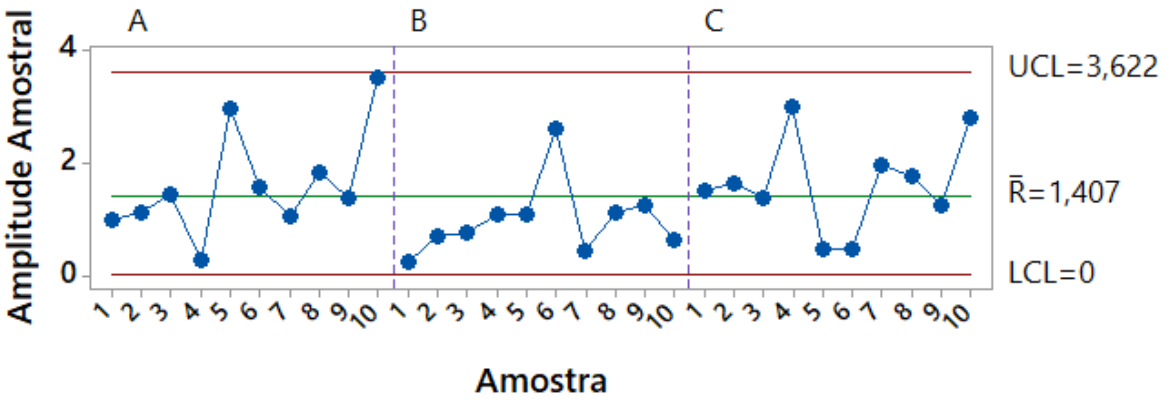


Figura 15 – Carta R Chart por operador.

4.1.3. Conclusões e Recomendações

No **passo 7**, através do índice de classificação do sistema de medição, conclui-se que o método de medição utilizado não atendeu aos critérios de aceitação, pois demonstrou variações elevadas e foi classificado como inaceitável, sendo a repetitividade o item que mais contribuiu na variação da medição. A reprodutividade entre avaliadores foi também uma fonte razoável de variação, porém não representou uma significância estatística. Diante dos resultados iniciais, conforme indicado na metodologia, foi realizada uma investigação das possíveis causas dessa variação utilizando o método P.I.S.M.O.E.A (Peça, Instrumento, Padrão, Método, Operador, Ambiente e Suposições), apresentado no manual AIAG (2010) e constatou-se que o procedimento operacional repassado aos operadores estavam causando divergências de entendimento. Através de pesquisas realizadas na literatura observou-se que raramente uma pilha granular assume a forma de um cone perfeito e tal desvio pode interferir diretamente na medição do ângulo (WÓJCIK, 2018). A Figura 16 mostra problemas relativos à interpretação que podem ocorrem durante a medição.

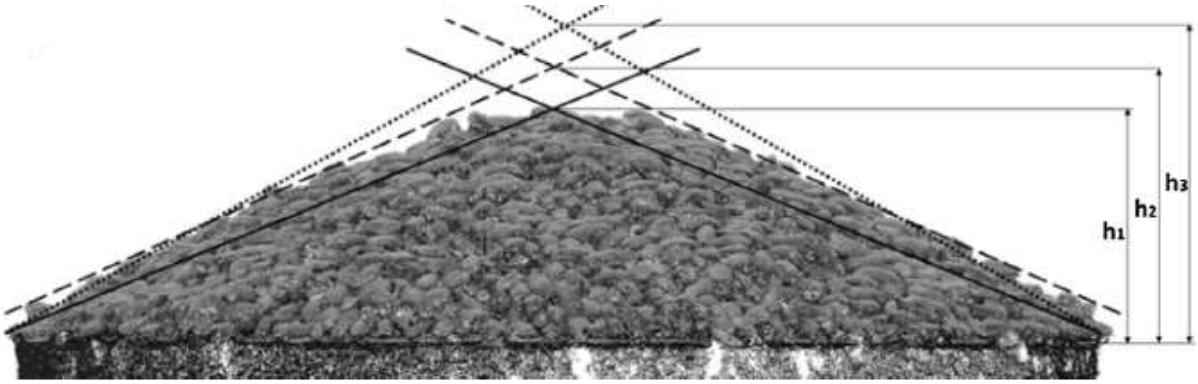


Figura 16 - Possíveis problemas de interpretação de uma pilha (WÓJCIK, 2018).

Fraczek et al, (2007) relatou ainda que são três os desvios sistemáticos comumente observados da conicidade ideal de um cone: a ponta da pilha é truncada (I), ou a linha de superfície é côncava (II) ou convexa (III). E para reduzir a possibilidade de variação Grasseli e Hermman (1997) afirmam que o primeiro passo deve ser desenvolver uma maneira padrão para se realizar as medições. Pode-se acreditar que este ponto não tenha uma grande influência nos resultados, mas em suas pesquisas eles descobriram que quando nenhuma precaução foi tomada no procedimento de medição e preenchimento da célula, os experimentos não foram precisamente reproduzíveis e obtiveram erros maiores.

Esses desvios citados e sua influência na medição do ângulo de repouso foram observados durante o experimento e são mostrados na Figura 17. É possível observar que surgem dúvidas sobre os pontos através dos quais a linha tangencial que mede o ângulo deve ser traçada. Dependendo do local das linhas desenhadas tangencialmente à inclinação, obtém-se diferentes valores para o ângulo de repouso. Diante disso, foi necessário revisar o procedimento operacional para padronizar em qual ponto deveriam ocorrer as medições e em seguida executar novamente um outro estudo de R&R para verificar se de fato esses desvios observados foram os itens determinantes para uma variação elevada no primeiro estudo.

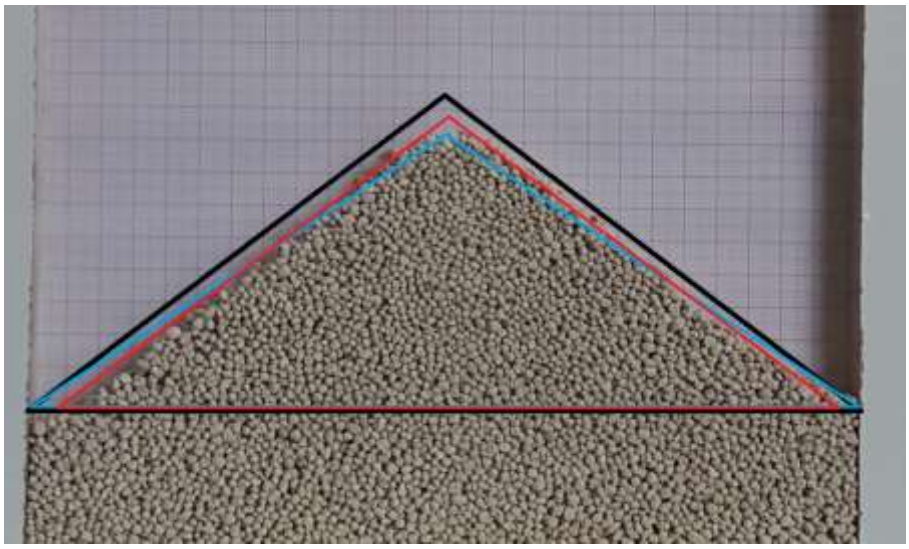

Figura 17 - Desvios observados no experimento.

4.1.4. Novo estudo experimental

Diante das conclusões e recomendações citadas no passo 7 (item 4.1.3) foi necessário refazer todo o experimento e propor melhorias no procedimento operacional padrão inicial. Durante o segundo estudo experimental realizado os passos de 1 a 4 não sofreram alteração, por isso não foram citados novamente. Foram refeitos os passos 5 e 6 e no passo 7 novas conclusões foram geradas.

Para realização do novo estudo, a primeira atividade concluída foi a revisão do procedimento experimental, portanto no **passo 5**, realizaram-se novos experimentos através de um procedimento operacional padrão revisado. As novas regras para medição foram definidas da seguinte forma:

i. Posicionar o aparato na bancada de teste;
ii. Verificar nivelamento do aparato, posicionando o instrumento de nivelamento no centro do aparato;
iii. Posicionar máquina fotográfica no tripé a 75 cm do aparato;
iv. Fazer a homogeneização de cada amostra antes de iniciar o experimento;
v. Despejar a amostra no funil em uma velocidade lenta e constante;
vi. Após finalização do despejo deve-se tirar uma foto no nível correto e realizar a nomeação conforme a seguinte legenda: identificação da amostra seguida da identificação do operador. Exemplo: Am 1.Op1.
vii. Repetir os itens (i)-(vi) para todas amostras.
viii. Antes de iniciar a medição do ângulo, abrir o software ImageJ, abrir a foto que será medida, selecionar a ferramenta para traçar uma linha reta, identificar o meio exato da pilha e traçar uma reta, conforme demonstrada na Figura 18.

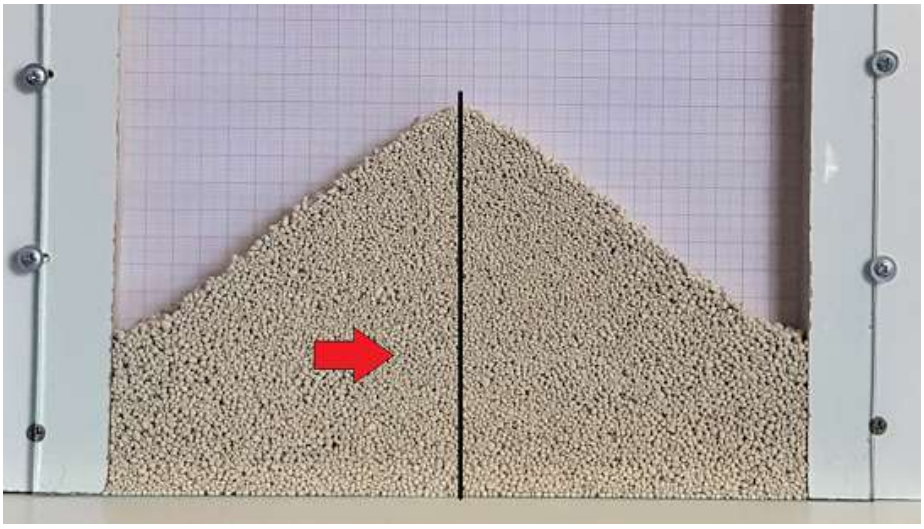

Figura 18 - Linha reta traçada para medição.

ix. Referente a base, traçar uma linha na parte inferior do experimento acompanhando seu formato. A Figura 19 demonstra como deve ser realizado.

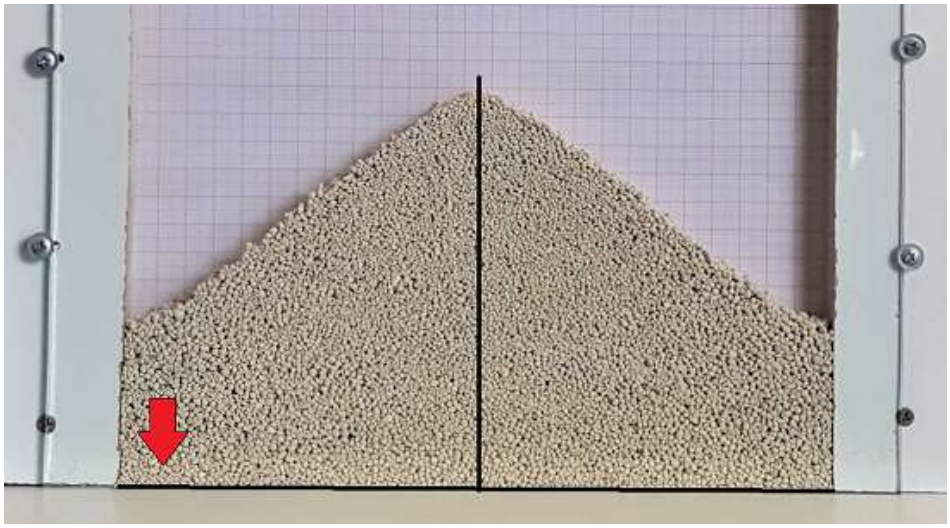

Figura 19 - Linha da base traçada para medição.

x. Após traçar a linha rente a base, subir a linha para onde inicia a formação do ângulo na pilha, conforme a Figura 20. Após esse procedimento a figura deve ser salva em uma pasta pré-determinada.

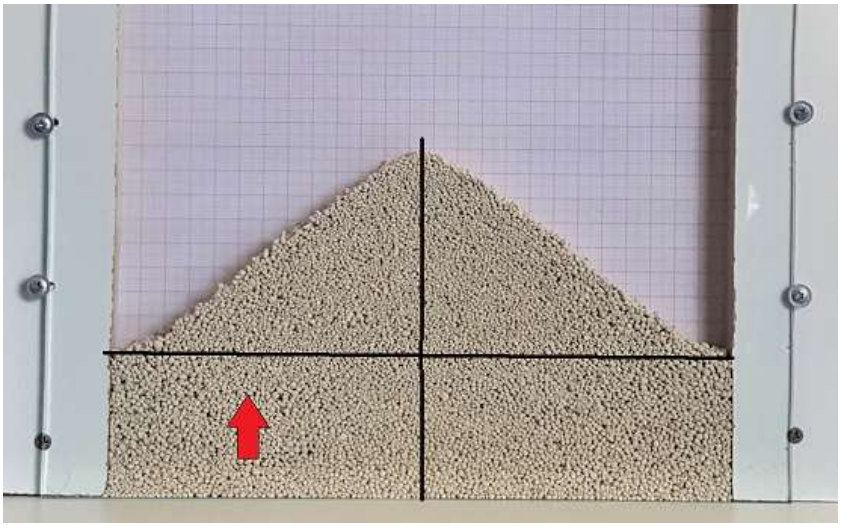

Figura 20 - Altura da linha da base traçada para medição.

xi. Em seguida, selecionar a ferramenta de medição do ângulo, escolher como primeiro ponto a intersecção das retas horizontal e vertical, depois até a extremidade inferior esquerda da pilha e depois até o ponto mais alto cruzando com a reta vertical. Fazendo esse procedimento a medição já aparece no sistema, em seguida anotar resultado na planilha de dados.

Após treinamento dos operadores, as novas medições coletadas para o ângulo de repouso são apresentadas na Tabela 8. Ao fim da execução dos experimentos, no **passo 6**

realizaram-se as análises estatísticas dos dados para o aparato após o procedimento operacional melhorado.

Tabela 8 - Dados do experimento GR&R após melhoria do procedimento.

| | | | | | | *j=1* | *j=2* | *j=3* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| ***k*** | ***i*** | ***%finos*** | ***%produto*** | ***%grossos*** | ***$d_{50}$ (mm)*** | ***Ør1.1*** | ***Ør1.1*** | ***Ør1.1*** |
| 1 | 1 | 100% | 0% | 0% | 1,50 | 33,86 | 33,86 | 34,02 |
| 1 | 2 | 50% | 50% | 0% | 2,25 | 32,54 | 33,25 | 31,87 |
| 1 | 3 | 50% | 0% | 50% | 3,25 | 32,03 | 30,17 | 31,40 |
| 1 | 4 | 0% | 100% | 0% | 3,00 | 32,86 | 33,56 | 32,60 |
| 1 | 5 | 0% | 50% | 50% | 4,00 | 31,98 | 32,08 | 31,10 |
| 1 | 6 | 0% | 0% | 100% | 5,00 | 30,17 | 30,03 | 29,71 |
| 1 | 7 | 33% | 33% | 33% | 3,14 | 32,92 | 32,41 | 32,07 |
| 1 | 8 | 67% | 17% | 17% | 2,37 | 32,08 | 32,03 | 31,40 |
| 1 | 9 | 17% | 67% | 17% | 3,12 | 32,77 | 32,79 | 32,21 |
| 1 | 10 | 17% | 17% | 67% | 4,12 | 30,53 | 32,05 | 30,37 |
| 2 | 1 | 100% | 0% | 0% | 1,50 | 33,79 | 33,84 | 33,98 |
| 2 | 2 | 50% | 50% | 0% | 2,25 | 32,53 | 33,66 | 32,31 |
| 2 | 3 | 50% | 0% | 50% | 3,25 | 32,15 | 30,16 | 30,49 |
| 2 | 4 | 0% | 100% | 0% | 3,00 | 32,55 | 33,74 | 32,55 |
| 2 | 5 | 0% | 50% | 50% | 4,00 | 31,60 | 32,60 | 31,09 |
| 2 | 6 | 0% | 0% | 100% | 5,00 | 30,05 | 30,43 | 30,01 |
| 2 | 7 | 33% | 33% | 33% | 3,14 | 32,94 | 32,68 | 31,78 |
| 2 | 8 | 67% | 17% | 17% | 2,37 | 32,29 | 32,13 | 31,46 |
| 2 | 9 | 17% | 67% | 17% | 3,12 | 32,20 | 32,32 | 32,17 |
| 2 | 10 | 17% | 17% | 67% | 4,12 | 30,86 | 31,23 | 30,89 |
| 3 | 1 | 100% | 0% | 0% | 1,50 | 33,63 | 34,00 | 33,62 |
| 3 | 2 | 50% | 50% | 0% | 2,25 | 32,89 | 33,67 | 32,55 |
| 3 | 3 | 50% | 0% | 50% | 3,25 | 32,33 | 30,20 | 31,21 |
| 3 | 4 | 0% | 100% | 0% | 3,00 | 32,75 | 33,43 | 32,42 |
| 3 | 5 | 0% | 50% | 50% | 4,00 | 31,13 | 32,58 | 31,47 |
| 3 | 6 | 0% | 0% | 100% | 5,00 | 30,47 | 30,68 | 29,78 |
| 3 | 7 | 33% | 33% | 33% | 3,14 | 32,02 | 32,26 | 31,93 |
| 3 | 8 | 67% | 17% | 17% | 2,37 | 31,92 | 32,01 | 31,38 |
| 3 | 9 | 17% | 67% | 17% | 3,12 | 32,38 | 32,77 | 32,40 |
| 3 | 10 | 17% | 17% | 67% | 4,12 | 30,80 | 31,81 | 30,91 |

k – operador; i – identificação de amostras; j – réplica

No **passo 6.1** após o procedimento ser melhorado, avaliou-se o novo índice de classificação do sistema de medição (%R&R). A Tabela 9 apresenta os componentes de variância calculados usando as Equações 2 a 9 e a Tabela 3 da ANOVA aninhada.

Após as melhorias, é possível verificar que a variância do erro de medição para esse novo experimento representou apenas 4,82% da variação total do sistema, ou seja, o sistema de medição que nos primeiros testes foi classificado como inaceitável (59,93%), com a

melhoria do procedimento ele já se enquadrou na categoria marginal, pois %NR&R está entre 1% e 9%,

Nestes resultados, observa-se que a variação peça a peça foi de 95,18%, este valor é muito maior do que a medição total de R&R (4,82%). Assim, grande parte da variação é devida a diferenças entre as peças, porém esse resultado já era sabido, pois as amostras são realmente diferentes umas das outras devido a composição granulométrica diferente composta em cada uma.

Ainda neste passo, foi possível identificar que o item repetitividade apresentou uma variação baixa de apenas 4,82% e o item reprodutividade foi nulo (0%).

Tabela 9 - Índice de classificação do sistema de medição após melhoria.

| **Fonte** | **VarComp Teste 01** | **VarComp Teste 02** | **%Contribution (of VarComp) Test 01** | **%Contribution (of VarComp) Test 02** |
|---|---|---|---|---|
| Total de R&R da Medição | 0,94565 | 0,06498 | 59,93 | 4,82 |
| Repetitividade | 0,74461 | 0,06498 | 47,19 | 4,82 |
| Reprodutividade | 0,20104 | 0,00000 | 12,74 | 0,00 |
| Peça a Peça | 0,63215 | 1,28260 | 40,07 | 95,18 |
| Variação Total | 1,57779 | 1,34758 | 100,00 | 100,00 |

No **passo 6.2,** usando a Equação 10, a Tabela 10 demonstra a análise de variância (ANOVA) realizada.

Tabela 10 - Análise de variância ANOVA após melhorias.

| **Fonte** | **DF** | **SS** | **MS** | **F** | **P** |
|---|---|---|---|---|---|
| Operador | 2 | 5,208 | 2,60424 | 0,6656 | 0,522 |
| Amostra (Operador) | 27 | 105,645 | 3,91277 | 60,2161 | 0,000 |
| Repetitividade | 60 | 3,899 | 0,06498 | | |
| Total | 89 | 114,752 | | | |

O p-valor para o operador foi de 0,522, isso significa que a variação ocorrida entre os operadores não é significativa. Já o p-valor para amostra (operador) apresentou valor menor que 0,05 indicando que o sistema demonstrou diferenças significativas entre as amostras, porém igual aconteceu no primeiro teste esse comportamento também já era esperado pois as amostras foram preparadas com diferentes granulometrias e realmente são diferentes entre si. O gráfico de reprodutividade da Figura 20 apresenta essa variação média de cada amostra. A amostra 01 que possui a granulometria mais fina apresentou o maior ângulo

repouso, enquanto que a amostra 06 que possui a granulometria mais grossa, apresentou o menor ângulo de repouso.

No **passo 6.3,** o gráfico de reprodutividade por operador que também é apresentado na Figura 21 mostra as médias das medições, organizadas por operador. Conforme visto na fase ANOVA é possível observar que existe a variação entre os operadores, porém ela não é significativa estatisticamente.

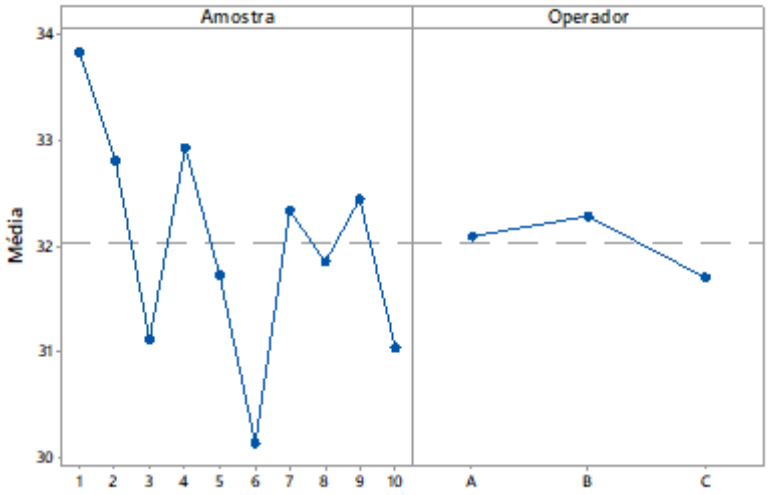


Figura 21 – Média do ângulo de repouso por amostras e por operador após melhorias.

No **passo 6.4**, a repetitividade que é a variação em função do dispositivo de medição pode ser analisada utilizando o gráfico R chart por operador (Figura 22). O sistema demonstrou que houve uma consistência na medição dos operadores, pois todos os pontos aparecem dentro dos limites de controle.

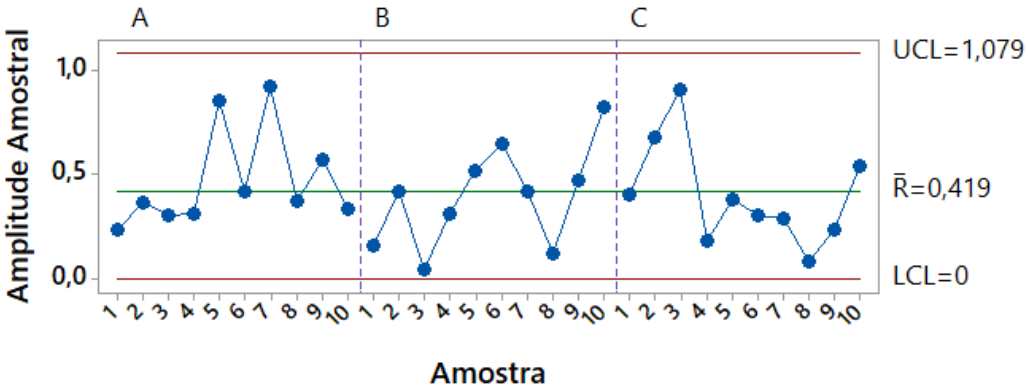


Figura 22 – Carta R Chart por operador após melhorias.

No **passo 7**, através do índice de classificação do sistema de medição, concluiu-se que o SM foi classificado como marginal, pois as variações diminuíram consideravelmente.

No primeiro estudo obteve-se um %R&R igual a 59,93% que foi considerado não aceitável. Durante a realização do segundo estudo, obteve-se %R&R igual a 4,82%. Tais resultados demonstram uma melhora significativa do sistema de medição que foi obtido a partir da melhora do procedimento operacional.

Com relação ao item repetitividade no primeiro estudo obteve-se um valor de 47,19% e após a melhoria, esse item apresentou uma variação mais baixa de 4,82% e o item reprodutividade que antes era de 12,74%, agora apresentou-se nulo (0%).

## 4.2 Experimento para caracterizar o comportamento do ângulo de repouso

Após validação do sistema de medição foi realizado um novo estudo experimental para analisar a influência de fatores de processo no comportamento do ângulo de repouso.

### 4.2.1. Detalhamento do estudo experimental

O **passo 1** foi a definição do problema, conforme revisão bibliográfica realizada, há diferentes variáveis que podem influenciar o ângulo de repouso. Diante disso, essa pesquisa se propôs também a criar diferentes aparatos experimentais para testar as variáveis altura, granulometria e a presença de barras laterais.

No **passo 2** a variável de resposta permaneceu sendo o ângulo de repouso, que foi determinado através da queda livre de uma determinada porção do produto nos aparatos 1, 2, 3 e 4 (Figura 23). Com sua queda, um volume foi formado e dessa forma, mediu-se o ângulo que as paredes deste volume formavam com o plano horizontal utilizando o software ImageJ. O aparato 01 possui barreiras laterais e a altura de lançamento do funil até a base do aparato foi de 23 cm, o aparato 02 possui barreiras laterais e a altura de lançamento foi diminuída para 17 cm, o aparato 03 não possui barreiras laterais e a altura de lançamento foi 23 cm e por fim, o aparato 04 que também não possui barreiras laterais e a altura de lançamento foi de 17 cm.

No **passo 3** houve a definição das variáveis de controle, e foi determinado em testes experimentais preliminares que seriam utilizadas 03 amostras de fertilizantes (450 g) com proporções de granulometrias consideradas fina, produto e grossa. A quantidade de avaliadores determinadas para este estudo foi de uma (1) pessoa. O operador selecionado foi treinado pelo procedimento estabelecido, para garantir o padrão das medições e foi determinado que o operador deveria executar o experimento no mesmo aparato três vezes em ordem aleatória.

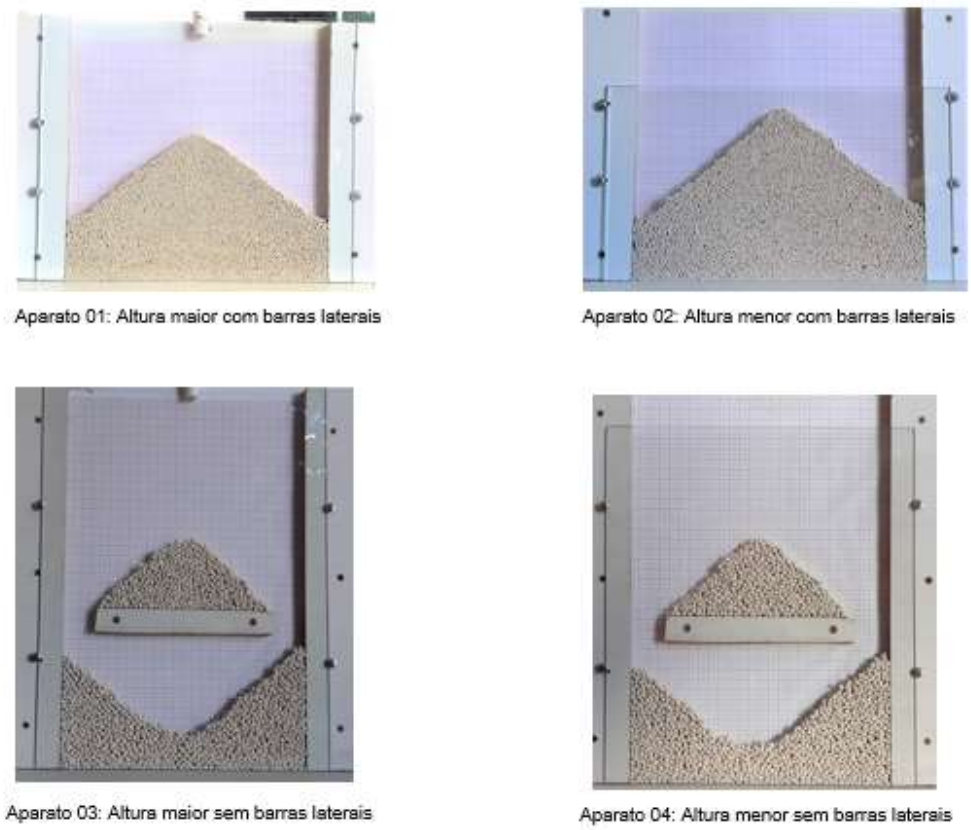


Figura 23 – Aparatos Experimentais utilizados na pesquisa.

O **passo 4** consistiu na determinação do arranjo experimental que consistiu em um arranjo fatorial completo com 02 fatores (altura e barras laterais) em 02 níveis e 01 fator (granulometria) em 3 níveis. O percentual de composição das amostras e todas as observações de medição coletadas para o ângulo de repouso são apresentadas na Tabela 11.

Tabela 11 - Dados do experimento de caracterização.

| | | | **Ângulo de Repouso** | | |
|---|---|---|---|---|---|
| **Barras Laterais** | **Altura (cm)** | **$d_{50}$ (mm)** | **Ør1** | **Ør2** | **Ør3** |
| Com Barras Laterais | 17 | 1,50 | 37,25 | 37,32 | 37,40 |
| Com Barras Laterais | 17 | 3,00 | 36,22 | 36,38 | 36,55 |
| Com Barras Laterais | 17 | 5,00 | 35,46 | 35,06 | 35,12 |
| Com Barras Laterais | 23 | 1,50 | 33,86 | 33,79 | 33,63 |
| Com Barras Laterais | 23 | 3,00 | 32,86 | 32,55 | 32,75 |
| Com Barras Laterais | 23 | 5,00 | 30,17 | 30,05 | 30,47 |
| Sem Barras Laterais | 17 | 1,50 | 35,62 | 35,99 | 36,17 |
| Sem Barras Laterais | 17 | 3,00 | 36,68 | 36,51 | 36,79 |
| Sem Barras Laterais | 17 | 5,00 | 40,65 | 40,42 | 40,15 |
| Sem Barras Laterais | 23 | 1,50 | 38,14 | 37,95 | 38,08 |
| Sem Barras Laterais | 23 | 3,00 | 36,14 | 36,00 | 36,03 |
| Sem Barras Laterais | 23 | 5,00 | 37,64 | 37,58 | 37,52 |

No **passo 5**, realizaram-se os experimentos através do procedimento operacional padrão definido e ao fim da execução dos experimentos, no **passo 6** realizaram-se as análises estatísticas dos dados para o aparato, conforme as equações definidas na metodologia.

4.2.2. Análise estatística das medições do ângulo de repouso

No **passo 6.1**, é apresentado o modelo de regressão encontrado, os coeficientes foram calculados a partir da Equação 13. Considerando o termo granulometria como x1, altura como x2 e barras laterais como x3, a equação que melhor representa o comportamento do ângulo de repouso é ilustrada abaixo.

$$y = 34,204 - 1,42x_1 - 2,073x_2 + 3,295x_3 - 0,79x_1x_2 + 2,492x_1x_3 + 1,818x_2x_3 \qquad (22)$$

No **passo 6.2** realizou-se os testes de adequação do modelo de regressão conforme o passo a passo definido na metodologia:

- Análise do p-valor da ANOVA

Os resultados da regressão na Tabela 12 mostram que os três fatores analisados se mostraram significantes devido a seu P-valor ser menor que 5% e a importância dos fatores feita através do Fvalor, demonstra que os itens mais significativos foram as barras laterais e a altura.

Tabela 12: ANOVA para o modelo estimado

| Fonte | DF | Adj SS | Adj MS | F-valor | P-valor |
|---|---|---|---|---|---|
| Regressão | 6 | 219,723 | 36,6205 | 71,84 | 0,000 |
| Granulometria | 1 | 24,373 | 24,373 | 47,81 | 0,000 |
| Altura | 1 | 77,214 | 77,214 | 151,47 | 0,000 |
| Barras Laterais | 1 | 97,37 | 97,3702 | 191,02 | 0,000 |
| Granulometria*Altura | 1 | 15,306 | 15,3062 | 30,03 | 0,000 |
| Granulometria*Barras Laterais | 1 | 37,505 | 37,5048 | 73,57 | 0,000 |
| Altura*Barras Laterais | 1 | 29,757 | 29,757 | 58,38 | 0,000 |
| Erro | 29 | 14,783 | 0,5098 | | |
| Falta de Ajuste | 5 | 14,094 | 2,8188 | 98,21 | 0,000 |
| Erro Puro | 24 | 0,689 | 0,0287 | | |
| Total | 35 | 234,506 | | | |

- Análise do coeficiente de determinação ajustado ($R^2$ ajustado)

Conforme apresentado na Tabela 13, o modelo obteve ainda um ajuste relevante ($R^2$ (ajustado) = 92,39%). Um valor muito próximo de 100% o que garante que não houve ajustes em excesso e que o modelo está bem ajustado aos dados.

Tabela 13: Sumário do modelo estimado.

| S | R-sq | R-sq (adj) | R-sq (pred) |
|---|---|---|---|
| 0,713969 | 93,70% | 92,39% | 90,46% |

- Análise dos fatores de inflação da variância (VIF)

Seguindo o método proposto, apresenta-se na Tabela 14 o Fator de Inflação de Variância (VIF) para verificar a presença de multicolinearidade no modelo. Como é possível observar os valores do VIF de todas variáveis incluídas no modelo foram menores que 10, logo, o modelo estimado na Equação (22) não apresenta problemas de multicolinearidade e as variáveis de controle incluídas no modelo podem ser consideradas independentes.

Tabela 14: Coeficientes Codificados do modelo estimado.

| Termo | Coef. | SE Coef. | T-Valor | P-Valor | VIF |
|---|---|---|---|---|---|
| Constante | 34,204 | 0,169 | 202,910 | 0,000 | |
| Granulometria | -1,420 | 0,205 | -6,910 | 0,000 | 2,000 |
| Altura | -2,073 | 0,168 | -12,310 | 0,000 | 2,000 |
| Barras Laterais | 3,295 | 0,238 | 13,820 | 0,000 | 1,000 |
| Granulometria*Altura | -0,796 | 0,145 | -5,480 | 0,000 | 1,000 |
| Granulometria*Barras | 2,492 | 0,290 | 8,580 | 0,000 | 2,000 |
| Altura*Barras Laterais | 1,818 | 0,238 | 7,640 | 0,000 | 2,000 |

- Análise de observações influentes

Examinou-se os resíduos do modelo, e todos eles caíram no intervalo (-2, +2). Portanto não foi encontrado *outliers,* ou seja, não houve qualquer observação que não é típica do resto dos dados.

- Teste de normalidade dos resíduos,

Em seguida analisou-se o gráfico do teste de normalidade dos resíduos para o ângulo de repouso, os resíduos foram calculados a partir da Equação 21. A Figura 24 indica que os resíduos podem ser considerados como sendo normalmente distribuídos, já que aproximam-se razoavelmente da reta, esta conclusão é reforçada pelo coeficiente de AD < 1 e P-Valor > 5% de significância.

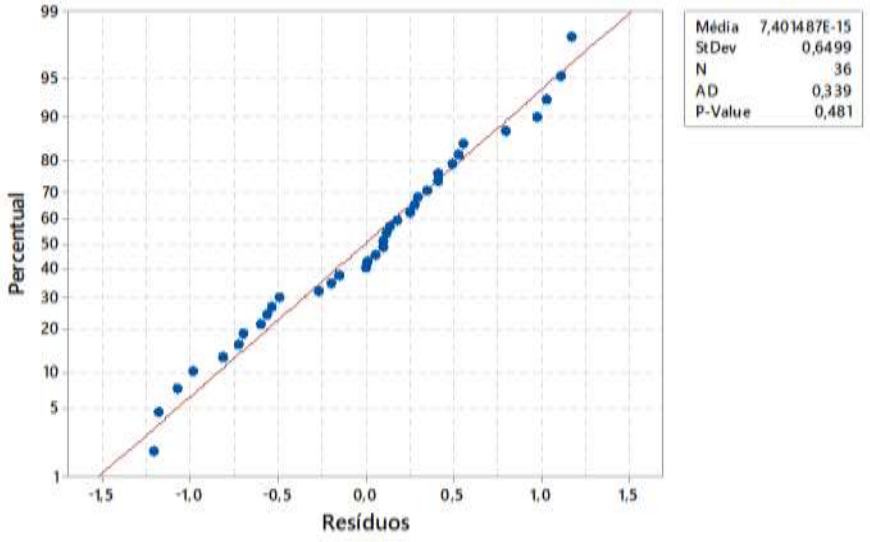


Figura 24 – Teste de Normalidade dos Resíduos.

No **passo 6.3** foi feita a análise gráfica de efeitos principais e interações, a Figura 25 ilustra o gráfico de efeitos principais onde nota-se que as variáveis granulometria e altura têm uma relação negativa com a variável de resposta do modelo e a variável barras laterais tem uma forte relação positiva. Dentre as variáveis que compõem o modelo, a altura e as barras laterais são as mais significativas. A variável granulometria se mostrou menos significativa, pois apresentou apenas uma leve inclinação. Porém, não deve ser ignorada.

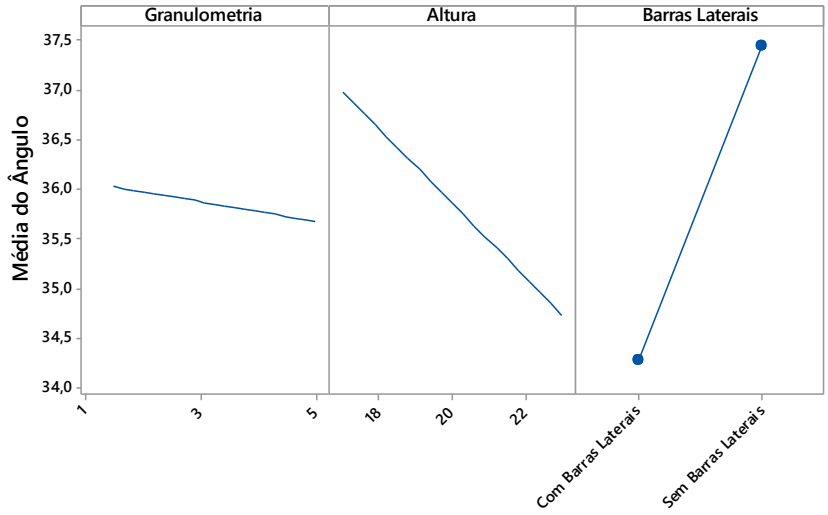


Figura 25 - Gráfico de efeitos principais para a variável de resposta.

Analisando o item granulometria, observou-se que essa variável influencia no ângulo de repouso e conforme ilustrado na Figura 25, quanto maior a granulometria, menor o ângulo

encontrado. Isso está de acordo com as conclusões obtidas por um número grande de pesquisadores que estudaram o efeito do tamanho das partículas no ângulo de repouso, concluindo que o aumento do tamanho das partículas diminui o ângulo de repouso (MIURA et al., 1997; CHUKWU e AKANDE, 2007; ZHOU et al., 2002).

Com relação à altura, verificou-se que essa variável também exerce influência sobre o ângulo de repouso, quanto maior a altura, menor o ângulo obtido. Isso pode ser explicado devido a energia inicial das partículas. Grasselli e Herrmann (1999) realizaram experimentos nos quais a energia inicial foi controlada variando a altura de queda do material. Os autores observaram que o aumento da energia inicial gera uma superfície mais longa na região da base, aumentando-a. Nos ensaios com esferas de vidro, viu-se que o ângulo de repouso decresce com o aumento da energia inicial, estudos semelhantes também foram obtidos por Lajeunesse et al. (2004) e Liu (2011).

Já nos experimentos com e sem barreiras laterais, observou-se também que o ângulo de repouso do material foi modificado pela presença da mesma o que foi confirmado por Grasselli e Herrmann (1997), que afirmam que o ângulo de repouso, de um determinado material granular, é modificado pela presença de placas rígidas. Nos experimentos dos aparatos onde há a presença de barras laterais o ângulo tende a ser menor.

Além de considerar a forma como cada fator de forma individual afeta a variável de resposta, analisou-se também o gráfico de interação (Figura 26) entre esses fatores visando analisar seu comportamento e determinar se algum deles também é significativo.

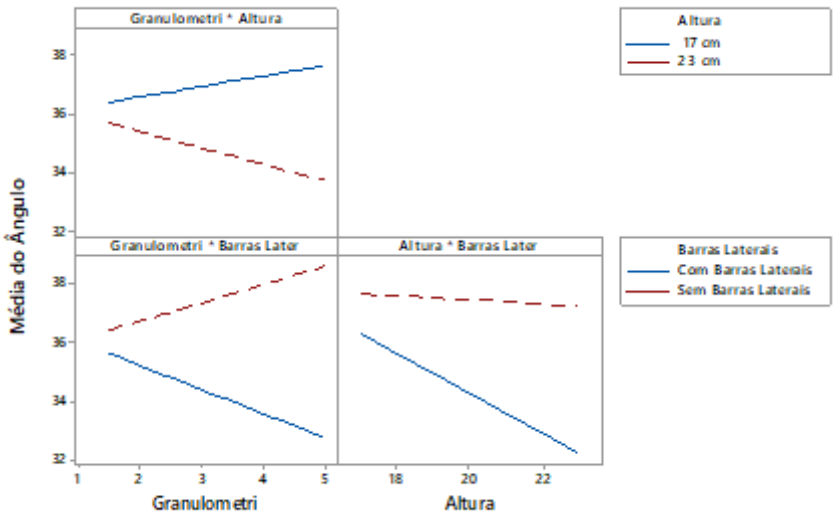


Figura 26 - Gráfico de interação dos fatores analisados.

Analisando a interação granulometria*altura, observou-se que no aparato em que a altura de lançamento foi menor, houve uma inversão do comportamento esperado. O ângulo

aumentou à medida que a granulometria aumentou, tal inversão pode ser explicada devido a esfericidades das partículas não serem idênticas. Khanal et. al (2017) afirmaram em seus estudos que a esfericidade tem efeito significativo no ângulo de repouso. Nesse trabalho considerou-se uma esfericidade média de Ø = 0,68, porém quando o material granular foi analisado individualmente visando identificar a causa para inversão de comportamento, a esfericidade das partículas de granulometria fina medida foi de Ø = 0,77, de granulometria intermediária foi de Ø = 0,68 e de granulometria grossa foi de Ø = 0,60 e conforme os estudos de Montgomery (1992); Dai et al. (2017); Höhner, Wirtz e Scherer (2014), entre outros mostraram, o ângulo de repouso diminui quando a esfericidade aumenta. Partículas esféricas e arredondadas tendem a suportar um ângulo bastante baixo, enquanto que partículas irregulares e angulares podem constituir uma pilha mais íngreme sem tornar-se instável. Possivelmente em uma altura menor (menor energia inicial) esse comportamento se potencializou.

Na interação granulometria*barras laterais, observou-se que nos aparatos sem barras laterais houve também uma inversão do comportamento esperado. O ângulo aumentou a medida que a granulometria aumentou, isso pode ser explicado pela quantidade de material que ficou sobre a base fixa central ser menor do que a quantidade de material que ficou sobre a base do aparato com as barras laterais, pois segundo os estudos de alguns pesquisadores a quantidade de massa influencia no valor do ângulo (COETZEE, 2016; KALMAN et al., 1993; LIU, 2011; MIURA et al., 1997). Miura et al. (1997) descobriram em seus estudos que o ângulo de repouso diminui com um aumento na quantidade de material, e resultados semelhantes foram alcançados por Liu (2011) e Chen et al. (2015).

Na interação altura*parede o comportamento se manteve dentro do esperado. Quanto maior a altura, menor o ângulo. Pôde-se observar que no aparato com barras laterais esse comportamento se mostra mais evidente.

### 4.2.3. Conclusões e Recomendações

Com a realização do estudo foi possível confirmar que os fatores estudados (granulometria, altura e barras laterais) geraram impacto significativo na formação do ângulo de repouso.

E devido a inversão de comportamento observada quando foi analisado o efeito de interação, recomenda-se mais estudos para investigar a interação entre a esfericidade, quantidade de massa, granulometria e altura.

# CAPÍTULO 5

# CONCLUSÃO

Esta dissertação abordou uma análise do sistema de medição aplicada ao ângulo de repouso de fertilizantes com granulometrias distintas e avaliou também quais fatores de processo afetam o comportamento do ângulo. A principal contribuição foi um novo método para validar o procedimento de medição do ângulo de repouso para materiais granulares e a criação de um roteiro contendo um estudo estatístico para avaliar a influência de fatores de processo no valor do ângulo de repouso. Para comprovar a eficácia do método, os experimentos foram conduzidos utilizando um aparato experimental de funil fixo e a medição do ângulo foi realizada através da análise de imagens fotográficas usando o software de computador “Image J”. Através da análise dos dados e dos resultados discutidos ao longo da pesquisa, obteve-se as seguintes conclusões:

- O método de pesquisa criado composto por 7 (sete) passos para validar o procedimento de medição do ângulo de repouso permitirá que outros pesquisadores possam replicar o estudo para outros tipos de materiais granulares e também para outras formas de medição do ângulo de repouso.
- O primeiro procedimento operacional padrão forneceu medições não confiáveis do ângulo de repouso. O método proposto foi capaz não apenas de detectar a fonte do erro de medição, mas também de fornecer diretrizes para diminuir tal variação;
- Depois de fazer os ajustes adequados no procedimento operacional padrão, o erro de medição total (NGR & R) foi reduzido de 59,93% para apenas 4,82%. A fonte do erro de medição devido à reprodutibilidade foi removida (de 12% para 0%) e a repetibilidade foi substancialmente reduzida de 47,19% para 4,82%.
- O método de medição utilizado se mostrou de fácil reprodução e os resultados obtidos foram facilmente interpretáveis, portanto, tal estudo poderá ser usado para melhorar o processo industrial das empresas de fertilizantes

- Com a realização do segundo estudo foi possível identificar que os fatores granulometria, altura e barras laterais geraram um impacto significativo no ângulo de repouso.
- Através dos experimentos realizados observou-se que o ângulo de repouso diminui com o aumento do tamanho das partículas e da altura.
- O fator barras laterais apresentou uma variação de 3,3º no valor do ângulo, o fator altura variou cerca de 2,1º e o fator granulometria 1,4º.
- Através do gráfico de interação foi possível identificar que a esfericidade e a quantidade de material podem também ter influenciado nos resultados obtidos.
- O modelo de regressão múltipla obtido como forma de prever o comportamento do ângulo de repouso mostrou-se eficaz e com resultados satisfatórios.

Percebe-se que a pesquisa atingiu com êxito o objetivo proposto. Tendo assim, a sua relevância justificada ao conseguir identificar causas de variação no sistema de medição e fatores de influência no processo. Por fim, sugere-se para futuros estudos, aplicar o método proposto em outros técnicas de medição, como o método da caixa basculante, o método de cilindro/tambor rotativo, o método de cilindro oco e outros. Um estudo extensivo de repetibilidade e reprodutibilidade poderia ser realizado para avaliar outros softwares de análises de imagens e se variáveis adicionais do processo tais como, rugosidade da base, teor de umidade, esfericidade e coeficiente de atrito fossem incluídas no modelo.

# REFERÊNCIAS

AL-HASHEMI, H. M. B.; AL-AMOUDI, O. S. B. A review on the angle of repose of granular materials. **Powder Technology**, v. 330, p. 397-417, 2018.

AL-REFAIE, A.; BATA, N. Evaluating measurement and process capabilities by GR&R with four quality measures. **Measurement**, v.43, p.842-851, 2010.

AQUILA, G.; PERUCHI, R. S.; JUNIOR, P. R.; ROCHA, L. C. S.; QUEIROZ, A. R.; PAMPLONA, E. O.; BALESTRASSI, P. P. Analysis of the wind average speed in different Brazilian states using the nested GR&R measurement system. **Measurement**, v. 115, p. 217-222, 2018.

AUTOMOTIVE INDUSTRY ACTION GROUP (AIAG). Measurement systems analysis Reference Manual. 4ed. **Chrysler, Ford, General Motors Supplier Quality Requirements Task Force**, 2010.

BEAKAWI AL-HASHEMI, H. M.; BAGHABRA AL-AMOUDI, O. S. A review on the angle of repose of granular materials. **Powder Technology**, v. 330, n. May, p. 397–417, 2018.

BOTZ, J. T.; LOUDON, C.; BARGER, J. B.; OLAFSEN, J. S.; STEEPLES; D. W. Effects of slope and particle size on ant locomotion: implications for choice of substrate by antlions. **Journal of the Kansas Etomological Society**, v. 76, n.3, p. 426-435, 2003.

BRIDGWATER, J. Mixing of powders and granular materials by mechanical means - A perspective**. Particuology**, v. 10, n. 4, p. 397-427, 2012.

BURDICK, R. K.; BORROR, C. M.; MONTGOMERY, D. C. A review of methods for measurement systems capability analysis. **Journal of Quality Technology**, v.35, p.342-354, 2003.

BURDICK, R. K.; BORROR, C. M.; MONTGOMERY, D. C. Design and Analysis of Gauge R&R Studies: Making Decisions with Confidence Intervals in Random and Mixed ANOVA Models.

**ASA-SIAM Series on Statistics and Applied Probability**, SIAM, Philadelphia, ASA, Alexandria, VA, 2005.

CHEN, H.; LIU, Y. L.; ZHAO, X. Q.; XIAO, Y. G.; LIU, Y. Numerical investigation on angle of repose and force network from granular pile in variable gravitational environments. **Powder Technology**, v. 283, p. 607-617, 2015.

CHIK, Z.; VALLEJO, L.E. Characterization of the angle of repose of binary granular materials. **Canadian Geotechnical Journal**, v. 42, p. 683-692, 2005

COETZEE, C. J. Calibration of the discrete element method and the effect of particle shape. **Powder Technology**, v. 297, p. 50-70, 2016.

CUNDALL, A.; STRACK, O. D. L. A discrete numerical model for granular assemblies. **Geotechnique**, v. 29, n. 1, p. 47-65, 1979.

CUNHA, R. N.; SANTOS, K. G.; LIMA, R. N.; DUARTE, C. R.; BARROZO, M. A. S. Repose angle of monoparticles and binary mixture: An experimental and simulation study. **Powder Technology**, v. 303, p. 203–211, 2016.

DAI, B. B.; YANG, J.; ZHOU, C. Y.; ZHANG, W. Effect of particle shape on the formation of sandpile. **Proceedings of the 7th International Conference on Discrete Element Methods**, p. 767-776, 2017.

DURY, C. M.; RISTOW, G. H.; MOSS, J. L.; NAKAGAWA, M. Boundary effects on the angle of repose in rotating cylinders. **Physical Review E,** v. 57, n.4**,** p. 4491-44497, 1998.

ESKIN, D.; KALMAN, H. A numerical parametric study of size segregation in a rotating drum. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 39, n. 6, p. 539–545, 2000.

FRACZEK, J.; ZŁOBECKI, A.; ZEMANEK, J. Assessment of angle of repose of granular plant material using computer image analysis. **Journal of Food Engineering**, v. 83, n. 1, p. 17-22, 2007.

FREEDMAN, D. A. Statistical Models: Theory and Practice. **Cambridge University Press**. p. 26, 2009.

FRIEDMAN, S. P.; ROBINSON, D. A. Particle shape characterization using angle of repose measurements for predicting the effective permittivity and electrical conductivity of saturated granular media. **Water Resources Research**, v. 38, n. 11, p. 18-1-18–11, 2002.

GELDART, D.; ABDULLAH, E. C.; HASSANPOUR, A.; NWOKE, L. C.; WOUTERS, I. Characterization of powder flowability using measurement of angle of repose. **Particuology**, v. 4, n. 3-4, p. 104-107, 2006.

GRASSELLI, Y.; HERRMANN, H. J. On the angles of dry granular heaps. **Physica A: Statistical Mechanics and its Applications**, v. 246, n. 3–4, p. 301–312, 1997.

GRASSELLI, Y.; HERRMANN, H. J. Shapes of heaps and in silos. **The European Physical Journal B: Condensed Matter and Complex Systems, Springer; EDP Sciences,** v. 10, n. 4, p. 673-679, 1999.

HÖHNER, D.; WIRTZ, S.; SCHERER, V. A study on the influence of particle shape and shape approximation on particle mechanics in a rotating drum using the discrete element method. **Powder Technology**, v. 253, p. 256-265, 2014.

ILELEJI, K. E.; ZHOU, B. The Angle of Repose of Bulk Corn Stover Particles. **Powder Technology**, v. 187, p. 110-118, 2008.

JAFARI, M.; ASGHARIPOUR, M. R.; RAMROUDI, M.; GALAVI, M.; HADARBADI, G. Sustainability assessment of date and pistachio agricultural systems using energy, and economic approaches. **Journal of Cleaner Production**, v. 193, p. 642-651, 2018.

KALMAN H.; SANTAMARINA J. C.; CHO G. C.; GODER D.; RIVKIN M.; BEM-DOR G. The effect of the particle-surface friction coefficient on the angle of repose. **Bulk Solids Handling,** 13:123 – 128, 1993.

KHAN, Z. Granular segregation dynamics in a rotating drum. **Tese de doutorado. Departamento de Física da Universidade de Toronto**, Ontário-Canadá, 2006.

KHANAL, M.; ELMOUTTIE, M.; ADHIKARY, D. Effects of particle shapes to achieve angle of repose and force displacement behavior on granular assembly. **Advanced Powder Technology,** v. 28, n. 8, 2017, p. 1972-1976, 2017.

KLEINHANS. M. G.; MARKIES, H.; VET, S. J.; VELD, A. C.; POSTEMA, F. N. Static and dynamic angles of repose in loose granular materials under reduced gravity. **Journal of Geophysical Research:** Planets, v. 116, p. 1-13, 2011.

KLUWER, A.C.; Fertilizer Manual. **United Nations Industrial Development Organization and International Fertilizer Development Center.** Ed. 3rd, 1998.

KOU, B.; CAO, Y.; LI, J.; XIA, C.; LI, Z.; DONG, H.; ZHANG, A.; ZHANG, J.; KOB, W.; WANG, Y. Granular materials flow like complex fluids. **Nature**, v. 551, p. 360–363, 2017.

LI, C.; HONEYANDS, T.; O'DEA, D.; MORENO-ATANASIO, R. The angle of repose and size segregation of iron ore granules: DEM analysis and experimental investigation. **Powder Technology,** v. 320, p. 257–272, 2017.

LIU, Z. Measuring the Angle of Repose of Granular Systems Using Hollow Cylinders. **Tese de Mestrado.** University of Pittsburgh (2011).

LOWE, D. R. Grain flow and grain flow deposits. **Journal of Sedimentary Petrology**, v. 46, n. 1, p.188–199, 1976.

LUMAY, G; BOSCHINI, F; TRAINA, K; BONTEMPI, S.; REMY, J. C.; CLOOTS, R.; VANDEWALLE, N. Measuring the flowing properties of powders and grains**. Powder Technology**, v. 224, p.19-27, 2012.

RACKL, M.; HANLEY, K.J. A methodical calibration procedure for discrete element. **Powder Technology**, v. 307, p.73-83, 2017.

STAHL, M.; KONIETZKY, H. Discrete element simulation of ballast and gravel under special consideration of grain-shape, grain-size and relative density. **Granular Matter**,v 13,p 417–428, 2011.

MAJESKE, K.D. Approval criteria for multivariate measurement systems. **Journal of Quality Technology**, v.40, p.140-154, 2008.

MAJESKE, K.D. Approving vision-based measurement systems in the presence of within-part variation, **Quality Engineering**, v. 24, n. 1, p. 49–59, 2012.

MENGEL, K. Agronomic measures for better utilization of soil and fertilizer phosphates. **Developments in Crop Science**, v. 25, n. C, p. 277–289, 1997.

MONTGOMERY, C.W. Environmental geology. 3ª ed. Dubuque: Wm. C. **Brown Publishers**, 1992.

MONTGOMERY, D. C.; RUNGER, G. C. Applied Statistics and Probability for Engineers. New York: **John Wiley and Sons**, 2003

MONTGOMERY, D. C.; VINING, G. G.; PECK, E. A. Introduction to linear regression analysis. 3ª ed., New York: **John Wiley & Sons**, 2001.

MONTGOMERY, Douglas C.; RUNGER, George C. Estatística Aplicada e Probabilidade para Engenheiros. 4ª ed., New York: **John Wiley & Sons**, 2012.

NAKASHIMA, H.; YASUYUKI, S.; TAIZO, K.; SHIGERU, A.; HIROSHI, S.; JURO, M.; KATSUAKI, O. Determining the angle of repose of sand under low-gravity conditions using discrete element method. **Terrramech**, v 48, p.17-26, 2011.

NOROUZI, H. R.; ZARGHAMI, R.; MOSTOUFI, N. Insights into the granular flow in rotating drums. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 102, p. 12-25, 2015.

CHUKWU, O.; AKANDE, F. B. Development of an apparatus for measuring angle of repose of granular materials. **International Journal of Applied Engineering and Technology**, v. 4, p. 62-66, 2007.

PERUCHI, R. S. PAIVA, A. P. BALESTRASSI, P. P. FERREIRA, J. R. SAWHNEY, R. Weighted approach for multivariate analysis of variance in measurement system analysis. **Precision Engineering**, v. 38, p. 651-658, 2014.

PESARAN, M. H.; SMITH, R. P. A Bayesian analysis of linear regression models with highly collinear regressors. **Econometrics and Statistics**, v. 11, p. 1-21, 2018.

PETERS, J. F.; MUTHUSWAMY, M.; WIBOWO, J.; TORDESILLAS, A. Characterization of force chains in granular material. **Physical Review**, E 72, p. 041307-1 – 041307-7, 2005.

PITANGA, H. N.; GOURC, J. P.; VILAR, O. M. Interface shear strength of geosynthetics: Evaluation and analysis of inclined plane tests. **Geotextiles and Geomembranes**, v. 27, n. 6, p. 435-446, 2009.

RACKL, M.; GRÖTSCH, F.E.; RUSCH, M.; FOTTNER, J. Qualitative and quantitative assessment of 3D-scanned bulk solid heap data. **Powder Technology**, p. 321, 2017.

RACKL, M.; HANLEY, K. J. A methodical calibration procedure for discrete element models. **Powder Technology**, v. 307, p. 73–83, 2017.

RICHARD, P.; NICODEMI, M.; DELANNAY, R.; RIBIERE, P.; BIDEAU, D.; Slow relaxation and compaction of granular systems. **Nat. Mater**. 2005; 4:121–128.

RILEY, G. S.; MANN, G. R. Effects of particle shape on angles of repose and bulk densities of a granular solid. **Granular Matter**, v. 13, p. 417-428, 2011.

ROESSLER, T.; KATTERFELD, A. Scaling of the angle of repose test and its influence on the calibration of DEM parameters using upscaled particles. **Powder Technology**, v. 330, p. 58–66, 2018.

ROUSE, PASCALE C. Comparison of Methods for the Measurement of the Angle of Repose of Granular Materials. **Geotechnical Testing Journal**, v. 37, n. 1, p. 1–5, 2014.

SAIKAEW, C. An implementation of measurement system analysis for assessment of machine and part variations in turning operation. **Measurement**, v.118, p. 246-252, 2018.

SCHULZE, D. Powders and Bulk solids: behavior, characterization, storage and Flow. Germany, **Springer**, 2007.

WANG, F.K.; CHIEN, T.W. Process-oriented basis representation for a multivariate gauge study. **Computers and Industrial Engineering**, v.58, p.143-150, 2010.

WENSRICH, C. M.; KATTERFELD, A. Rolling friction as a technique for modelling particle shape in DEM. **Powder Technology**, v. 217, p. 409–417, 2012.

WÓJCIK, A. et al.; The use of the photogrammetric method for measurement of the repose angle of granular material. **Measurement**, v. 115, p. 19-26, 2018.

XIN, X.; LIU, Q.; LIU, W.; JIANG, X.; WRIGHT, A. L. Distribution of nitrifiers and nitrification associated with different sizes of aggregates along a 2000-year chrono sequence of rice cultivation. **Catena**, v. 119, p. 71–77, 2014.

XIN, Y. Linear Regression Analysis: Theory and Computing. **World Scientific**, v. 78 p. 1–144, (2010).

YANG, H.; ZHANG, B. F.; LI, R.; ZHENG, G.; ZIVKOVIC, V. Particle dynamics in avalanche flow of irregular sand particles in the slumping regime of a rotating drum. **Powder Technology**, v. 311, p. 439–448, 2017.

YANG, R. Y.; ZOU, R. P.; YU, A. B. Microdynamic analysis of particle flow in a horizontal rotating drum. **Powder Technology**, v. 130, n. 1–3, p. 138–146, 2003.

YANG, S.; ZHANG, L.; LUO, K.; CHEW, J. W. DEM investigation of the axial dispersion behavior of a binary mixture in the rotating drum. **Powder Technology**, v. 330, n. 2017, p. 93–104, 2018.

ZAALOUK, A. K.; ZABADY, F. I. Effect of moisture content on angle of repose and friction coefficient of wheat grain**. Journal of Agricultural Engineering**, v. 26, n. 1, p. 418-427, 2009.

ZANOBINI A.; SERENI, B.; CATELANI, M.; CIANI, L. Repeatability and Reproducibility techniques for the analysis of measurement systems. Measurement. **Journal of the International Measurements Confederation**, v. 86, n.2, p.125-132, 2016.

ZHAO, W.; XUE, Y.; LIU, X. Monitoring parameter change in linear regression model based on the efficient score vector. **Physica A: Statistical Mechanics and its Applications**, v. 527, p. 121-135, 2019.

ZHIGUO G.; CHEN, X.; LIU, H.; GUO, Q.; GUO, X.; LU, H. Theoretical and experimental investigation on angle of repose of biomass–coal blends. **Fuel**, v. 116, p. 131-139, 2013.

ZHOU, Y. C.; WRIGHT, B. D.; YANG, R. Y.; XU, B. H.; YU, A. B. Rolling friction in the dynamic simulation of sandpile formation. **Physica A: Statistical Mechanics and its Applications**, v. 269, p. 536–553, 1999.

ZHOU, Y. C.; XU, B. H.; YU, A. B.; ZULLI, P. An experimental and numerical study of the angle of repose of coarse spheres**. Powder Technology**, v. 125, p 45-54, 2002.