

# APLICAÇÃO DE UM MÉTODO DE OTIMIZAÇÃO MULTIVARIADA PARA SELEÇÃO ENTRE DUAS MATÉRIAS-PRIMAS DE UMA REAÇÃO QUÍMICA

**Carlos Eduardo Appollo Unterleider**

Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, Praça Argentina, nº 9 - 90040020 - Porto Alegre, RS - Brasil, eduardo@pirisa.ind.br

**Carla Schwengber ten Caten**

Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, Praça Argentina, nº 9 – 90040020 - Porto Alegre, RS - Brasil, tencaten@producao.ufrgs.br

**Resumo.** Este artigo apresenta um método de otimização multivariada para seleção entre duas matérias primas, ácido 33% e ácido 40%, e definição do ajuste ótimo global dos fatores controláveis de uma reação química considerando múltiplas variáveis de resposta simultaneamente. O método de otimização contemplou técnicas de projetos de experimentos, modelos de regressão e função de perda quadrática multivariada de Taguchi para identificar o ajuste ótimo global dos parâmetros do processo. Os fatores controláveis selecionados para o experimento foram: temperatura de reação e tempo de reação. As variáveis de resposta da reação química, medidas através de cromatografia gasosa, foram: RDHS, CMD, DCMD I, DCMD II e DPM. Um projeto fatorial completo foi escolhido para realização dos experimentos e os dados foram tratados estatisticamente através de modelos de regressão. Através de uma análise comparativa entre os resultados da função de perda multivariada, da qualidade da variável de resposta CMD, medido através da pureza percentual, foi realizada a seleção da matéria-prima mais viável para a reação química. A aplicação do método de otimização multivariada realizada neste trabalho conseguiu atingir seu objetivo, selecionando ácido 40% como a melhor matéria-prima e identificando o ajuste ótimo global dos parâmetros de processo para ser utilizado na reação química. O ajuste ótimo global dos fatores controláveis para a matéria-prima ácido 40% foi temperatura de reação 40°C e tempo de reação 6 horas. Através dos resultados obtidos, com a aplicação do método de otimização multivariada proposto, foi alcançada uma economia anual no processo de R\$101.000,00.

**Palavras-chave:** Projeto de Experimentos, Otimização Multivariada, Indústria Química.

## 1. INTRODUÇÃO

Alto custo da matéria prima, leis ambientais severas entre outros custos de produção e a concorrência globalizada têm levado cada vez mais a indústria química nacional a otimizar seus processos buscando maior aproveitamento da matéria-prima e maior produtividade dos equipamentos envolvidos no processo de fabricação.

Berget e Naes<sup>(1)</sup> afirmam que, para as empresas manterem a fatia de mercado é preciso melhorar continuamente seus produtos existentes, bem como desenvolver novos produtos. Essa melhoria, segundo os referidos autores, considera a otimização da qualidade dos produtos existentes, bem como a redução da variabilidade indesejada.

Para Foust et al.<sup>(2)</sup>, um processo químico pode ser qualquer conjunto de etapas envolvendo alterações físicas ou modificações de composição química na preparação, processamento, separação

ou purificação de um material. Já Shreve e Brink Jr.<sup>(3)</sup> definem, especificamente, processo químico como aquele que processa industrialmente matérias-primas químicas levando à obtenção de produtos com valor industrial relevante. Geralmente, esse processo de transformação industrial envolve uma reação química. Shreve e Brink Jr.<sup>(3)</sup> defendem ainda que, em todas as operações químicas existem operações físicas intimamente envolvidas, como a transferência de calor e o controle de temperatura.

A otimização de processos químicos é uma tarefa que requer a aplicação de um conjunto de ferramentas que possibilitem o alcance de um ajuste ótimo no processo com poucos ensaios, visto que os custos envolvidos na indústria são sempre elevados.

Conforme Wu<sup>(4)</sup>, um problema real em um produto ou processo geralmente possui múltiplas características de qualidade, e, para otimização simultânea de várias características de qualidade, o método mais popular é uma abordagem através da utilização de uma função que descreve o que é desejado. Determinar uma seleção de ajuste ótimo para todas as características de qualidade de um determinado produto ou processo é considerada uma tarefa difícil, porque, geralmente, cada característica de qualidade varia com diferentes combinações das condições de ajuste (WU<sup>(5)</sup>). Muitos experimentos são realizados com foco em apenas uma característica de qualidade, e a otimização de múltiplas características de qualidade em processos de fabricação ainda é uma prática pouco comum entre os engenheiros (ANTONY<sup>(6)</sup>).

Porém a indústria química em particular gera, através de análises químicas caras, uma quantidade enorme de dados em seus processos e isto tende a aumentar muito o custo da otimização. Uma abordagem eficiente com custo relativamente acessível sugerida para a otimização de processos, onde o volume de dados é grande a ponto de inviabilizar um trabalho de melhoria, é a aplicação das técnicas de Projeto de Experimentos aliada a um conhecimento técnico do processo a ser otimizado.

## **2. DESCRIÇÃO DA METODOLOGIA**

### **2.1. Metodologia de Projeto de Experimentos**

Para melhorar a qualidade de um produto ou processo, é necessário um profundo e completo conhecimento do processo. Uma abordagem comum aplicada por muitos engenheiros industriais é *one-factor-at-a-time* (OFAT) ou abordagem tradicional para experimentação, que consiste em variar um fator ou variável de cada vez, mantendo outros fatores ou variáveis em níveis fixos. Porém esta abordagem requer uma quantidade de recursos relativamente grande para obter um número limitado de informações sobre o processo, além de ser um método pouco confiável que, muitas vezes, traz falsas condições ótimas para o processo em estudo. Synoradzki et al.<sup>(7)</sup> colocam que uma das limitações da aplicação da tradicional abordagem OFAT para sistemas nos quais existem vários parâmetros é a geração de um número excessivamente grande de experimentos e resultados difíceis de serem interpretados, além de possíveis resultados equivocados devido às interações entre as variáveis, que poderão ser omitidas. Em contrapartida, o método de Projeto de Experimentos é sistemático e estruturado, levando a uma abordagem planejada e rigorosa na busca dos parâmetros dos ajustes ótimos (ANTONY<sup>(8)</sup>).

Antony et al.<sup>(9)</sup> descrevem métodos de projeto de experimentos como sendo poderosas técnicas de baixo custo, aplicadas na melhoria da qualidade de produtos e processos de fabricação. A execução de experimentos busca, basicamente, aumentar o entendimento dos pesquisadores sobre um fenômeno particular (ANTONY<sup>(8)</sup>). Segundo Brisset et al.<sup>(10)</sup>, um pesquisador que trabalha com experimentos procura, tradicionalmente, saber sobre a influência de diversos fatores em uma dada resposta, analisando separadamente cada fator. Fazendo uma análise individual de cada fator, não é possível evidenciar as interações entre os fatores. Uma solução possível seria através de uma análise da malha formada pelo cruzamento dos fatores com as respostas, realizando um teste para cada intersecção da malha dentro do domínio, porém esta solução torna-se muito extensa quando aumenta o número dos fatores. Um projeto experimental traz um método rigoroso para selecionar um número reduzido de pontos em comparação com aqueles previstos anteriormente na malha.

Esses pontos são escolhidos por suas propriedades estatísticas, e diversos fatores são modificados a cada novo teste.

O objetivo dos projetos experimentais é planejar e conduzir experimentos de maneira a extrair o máximo de informações a partir de dados coletados em um número reduzido de rodadas experimentais. A idéia básica é mudar simultaneamente todos os fatores relevantes, ajustando-os através de experimentos planejados, conectando e interpretando os resultados, usando modelos matemáticos (GABRIELSSON et al.<sup>(11)</sup>).

Em empresas químicas e farmacêuticas, a abordagem de Projeto de Experimentos é de grande importância para otimizações de reações químicas durante o processo de desenvolvimento ou em aplicações de melhorias (GOODING et al.<sup>(12)</sup>). Lendrem et al.<sup>(13)</sup> colocam ainda que é inestimável a contribuição das técnicas de Projeto de Experimentos na identificação de parâmetros críticos, otimização de processos químicos e identificação de ajustes robustos para processos. Alimardanov et al.<sup>(14)</sup> apresentam em seu trabalho as vantagens do uso de técnicas de projetos de experimentos na otimização multivariada de uma reação química, destacando economia e rapidez como principais vantagens.

## 2.2. Função de perda multivariada

Segundo a filosofia de Taguchi, os seguintes passos podem ser seguidos para otimização de múltiplas variáveis de resposta: (i) descobrir o valor ótimo separadamente da variável de resposta selecionada; (ii) usando o valor ótimo e níveis de qualidade mínimos, construir escalas de importância para cada variável de resposta; (iii) atribuir valores para as variáveis de resposta, baseado na experiência e uso do produto; (iv) encontrar o valor de utilidade de cada produto contra cada condição testada no experimento; (v) usar estes valores como uma resposta das condições do plano experimental selecionado; (vi) analisar os resultados através dos procedimentos sugeridos por Taguchi; (vii) encontrar os ajustes ótimos para os parâmetros de processos para a utilidade ótima; (viii) prever o valor da variável de resposta individual considerando os parâmetros significantes ótimos determinados no passo vii; (ix) conduzir uma confirmação do experimento na condição ótima e comparar o valor ótimo previsto da variável de resposta com o valor atual (adaptado a partir de KUMAR et al.<sup>(15)</sup>).

Segundo Taguchi, a perda é aproximadamente proporcional ao quadrado do desvio da meta estabelecida para a variável de resposta conforme a Equação 1.

$$\hat{Z}(\mathbf{i}) = \sum_{j=1}^J [\mathbf{K}_j \times (\hat{Y}_j - T_j)^2] \quad (1)$$

Em que:

$\hat{Z}(\mathbf{i})$  é o valor que a função de perda  $Z$  assume para um dado ajuste  $\mathbf{i}$  dos fatores controláveis;

$\mathbf{K}_j$  é a ponderação atribuída à variável de resposta  $\mathbf{j}$ ;

$\hat{Y}_j$  é o modelo matemático que fornece uma estimativa da média da variável de resposta  $\mathbf{j}$  em função do ajuste dos parâmetros controláveis;

$T_j$  é o valor alvo para a variável de resposta  $\mathbf{j}$ .

Esta expressão calcula a perda total devido aos desvios das variáveis de resposta. A otimização é obtida pela adoção do ajuste que minimiza esta perda total. O valor de  $\mathbf{K}_j$  é determinado de acordo com o tipo de variável de resposta, de acordo com as Equações 2, 3 e 4.

$$\mathbf{K}_j = \frac{\mathbf{IR}_j}{\left(\frac{\mathbf{LSE} - \mathbf{LIE}}{2}\right)^2} \quad \text{Nominal-é-melhor} \quad (2)$$

$$K_j = \frac{IR_j}{(\text{Alvo} - \text{LIE})^2} \quad \text{Maior-é-melhor} \quad (3)$$

$$K_j = \frac{IR_j}{(\text{LSE} - \text{Alvo})^2} \quad \text{Menor-é-melhor} \quad (4)$$

Em que:

$IR_j$  é a importância relativa da variável de resposta  $j$ ;

LSE representa o limite superior de especificação;

LIE representa o limite inferior de especificação.

### 3. APLICAÇÃO DO MÉTODO DE OTIMIZAÇÃO

#### 3.1. Etapas para a otimização multivariada

O método de otimização multivariada utilizado neste estudo contempla as seguintes etapas: (i) caracterização do problema; (ii) Planejamento do experimento; (iii) execução do experimento; (iv) análise individual das variáveis de resposta; (v) otimização multivariada. As etapas do método estão detalhadas na seqüência.

##### *Etapa 1 – Caracterização do problema:*

Uma correta e detalhada caracterização do problema é crucial para que a otimização alcance o sucesso desejado, de nada adianta um ótimo levantamento estatístico, diversos gráficos, cálculos matemáticos, entre outros se o problema não for adequadamente caracterizado. A possibilidade de que esta caracterização seja feita de maneira correta é mais provável se for realizada por uma equipe técnica com vivência do problema.

São considerados parâmetros de processo todas as variáveis de processo que podem ser alteradas e que talvez tenham efeito sobre as variáveis de resposta. Os parâmetros de processo escolhidos para serem estudados no experimento são chamados de fatores controláveis.

Deming et al.<sup>(16)</sup> colocam que nos sistemas químicos existem três elementos básicos: fatores (entradas), respostas (saídas) e transformações. Fatores materiais são considerados fatores de entrada e não mudam muito com o tempo, os fatores de processo são considerados fatores de entrada menos óbvios e estes são alterados deliberadamente para afetar as respostas do sistema, os fatores ambientais são aqueles fatores não controláveis podendo, no entanto afetar as respostas do sistema. As variáveis de resposta subdividem-se em primárias e secundárias, as respostas primárias apresentam as saídas desejáveis de importância para o experimentador e as respostas secundárias são outras saídas indesejáveis do sistema.

O objeto de estudo deste artigo é uma reação química de clorometilação, intermediária à obtenção do produto final Butóxido de Piperonila, que ocorre atualmente em um período de 8,5 horas sob temperatura constante de 46°C e é proporcionada através da combinação de três reagentes: DHS, ácido 33% ou 40% e reagente Y. O objetivo central que se busca é selecionar qual matéria-prima, ácido 33% ou 40%, têm mais viabilidade para a reação química e definir o ajuste ótimo dos parâmetros de processo. A otimização será direcionada à otimizar a qualidade final da molécula CMD, medida através da pureza percentual, em contra partida deverá ser minimizada a presença de RDHS, DCMD I, DCMD II e DPM, variáveis de respostas secundárias também controladas através da pureza percentual.

A Tabela 1 apresenta as variáveis de resposta primárias e secundárias que avaliam quantitativamente as características de qualidade definindo, para estas variáveis de resposta, seu tipo, seu valor alvo, suas especificações e a importância relativa (IR) que cada variável de resposta representa dentro do processo.

Tabela 1. Variáveis de resposta primárias e secundárias da reação química

Variáveis de resposta		Tipo	Alvo	Especificações		IR
Primárias	Secundárias			Min	Max	
Y1: %CMD		Maior-é-melhor	96,0	85,0	-	2,0
	Y2: %RDHS	Menor-é-melhor	0,00	-	0,4	2,0
	Y3: %DCMD I	Menor-é-melhor	0,05	-	2,5	1,0
	Y4: %DCMD II	Menor-é-melhor	0,10	-	5,5	1,0
	Y5: %DPM	Menor-é-melhor	0,20	-	6,0	1,0

**Etapa 2 – Planejamento do experimento:**

Uma vez definidas as variáveis de respostas, é necessário definir os fatores controláveis a serem investigados no experimento. Para isso será utilizada uma matriz de priorização dos parâmetros de processo.

A Figura 1 apresenta a matriz de priorização dos parâmetros de processo, onde se avalia a influência dos diferentes parâmetros de processo sobre as múltiplas variáveis de resposta. Os fatores controláveis escolhidos para serem investigados no experimento foram aqueles parâmetros de processos com maiores índices de priorização, ou seja, aqueles parâmetros com maior influência sobre as respostas com maiores importâncias relativas. O índice de priorização é calculado conforme a Equação 5.

$$IP_j = FA_j \times \sum_{i=1}^I (IR_i \times R_{ij}) \quad (5)$$

Em que:

**IP<sub>j</sub>** é o índice de priorização do **j-ésimo** parâmetro de processo;

**FA<sub>j</sub>** é a facilidade de ajuste do **j-ésimo** parâmetro de processo;

**IR<sub>i</sub>** é a importância relativa da **i-ésima** variável de resposta;

**R<sub>ij</sub>** é a intensidade de relacionamento que existe entre o **j-ésimo** parâmetro de processo e a **i-ésima** variável de resposta.

		Temperatura da reação	Tempo de reação	Velocidade do agitador	Tipo de reator
	FA <sub>j</sub> \ IR <sub>i</sub>	2,0	2,0	1,0	0,5
<b>RDHS</b>	2,0	9,0	9,0	9,0	9,0
<b>CMD</b>	2,0	9,0	9,0	9,0	9,0
<b>DCMD I</b>	1,0	3,0	3,0	3,0	3,0
<b>DCMD II</b>	1,0	3,0	3,0	3,0	3,0
<b>DPM</b>	1,0	3,0	3,0	1,0	1,0
	<b>IP<sub>j</sub></b>	<b>90,0</b>	<b>90,0</b>	<b>43,0</b>	<b>21,5</b>

Figura 1. Matriz de priorização dos parâmetros de processo

Na Tabela 2 são descritos os parâmetros de processo com maiores índices de priorização selecionados para o experimento, denominados fatores controláveis. Os fatores controláveis são identificados pelas letras A e B, e os níveis de cada um destes fatores são representados pela letra de identificação do fator acrescida dos numerais.

Tabela 2. Fatores controláveis e seus respectivos níveis

Fatores controláveis	Intervalo de investigação			
A: Temperatura de reação	A1: 40°C		A2: 56°C	
B: Tempo de reação	6 horas	7 horas	8 horas	8,5 horas

O planejamento experimental é constituído de 2 fatores controláveis, sendo 1 a 2 níveis e 1 a 4 níveis. Foi adotado um projeto fatorial completo, com apenas uma repetição, totalizando  $2 \times 4 = 8$  tratamentos, para cada matéria-prima. O experimento foi realizado duas vezes, inicialmente com a matéria-prima ácido 33% e posteriormente com a matéria-prima ácido 40%.

**Etapa 3 – Execução do experimento:**

A realização dos experimentos foi aleatória e os dados foram coletados ao longo de 2 semanas. Para cada um dos 8 tratamentos foram medidas 5 variáveis de resposta: RDHS, CMD, DCMD I, DCMD II e DPM.

**Etapa 4 – Análise individual das variáveis de resposta:**

A análise dos dados coletados foi realizada de maneira individual para cada variável de resposta. Através de uma análise de modelos de regressão identificaram-se os fatores que têm efeitos significativos sobre as variáveis de resposta. Foram considerados efeitos significativos aqueles cujo valor-p foi menor que  $\alpha = 0,05$ . O *software* Minitab versão 13.20 foi utilizado nesta etapa de análise de dados. Uma vez conhecidos os efeitos significativos foram estabelecidas as Equações para geração dos valores previstos para as variáveis de resposta e seus respectivos valores de coeficiente de determinação  $R^2$ . Este coeficiente representa o percentual da variabilidade da variável de resposta que é explicado pela equação de regressão. Inicialmente é apresentada a análise para a matéria-prima ácido 33% seguida da análise para a matéria-prima ácido 40%.

**Matéria-prima ácido 33%:**

$$\text{RDHS} = 3,84 - 3,15 A - 1,22 B + 0,775 AB \quad R^2 = 99,8\% \quad (6)$$

$$\text{CMD} = 81,9 + 2,98 A + 1,13 B - 0,777 AB \quad R^2 = 99,2\% \quad (7)$$

$$\text{DCMD I} = 0,577 + 0,297 A + 0,0491 B + 0,0126 AB \quad R^2 = 97,7\% \quad (8)$$

$$\text{DCMD II} = 1,65 + 0,646 A + 0,0651 B \quad R^2 = 99,8\% \quad (9)$$

$$\text{DPM} = 4,34 + 0,126 B - 0,161 AB \quad R^2 = 88,3\% \quad (10)$$

**Matéria-prima ácido 40%:**

$$\text{RDHS} = 0,139 + 0,0241 A \quad R^2 = 59,7\% \quad (11)$$

$$\text{CMD} = 85,4 - 1,75 A - 0,371 B \quad R^2 = 98,0\% \quad (12)$$

$$\text{DCMD I} = 1,74 + 0,960 A + 0,175 B + 0,0965 AB \quad R^2 = 100,0\% \quad (13)$$

$$\text{DCMD II} = 3,50 + 1,55 A + 0,268 B + 0,105 AB \quad R^2 = 100,0\% \quad (14)$$

$$\text{DPM} = 2,30 - 0,173 A + 0,0598 AB \quad R^2 = 96,7\% \quad (15)$$

No entanto, tanto para a matéria-prima ácido 33% quanto para a matéria-prima ácido 40%, o ajuste ótimo individual dos fatores controláveis foi diferente para cada uma das cinco variáveis de resposta necessitando uma otimização multivariada.

### **Etapa 5 – Otimização multivariada:**

A metodologia adotada para realizar a otimização multivariada, considerando simultaneamente as cinco variáveis de resposta, foi a perda multivariada baseada na perda quadrática de Taguchi, conforme a Equação 1, apresentada anteriormente.

Utilizando os modelos de regressão foram gerados os valores previstos para as variáveis de resposta, a perda individual de cada variável de resposta e também a função de perda multivariada em função das diferentes combinações dos fatores controláveis, tanto para a matéria-prima ácido 33%, como para 40%.

Dentre as diversas combinações dos fatores controláveis identificou-se, com auxílio da ferramenta *solver* disponível no *software Excel* versão 2000, o ajuste ótimo global dos fatores controláveis como aquele que minimiza a função de perda multivariada.

O ajuste ótimo global dos fatores controláveis, para as duas matérias-primas, é apresentado na Tabela 3.

**Tabela 3. Comparativo entre o ajuste ótimo global para ácido 33% e 40%**

Fatores controláveis	Ajuste Atual ácido 33% e 40%	Ajuste ótimo ácido 33%	Ajuste ótimo ácido 40%
A: Temperatura de reação	46°C	56°C	40°C
B: Tempo de reação	8,5 horas	8,5 horas	6,0 horas

A perda multivariada do ajuste ótimo global para a matéria-prima ácido 33% foi de 3,47 e para a matéria-prima ácido 40% foi de 1,68.

### **3.2. Análise comparativa entre as matérias-primas ácido 33% e 40%**

Através de um comparativo da perda multivariada do ajuste ótimo global é possível verificar que a perda multivariada quando o processo opera utilizando a matéria-prima ácido 40% é 51,59% menor que se o processo operasse utilizando a matéria-prima ácido 33%.

Na Tabela 3 é apresentado um comparativo entre o ajuste ótimo global para ácido 33% e 40% onde verifica-se que: (i) a temperatura quando é utilizado no processo a matéria-prima ácido 33% (56°C) é maior se comparado com o processo utilizando ácido 40% (40°C); (ii) no ajuste ótimo global identificado para a matéria-prima ácido 33% o tempo de reação (8,5 horas) é maior se comparado com o ajuste ótimo global identificado para a matéria-prima ácido 40% (6,0 horas).

A Tabela 4 apresenta um comparativo entre as variáveis de resposta obtidas com o ajuste ótimo global para as duas matérias-primas, ácido 33% e 40%. Verifica-se que os valores de todas as variáveis de resposta para ambas as matérias-primas ficaram dentro dos limites de especificação. No entanto a pureza percentual da variável de resposta CMD, que representa a resposta primária do processo, é 85,23% para ácido 33% e 87,25% para ácido 40%, ou seja, é 2,37% melhor para a matéria-prima ácido 40% em comparação com a matéria-prima ácido 33%.

**Tabela 4. Resultados previstos com o ajuste ótimo global para ácido 33% e 40%**

Variáveis de Resposta	Ácido 33%	Ácido 40%	Alvo	Especificação	IR
% CMD	85,23	87,25	96,0	maior que 85,0	2,0
% RDHS	0,25	0,12	0,00	menor que 0,4	2,0
% DCMD I	0,94	0,70	0,05	menor que 2,5	1,0
% DCMD II	2,36	1,79	0,10	menor que 5,5	1,0
% DPM	4,31	2,53	0,20	menor que 6,0	1,0

O custo final de produção de todas as variáveis de respostas somadas, tanto variáveis de repostas primárias como secundárias, é de R\$50,00 por quilograma. Desta maneira é possível verificar que para uma produtividade anual de 100.000 quilogramas da variável de resposta CMD serão economizados anualmente R\$101.000,00 ( $50 \times 100.000 \times [0,8725-0,8523]$ ) se o processo rodar com a matéria-prima ácido 40% (87,25%) ao invés da matéria-prima ácido 33% (85,23%).

#### 4. CONCLUSÕES

A aplicação do método de otimização multivariada realizada neste trabalho conseguiu atingir seu objetivo específico que era selecionar a melhor matéria-prima e definir o ajuste ótimo global dos fatores controláveis para ser utilizado na reação química.

Os fatores controláveis selecionados para o experimento foram: temperatura de reação e tempo de reação. As variáveis de resposta da reação química, medidas através de cromatografia gasosa, foram: RDHS, CMD, DCMD I, DCMD II e DPM. Um projeto fatorial completo foi escolhido para realização dos experimentos.

Inicialmente utilizou-se equações de regressão para modelar as variáveis de resposta em função dos fatores controláveis. Como o ajuste ótimo individual foi diferente para cada variável de resposta, realizou-se uma otimização multivariada para definição do ajuste ótimo global considerando simultaneamente todas as variáveis de resposta. A otimização multivariada foi realizada calculando-se a função de perda quadrática de Taguchi.

Através do método de otimização multivariada concluiu-se que a matéria-prima ácido 40% é melhor, pois: (i) a perda multivariada para a matéria-prima ácido 40% é 51,59% menor em comparação com a perda para a matéria-prima ácido 33%; (ii) a pureza percentual da variável de resposta CMD é 2,37% melhor quando é utilizada no processo a matéria-prima ácido 40% ao invés da matéria-prima ácido 33%; (iii) há uma economia anual de R\$101.000,00 utilizando-se a matéria-prima ácido 40%.

O ajuste ótimo global dos fatores controláveis identificado para a matéria-prima ácido 40% é temperatura de reação 40°C e tempo de reação 6 horas. Recomenda-se que a empresa, onde foi realizado o estudo, utilize sempre que for possível a matéria-prima ácido 40% com o ajuste ótimo dos fatores controláveis identificado na otimização.

#### 5. REFERÊNCIAS

1. BERGET, I.; NAES, T. **Sorting of Raw Materials With Focus on Multiple End-Product Properties**. Journal of Chemometrics, v. 16, p. 263-273, 2002.
2. FOUST, A. S.; WENZEL, L. A.; CLUMP, C. W.; MAUS, L.; ANDERSEN, L. B. **Princípios das Operações Unitárias**. Rio de Janeiro: Editora LTC S.A., 1982.
3. SHREVE, R. N.; BRINK JR, J. A. **Indústria de Processos Químicos**. Rio de Janeiro: Editora Guanabara Koogan S.A., 1997.
4. WU, F.-C. **Optimization of Correlated Multiple Quality Characteristics Using Desirability Function**. Quality Engineering, 17, p. 119-126, 2005.
5. WU, F.-C. **Optimisation of Multiple Quality Characteristics Based on Percentage Reduction of Taguchi's Quality Loss**. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, v. 20, p. 749-753, 2002.
6. ANTONY, J. **Simultaneous Optimisation of Multiple Quality Characteristics in Manufacturing Processes Using Taguchi's Quality Loss Function**. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, v. 17, p. 134-138, 2001.



7. SYNORADZKI, L.; JANCZEWSKI, D.; WLOSTOWSKI, M. **Optimisation of Ethyl(2-phthalimidoethoxy)acetate Synthesis with the Aid of DOE.** Organic Process Research & Development, v. 9, n. 1, p. 18-22, 2005.
8. ANTONY, J. **Some Key Things Industrial Engineers Should Know About Experiments Design.** Logistics Information Management, v. 11, n. 6, p. 386-392, 1998.
9. ANTONY, J.; HUGHES, M.; KAYE, M. **Integrated Manufacturing Systems.** Bradford, v. 10, n. 3, p. 162, 1999
10. BRISSET, S.; GILLON, F.; VIVIER S.; BROCHET, P. **Optimization with Experimental Design: An Approach Using Taguchi's Methodology and Finite Element Simulations.** IEEE Transactions on Magnetics, v. 37, n. 5, p. 3530-3533, September 2001.
11. GABRIELSSON, J.; LINDBERG, N.-O.; LUNDSTEDT, T. **Multivariate Methods in Pharmaceutical Applications.** Journal of Chemometrics, v. 16, p. 141-160, 2002.
12. GOODING, O. W.; VO, L.; BHATTACHARYYA, S.; LABADIE, J. W. **Use of Statistical Design of Experiments in the Optimization of Amide Synthesis Utilizing Polystyrene-Supported N-Hydroxybenzotriazole Resin.** Journal of Combinatorial Chemistry, v. 4, n. 6, p. 576-583, 2002.
13. LENDREM, D.; OWEN, M.; GODBERT, S. **DOE (Design of Experiments) in Development Chemistry: Potential Obstacles.** Organic Process Research & Development, v. 5, n. 3, p. 324-327, 2001.
14. ALIMARDANOV, A. R.; BARRILA, M. T.; BUSCH, F.R.; CAREY, J. J.; COUTURIER, M. A.; CUI, C. **Use of DOE for Rapid Development of a Red-Al Reduction Process for the Synthesis of 3,4-Isopropylidenedioxypyrrolidine Hydrotosylate.** Organic Process Research & Development, v. 8, n. 6, p. 834-837, 2004.
15. KUMAR, P.; BARUA, P. B.; GAINDHAR, J. L. **Quality Optmization (Multi-Characteristics) Through Taguchi's Technique and Utility Concept.** Quality and Reliability Engineering International, v. 16, p. 475-485, 2000.
16. DEMING, S. N.; PALASOTA, J. A.; PALASOTA, J. M. **Experimental Design in Chemometrics.** Journal of Chemometrics, v. 5, p. 181-192, 1991.

## **APPLICATION OF A MULTIVARIATED OPTIMIZATION METHOD TO COMPARE TWO DIFFERENT KINDS OF RAW MATERIAL IN A CHEMICAL PROCESS AND CHOOSE THE BEST ONE**

**Carlos Eduardo Appollo Unterleider**

Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, Praça Argentina, nº 9 - 90040020 - Porto Alegre, RS - Brasil, eduardo@pirisa.ind.br

**Carla Schwengber ten Caten**

Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, Praça Argentina, nº 9 – 90040020 - Porto Alegre, RS - Brasil, tencaten@producao.ufrgs.br

**Abstract.** *This paper presents the application of a method for multivariate optimization in the selection of the best raw material in a chemical process, emphasizing techniques of design of experiments, models of regression and Taguchi's quadratic loss function for identifying excellent process adjustment, with the lowest research cost considering multiple quality characteristics simultaneously. The study was realized considering two different raw materials, acid 33% and acid 40%. The propose of the research is to find the optimum adjustment for the reaction temperature and reaction time controllable factors, improve the quality and reduce production costs. The five measured-by-gas-chromatograph responses of chemical reaction were: RDHS, CMD, DCMD I, DCMD II and DPM. A full factorial project was chosen for the experiments, and the data were treated statistically by models of regression. From a comparison between the results of the quadratic loss function, quality of response CMD, measured through purity percentage, the best raw material was chosen for the chemical reaction. The optimum adjustment found for acid 40% is temperature 40°C and 6 hours of reaction time. The specific objectives of the research were attained, finding out acid 40% as the best raw material, resulting economies of R\$101,000.00 per year.*

**Keywords.** *Design of Experiments, Multivaried Optimization, Chemical Industry.*