

Aplicação das técnicas de planejamento e análise de experimentos no desenvolvimento de novos produtos em uma empresa de saneantes

Application of design of experiments for product development in the sanitizing industry

Luís Felipe Riehs Camargo

Mestre, Programa de Pós Graduação em Engenharia de Produção - UNISINOS
Av. Unisinos, 950, Prédio 5
93022-000, São Leopoldo, RS, Brasil
feliperiehs@yahoo.com.br

Vinicius Moreira

Engenheiro, Programa de Pós Graduação em Engenharia de Produção - UNISINOS
Av. Unisinos, 950, Prédio 5
93022-000, São Leopoldo, RS, Brasil
moreiravini@uol.com.br

Guilherme Luís Roehe Vaccaro

Doutor, Programa de Pós Graduação em Engenharia de Produção - UNISINOS
Av. Unisinos, 950, Prédio 5
93022-000, São Leopoldo, RS, Brasil
guilhermev@unisinos.br

Resumo

Na indústria química o desenvolvimento de novos produtos é um fator competitivo muito importante na estratégia da empresa. O desenvolvimento ocorre principalmente a partir de dados teóricos e testes em bancadas. Porém, estatisticamente, estes testes não apresentam a robustez desejada para um projeto e, muitas vezes, necessitam de um tempo maior para o desenvolvimento do produto. Este artigo estuda a utilização de Planejamento de Experimentos em uma empresa de saneantes, para o desenvolvimento de um produto desinfetante para uso hospitalar a base de ácido peracético. A utilização do método de planejamento de experimento apresenta uma faixa de possibilidades de respostas, que variam de acordo com a análise que se deseja realizar, ao contrário do método tradicional utilizado pela empresa analisada, onde apenas uma resposta sem tratamento estatístico era gerada. O método de Planejamento de Experimentos, inicialmente, eleva os custos de

Abstract

New product development in chemical industry is a very important factor in competitive strategy. The development occurs mainly from theoretical data and laboratory tests. However, these tests do not represent statistics robustness and often require greater time to development a new product. This article proposes the use of design and analysis of experiments to support the new product development team in an industry that develops disinfectant product for use in hospitals. The statistical method, analysis of experiments, presents a range of possible responses to the output variable, unlike the traditional method used by the company analyzed. Design of experiments method, initially increases the cost and labor force, however it saves in response time and quality of responses, enabling a reduction of cost in new product formulation.

análises e mão-de-obra, no entanto o mesmo economiza no tempo de resposta e na qualidade das respostas, possibilitando uma redução do custo na formulação do novo produto.

Palavras-chave: experimentos fatoriais, análise de superfície de resposta, desenvolvimento de produtos, indústria de saneantes.

Key words: factorial experiments, surface response methodology, new product development, chemical industry.

1. Introdução

A indústria química é um importante e dinâmico setor da economia brasileira. No ano de 2006, o faturamento líquido dessa indústria foi de US\$ 81,6 bilhões, sendo deste total US\$ 4,6 bilhões na área de saneantes. A indústria química é o segundo maior setor industrial brasileiro com 12,2% do Produto Interno Bruto (PIB) da indústria de transformação e 3,1% do PIB em geral. No ano de 2007, a indústria química apresentou, em projetos de investimentos, um total de US\$ 2,83 bilhões, patamares mantidos nos anos subsequentes (ABIQUIM, 2008). Estes dados vêm a acrescentar o potencial da indústria química e a preocupação com o desenvolvimento de novos produtos e projetos.

Em mercados altamente competitivos, como o da indústria química, a busca por produtos inovadores é essencial para o sucesso dessas empresas. Nesse contexto, o desenvolvimento de novos produtos de maneira rápida e com redução de custos recebe especial atenção nas empresas que compõem esse mercado, representando um diferencial competitivo para as mesmas, principalmente para as de pequeno porte.

A busca de métodos de desenvolvimento mais eficiente de novos produtos, isto é, mais rápida e com menor emprego de recursos, é objetivo também de pequenas empresas, que, muitas vezes, não possuem estrutura de Pesquisa e Desenvolvimento bem definida, tampouco recursos abundantes para desenvolver novos produtos. A inserção de métodos estatísticos, como o Planejamento de Experimentos (*Design of Experiments* - DOE), no ciclo de projeto e desenvolvimento de produtos de empresas desse segmento é o primeiro ponto a ser observado. Com tal inserção visa-se aperfeiçoar os processos vigentes, maximizando o potencial de geração de informação por unidade monetária investida. Normalmente o processo de desenvolvimento de novos produtos nas empresas desse segmento enquadra-se perfeitamente na aplicação de projetos experimentais. É comum a necessidade de novas combinações de elementos e o aperfeiçoamento de produtos através de experimentos embasados em conhecimentos técnicos, porém carente de metodologia para a criação dos experimentos. Muito do que é realizado é baseado em resultados históricos e na cultura de cada organização.

Na indústria, em especial no desenvolvimento de novos produtos, muitas vezes é necessário obter informações sobre produtos e processos empiricamente e, a partir dessas informações, tomar decisões táticas. Neste contexto o trabalho das pessoas envolvidas com o problema assemelha-se ao de pesquisadores ou cientistas, que precisam projetar experimentos, coletar dados e analisá-los. Experimentos são empregados para resolver problemas de fabricação, decidir entre diferentes processos de manufatura, diferentes conceitos de produto e entender a influência de determinados fatores. Além disso, esta tarefa

torna-se cada vez mais importante na medida em que se intensifica a base tecnológica dos produtos e as exigências governamentais e de clientes aumentando a necessidade de emprego de experimentos durante todas as etapas do ciclo de vida do produto (Galdamez e Carpinetti, 2004).

Este artigo tem como objetivo discutir o uso de método estatístico para o desenvolvimento de novos produtos na indústria química, por meio de um estudo realizado em uma empresa deste segmento. O método é alicerçado na utilização de Planejamento de Experimentos e foi aplicado no desenvolvimento de um novo desinfetante à base de ácido peracético para fins hospitalares. Os resultados obtidos são apresentados e discutidos, visando tecer inferências sobre a adequação da abordagem proposta no contexto de pequenas empresas da indústria de materiais saneantes.

2. Materiais e Métodos

2.1. O Contexto da Pesquisa

Na ciência em geral, as idéias freqüentemente surgem antes da tecnologia necessária para explorá-las. Repetidas vezes avanços teóricos são propostos antes que se tenha capacidade de aplicá-los de forma produtiva e concreta, sendo postergada a efetivação dos benefícios decorrentes. Por exemplo, a análise de componentes principais somente começou a ser utilizada na década de 70 como método de classificação em química, com a disseminação de computadores com poder de processamento suficiente para a concretização das análises em dados reais. A partir deste período, surge a quimiometria como a combinação da química com a estatística (Barros Neto *et al.*, 2006).

Segundo Barros Neto *et al.* (2006), os trabalhos em quimiometria no Brasil podem ser agrupados em três áreas principais: planejamento e otimização de experimentos, reconhecimento de padrões (métodos de análise exploratória e classificação) e calibração multivariada. No que tange ao Planejamento de Experimentos, o uso de experimentos estatísticos planejados cresceu rapidamente em vários campos de pesquisa, especialmente na química, na engenharia química, na engenharia de alimentos e na biotecnologia. Os planejamentos experimentais mais usados no Brasil são os fatoriais e os planejamentos compostos centrais.

A avaliação dos resultados gerados pelos experimentos na área química gera um questionamento sobre a confiabilidade do que se está medindo. A variabilidade contida na realização de um experimento químico também está presente no dia-a-dia de um laboratório. A busca para identificar a natureza dos erros e planejar experimentos que possam minimizá-los torna-se fator estratégico para o departamento de pesquisa e desenvolvimento (Bortoloti e Bruns, 2007).

Desenvolver produtos de forma rápida e eficiente, ainda que seja imperativo de competitividade, constitui processo complexo e envolve uma multiplicidade de ações e setores dentro da empresa (desenvolvimento, projeto, planejamento, fornecedores, compra, engenharia, produção, marketing, finanças), segundo Consoni e Quadros Carvalho (2002) e Urban e Hauser (1993), com implicações em toda a cadeia produtiva. Isto sucede porque há muitas escolhas a serem feitas para produtos que competem diretamente; por exemplo, a opção em lançar novos produtos tecnologicamente complexos implica mais

horas de engenharia e visa a um determinado segmento de mercado. Tais escolhas têm influência sobre o projeto do produto, sendo definidas segundo a política estratégica adotada pela empresa.

Em pequenas empresas, os novos produtos desenvolvidos são concebidos com experimentação assistemática, ainda que com embasamento teórico. A bibliografia justamente procura apresentar e indicar métodos para sistematizar o desenvolvimento de novos produtos. De fato, há uma série de estudos em que se procura entender como um produto nasce, se desenvolve e é administrado no interior da empresa (Morgan e Liker, 2006; Baxter, 1998; Urban e Hauser, 1993). Sendo o objetivo do estudo proposto, comparar e propor um método baseado em Planejamento de Experimentos para empresas químicas, utilizou-se, como caso de aplicação, uma empresa de pequeno porte localizada no interior do Estado do Rio Grande do Sul. Nesse contexto foi acompanhado o processo de desenvolvimento de um novo produto, no qual foi aplicado o método proposto. Foram conduzidas, além de observações de campo, entrevistas com técnicos e representantes da empresa, a fim de analisar de forma quali-quantitativa os resultados observados sobre o caso. O processo de acompanhamento e análise teve duração de 2 meses.

Primeiramente foi selecionado o produto que foi analisado, de forma a comparar as atividades realizadas no processo vigente e pelo método proposto, baseado em Planejamento de Experimentos. Foi definido que o produto sobre o qual o novo método seria proposto e comparado ao processo vigente, baseado em ajustes por tentativa e erro, seria o de um produto ainda na fase final de desenvolvimento. O produto selecionado foi um produto saneante a base de ácido peracético em uma concentração de 0,2% para uso hospitalar, buscando atingir um novo nicho neste mercado, o qual a empresa já atende. Atualmente este produto somente é fornecido por um único fabricante no mercado nacional.

O ácido peracético é um eficiente germicida e com alta capacidade esterilizante. É um efetivo biocida sem residual tóxico, sendo rapidamente efetivo e ativo a baixas concentrações contra um amplo espectro de microorganismos. Seu rendimento continua mesmo em baixas temperaturas e em presença de matéria orgânica (Block, 1991). Devido a sua decomposição segura, é largamente utilizado na indústria alimentícia, tratamento de água, na manutenção de equipamentos e tanques. Na área hospitalar é utilizado para a esterilização de hemodialisadores e em desinfecção de alto nível. Muitas pesquisas estudaram a sua eficiência em relação a outros produtos desinfetantes, principalmente no tempo de ação, tais como em endoscópios (Hirata *et al.*, 2006) e em alimentos (Kich *et al.*, 2004).

No contexto estudado, o processo de desenvolvimento de novos produtos começa na busca de embasamento teórico. Na visão dos técnicos entrevistados, é a etapa fundamental deste tipo de desenvolvimento. A parte experimental será tanto mais rápida e bem sucedida quanto melhor for conduzido o embasamento teórico. Nesta etapa é realizada a caracterização completa do produto: técnica e mercadológica. Em seguida procede-se com uma metodologia analítica, na qual são levantados dados para o controle de qualidade. Na próxima etapa vem a descrição de processos ou formulações, analisando qualidade requerida a custo compatível. Depois de definida a formulação do produto e seu processo de fabricação, passa-se à etapa experimental, na qual se executam testes em bancadas de laboratório. O número de amostras é definido pelas análises feitas juntamente com a planilha de custo e avaliação do cliente. Por fim, é gerado um relatório com a descrição dos passos executados.

2.2. Planejamento de Experimentos

Atualmente a utilização de técnicas de Planejamento de Experimentos é largamente utilizada em trabalhos acadêmicos, inclusive na área de simulação computacional onde os maiores expoentes, Law e Kelton (1991), Gogg e Mott (1996) propõem em seus métodos de condução de um projeto de simulação a construção e análise de cenários a partir de Planejamento de Experimentos. No desenvolvimento de produtos, as técnicas e métodos propostos para condução de experimentos são amplamente utilizados em trabalhos acadêmicos. Anunziata e Cussaa (2008) utilizaram as técnicas de superfície de resposta para otimizar o desenvolvimento de um novo produto químico. Zanoni *et al.* (2006) utilizaram planejamento fatorial para otimizar a detecção de anticorpos no soro de pacientes com doença de Chagas empregando a proteína Tc85-11 (Ag) da superfície do parasita tripomastigota.

A execução de um Planejamento de Experimento tem por finalidade suprir informações sobre o relacionamento de diferentes fatores, ou seja, explicitar quais são os impactos de cada fator na resposta analisada e como eles se relacionam em nível de interação entre fatores. Sendo assim, o Planejamento de Experimentos é uma abordagem utilizada para se montar e organizar um experimento, definindo *a priori* quais são os fatores e os níveis de regulagens a fim de avaliar como esses fatores influenciam nas respostas do processo. É, portanto, uma técnica de extrema importância para a indústria, pois seu correto emprego permite identificar conjuntamente o comportamento de diversos fatores e como podem estar influenciando os resultados, podendo um bom planejamento reduzir os custos financeiros e de tempo, itens fundamentais em tempos de concorrência acirrada. A sua aplicação no desenvolvimento de novos produtos é muito importante, onde uma maior qualidade dos resultados dos testes pode levar a um projeto com desempenho superior seja em termos de suas características funcionais como também sua robustez (Montgomery, 2001; Cook, 2007).

Importante ressaltar que esta técnica não substitui o conhecimento técnico do especialista da empresa sobre o assunto. O domínio do problema é de fundamental importância. O conhecimento do especialista sobre o problema, conjugado com a técnica (e em casos especiais somando-se ainda o auxílio de especialistas), é que possibilita bons planejamentos de experimentos, ou seja, planejamentos mais eficientes, de menor custo (mais informação com menos pontos experimentais) e que possibilitem aos seus idealizadores responderem, com base em inferência estatística, a resposta a seus problemas.

As principais técnicas de Planejamento de Experimentos já existiam e potencialmente poderiam estar sendo sistematicamente aplicadas em empresas há muitos anos. Porém, a maioria destas técnicas requer uma quantidade exaustiva de cálculos tornando providencial o emprego de software estatístico e o suporte de bases de dados eletrônicas (Pallú, 2005). Um fator que tem impulsionado a aplicação do Planejamento de Experimentos pelas empresas são as ferramentas computacionais de análise estatística, assim como soluções corporativas que, cada vez mais, facilitam a realização das análises e a manutenção e gerenciamento de dados. Neste sentido a tendência é que tais técnicas tornem-se cada vez mais próximas de aplicações práticas e, portanto, cada vez mais utilizadas (Pallú, 2005).

É preciso estar claro também que, na ciência Estatística, Planejamento de Experimentos designa toda uma área de estudos que desenvolve técnicas de planejamento e análise de experimentos. Há atualmente todo um arsenal de técnicas, com vários níveis de sofisticação e uma quantidade não menor de livros sobre o assunto (Montgomery, 2001).

Segundo Button (2005), o planejamento fatorial é indicado para a fase inicial do procedimento experimental quando há necessidade de se definir os fatores mais importantes e estudar os efeitos sobre a variável reposta. O modelo estatístico é delineado pela expressão 1.

$$y_{ij\dots k} = \mu + \tau_i + \beta_j + \dots + (\tau\beta)_{ij} + \dots + \varepsilon_{ij\dots k} \tag{1}$$

onde $i = 1, 2, \dots, a$, $j = 1, 2, \dots, b$, $k = 1, 2, \dots, n$; $y_{ij\dots k}$ é o valor da variável de resposta; μ é a média geral dos tratamentos; τ_i é o efeito principal do fator A; β_j é o efeito principal do fator B e assim sucessivamente; $(\tau\beta)_{ij}$ é o efeito da interação dos fatores A e B; e $\varepsilon_{ij\dots k}$ é o erro experimental associado à observação $y_{ij\dots k}$.

Ao ser definido um experimento fatorial onde os k fatores são representados por n níveis (isto é, valores de referência para teste e análise), o mesmo é conhecido como planejamento fatorial n^k . Quando apenas dois níveis são utilizados, são comumente representados por alto (+) e baixo (-), e tem-se um experimento 2^k (Montgomery, 2001). Na bibliografia são facilmente encontrados casos de aplicação desse modelo com três ou mais fatores.

A organização dos dados e respostas de um experimento é conhecida por alguns autores como matriz experimental. A Tabela 1 representa esta matriz para um experimento 2^3 (matriz utilizada no caso prático), sendo os fatores representados por A, B e C e os níveis por alto (+) e baixo (-). Todas as combinações entre os fatores e níveis são representadas, sendo a notação dos rótulos seguida conforme a bibliografia. A representação geométrica dos fatores, seus níveis e interações são apresentados na Figura 1.

Tabela 1: Matriz experimental de um delineamento fatorial 2^3 (Adaptado de Montgomery, 2001).

Rodadas	A	B	C	Rótulo
1	-	-	-	(1)
2	+	-	-	a
3	-	+	-	b
4	+	+	-	ab
5	-	-	+	c
6	+	-	+	ac
7	-	+	+	bc
8	+	+	+	abc

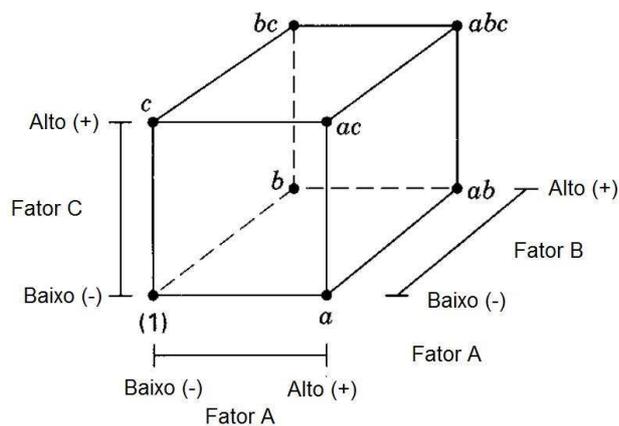


Figura 1: Representação geométrica de um delineamento fatorial 2^3 (Adaptado de Montgomery, 2001)

Observar apenas os valores dos efeitos principais pode nada significar para o pesquisador, seja pelo fato de não conhecer o processo em experimentação, ou pela falta de parâmetros para decidir se os valores apresentados são significativos ou não. Deve-se agregar a informação de potenciais interações entre os fatores testados e uma medida de significância dessas influências. Além disso, o uso de gráficos para visualizar os efeitos principais e as interações auxilia na interpretação e comunicação dos resultados (Montgomery, 2001).

2.3. Análise de Variância

A Análise de Variância é a técnica estatística utilizada para validar os resultados de um experimento, ressaltando-se que uma avaliação técnica sobre os resultados apresentados é essencial para identificar se os resultados são estatisticamente válidos. O objetivo da técnica de Análise de Variância é analisar a variação média entre os resultados dos testes e inferir quais são os fatores que produzem efeitos (principais e de interação) significativos nas respostas de um sistema. Matematicamente, com a análise variância, procura-se identificar se os coeficientes desse modelo são reflexos do erro experimental, erros gerados por fatores não controláveis e erros gerados pela falta de padronização na execução e medição dos experimentos, ou se realmente são efeitos significativos (Hair Jr. *et al.*, 2005; Montgomery, 2001).

A técnica de Análise de Variância foi introduzida por R. A. Fisher e é, essencialmente, um processo aritmético para decompor a variação total entre as unidades experimentais (variância total ou soma de quadrados de desvios totais ou soma dos quadrados total), em componentes associados a fontes ou causas previstas ou identificáveis de variação. A variação total pode ser decomposta em três grupos de causas ou fontes de variação: (i) relacionada com os tratamentos; (ii) relacionada com causas controladas pelo delineamento experimental; e (iii) relacionada com o erro experimental (Hair Jr. *et al.*, 2005; Montgomery, 2001).

Por se tratar de um teste de comparação de médias, a Análise de Variância é baseada no seguinte teste de hipóteses: A hipótese nula (H_0) afirma que não existe diferença entre as médias dos tratamentos ($H_0 = \mu_1 = \mu_2 = \dots = \mu_n$). O teste de hipóteses é realizado com base na distribuição F (Hair Jr. *et al.*, 2005; Montgomery, 2001).

A Análise de Variância supõe três pressupostos básicos: (i) a homocedasticidade, isto é, variância constante nas combinações dos níveis dos fatores; (ii) independência entre os ensaios; e (iii) distribuição normal para a variação aleatória (média do erro igual a zero e variância σ^2 constante). Essas suposições são testadas mediante a aproximação dos dados a um modelo de regressão, desse ajuste são encontrados os valores de resíduos, ou seja, a diferença entre o valor medido e o valor estimado. A homocedasticidade é validada no gráfico de resíduos *versus* os valores ajustados, a independência entre os ensaios através do gráfico de resíduos *versus* a ordem dos dados e a normalidade do erro pode ser testada por meio do papel de probabilidade Normal dos resíduos.

Considera-se que a Análise de Variância deve ser realizada primeiramente a qualquer outra, pois, caso não se encontre evidências de influência significativa, minimiza-se o risco de interpretações errôneas de informações gráficas. Portanto, após o delineamento e a coleta dos dados experimentais, o primeiro passo é realizar a Análise de Variância para validar se os efeitos principais e a interação entre os fatores são estatisticamente significativos.

2.4. 'Otimização' de Resultados – Análise de Superfície de Resposta

Para Montgomery (2001), a Análise de Superfície de Resposta (*Response Surface Analysis* – RSA), é uma coleção de técnicas matemáticas e estatísticas, úteis para modelagem e análise nas aplicações em que a resposta de interesse é influenciada por muitas variáveis e o objetivo é otimizar, estatisticamente, essa resposta. Ainda para esse autor, a RSA pode ser definida como um método estatístico que utiliza dados quantitativos de um desenho experimental adequado para determinar, e simultaneamente solucionar, equações multivariadas. Essas equações podem ser representadas graficamente como superfícies de resposta, que podem ser usadas de três formas: (i) descrever como as variáveis em teste afetam as respostas; (ii) para determinar as inter-relações entre as variáveis em teste; e (iii) para descrever efeitos combinados de todas as variáveis em teste sobre a resposta.

Na maioria dos problemas em superfície de resposta, a forma do relacionamento entre as variáveis dependentes e independentes é desconhecida. Assim, o primeiro passo é encontrar uma aproximação para o verdadeiro relacionamento entre a variável resposta (y) e as variáveis independentes (fatores). Geralmente utiliza-se uma regressão polinomial de baixo grau em alguma região das variáveis independentes. O modelo de regressão polinomial de primeiro grau é dado pela expressão 2.

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k + \varepsilon \quad (2)$$

Nas regiões de experimentação próximas de pontos otimais, o modelo de segunda ordem é tipicamente usado, como dado pela expressão 3.

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j>i}^k \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (3)$$

Essencialmente essa abordagem busca aproximar as repostas obtidas em polinômios que descrevem o comportamento dos fatores. Ao gerar o desenho desses modelos de regressão é possível identificar as regiões de ponto ótimo.

Para implementação dessa estratégia de experimentação, existem muitos delineamentos de superfície de resposta que podem ser utilizados. O caso mais utilizado é o experimento fatorial composto central e este é o delineamento utilizado no experimento descrito neste artigo (Montgomery, 2001).

Três pressupostos básicos devem ser atendidos para que o método de superfície de resposta seja válido, são eles (Montgomery, 2001):

- Ortogonalidade: essa propriedade pode ser controlada pela escolha do número de pontos centrais, ou seja, com um número apropriado de pontos centrais o planejamento é ortogonal e pode ser de precisão uniforme. Nesse caso, a variância da resposta estimada na origem é igual para as distâncias unitárias desde a origem;
- Rotabilidade: um experimento é rotável se a variância da resposta estimada, para algum ponto, é em função da distância do ponto ao centro e não em função da direção (Montgomery, 2001). Essa característica define que o contorno de variância da resposta estimada é formado por círculos concêntricos. O experimento fatorial composto central utilizasse de pontos axiais para garantir que o experimento seja rotável;
- Precisão Uniforme: este pressuposto assume que a variabilidade possa ser estimada de forma uniforme. Todos os termos estão sujeitos a mesma variância.

O experimento fatorial composto central é montado de forma a atender os três pressupostos básicos do método de superfície de resposta, sendo o número total de ensaios definidos através da expressão 4,

$$n = 2^k + 2k + m \quad (4)$$

onde 2^k é o número de pontos fatoriais; $2k$ é o número de pontos axiais (de estrela); e m é o número de replicações do ponto central. O valor n normalmente é menor que o requerido por um experimento 3^k . Assim menos observações são necessárias. A Figura 2 ilustra os pontos delineados em um experimento composto central com três fatores. Nos vértices do cubo encontram-se os pontos de um delineamento fatorial tradicional; os pontos axiais são representados nas extremidades das linhas que partem do ponto central na direção dos eixos X, Y e Z; e o ponto central é replicado, localizando-se no centro geométrico do cubo.

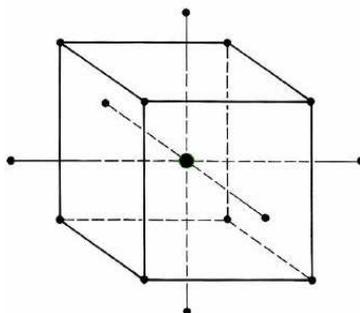


Figura 2: Representação geométrica de um delineamento composto central de 3 fatores (Adaptado de Montgomery, 2001).

3. Descrição do Estudo Realizado

A técnica de Planejamento de Experimentos foi aplicada em uma empresa do setor de saneantes, localizada no interior do Estado do Rio Grande do Sul. As principais atividades da empresa são o desenvolvimento, a fabricação, e a comercialização de produtos químicos.

Para aplicação da abordagem proposta, baseada em Planejamento de Experimentos, foram envolvidos os setores de desenvolvimento e pesquisa, assim como os pesquisadores responsáveis por disseminar as técnicas e conduzir os experimentos. O convencimento da alta gerência deu-se por intermédio do sócio da empresa, que possuía bom conhecimento sobre as estratégias e técnicas para a implantação de projeto experimental, bem como noção dos resultados que poderiam ser alcançados.

Na fase inicial do projeto experimental, as técnicas foram apresentadas para as equipes de desenvolvimento de novos produtos. Nesta etapa percebeu-se um elevado nível de interesse no método de Planejamento de Experimentos pelas equipes. Durante a etapa de apresentação foram expostos os conceitos sobre projetos experimentais, e também os benefícios que poderiam ser atingidos com o uso da técnica em relação ao atual método de desenvolvimento de novos produtos utilizado pela empresa.

Após a exposição dos conceitos teóricos da técnica de Planejamento de Experimentos, a equipe responsável pela condução dos trabalhos (pesquisadores externos e a área de pesquisa e desenvolvimento da empresa) decidiu que a pesquisa se concentraria no desenvolvimento do novo produto para o mercado hospitalar. Esse produto encontrava-se em estágio de desenvolvimento, porém utilizando o método padrão da empresa, como descrito anteriormente (tentativa e erro baseada em conceitos teóricos). O principal objetivo da atividade desenvolvida na empresa foi apresentar um novo método, baseado em DOE, para o desenvolvimento de novos produtos, possibilitando assim a análise de elementos econômicos.

A condução do método de desenvolvimento de novos produtos baseado na técnica de Planejamento de Experimentos baseou-se na proposta de Coleman e Montgomery (1993), conforme os seguintes passos:

- **Caracterização do problema:** propor um método para o desenvolvimento de novos produtos baseado em métodos cientificamente aceitos e comprovados, em uma empresa química de pequeno porte. O produto definido para avaliação do método proposto foi um detergente hospitalar a base de ácido peracético a uma concentração de 0,2%;
- **Seleção das variáveis de resposta:** o método proposto por Coleman e Montgomery (1993) apresenta a escolha dos fatores e níveis anterior à escolha das variáveis de resposta, entretanto no caso estudado a definição dos fatores e níveis ocorreu após a definição das variáveis de resposta, pois o produto analisado já estava em processo de desenvolvimento na empresa. O novo produto em desenvolvimento buscava uma concentração de ácido peracético superior a 0,2%, pois essas eram as especificações necessárias pra atender o novo nicho de mercado. Essa foi a variável de resposta medida durante a condução dos experimentos.
- **Escolha dos fatores de influência e níveis:** a escolha dos fatores e níveis é um passo importante para o sucesso de um projeto de Planejamento de Experimentos. Por isso, pessoas envolvidas no

processo de desenvolvimento do novo produto devem participar ativamente dessa etapa. Importante ressaltar que a seleção cuidadosa dos fatores e seus respectivos níveis por si só não garantem o sucesso do experimento. O processo de realização dos corpos de prova, a preparação dos experimentos, as condições de execução e o mecanismo de medição das respostas analisadas são fundamentais para o sucesso do experimento.

A partir das reuniões, verificou-se que, entre todos os fatores que afetam a concentração de ácido peracético, os que mais afetam o resultado da concentração eram: concentração ácida; quantidade de peróxido livre; e quantidade de ácido acético. Esses foram os fatores selecionados porque representam os componentes que provocam as maiores influências à característica de concentração no ácido peracético. Fatores de processo não foram levados em consideração, pois a equipe de desenvolvimento de novos produtos da empresa julgou que eles não eram significantes no processo de desenvolvimento do produto estudado.

O experimento proposto necessitava de dois níveis para cada um dos três fatores selecionados, e foram obtidos com base nos conhecimentos existentes na equipe de desenvolvimento de novos produtos. Essa equipe já conhecia os limites de operação para cada um dos componentes químicos envolvidos nesse experimento, o que facilitou a delimitação dos níveis dos fatores. Através do método atual utilizado pela empresa, o valor idealizado de concentração de ácido peracético de 0,2% já havia sido atingido. Portanto, os limites dos fatores foram prontamente apontados pela equipe de desenvolvimento. Os fatores envolvidos no processo de fabricação e os níveis de ajustagem para o experimentos estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2: Fatores e níveis do experimento realizado (fonte: estudo de caso).

Fatores	Níveis	
	-	+
A – Contração de ácido	1,0%	3,0%
B – Quantidade de peróxido livre	2,5%	5,0%
C – Quantidade de ácido acético	2,0%	5,0%

- **Determinação de um modelo de planejamento de experimento:** os pesquisadores responsáveis pela condução dos experimentos definiram que o modelo de Planejamento de Experimentos utilizados seria a superfície de reposta, essa escolha foi definida a partir do ponto em que a região de operação dos fatores influentes era conhecida e também porque a variável de reposta apresentava um valor definido de operação. Portanto, concluiu-se que através da Análise de Superfícies de Reposta seria possível identificar as combinações dos fatores envolvidos que poderiam atender as especificações do índice de concentração do ácido peracético.

Para definir o modelo que ajusta a variável de resposta foi utilizado o planejamento fatorial composto central, resultando 20 corpos de prova, sem replicação, devido à limitação imposta pela

empresa, que não poderia disponibilizar a equipe para gerar replicações do experimento. O planejamento composto central utilizado nesse trabalho compreende o planejamento estatístico fatorial 2^3 , ponto central e o delineamento em estrela.

- **Condução do experimento:** os 20 corpos de prova, conforme mostra a Tabela 3, foram manipulados de modo a minimizar o viés de análise. Para tanto, os seguintes procedimentos foram adotados: (i) separação em frascos de 250 ml idênticos e numeração de 1 a 20; (ii) adição, sob agitação em cada frasco, das matérias-primas, exceto o peróxido de hidrogênio; (iii) adição, em cada frasco, de peróxido de hidrogênio, com agitação cuidadosa; (iv) reserva em local apropriado por 24h para reação química; (v) coleta de dados para análise. A análise foi realizada por meio de titulações definidas pelos procedimentos operacionais da empresa.

Com base na coleta realizada, os resultados foram analisados, como será apresentado na seção a seguir.

4. Resultados e Discussão

Os resultados do planejamento realizado estão apresentados na Tabela 3. Para fins de resguardo de informação para a empresa, os dados a seguir foram alterados, sem, no entanto, afetar a relação de análise entre os mesmos. A geração das análises foi realizada com o auxílio do software estatístico Minitab versão 15, seguindo a seqüência de: (i) considerar um modelo de regressão linear, quadrático ou excluir termos de forma a encontrar uma melhor solução; (ii) analisar os resultados da Análise de Variância, a fim de identificar se o modelo de regressão estimado é estatisticamente válido a um nível de significância estabelecido; (iii) validar o modelo de regressão; (iv) identificar quais os termos lineares, quadráticos e efeitos de interação efetivamente influenciam na resposta analisada. Todas as análises estatísticas foram realizadas considerando um nível de significância de 10%. Esse nível de significância foi estabelecido em conjunto com a empresa.

Na primeira análise gerada, a superfície de resposta foi ajustada a um modelo quadrático (segunda ordem), que permite a detecção de curvatura na superfície de resposta com os termos quadráticos e lineares. Os pressupostos da Análise de Variância foram validados previamente, sendo realizados ajustes de termos no modelo sob análise para a obtenção da versão apresentada a seguir.

A significância obtida para o modelo de regressão foi de 0,000, indicando que os termos do modelo têm efeito sobre a resposta. Ou seja, ao menos um dos termos na equação de regressão tem um impacto significativo na resposta média. Análises adicionais mostraram influência de termos lineares ($p = 0,000$), mas não de curvatura quadrática na superfície de resposta ($p = 0,181$). Já os efeitos das interações foram significativos ($p = 0,054$).

Tabela 3: Matriz experimental e resultados obtidos (Fonte: estudo de caso).

Corpo de Prova	Concentração de Ácido	Qt. Peróxido Livre	Qt. Ácido Acético	Concentração
1	1,00%	2,50%	2,00%	0,057
2	3,00%	2,50%	2,00%	0,057
3	1,00%	5,00%	2,00%	0,108
4	3,00%	5,00%	2,00%	0,112
5	1,00%	2,50%	5,00%	0,129
6	3,00%	2,50%	5,00%	0,141
7	1,00%	5,00%	5,00%	0,226
8	3,00%	5,00%	5,00%	0,270
9	0,32%	3,75%	3,50%	0,089
10	3,68%	3,75%	3,50%	0,156
11	2,00%	1,65%	3,50%	0,082
12	2,00%	5,85%	3,50%	0,203
13	2,00%	3,75%	0,98%	0,055
14	2,00%	3,75%	6,02%	0,249
15	2,00%	3,75%	3,50%	0,181
16	2,00%	3,75%	3,50%	0,143
17	2,00%	3,75%	3,50%	0,141
18	2,00%	3,75%	3,50%	0,141
19	2,00%	3,75%	3,50%	0,139
20	2,00%	3,75%	3,50%	0,139

A partir dos coeficientes da regressão estimados, os termos para os quais se obteve evidências de impacto sobre a concentração média foram: concentração Ácida ($p = 0,009$), Qt. Peróxido Livre ($p = 0,000$), Qt. ácido acético ($p = 0,000$). As interações significantes foram Concentração Ácida*Concentração Ácida ($p = 0,041$) e Qt. Peróxido*Qt. ácido acético ($p = 0,016$). Considerando os termos estatisticamente válidos, somente estes foram incluídos para estimar um novo modelo de regressão confirmatório. Esse modelo obteve 94,8% de coeficiente de explicação da variável concentração, sendo dado pela expressão 5. Cumpre observar que, como foi usado um experimento ortogonal, cada efeito é estimado independentemente. Portanto, os coeficientes para os termos lineares são os mesmos para o primeiro e segundo ajuste. O modelo obtido foi testado quanto à falta de ajuste, visando mensurar quanto da variação da resposta não pode ser explicado. Não foram encontradas evidências significantes ($p = 0,797$) de que o modelo seja inadequado (Montgomery, 2001).

$y =$

$-0,0563$

$+0,0484 \cdot \text{Concentração Ácida} + 0,0034 \cdot \text{Qt. Peróxido} + 0,0070 \cdot \text{Qt. Ácido Acético}$ (5)

$-0,0089 \cdot (\text{Concentração Ácida})^2 + 0,0080 \cdot \text{Qt. Peróxido} \cdot \text{Qt. Ácido Acético}$

$+\varepsilon$

Após confirmar e validar o modelo adequado de ajuste para as regiões de operação dos fatores envolvidos no experimento foram gerados gráficos de contorno e gráficos de superfície de resposta, para identificar a região de operação ótima a ser especificada e discutida com a equipe de desenvolvimento (Figura 3).

A região de operação do parâmetro de concentração de ácido peracético foi obtida através da análise da função resposta e aproximada pela superfície de resposta dada através da expressão 5. Foram usadas técnicas de otimização seqüenciais, através da ferramenta *Response Optimization* do Minitab. Um resultado testado nesta ferramenta de otimização foi identificar os níveis dos fatores adequados que atendem os limites, maior que 0,2% e menor que 0,3%, na variável de resposta concentração. Os níveis dos fatores obtidos para essa especificação foram: Concentração Ácida = 2,2435%; Quantidade de Peróxido Livre = 4,7731%; e Quantidade de Ácido Acético = 4,7981%.

Como elemento de análise, cumpre observar que houve dificuldades, para a equipe da empresa, em compreender que os dados gerados pela análise não representam verdades absolutas, mas indicativos de uma solução ótima, geraram discussão e necessidade de elucidação de conceitos junto à equipe de desenvolvimento de novos produtos da empresa. Os resultados obtidos das análises experimentais foram apresentados em nova reunião à equipe da empresa responsável pelo desenvolvimento do novo produto. O motivo desse encontro foi validar os resultados encontrados e apresentar os resultados do método.

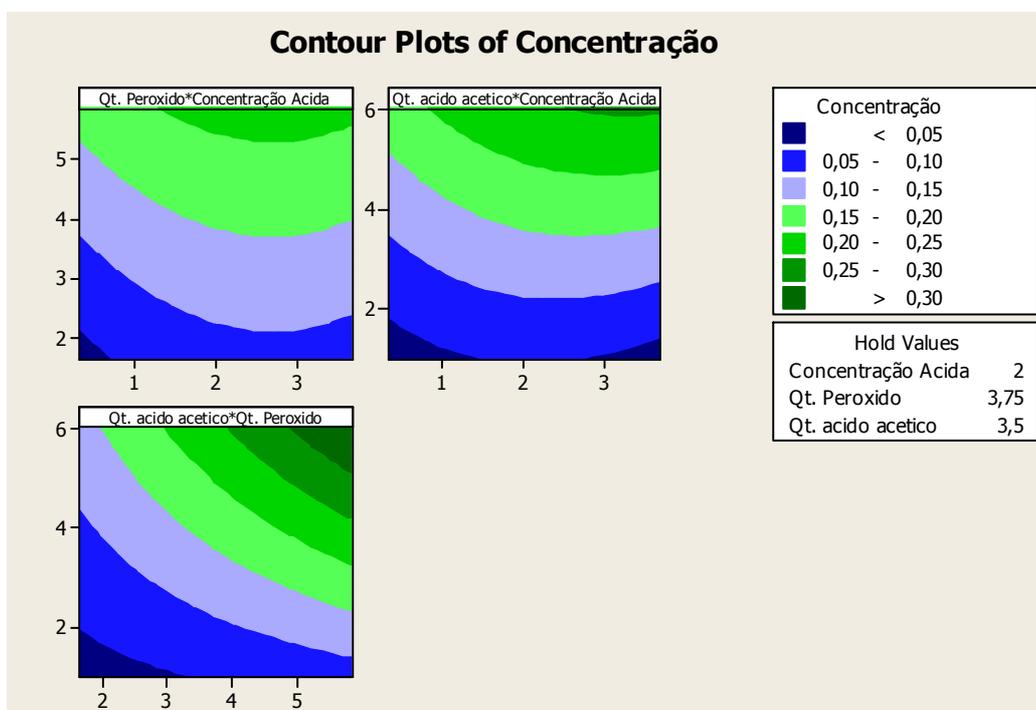


Figura 3: Representação geométrica das curvas de nível das superfícies de resposta obtidas (Fonte: estudo de caso).

As questões discutidas na reunião de apresentação dos resultados e finalização da proposta do método de desenvolvimento de novos produtos baseado em Planejamento de Experimentos foram as seguintes:

Os dados encontrados apresentam resultados consistentes?

A equipe técnica responsável pelo departamento de desenvolvimento de novos produtos comprovou que os dados encontrados por meio do Planejamento de Experimentos eram consistentes e que expressavam o comportamento real das variáveis. Inclusive, algumas relações entre os fatores, antes desconhecidas pela equipe, foram encontradas e validadas por meio de experimentos complementares.

Qual a percepção da equipe de desenvolvimento quanto ao método proposto frente ao atual?

A percepção da equipe de desenvolvimento de novos produtos em relação ao método apresentado e desenvolvido foi de que os resultados foram valiosos. E que muitas informações ainda poderiam ser retiradas dos dados experimentados. Apesar da dificuldade em compreender as análises estatísticas envolvidas, os resultados compensaram, dada a robustez que o método impôs.

Qual o futuro do método de Planejamento de Experimentos no desenvolvimento de outros produtos?

Apesar das dificuldades em realizar a parte estatística, a equipe manifestou interesse de, com o apoio da gerência, implantar o método em suas rotinas de desenvolvimento de novos produtos. Observou-se que o método proposto gasta maior quantidade de matéria-prima, aparentemente, mas, em contrapartida, reduz o tempo gasto para atingir a especificação adequada, antes realizada por método assistemático ou sistemático menos robusto.

A partir dos dados apresentados um novo Planejamento de Experimentos foi conduzido, para encontrar, dentre as diferentes combinações dos fatores que atendessem à especificação, maior estabilidade e maior prazo de validade para o produto. No processo vigente até então, após tentativas e erros, ao encontrar uma combinação que atendesse à especificação, a mesma é colocada em observação para verificar a estabilidade, sendo esse processo muito demorado. A estabilidade é testada em um período de 6 meses. Além dos testes de estabilidade uma análise econômico-financeira será realizada para constatar qual a combinação mais adequada dos fatores.

Quais as vantagens e desvantagens percebidas com a abordagem proposta?

As vantagens atribuídas ao método foram a possibilidade de se obter maior conhecimento dos fatores e níveis envolvidos (efeitos principais e de interação), a possibilidade de delinear uma região que atenda à especificação e a possibilidade de identificar a influência dos erros associados aos fatores não controláveis.

A desvantagem apontada foi o fato de que os processos experimentais devem ser conduzidos de forma estruturada sob pena de gerar informações inconsistentes.

A Tabela 4 apresenta alguns indicadores quantitativos, comparando o método vigente e o método proposto para desenvolvimento de novos produtos, a partir do caso estudado.

Tabela 4: Comparativo processo atual versus proposto (Fonte: estudo de caso).

Item	Processo vigente	Método baseado em Planejamento de Experimentos
Quantidade de matéria-prima utilizada nos experimentos	100 u.m.	400 u.m.
Tempo gasto para o desenvolvimento dos experimentos	30 dias	2 dias
Mão-obra utilizada durante o desenvolvimento	60 H.H.	16 H.H.
Resultados obtidos	Um único resultado	Uma região de resultados

5. Conclusão

O método para planejar e conduzir experimentos proposto mostrou ser uma alternativa interessante para a preparação de um experimento no contexto estudado. Mesmo em um ambiente de desconhecimento dos métodos de Planejamento de Experimentos os resultados foram satisfatórios. A utilização das técnicas de Análise de Superfície de Resposta apresentou dados consistentes, salvaguardada a execução criteriosa dos experimentos.

Para a empresa onde o estudo foi realizado, a partir dos dados gerados na Análise de Superfície de Resposta, os estudos de estabilidade do produto podem ser realizados com base nos diferentes combinações dos fatores que indicam uma resposta na faixa nominal especificada. No estudo realizado não foi levada em consideração a estabilidade como variável de resposta, devido ao tempo de maturação do produto ser de 6 meses.

Como percepção geral, a aplicação proposta gerou satisfação na equipe, em função de que no método anterior a informação obtida era pontual e, ao contrário, o Planejamento de Experimentos possibilita, com confiança estatística, reconhecer o padrão de comportamento das variáveis de resposta. Com base nessa visão mais sistêmica, a empresa pode trabalhar outras questões, como a estabilidade do produto. Quanto à visão econômica, o que para uma empresa de pequeno porte é um fator decisivo na conquista de mercado, o método mostrou indícios de reduzir o investimento total, se consideradas horas investidas em ajustes. Além disso, as superfícies de resposta podem ser utilizadas para identificar a combinação de fatores que minimizam os custos com matéria-prima. Finalmente, a abordagem realizada permitiu identificar o potencial de aplicação no contexto de pequenas empresas e amadurecer conceitos relativos à presença de variabilidade nesses contextos, tais como explicitar que o simples fato de ter escolhido os fatores ideais não garante o sucesso do produto ou eliminação de causas comuns.

Referências

- ABIQUIM. 2008. Associação Brasileira da Indústria Química. Disponível em: www.abiquim.org.br. Acesso em 31/07/2008.
- ANUNZIATA, O. A.; CUSSAA, J. 2008. Apply of Response Surface Design to the Optimization of Methane Activation with Ethane over Zn-H-ZSM-11 Zeolite. *Chemical Engineering Journal*, **138**(1-3): 510-516.
- BARROS NETO, B.; SCARMÍNIO, I.; BRUNS, R.E. 2006. 25 anos de Quimiometria no Brasil. *Química Nova*, **29**(6):1401-1406.
- BAXTER, M. 1998. *Projeto de produto: guia prático para o design de novos produtos*. 2ª ed. São Paulo, Blucher, 260 p.
- BLOCK, S. 1991. *Disinfection, sterilization and preservation*. 4ª ed., Philadelphia, Lippincott Williams & Wilkins, 1504 p.
- BORTOLOTI, J. A.; BRUNS, R. E. 2007. Conseqüências da análise incorreta de experimentos bloqueados. *Química Nova*, **30**(2):436-440.

- BUTTON, S. T. 2005. Metodologia para planejamento experimental e análise de resultado. São Paulo, Universidade Estadual de Campinas. Apostila. Disponível em: <http://www.fem.unicamp.br/~sergio1/pos-graduacao/IM317/apostila.pdf>. Acesso em: 03/06/2007.
- COLEMAN, D.E.; MONTEGOMERY, D.C. 1993. A systematic approach to planning for a designed industrial experiment. *Technometrics*, **35**(1):1-12.
- CONSONI, F.L.; QUADROS CARVALHO, R. 2002. Desenvolvimento de produtos na indústria automobilística brasileira: perspectivas e obstáculos para a capacitação local. *Revista de Administração Contemporânea*, **6**(1):39-62.
- COOK, C.A. 2007. Design of Experiments: A Single Experiment or Sequential Learning. *Quality Progress*, **40**(3):71.
- GALDAMEZ, E.V.C; CARPINETTI, L.C.R. 2004. Aplicação das técnicas de planejamento e análise de experimentos no processo de injeção plástica. *Gestão e Produção*, **11**(1):121-134.
- GOGG, T.J.; MOTT, J.R. 1996. A. *Improve Quality e Productivity with Simulation*. 3ª ed., JMI Consulting Group, 250 p.
- HAIR JR, J.F.; ANDERSON, R.E.; TATHAM, R.L.; BLACK, W.C. 2005. *Análise Multivariada de Dados*. 5ª ed., Porto Alegre, Bookman, 600 p.
- HIRATA, T.; KISHIMOTO, K.; UCHIMA, N.; KINJO, N.; HOKAMA, A.; KINJO, F.; FUJITA, J. 2006 . Efficacy of high-level disinfectants for gastrointestinal endoscope disinfection against strongyloides stercoralis. *Digestive Endoscopy*, **18**(4):269-271.
- KICH, J.D.; BAROWSKY, L.M.; SILVA, V.S.; RAMENZONI, M.; TRIQUES, N.; KOOLER, F.L.. 2004. Avaliação da atividade antibacteriana de seis desinfetantes comerciais frente a amostras de Salmonella Typhimurium isoladas de suínos. *Acta Scientiae Veterinariae*, **32**(1):33-39.
- LAW, A.M.; KELTON, W.D. 1991. *Simulation modeling and analysis*. Nova York, McGraw Hill, 759 p.
- MONTGOMERY, D.C. 2001. *Design and analysis of experiments*. 5 ed., New York, John Wiley & Sons, 684 p.
- MORGAN, J.M.; LIKER, J.K. 2006. *The Toyota Product Development System: Integrating People, Process and Technology*. 1ª ed., New York, Productivity Press, 400 p.
- PALLÚ, E. 2005. *Otimização experimental da purificação do ácido fosfórico por extração líquido-líquido*. Curitiba, PR. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal do Paraná, 102 p.
- URBAN, G.L.; HAUSER, J.R. 1993. *Design and Marketing of New Products*. 2ª ed., Englewood-Cliffs, Prentice Hall, 701 p.
- ZANONI, T.B.; CARLOS, I.Z.; TOGNOLLI, J.O.; YAMANAKA, H.; FERREIRA, A.A.P. 2006. Otimização de ELISA empregando a proteína Tc85-11 e planejamento fatorial. *Eclética Química*, **31**(1):63-71.

Submissão: 23/09/2009

Aceite: 26/11/2009