



Implementação do Sistema de Qualidade de análise de matérias-primas, materiais de embalagem e produto acabado segundo a ISO 9001:2015

MÁRCIA MAGALHÃES CARVALHO

Julho de 2022

Implementação do Sistema de Qualidade de análise de matérias-primas, materiais de embalagem e produto acabado segundo a ISO 9001:2015

Autor

Márcia Magalhães Carvalho 1170442

Orientação

Doutora Susana Sousa – ISEP

Engenheiro Ricardo Coelho – Saboaria e Perfumaria Confiança, SA

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

Julho de 2022

Instituto Superior de Engenharia do Porto

Departamento de Engenharia Química

Agradecimentos

Chegou ao fim uma das fases mais importantes na minha vida, quer a nível de aprendizagem, relações interpessoais como experiências. Não poderia deixar de exprimir o meu profundo agradecimento e gratidão a todos aqueles que me apoiaram ao longo deste percurso.

Em primeiro lugar, gostaria de agradecer à Doutora Susana Sousa, pelo seu profissionalismo, orientação e acima de tudo pela sua disponibilidade e apoio, que foram determinantes na concretização deste projeto.

Agradeço igualmente aos meus colegas da Saboaria e Perfumaria Confiança, SA, pela entreajuda e incentivo demonstrado. Ao Eng.º Ricardo Coelho, pelo acompanhamento, conhecimento transmitido e disponibilidade em todos os momentos.

Um especial agradecimento à minha família, pelo carinho, apoio, incentivo incondicional e por todas palavras de encorajamento e conforto.

Por último, ao Instituto Superior de Engenharia do Porto e a todos os docentes com quem tive a honra de privar, o meu sincero obrigada.

Resumo

A presente dissertação foi desenvolvida na empresa Saboaria e Perfumaria Confiança, SA, uma empresa de fabrico de sabões e sabonetes, certificada desde 2007 pela ISO 9001:2015. Os principais objetivos foram a implementação de métodos de análise de Controlo de Qualidade nas diversas etapas de produção de sabões e sabonetes e a realização de análises de rotina, a fim de garantir o seu padrão de qualidade. Para o efeito, foi necessário reestruturar e/ou implementar a documentação associada ao Sistema de Gestão de análise das matérias-primas, materiais de embalagem, produtos intermédios e produtos acabados, bem como do sistema de tratamento de água para o processo. De modo a ilustrar as interações existentes entre cada uma das atividades de monitorização foi necessário ainda elaborar o fluxograma do processo de Controlo de Qualidade.

Ao longo desta dissertação foram implementadas análises para o Controlo de Qualidade das matérias-primas (óleos/gorduras, hidróxido de sódio, água e fragrâncias), produtos intermédios e produtos acabados. No caso dos óleos/gorduras, além dos testes organoléticos, foi determinado o teor de humidade, teor de impurezas insolúveis, teor de insaponificável, índice de acidez, acidez livre, índice de saponificação, índice de peróxidos e índice de iodo. Relativamente ao hidróxido de sódio e à água avaliou-se a massa volúmica e o cloro livre, respetivamente. O Controlo de Qualidade de fragâncias foi efetuado usando testes organoléticos. A respeito dos produtos intermédios foi feito um controlo na linha de produção, no qual se avaliou a sua massa e o aspeto global do produto não embalado, da embalagem, do lote e do acondicionamento. O Controlo de Qualidade efetuado ao produto acabado consistiu na avaliação das suas características organoléticas, peso nominal, alcalinidade livre cáustica, teor de humidade, massa volúmica e pH.

Todas as metodologias desenvolvidas foram implementadas, à exceção do Controlo de Qualidade dos materiais de embalagem, o qual apenas foi avaliado pela logística a quantidade rececionada e o estado geral da mercadoria. Com a implementação deste projeto foi possível estabelecer uma base sólida e sustentada para o Controlo de Qualidade dos sabões e sabonetes, que visa auxiliar as tomadas de decisões, fortalecer a comunicação entre todas as partes envolvidas e melhorar a qualidade interna da organização.

Palavras-chave: Sistema de Gestão da Qualidade; ISO 9001:2015; Controlo de Qualidade.

Abstract

The present dissertation was developed during my trainee at Saboaria e Perfumaria Confiança SA, a company that manufactures soaps and laundry soap. This company is certified by the ISO 9001 since 2007. The main objective was the implementation of methods of analysis of quality control during the various stages of production of soaps and laundry soaps and performing routine analyses to guarantee quality standards.

To achieve this goal, it was necessary to restructure and/or to implement all the documentation associated to the Management System for analysis of raw materials, packaging materials, intermediate and final products, as well as the water treatment process system. In order to illustrate the interactions existing between each of the monitoring activities, it was also necessary to draw up a flowchart of the Quality Control.

Throughout this dissertation, analyses were implemented for the quality control of raw materials such as oils/fats, sodium hydroxide, water and fragrances, intermediate and final products. In the specific case of oils/fats, in addition to the organoleptic tests, the moisture content, insoluble impurity content, unsaponifiables, acidity and free acidity, saponification index, peroxide and iodine value were also tested. Regarding to sodium hydroxide and water, the density and free chlorine were, respectively, measured. The quality control of fragrances was carried out using organoleptic tests. Regarding the intermediate products, the quality control was carried out on the production line directly, in which the weight and overall appearance of the unpacked product, the packaging, the batch and the stowage were evaluated. The quality control of the finished product was run out through the evaluation of organoleptic characteristics, nominal weight, caustic free alkalinity, moisture content, density and pH.

All the methodologies developed were implemented, except the ones for the Quality Control of packaging materials, in which only the quantity received and the general condition of the goods was evaluated by logistics. With the accomplishment of this project, it was possible to establish a solid and sustained basis for the Quality Control of soaps and soaps, which aim to assist decision-making, strengthen communication between all parties involved and improve the internal quality of the organization.

Keywords: Quality Management System; ISO 9001:2015; Quality Control.

Índice Geral

Capítulo 1. Introdução	1
1.1. Enquadramento	1
1.2. Apresentação da empresa	1
1.2.1. Organigrama	3
1.3. Estrutura da dissertação	3
1.4. Sabão e sabonete	4
1.4.1. Química do sabão	4
1.4.2. Matérias-primas	5
1.4.2.1. Matérias-primas principais	5
1.4.2.2. Matérias-primas auxiliares	6
1.4.3. Processo de fabrico do sabão	7
1.4.3.1. Processo tradicional	7
1.4.3.2. Processo industrial	9
1.4.4. Processo de fabrico do sabonete	10
1.4.4.1. Sabonetes de extrusão	11
1.4.4.2. Sabonetes transparentes	12
Capítulo 2. Sistema de Gestão da Qualidade: ISO 9001:2015	13
2.1. Introdução	13
2.2. Abordagem por processos	17
2.3. Ciclo PDCA	18
2.4. Pensamento baseado em risco	19
2.5. Controlo de Qualidade	20
Capítulo 3. Implementação do sistema de Gestão da Qualidade do produto	23
3.1. Fluxograma do processo de Controlo de Qualidade	23
3.2. Receção e controlo de matérias-primas	25
3.3. Extensão de validade de matérias-primas	28
3.4. Receção e validação de materiais de embalagem	28
3.5. Avaliação de novas matérias-primas, materiais de embalagem e fornecedores alternativos	31
3.6. Produção de sabão, sabonetes de glicerina e de coco	32
3.6.1. Definição do lote	34
3.7. Controlo em processo	35

3.8. Controlo do produto acabado	36
3.9. Sistema de tratamento de água do processo	37
Capítulo 4. Parte experimental	39
4.1. Controlo de Qualidade dos óleos/gorduras.....	39
4.1.1. Testes organoléticos.....	39
4.1.2. Teor de humidade	39
4.1.3. Teor de impurezas insolúveis.....	40
4.1.4. Teor de insaponificável.....	40
4.1.5. Índice de acidez.....	40
4.1.6. Acidez livre	41
4.1.7. Índice de saponificação.....	41
4.1.8. Índice de peróxidos	41
4.1.9. Índice de iodo.....	42
4.2. Controlo de Qualidade do hidróxido de sódio.....	42
4.2.1. Massa volúmica	42
4.3. Controlo de Qualidade de fragâncias.....	42
4.3.1. Testes organoléticos.....	42
4.4. Controlo de Qualidade do produto acabado	43
4.4.1. Testes organoléticos.....	43
4.4.2. Peso nominal.....	43
4.4.3. Alcalinidade livre cáustica	43
4.4.4. Teor de humidade	43
4.4.5. Massa volúmica	44
4.4.6. pH.....	44
Capítulo 5. Resultados e discussão	45
5.1. Ordem de fabrico do sabão <i>Offenbach</i>	45
5.1.1. Controlo de Qualidade dos óleos/gorduras	46
5.1.2. Controlo de Qualidade do hidróxido de sódio 50 %.....	49
5.1.3. Controlo de Qualidade da água do processo.....	50
5.1.4. Controlo em processo	50
5.1.5. Controlo de Qualidade do produto acabado.....	52
5.2. Ordem de fabrico do sabonete de coco.....	53
5.2.1. Controlo de Qualidade do óleo de coco refinado.....	54
5.2.2. Controlo de Qualidade do perfume de coco	55

5.2.3. Controlo em processo	56
5.2.4. Controlo de Qualidade do sabonete de coco	57
Capítulo 6. Conclusões e Sugestões para Trabalho Futuro	59
Referências bibliográficas	61
Anexos.....	67
Anexo A: Definição do plano de amostragem dos materiais de embalagem	67
Anexo B: Controlo de Qualidade de óleos/gorduras	69
Anexo C. Controlo de Qualidade do hidróxido de sódio	77
Anexo D. Controlo de Qualidade do produto acabado.....	79
Anexo E. Controlo metrológico dos pré-embalados	81

Índice de figuras

Figura 1.1- Produtos produzidos pela Saboaria e Perfumaria Confiança [4].	2
Figura 1.2- Produtos comercializados pela Saboaria e Perfumaria Confiança [4].	2
Figura 1.3- Representação do organigrama da empresa.	2
Figura 1.4- Reação de saponificação [9].	4
Figura 1.5- Hidrólise dos triglicerídeos [9].	5
Figura 1.6- Representação da reação dos ácidos gordos para originar o sabão [9].	5
Figura 2.1- Conceitos de Qualidade [21].	14
Figura 2.2- Efeitos da implementação da ISO 9001:2015 [24].	16
Figura 2.3- Representação esquemática dos elementos de um processo simples [24].	17
Figura 2.4- Ciclo de melhoria contínua – PDCA [28].	18
Figura 3.1-Fluxograma do processo de CQ.	24
Figura 3.2- Recolha de amostra para análise.	26
Figura 4.1- Balança medidora de humidade.	39
Figura 5.1- Controlo de Qualidade de água automático.	50
Figura 5.2- Análise organolética ao perfume de coco.	55
Figura A.1- Código letra para determinação do tamanho da amostra [54].	67
Figura A.2- Plano de amostragem simples para inspeção normal [54].	68
Figura C.1- Curva de calibração da massa volúmica em função da concentração de hidróxido de sódio, [NaOH].	78

Índice de tabelas

Tabela 3.1- Plano de medição e monitorização da atividade de receção de MP.....	25
Tabela 3.2- Plano de medição e monitorização da atividade de receção de ME.	29
Tabela 3.3- Outros parâmetros a avaliar na receção de materiais de ME.	31
Tabela 3.4- Plano de medição e monitorização da atividade de produção de sabão, sabonetes de glicerina e de coco.....	33
Tabela 3.5- Plano de medição e monitorização da atividade de embalagem de sabão, sabonetes de glicerina e de coco.	34
Tabela 5.1- Constituição do sabão <i>Offenbach</i>	45
Tabela 5.2- Resultados obtidos e especificações técnicas para a análise de cada parâmetro do sebo bruto e do PFAD.	47
Tabela 5.3- Resultados obtidos e especificações técnicas para a análise do hidróxido de sódio.	49
Tabela 5.4- Cloro livre e especificação técnica para a água usada na produção do sabão <i>Offenbach</i>	50
Tabela 5.5- Controlo metrológico do sabão <i>Offenbach</i>	51
Tabela 5.6- Plano de inspeção de controlo metrológico do sabão <i>Offenbach</i> [53].	51
Tabela 5.7- Resultados obtidos e especificações técnicas para a análise de cada parâmetro do sabão <i>Offenbach</i>	52
Tabela 5.8- Constituição do sabonete de coco.	53
Tabela 5.9- Resultados obtidos e especificações técnicas para a análise de cada parâmetro do óleo de coco refinado.	54
Tabela 5.10- Controlo metrológico do sabonete de coco.	56
Tabela 5.11- Resultados obtidos e especificações técnicas para a análise de cada parâmetro do sabonete de coco.....	57
Tabela B.1- Massa da toma de amostra em função do tipo de produto e concentração da solução alcalina.	72
Tabela B.2- Massa teórica da toma de amostra inicial em função do índice de iodo expectável e correspondente volume de mistura dissolvente.	75
Tabela C.1- Concentração de hidróxido de sódio e respetiva massa volúmica.	77
Tabela E.1- Registos de massas do sabão <i>Offenbach</i>	81
Tabela E.2- Registos de massas do sabonete de coco.	81

Lista de siglas e acrónimos

AQL– *Acceptance Quality Limit* (nível de qualidade aceitável)

CA–Certificado de análise

CQ–Controlo de Qualidade

DPD–N, N-dietil-p-fenilendiamina

EAD–Erro admissível por defeito

EDTA–Ácido etilenodiaminotetracético tetrassódico

GMPs– *Good Manufacturing Practices* (Boas Práticas de Fabrico)

IFRA– *International Fragrance Association* (Associação Internacional de Fragâncias)

IPQ–Instituto Português da Qualidade

ISO– *International Organization for Standardization* (Organização Internacional de Normalização)

ME–Material de embalagem

MP–Matéria-prima

NP–Norma Portuguesa

OF–Ordem de fabrico

PA–Produto acabado

PDCA–*Plan-Do-Check-Act* (Planear-Executar-Verificar-Atuar)

PFAD– *Palm fatty acid distillate* (Ácidos gordos de palma destilados)

PI–Produto intermédio

Qn–Quantidade nominal

SGQ–Sistema de Gestão da Qualidade

Capítulo 1. Introdução

1.1. Enquadramento

A presente dissertação foi elaborada no âmbito da unidade Dissertação/Estágio, do mestrado em Engenharia Química, do Instituto Superior de Engenharia do Porto (ISEP). O desenvolvimento deste estágio decorreu na empresa Saboaria e Perfumaria Confiança, SA, no sentido de melhorar o processo de Controlo de Qualidade (CQ) dos seus produtos, tendo como principal foco a satisfação do cliente. O período de estágio foi de cerca de 6 meses, entre outubro de 2021 e julho de 2022, tendo sido realizado no departamento de Qualidade da empresa.

Atualmente, devido à competitividade empresarial, é primordial que as empresas apostem na melhoria contínua da qualidade dos seus produtos, o que demonstra a importância da implementação de uma base sólida do Sistema de Gestão de Qualidade do produto. De forma a assegurar a conformidade do produto produzido e dos requisitos do cliente torna-se necessário estabelecer planos de medição e monitorização que auxiliem na correta tomada de decisão. É neste contexto que surgiu o tema desenvolvido, que visa potenciar os recursos da empresa e diminuir o aparecimento de não conformidades.

1.2. Apresentação da empresa

A Saboaria e Perfumaria Confiança, SA fundada em 1894 em Braga, por Silva Almeida e Santos, é uma marca portuguesa de prestígio e renome nacional, certificada desde 2007 pela ISO 9001:2015 [1]. Localizada na Zona Industrial da Sobreposta, é uma das indústrias, em Portugal, que produz sabão e sabonetes sólidos, sendo estes classificados como produtos de detergência e higiene, respetivamente [2].

O sabão é claramente o setor mais expressivo da empresa representando aproximadamente 90 % das vendas, sendo o sabonete o setor que libera margem para investimento e contratação. Por ano, produzem-se em média 10.000.000 barras de sabão e 1.000.000 barras de sabonete [1].

Dentro dos sabões produzidos destacam-se o sabão *Offenbach*, o sabão Super, que é um sabão perfumado, e o sabão de coco. O sabão *Offenbach* refere-se a um sabão com teor mínimo de 47,0 % de matéria gorda, o sabão Super corresponde a um sabão com teor mínimo de 67,0 % de matéria gorda e, por sua vez, o sabão de coco é um sabão contendo um teor mínimo de 62,0 % de matéria gorda e feito à base de óleo de coco [3]. Todos os sabões produzidos são cem por cento biodegradáveis contribuindo assim para a conservação do meio ambiente [2].

O fabrico do sabão em máquina *Offenbach* e do sabão Super trata-se de um processo industrial contínuo. Já o sabão de coco é um sabão de molde obtido através de um processo tradicional a frio [4].

Relativamente aos sabonetes fabricados, realçam-se o sabonete transparente (glicerina), o sabonete de coco, ambos sabonetes de molde, e o sabonete de extrusão [4].

Na figura 1.1 estão ilustrados os vários sabões e sabonetes produzidos pela Saboaria e Perfumaria Confiança, em que a) representa o sabão *Offenbach*, b) o sabão Super, c) o sabão de coco, d) a glicerina, e) o sabonete de coco e f) os sabonetes de extrusão.



Figura 1.1- Produtos produzidos pela Saboaria e Perfumaria Confiança [4].

Além destes produtos, a empresa comercializa água-de-colónia, creme de barbear e pincel de barbear, ilustrados na figura 1.2, pela letra a), b), c), respetivamente.



Figura 1.2 – Produtos comercializados pela Saboaria e Perfumaria Confiança [4].

Num futuro próximo a Saboaria e Perfumaria Confiança, SA ambiciona evoluir para outros mercados e desenvolver novas gamas de produtos, apostando na melhoria contínua dos mesmos.

1.2.1. Organograma

A estrutura organizacional da Saboaria e Perfumaria Confiança, SA, está estabelecida conforme o organograma presente na figura 1.3, no qual constam os responsáveis pelas várias atividades da empresa. O funcionamento da organização baseia-se na comunicação e envolvimento de todos os trabalhadores, sendo da responsabilidade de cada um o desempenho da sua função.

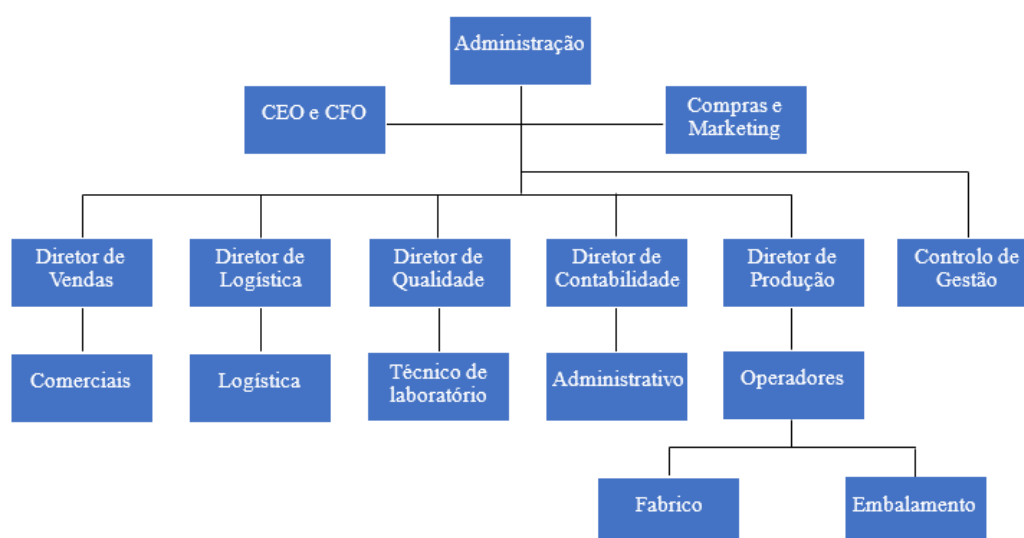


Figura 1.3- Representação do organograma da empresa.

1.3. Estrutura da dissertação

Este relatório está dividido em seis capítulos, que constituem um suporte técnico do projeto realizado e descrevem as metodologias empregues.

O primeiro engloba a introdução, na qual é feita uma breve descrição da empresa, da sua estrutura organizacional e onde são abordados alguns conceitos sobre os sabões e sabonetes, como a sua composição química, os tipos de MP e processos de fabrico.

Em seguida, no segundo capítulo são abordados diversos tópicos como a qualidade, a sua evolução e o SGQ, passando para a norma de Organização Internacional de Normalização (ISO 9001:2015), no qual são destacadas algumas metodologias. Neste capítulo é ainda realçado a importância do CQ numa organização.

Segue-se o capítulo três, onde é exposto o processo de CQ elaborado por meio de um fluxograma e onde são descritas as várias atividades que suportam o Sistema de Gestão de análise do produto.

No capítulo quatro são explicitados os métodos de análise implementados para o CQ das MP (óleos/gorduras, hidróxido de sódio e fragâncias) e do PA.

Os resultados e discussão resultantes da implementação do processo de CQ são apresentados no quinto capítulo e, por fim, no sexto capítulo tecem-se as conclusões obtidas deste projeto e as sugestões para trabalhos futuros.

1.4. Sabão e sabonete

1.4.1. Química do sabão

Do ponto de vista químico o sabão é um sal alcalino de um ácido gordo ou resultante de uma mistura de sais de ácidos gordos, composto por uma longa cadeia carbonada com oito ou mais átomos de carbonos [5].

Como o sabonete é um sabão nobre particularmente desenvolvido para higiene pessoal, este é submetido a um conjunto de regras de maior restrição, sendo constituído por matérias gordas de qualidade superior ao sabão, podendo ainda conter na sua composição aditivos e cargas, tendo em conta a relação custo/benefício [6].

O sabão, tal como o sabonete, resulta de uma reação química de saponificação, também conhecida por hidrólise alcalina, que não é mais do que uma reação em meio aquoso entre um triglicerídeo e uma base forte, normalmente hidróxido de sódio. Os triglicerídeos são os principais componentes dos óleos vegetais e das gorduras animais [7].

Como resultado da reação de saponificação produz-se sabão (sais de ácidos gordos) e glicerol, conforme ilustrado na figura 1.4. Trata-se de uma reação exotérmica, no qual os radicais R representam as cadeias carbonadas longas, particularidade dos ácidos gordos [8, 9].

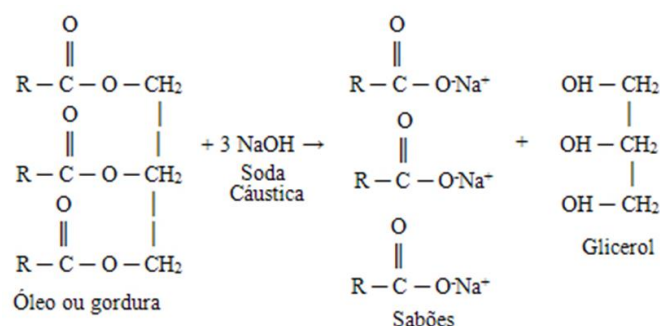


Figura 1.4- Reação de saponificação [9].

O sabão também pode ser produzido a partir dos ácidos gordos provenientes da reação de hidrólise dos triglicerídeos a alta temperatura e pressão, conforme ilustrado na figura 1.5. Para tal, primeiramente é necessário separar os ácidos gordos do glicerol, por recurso a uma destilação. Por fim, os ácidos gordos livres são misturados e neutralizados com a respetiva base [10].

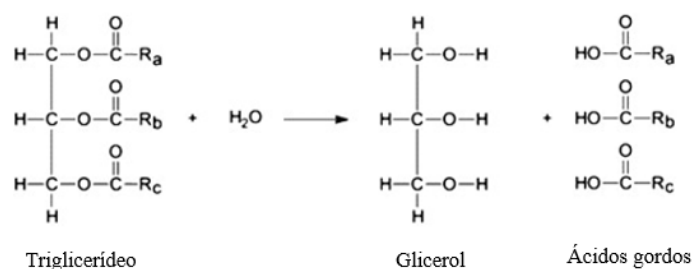


Figura 1.5- Hidrólise dos triglicerídeos [9].

A reação de ácidos gordos livres (sem serem triglicerídeos) está ilustrada na figura 1.6, cujos produtos formados são o sabão e a água.

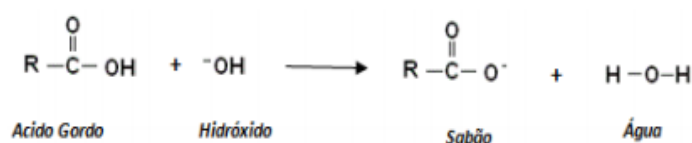


Figura 1.6- Representação da reação dos ácidos gordos para originar o sabão [9].

1.4.2. Matérias-primas

A seleção das MP para a produção de sabão deve ser realizada tendo em conta as características do produto desejado, bem como os aspetos económicos, uma vez que estas têm um peso acrescido no custo direto de produção [9].

1.4.2.1. Matérias-primas principais

Os óleos e gorduras, conhecidos por triglicerídeos, são substâncias insolúveis em água, que se incluem na categoria dos lípidos. Têm origem vegetal ou animal e distinguem-se pelo seu ponto de fusão à temperatura ambiente. As de origem vegetal encontram-se normalmente no estado líquido, em contrapartida as de origem animal apresentam-se no estado sólido [10, 11].

Estes triglicerídeos, também denominados por tri-ésteres, resultam da combinação de três radicais de ácidos gordos com uma molécula de glicerol (um triálcool) a partir de ligações éster. Ou seja, correspondem à reação inversa de hidrólise dos triglicerídeos. Os principais

ácidos gordos dos óleos e gorduras são o láurico, o mirístico, o palmítico, o esteárico e o oleico ou a palmatina, a estearina e a oleína, que são derivados destes [12].

A natureza das MP, nomeadamente dos óleos e gorduras, afetam as propriedades e o desempenho do sabão, pois cada óleo ou gordura introduzida na sua formulação contém diferentes ácidos gordos com diferentes porções. Por exemplo, a combinação de óleos e gorduras com diferentes graus de dureza vai ter repercussões na solubilidade do sabão em água e, obviamente na sua dureza. Para atingir as características desejadas é portanto, necessário que haja um equilíbrio das várias MP [11].

Para garantir a qualidade dos sabões é necessário estabelecer parâmetros para caracterizar os óleos e gorduras. Alguns dos parâmetros usados neste tipo de indústria são a cor, a humidade, a acidez livre, o teor de insaponificável, o índice de iodo e o índice de peróxido [13].

A base usada na composição do sabão, tanto a nível industrial como para uso doméstico, tem influência na dureza e solubilidade do produto final [14].

Assim sendo, para a obtenção de um sabão duro usa-se uma base composta por sódio, conhecida como hidróxido de sódio, que é responsável pela diminuição da solubilidade do sabão e, conseqüente aumento da sua dureza através do aumento do teor de fase sólida. Por outro lado, para a obtenção de um sabão mole utiliza-se uma base composta por potássio, conhecida como hidróxido de potássio [8].

Na indústria de sabão sólido, a base mais consumida é o hidróxido de sódio, que pode comercializada por exemplo na forma de lentilhas, escamas e em solução aquosa. A forma mais comum é em solução aquosa, contendo cerca de 48 a 50 % de hidróxido de sódio em peso [15].

A densidade da soda cáustica é significativamente maior do que a da água, podendo ser determinada recorrendo a um picnómetro.

1.4.2.2. Matérias-primas auxiliares

Na composição do sabão também estão presentes MP auxiliares, como corantes, fragâncias e aditivos [11].

Os corantes têm como objetivo melhorar o aspeto e a aceitação do produto final através da adição de cor [13]. Existem dois tipos de corantes, os naturais, que são maioritariamente extratos de plantas, e os sintéticos, como os óxidos. Destes, os sintéticos são os mais usados na produção industrial de sabão face à dimensão do processo produtivo que necessita de grandes quantidades a baixo custo. No entanto, para a obtenção de um sabão com dois tons, os pigmentos revelam-se mais vantajosos comparativamente aos corantes, pois originam cores

mais estáveis e são insolúveis em água, o que impede que o corante migre ao longo do sabão [10].

Relativamente às fragâncias, estas visam promover uma experiência olfativa agradável durante e após o uso do produto. Este último atributo está diretamente relacionado com a libertação da fragância do sabão durante a sua aplicação, a estabilidade da mesma na respetiva barra e a sua capacidade de penetração na pele. Outra função importante da fragância na composição do sabão é disfarçar o odor derivado das MP essenciais ao fabrico deste, e conferir um odor característico ao produto final. Há dois tipos de fragâncias, naturais e sintéticas, no entanto, hoje em dia a maioria das fragâncias são misturas com as duas origens [10].

Durante o processamento do sabão podem ser introduzidos diferentes aditivos com finalidades específicas. Por exemplo, o ácido etilenodiaminotetracético tetrassódico (EDTA) atua como um antioxidante que atenua o ranço proveniente da oxidação dos ácidos gordos. Já a glicerina funciona como um agente de condicionamento da pele. O dióxido de titânio é utilizado como um agente opacificante que diminui a transparência das barras de sabão, podendo também ser empregue como um agente branqueador [10, 13].

As cargas são ingredientes de baixo custo aplicados na constituição do sabão com o intuito de diminuir o custo do produto final. Habitualmente utiliza-se o pó de talco, que pretende melhorar o aspeto amolecido do sabão, e soluções de silicato, que aumentam a vida útil do sabão, uma vez que estas impedem que o sabão seque rapidamente. Porém, a utilização de cargas nos sabões deve ser devidamente doseada a fim de evitar inconvenientes como a aspereza da superfície da barra, ausência de escorregamento, entre outros [10].

1.4.3. Processo de fabrico do sabão

Os sabões podem ser produzidos a partir de processos tradicionais ou de processos industriais. Os processos tradicionais permitem uma produção em pequena escala. Pelo contrário, os processos industriais permitem uma produção em larga escala de forma mecanizada [11].

1.4.3.1. Processo tradicional

Os sabões podem ser obtidos tradicionalmente recorrendo a diferentes processos, o processo a frio e o processo a quente.

A obtenção de sabão pelo processo a frio resulta da saponificação de óleos e gorduras com uma solução alcalina, que deve ser adicionada lentamente sob constante agitação para evitar a granulação do sabão. Por fim, procede-se à agitação da mistura durante algumas horas

estando o sabão na fase de líquido cristalino lamelar [12]. O termo líquido cristalino resulta do estado intermédio das partículas que possuem um arranjo estrutural entre o seu estado sólido e líquido. Por conseguinte, o termo lamelar provém da disposição das moléculas em bicamada que estão separadas por uma camada de água [11]. Esta fase é detetável pelo rasto originário do agitador no sabão, podendo neste momento, ser incorporadas fragâncias e corantes na sua formulação [16].

De seguida, a massa do sabão é vertida nos respetivos moldes, que devem estar destapados, onde permanece, continuando a processar-se a reação de saponificação. Neste período intitulado por fase de gel ocorre a intensificação da cor e brilho do sabão [11]. Além disso, é durante este período, de sensivelmente 24 horas, que o sabão se torna suficientemente duro para ser removido do molde [16]. No final o sabão é cortado em barras, sendo estas transportadas para um local ameno e com pouco humidade [11].

Este processo requer ainda um tempo de cura do sabão que varia entre quatro e seis semanas, para que este adquira a dureza desejada para a sua aplicação [16].

No processo a frio o glicerol produzido ao longo do processo produtivo mantém-se na formulação do sabão, comportando-se como um agente hidratante. Porém, pode ocasionar um produto menos duradouro, visto que o sabão apresenta uma maior propensão para estabelecer uma camada de sabão solúvel à superfície [17].

Um dos inconvenientes deste processo de fabrico está relacionado com o doseamento dos óleos e gorduras e da respetiva solução alcalina, face à dificuldade em conseguir uma mistura dos dois componentes homogénea sem que haja excesso de um deles no produto final. No melhor dos casos, é adicionado um excesso de óleo ou gordura ao sabão, que irá refletir-se posteriormente no sabão acabado devido ao seu odor desagradável. Para colmatar esse efeito é comum usar-se óleo de coco no processo produtivo de sabões a frio. O outro inconveniente refere-se às impurezas associadas aos óleos e gorduras que não são eliminadas [12].

No caso da obtenção de sabão por processo a quente, o processo é semelhante ao detalhado anteriormente, todavia, a partir do traço procede-se ao aquecimento da massa de sabão recorrendo a uma fonte de calor. Neste processo podem ainda ser adicionadas MP auxiliares após removida a fonte de calor. O sabão produzido por este processo não precisa de secar e curar, pelo que ao final de alguns horas está apto a ser comercializado [16].

De forma a assegurar que o sabão não fica demasiado alcalino, como acontece no processo a frio, torna-se necessário determinar a alcalinidade livre cáustica do mesmo durante o processo de fabrico e no PA.

1.4.3.2. Processo industrial

No fabrico industrial de sabões, o glicerol obtido é usualmente removido do sabão e, subsequentemente, refinado para consecutivas aplicações na indústria [11]. No entanto, no processamento do sabão em máquina na unidade industrial em Braga esta separação não é efetuada.

Industrialmente os sabões podem ser obtidos por saponificação direta dos triglicerídeos ou por hidrólise dos triglicerídeos a ácidos gordos e neutralização destes com uma solução alcalina, dependendo do produto desejado, bem como da matéria-prima empregue no seu fabrico [11].

O processo por saponificação direta dos triglicerídeos pode ser realizado em regime descontínuo ou contínuo, sendo que em ambos os casos são necessárias três etapas, a reação de saponificação, seguida da lavagem do sabão para a remoção da glicerina e o apuramento do mesmo [11].

Para dar início à reação de saponificação, óleos e gorduras são misturados num reator com a porção adequada de base, água e sal (salmoura) e é fornecido calor e agitação à mistura [11]. O calor é utilizado para aumentar a eficiência da mistura e assegurar a consistência desejada. Por sua vez, a agitação mecânica torna-se necessária dado que os óleos e gorduras, bem como a respetiva base, possuem baixa miscibilidade. Após um determinado período de tempo forma-se o sabão base com uma consistência dura e facilmente oxidável [13].

Terminada a reação de saponificação, por vezes adiciona-se sal de forma a atingir o teor de sabão desejado. A adição da salmoura é efetuada quando a mistura está em ebulição [11].

A glicerina, contrariamente ao sabão húmido, é muito solúvel em salmoura e, portanto, a sua solubilidade aumenta com a concentração de sais. Assim sendo, para remover a glicerina adiciona-se uma maior concentração de salmoura ao sabão húmido. Como resultado, obtém-se sabão bruto e uma mistura de salmoura/glicerina, que é removida pela base do reator, seguindo para um sistema de recuperação do glicerol [18].

Todavia, a recuperação da glicerina hoje em dia não é viável, pelo que na produção de sabão em máquina em Braga, o glicerol não é removido do sabão com salmoura, permanecendo na sua composição, o que confere ao sabão um toque macio e suave relativamente ao sabão puro [18].

Por fim, o sabão na fase de líquido cristalino lamelar é submetido a operações de secagem e acabamento [18].

O sabão produzido por hidrólise dos triglicerídeos a ácidos gordos e neutralização destes com uma solução alcalina, na fase de líquido cristalino lamelar também é submetido a operações de secagem e acabamento similares às usadas no processo por saponificação direta dos triglicerídeos [11]. De notar que, esta primeira etapa não é realizada no fabrico de sabão em máquina em Braga, partindo-se já dos ácidos gordos como matéria-prima.

A hidrólise dos triglicerídeos pode processar-se em regime contínuo e descontínuo. Contudo, o processamento de óleos e gorduras em maior quantidade é executado em regime contínuo [11].

Em regime contínuo, a fim de se produzir ácidos gordos e glicerol, é utilizada uma coluna a alta pressão e temperatura, no qual circulam 2 fases em fluxo contracorrente, a fase oleosa e a água. A fase oleosa é injetada pela base da coluna e a água pelo topo desta. As condições de operação da coluna, nomeadamente, a alta pressão e temperatura, deverão rondar os 4 a 5,5 MPA e os 240 °C a 270 °C, respetivamente. Desta forma, garante-se a solubilização parcial da água na fase oleosa, evitando que esta vaporize [13].

Os ácidos gordos livres, provenientes da hidrólise dos triglicerídeos, são então neutralizados em solução alcalina por uma base cáustica por meio de uma reação muito rápida. Em resultado disto, forma-se um sabão uniforme com a consistência desejada. Uma vez que durante a reação há libertação de calor torna-se necessário um controlo rigoroso da temperatura para que não haja sobreaquecimento e produção de espuma [11] .

1.4.4. Processo de fabrico do sabonete

Cada vez mais a formulação de sabonetes inclui um maior número de ingredientes e aditivos, com o intuito de hidratar, prevenir, proteger e recuperar a pele. Contudo, o seu papel primordial consiste na limpeza da pele isenta de qualquer irritação ou sensibilização, o que se deve à sua alcalinidade quase nula característica dos sabonetes [19].

No fabrico de sabonetes deve-se ter em consideração a estabilidade do mesmo durante a respetiva data de durabilidade mínima, conhecida como prazo de validade. Ou seja, é necessário certificar que o produto não sofre alteração intrínseca ou extrínseca das suas características, conferidas aquando da sua formulação. A estabilidade de um sabonete é condicionada por diversos fatores, tais como os ingredientes usados na sua formulação, os métodos empregues no seu fabrico, o material de acondicionamento, as condições ambientais e de transporte [19].

Os sabonetes sólidos resultam da reação de saponificação, consoante explicado na secção 1.4.1. Deste modo, obtém-se a massa base dos sabonetes, designada comercialmente por

“noodle”, que constitui o componente principal na formulação destes [3]. Em relação aos sabonetes sólidos irão abordar-se o processo de fabrico dos sabonetes de extrusão e sabonetes transparentes (glicerinas).

1.4.4.1. Sabonetes de extrusão

O processo de fabrico em questão baseia-se na transformação da massa base num sabonete de extrusão. Para tal, são necessárias 5 etapas de processamento, nomeadamente a mistura de ingredientes, a laminagem, a extrusão, o corte e cunhagem e o embalamento [3].

Na primeira etapa de fabrico, os vários ingredientes que dão origem ao sabonete, a massa de sabão, os corantes, as fragâncias e os aditivos, são pesados rigorosamente e são adicionados num misturador, até a obtenção de uma mistura homogénea [2].

Segue-se a laminagem, no qual os ingredientes que compõem o sabonete são sujeitos a moagem repetitiva, sendo perfeitamente envolvidos por ação da pressão e cisalhamento, de modo a garantir uma textura cremosa e uma fragância estável. Com efeito, obtém-se uma mistura uniforme e homogénea isenta de partículas duras pouco solúveis e aperfeiçoa-se características como a resistência e a fragância do sabonete. Além destas características, a laminagem aumenta a espuma e a solubilidade do sabonete. Esta operação pode ser realizada através de refinadores, moinhos de rolo ou uma combinação dos dois [3, 10].

Terminada a laminagem ocorre a extrusão, sendo esta executada sob vácuo. Neste processo o ar é removido da massa de sabão de modo a tornar o sabonete sólido e aumentar a sua durabilidade. Posteriormente, a massa é compactada numa extrusora, no qual a massa de sabão é pressionada contra telas de diferentes orifícios e, subsequentemente comprimida contra um orifício ou abertura, formando-se a barra de sabonete [3, 10].

Após formada a barra de sabonete, esta é cortada de forma automática ou manual, recorrendo à mesa de corte. A forma é concebida pela fieira da unidade extrusora e poderá ser ajustada no processo de cunhagem. O tamanho é determinado pela cortadora [10].

Seguidamente, todos os sabonetes são cunhados. No decorrer desta etapa, os sabonetes são inspecionados individualmente por um técnico habilitado, assegurando que estes respeitam os critérios de CQ estipulados [3, 10]. Caso existem defeituosos, estes são novamente sujeitos ao processo de laminagem [2].

Após garantida a qualidade dos sabonetes no processo de cunhagem, estes são novamente inspecionados. Finalmente, os sabonetes são embalados de forma automática, seguindo para o armazém de PA [3].

1.4.4.2. Sabonetes transparentes

Os sabonetes transparentes resultam da dissolução do sabão em etanol quente e, posterior solidificação em molde, para que o etanol evapore e, consequentemente, a transparência seja alcançada. Contudo, esta pode ser obtida sem a necessidade de evaporação do solvente, uma vez que este é um processo moroso [10]. Para tal, é necessário diminuir o teor de sabão e apostar na combinação de solventes com misturas de polióis. Os solventes mais utilizados para o efeito são o álcool, o propileno, o glicol, o dipropilenoglicol e a trietanolamina. Por sua vez, os polióis mais usuais são o glicerol, o sorbitol e a sacarose (açúcar). Normalmente, estes constituintes, incluindo a água, que deve ser destilada, representam cerca de 50 % do produto final, sendo a restante fração correspondente ao sabão [13].

Trata-se de um processo de fabrico a quente, tal como explicado na secção 1.4.3.1, no qual os vários ingredientes que compõem o sabonete, tais como o sebo, a banha, o óleo de cocô, o óleo de rícino, o etanol, o açúcar, o glicerol, a água destilada e a base, são submetidos a uma reação de saponificação. Caso se pretenda um sabonete colorido artificialmente deve-se ter atenção à seleção do corante, pois este tem que ser resistente à ação da base e permitir a transparência [12].

Capítulo 2. Sistema de Gestão da Qualidade: ISO 9001:2015

2.1. Introdução

A exigência e competitividade do mercado atual, cada vez mais inovador e com um leque de ofertas maior associada à situação económica, levam as organizações a formularem estratégias que lhes permitem diferenciar-se.

Assegurar a qualidade de uma organização é um desafio perante a realidade atual, de constante evolução tecnológica e crescente aumento das necessidades do consumidor, pelo que a implementação de um SGQ é uma decisão estratégica para atingir o sucesso organizacional. A adoção de um SGQ além de contribuir para a diferenciação da empresa, permite obter a fidelização dos clientes. Como resultado da satisfação do consumidor face os produtos e serviços oferecidos pela empresa, é possível agregar valor, isto é, aumentar os lucros da organização [20].

A palavra “qualidade” tem um conceito subjetivo, não existindo uma definição precisa e unânime deste termo. Foram vários os nomes importantes que colaboraram para a conceção das diferentes definições da palavra qualidade, que ao longo do tempo foi sujeita a alterações, face a inovação tecnológica e o desenvolvimento social. Na figura 2.1 apresentam-se resumidamente algumas definições deste termo, segundo vários autores [20, 21].

AUTORES		ASPECTOS PRINCIPAIS
W. Edwards Deming (1900-1993)		- Qualidade: satisfazer o cliente - Melhoria contínua: ciclo PDCA (Plan – Do- Check – Act) - Ênfase no Controlo Estatístico do processo
Joseph M. Juran (1904 – 2008)		- Qualidade: aptidão para a utilização - Trilogia: planeamento, melhoria, controlo - Planeamento estratégico da Qualidade
Philip B. Crosby (1926-2001)		- Qualidade: conformidade com requisitos - Zero defeitos como meta - Ênfase na prevenção
Armand Feigenbaum (1919 -)		- Qualidade: processo global que abrange toda a organização - Controlo Total da Qualidade - Custos da Qualidade
Kaoru Ishikawa (1915 – 1989)		- Qualidade global - Círculos da Qualidade - Utilização das ferramentas da Qualidade
Genichi Taguchi (1924 -)		- Falta de Qualidade: perda para a sociedade - Ênfase na diminuição da variação

Figura 2.1- Conceitos de Qualidade [21].

Hoje em dia, a finalidade de qualquer organização é satisfazer o consumidor através dos seus produtos. As organizações ao adotarem um SGQ estabelecem como principal foco o cliente, isto é, atender à satisfação dos seus requisitos. Este é dos princípios mais importantes, porque se uma empresa não trabalha para o cliente deixa de vender [20].

De salientar que o enfoque do SGQ não passa somente pelo controlo interno de deteção de não conformidades, ou seja, pelo cumprimento das especificações requeridas, mas também envolve a cooperação de todos os trabalhadores da organização para a obtenção de produtos e serviços que satisfaçam os requisitos dos consumidores. É, portanto, a cultura da organização a responsável pela qualidade dos produtos ou serviços finais [22]. Deste modo, torna-se imprescindível uma gestão ativa da qualidade a partir do controlo de processos, quer de desenvolvimento quer de produção [23].

Um SGQ pode ser definido como um conjunto de elementos organizacionais desenvolvidos para administrar e garantir a qualidade, os recursos essenciais, os procedimentos operacionais e as responsabilidades definidas. Este é constituído por processos operacionais,

processos de suporte, processos de gestão e procedimentos, que definem como realizar dada tarefa com o detalhe necessário e indicam as funções dos principais responsáveis [21]. Esta estrutura organizacional pretende demonstrar a máxima confiança de que um dado nível de qualidade aceitável é obtido ao mínimo custo, de modo a atingir os objetivos delineados pela organização [24]. O SGQ deve ser documentado, devendo compreender todos os requisitos que possam afetar a qualidade do produto ou serviço finais [21].

A qualidade, deve estar aliada ao ideal de melhoria contínua, a qual se define como um processo de mudanças sistemáticas que visam acrescentar valor à organização. Assim sendo, através do aumento da fiabilidade do produto e do aumento da eficiência global do processo, consegue-se aumentar as receitas da empresa e diminuir os seus custos, respetivamente. É um aspeto fundamental para a melhoria contínua dos processos, a criação de registos, a sua monitoração e controlo que demonstrem que as atividades foram realizadas [21, 23].

Desta forma, os Sistemas de Gestão da Qualidade são um meio para alcançar e exceder as necessidades e expectativas dos consumidores e de outras partes interessadas no processo (*stakeholders*). Posto isto, é natural que as organizações tencionem não só adotar este sistema como também garantir a sua eficácia [23].

Foi neste contexto que apareceu a norma ISO:9001, sendo a última versão correspondente a 2015, que apoia negócios e organizações, de modo a torná-los mais eficientes e aumentar a satisfação do consumidor, tendo em consideração a melhoria contínua dos processos [23].

A ISO 9001:2015 é uma norma, que visa melhorar a gestão da qualidade através da definição de requisitos que devem ser cumpridos pela organização [24]. Estes requisitos são globais, podendo ser adotados nas mais variadas organizações, independentemente da sua dimensão e tipo de produtos e serviços [25]. A aplicação destes requisitos permite o monitoramento do ambiente de trabalho, o aprimoramento dos processos internos e o apuramento da satisfação dos colaboradores, fornecedores e clientes. Além disso, demonstra a capacidade da organização no cumprimento com os requisitos impostos na legislação e pelos clientes, de forma que produto esteja em conformidade, o que contribui para a fidelização dos mesmos. A certificação de uma empresa, por um organismo idóneo e independente, é a prova que esta apresenta um SGQ eficaz, ou seja, que satisfaz o cliente e os requisitos legais e regulamentares [20].

Os requisitos estabelecidos na norma, pelo qual o SGQ se gere, têm como intuito prevenir a existência de anomalias ao longo de toda a cadeia produtiva, desde o começo do projeto até às atividades de serviço pós-venda. Para tal, devem ser reforçadas as relações

clientes-fornecedores internos até se alcançaram os clientes externos, de forma a incentivar a melhoria [20].

A aplicação da ISO 9001:2015 nas organizações permite otimizar os processos, minimizando a ocorrência de falhas e a necessidade de repetir trabalho, o que leva a uma redução de custos, melhorando assim a gestão da empresa. São várias os aspetos que fazem com as organizações implementem um SGQ, realçando-se os internos e externos. Os aspetos internos estão relacionados com o aumento da produtividade, a eficiência operacional, a qualidade do produto e a motivação dos colaboradores. Os aspetos externos estão relacionados com a pressão de vendas, a quota de mercado, a satisfação do cliente e a credibilidade e imagem da organização no mercado [23]. Na figura 2.2 estão presentes os aspetos fundamentais, internos e externos, consequentes da implementação da ISO 9001:2015.

Aspetos internos	
Organização	Controlo da gestão de produção, distribuição de responsabilidades e definição de regras, melhoria na coordenação com fornecedores, melhoria dos sistemas de informação de gestão dos processos e de controlo interno de detecção de não conformidades (NC).
Implementação das atividades	Melhor utilização dos recursos, redução dos custos de inspeção, melhoria da eficiência global, redução dos custos logísticos e de produção, diminuição de NC, melhoria no cumprimento dos tempos de implementação das atividades.
Gestão dos Recursos Humanos	Melhoria do sistema de sugestões dos funcionários, fomentação do trabalho em equipa, aumento da satisfação e motivação no trabalho.
Aspetos externos	
Comercial	Requisito para competir no setor de atividade, assim como para acesso a novos clientes e mercados.
Financeiro	Aumento do volume de negócios e da participação no mercado.
Gestão de clientes	Aumento da satisfação dos clientes e diminuição de reclamações.

Figura 2.2- Efeitos da implementação da ISO 9001:2015 [24].

Embora a implementação da ISO 9001:2015 acarrete grandes benefícios para qualquer organização, estes dependem do grau de compromisso, implementação e integração, pelo que não se obtêm rigorosamente os mesmos efeitos em empresas distintas. É evidente que uma empresa que possua um SGQ há mais tempo consiga alcançar mais benefícios, sobretudo de origem interna. Isto porque quanto maior for o fator tempo, mais familiarizados estarão todos colaboradores da organização relativamente às mudanças provenientes da implementação deste sistema [23].

2.2. Abordagem por processos

De modo a atingir resultados consistentes e previsíveis é necessário entender as atividades como processos inter-relacionados que atuam como um sistema coeso [26]. A abordagem por processos requer a gestão sistemática desses processos e das suas respectivas interações, de modo a atingir os resultados planeados, conforme a política de qualidade da organização e a estratégia da mesma [24].

A abordagem por processos é um dos princípios da gestão da qualidade, estabelecidos na ISO 9001:2015, que visa melhorar o desempenho global da organização. A sua incorporação num sistema de gestão proporciona a compreensão e a satisfação contínua dos requisitos, a definição dos processos com valor acrescentado, a obtenção de um desempenho eficaz procedente de uma gestão de processos eficaz e a melhoria de processos através do desenvolvimento da visão analítica. Proporciona também confiança aos clientes e demais partes interessadas no que concerne à consistência, eficácia e eficiência da organização, contribui para a transparência dos processos da organização, entre outros [27].

Para que uma organização seja gerida com sucesso deve conhecer claramente os seus processos, compreender e identificar quais são as atividades realizadas e quem é o responsável por elas, bem como as interações existentes entre cada uma delas. Monitorizar e registar essas atividades é a base para o sucesso organizacional. Na figura 2.3 encontra-se representado um esquema genérico de um processo simples. Os pontos de verificação para monitorizar e medir são intrínsecos de cada processo e são imprescindíveis para o controlo mesmo. No entanto, estes variam consoante os riscos aliados ao processo [22].

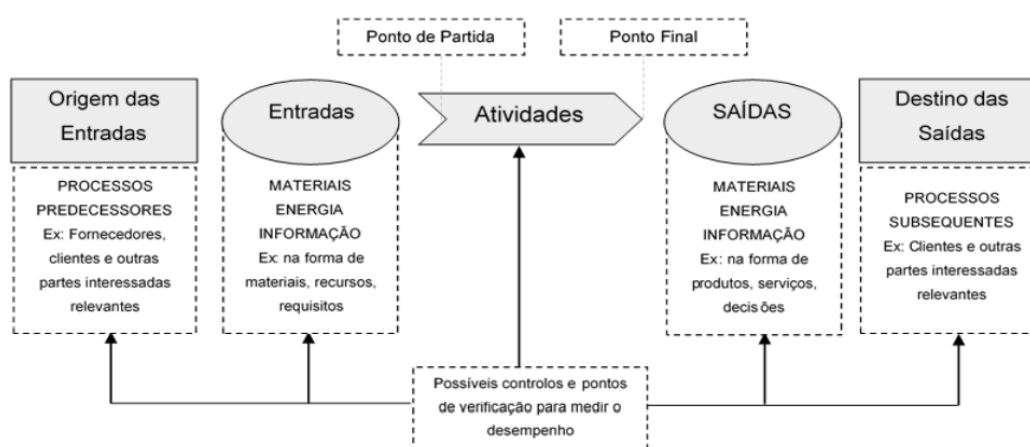


Figura 2.3- Representação esquemática dos elementos de um processo simples [24].

Define-se um processo como um conjunto de atividades que necessita de recursos (pessoas, máquinas, etc.), de forma a transformar os *inputs* (elementos de entrada) em *outputs* (elementos de saída), que podem ser tangíveis ou não. Os processos têm de ser monitorizados, de acordo com o seu nível de risco. É comum que o input de um processo corresponda ao output de outro processo, daí que a organização seja gerida como uma cadeia de processos interrelacionados entendidos como um sistema único [26].

A fim de as organizações atingirem os resultados pretendidos, a norma ISO 9001:2015 sugere a aplicação do ciclo *Plan-Do-Check-Act* (PDCA), para a melhoria contínua, tendo por base o pensamento baseado em risco [26].

2.3. Ciclo PDCA

O ciclo PDCA é uma ferramenta de gestão da qualidade aplicada na melhoria contínua de processos, produtos ou serviços e na resolução de problemas organizacionais. Este método, também conhecido por ciclo de Deming ou ciclo Shewhart, foi desenvolvido por Walter Shewhart na década de 30, mas foi William E. Deming, o responsável pela sua popularização, na década de 50 [20].

O ciclo PDCA, representado na figura 2.4, visa garantir que a organização dispõe dos recursos necessários e adequados para executar a sua missão e que existem de facto oportunidades de melhoria em condições de serem determinadas e aplicadas [28].

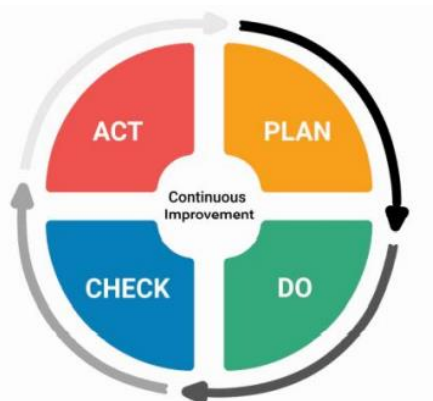


Figura 2.4- Ciclo de melhoria contínua – PDCA [28].

Este método de controlo (PDCA) é aplicável a todos os processos e pode ser descrito em 4 etapas distintas [29]:

- Planear (*Plan*): Esta primeira etapa consiste na identificação dos objetivos do sistema e dos respetivos processos, riscos e oportunidades, assim como dos recursos necessários para lhes

fazer frente. Um bom planeamento é a base para a obtenção de resultados segundo os requisitos do cliente e a política da organização [29].

- Executar (*Do*): É nesta fase que se implementa o que foi previamente planeado, ou seja, que se executa os processos/ações estabelecidos na fase de planeamento, de forma a avaliar se se atingem os resultados pretendidos [29].
- Verificar (*Check*): Nesta fase ocorre a verificação das ações realizadas na fase anterior, avaliando-se se a sua execução ocorreu de acordo com o planeado, por comparação dos resultados obtidos com as políticas, objetivos, requisitos e atividades planeadas. Para tal, todos os processos, produtos e serviços terão de ser monitorizados, medidos e, por fim, reportados [29].
- Atuar (*Act*): Finalmente, em função dos resultados obtidos na fase anterior, são implementadas ações corretivas, tendo por objetivo melhorar o desempenho do processo através da eliminação de falhas [29].

Uma vez que o ciclo PDCA é contínuo após a fase de atuar é necessário voltar ao início, à fase de planear, para que sejam identificados novos problemas, ações para os corrigir e definidos novos objetivos para a organização [26].

O ciclo PDCA procura ajudar as organizações na análise e prognóstico de problemas através da criação, implementação, monitorização e medição dos seus processos [20]. Trata-se de uma abordagem útil e simples que envolve a testagem sistemática de várias soluções, de forma a encontrar a solução mais indicada para o problema em causa [23].

A aplicação do ciclo PDCA pretende melhorar o desempenho de uma organização, na medida em que melhora e otimiza os seus processos e procedimentos e permite alcançar as metas estabelecidas pela mesma [23]. Este ciclo deve ser continuamente aplicado, mesmo após solucionado o problema indesejável, uma vez que há sempre possibilidade de melhoria [20].

2.4. Pensamento baseado em risco

As normas ISO foram todas revistas e um dos pontos fulcrais dessa revisão é que é constante em todas elas está relacionado com o pensamento baseado em risco. O risco é definido como o efeito da incerteza no cumprimento dos objetos de uma organização, sendo este caracterizado como um desvio relativamente ao esperado [23]. Segundo a ISO 9001:2015, este está aliado aos processos, funções e ao sistema de gestão como um todo. Assim, a sua integração no sistema de gestão permite às organizações melhorarem o seu desempenho, ou seja, melhorarem os outputs dos processos e diminuir os resultados indesejáveis. O pensamento

baseado em risco deve ser adotado desde o início e ao longo de todo o sistema de gestão, de forma a assegurar a concretização dos objetivos da organização [27].

O pensamento baseado em risco baseia-se na determinação dos fatores passíveis de ocasionar desvios nos processos e no SGQ face os resultados previstos e na implementação de medidas preventivas, de forma a evitar efeitos negativos e usufruir ao máximo das oportunidades [24]. Ou seja, o pensamento baseado em risco é o meio utilizado para a identificação dos riscos e oportunidades associadas à atividade de cada organização e para a implementação de medidas que visam a minimizar os riscos de fabrico de produtos não conformes [30].

Usualmente, um processo de gestão de risco é composto por quatro etapas: a identificação dos riscos; a avaliação dos riscos; a seleção e implementação de ações para diminuir a probabilidade de riscos e os seus potenciais efeitos e a monitorização de riscos [24].

Na identificação dos riscos e oportunidades deve-se ter em conta os fatores externos e internos que possam possuir algum efeito na organização. Existem várias metodologias utilizadas para fazer essa identificação, sendo a análise SWOT (*Strengths-Weaknesses-Opportunities-Threats*) uma das mais comuns. Na análise SWOT são analisados os fatores externos à empresa, como é o caso das oportunidades e das ameaças, e os fatores internos, nomeadamente as forças e as fraquezas da empresa [30].

2.5. Controlo de Qualidade

O CQ permite a produção de produtos e serviços que correspondam aos requisitos dos clientes [31].

A implementação do CQ exige o envolvimento de todas as atividades da organização, bem como de todos trabalhadores da empresa, desde a gestão de topo aos operários de produção [31]. Além disso, é importante estabelecer ligação com os clientes e fornecedores ao longo do processo de produção, tendo como o propósito obter uma apreciação quanto aos seus requisitos [32].

O CQ é uma ferramenta de extrema importância na garantia da qualidade dos produtos, que visa assegurar o cumprimento das especificações exigidas ao longo do processo, isto é garantir a conformidade do produto. Este deve ser efetuado ao longo do processo de produção, desde a receção das MP ao PA. Para tal, devem ser realizadas análises instituídas pelos processos de Verificação e Validação [32].

A conformidade do produto deve ser entendida não só como uma exigência regulatória, mas também como um meio para alcançar a qualidade e a eficácia de uma empresa [28].

Existem várias ferramentas de qualidade que ajudam o responsável do CQ na solução de problemas, ou seja, na determinação de medidas corretivas, e na tomada de decisões, como é o caso das folhas de verificação. Estas são fundamentais para a garantia do CQ da empresa, contribuindo para a melhoria contínua dos produtos e processos produtivos [32].

Capítulo 3. Implementação do sistema de Gestão da Qualidade do produto

O SGQ é o reflexo da qualidade dos produtos e serviços de uma organização. Este deve auxiliar todos os departamentos da empresa, assegurando a eficácia e eficiência dos processos fundamentais e o cumprimento dos requisitos exigidos ao longo do mesmo.

Tendo como objetivo a melhoria contínua, foi necessário reformular o SGQ na empresa, de acordo com a ISO 9001, certificação já obtida pela Saboaria e Perfumaria Confiança, SA, em abril de 2007. Neste sentido, pretende-se alterar a atual rotina de monitorização e controlo das MP, ME, PI e PA. Pretende-se também reformular modelos e instruções de trabalho do SGQ do produto, definindo a sua sequência e periodicidade, bem como os critérios de aceitação e métodos, enfatizando a importância do CQ. Além disso, outro objetivo passa por atribuir responsabilidades à equipa no preenchimento de documentação necessária à execução de determinada atividade.

De forma a assegurar a qualidade do produto final foi necessário ainda monitorizar o sistema de tratamento de água.

Para uma melhor compreensão de todo o processo, será apresentado inicialmente o fluxograma do processo de CQ, seguindo-se a descrição das várias etapas do mesmo.

3.1. Fluxograma do processo de Controlo de Qualidade

De modo a ilustrar de forma ordenada as várias etapas do processo de CQ elaborou-se o fluxograma apresentado na figura 3.1. Este constitui uma ferramenta de apoio à abordagem por processos, uma vez que permite uma melhor visualização do processo, além de identificar os pontos onde é necessário tomar decisões.

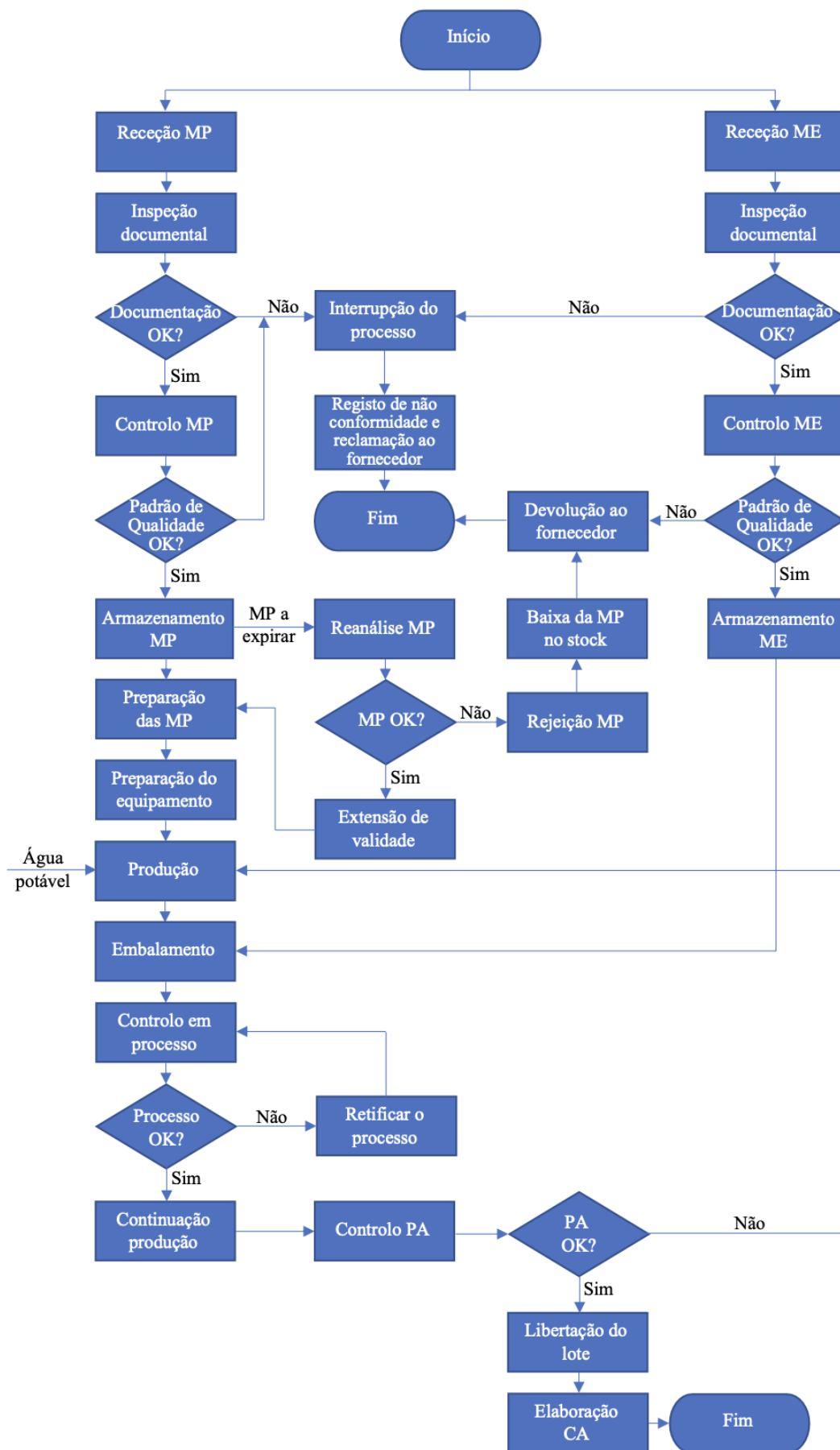


Figura 3.1-Fluxograma do processo de CQ.

3.2. Receção e controlo de matérias-primas

De modo a assegurar a conformidade das MP com os critérios de aceitação é feito um controlo à receção, consoante o plano de medição e monitorização indicado na tabela 3.1. Este controlo é realizado por responsáveis definidos com preenchimento obrigatório de registos.

Tabela 3.1- Plano de medição e monitorização da atividade de receção de MP.

Família de produtos	Produto	Controlo	Método usado	Critério de aceitação	Responsável	Registo	
Matérias-primas	Óleos/gorduras	Quantidade	Pesagem	Recebido = $\pm 99\%$ encomendado	Logística	Mod.108	
		Estado geral da mercadoria	Inspeção visual	Conforme			
		Documentação técnica		CA	Técnico de Qualidade	Mod.108; CA interno	
	Hidróxido de sódio	Quantidade	Pesagem	Recebido = $\pm 99\%$ encomendado	Logística	Mod.108	
		Estado geral da mercadoria	Inspeção visual	Conforme			
		Documentação técnica		CA	Técnico de Qualidade	Mod.108; CA interno	
	Corantes	Quantidade	Inspeção visual	Recebido = $\pm 99\%$ encomendado	Logística	Mod.108	
		Estado geral da mercadoria		Conforme			
	Fragâncias	Quantidade	Pesagem	Recebido = $\pm 99\%$ encomendado	Logística		
		Estado geral da mercadoria	Inspeção visual	Conforme			
		Documentação técnica		CA	Técnico de Qualidade	Mod.108; CA interno	
	Aditivos	Quantidade	Inspeção visual	Recebido = $\pm 99\%$ encomendado	Logística	Mod.108	
		Estado geral da mercadoria		Conforme			
	Silicato de sódio	Quantidade	Pesagem	Recebido = $\pm 99\%$ encomendado	Logística		
		Estado geral da mercadoria	Inspeção visual	Conforme			
	Talco	Quantidade	Inspeção visual	Recebido = $\pm 99\%$ encomendado	Logística		
		Estado geral da mercadoria		Conforme			

Nota:

Mod.: Modelo

Assim, quando é efetuada a receção da matéria-prima pelo armazém, é da responsabilidade da logística verificar se a quantidade recebida corresponde à quantidade requisitada, tendo em conta o critério de aceitação, e avaliar o estado geral da mercadoria. Caso o estado geral da mercadoria seja avaliado como não conforme, esta informação deverá ser

comunicada ao responsável pelo CQ que emitirá o veredito final relativamente à aprovação ou reprovação do lote em questão. O encadeamento da receção da mercadoria desde a receção do fornecedor até ao fecho do processo é registado no Mod.108 (Receção e Avaliação de Mercadorias).

Após rececionadas as MP pelo armazém, nomeadamente os corantes, aditivos e talco, estas são armazenadas em local próprio, podendo ser incorporadas imediatamente no fabrico seguinte. Todavia, as MP: óleos/gorduras, hidróxido de sódio e fragâncias são mantidas no estado de quarentena em local definido, devidamente identificado, até avaliação pelo departamento de CQ.

No caso dos óleos ou gorduras é analisada uma amostra, enviada previamente pelo fornecedor, para validação de compra, no entanto sempre que chega mercadoria às instalações é retirada uma amostra do interior da cisterna para análise, como ilustrado na figura 3.2.



Figura 3.2- Recolha de amostra para análise.

Esta amostra é retirada pelo operador de fabrico após introduzido ar no interior da cisterna, para agitar a matéria-prima contida nos vários compartimentos.

Também o hidróxido de sódio é transportado em cisterna, sendo o operador de fabrico o responsável por recolher uma amostra do seu interior para posterior aprovação pelo departamento de CQ.

Caso se trate de um lote de fragância, a logística é encarregue de retirar uma amostra de retenção de 10 mL para um frasco de vidro, identificado com nome, código e número de lote, e pelo seu respetivo armazenamento.

A conformidade destas MP é atestada pelo técnico de CQ através da avaliação das análises realizadas no laboratório interno da empresa, sendo que à posteriori se compara com a documentação técnica enviada pelo fornecedor, em particular o CA. Periodicamente é também efetuada a verificação da ficha técnica, da ficha de dados de segurança e da declaração de

conformidade *REACH* (*Registration, Evaluation and Authorization of Chemicals*), quando aplicável, que devem ser atualizadas. No caso das fragâncias, deverá também verificar-se periodicamente o certificado de alergénios e o *International Fragrance Association (IFRA)*. Nas duas situações e caso se coloque dúvidas recorre-se a um laboratório externo para mais uma validação.

Em relação ao CQ laboratorial de óleos/gorduras é avaliado o teor de humidade, o teor de impurezas insolúveis, o teor de insaponificável, o índice de acidez, a acidez livre, o índice de saponificação, o índice de peróxidos, e o índice de iodo, sendo também avaliado a cor, o odor e a aparência. Já no CQ laboratorial do hidróxido de sódio é avaliado a massa volúmica. Por fim, nas fragâncias é analisado o aspeto, a cor e o odor por comparação com a amostra padrão do lote anterior e a especificação da matéria-prima. O resultado desta verificação é registado no Mod.108, enquanto o resultado da análise no CA interno.

A MP será aprovada se o CA interno da empresa, elaborado pelo técnico de CQ, estiver de acordo com as especificações exigidas no caderno de encargos definidos pelo comprador e fornecedor, podendo também comparar-se com o respetivo CA do fornecedor. A matéria-prima passará então do estado de quarentena para o de aprovado, estado este que será identificado por uma etiqueta verde rubricada pelo técnico de CQ. Esta etiqueta deve conter a informação do código interno, nome, lote, validade e data de entrada em armazém. Uma vez aprovada a matéria-prima, esta pode ser utilizada na produção seguinte.

Por sua vez, será reprovada se o CA interno da empresa não cumprir com as especificações mencionadas no caderno de encargos definidos pelo comprador e fornecedor. A matéria-prima reprovada será então identificada com uma etiqueta vermelha e, caso possível, colocada na zona de “produtos não conformes”. Posto isto, é feito o registo de não conformidade e efetuada reclamação ao fornecedor.

O técnico de CQ é ainda responsável por averiguar o prazo de validade da matéria-prima, que deverá corresponder a pelo menos 80 % do seu prazo inicial.

Na eventualidade da matéria-prima não obedecer ao critério de validade mínimo, esta informação deve ser comunicada ao departamento de Compras, que verifica o possível consumo desta dentro do seu prazo de vida útil. Caso não seja plausível é feito o registo da não conformidade e efetuada reclamação ao fornecedor.

3.3. Extensão de validade de matérias-primas

A extensão de validade permite averiguar se a matéria-prima se encontra apta a continuar a ser usada no fabrico. Para que tal ocorra, é necessário que as suas especificações iniciais estipuladas pelo fabricante se mantenham inalteráveis durante o seu prazo de validade.

Neste sentido, mensalmente e com base na listagem existente de lotes de MP cuja validade expire no mês seguinte, o técnico de CQ está encarregue de retirar 3 amostras de todos os lotes passíveis de reanálise interna e externa. Segue-se a reanálise das amostras e a confirmação da qualidade do lote.

O prolongamento de validade do lote definido foi de 6 meses, tendo em conta a estabilidade dos produtos. Após atribuída a nova data de validade da matéria-prima deverão ser impressas novas etiquetas de aprovação com os dados previamente atualizados. Em caso de não conformidade, o técnico de CQ deve proceder à segregação da matéria-prima e, posterior sinalização dessa mesma rejeição com uma etiqueta vermelha datada e assinada por si. É do seu encargo informar o responsável pelo CQ dessa mesma rejeição, para que este possa validar a sua decisão.

Com o conhecimento do responsável pelo CQ, este deve transmitir essa informação aos departamentos de Compras, Logística e Produção, sendo a logística a responsável não só pela baixa da matéria-prima no stock, como pela sua devolução ao respetivo fornecedor, se exequível. Caso aplicável, esta deverá ser transferida pela logística para o armazém de NC, no qual deve permanecer até devolução ao fornecedor.

3.4. Receção e validação de materiais de embalagem

No que se refere à atividade de validação de ME rececionados seguiu-se o plano de medição e monitorização, representado na tabela 3.2.

Tabela 3.2- Plano de medição e monitorização da atividade de receção de ME.

Família de produtos	Produto	Controlo	Método usado	Critério de aceitação	Responsável	Registo
Materiais de embalagem	Cartolinas/ papéis	Quantidade	Inspeção visual/ pesagem	Recebido = ± 95% encomendado	Logística	Mod.108
		Estado geral da mercadoria	Inspeção visual	Defeitos ≤ 1% recebido		
	Caixas de expedição	Quantidade	Inspeção visual/ pesagem	Recebido = ± 95% encomendado		
		Estado geral da mercadoria	Inspeção visual	Defeitos ≤ 1% recebido		
	Frascos/ embalagens/ tubos	Quantidade	Inspeção visual/ pesagem	Recebido = ± 95% encomendado		
		Estado geral da mercadoria	Inspeção visual	Defeitos ≤ 1% recebido		
	Tampas/ vedantes	Quantidade	Inspeção visual/ pesagem	Recebido = ± 95% encomendado		
		Estado geral da mercadoria	Inspeção visual	Defeitos ≤ 1% recebido		
	Bombas/ vaporizadores	Quantidade	Inspeção visual/ pesagem	Recebido = ± 95% encomendado		
		Estado geral da mercadoria	Inspeção visual	Defeitos ≤ 1% recebido		
	Outro material de expedição	Quantidade	Inspeção visual/ pesagem	Recebido = ± 95% encomendado		
		Estado geral da mercadoria	Inspeção visual	Defeitos ≤ 1% recebido		
	Filmes	Quantidade	Inspeção visual/ pesagem	Recebido = ± 99% encomendado	Técnico de Qualidade	Mod.108; Mod.91
		Estado geral da mercadoria	Inspeção visual	Defeitos ≤ 1% recebido		
		Especificações técnicas e teste de embalamento		Recebido = aprovado/prova modelo		
		Rotulagem		Rotulagem = aprovada		
	Rótulos/ etiquetas/ carteiras	Quantidade	Inspeção visual/ pesagem	Recebido = ± 99% encomendado	Logística	Mod.108
		Estado geral da mercadoria	Inspeção visual	Defeitos ≤ 1% recebido		
		Especificações técnicas e teste de embalamento		Recebido = aprovado/prova modelo	Técnico de Qualidade	Mod.108; Mod.91
		Rotulagem		Rotulagem = aprovada		
	Caixas de produtos	Quantidade	Inspeção visual/ pesagem	Recebido = ± 99% encomendado	Logística	Mod.108
		Estado geral da mercadoria	Inspeção visual	Defeitos ≤ 1% recebido		
		Especificações técnicas e teste de embalamento		Recebido = aprovado/prova modelo	Técnico de Qualidade	Mod.108; Mod.91
		Rotulagem		Rotulagem = aprovada		

Na receção de ME, inicialmente é verificado pela logística a quantidade recebida que deve corresponder à quantidade encomendada, tendo em consideração os critérios de aceitação estabelecidos. É também da sua responsabilidade avaliar o estado geral da mercadoria, que é classificado como bem condicionado, aceitável ou mal condicionado. O registo desta verificação é efetuado no Mod.108.

Nos ME: filmes, rótulos/etiquetas/carteiras e caixas de produtos é ainda avaliado pelo técnico de CQ as especificações técnicas do produto, nomeadamente a informação técnica e a impressão/desenho técnico e, caso aplicável é efetuado um teste de embalamento. A informação técnica é avaliada por comparação com a ficha de rotulagem do material de embalagem. Já a avaliação da impressão/desenho técnico é feita recorrendo ao padrão de cor existente, validado para cada tipo de produto. O teste de embalamento, efetuado pela produção, tem por objetivo verificar a adequabilidade das dimensões do material de embalagem.

O resultado da avaliação do ME, pelo técnico de CQ, é anotado no Mod.108, enquanto o resultado da análise no Mod.091 (CQ de ME). Este último modelo tem em conta outros parâmetros, referidos na tabela 3.3, para a validação dos ME rececionados.

Tabela 3.3- Outros parâmetros a avaliar na receção de materiais de ME.

Produto	Parâmetros a avaliar
Cartolinas/ papéis/filmes	- Avaliar o estado das bobines; - No caso de o material ser fornecido em bobine, verificar se a largura das mesmas é a correta; - Verificar se a cartolina, filme e papel são no material correto; - Verificar se as bobinas e maços estão devidamente identificados; - No caso de terem impressão, comparar com o modelo de amostra para garantir que está dentro dos padrões aceitáveis.
Caixas de expedição	- Avaliar se estão amassadas ou rasgadas; - No caso de terem impressão, avaliar o estado da impressão; - Antes de serem colocadas em stock todas as paletes de caixas de expedição devem ser devidamente identificadas com a respetiva descrição e quantidade por palete.
Frascos/ embalagens/ tubos	- Avaliar se estão amassados, danificados ou partidos; - Detetar eventuais defeitos como manchas, riscos e defeitos na gravação/impressão, caso aplicável. No caso de terem impressão, cada unidade de amostragem deve ser sempre comparada com o modelo de amostra para garantir que está dentro dos padrões aceitáveis; - No caso de frascos/embalagens de vidro verificar se os mesmos contêm gordura.
Tampas/ vedantes	- Avaliar se estão partidas ou sem vedantes; - Detetar possíveis defeitos como manchas, riscos e defeitos na gravação/impressão, quando aplicável. No caso de terem impressão, cada unidade de amostragem deve ser sempre comparada com o modelo de amostra para assegurar que está dentro dos padrões aceitáveis.
Bombas/ vaporizadores	- Avaliar se estão partidas ou sem vedantes; - Verificar se o comprimento do tubo está de acordo com as especificações em causa. Caso seja um artigo já existente, comparar com a amostra modelo; - Testar se o vaporizador/doseador está operacional.
Outro material de expedição	- Avaliar se há material danificado ou amassado; - No caso de ter impressão, avaliar se a impressão está correta; - No caso de o material ser em rolo, verificar se as larguras são as corretas.

O processo de validação dos ME, por parte do técnico de CQ, é realizado por amostragem (anexo A) a partir da inspeção dos parâmetros de qualidade estabelecidos. Caso sejam detetadas não conformidades na análise é necessário informar o departamento de Compras e de Produção, sendo o diretor de Compras o responsável pela devolução dos ME ao fornecedor.

3.5. Avaliação de novas matérias-primas, materiais de embalagem e fornecedores alternativos

O processo de avaliação de um fornecedor alternativo para uma nova matéria-prima ou material de embalagem implica, por um lado uma avaliação financeira, e por outro, uma

avaliação técnica e de qualidade, podendo em alguns casos ser necessário uma avaliação confirmativa. A avaliação financeira é efetuada pelo Departamento de Compras, por comparação minuciosa dos orçamentos solicitados para o mesmo produto de fornecedores alternativos e, posterior seleção daquele que possui o melhor preço *versus* qualidade. Esta avaliação é de extrema importância pois permite que a empresa possa atuar de forma mais competitiva no mercado.

Segue-se a avaliação técnica pelo Departamento de CQ que analisa toda a documentação técnica associada ao material. As especificações a constar no CA de cada lote devem estar de acordo com a ficha técnica do fornecedor, originalmente aprovado para a matéria-prima em causa. No que toca às MP destinadas à produção de produtos cosméticos, o fornecedor alternativo deverá ainda garantir o cumprimento das *Good Manufacturing Practices* (GMPs) e da legislação em vigor. Quanto aos ME em contato direto com o produto deve-se também ter em consideração o tipo de material, bem como a sua compatibilidade com o mesmo, uma vez que o acondicionamento pode comprometer a integridade do produto.

Nos dois casos, sempre que possível o fornecedor deverá enviar previamente uma amostra para respetiva análise, pelo técnico de CQ, para avaliação da sua conformidade. A avaliação da qualidade do produto é atestada em laboratório interno da empresa, por comparação dos resultados obtidos com as especificações internas e o CA do fornecedor, podendo também comparar-se com resultados obtidos de fornecedores habituais desse mesmo produto.

Por fim, a avaliação confirmativa pretende avaliar o desempenho do produto alternativo proposto experimentalmente, garantindo assim que esta alteração não afeta as características do PA, sendo o departamento de CQ o responsável por esta avaliação.

Após esta avaliação, deverá ser preenchido pelo Departamento de CQ o Mod.117 (Avaliação de fornecedor alternativo), no qual deverá constar o nome do fornecedor, a data e o resultado da avaliação técnica.

Se as especificações corresponderem aos requisitos exigidos, o fornecedor é aprovado, caso contrário é rejeitado, com conhecimento do diretor de Compras.

3.6. Produção de sabão, sabonetes de glicerina e de coco

Com o objetivo de padronizar a produção de sabão (*Offenbach* e Super), sabonetes de glicerina e de coco definiu-se a metodologia a seguir na medição e monitorização desta atividade. Deste modo, na tabela 3.4 encontra-se o plano relativo ao processo de fabrico de sabões e sabonetes produzidos na unidade industrial em Braga. Note-se que o cumprimento das

tarefas definidas para a produção de sabões e sabonetes é da responsabilidade do operador, sendo o diretor da produção o responsável pelo supervisionamento do processo.

Tabela 3.4- Plano de medição e monitorização da atividade de produção de sabão, sabonetes de glicerina e de coco.

Operações	Tarefas	Controlo	Método usado	Critério de aceitação	Responsável	Registo
Preparação das MP	Seleção das MP	Referência	Inspeção visual	Referência pedida = referência selecionada	Operador	Ordem de fabrico (OF) SPC001 a SPC.012
		Lote		Registo na ordem de fabrico		
	Pesagem	Massa	Pesagem	Massa = $\pm 1\%$ solicitado		
	Transporte para fabrico	Identificação	Inspeção visual	Recipiente identificado		
Preparação do equipamento	Seleção	Estado de conservação	Inspeção visual	Registo na ordem de fabrico		OF SPC001 a SPC.012 SPC.015/ SPC.016
		Referência		Estado conforme		
	Limpeza	Estado de higiene	Inspeção visual	Limpeza conforme		OF SPC001 a SPC.012
	Afinação	Ajuste à necessidade	Uso de ferramentas	Ver ordem de fabrico		OF SPC001 a SPC.012 SPC.015/ SPC.016
Fabrico de sabão, sabonetes de glicerina e de coco	Fabrico	Alcalinidade livre cáustica	Volumetria de neutralização	Ver ordem de fabrico		OF SPC001 a SPC.012 SPC.014
		Humidade	Secagem em balança de humidade	Ver ordem de fabrico		
		Temperatura	Termómetro	Temperatura controlada, ordem de fabrico (OF)		
		Massa	Pesagem	Massa = $\pm 1\%$ solicitado		
		Mistura	Inspeção Visual	Mistura homogénea		
		Tempo		Tempo mistura = OF		
		Fórmula		Massa = $\pm 1\%$ solicitado		
	Corte	Ferramentas	Inspeção Visual	Referência pedida = referência selecionada		OF SPC001 a SPC.012 SPC.015/ SPC.016
	Cunhagem	Cunho		Registo na ordem de fabrico		OF SPC001 a SPC.012
		Massa				

A primeira operação do processo de fabrico de sabões e sabonetes inclui a seleção/pesagem de todas as MP necessárias para a formulação do PA e, posterior transporte para fabrico. A segunda operação envolve a seleção do equipamento adequado, a sua limpeza e afinação, caso necessário. A limpeza do equipamento é essencial para garantir a qualidade microbiológica no processo de fabrico e do produto final. Após realizadas estas operações segue-se o fabrico, no qual são controlados os seguintes parâmetros: a alcalinidade livre cáustica, a humidade, a temperatura, a massa, a mistura, o tempo e a fórmula. Na eventualidade de algum valor destes parâmetros se encontrar fora da especificação definida na ordem de fabrico (OF) é necessário avisar o responsável pela produção que irá solucionar o problema. Posto isto, sucedem-se as etapas de corte e cunhagem (no caso do fabrico de sabão Super e sabonetes de glicerina).

Finalmente, procede-se ao embalamento do produto, de acordo com o plano de medição e monitorização da tabela 3.5, tendo em conta os critérios de aceitação estabelecidos.

Tabela 3.5- Plano de medição e monitorização da atividade de embalamento de sabão, sabonetes de glicerina e de coco.

Operações	Controlo	Método usado	Critério de aceitação	Responsável	Registo
Embalamento	Aspetto do produto	Inspeção Visual	Referência pedida = Referência selecionada	Operador	Não aplicável
	Aspetto da embalagem		Embalagem conforme= aprovada		
	Número do lote		Lote marcado= lote fabrico		
	Identificação da caixa		Caixas identificadas		

3.6.1. Definição do lote

Para uma eficaz gestão de lotes é necessário assegurar a rastreabilidade de todas as operações de fabrico, desde a preparação das MP até ao embalamento.

Entende-se por lote o conjunto de unidades produzidas a partir da mesma quantidade de matéria-prima e do mesmo processo produtivo ou, caso se trate de um processo de produção contínua, o conjunto de unidades formuladas num determinado intervalo de tempo [33]. Deste modo, diferentes referências de produtos deverão originar números de lotes diferentes, refletindo a homogeneidade da produção.

No caso de produção e embalamento contínuo, o número de lote do produto segue a seguinte codificação: letra referente ao lote (L)/ano (AA)/data juliana (JJJ) e respetiva OF

Nos restantes produtos, o número de lote é composto pela seguinte codificação: data juliana (JJJ)/letra do produto (sendo o A o sabão, o B o sabonete e o C a cosmética)/letra referente ao lote (L)/ ano (AA)/data juliana (JJJ)/OF

Note-se que lote deve estar presente não só na embalagem do produto, como nas respectivas caixas que seguem para o cliente.

3.7. Controlo em processo

O controlo em processo visa auxiliar o processo de fabrico de sabões e sabonetes, de modo a assegurar o cumprimento das especificações definidas para cada tipo de produto. Este é realizado pelo departamento de CQ através do acompanhamento diário das linhas de produção, usando para o efeito uma folha de registo, que permite recolher informação acerca do processo. Esta folha constitui o Mod.SPC.022 (Controlo em processo). Além disso, esta é utilizada também como uma ferramenta de avaliação e diagnóstico do processo, permitindo a deteção de eventuais irregularidades ao longo mesmo. Nesta é feito o controlo metrológico do produto e avaliado o aspeto global do produto nu, da embalagem, do lote, do acondicionamento da paleta e do aspeto global da caixa, como conforme ou não conforme.

O primeiro ponto de controlo tem por objetivo garantir ao consumidor que os valores medidos obedecem aos requisitos regulamentares, estabelecidos no Decreto-Lei n.º 199/2008 de 8 de outubro e na Portaria nº1198/91 de 18 de dezembro. Neste controlo a barra de sabão/sabonete é retirada após corte, pelo que ensaio é não destrutivo, ou seja, não implica a destruição do pré-embalado. Esta verificação deve ser feita tendo em conta os seguintes critérios [34]:

- O conteúdo médio do produto pré-embalado deverá ser igual ou maior do que a quantidade nominal (Q_n), mencionada na embalagem;
- A proporção de pré-embalados com uma massa menor do que a diferença entre Q_n e o erro admissível por defeito (EAD) deverá satisfazer os critérios de aceitação estabelecidos na regulamentação;
- Nenhum produto pré-embalado deverá apresentar uma massa inferior à diferença entre a Q_n e o dobro do EAD;
- A variação da massa deverá ser no máximo igual a 1/5 do EAD.

No caso de a massa não estar de acordo com a Q_n do produto em causa, o operador deve proceder à sua correção através do ajuste das dimensões do sabão/sabonete na máquina de corte.

Relativamente ao segundo ponto de controlo, esta verificação é feita ao longo do fabrico com base nos critérios especificados no “Compêndio Critérios de Qualidade”, se aplicáveis, a seguir especificados:

- Aspeto global do produto nu: estado do produto (sem amassadelas), cor, odor, consistência e cunhagem;
- Aspeto global da embalagem: estado da embalagem (se está rasgada ou mal fechada); qualidade da informação técnica e impressão/desenho técnico; estado e alinhamento da etiqueta (se está rasgada ou torta); posicionamento da embalagem;
- Lote: lote marcado e legível;
- Acondicionamento: de acordo com a ficha logística;
- Aspeto global da caixa: estado da caixa (se está amassada, rasgada ou mal colada); qualidade da impressão; número de barras/blocos por caixa; código de barras visível.

O controlo em processo é realizado diariamente várias vezes ao dia, através da inspeção de dez unidades de sabão/sabonete, a fim de garantir o seu correto acompanhamento. O registo deste controlo é efetuado no Mod.SPC.022, considerando os erros admissíveis por defeito para a Qn do pré-embalado em causa, presentes no Mod.SPC.023 (Critérios aceitação peso sabão e sabonete) e os critérios do “Compêndio Critérios de Qualidade”.

Se todos os parâmetros estiverem de acordo com as especificações internas é indicado à produção que pode dar seguimento ao fabrico, caso contrário é necessário retificar o mesmo.

Com aplicação deste controlo pretende-se diminuir a variabilidade do processo e, consequentemente do PA, garantindo que os resultantes da análise deste estão dentro dos limites de especificação do “Compêndio Critérios de Qualidade”.

3.8. Controlo do produto acabado

Após terminado o processo de fabrico de sabões/sabonetes, o operador é responsável por retirar e entregar duas amostras de PA ao Departamento de CQ. Uma delas é sujeita a análise no laboratório interno da empresa pelo técnico de CQ, sendo a outra armazenada como amostra de retenção do lote em questão, para posterior inspeção dentro do seu prazo de validade. Note-se que a amostra de retenção deve ser guardada durante 5 anos.

As análises efetuadas ao PA para o CQ do mesmo são o peso nominal, a alcalinidade livre cáustica, o teor de humidade, a massa volúmica e o pH, sendo também avaliado o aspeto, a cor e o odor, como característico ou não característico.

Se os resultados das análises estiverem de acordo com as especificações do produto em causa, definidas no “Compêndio Critérios de Qualidade”, é dada a indicação para libertação do

lote e é elaborado o respetivo CA. O registo da libertação do lote de PA é feito no Mod.076 (Libertação de lotes) pelo técnico de Qualidade. Caso contrário, é necessário comunicar a informação ao responsável pelo CQ que irá avaliar a possibilidade de reprocessamento no tempo previsto para entrega ao cliente. O registo desta não conformidade é feito no Mod.010 (Registo de produto não conforme), pelo responsável do CQ.

Relativamente aos produtos subcontratados é avaliado a documentação associada, mais concretamente o CA de mercadorias, cujo critério de aceitação é o estado conforme.

3.9. Sistema de tratamento de água do processo

No processo de fabricação de produtos de detergência (sabão) e de higiene pessoal (sabonetes de glicerina e de coco) é utilizada água do furo, nomeadamente no chiller, na torre de arrefecimento e no tanque de água quente. A monitorização desta é de extrema importância, uma vez que, ao contrário da água da rede pública, esta não é sujeita a controlo regular de qualidade por autoridades competentes. Além disso, água estagnada por longos períodos de tempo, como acontece nas torres de arrefecimento, potencia o desenvolvimento de biofilmes, de bactérias e de *Legionella*. Assim sendo, cabe ao Departamento de CQ monitorizar periodicamente a qualidade da água, de forma a assegurar a qualidade do produto final.

Para fins de avaliação da qualidade da água do furo consideram-se as regras vigentes para o consumo humano, estabelecidas no Decreto-Lei n.º 306/2007 de 27 de agosto [35].

Neste contexto, semanalmente deverá ser verificado o valor da condutividade da água do furo e efetuada uma inspeção visual ao sistema. Deverá também ser feita uma análise à água, usando para o efeito o equipamento de teste de água, *Scuba II Eletronic Pooltester*, para o controlo do cloro livre. O resultado é manifestado após a introdução do reagente DPD (N, N-dietil-p-fenilendiamina), utilizado para a deteção do cloro livre. Este reagente ao reagir com o cloro livre presente na água, faz com que a mesma mude de cor para magenta, sendo a intensidade da cor obtida proporcional à concentração de cloro ativo.

Como salvaguarda da fiabilidade do controlo da qualidade da água do furo (água do processo) deverá ser realizado trimestralmente uma análise físico-química e microbiológica à sua qualidade por uma empresa certificada. Se as análises resultantes desta avaliação apresentarem valores fora da respetiva especificação, deverá proceder-se às ações de correção necessárias (tratamento com cloro, substituição de filtros, etc.). Deverão ainda substituir-se os filtros de partículas e de carvão ativado e regenerada a coluna, caso a condutividade da água possua valores fora da especificação.

Capítulo 4. Parte experimental

4.1. Controlo de Qualidade dos óleos/gorduras

4.1.1. Testes organoléticos

Os testes organoléticos permitem analisar características detetáveis pelos sentidos humanos, como a cor, o odor e a aparência. Estes testes permitem avaliar o estado de oxidação dos óleos e gorduras através da identificação de odores desagradáveis característicos da produção de compostos voláteis. Além disso, uma vez que constitui a primeira percepção da matéria-prima, revela-se um parâmetro importante para a sua aceitação [36].

Na avaliação deste parâmetro classifica-se a cor, o odor e a aparência da matéria-prima rececionada como caraterístico ou não caraterístico do produto designado.

4.1.2. Teor de humidade

O teor de humidade permite aferir a qualidade de uma amostra através da quantificação da percentagem de água existente nesta. Quanto maior o teor de humidade menor a qualidade do produto, pois a água induz a reações de hidrólise, as quais são responsáveis pelo aumento do teor de ácidos gordos livres e, consequente degradação do produto [37].

O teor de humidade foi obtido diretamente numa balança de humidade (PCE MB-60C), ilustrada na figura 4.1, através do método termogravimétrico, cujo princípio de funcionamento baseia-se na perda de massa por secagem da amostra a 105 °C [38]. Ou seja, o teor de humidade corresponde ao quociente entre a quantidade de água retirada da amostra e a quantidade de amostra inicial. O procedimento aplicado na avaliação deste parâmetro encontra-se presente no anexo B.1.



Figura 4.1- Balança medidora de humidade.

4.1.3. Teor de impurezas insolúveis

Por impurezas insolúveis de um óleo ou gordura denomina-se o conjunto de substâncias estranhas insolúveis em n-hexano ou éter de petróleo. Estas impurezas surgem devido a processos incompletos ou produção defeituosa e podem abranger, por exemplo, impurezas físicas (areia e solo), hidratos de carbono, substâncias azotadas ou ácidos gordos oxidados [39].

O processo usado nesta determinação baseia-se na dissolução da amostra, após preparada, em n-hexano em excesso e, posterior filtração a vácuo. O conjunto filtro e resíduo, após lavado, é seco em estufa a 103°C e, finalmente pesado. As impurezas são então determinadas por um método gravimétrico e expressam-se em percentagem. O procedimento empregue nesta análise foi o da norma ISO 663:2004 [39], apresentado no anexo B.2.

4.1.4. Teor de insaponificável

Define-se como teor de insaponificável o conjunto de substâncias não voláteis a 103 °C, contidas em um óleo ou gordura, que após saponificação com solução alcoólica de hidróxido de potássio são solúveis em n-hexano ou éter de petróleo e insolúveis em solução aquosa. Como exemplos destes compostos, minoritários dos óleos e gorduras, destacam-se os esteróis, álcoois alifáticos, pigmentos e hidrocarbonetos [40].

O teor de insaponificável é obtido por meio de uma saponificação de um óleo ou gordura com uma solução alcalina, seguida da extração da matéria insaponificável com solvente orgânico apropriado e, posterior lavagem com solução aquosa para remoção do mesmo. Para a obtenção deste parâmetro, executou-se o procedimento da Norma Portuguesa, NP 902:1987 [40], especificado no anexo B.3.

4.1.5. Índice de acidez

O índice de acidez revela o estado de conservação de um óleo ou gordura, através da quantificação dos ácidos gordos livres, provenientes da hidrólise dos triglicerídeos. Este índice depende da natureza, pureza, processamento e, sobretudo das condições de conservação da matéria-prima [41].

É definido como a massa de hidróxido de sódio ou potássio capaz de neutralizar os ácidos gordos livres contidos em uma grama de amostra, e expressa-se, neste caso, em $m_{\text{NaOH}}/m_{\text{amostra}}$ [42]. O método para a sua determinação resume-se a uma volumetria de neutralização dos ácidos presentes, contidos na amostra dissolvida a quente, em mistura de solvente apropriada, por recurso a uma solução padrão aquosa ou alcoólica de hidróxido de

sódio ou potássio. Para a determinação do índice de acidez executou-se o procedimento da norma EN ISO 660:2009 [42], referido no anexo B.4.

4.1.6. Acidez livre

A acidez livre indica o grau de alteração de um óleo ou gordura, tratando-se, portanto, de um indicador de qualidade. Usualmente, este indicador é responsável por alterar a cor da matéria-prima, em resultado da oxidação dos ácidos gordos [13].

Segundo a norma NP 200:1988 [43], a acidez livre corresponde à acidez determinada nas condições experimentais, na presença de fenolftaleína, e expressa-se em % ácido oleico. O processo de determinação baseia-se na titulação de uma solução alcoólica de óleo ou gordura com uma solução aquosa de hidróxido de sódio de concentração rigorosa, utilizando fenolftaleína como indicador. O procedimento adotado nesta determinação, feita em duplicado, encontra-se descrito no anexo B.5.

4.1.7. Índice de saponificação

O índice de saponificação é definido como a massa de hidróxido de potássio necessária para saponificar um grama de gordura ou óleo nas condições especificadas, e expressa-se em $\text{mg}_{\text{KOH}}/\text{g}_{\text{amostra}}$ [44]. Este parâmetro permite aferir o peso molecular médio de um óleo ou gordura, uma vez que é inversamente proporcional ao peso molecular dos ácidos gordos constituintes dos triglicerídeos. Quer isto dizer que, ácidos gordos com maior peso molecular possuem menor índice de saponificação, sendo o consumo de hidróxido de potássio menor [45].

O princípio do método consiste na saponificação a quente da amostra numa solução alcoólica de hidróxido de potássio 0,5 mol/L, em excesso, seguida de uma titulação com ácido clorídrico da mesma concentração. O procedimento adotado nesta determinação, feita em duplicado, foi o da norma NP 940:1985 [44], cuja descrição se encontra no anexo B.6.

4.1.8. Índice de peróxidos

O índice de peróxidos mede o estado de oxidação de óleos e gorduras, constituindo um parâmetro indicador da degradação oxidativa. Durante a oxidação dos ácidos gordos insaturados, formam-se peróxidos e hidroperóxidos. Estes, através de reações paralelas, produzem compostos como aldeídos e cetonas, os quais são responsáveis pelo odor e ranço do produto [46].

Deste modo, entende-se por índice de peróxidos a quantidade de oxigénio ativo, expressa em miliequivalentes, meq, presente em um quilograma de produto [47]. A sua determinação resume-se na oxidação do iodeto de potássio a iodo, em meio acético, pelo

oxigênio ativo contido na toma de ensaio. E, posterior titulação do iodo formado por uma solução de tiosulfato de sódio, servindo como indicador o cozimento de amido. O procedimento deste parâmetro determinado em duplicado, com base na norma NP 904:1987 [47], encontra-se no anexo B.7.

4.1.9. Índice de iodo

O índice de iodo mede o grau de insaturação de um óleo ou gordura e é definido como a massa de halogênio (iodo) absorvida pela toma de amostra pesada e, exprime-se em $m_{\text{iodo}} \text{ em g}/100 \text{ g}_{\text{amostra}}$ [48]. Quanto maior a insaturação de um óleo ou gordura, maior o índice de iodo e, consequentemente, maior a sua oxidação [49]. Este parâmetro pode ser influenciado por produtos de degradação térmica e eventuais impurezas presentes no produto.

A determinação do índice de iodo decorre de uma reação de halogenação do óleo ou gordura dissolvido em solvente adequado, com excesso de monocloreto de iodo, na ausência de luz e, subsequente titulação do iodo libertado com uma solução de tiosulfato de sódio, após incorporação do iodeto de potássio e água. O procedimento efetuado para a análise do índice de iodo foi o da norma ISO 3961:2018 [48], explicado no anexo B.8.

4.2. Controlo de Qualidade do hidróxido de sódio

4.2.1. Massa volúmica

A massa volúmica é uma grandeza que pode ser usada para determinar a concentração de uma dada substância, e expressa-se em g/cm^3 . Esta pode ser obtida com base no método gravimétrico, utilizando-se um picnómetro de volume conhecido, que se enche com a respetiva substância, determinando-se a massa contida no seu interior, por pesagem. O procedimento adotado na avaliação deste parâmetro encontra-se descrito no anexo C.1, assim como a equação usada para determinação do teor de hidróxido de sódio, a 20°C.

4.3. Controlo de Qualidade de fragâncias

4.3.1. Testes organoléticos

Os testes organoléticos em fragâncias são realizados por comparação com amostras padrão. Estes têm como objetivo detetar possíveis alterações da matéria-prima através da análise da cor, do odor e do aspeto. A fim de evitar alterações das suas características organoléticas, as amostras padrão devem ser armazenadas em local fresco e seco.

4.4. Controlo de Qualidade do produto acabado

4.4.1. Testes organoléticos

Os testes organoléticos são determinantes para aceitação de um produto por parte do consumidor. Para a execução deste parâmetro, avaliaram-se como característico ou não característico do produto designado, os seguintes atributos: aspeto, cor e odor, guardando-se uma amostra de retenção de cada lote para posterior análise, se necessário.

4.4.2. Peso nominal

O controlo do peso nominal tem uma importância acrescida para o consumidor, dado que revela que os valores medidos foram monitorizados e estão de encontro com o peso especificado na embalagem.

A fim de verificar se o PA possui o peso nominal referido no rótulo da embalagem mede-se o seu peso, em duplicado, por pesagem numa balança com precisão de 0,01 g e calcula-se o peso médio, expresso em g.

4.4.3. Alcalinidade livre cáustica

A alcalinidade livre cáustica traduz a abrasividade de qualquer sabão e define-se como o teor de hidróxido de sódio livre [50]. Este parâmetro afere o excesso de iões hidróxido que não reagiu no decorrer da saponificação e, expressa-se em % NaOH livre.

O método empregue nesta análise consiste numa volumetria de neutralização, na qual o sabão ou sabonete é dissolvido em etanol e titulado com uma solução etanólica de ácido clorídrico de concentração rigorosa (aproximadamente 0,1000 mol/L). Uma desvantagem deste método tem a ver com a solubilização da toma de amostra, uma vez que a matéria gorda neutra não saponificada presente nesta pode ser saponificada pela alcalinidade livre existente.

Existem valores limites estabelecidos para a alcalinidade livre cáustica de sabões e sabonetes, de modo a assegurar a segurança e a saúde do consumidor. Para a determinação da alcalinidade livre cáustica seguiu-se o procedimento da norma NP 465:1986 [50], indicado no anexo D.1.

4.4.4. Teor de humidade

A medição do teor de humidade é um dos parâmetros importantes para garantir a estabilidade do PA ao longo do tempo. Este parâmetro foi obtido analogamente aos óleos e gorduras, por um método termogravimétrico, e exprime-se em %.

4.4.5. Massa volúmica

A massa volúmica é uma propriedade física característica de um produto, exprimida em g/cm^3 . Esta pode ser determinada utilizando o método do deslocamento, um método indireto, que relaciona a massa da amostra com o seu volume. A massa é obtida por pesagem, e o volume pela diferença entre o volume final e inicial resultantes da adição de uma massa de amostra, ou seja, pelo volume de líquido deslocado pelo sólido [51]. Trata-se de um método não normalizado, pelo que o procedimento experimental foi estabelecido pela empresa, encontrando-se no anexo D.2.

4.4.6. pH

O pH foi determinado pelo método potenciométrico, que consiste na determinação da atividade dos iões H^+ por potenciometria direta, recorrendo a um eletrodo combinado de vidro [52]. Nesta determinação é medida a diferença de potencial entre dois eletrodos imergidos na solução de amostra, um deles com potencial fixo (eletrodo de referência) e o outro com potencial em função do pH da solução. Antes de se efetuar esta medição, é necessário calibrar o medidor de pH com as soluções tampão de pH 10 e pH 7.

No presente caso, utilizou-se um medidor de pH da *Hanna Instruments 8417*, com escala calibrada em unidades de pH. O procedimento adotado foi o da norma EN 1262:2003, referido no anexo D.3 [52].

Capítulo 5. Resultados e discussão

Tendo como objetivo verificar a contribuição do mapeamento do processo de CQ (figura 3.1) como apoio ao sistema de Gestão, desenvolveram-se várias etapas do mesmo. Dado a extensão de dados obtidos optou-se por apresentar como exemplo o CQ relativo a uma OF de um sabão, sabão *Offenbach* rosa 5×100 g (lote: L2209498), e de um sabonete, sabonete de coco 125 g (lote: L2207677). De notar que, a maioria das metodologias adotadas são NP/ISO e todos os equipamentos utilizados no laboratório interno da empresa, bem como na linha de produção, são calibrados e verificados por entidades acreditadas pelo IPQ (Instituto Português da Qualidade), de acordo com o plano de calibração de equipamentos de medição e monitorização. Em todo o caso, sugere-se ainda recorrer pontualmente a um laboratório externo para comparação e validação dos resultados e métodos.

Neste capítulo, será ainda apresentado uma segunda análise externa a uma matéria-prima, nomeadamente ao perfume Chipre, cuja data de validade tinha expirado.

5.1. Ordem de fabrico do sabão *Offenbach*

A produção de sabão *Offenbach* envolve a medição e mistura, pela ordem e na proporção indicada, das MP descritas na tabela 5.1. É importante realçar que, além destas são também incorporados restos de sabão/sabonete resultantes de produções anteriores. Todos os lotes de MP são acompanhados de CA do fornecedor, que garantem a qualidade do produto.

Tabela 5.1- Constituição do sabão *Offenbach*.

Matéria-prima	Proporção % (m/m)
Óleos/gorduras	50-60
Hidróxido de sódio 50 %	15-20
Água	20-30
Silicato de sódio	6-10
Talco	6-10
Hidrossulfito de sódio	< 1,0

Pela análise da tabela 5.1, constata-se que os óleos/gorduras representam cerca de 50 a 60 % (m/m) da sua composição. Tendo em consideração o alto custo destas MP e a sua importância na qualidade do produto final é fundamental garantir o padrão de qualidade previamente definido para cada uma delas. A qualidade dos óleos/gorduras rececionados é também à posteriori refletida através do respetivo rendimento de produção.

Para a obtenção de um PA de qualidade é necessário assegurar uma saponificação uniforme. Para que tal ocorra, além do CQ rigoroso dos óleos/gorduras e das respetivas

dosagens dos diferentes constituintes, é também fundamental garantir a concentração da base utilizada. Na fabricação de sabão em barra, a base usada é o hidróxido de sódio 50 %, cuja proporção varia entre 15 e 20 % (m/m). Como forma de verificar se a concentração desta se encontra dentro das especificações foi analisado a massa volúmica.

Foram ainda realizadas periodicamente análises ao cloro livre à água de captação, uma vez que o cloro permite eliminar microrganismos presentes na água, que representa cerca de 20 a 30 % da composição do produto final.

O silicato de sódio e o talco funcionam como cargas, constituindo 6 a 10 % cada da formulação do sabão. Como a adição de silicato é feita após a saponificação completa dos óleos, este terá uma influência reduzida na reação de saponificação, pelo que não foram realizadas análises a esta matéria-prima. Também no caso do talco, não foram feitas análises a este constituinte, tendo-se em ambos os casos apenas analisado e validado o CA do fornecedor.

Por último, o hidrossulfito de sódio é adicionado na constituição do sabão com o objetivo de reduzir a possibilidade de oxidação. Dado a sua baixa incorporação no produto, menor do que 1,0 % (m/m), não foram realizadas análises a esta matéria-prima.

Por conseguinte, serão evidenciados os resultados obtidos das análises às MP: óleos/gorduras, hidróxido de sódio 50 % e água.

Tendo como objetivo auxiliar a produção no correto funcionamento da obtenção de sabão e sabonete, serão também apresentados o controlo em processo e o CQ do PA. No que se refere à receção e validação dos ME apenas foi avaliado pela logística a quantidade rececionada e o estado geral da mercadoria, pelo que não serão apresentados resultados desta atividade.

5.1.1. Controlo de Qualidade dos óleos/gorduras

De um modo geral, o sabão pode ser produzido a partir de dois tipos de mistura: sebo e óleo de palma ou sebo e ácidos gordos de palma destilados (PFAD). Por si só a primeira mistura produz um sabão mais mole, pelo que é necessário diminuir a quantidade de água e carga adicionada na sua formulação. Em contrapartida a adição de PFAD, devido à sua dureza característica, produz um sabão duro, que penetra menos nas fibras dos tecidos e se desfaz com as utilizações. Empiricamente, a junção de sebo e PFAD conduz a um sabão com as características desejadas.

Na tabela 5.2 são apresentados os resultados obtidos a uma análise ao sebo bruto e ao PFAD. Note-se que, dado que o sebo bruto se trata de uma gordura animal fundida, a gama de valores dos parâmetros de qualidade analisados é mais ampla do que o PFAD.

Tabela 5.2- Resultados obtidos e especificações técnicas para a análise de cada parâmetro do sebo bruto e do PFAD.

	Parâmetro	Resultado	Especificação
Controlo de Qualidade do sebo bruto	Cor	Castanho-claro	Amarelo – castanho
	Odor, aparência	Caraterístico	Caraterístico
	Teor de humidade (%)	0,80	$\leq 5,0$
	Teor de impurezas insolúveis (%)	0,39	$\leq 2,0$
	Teor de insaponificável (% (m/m))	0,70	$\leq 2,0$
	Índice de acidez ($\text{mg}_{\text{NaOH}}/\text{g}_{\text{amostra}}$)	5,8	4,0-15
	Acidez livre (% ácido oleico)	4,0	≤ 10
	Índice de saponificação ($\text{mg}_{\text{KOH}}/\text{g}_{\text{amostra}}$)	201	190-202
	Índice de peróxidos ($\text{meq}/1000 \text{ g}_{\text{amostra}}$)	0,74	≤ 10
	Índice de iodo ($\text{g}_{\text{iodo}}/100 \text{ g}_{\text{amostra}}$)	47	40-53
Controlo de Qualidade do PFAD	Cor	Branco-amarelado	Branco-amarelado
	Odor, aparência	Caraterístico	Caraterístico
	Teor de humidade (%)	0,20	$\leq 2,0$
	Teor de impurezas insolúveis (%)	0,51	$\leq 2,0$
	Teor de insaponificável (% (m/m))	1,4	$\leq 2,0$
	Índice de acidez ($\text{mg}_{\text{NaOH}}/\text{g}_{\text{amostra}}$)	87	≥ 75
	Acidez livre (% ácido oleico)	126	≤ 140
	Índice de saponificação ($\text{mg}_{\text{KOH}}/\text{g}_{\text{amostra}}$)	212	200-230
	Índice de peróxidos ($\text{meq}/1000 \text{ g}_{\text{amostra}}$)	0,83	$\leq 1,0$
	Índice de iodo ($\text{g}_{\text{iodo}}/100 \text{ g}_{\text{amostra}}$)	31	30-50

Através da avaliação da cor, do odor e da aparência é possível detetar eventuais contaminações e degradações do produto, relacionadas com as condições de armazenamento do mesmo ou até com o seu processamento. No presente caso, tal não se evidenciou, classificando-se a cor do sebo bruto e do PFAD como castanho-claro e branco-amarelado, respetivamente. O mesmo se comprovou pelo odor e aparência, os quais foram classificados como característico do produto designado. A cor e o odor do lote de MP empregues no sabão têm influência no aspeto do lote de PA. Deste modo, quanto mais claro for o lote, menor a

tonalidade do produto final. Por sua vez, quanto mais leve for o seu odor, menor a probabilidade de este ser notado no PA. Na formulação do sabão *Offenbach* não é adicionado qualquer perfume para mascarar o odor das MP de origem, no entanto a adição de hidróxido de sódio atenua o mesmo, pois sendo este corrosivo destrói os compostos odoríferos. Também a temperatura de adição (90 °C) contribuem para a eliminação do odor. No sabão Super, uma vez que as gorduras são branqueadas e desodorizadas, os compostos odoríferos dos óleos/gorduras foram previamente removidos.

Do ponto de vista económico, o teor de humidade, o teor de impurezas insolúveis e o teor de insaponificável, devem ser o menor possível, de forma a obter um maior rendimento de produção de sabão, encontrando-se todos os valores abaixo do limite máximo estipulado de 5,0 %, 2,0 % e 2,0 % (m/m), respetivamente. Já o PFAD apresentou um teor de humidade de 0,20 % e um teor de impurezas insolúveis de 0,51 %, ambos inferiores ao respetivo limite máximo (2,0 %). O teor de insaponificável obtido para o PFAD foi de 1,4 % (m/m), inferior ao valor máximo admissível de 2,0 % (m/m).

O índice de acidez quantifica os ácidos gordos livres, variando consoante o tipo de produto. No caso do sebo bruto, uma vez que se trata de uma gordura animal de grau técnico, o índice de acidez deve estar compreendido entre 4,0 e 15 mg_{NaOH}/g_{amostra}. Quanto maior o seu valor menor a qualidade da gordura e, consequentemente, menor o índice de saponificação. O valor obtido foi de 5,8 mg_{NaOH}/g_{amostra}, encontrando-se dentro da gama estabelecida, o que demonstra que não ocorreu alteração da gordura. No que diz respeito ao PFAD, o índice de acidez deve ser superior a 75g_{NaOH}/g_{amostra}, dado que se trata de um ácido gordo, o que se comprova, visto que se obteve o valor de 87 mg_{NaOH}/g_{amostra}. Como os ácidos gordos livres são neutralizados e convertidos em sabão, este parâmetro é meramente indicativo do estado de deterioração do produto. Apesar disso, o seu valor deve ser tido em conta, face o preço atual das MP e os gastos adicionais em hidróxido de sódio, para neutralizar os ácidos gordos livres e saponificar as gorduras.

Ao contrário dos triglicerídeos que originam sabão e glicerina, os ácidos gordos livres formam sabão e água. Para que o teor de humidade do PA esteja dentro das respetivas especificações técnicas é necessário diminuir a quantidade de água incorporada no fabrico. No que se refere à acidez livre do sebo bruto, esta tomou o valor de 4,0 % de ácido oleico, estando abaixo do limite máximo de 10 % de ácido oleico. A respeito do PFAD, a acidez livre assumiu o valor de 126 % de ácido oleico, inferior ao valor máximo admissível de 140 % de ácido oleico.

Cada tipo de óleo/gordura tem um índice de saponificação característico. Assim sendo, o índice de saponificação do sebo deve tomar o valor entre 190 e 202 mg_{KOH}/g_{amostra} e do PFAD

entre 200 e 230 mg_{KOH}/g_{amostra}. Os valores obtidos para o sebo e PFAD foram 201 mg_{KOH}/g_{amostra} e 212 mg_{KOH}/g_{amostra}, respetivamente, estando de acordo com a gama correspondente. Para a determinação deste parâmetro é necessário secar a amostra, de forma a eliminar a sua humidade, visto que quanto maior o teor de humidade menor o índice de saponificação.

A partir do índice de peróxidos e do índice de iodo é possível avaliar se o produto está deteriorado. Quanto maior os seus valores, maior a probabilidade de a gordura rançar, ou seja, de ocorrer a oxidação ou hidrólise dos triglicerídeos, e do PA não corresponder à qualidade requerida. Analisando o índice de peróxidos do sebo, igual a 0,74 meq/1000 g_{amostra}, verificou-se que é inferior ao valor limite de 10 meq/1000 g_{amostra}. Em relação ao índice de iodo, o valor obtido foi de 47 g_{iodo}/100 g_{amostra}, estando compreendido entre a gama definida de 40 a 53 g_{iodo}/100 g_{amostra}. O mesmo se verifica no PFAD, cujo índice de peróxidos foi de 0.83 meq/1000 g_{amostra}, inferior ao valor limite de 1 meq/1000 g_{amostra}, e o índice de iodo de 31 g_{iodo}/100 g_{amostra}, encontrando-se dentro da gama estabelecida de 30 a 50 g_{iodo}/100 g_{amostra}. Desta forma, segundo estes dois parâmetros é possível aferir a qualidade do sebo bruto e do PFAD.

Em suma, comparando os resultados obtidos em cada análise, quer para o sebo bruto como para o PFAD, com as respetivas especificações técnicas, conclui-se que ambos os lotes refletem o padrão de qualidade exigido. Quer isto dizer que, os produtos sebo bruto e PFAD foram validados, podendo ser incorporados no fabrico do sabão *Offenbach*.

5.1.2. Controlo de Qualidade do hidróxido de sódio 50 %

O hidróxido de sódio apresentava um teor de ferro residual de 0,800 ppm, o que contribui para a estabilidade da cor do produto final. O CQ desta matéria-prima encontra-se na tabela 5.3.

Tabela 5.3- Resultados obtidos e especificações técnicas para a análise do hidróxido de sódio.

Parâmetro	Resultado	Especificação
Massa volúmica (g/cm ³)	1,524	1,510-1,530
Concentração (%)	49,10	48,50-51,00

De acordo com a especificação técnica, de massa volúmica do hidróxido de sódio e concentração, confirmou-se que este podia ser utilizado no fabrico do sabão *Offenbach*, pois satisfazia os requisitos exigidos.

5.1.3. Controlo de Qualidade da água do processo

De forma a avaliar a qualidade da água do furo utilizada no processo de fabricação do sabão, bem como o desempenho do CQ de água automático, representado na figura 5.1, efetuaram-se análises recorrentes ao cloro livre. Para o efeito, recorreu-se ao equipamento *Scuba II Eletronic Pooltester*. O ponto de recolha da amostra encontra-se assinalado por uma seta a azul na figura 5.1.



Figura 5.1- Controlo de Qualidade de água automático.

Na tabela 5.4 é apresentada a concentração de cloro livre aquando da produção do lote L2209498 de sabão *Offenbach*.

Tabela 5.4- Cloro livre e especificação técnica para a água usada na produção do sabão *Offenbach*.

Parâmetro	Resultado	Especificação
Cloro livre (ppm)	0,7	0,5-0,9

A concentração de cloro livre presente na água encontrava-se de acordo com a gama de valores aceitável, de 0,5 a 0,9 ppm, e com um erro relativo de 2,9 % em relação à concentração registada no painel do controlador, de 0,68 ppm (figura 5.1). Na sequência da análise destes valores, pode-se concluir acerca da eficiência do CQ de água automático.

5.1.4. Controlo em processo

Tendo como finalidade garantir a conformidade do conteúdo efetivo do sabão *Offenbach*, cujo tamanho de lote é de 494 caixas, com o conteúdo nominal expresso na embalagem, registaram-se a massa de 10 conjuntos de 5 sabões. Os valores medidos resultantes desta verificação estão indicados na tabela 1 do anexo E. Na tabela 5.5 são apresentados os resultados da análise do controlo metrológico do produto em questão.

Tabela 5.5- Controlo metrológico do sabão Offenbach.

Dados do processo	
Quantidade nominal (Qn) (g)	500
Erro admissível por defeito (EAD) (g)	15
TL1 (Qn-EAD) (g)	485
TL2 (Qn-2×EAD) (g)	470
Resultados estatísticos	
Média do conteúdo efetivo ± Desvio-padrão (g)	502 ± 0,8
Número de amostras < TL1	0
Número de amostras < TL2	0

Para que o lote seja aceite deve satisfazer os critérios de aceitação da média dos conteúdos efetivos e do conteúdo efetivo de cada pré-embalagem, referidos na tabela 5.6.

Tabela 5.6- Plano de inspeção de controlo metrológico do sabão Offenbach [53].

Dimensão		Critérios média		Conteúdo efetivo	
Lote	Amostra			Aceitação	Rejeição
100-500	50	Aceitação	Rejeição	3	4
		$\bar{m} \geq Qn - 0,379 \times s$	$\bar{m} < Qn - 0,379 \times s$		

Notas:

$\bar{m}$: massa média e Qn: quantidade nominal

Observando a tabela 5.5, a média do conteúdo efetivo dos pré-embalados foi de 502 g, superior ao limite mínimo admissível, de 500 g ($Qn - 0,379 \times s$), pelo que de acordo com este parâmetro o lote foi aceite. O desvio padrão obtido foi de 0,8 g, estando de acordo com os requisitos técnicos aplicáveis, uma vez que este é inferior a 1/5 do EAD, ou seja a 3 g. No que respeita ao conteúdo efetivo dos pré-embalados não foi detetada nenhuma amostra com peso inferior a TL1, pelo que o lote foi aceite. A partir dos resultados obtidos, constata-se que o lote satisfaz o regulamento de controlo metrológico dos pré-embalados.

Relativamente ao aspeto global do produto nú, da embalagem, do lote, do acondicionamento e da caixa, todos estes parâmetros foram avaliados como conforme.

Não foram identificadas quaisquer irregularidades durante o acompanhamento das linhas de produção, o que demonstra a eficácia do controlo interno implementado.

5.1.5. Controlo de Qualidade do produto acabado

Terminado o processo de fabrico do Sabão *Offenbach* rosa 5×100 g (lote: L2209498), procedeu-se ao CQ do mesmo. Os resultados das análises efetuadas a este produto encontram-se presentes na tabela 5.7.

Tabela 5.7- Resultados obtidos e especificações técnicas para a análise de cada parâmetro do sabão *Offenbach*.

Parâmetro	Resultado	Especificação
Aspeto	Caraterístico	Sólido quadrado
Cor		Marmoreado rosa
Odor		Caraterístico
Peso nominal (g)	503,01	485-515
Alcalinidade livre cáustica (% NaOH livre)	0,8	≤ 1,0
Teor de humidade (%)	26,4	≤ 44,0
Massa volúmica (g/cm ³)	1,13	1,06-1,15
pH	12,5	11,0-13,0

Inicialmente foi realizada uma análise organolética ao sabão *Offenbach*, classificando-se como característico do produto nominado o aspeto, a cor e o odor. Relativamente ao peso nominal, o valor medido foi de 503,01 g, estando de acordo com o critério de aceitação, de 485 a 515 g.

Segundo a norma NP 161:1983, o sabão *Offenbach* à saída do fabrico deve conter, no máximo, uma alcalinidade livre cáustica de 1,0 % de NaOH livre e uma humidade de 44,0%. Averiguando os valores de alcalinidade livre cáustica e do teor de humidade obtidos para o sabão, de 0,8 % NaOH e 26,4 %, respetivamente, verifica-se que ambos estão abaixo do limite máximo recomendado.

Porém, comparando o valor da alcalinidade livre cáustica do PA com o valor obtido no buffer (0,6 % de NaOH livre), conclui-se que o lote não foi uniformemente agitado. Em consequência disso, o talco e a soda depositaram no fundo do buffer e o arranque do processo originou um sabão denso (com uma massa volúmica de 1,13 g/cm³), e com uma maior alcalinidade, comparativamente à registada durante o fabrico. Em relação ao pH do PA, este apresentou o valor de 12,5, estando compreendido na gama de pH de sabão *Offenbach*, de 12 a 13.

Por fim, atendendo aos resultados das análises, estes estão em conformidade com as respetivas especificações técnicas, o que significa que o produto sabão *Offenbach* rosa 5×100 g (lote: L2209498) está validado, podendo então ser disponibilizado para venda.

5.2. Ordem de fabrico do sabonete de coco

A formulação do sabonete de coco, tal como o sabão, inclui a pesagem e mistura no reator, pela ordem e na proporção especificada, das MP mencionadas na tabela 5.8. Neste processo, verifica-se o reaproveitamento de restos de sabonetes (aparas de coco), resultantes dos desperdícios ao longo do processo produtivo e da produção de não conformes.

Tabela 5.8- Constituição do sabonete de coco.

Matéria-prima	Proporção % (m/m)
Óleo de coco refinado	65-70
Soda cáustica 36°Be	30-35
Ácido etidróico	< 0,1
Perfume de coco	< 1

A natureza das MP, nomeadamente dos óleos, afetam as características do PA. Sendo o sabonete um produto de higiene pessoal, destinado à limpeza da pele, é composto por MP de qualidade superior ao sabão, um produto de detergência. Observando a tabela 5.8, tal se comprova, visto que não são adicionadas cargas na sua formulação e a matéria gorda empregue é o óleo de coco refinado. Este constitui cerca de 65 a 70 % da composição do sabonete, pelo que o seu CQ é de extrema importância para a obtenção de um PA de qualidade. Além disso, tendo em conta o custo acrescido desta matéria-prima é essencial garantir que o que se está a comprar é efetivamente o negociado no momento de compra.

Analogamente ao sabão, o sabonete resulta de uma reação de saponificação, sendo a base utilizada a soda cáustica, cuja proporção varia entre 30 e 35 % (m/m). Tendo em conta o peso desta matéria-prima, à chegada é controlado a massa volúmica. Uma vez que a soda cáustica empregue na formulação do sabonete é a mesma do sabão (hidróxido de sódio 50 %), não será apresentado o CQ desta matéria-prima. No entanto, esta é sujeita a uma diluição em água, de modo a obter a massa volúmica desejada, de aproximadamente 36 °Be.

O ácido etidróico é um agente quelante utilizado para complexar determinados iões metálicos presentes na água, como o cálcio e o magnésio, os quais são responsáveis pela diminuição da formação de espuma do sabonete. Não foi feito o CQ desta matéria-prima, pois este constituinte encontra-se em baixa quantidade na composição do sabonete, ≤ 1 % em peso.

Na formulação do sabonete é ainda adicionado perfume de coco, numa percentagem inferior a 1 % (m/m), tendo-se avaliado a cor e o odor.

De seguida, serão expressos os resultados das análises efetuadas às MP (óleo de coco refinado e perfume), bem como o respetivo controlo em processo e o CQ do PA.

5.2.1. Controlo de Qualidade do óleo de coco refinado

O óleo de coco é um óleo vegetal muito utilizado no fabrico de sabonetes devido às suas propriedades físico-químicas e resistência à oxidação. Dado se tratar de uma matéria-prima de grau alimentar, esta é sujeita a um conjunto de critérios mais apertados, comparativamente às gorduras usadas na produção do sabão. Na tabela 5.9 encontra-se evidenciado os resultados obtidos decorrentes do CQ desta matéria-prima.

Tabela 5.9- Resultados obtidos e especificações técnicas para a análise de cada parâmetro do óleo de coco refinado.

	Parâmetro	Resultado	Especificação
Controlo de Qualidade do óleo de coco refinado	Cor	Branco	Branco
	Odor, aparência	Caraterístico	Caraterístico
	Teor de humidade (%)	0,58	$\leq 1,0$
	Teor de impurezas insolúveis (%)	0,049	$\leq 0,10$
	Teor de insaponificável (% (m/m))	0,42	$\leq 0,50$
	Índice de acidez ($\text{mg}_{\text{NaOH}}/\text{g}_{\text{amostra}}$)	0,12	$\leq 0,20$
	Acidez livre (% ácido oleico)	0,29	$\leq 0,50$
	Índice de saponificação ($\text{mg}_{\text{KOH}}/\text{g}_{\text{amostra}}$)	251	248-265
	Índice de peróxidos ($\text{meq}/1000 \text{ g}_{\text{amostra}}$)	0,64	$\leq 1,0$
	Índice de iodo ($\text{g}_{\text{iodo}}/100 \text{ g}_{\text{amostra}}$)	9,4	6,3-11

Dependendo da temperatura ambiente, o óleo de coco pode apresentar-se no estado líquido ou semi-sólido. Este possui um aspeto untoso de cor esbranquiçada e odor neutro, uma vez que se trata de um óleo refinado e desodorizado. Deste modo, partindo de uma análise organolética ao óleo de coco classificou-se a cor como branco e o odor e a aparência como característico do produto designado. Devido ao seu odor neutro, o perfume de coco é facilmente incorporado na mistura, conferindo ao produto final um odor pronunciado a coco.

A fim de preservar as suas características, durante o processo de refinação do óleo de coco são removidos previamente o teor de humidade e as impurezas insolúveis, pelo que o valor destes parâmetros deve ser o menor possível e, consequentemente, o teor de insaponificável. Analisando o teor de humidade, de 0,58 %, o teor de impurezas insolúveis, de 0,049 %, e o teor de insaponificável, de 0,42 % (m/m), todos os valores estão abaixo do limite máximo admissível de 1,0 %, 0,10 % e 0,50 % (m/m), respetivamente.

Relativamente ao índice de acidez, o valor obtido foi de 0,12 mg_{NaOH}/g_{amostra}, inferior ao valor máximo estipulado, de 0,2 mg_{NaOH}/g_{amostra}, o que demonstra que não ocorreu hidrólise do óleo durante o seu armazenamento. Quanto à acidez livre, esta assumiu o valor 0,29 % ácido oleico, inferior à especificação de 0,5 % ácido oleico.

O índice de saponificação tomou o valor de 251 mg_{KOH}/g_{amostra}, estando dentro da gama correspondente, de 248 a 265 mg_{KOH}/g_{amostra}, que varia em função da região de cultivo.

No que concerne ao índice de peróxidos, a sua presença não é desejável em óleos, pois indica a sua degradação oxidativa. No caso do óleo de coco, o valor máximo admissível para este parâmetro é de 1,0 meq/1000 g_{amostra}. O resultado obtido foi de 0,64 meq/1000 g_{amostra}, estando de acordo com a especificação exigida, inferior a 1,0 meq/1000 g_{amostra}, e com a análise organolética efetuada, pois esta não revelou alterações da matéria-prima. O mesmo se pode aferir através do índice de iodo, cujo valor obtido foi de 9,4 g_{iodo}/100 g_{amostra}, estando dentro da gama correspondente, de 6,3 a 11 g_{iodo}/100 g_{amostra}.

Com base nos resultados obtidos da análise do óleo de coco, conclui-se que o lote cumpre com os critérios de qualidade exigidos pelo Departamento de CQ, o que significa que o produto está validado, encontrando-se apto a ser usado na produção do sabonete de coco.

5.2.2. Controlo de Qualidade do perfume de coco

Para a avaliação da conformidade do perfume de coco foi realizada uma análise organolética ao mesmo, por comparação de uma amostra do lote rececionado com a amostra de referência do produto (figura 5.2).



Figura 5.2- Análise organolética ao perfume de coco.

Observando a figura 5.2, verifica-se que a amostra em estudo apresenta as mesmas características macroscópicas da amostra de referência, nomeadamente no que se refere ao aspeto (líquido) e à cor (laranja). Relativamente ao odor, este é semelhante ao odor característico do perfume de coco. Dado que não detetaram quaisquer alterações das

propriedades organoléticas do perfume de coco, o lote desta matéria-prima está aprovado, podendo ser incorporado no processo de fabrico do sabonete de coco.

5.2.3. Controlo em processo

De modo análogo ao sabão *Offenbach*, foi feito o controlo metrológico do sabonete de coco. Tendo em conta o tamanho do lote, igual a 320 packs (de 12 sabonetes), registaram-se a massa de 50 amostras, como demonstrado na tabela 2 do anexo E. Na tabela 5.10 encontram-se apresentados os resultados da análise do controlo metrológico do produto em questão. De salientar que, os critérios de aceitação/rejeição do lote são os mesmos que os aplicáveis ao sabão *Offenbach*.

Tabela 5.10- Controlo metrológico do sabonete de coco.

Dados do processo	
Quantidade nominal (Qn) (g)	125
Erro admissível por defeito (EAD) (g)	3,75
TL1 (Qn-EAD) (g)	121
TL2 (Qn-2×EAD) (g)	118
Resultados estatísticos	
Média do conteúdo efetivo (g)	127
Desvio-padrão (g)	0,7
Número de amostras < TL1	0
Número de amostras < TL2	0

A partir dos resultados da tabela 5.10 é possível constatar a conformidade do lote com o critério da média, uma vez que o peso médio obtido dos pré-embalados foi de 127 g, estando acima do valor mínimo admissível, de 124 g ($Qn - 0,379 \times s$). Também o desvio padrão obtido, de 0,7 g, encontra-se dentro das especificações, pois o seu valor é menor do que 1/5 do EAD (0,8 g). Nenhuma pré-embalagem apresentou um peso abaixo de TL1, o que indica que o lote satisfaz o critério do conteúdo efetivo. Tendo em conta o resultado destas duas verificações, o lote foi aceite.

Não se evidenciaram defeitos no que toca ao aspeto global do produto sem embalagem, da embalagem, do lote, do acondicionamento e da caixa, tendo por essa razão sido avaliados como o estado conforme.

Através destes dois pontos de controlo, pode-se concluir que o lote cumpre as especificações exigidas.

5.2.4. Controlo de Qualidade do sabonete de coco

Relativamente ao PA, sabonete de coco 125 g (lote: L2207677), foram analisados os parâmetros especificados na tabela 5.11.

Tabela 5.11- Resultados obtidos e especificações técnicas para a análise de cada parâmetro do sabonete de coco.

Parâmetro	Resultado	Especificação
Aspeto	Caraterístico	Sólido retangular
Cor		Bege
Odor		Caraterístico
Peso nominal (g)	127,32	125-129
Alcalinidade livre cáustica (% NaOH livre)	n.d.	$\leq 0,1$
Teor de humidade (%)	24,1	22,0-27,0
Massa volúmica (g/cm ³)	1,02	0,95-1,05
pH	9,5	9,0-11

Nota:

n.d.: Não detetado

Considerando as características organoléticas do sabonete de coco, nomeadamente o aspeto, a cor e o odor, estas estão de acordo com os requisitos de qualidade definidos, pelo que foram avaliadas como característico do produto nominado. A respeito do peso nominal, o valor medido foi de 127,32 g, estando em conformidade com a marcação da Qn presente na embalagem, de 125 g.

A alcalinidade livre cáustica de sabonetes sólidos deve ser o menor possível, de forma a estes podem ser utilizados em contacto com a pele. No caso do sabonete de coco, o valor máximo admissível é de 0,1 % NaOH livre. Na determinação deste parâmetro, aquando da adição do indicador, fenolftaleína, não se verificou a alteração da coloração da solução (para cor rosa), o que significa que o sabonete produzido tem alcalinidade nula. Quanto ao teor de humidade, este deve estar compreendido entre 22,0 e 27,0 %, o que confirma, visto que se obteve o valor de 24,1 %.

A massa volúmica é um parâmetro relevante no CQ dos sabonetes, já que valores fora dos limites especificados podem nos dar a informação de potenciais erros ocorridos durante o seu fabrico. Assim, valores abaixo do limite mínimo especificado podem indicar contaminações das MP ou incorporação inadvertidamente de ar no produto, o que pode ocasionar o ranço do mesmo. Por sua vez, valores acima do limite máximo discriminado podem sugerir alterações na composição dos sabonete, como a presença de algum constituinte que não faça parte da sua

formulação. O valor obtido para este parâmetro foi de $1,02 \text{ g/cm}^3$, encontrando-se dentro dos limites especificados, de $0,95 \text{ g/cm}^3$ e $1,05 \text{ g/cm}^3$.

Tal como o sabão *Offenbach*, o sabonete de coco é alcalino, no entanto a gama de pH imposta para este parâmetro é menor, entre 9,0 e 10, devido à alcalinidade quase nula associada a este tipo de produtos (de higiene). A partir da análise do valor obtido, de 9,5, constata-se que o produto está dentro das especificações.

Segundo estes parâmetros, o sabonete de coco cumpre com o padrão de qualidade exigido, pelo que o lote L2207677 está validado, podendo então ser comercializado.

Capítulo 6. Conclusões e Sugestões para Trabalho Futuro

O objetivo desta dissertação foi a implementação de métodos de análise para o CQ de sabões e sabonetes, desde as MP, ME, produtos resultantes das diversas etapas produtivas aos produtos acabados. Outro objetivo foi a realização de análises diárias a estes pontos de controlo, de forma a auxiliar a produção na obtenção de produtos acabados com a qualidade associada à marca Confiança.

Durante o período de estágio houve ainda a oportunidade de acompanhar uma auditoria interna e uma auditoria externa para avaliar a eficácia do Sistema de Qualidade da empresa, face as exigências da norma ISO 9001:2015. Neste sentido, foram auditados os vários processos do Sistema de Gestão da empresa, incluindo o processo de CQ desenvolvido neste projeto. Este foi alvo de análise documental e inspeção de registos de medição e monitorização das várias atividades que o constituem. Globalmente, a empresa demonstrou cumprir com os requisitos definidos na norma, havendo ainda a possibilidade de melhorias. Relativamente ao processo de CQ foi destacado como oportunidade de melhoria a organização dos registos de medição e monitorização no sistema. Como pontos fortes realça-se o novo laboratório equipado da empresa para a realização de análises às MP e PA.

Conclui-se então que, em geral os objetivos desta dissertação foram atingidos, uma vez que este processo contribuiu para a sistematização do SQG da organização. Todavia, durante o período de estágio não se conseguiu implementar experimentalmente o CQ das especificações técnicas dos ME. Para a validação destes, será necessário futuramente elaborar um caderno de especificações técnicas para cada tipo de produto.

Sugere-se ainda o recurso a um laboratório externo acreditado, para demonstrar que os métodos de ensaio desenvolvidos conduzem a resultados fiáveis. Outra sugestão passa por ir apertando os critérios de aceitação das MP e ME, a fim de aumentar a fiabilidade do processo de CQ e otimizar o processo de fabrico.

Referências bibliográficas

- [1] S. e. P. Confiança, “Confiança 1894,” [Online]. Available: <https://confianca1894.com/en/>. [Acedido em 4 Janeiro 2022].
- [2] N. M. C. C. Coelho, “O design da embalagem em Portugal no século XX - do funcional ao simbólico - o estudo de caso da Saboaria e Perfumaria Confiança,” Tese de Doutoramento em Arte Contemporânea, Universidade de Coimbra, Colégio das Artes, 2013.
- [3] C. S. A. Lage, “Ensaio de Controlo de Qualidade em Sabões e Sabonetes,” Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Técnicas de Caracterização e Análise Química, Universidade do Minho, 2015.
- [4] Saboaria e Perfumaria Confiança, *Manual da Qualidade*, Sobreposta, 2020.
- [5] *NP 160:1983 Sabões. Definição e classificação.*
- [6] *NP 613:1981 Sabonetes. Definição, tipos e características.*
- [7] S. Félix, J. Araújo, A. M. Pires e A. C. Sousa, “Soap production: A green prospective,” *Waste Management*, vol. 66, pp. 190-195, Agosto 2017.
- [8] F. D. Filho, G. Silva e A. Costa, “Processo de ensino-aprendizagem dos conceitos de ácidos e bases com a inserção da experimentação utilizando a temática sabão ecológico,” *Holos*, vol. 2, nº 33, pp. 163-164, 2017.
- [9] C. S. S. Albino, “Produção de sabão líquido a partir de óleo alimentar usado para utilização na Faculdade de Ciências da Universidade de Lisboa,” Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia de Energia e do Ambiente, Universidade de Lisboa, Faculdade de Ciências, 2016.
- [10] L. Spitz, *Soap Manufacturing Technology*, Highland P&k, Illinois, USA : Luís Spitz, 2009.
- [11] T. S. P. Marques, “Formulação e Otimização de um sabão biológico de leite de burra produzido pelo método tradicional,” Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Química, Instituto Superior Técnico de Lisboa, 2016.

- [12] E. Thomssen, Soap-Making Manual, A Practical Handbook on the Raw Materials, Their Manipulation, Analysis and Control in the Modern Soap Plant, Estados Unidos: David Clarke, Josephine Paolucci and the Online Distributed Proofreading Team, 2010.
- [13] K. Othmer, Chemical Technology of Cosmetics, Hoboken:Wiley, 2012.
- [14] G. Caobianco, “Produção de sabão a partir do óleo vegetal utilizado em frituras, óleo de babaçu e sebo bovino e análise qualitativa dos produtos,” Monografia apresentada como requisito parcial para a conclusão de Graduação do Curso de Engenharia Industrial Química, Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, 2015.
- [15] M. M. Prates, “Determinação de propriedades físico-químicas de sabões comerciais em barra para controle de qualidade,” Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2006.
- [16] N. S. Directory, “Natural Soap Directory,” [Online]. Available: <http://www.natural-soap-directory.com/make-soap.html>. [Acedido em 8 Janeiro 2022].
- [17] O. C. Paul, E. C. Daniel, I. C. Onyedika e S. J. Ebieladoh, “Optimization of a soap production mix using response surface modeling: a case of Niger bar soap manufacturing industry Onitsha, Anambra State, Nigeria,” *International Journal of Scientific & Technology*, vol. 3, nº 9, pp. 346-347, 9 Setembro 2014.
- [18] NZIC, “Soap and detergent manufacture,” [Online]. Available: <https://nzic.org.nz/app/uploads/2017/10/11A.pdf>. [Acedido em 14 Dezembro 2021].
- [19] J. L. Escobar, C. R. Andrighett, E. B. Ribeiro e D. M. S. Valladão, “Desenvolvimento de sabonetes em barra contendo óleo de pequi (Caryocar brasiliense Camb.),” *Scientific Electronic Archives*, pp. 73-74, Maio 2016.
- [20] J. C. Oliveira, “Revisão e Harmonização do Sistema de Gestão Integrado no âmbito da versão 2015 das normas NP EN ISO 9001 e NP EN ISO 14001 – em indústria de transformação de carne de suíno e aves – Primor,” Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Biológica, Universidade do Minho, 2017.

- [21] V. Sousa, *Apêndice A - Sistema Gestão da Qualidade*, Escola Superior de Ciências Empresariais do Instituto Politécnico de Setúbal, 2012.
- [22] J. D. C. R. Matos, “Implementação de um Sistema de Gestão da Qualidade numa gestora de frota automóvel,” Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Mecânica, Instituto Superior Técnico de Lisboa, 2016.
- [23] C. A. Teixeira, “Adaptação dos Sistemas de Gestão da Qualidade e Ambiental às versões 2015 das normas ISO 9001 e ISO 14001: o caso da Inforlandia,” Projeto apresentado à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia e Gestão Industrial, Universidade de Aveiro, 2017.
- [24] A. R. C. Leonilde Cristina Morais, *Slides de apoio à Engenharia do Processo e do Produto-EPPROD*, Instituto Superior de Engenharia do Porto.
- [25] C. E. Adame, “Análise do gerenciamento de riscos no sistema de Gestão da Qualidade ISO 9001:2015 em um fabricante de máquinas e equipamentos,” Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia de Produção, Faculdade de Engenharia Arquitetura e Urbanismo, Universidade Metodologista de Piracicaba, Santa Bárbara d'Oeste, 2018.
- [26] A. R. F. Ventura, “Metodologia de Implementação do Sistema de Gestão da Qualidade ISO 9001:2015 numa Indústria Metalomecânica,” Dissertação no âmbito do Mestrado em Engenharia e Gestão Industrial, Universidade de Coimbra, 2018.
- [27] S. S. Costa, “Avaliação e gestão do risco na perspetiva da norma ISO 9001:2015,” Dissertação para obtenção do grau de Mestre em Engenharia e Gestão da Qualidade, Universidade do Minho, 2017.
- [28] P. F. S. G. Pereira, “Controle de Qualidade,” Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Pernambuco - IFPE, Recife, 2015.
- [29] C. E. Normalização, *NP EN ISO 9001 2015 - Sistemas de Gestão da Qualidade; Requisitos (ISO 9001:2015)*, Instituto Português de Qualidade, 2015.
- [30] APCER, *Guia do Utilizador ISO 9001: 2015*, 2015.

- [31] A. S. A. Pinheiro, “Controlo do produto e processo no fabrico de componentes para a indústria automóvel,” Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Industrial, Universidade do Minho, 2019.
- [32] H. J. M. Rodrigues, “Desenvolvimento e operacionalização de uma aplicação para controlo de produtos não conformes,” Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Mecânica, Instituto Superior de Engenharia do Porto, 2019.
- [33] I.-G. J. Contencioso, *Portaria n.º 42/92, de 23 de Janeiro: Guia para o bom fabrico de medicamentos*, Legislação Farmacêutica Compilada, 1992.
- [34] M. E. Inovação, “Decreto-Lei n.º 199/2008, de 8 de outubro,” *Diário da República n.º 195/2008, Série I*, pp. 7133-7136, 8 Outubro 2008.
- [35] M. Ambiente, O. Território e D. Regional, “Decreto-Lei n.º 306/2007, de 27 de agosto,” *Diário da República n.º 164/2007, Série I*, pp. 5758-5761, 27 Agosto 2007.
- [36] F. A. M. Silva, M. F. M. Borges e M. A. Ferreira, “Methods for the evaluation of the degree of lipid oxidation and the antioxidant activity,” *Química Nova*, nº 22, pp. 94-96, 1999.
- [37] J. C. O. S. Sequeira, “Validação da determinação de parâmetros físico-químicos de óleos e azeites pela metodologia de FT-NIR,” Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Engenharia Química e Bioquímica, Universidade Nova de Lisboa, 2014.
- [38] P. Instruments, *Manual de instrucciones de uso balanza de humedad PCE-MB 60/120/210C*, Albacete, Espanha.
- [39] NP EN ISO 663:2004 *Óleos e gorduras de origem animal e vegetal. Determinação do teor de impurezas insolúveis (ISO 663:2000)*.
- [40] NP 902:1987 *Gorduras e óleos comestíveis. Determinação do teor de insaponificável. Método de extração pelo hexano. Processo corrente*.
- [41] G. M. Santos, M. M. Brito, P. V. L. Sousa e N. V. A. Barros, “Determinação do índice de acidez em óleos de soja comercializados em supermercados varejistas,” *Revista Ciência e Saúde*, nº 2, pp. 11-14, 2017.

- [42] *NP EN ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils. Determination of acid value and acidity (ISO 660:2009).*
- [43] *NP 200:1988 Sabões. Determinação da acidez livre. Método volumétrico.*
- [44] *NP 940:1985 Gorduras e óleos cosmetíveis. Determinação do índice de saponificação e do índice de ésteres.*
- [45] C. J. S. Marques, “Análise comparativa de azeites virgem extra de vários DOP: caracterização reológica, físico-química e cromatográfica,” Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Controlo de Qualidade e Toxicologia dos alimentos, Universidade de Lisboa, Faculdade de Farmácia, 2015.
- [46] S. M. C. S. Bermejo, “Caracterização físico-química de óleos novos e usados para identificação de indicadores de degradação da qualidade,” Dissertação para obtenção do Grau de Mestre na área de Sistemas de Prevenção e Controlo Alimentar, Instituto Politécnico de Santarém, Escola Superior Agrária, 2014.
- [47] *NP 904:1987 Gorduras e óleos comestíveis. Determinação do índice de peróxido.*
- [48] “ISO 3961 Animal and vegetable fats and oils. Determination of iodine value”.
- [49] C. M. M. Graça, “Determinação do índice de iodo a partir da composição dos óleos,” Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em Química, Universidade de Aveiro, 2010.
- [50] “NP 465:1986 Produtos tensioactivos. Sabões. Determinação da alcalinidade livre cáustica. Processo do etanol”.
- [51] J. César, M.-A. Paoli e J. C. d. Andrade, “A determinação da densidade de sólidos e líquidos,” *Chemkeys*, pp. 1-2, julho 2004.
- [52] *EN 1262:2003 Surface active agents. Determination of pH value of solutions or dispersions.*
- [53] M. I. Energia, “Portaria n.º 1198/91,” *Diário da República n.º 291/1991, Série I-B*, pp. 6681-6684, 18 Dezembro 1991.

[54] A. S. Quality, *Sampling procedures and tables for inspection by attributes*, Wisconsin, 2008.

Anexos

Anexo A: Definição do plano de amostragem dos materiais de embalagem

Para a obtenção do plano de amostragem dos ME do sabão e do sabonete adotou-se os níveis de inspeção especial S-2 e geral II, respetivamente. Estes associados ao tamanho do lote (tabela A.1) permitem determinar o código letra e, por conseguinte, o tamanho da amostra. Este código combinado com o nível de qualidade aceitável (AQL) definido de 1,5 permite obter o plano de amostragem dos ME (tabela A.2). O número de amostras verificadas deve ser igual ao número de amostras definidas no plano de amostragem simples.

Lot or batch size			Special inspection levels				General inspection levels		
			S-1	S-2	S-3	S-4	I	II	III
2	to	8	A	A	A	A	A	A	B
9	to	15	A	A	A	A	A	B	C
16	to	25	A	A	B	B	B	C	D
26	to	50	A	B	B	C	C	D	E
51	to	90	B	B	C	C	C	E	F
91	to	150	B	B	C	D	D	F	G
151	to	280	B	C	D	E	E	G	H
281	to	500	B	C	D	E	F	H	J
501	to	1200	C	C	E	F	G	J	K
1201	to	3200	C	D	E	G	H	K	L
3201	to	10000	C	D	F	G	J	L	M
10001	to	35000	C	D	F	H	K	M	N
35001	to	150000	D	E	G	J	L	N	P
150001	to	500000	D	E	G	J	M	P	Q
500001	and over		D	E	H	K	N	Q	R

Figura A.1- Código letra para determinação do tamanho da amostra [54].

Sample size code letter	Sample size	Acceptance Quality Limits, <i>AQLs</i> , in Percent Nonconforming Items and Nonconformities per 100 Items (Normal Inspection)																													
		0.010	0.015	0.025	0.040	0.065	0.10	0.15	0.25	0.40	0.65	1.0	1.5	2.5	4.0	6.5	10	15	25	40	65	100	150	250	400	650	1000				
		Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re			
A	2	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓			
B	3	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
C	5	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
D	8	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
E	13	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
F	20	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
G	32	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
H	50	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
J	80	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
K	125	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
L	200	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
M	315	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
N	500	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
P	800	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
Q	1250	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		
R	2000	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓		

↓ = Use the first sampling plan below the arrow. If sample size equals, or exceeds, lot size, carry out 100 percent inspection.
 ↑ = Use the first sampling plan above the arrow.
 Ac = Acceptance number.
 Re = Rejection number.

Figura A.2- Plano de amostragem simples para inspeção normal [54].

O material de embalagem será aceitável se o número de não conformidades detetadas for igual ou inferior ao número de aceitação (Ac). Em contrapartida, será rejeitado se o número de não conformidades encontradas for igual ou maior ao número de rejeição (Re).

Anexo B: Controlo de Qualidade de óleos/gorduras

Anexo B.1. Teor de humidade

O teor de humidade, expresso em %, foi medido em duplicado numa balança de humidade (PCE MB-60C), por método termogravimétrico, através do seguinte procedimento interno:

1. Colocar o prato de alumínio no interior da balança de humidade;
2. Tarar a balança de humidade;
3. Pesar uma determinada toma da amostra em causa para o prato de alumínio;
4. Iniciar o processo de secagem (clicar no botão *start*);
5. Registar o valor e repetir o procedimento.

Anexo B.2. Teor de impurezas insolúveis

As impurezas insolúveis foram determinadas em duplicado através de um método gravimétrico com filtração a vácuo, consoante a norma ISO 663:2004. Em primeiro lugar foi necessário eliminar a humidade da amostra (preparação da amostra) e, em seguida determinou-se as impurezas insolúveis contidas nesta, de acordo com o procedimento:

1. Pesar numa balança analítica cerca de 15 g de amostra para um gobelé;
2. Aquecer numa estufa a 105 °C durante 1 h;
3. Arrefecer em exsicador até à temperatura ambiente;
4. Pesar novamente a amostra;
5. Repetir os pontos 2 a 4 até se atingir peso constante.
6. Pesar numa balança analítica 5 g de amostra seca para um gobelé;
7. Colocar o conjunto papel de filtro+vidro de relógio na estufa a 103 °C, durante 1 h, e arrefecer em exsicador;
8. Dissolver em 50 mL de n-hexano ou éter de petróleo, medidos por uma proveta, usando se necessário aquecimento suave, e deixar repousar cerca de 30 min;
9. Pesar o conjunto papel de filtro+vidro de relógio, numa balança analítica;
10. Efetuar a filtração a vácuo;
11. Lavar o gobelé com n-hexano aquecido, no máximo a 60 °C, para remover a gordura ou óleo aderida às suas paredes;
12. Colocar o conjunto papel de filtro+resíduo+vidro de relógio na estufa a 103 °C durante 1 h;
13. Arrefecer em exsicador;

14. Pesar o conjunto papel de filtro+resíduo+vidro de relógio, numa balança analítica;
15. Repetir os pontos 12 a 14 até se obter peso constante.

A expressão utilizada para o cálculo das impurezas insolúveis, em %, foi a seguinte:

$$Impurezas = \frac{m_{filtro+resíduo+vidro\ seco} - m_{filtro+vidro}}{m_{toma}} \times 100$$

Anexo B.3. Teor de insaponificável

O teor de insaponificável foi obtido através de uma extração líquido-líquido com solvente orgânico adequado. O procedimento seguido foi o da norma NP 902:1987, a seguir discriminado:

1. Pesar aproximadamente 5 g de amostra para um balão de vidro de 250 mL;
2. Misturar com 50 mL de solução alcoólica de hidróxido de potássio 1 mol/L, medidos por uma proveta;
3. Adaptar o balão de vidro ao condensador e colocar o conjunto sobre uma placa de aquecimento;
4. Saponificar a amostra durante 1h, sob refluxo;
5. Adicionar 100 mL de água destilada, com o auxílio de uma proveta, pela abertura superior do condensador, agitar e deixar arrefecer;
6. Transferir o líquido para uma ampola de decantação de 500 mL;
7. Adicionar 50 mL de n-hexano ou éter de petróleo, com uma proveta;
8. Rolhar a ampola de decantação e agitar energeticamente durante 1 min, invertendo várias vezes a mesma, e abrindo a torneira para equilibrar a pressão contida no seu interior;
9. Aguardar a separação completa das duas camadas;
10. Adicionar algumas gotas de álcool etílico a 95 % (v/v), de modo a eliminar eventuais emulsões;
11. Decantar a camada hidroalcoólica (camada líquida inferior) para uma segunda ampola de decantação, permanecendo na primeira a camada hexânica ou éterea;
12. Efetuar mais duas extrações com 50 mL de n-hexano ou éter de petróleo cada, agitar e aguardar a separação de fases, destruindo eventuais emulsões com álcool etílico a 95 % (v/v);
13. Juntar as três camadas hexânicas ou éterea na primeira ampola de decantação;
14. Adicionar 500 mL de álcool etílico a 10 % (v/v);

15. Lavar com 25 mL de álcool etílico a 10 % (v/v), as vezes necessárias, até que o líquido de lavagem removido seja neutro à adição de uma gota de solução alcoólica de fenolftaleína;
16. Retirar a camada etérea para um balão de vidro de 250 mL, previamente seco em estufa a 103°C e tarado após arrefecido em exsiccador;
17. Lavar a ampola de decantação com hexano ou éter de petróleo, recolhendo os líquidos de lavagem para o balão de vidro;
18. Levar à estufa a 103 °C ao longo de 15 minutos;
19. Arrefecer no exsiccador até à temperatura ambiente;
20. Pesar o balão com a matéria insaponificável;
21. Repetir os pontos 18 a 20 até se obter peso constante.

A expressão utilizada para o cálculo do teor de insaponificável, em % (m/m), foi:

$$\text{Teor de insaponificável} = \frac{m_{\text{balão+resíduo}} - m_{\text{balão}}}{m_{\text{toma}}} \times 100$$

Anexo B.4. Índice de acidez

Para a determinação do índice de acidez em duplicado aplicou-se o procedimento da norma EN ISO 660. Para tal, primeiramente preparou-se a mistura dissolvente e, posto isto, determinou-se o índice de acidez. O índice de acidez foi determinado através de uma volumetria de neutralização, usando para o efeito uma solução padrão aquosa de hidróxido de sódio, com uma concentração de aproximadamente 0,1 mol/L, conforme o procedimento experimental:

1. Adicionar 50 mL de etanol e 50 mL de dietil éter para um matraz, medidos por uma proveta; No caso de gorduras animais ou com consistência dura usar a seguinte porção: 25 mL de etanol e 75 mL de dietil éter;
2. Neutralizar com solução padrão aquosa de hidróxido de sódio, usando a solução alcoólica de fenolftaleína como indicador;
3. Pesar numa balança analítica uma determinada toma de amostra para um matraz, de acordo com a tabela B.1;
4. Dissolver em 100 mL da mistura dissolvente, usando, se necessário, uma placa de aquecimento para o efeito, e agitar;
5. Adicionar 3 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína;
6. Titular com solução padrão aquosa de hidróxido de sódio até ao aparecimento de coloração rosa persistente (no mínimo 15 segundos).

Na tabela B.1 encontra-se apresentado a massa da toma de amostra a pesar, que depende da matéria-prima em questão e da concentração da solução alcalina.

Tabela B.1- Massa da toma de amostra em função do tipo de produto e concentração da solução alcalina.

Tipo de produto	Índice de acidez (mg _{NaOH} / g _{amostra})	Massa da toma de amostra (g)	Concentração da solução alcalina (mol/L)
Óleos vegetais refinados e gorduras animais	0 a 1	20	0,1000
Óleos vegetais brutos	1 a 4	10	0,1000
Gorduras animais técnicas	4 a 15	2,5	0,1000
Ácidos gordos de stock de sabão	15 a 75	0,5	0,1000
		3,0	0,5000
Ácidos gordos técnicos	> 75	0,2	0,1000
		1,0	0,5000

Para o cálculo do índice de acidez, em mg_{NaOH}/ g_{amostra}, utilizou-se a seguinte expressão:

$$\text{Índice de acidez} = \frac{[NaOH] \times M_{NaOH} \times \Delta V}{m_{toma}}$$

Anexo B.5. Acidez livre

A acidez livre foi determinada em duplicado por uma titulação da solução alcoólica de amostra com uma solução aquosa de hidróxido de sódio, com uma concentração de cerca de 0,1 mol/L. Para o efeito, usou-se a norma NP 200:1988, conforme o procedimento seguinte:

1. Pesar aproximadamente 1,25 g de amostra para um balão de vidro;
2. Adicionar 50 mL de solução de etanol 95 %, previamente neutralizada com uma solução aquosa de hidróxido de sódio, medidos por uma proveta;
3. Adaptar o balão de vidro ao condensador de refluxo e colocar o conjunto sobre uma placa de aquecimento;
4. Aquecer em ebulição suave até dissolução total da amostra;
5. Desligar o condensador e deixar arrefecer até sensivelmente 70 °C;
6. Adicionar 4 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína e titular com uma solução padrão aquosa de hidróxido de sódio até ao aparecimento de coloração rósea,

análoga à observada na neutralização da solução etanólica 95 %.

Para o cálculo deste parâmetro, expresso em, % ácido oleico, utilizou-se a seguinte expressão:

$$Acidez\ livre = \frac{28,2 \times [NaOH] \times \Delta V}{m_{toma}}$$

Anexo B.6. Índice de saponificação

Para a determinação do índice de saponificação em duplicado recorreu-se a uma saponificação a quente da amostra, seguida de uma titulação, baseado na norma NP 940:1985. Inicialmente, procedeu-se à preparação da amostra e em seguida determinou-se o índice de saponificação, de acordo com o procedimento experimental:

1. Colocar a amostra na estufa durante 24 h a 105 °C;
2. Após esse tempo, retirar a amostra da estufa e deixar arrefecer até à temperatura ambiente;
3. Homogeneizar a amostra;
4. Pesar numa balança analítica 2 g de amostra para um balão de vidro de 250 mL;
5. Adicionar 25 mL de solução alcoólica de hidróxido de potássio 0,5 mol/L, com o auxílio de uma proveta;
6. Adaptar o balão de vidro ao condensador e colocar o conjunto sobre uma placa de aquecimento;
7. Saponificar a amostra durante 1h, após se verificar o refluxo;
8. Adicionar 4 gotas de solução etanólica de fenolftaleína e titular com ácido clorídrico 0,5 mol/L até coloração inicial;
9. Preparar o ensaio em branco.

O índice de saponificação, em mg_{KOH}/g_{amostra}, foi calculado a partir da seguinte expressão:

$$\text{Índice de saponificação} = \frac{28,05 \times (\Delta V_{branco} - \Delta V)}{m_{toma}}$$

Anexo B.7. Índice de peróxidos

O índice de peróxidos foi determinado em duplicado com base no método volumétrico redox indireto, conforme o procedimento da norma NP 904:1987, a seguir indicado:

1. Pesar numa balança analítica uma toma de amostra, com massa da ordem entre 2,0 g a 1,2 g, caso o índice de peróxidos presumível seja inferior a 20, para um frasco

de Erlenmeyer de 250 mL;

2. Adicionar 10 mL de clorofórmio, com o auxílio de uma proveta, e agitar para dissolver a gordura, usando se necessário aquecimento suave;
3. Adicionar 15 mL de ácido acético glacial, medidos por uma proveta;
4. Adicionar rigorosamente 1 mL de solução aquosa saturada de iodeto de potássio 100 g/L;
5. Tapar o frasco e agitar durante 1 min;
6. Deixar repousar ao abrigo da luz durante 5 minutos;
7. Adicionar, imediatamente, 75 mL de água destilada, com uma proveta;
8. Adicionar 2 mL do indicador cozimento de amido;
9. Titular com solução de tiosulfato de sódio 0,01 mol/L até se observar mudança de cor para amarelo palha;
10. Preparar o ensaio em branco.

O índice de peróxido, em meq/1000 g_{amostra}, foi calculado através da seguinte expressão:

$$\text{Índice de peróxido} = \frac{\Delta V \times [Na_2S_2O_3] \times 1000}{m_{amostra}}$$

Anexo B.8. Índice de iodo

O índice de iodo foi analisado em duplicado a partir de uma volumetria redox indireta com uma solução padrão aquosa de tiosulfato de sódio, com uma concentração estimada de 0,1 mol/L. Para tal, aplicou-se o procedimento da norma ISO 3961:2018, seguidamente apresentado:

1. Pesar numa balança analítica uma determinada toma de amostra para um frasco de Erlenmeyer de 250 mL, em concordância com a tabela B.2;
2. Adicionar o volume de mistura dissolvente (n-hexano e ácido acético, 1:1 v/v) correspondente à toma de amostra pesada, referido na tabela B.2; Caso a amostra possua um índice de iodo presumível igual ou inferior a 20 g_{iodo}/100 g_{amostra} aquecer o solvente, numa placa de aquecimento, até cerca de 60 °C;
3. Adicionar 25 mL de reagente Wijs, com uma pipeta volumétrica;
4. Tapar o frasco e agitar;
5. Deixar repousar ao abrigo da luz durante 1h se a amostra possuir um índice de iodo expectável inferior a 150 g_{iodo}/100 g_{amostra} e durante 2 horas caso apresente um maior grau de oxidação expectável, agitando de vez em quando;

6. Preparar o ensaio em branco, de modo análogo;
7. Adicionar 20 mL de solução de iodeto de potássio 100 g/L, medidos por uma proveta;
8. Adicionar 150 mL de água, com o auxílio de uma proveta;
9. Titular com solução padrão aquosa de tiosulfato de sódio até coloração amarelo;
10. Adicionar 2 mL de solução de amido;
11. Continuar a titulação até a coloração castanho/avermelhada desaparecer;
12. Repetir a determinação de 7 a 11 para o ensaio em branco;

Na tabela B.2 encontra-se indicado a massa teórica da toma de amostra a pesar, que varia com o índice de iodo expectável, assim como correspondente volume a medir da mistura dissolvente.

Tabela B.2- Massa teórica da toma de amostra inicial em função do índice de iodo expectável e correspondente volume de mistura dissolvente.

Índice de iodo expectável	Massa inicial	Volume de mistura dissolvente
<3	10	25
3	8,461	25
5	5,077	25
10	2,538	20
20	0,846	20
40	0,634	20
60	0,432	20
80	0,317	20
100	0,254	20
120	0,212	20
140	0,181	20
160	0,159	20
180	0,141	20
200	0,127	20

O índice de iodo, em m_{iodo} em g/100 g_{amostra} , foi calculado a partir da expressão:

$$\text{Índice de iodo} = \frac{12,65 \times [Na_2S_2O_3] \times (\Delta V_{\text{branco}} - \Delta V)}{m_{\text{toma}}}$$

Anexo C. Controlo de Qualidade do hidróxido de sódio

Anexo C.1. Massa volúmica

A massa volúmica foi determinada em duplicado pelo método gravimétrico, usando para o efeito um picnómetro de vidro com volume conhecido. Para a determinação deste parâmetro adotou-se o seguinte procedimento interno:

1. Pesar, na balança analítica, o picnómetro vazio e registar o valor;
2. Encher o picnómetro com o líquido em estudo;
3. Colocar a tampa, verificando se não ficam aprisionadas bolhas de ar;
4. Secar, com cuidado, o mesmo por fora;
5. Pesar o picnómetro cheio de líquido e anotar o valor.

A expressão usada para o cálculo da massa volúmica foi:

$$\text{Massa volúmica} = \frac{m_{\text{picnómetro+líquido}} - m_{\text{picnómetro}}}{V_{\text{picnómetro}}}$$

De forma a determinar o teor de hidróxido de sódio na solução aquosa de soda cáustica construiu-se uma curva de calibração a 20°C, partindo dos valores da tabela C.1.

Tabela C.1- Concentração de hidróxido de sódio e respetiva massa volúmica.

Concentração (%)	Massa volúmica (g/cm³)
1	1,0095
2	1,0207
4	1,0428
8	1,0869
12	1,1309
16	1,1751
20	1,2191
24	1,2629
28	1,3064
32	1,3490
36	1,3900
40	1,4300
44	1,4685
48	1,5065
50	1,5253

Na figura C.1 encontra-se representada a curva de calibração da massa volúmica em função do teor de hidróxido de sódio.

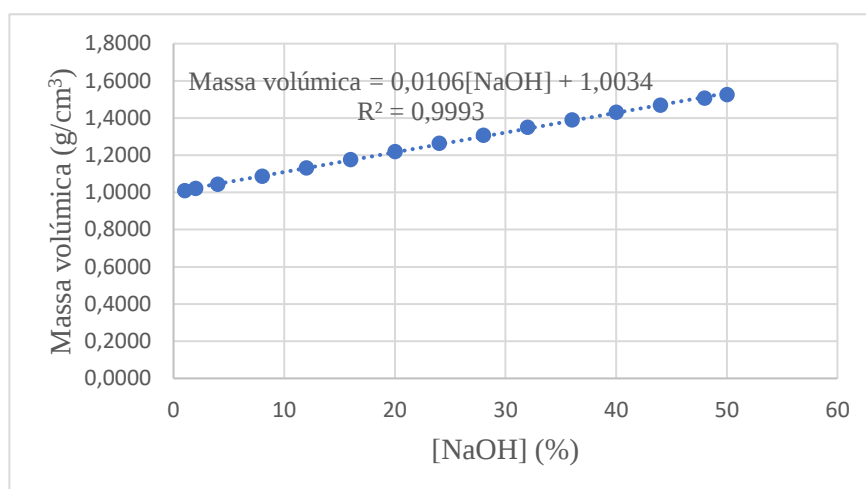


Figura C.1- Curva de calibração da massa volúmica em função da concentração de hidróxido de sódio, [NaOH].

Anexo D. Controlo de Qualidade do produto acabado

Anexo D.1. Alcalinidade livre cáustica

A alcalinidade livre cáustica foi realizada em duplicado por um método volumétrico de neutralização. Para este fim utilizou-se uma solução padrão etanólica de ácido clorídrico, com uma concentração próxima de 0,1 mol/L. O procedimento adotado foi o da norma NP 475:1986, a seguir especificado:

1. Pesar aproximadamente 1,25 g de amostra para um balão de vidro de 250 mL;
2. Adicionar 50 mL de etanol, com uma proveta;
3. Levar o conjunto à ebulição até dissolução total da amostra, utilizando para o efeito um condensador de refluxo;
4. Desligar o condensador e deixar arrefecer até aos 70 °C;
5. Adicionar 4 gotas de solução etanólica de fenolftaleína;
6. Titular com solução etanólica de ácido clorídrico padronizado, até a coloração rosa desaparecer.

A alcalinidade livre cáustica, em % NaOH livre, foi determinada através da seguinte expressão:

$$\text{Alcalinidade} = \frac{0,040 \times \Delta V \times [HCl]}{m_{toma}} \times 100$$

Anexo D.2. Massa volúmica

A massa volúmica foi avaliada em duplicado, recorrendo ao método do deslocamento, segundo o procedimento interno descrito:

6. Pesar cerca de 15 g de amostra numa balança com precisão de 0,01g;
7. Encher com água desionizada cerca de metade de uma proveta de 100 mL e ler o respetivo volume inicial (V_i);
8. Mergulhar o sólido na proveta, cuidadosamente, até ficar totalmente submerso, e ler o volume do conjunto (V_f), bem como a massa registada na balança (m), evitando a formação de bolhas;
9. Calcular o volume da amostra, por subtração dos valores registados;
10. Repetir a análise, sendo que o resultado final corresponde à média dos dois ensaios.

A massa volúmica, em g/cm³, foi calculada usando a seguinte expressão:

$$Massa\ volúmica = \frac{m}{(V_f - V_i)}$$

Anexo D.3. pH

O pH foi medido em duplicado, usando um medidor de pH e um eletrodo combinado de vidro. Para a análise deste parâmetro adaptou-se o procedimento da norma EN 1262:2003, a seguir descrito:

1. Ligar o aparelho;
2. Lavar o eletrodo com água destilada e secar com papel absorvente;
3. Calibrar o equipamento, com as soluções tampão pH 10 e pH 7;
4. Lavar o eletrodo e secar com papel absorvente;
5. Pesar 5,0 g de amostra para um gobelé e perfazer com água destilada até se obter 100,00 g de solução;
6. Agitar a solução utilizando para o efeito um agitador de hélice;
7. Imergir o eletrodo na amostra e registar o valor, após estabilizado;
8. Lavar o eletrodo e secar com papel absorvente;
9. Repetir a determinação de 5 a 8.

As duas medições do valor de pH devem possuir uma diferença igual ou inferior a 0,1 unidade de pH. Caso possuem uma diferença superior a este valor, deve-se repetir a medição ou, no caso de a situação persistir, verificar o eletrodo combinado de vidro e o medidor de pH.

Anexo E. Controlo metrológico dos pré-embalados

Anexo E.1. Sabão *Offenbach*

O controlo metrológico do sabão *Offenbach* foi feito através da pesagem de 10 conjuntos de 5 sabões, de 2 em 2 horas, conforme demonstrado na tabela E.1.

Tabela E.1- Registos de massas do sabão Offenbach.

Tempo	m (g)										$\bar{m}$ (g)
0	503,01	503,03	502,98	503,02	503,01	503,01	503,04	503,00	502,97	503,00	503,01
2	502,78	502,72	502,71	502,76	502,80	502,79	502,71	502,80	502,75	502,74	502,76
4	502,58	502,55	502,57	502,63	502,59	502,57	502,58	502,66	502,67	502,50	502,59
6	502,46	502,41	502,50	502,50	501,46	501,48	502,41	502,40	502,41	502,41	502,44
8	502,39	502,36	502,37	502,39	502,40	502,32	502,38	502,39	502,40	502,38	502,38

Anexo E.2. Sabonete de coco

Para o controlo metrológico do sabonete de coco pesaram-se 10 unidades de 2 em 2 horas. Os resultados obtidos deste controlo estão indicados na tabela E.2.

Tabela E.2- Registos de massas do sabonete de coco.

Tempo	m (g)										$\bar{m}$ (g)
0	127,08	127,01	126,55	128,10	127,83	127,64	126,98	127,15	128,84	127,36	127,45
2	126,38	127,19	125,80	126,12	126,81	126,50	127,25	125,25	126,09	126,78	126,42
4	126,80	125,30	126,21	125,50	126,17	125,00	126,2	126,06	125,13	125,85	125,82
6	125,72	125,99	126,72	125,9	126,81	126,36	126,77	125,09	126,91	125,17	126,14
8	126,08	126,05	125,42	126,64	126,14	125,59	126,93	126,72	127,00	126,69	126,33