



Departamento de Química

Optimização da Produção Industrial de Produtos Cosméticos e Detergentes

Por:

Cláudia Susana Craveiro França

Dissertação apresentada na Faculdade de Ciências e Tecnologia da
Universidade Nova de Lisboa para obtenção do grau de Mestre em
Engenharia Química e Bioquímica.

Orientadora: Doutora Vera Sousa

Co-orientadora: Professora Doutora Isabel Fonseca

Lisboa

2010

Agradecimentos

Esta dissertação foi desenvolvida no âmbito do estágio efectuado na fábrica Lever, e devido à exigência do mesmo, foi necessária a colaboração de várias pessoas que se mostraram sempre disponíveis no esclarecimento de dúvidas e sem as quais não seria possível a sua concretização.

Agradeço especialmente à minha mãe que sempre me apoiou e me deu a força necessária para alcançar os meus objectivos; ao meu pai; aos meus irmãos, em especial à minha irmã Carla França que sempre se mostrou disponível em ajudar-me com os seus conhecimentos e ideias; à minha sobrinha e aos meus avós pela compreensão e carinho demonstrado; ao meu namorado que sempre me acompanhou, deu atenção necessária e ajudou em alguns pontos cruciais do projecto.

Agradeço à Professora Doutora Isabel Fonseca, por me ter dado a oportunidade de realizar o estágio na indústria, por todo o apoio, conselhos e disponibilidade.

Agradeço à Doutora Vera Sousa, pelo tempo dedicado na orientação do projecto, pelas dicas na estruturação da tese, pelo apoio incondicional e perseverança.

Agradeço ao Engenheiro Jorge Salvado, pelo profissionalismo demonstrado, pela disponibilidade e simpatia, pela troca de ideias e conhecimentos transmitidos.

À Engenheira Susana Vieira Ventura, pelo acompanhamento incansável em todos os momentos, pela prontidão em ajudar, partilha de ideias e pelos momentos divertidos que me proporcionou.

À Engenheira Carla Fernandes e Engenheiro José Fernando, por todo o apoio, orientação e ideias transmitidas ao longo do estágio.

Ao Engenheiro António Rodrigues, pela simpatia e esclarecimento de algumas questões.

À Anabela Gabriel que sempre se mostrou disponível em ajudar e me forneceu alguns produtos para a realização dos estudos.

Ao operador Jorge Raposo pela disponibilidade em ajudar no esclarecimento de questões relativas à área de produção. Agradeço ainda a todos os operadores da Lever que se mostraram disponíveis para responder às minhas necessidades.

Ao Paulo, Marlene, D. Célia Jesus e à D. Paula Porfirio pela companhia e boa disposição que me proporcionaram.

Ao Professor Mário Eusébio por todo o apoio e confiança em mim depositadas, e a todos os professores que tive ao longo do meu percurso académico.

A todos os amigos de longa data, Denis Cunha, Patrícia Correia, Carina Curvacho e a todos os amigos que fiz na faculdade, pela amizade ao longo destes anos.

Considero que este estágio foi bastante enriquecedor na medida que me permitiu desenvolver características e competências a nível profissional. Não posso deixar de referir a importância do profissionalismo demonstrado por todos aqueles que, de algum modo, contribuíram para a concretização deste trabalho. Fizem-me perceber que o sucesso profissional não é apenas fruto de muito esforço, é também necessário muito trabalho de equipa e cooperação.

Tenho de realçar a motivação e entusiasmo presentes ao longo do estágio, foram proporcionados não só pelo grupo de trabalho mas também pelas pessoas que me rodearam durante a elaboração do mesmo. O estágio na Lever fez com que adquirisse conhecimentos que irão ser bastante úteis no futuro.

Obrigada a todos pela confiança que depositaram em mim e pelo apoio incondicional que me deram. Recordarei sempre com enorme carinho os bons momentos passados na Lever.

Cláudia França

Resumo

Este trabalho foi realizado no âmbito da Optimização da Produção Industrial de Produtos Cosméticos e Detergentes.

O trabalho realizado teve como finalidade o estudo e acompanhamento da Unidade Fabril, mais concretamente a nível laboratorial, com o objectivo de introduzir novas formulações, otimizar e simular os processos de produção industrial, para posterior aplicação.

O plano de estágio proposto foi associado a diversas tarefas inseridas em vários projectos, dos quais se destacam: Optimização e implementação de novas fórmulas de detergentes líquidos; Estudo da variação do parâmetro da viscosidade em geles de banho e detergentes líquidos; Realização de auditorias internas de higiene; Acompanhamento do novo projecto “Tang” de detergentes em pó; Estudo da recuperação enzimática através do Auto analisador e Resolução de problemas surgidos na produção diária.

Das actividades realizadas é de salientar os seguintes resultados:

Na elaboração do produto *Domestos Lixívia Espessa*, foi necessário verificar se a adição da matéria-prima C, noutra fase do processo iria alterar a viscosidade do produto final. Para a análise procedeu-se à execução de cargas laboratoriais, constatando-se que a diferença da viscosidade obtida entre o espessante sem e com a adição de C, é significativa. No entanto, relativamente ao produto final, as viscosidades são idênticas e encontram-se dentro dos limites de especificação.

Avaliou-se também a viscosidade dos espessantes ao longo do tempo, para verificar se é possível a utilização da bomba disponível na Lever.

Efectuou-se a validação do método de análise da enzima Mananase, a qual apresentou uma taxa de recuperação de 105,4%.

Na sequência do problema de baixa viscosidade detectada numa carga industrial, analisaram-se métodos correctivos, sugerindo-se a mistura de dois produtos: um produto com viscosidade dentro dos limites e outro produto de baixa viscosidade, de forma a aumentar o valor de viscosidade. Verificou-se que a proporção ideal da mistura seria 2:1.

Palavras-Chave: Optimização de processos de fabrico, cargas laboratoriais, matérias-primas, Auto analisador, Mananase, fórmula Tang.

Abstract

This dissertation addresses work being performed within the context of an internship that was carried out, under the subject “Optimization of Industrial Production of Cosmetics and Detergents”.

The main objectives of this project were the study and monitoring of the Factory Unit; more specifically at laboratory level, with the purposes of introducing new formulations, as well as, optimize and simulate the processes of industrial production for future application.

The proposed internship plan was associated with various tasks involved in several projects, where highlights: Optimization and implementation of new formulations of liquid detergents; Study the variation of the viscosity parameter in shower gels and liquid detergents; Conducting internal audits of hygiene; Monitoring the new project “Tang” of powdered detergents; Study of enzymatic recovery through Auto analyser and Problems resolution that occur in daily production.

It is relevant to mention the following results from the undertaken activities:

In the development of the product *Domestos Lixívia Espessa* it was necessary to determine whether the addition of the raw material *C* at another stage of the process would change the viscosity of the final product. For the analysis, laboratory loads were elaborated, where it was verified that the difference in viscosity between the thickener with and without the addition of *C* was meaningful. However, at the level of final product, viscosity values are identical and within the specification limits. It was also evaluated the viscosity of thickeners over the time, to verify that it is possible to use the pump of Lever.

The analysis method of the Mannanase enzyme was validated with a recovery rate of 105,4%.

In the sequence of the problem concerning low viscosity detected on an industrial load, remedial methods were analyzed, suggesting a mixture of two products, one within normal viscosity levels, and another that had low viscosity; in order to increase the value of viscosity. It was verified that the ideal ratio would be a 2:1 mixture.

Keywords: Optimization of manufacturing processes, laboratory loads, raw materials, Auto analyser, Mannanase, Tang formula.

Simbologia e Notações

ABS	Alquilbenzeno sulfonato de sódio	Na⁺	Íon Sódio
Bi³⁺	Íon Bismuto	NaCl	Cloreto de Sódio
C	Matéria-prima C	NaOH	Hidróxido de Sódio
Ca²⁺	Íon Cálcio	OHSAS	Occupational Health and Safety Assessment Series
CMC	Concentração Micelar Crítica	PAHBAH	4-hydroxy-benzhydrazide
cP	centiPoise	PCC	Ponto Crítico de Controlo
C.V.	Coeficiente de Variação	PP	Polipropileno
C5	César 5	PE	Polietileno
EPI	Equipamento de Protecção Individual	PF	Processo de Fabrico
E1	Espessante mais concentrado	PPG	Poliglicol
E2	Espessante menos concentrado	ppm	Partes por milhão
FBG	Fluid Bed Granulate	QC	Controlo de Qualidade
FIMA	Fábrica Imperial de Margarina, Lda	RBGaMa	Phosphate Buffer
GaMa	Solução de Galacto Manano	rpm	Rotações por minuto
GPC	General Purpose Cleaner	S.A.	Sociedade Anónima
GU/mg	Unidade de Glicina por miligrama	SEAC	Safety and Environmental Assurance Center
HACCP	Hazard Analysis and Critical Control Points	SIG	Sistema Integrado de Gestão
HCl	Ácido Clorídrico	SLES	Lauriléter Sulfato de Sódio
ISO	International Organization for Standardization	SSN	Solução Sulfito de Sódio
Kg	Quilograma	SST	Segurança e saúde no trabalho
LAS	Alquilbenzeno Sulfonato de Sódio Linear	STPP	Tripolifosfato de sódio
LSE	Limite Superior de Especificação	t_(n-1)	Valor tabelado de t-student
LIE	Limite Inferior de Especificação	TAED	Tetra Acetil Etileno Diamina
LPP	Lições Ponto a Ponto	s	Desvio Padrão amostral
mPa.s	miliPascal.segundo	\bar{x}	Média amostral
MAPR	Método de Análise ao Produto	σ	Desvio Padrão da população
MADU	Método de Análise à Dust	μ	Média da população
Mg²⁺	Íon Magnésio	μm	Micrómetro
MMU/mg	Mannaway Mannose Units/ miligrama	$\mu\text{S/cm}$	microSiemen/centímetro
		mS	miliSiemen/centímetro
		(-CH₃)	Grupos metilo

Índice

Conteúdo

Agradecimentos.....	i
Resumo	iii
Abstract	iv
Simbologia e Notações.....	v
Índice.....	vi
Índice de Figuras	x
Índice de Tabelas	xiii
1. Descrição do Trabalho de Estágio	1
1.1. Objectivos Propostos	1
1.2. Actividades Efectuadas.....	1
1.3. Estrutura da Dissertação.....	3
2. Introdução.....	4
2.1. Empresas.....	4
2.1.1. Unilever Multinacional	4
História	4
Missão.....	5
Princípios	5
2.1.2. Unilever Nacional - Indústrias Lever Portuguesa S.A.....	6
História	6
Missão.....	7
Produtos e Marcas	7
Higiene e Segurança dos Produtos	8
2.1.3. Parcerias em Portugal.....	9
Jerónimo Martins & Unilever.....	9
2.1.4. Segurança, Ambiente e Sociedade	11
2.1.5. SIG – Sistema Integrado de Gestão.....	13
Gestão e Política da Qualidade	14
Gestão e Política Ambiental	14
Gestão e Política da Segurança e Saúde no Trabalho	15
2.1.6. Rotulagem e embalagem dos produtos.....	16
2.2. Unidade de Produção	18

2.2.1.	PERSONAL CARE.....	19
2.2.1.1.	Champôs e Geles de banho.....	19
2.2.2.	HOME CARE.....	27
2.2.2.1.	Detergentes Líquidos.....	27
2.2.2.2.	Detergentes em pó.....	32
2.2.2.2.1.	Processo de produção de detergentes em pó.....	37
2.3.	Higiene Fabril.....	39
2.3.1.	Lavagem e Desinfecção.....	40
2.4.	Cargas Laboratoriais.....	42
2.4.1.	Testes de Estabilidade.....	42
2.5.	Validação do Método de Análise.....	44
3.	Materiais e Métodos.....	47
3.1.	Equipamento Utilizado.....	47
3.1.1.	Laboratório de Desenvolvimento.....	47
3.1.1.1.	Cargas Laboratoriais e Análises Físico-Químicas.....	47
3.1.2.	Laboratório de Controlo de Qualidade.....	51
3.1.2.1.	Calibrações no Auto analisador.....	51
3.1.2.2.	Recuperação de Enzimas no Auto analisador.....	51
3.1.2.3.	Análises aos Detergentes em pó.....	52
3.2.	Matérias-primas, Reagentes Utilizados.....	57
3.2.1.	Laboratório de Desenvolvimento.....	59
3.2.1.1.	Cargas Laboratoriais e Análises.....	59
3.2.2.	Laboratório de Controlo da Qualidade.....	61
3.2.2.1.	Calibrações no Auto analisador.....	61
3.2.2.2.	Recuperação de Enzimas no Auto analisador.....	62
3.2.2.3.	Análises aos Detergentes em pó.....	62
3.3.	Métodos Utilizados.....	63
3.3.1.	Laboratório de Desenvolvimento.....	63
3.3.1.1.	Testes de Estabilidade.....	63
3.3.2.	Laboratório de Controlo da Qualidade.....	65
3.3.2.1.	Calibrações no Auto analisador.....	65
3.3.2.2.	Recuperação de Enzimas no Auto analisador.....	66
3.3.2.3.	Análises aos Detergentes em pó.....	67
4.	Apresentação e Discussão dos Resultados.....	71

4.1.	Laboratório de Desenvolvimento.....	71
4.1.1.	Implementação de novas fórmulas de Detergentes Líquidos	71
4.1.1.1.	Projecto Crown - CIF Líquido Lava Tudo.....	71
4.1.1.2.	Projecto Blur	77
4.1.1.3.	Projecto Whitesnake.....	83
4.1.1.4.	Projecto Athens	87
4.1.1.5.	Projecto Domestos Clássico.....	92
4.1.1.6.	Projecto CIF Líquido com Lixívia de Limão	93
4.1.2.	Problemas Industriais.....	94
	Caso de Estudo 1	94
	Solução 1	95
	Solução 2	95
4.1.3.	Estudo da curva de viscosidade de uma carga feita na produção.....	96
4.1.4.	Estudo da curva de viscosidade do Vasenol Aloe Fresh.....	100
4.1.5.	Comparação da curva de viscosidade da Carga Laboratorial de Vasenol Aloe Fresh com a curva de viscosidade de Vasenol Nutri-Regeneração realizada na Produção.....	106
4.2.	Auditorias Internas de Higiene	108
	✓ Parque de tanques.....	108
	✓ Armazém de matérias-primas e embalagens.....	109
	✓ Linhas de Enchimento.....	110
4.3.	Laboratório de Controlo de Qualidade	111
4.3.1.	Validação do método de análise da enzima Mananase	112
4.3.1.1.	Recuperação da Enzima Mananase no Auto analisador	112
4.3.1.2.	Estudo da incerteza associada ao método de análise	115
4.3.2.	Comparação da fórmula César 5 com a nova fórmula Tang	118
5.	Conclusões e Sugestões para Trabalho Futuro	140
5.1.	Conclusões	140
5.2.	Sugestões para Trabalho Futuro.....	144
6.	Bibliografia	145
	Anexos	147
A.	Anexo A	147
	i. Função das matérias-primas.....	147
	ii. Lição Ponto a ponto	151
	✓ Determinação da viscosidade no Viscosímetro de Haake VT 500	151

B. Anexo B	152
i. Calibrações do Auto analisador	152
ii. Tabela de Padrões de Referência enzimáticos	154
iii. Determinação enzimática da Mananase	154
iv. Estudo da incerteza associada ao método de análise	156
C. Anexo C	158
i. Folhas de Carga de Detergentes Líquidos	158
ii. Folhas de Carga de Geles de banho	175
iii. Folhas de Carga de Champôs	179

Índice de Figuras

Figura 2.1: Logótipos das marcas de produtos de higiene pessoal produzidas pela Indústrias Lever Portuguesa, S.A.	7
Figura 2.2: Logótipos das marcas de produtos para o lar produzidas pela Lever	8
Figura 2.3: Exemplo do código de identificação utilizado pela Fábrica Lever	17
Figura 2.4: Estrutura da pele ^[9]	19
Figura 2.5: Cinco Camadas da Epiderme ^[12]	20
Figura 2.6: Esquema da estrutura e corte transversal de um fio de cabelo ^[9]	21
Figura 2.7: Fase de Crescimento e de Repouso ^[9]	22
Figura 2.8: Estrutura química do Lauriléter Sulfato de Sódio	23
Figura 2.9: Estrutura química do Amido propil betaína de coco	24
Figura 2.10: Descalcificadores da Fábrica Lever	26
Figura 2.11: Representação do arranjo das moléculas na interface água-ar ^[17]	28
Figura 2.12: Tensão superficial da solução em função da concentração de tensoactivo, indicando a CMC	28
Figura 2.13: Representação do arranjo micelar ^[18]	29
Figura 2.14: Emulsificação da gordura ^[18]	29
Figura 2.15: Estrutura molecular do Óxido de Amina ^[15]	30
Figura 2.16: Estrutura química do alquilbenzeno sulfonato de sódio (ABS) ^[15]	31
Figura 2.17: Estrutura química do alquilbenzeno sulfonato de sódio linear (LAS) ^[15]	31
Figura 2.18: Fases do Processo de Lavagem ^[21]	33
Figura 2.19: Mecanismo chave de branqueamento ^[26]	35
Figura 2.20: Representação do esquema do processo de fabrico de detergentes em pó	38
Figura 2.21: Tipos de desinfecção	41
Figura 3.1: Eléctrodo de pH	47
Figura 3.2: Viscosímetro Haake VT 500	48
Figura 3.3: Condutivímetro	48
Figura 3.4: Equipamento utilizado para a determinação do Teor em Cloro Livre... ..	48
Figura 3.5: Equipamento utilizado para a determinação do teor em Soda Livre	49
Figura 3.6: Balança de precisão e Picnómetro	49
Figura 3.7: Viscosímetro de Brookfield e caixa de Spindles	50
Figura 3.8: Auto analisador e segmento de amostras	51
Figura 3.9: Aparelho de medição de escoamento dinâmico	52
Figura 3.10: Amotrador <i>HD 22</i> da Fábrica Lever	52
Figura 3.11: Medidor cromático, CHROMAMETER–CR-400	53
Figura 3.12: Sistema de Refrigeração	53
Figura 3.13: Agitador de peneiros	53
Figura 3.14: Determinação da densidade de detergentes em pó	54
Figura 3.15: Material usado na determinação da matéria activa aniónica	54
Figura 3.16: Algum material usado na determinação da matéria não iónica	55
Figura 3.17: Material usado na determinação do Teor em Ácido Cítrico	55
Figura 3.18: Material usado na determinação do Teor em Oxigénio Livre e TAED56	55

Figura 3.19: Material usado na determinação do Teor em Enzimas	56
Figura 4.1: Carga realizada de CIF Líquido Madeiras	72
Figura 4.2: Distinção do produto padrão actual com o produto obtido através de uma carga laboratorial	73
Figura 4.3: Padrão da nova cor do Projecto Crown Wood	73
Figura 4.4: Alterações verificadas periodicamente CIF Líquido Madeiras Novo	74
Figura 4.5: Produto CIF Líquido Madeiras Actual, após seis semanas	75
Figura 4.6: Ilustração de algumas etapas da realização do detergente CIF Líquido Vinagre	76
Figura 4.7: Carga realizada de CIF Blur Amarelo	77
Figura 4.8: Cor original do produto CIF Blur Verde (PE e PP)	79
Figura 4.9: Resultados obtidos nas condições ao Sol e Lâmpada, após uma Semana (PP)	80
Figura 4.10: Resultados obtidos, após três Semanas, para embalagens de PE e PP	80
Figura 4.11: Cor original do produto CIF Blur Amarelo (PE e PP)	81
Figura 4.12: Verificação efectuada, após quatro Semanas, para embalagens de PE	82
Figura 4.13: Verificação efectuada, após quatro Semanas, para embalagens de PP	82
Figura 4.14: Ilustração de algumas etapas para realização do detergente CIF Creme Activo verde	83
Figura 4.15: Preparação do Pré-Mix	88
Figura 4.16: Aspecto final do produto Domestos Lixívia Espessa	88
Figura 4.17: Aspecto límpido do Produto final de duas cargas elaboradas	89
Figura 4.18: Influência no parâmetro Viscosidade para ambos os espessantes....	91
Figura 4.19: Influência do parâmetro pH para ambos os espessantes	91
Figura 4.20: Curva de Titulação.....	92
Figura 4.21: Carga de Vasenol Nutri-Regeneração vinda da produção.....	96
Figura 4.22: Variação da curva de viscosidade numa carga de Vasenol Nutri-Regeneração com Cloreto de Sódio	98
Figura 4.23: Variação do parâmetro pH.....	99
Figura 4.24: Ilustração das diferentes etapas da realização do gel de banho Vasenol Aloe Fresh	101
Figura 4.25: Variação da curva de viscosidade na carga laboratorial de Vasenol Aloe Fresh com Cloreto de Sódio	105
Figura 4.26: Curvas de viscosidades de geles de banho.....	106
Figura 4.27: Parque de tanques da Indústrias Lever Portuguesa, S.A.	108
Figura 4.28: Ilustração das nove medições	115
Figura 4.29: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro Amilase na fórmula C5.....	121
Figura 4.30: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro Protease na fórmula C5.....	122
Figura 4.31: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro Protease na fórmula Tang	123

Figura 4.32: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro Ácido Cítrico na fórmula C5.....	124
Figura 4.33: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro Ácido Cítrico na fórmula Tang	124
Figura 4.34: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro Matéria aniônica na fórmula C5.....	125
Figura 4.35: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro Matéria aniônica na fórmula Tang	126
Figura 4.36: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro não iônico na fórmula C5.....	127
Figura 4.37: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro não iônico na fórmula Tang	127
Figura 4.38: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro pH na fórmula C5.....	131
Figura 4.39: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro pH na fórmula Tang	131
Figura 4.40: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro TAED na fórmula C5.....	132
Figura 4.41: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro TAED na fórmula Tang	133
Figura 4.42: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro O ₂ Livre na fórmula C5.....	134
Figura 4.43: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro O ₂ Livre na fórmula Tang	135
Figura 4.44: Histograma e ilustração das 22 medições do parâmetro % de Finos na fórmula C5.....	136
Figura 4.45: Histograma e ilustração das 31 medições do parâmetro % de Finos na fórmula Tang	136
Figura 4.46: Histograma e ilustração das 22 medições do parâmetro % de grossos na fórmula C5.....	137
Figura 4.47: Histograma e ilustração das 31 medições do parâmetro % de grossos na fórmula Tang	138
Figura 4.48: Histograma e ilustração das 24 medições do parâmetro Escoamento na fórmula C5.....	139
Figura 4.49: Histograma e ilustração das 11 medições do parâmetro Escoamento na fórmula Tang	139
Figura A.1: Lição Ponto a ponto	151

Índice de Tabelas

Tabela 2.1: Linha temporal ^[1]	4
Tabela 2.2: Momentos chave da Indústrias Lever Portuguesa, S.A.....	6
Tabela 2.3: História da companhia Unilever Jerónimo Martins ^[36]	10
Tabela 2.4: Riscos Ambientais	11
Tabela 2.5: EPI's recomendados.....	12
Tabela 2.6: Procedimento recomendado ao tipo de resíduo ^[4]	12
Tabela 2.7: Linha de embalagem de Produtos Pessoais.....	18
Tabela 2.8: Linha de embalagem de Produtos Detergentes destinados ao lar	18
Tabela 2.9: Classificação atribuída às sujidades e sua forma de eliminação	32
Tabela 2.10: Acção específica de cada enzima ^[25]	37
Tabela 2.11: Código de avaliação atribuído aos testes de estabilidade.....	42
Tabela 2.12: Factores que influenciam a estabilidade de um produto	43
Tabela 3.1: Lista de matérias-primas.....	57
Tabela 3.2: Condições de medição	64
Tabela 3.3: Constituição das soluções preparadas para a determinação da recuperação da enzima Mananase.....	66
Tabela 4.1: Resultados da Carga Laboratorial de CIF Líquido Madeiras.....	72
Tabela 4.2: Resultados da primeira medição da carga laboratorial CIF Líquido Vinagre	76
Tabela 4.3: Resultados da segunda medição da carga laboratorial CIF Líquido Vinagre	76
Tabela 4.4: Resultados da Carga Laboratorial de CIF Blur.....	78
Tabela 4.5: Testes de Estabilidade efectuados ao CIF Blur Verde no frasco de PE	79
Tabela 4.6: Testes de Estabilidade efectuados ao CIF Blur Verde no frasco de PP	79
Tabela 4.7: Testes de Estabilidade efectuados ao CIF Blur Amarelo no frasco de PE.....	81
Tabela 4.8: Testes de Estabilidade efectuados ao CIF Blur Amarelo no frasco de PP.....	81
Tabela 4.9: Resultado da 1ª Carga Laboratorial de CIF Creme Activo verde, com novo perfume Cobra.....	84
Tabela 4.10: Resultado da 2ª Carga Laboratorial de CIF Creme Activo verde, com novo perfume Cobra.....	84
Tabela 4.11: Resultado da 3ª Carga Laboratorial com 10% de Hipoclorito de Sódio no CIF Creme Activo verde, utilizando novo perfume Cobra	85
Tabela 4.12: Resultado da 4ª Carga Laboratorial com 10% de Hipoclorito de Sódio no CIF Creme Activo verde, utilizando matérias-primas de outro lote e perfume actual Bright.....	85
Tabela 4.13: Resultados da 5ª Carga Laboratorial com 10% de Hipoclorito de Sódio no CIF Creme Activo verde, utilizando matérias-primas de outro lote e novo perfume Cobra.....	86
Tabela 4.14: Leitura da viscosidade de E1 sem e com C no Dia 1 e Dia 2.....	89

Tabela 4.15: Medição de parâmetros de Cargas PF1 e PF2	90
Tabela 4.16: Leitura da viscosidade de E2 sem e com C.....	90
Tabela 4.17: Resultados da Carga Laboratorial efectuada ao Domestos Clássico	92
Tabela 4.18: Resultados da Carga Laboratorial efectuada ao CIF Líquido Activo com Lixívia de Limão	93
Tabela 4.19: Especificações do Vasenol Nutri-Regeneração	94
Tabela 4.20: Resultados obtidos da medição do Produto com parâmetros dentro do especificado.....	94
Tabela 4.21: Resultados obtidos da medição do Produto de Baixa Viscosidade...	94
Tabela 4.22: Resultados experimentais de uma carga de Vasenol Nutri-Regeneração feita na Produção	97
Tabela 4.23: Resultados obtidos no dia da elaboração da carga laboratorial sem Cloreto de sódio	101
Tabela 4.24: Resultados experimentais da Carga Laboratorial de Vasenol Aloe Fresh	102
Tabela 4.25: Resultados para o estudo da incerteza	115
Tabela 4.26: Parâmetros estatísticos	116
Tabela 4.27: Especificação da amostra em estudo	116
Tabela 4.28: Resultados de incertezas obtidas para este método.....	117
Tabela 4.29: Propriedades relativas às fórmulas C5 e Tang *	118
Tabela 4.30: Alguns parâmetros medidos na fórmula César 5	119
Tabela 4.31: Alguns parâmetros medidos na fórmula Tang	120
Tabela 4.32: Médias e Desvios padrão obtidos para o Ácido Cítrico	125
Tabela 4.33: Parâmetros estatísticos para a Matéria aniónica	126
Tabela 4.34: Parâmetros estatísticos para a Matéria não iónica	128
Tabela 4.35: Alguns parâmetros medidos na fórmula César 5	129
Tabela 4.36: Alguns parâmetros medidos na fórmula Tang	130
Tabela 4.37: Médias e Desvios Padrão obtidos para o pH	132
Tabela 4.38: Parâmetros estatísticos para o teor em TAED	133
Tabela 4.39: Parâmetros estatísticos obtidos da medição do O ₂ livre	135
Tabela A.1: Função das matérias-primas	147
Tabela B.1: Padrões de Referência enzimáticos	154
Tabela B.2: Actividade enzimática dos valores médios	155
Tabela B.3: Actividade enzimática de cada medição para o cálculo da incerteza	156
Tabela B.4: Análise de incertezas	157
Tabela B.5: Tabela t-student	157

1. Descrição do Trabalho de Estágio

A Tese de Mestrado relativa ao estágio curricular da aluna Cláudia Susana Craveiro França, realizado nas Indústrias Lever Portuguesa, teve em vista o contacto com vários elementos imprescindíveis à formação como estudante e ao futuro profissional.

A aquisição destes elementos e sua aplicação foram uma mais valia, devido ao contacto directo com uma unidade fabril.

O estágio teve como orientadores, na Fábrica Lever, a Doutora Vera Sousa e na faculdade, a Professora Doutora Isabel Fonseca.

O estágio realizado na Fábrica Lever, cidade de Sacavém, decorreu num período de seis meses, de Abril de 2010 a Outubro de 2010.

1.1. Objectivos Propostos

O estágio realizado abrangeu a elaboração de diversas tarefas associadas à produção e comercialização de produtos cosméticos e de detergentes, tendo como objectivo envolver a integração da aluna em ambiente fabril e desenvolver aspectos relativos à produção, qualidade, requisitos legais, desenvolvimento e optimização do processo de fabrico.

1.2. Actividades Efectuadas

O plano de estágio proposto permitiu a inserção em diversas actividades paralelas, associadas a vários projectos em desenvolvimento, dos quais se destacam:

Laboratório de Desenvolvimento

→ Implementação de novas fórmulas de detergentes líquidos e optimização dos novos processos de fabrico associados aos seguintes projectos:

- ✓ Projecto Crown;
- ✓ Projecto Blur;
- ✓ Projecto Whitesnake;
- ✓ Projecto Athens;
- ✓ Projecto Domestos Clássico;
- ✓ Projecto CIF Líquido com Lixívia de Limão.

- Resolução de um problema industrial surgido na Produção.
- Estudo comparativo da curva de viscosidade da Carga Laboratorial de Vasenol Aloe Fresh com a curva de viscosidade de Vasenol Nutri-Regeneração realizada na Produção.

Laboratório de Controlo de Qualidade

- Acompanhamento de novos projectos de Detergentes Pós:
 - ✓ Comparação da fórmula César 5 com a nova fórmula Tang.
- Validação do método de análise da enzima Mananase no Auto analisador.

- Auditorias Internas de Higiene realizadas em diversos pontos da indústria:
 - ✓ Parque de Tanques;
 - ✓ Armazém de Matérias-Primas e Embalagens;
 - ✓ Linhas de Produção: - Strunck; - Ronchi, - Corniani.

As actividades desenvolvidas no âmbito dos projectos mencionados foram as seguintes:

- Elaboração de cargas laboratoriais de novos produtos fabricados pela Lever tendo em vista a análise do comportamento antes da produção industrial.
- Acompanhamento dos testes laboratoriais associados à aprovação de novas fórmulas do produto.
- Elaboração de métodos de análise físico-químicos.
- Colaboração com o Departamento de Produção na procura de soluções para os problemas industriais surgidos durante a produção.
- Acompanhamento no Departamento da Produção da implementação de novos produtos e tecnologias.
- Verificação dos procedimentos internos de Lavagem e Desinfecção do equipamento da Fábrica (linhas de embalagem, produções), efectuando auditorias internas de higiene, de modo a assegurar o cumprimento dos requisitos de higiene e qualidade.

1.3. Estrutura da Dissertação

Esta tese está organizada em cinco capítulos. No capítulo I, faz-se uma breve descrição dos objectivos propostos e das actividades efectuadas.

No capítulo II, far-se-á uma revisão histórica sobre a evolução empresarial da Unilever, destacando-se a importância da implementação do SIG. De seguida apresentar-se-á a constituição e o funcionamento da pele e do couro cabeludo; os componentes básicos das formulações utilizadas em champôs, detergentes líquidos e detergentes em pó; a importância da lavagem e desinfecção nos equipamentos utilizados. De seguida são abordados os fundamentos teóricos relativos à validação do método de análise da enzima Mananase. Ainda neste capítulo serão referidos todos os conceitos teóricos necessários para a compreensão das tarefas de estágio.

No capítulo III, apresenta-se o equipamento manuseado; todas as matérias-primas envolvidas e os diferentes métodos utilizados para a análise de parâmetros.

No capítulo IV, existe informação relativa às alterações de matérias-primas para cada produto, registando-se as etapas ao longo do seu fabrico. Os objectivos de cada projecto e os seus resultados são apresentados e discutidos ao longo deste capítulo.

Alguns problemas pontuais a nível industrial foram resolvidos, salientando-se o caso do produto Vasenol Nutri-Regeneração que apresentou um parâmetro fora do especificado.

Efectuaram-se auditorias internas a diversas secções na fábrica Lever, com a finalidade de detectar necessidades e superá-las.

O método de análise da enzima Mananase foi validado, através do estudo da taxa de recuperação.

Por fim, recolheram-se os dados relativos à medição dos parâmetros referentes aos detergentes em pó de duas formulações da gama Skip e estudaram-se as diferenças das formulações e sua influência nestes.

No capítulo V, registaram-se as conclusões do trabalho e sugerem-se as perspectivas futuras deste estudo.

2. Introdução

2.1. Empresas

2.1.1. Unilever Multinacional

História

A Unilever é uma empresa anglo-holandesa, implementada desde 2 de Setembro de 1929 mediante um acordo estabelecido entre a indústria inglesa de sabão, a *Lever Brothers* e a indústria holandesa de margarinas, a *Margarine Union* ^[1].

Tabela 2.1: Linha temporal ^[1]

Século XIX	Em 1872, os Jurgens disputavam o mercado valioso da margarina com os Van den Bergh. Este produto holandês espalhou-se rapidamente pelo continente europeu e pela Grã Bretanha. Em 1884, a Lever & Co inicia a produção de sabão Sunlight Soap, um produto revolucionário que ajudou a popularizar a limpeza e higiene na Inglaterra Vitoriana.
1900	A Unilever inicia a produção de produtos feitos à base de óleos e gorduras. A expansão da empresa e procura de matérias-primas supera as expectativas alcançadas.
1910	Devido a difíceis condições económicas que surgiram durante a Primeira Guerra Mundial, muitas das empresas formaram associações comerciais para defenderem os seus interesses comuns.
1920	Algumas empresas tentavam travar a expansão dos seus concorrentes, ao passo que outras empresas optaram por fusões empresariais, surgindo a Unilever.
1930	A Unilever passou por momentos difíceis, em 1939, devido ao início da Segunda Guerra Mundial, porém a empresa continuava a diversificar o seu grupo de produtos. A Unilever adquiriu novas empresas, de forma a investir em novos mercados, como o da comida congelada.
1940	As operações da Unilever começam a fragmentar-se, mas o negócio continua a expandir-se no mercado alimentar. Existe um aumento do investimento em desenvolvimento e investigação.
1950	Surgem novos mercados e novos produtos, tais como: o uso de sabão em pó (1953), o uso de detergente sintético em pó, com OMO (1957).
1960	À medida que a economia mundial se expande, o mesmo acontece com a Unilever. Ocorre o desenvolvimento de novos produtos e consequente entrada em novos mercados, gerando um programa de aquisições ambicioso.
1970	Em 1970 surge a margarina cremosa, Doriana. Em 1978, a Unilever adquiriu a Lipton Internacional, tornando o seu negócio de chás um dos maiores do mundo.

1980	A Unilever é nesta altura uma das maiores empresas do mundo, concentra atenções nos seus negócios, em produtos e em marcas essenciais com grande quota de mercado e com potencial crescimento.
1990	O negócio da Unilever estende-se por toda a Europa Central e do Leste com um total de quatrocentas marcas.
Século XXI	Para o produto ter uma boa aceitação, é necessária uma satisfação geral dos consumidores. Para tal, iniciou-se um novo plano estratégico de cinco anos, definindo as operações de venda e conservação do produto.

A Unilever opera a nível mundial divulgando produtos de boa qualidade e está presente em 150 Países, empregando cerca de 174 mil pessoas. A empresa atrai a confiança dos seus consumidores pois a segurança dos produtos é sempre considerada na altura em que se desenha um novo produto ou processo ^[1].

Missão

Segundo William Hesketh Lever, fundador da empresa Lever Brothers, a missão da empresa consistia em mudar a mentalidade das pessoas relativa à limpeza, diminuindo o trabalho das mulheres, ajudando a higiene e saúde, fomentando a beleza pessoal, enriquecendo as pessoas com o usufruto dos seus produtos e por isso criou o sabão Sunlight ^[1].

Assim, a higiene, saúde, beleza e cuidado pessoal têm actualmente um papel fulcral na vida das pessoas.

A missão da Unilever centra-se na vitalidade, empenho em fazer crescer o negócio sob orientação de questões de saúde, higiene e de nutrição ^[1]. A Unilever está constantemente a melhorar o perfil dos seus produtos e a proporcionar aos consumidores uma vasta gama de opções saudáveis e mais naturais ^[1].

Princípios

De forma a proporcionar o crescimento dos produtos no mercado, a Unilever define como princípios orientadores ^[1]:

→ Apresentar um impacto positivo

Existe um desejo acrescido de causar impacto positivo, através das suas marcas, operações, relações comerciais, contribuições voluntárias e de qualquer outra forma que estabeleça o compromisso com a sociedade.

→ Manter um compromisso contínuo

A Unilever compromete-se a melhorar os impactos ambientais e empenha-se, a longo prazo, no desenvolvimento de um negócio sustentável.

→ Trabalhar com integridade

O trabalho partilhado com os fornecedores, tal como, com todas as pessoas, exige respeito, integridade e lealdade que são padrões que a Unilever defende.

O código de parceiros de negócios e o código da Unilever, unificam-se abrangendo dez princípios, um dos quais diz respeito à integridade nos negócios e responsabilidades relacionadas à organização, funcionários, consumidores e meio ambiente.

2.1.2. Unilever Nacional - Indústrias Lever Portuguesa S.A.

História

A história da Indústrias Lever Portuguesa S.A. inicia-se em 1950, data na qual foi fundada a fábrica em Sacavém. A produção e comercialização por parte da fábrica iniciou-se a partir de 1952, comercializando inicialmente o sabão Sunlight e após esta data, inicia-se uma diversificação dos produtos produzidos e expansão progressiva para vários mercados.

Alguns momentos chave desta expansão estão registados na tabela 2.2.

Tabela 2.2: Momentos chave da Indústrias Lever Portuguesa, S.A.

1955	Início do desenvolvimento e fabrico de detergentes em pó na Torre e comercialização da marca OMO.
1957	Fabrico de produtos de Higiene Pessoal, a brilhantina
1961	Início da produção e fabrico de Dentífricos
1962	Início da produção e fabrico de Champôs
1974 a 1983	Reformulação da fábrica a nível da torre
1984	Arranque da nova fábrica de detergentes líquidos
1991	Construção da fábrica de lixívias
1997	Sistema de Gestão e Qualidade foi certificado pela APCER, de acordo com a Norma NP EN ISO 9002
1999	Sistema de Gestão Ambiental foi certificado pela APCER, de acordo com a norma ISSO 14001
2000	Optou-se pela utilização de gás natural como combustível da torre de atomização. Implementou-se um Sistema Integrado de Gestão.

Missão

O objectivo da Indústrias Lever Portuguesa, S.A. é fornecer produtos para melhorar a qualidade de vida das pessoas, garantindo segurança, proximidade e eficácia. A vitalidade dada pela Lever dirige-se aos consumidores, colmatando as suas necessidades diárias de higiene e alimentação, com marcas que ajudam as pessoas a sentirem-se bem ^[1].

Produtos e Marcas

Existem dois segmentos de mercado nos quais os produtos da Lever se encontram inseridos. Os segmentos de mercado estão divididos em Produtos de Higiene Pessoal e em Produtos destinados à limpeza do Lar.

Produtos de Higiene Pessoal

Dentro da gama de produtos, a empresa multinacional, Unilever, actua em diversos segmentos de cosméticos, entre os quais se destacam os champôs, sabonetes, geles de banho, desodorizantes, sprays, cremes de barba e dentífricos. Porém, a empresa nacional, Lever, apresenta uma gama mais estreita de produtos, diversificando o seu mercado em segmentos de cosméticos de champôs, geles de banho, cremes de barbear e dentífricos, focando-se em determinadas marcas.



Figura 2.1: Logótipos das marcas de produtos de higiene pessoal produzidas pela Indústrias Lever Portuguesa, S.A.

Produtos destinados ao Lar

No mercado de produtos destinados ao lar, a empresa multinacional, Unilever, actua nos segmentos de detergentes em pó para lavar a roupa na máquina e à mão, detergentes líquidos para lavar a loiça e a roupa, e lixívia para o chão e roupa.

A Lever Portuguesa tem uma gama de produtos idêntica. Algumas das marcas fabricadas pela empresa nacional, estão indicadas na figura 2.2.



Figura 2.2: Logótipos das marcas de produtos para o lar produzidas pela Lever

Higiene e Segurança dos Produtos

A Indústrias Lever Portuguesa garante produtos com um nível elevado de qualidade e segurança, desempenhando as etapas de produção e comercialização.

De forma a dar a garantia aos produtos, a empresa tem o apoio do SEAC (Safety & Environmental Assurance Centre) - Centro de Garantia Ambiental e de Segurança, que tem um papel fundamental na garantia e suporte de segurança dos produtos. Desta forma, as decisões sobre a segurança dos produtos são tomadas por equipas multifacetadas que avaliam e identificam o risco, independentemente de considerações comerciais ^[1].

2.1.3. Parcerias em Portugal

Jerónimo Martins & Unilever

A ligação entre o Grupo Jerónimo Martins e a Unilever iniciou-se há mais de 60 anos com a comercialização de produtos da multinacional por parte do importador português. O Grupo Jerónimo Martins iniciou a sua actividade na Indústria no final da década de 30, tendo como grande marco a inauguração da Fábrica Fima (Fábrica Imperial de Margarina, Lda.) em 1944, dedicada à produção de margarinas e óleos alimentares ^[2].

O grande momento de expansão do Grupo nesta actividade ocorreu em 1949, data na qual se estabeleceu uma *joint venture* com a multinacional anglo-holandesa Unilever, cujos produtos eram comercializados por Jerónimo Martins. Este acordo de parceria resultou na fusão de empresas Fima VG, Lever Elida e Olá.

A evolução histórica da parceria Jerónimo Martins & Unilever está representada na tabela 2.3, mencionando as datas mais relevantes.



Tabela 2.3: História da companhia Unilever Jerónimo Martins ^[36]



2.1.4. Segurança, Ambiente e Sociedade

O objectivo desta secção consiste em definir o modo de actuação em caso de acidentes de trabalho, o que fazer com cada um dos resíduos perigosos gerados nas operações de produção e embalagem, a contribuição dos produtos na saúde e na vida das pessoas.

Segurança

Os riscos profissionais englobam os riscos de operação (segurança no trabalho) e riscos de ambiente (higiene no trabalho). É necessário identificar e controlar os riscos de operação (associados ao local de trabalho e ao processo produtivo), de forma a prevenir acidentes de trabalho. Por outro lado, identificar e controlar os agentes físicos, químicos, biológicos e ergonómicos que existem no ambiente de trabalho, para prevenir doenças profissionais ^[3].

Dos riscos existentes, alguns merecem especial atenção dos operários das Indústrias Lever Portuguesa, S.A. e encontram-se a seguir referenciados:

→ Riscos de Operação:

- Derrames de matérias-primas e produtos;
- Quedas de objectos e Movimentação de cargas;
- Golpes, projecções de líquidos e quedas.

→ Riscos Ambientais:

Tabela 2.4: Riscos Ambientais

Riscos Químicos: -Poeiras -Gases -Vapores	Riscos Físicos: -Ruído -Vibrações -Iluminação
Riscos biológicos: -Contaminação por bactérias	Riscos “ergonómicos”: -Fisiológicos

Para evitar a ocorrência destes riscos, é necessário usar obrigatoriamente EPI's (Equipamentos de Protecção Individual) consoante o local de trabalho e o local do corpo a proteger. Na tabela 2.5 faz-se referência aos riscos existentes e equipamentos recomendados ^[3].

Tabela 2.5: EPI's recomendados

Risco	Local de protecção	Equipamento recomendado
Queda de objectos	Cabeça	Capacete
Queda de materiais	Pés	Botas de biqueiras de aço
Agressões químicas, térmicas e mecânicas	Mãos	Luvas de látex, couro e nitrilo
Reacções alérgicas	Vias respiratórias	Máscaras
Projecções	Olhos e Face	Óculos e viseiras de protecção
Perturbações auditivas	Ouvidos	Tampões de ouvidos (auriculares); Abafadores (auscultadores).

É preferível ter custos em EPI's que previnem o acidente de trabalho, do que ter custos em reparar os acidentes ^[3].

Ambiente

As actividades associadas a todos os resíduos perigosos, gerados nos diversos equipamentos das Indústrias Lever, devem seguir a respectiva instrução de trabalho conforme se refere na tabela 2.6 ^[4]:

Tabela 2.6: Procedimento recomendado ao tipo de resíduo ^[4]

Resíduos	Destino
Solventes e Diluentes	Recolhidos num tambor metálico de cerca de 25 litros. Recuperação noutra empresa
Desperdícios e EPI contaminados com óleo	Depositados nos bidons dedicados, devendo ser enviados para o operador de resíduos.
Resíduos Hospitalares	Existem dois contentores, destinados para a deposição de resíduos hospitalares, um para "Pensos de tratamento e afins" e outro "Seringas e agulhas" devidamente assinalados no Posto Médico.
Material contendo resíduos de enzimas	Materiais e resíduos contendo enzimas são tratados de acordo com as instruções SA-IT-05 "Deposição de Resíduos Laboratoriais contaminados com enzimas" e PD-IT-51 "Desactivação enzimática de filtros e de sacos provenientes de derrames enzimáticos".

É muito importante seguir todos os procedimentos recomendados (Tabela 2.6), de forma a reduzir resíduos e causar menor impacto ambiental.

A Unilever tem em conta o respeito pelo ambiente, minimizando o emprego de água e energia, utilizando projectos de melhoria contínua, pondo em prática a metodologia KAIZEN.

Sociedade

A Unilever tem uma posição relevante na sociedade, oferecendo as melhores marcas e garantindo qualidade e segurança nos seus produtos. Assume responsabilidade social, organizando campanhas humanitárias para auxiliar pessoas e associações, promovendo os seus produtos e alertando os consumidores para eventuais perigos.

2.1.5. SIG – Sistema Integrado de Gestão

A adopção do Sistema Integrado de Gestão da Qualidade, Ambiente, Segurança e Saúde no Trabalho é vista como uma decisão estratégica que afecta as organizações como um todo, envolvendo primeiro os fornecedores, os fabricantes, os colaboradores, e por fim os clientes e a sociedade ^[5].

A certificação do Sistema de Gestão Integrado obedece a normas relevantes de: Qualidade (NP EN ISO 9001:2000); Ambiente (NP EN ISO 14001), Segurança, Higiene e Saúde no Trabalho (OHSAS 18001) e Segurança da Informação (ISO 27001) ^[5].

Com o Sistema Integrado de Gestão, as Organizações demonstram mais segurança e empenho, motivadas pela satisfação dos seus clientes e da sociedade em geral. Conseguem otimizar recursos e melhorar a sua imagem corporativa.

A implementação do SIG apresenta as seguintes vantagens competitivas ^[6]:

- Atrair confiança dos clientes actuais e potenciais;
- Aumentar a motivação dos colaboradores;
- Melhorar a imagem da organização;
- Obter uma vantagem competitiva relativamente à concorrência;
- Otimizar os processos;
- Prevenir as reclamações, impactos ambientais e riscos;
- Evoluir na sustentabilidade da organização;
- Apresentar uma nova dinâmica de gestão;
- Criar uma cultura no sentido da melhoria contínua da organização.

Este Sistema visa satisfazer as necessidades do cliente com um mínimo de custos possível e a sociedade envolvente, com menor impacto ambiental.

Gestão e Política da Qualidade

A Gestão da Qualidade consiste em controlar os processos de modo a obter um produto de qualidade. A palavra qualidade engloba a satisfação do cliente após o trabalho (sem ocorrência de falhas), desde a sua fase de concepção até ao serviço pós-venda, passando por todas as restantes etapas do processo de criação, como a produção, comercialização e administração ^[34].

A Política da Qualidade da Unilever apresenta princípios, pelos quais a empresa se orienta, garantindo a qualidade dos seus produtos. A Unilever rege-se por ^[2]:

- Satisfazer plenamente os seus clientes, colocando-os no centro da sua actividade, de forma a colmatar as suas necessidades e exigências reflectidas nos produtos;
- Garantir a segurança dos seus produtos e consumidores, estabelecendo padrões rigorosos de qualidade que asseguram a produção e o fornecimento de produtos seguros e de alta qualidade;
- Qualidade é de responsabilidade multifacetada e partilhada, i.e. todos os elementos da fábrica são responsáveis pela qualidade do produto final;
- Estabelecer parceria com os fornecedores, privilegiando aqueles que respeitem pormenorizadamente os padrões de qualidade;
- Implementar sistemas, que melhorem continuamente a qualidade dos produtos e serviços para melhor desenvolver os seus processos e modos operatórios.

Gestão e Política Ambiental

A Gestão Ambiental visa reduzir os impactos ambientais das actividades de uma Organização que gere resíduos, subprodutos, águas residuais, emissões gasosas e ruído ^[34].

A Unilever Jerónimo Martins aposta numa política activa na área ambiental, considerando a preservação do ambiente, um factor indispensável na condução dos seus negócios e da sua evolução económica. O trabalho em colaboração com

outras entidades promove a defesa do ambiente e difunde boas práticas nesta matéria ^[1].

Segundo as directrizes mundiais da Unilever, para os cuidados com o meio ambiente, foram estabelecidos os seguintes objectivos ^[2]:

- Satisfazer as preocupações ambientais dos consumidores e trabalhadores. A empresa colabora com os seus parceiros de negócio, desenvolve a sua actividade e assume a responsabilidade na óptica do desenvolvimento sustentável;
- Melhorar continuamente o desempenho ambiental das suas actividades;
- Cumprir a legislação ambiental aplicável e preparar a futura regulamentação, bem como observar outros requisitos relevantes;
- Adoptar boas práticas ambientais, de forma a melhorar a performance ambiental.

Gestão e Política da Segurança e Saúde no Trabalho

A Gestão da Segurança e Saúde no Trabalho (SST) visa minimizar os riscos resultantes do trabalho numa Organização para protecção dos trabalhadores ^[34].

A Política da Segurança visa o desenvolvimento de um plano seguro de trabalho, cujas condições de operação sejam melhoradas. A Unilever visa os seguintes objectivos:

- Reconhecer os direitos dos trabalhadores. A segurança e saúde no ambiente de trabalho são melhorados porque os objectivos e as responsabilidades são definidos;
- Obedecer a padrões de segurança e saúde no trabalho, de forma a minimizar riscos e evitar acidentes;
- Adoptar e melhorar as práticas efectuadas pelos trabalhadores, promovendo a sua formação, avisando-os à cerca dos perigos que estão associados ao seu local de trabalho, bem como informá-los dos EPI's recomendados.

2.1.6. Rotulagem e embalagem dos produtos

Antes da introdução no mercado, de produtos cosméticos e de higiene corporal, estes devem ser notificados à autoridade competente do país de fabrico. O cumprimento do disposto na legislação é de inteira responsabilidade dos fabricantes e dos responsáveis pela colocação no mercado. Segundo, o decreto-lei n.º296/98 de 25 de Setembro, são regulamentadas as regras a que devem obedecer os requisitos de qualidade, a rotulagem, a publicidade, a colocação no mercado, o fabrico e o acondicionamento destes produtos ^[7].

O rótulo, é o elo de ligação do produto ao consumidor, é um conjunto de indicações que visa dirigir a atenção do consumidor para o produto cosmético, com o fim de promover a sua aquisição. Este elemento deve veicular informação que ajude o consumidor a fazer uma escolha adequada, utilização correcta do produto, nível de conservação e consumo.

As menções obrigatórias que um rótulo deve conter, são ^[7]:

- i) Denominação Comercial do Produto – forma de apresentação do produto e o estado físico em que o mesmo se encontra.
- ii) Lista de ingredientes – deve ser indicada no respectivo processo fabrico.
- iii) Nome da companhia, respectivo correio electrónico, endereço do fabricante (se estabelecido na comunidade europeia) e telefone.
- iv) Conteúdo nominal – expresso em peso ou em volume, excepto para as amostras gratuitas.
- v) Período após abertura – representado por um símbolo, que identifica a vida útil do produto cosmético, após o frasco ter sido aberto pela primeira vez. O período de tempo é representado de forma compacta, com o número de meses, seguidos pela letra “M”.
- vi) Símbolo Ponto Verde – As empresas que aderem a esta sociedade ficam autorizadas a marcar as suas embalagens com o símbolo ponto verde.

- vii) Instruções de utilização e precauções especiais – indicações sobre o modo de utilização e medidas recomendadas sobre a atitude a tomar.
- viii) Identificação de fabrico – o produto deve ter rastreabilidade.

O código de identificação utilizado pela Fábrica Lever está representado na Figura 2.3, sendo constituído por quatro dígitos; o primeiro dígito é referente ao último algarismo do ano de fabrico, o segundo dígito refere-se ao dia em que o produto foi embalado, o terceiro dígito corresponde à máquina de fabrico e o quarto dígito refere-se ao local e hora de embalagem.

É de referir que se podem utilizar outros códigos.

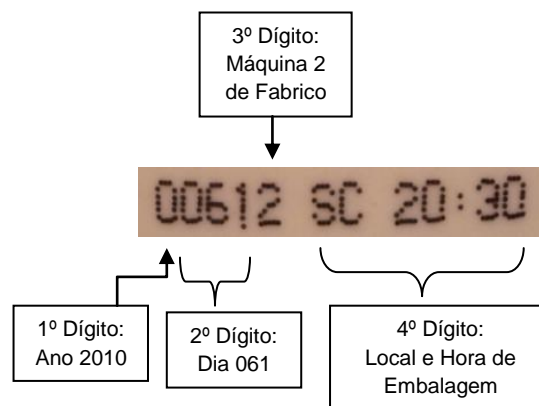


Figura 2.3: Exemplo do código de identificação utilizado pela Fábrica Lever

Os rótulos são importantes pois permitem boa comunicação visual; transmitem legibilidade e asseguram informação verdadeira. Os objectivos da Política de Comunicação, baseiam-se em informar e persuadir a aceitação do produto, orientados pelo preço, prestígio, valores e desempenho do mesmo. Esta política estuda e acompanha o desenvolvimento do produto no mercado, minimizando o risco e ameaças da concorrência. Tem como finalidade divulgar o produto e deixar uma mensagem rápida e clara aos desconhecedores e futuros aderentes ^[8].

2.2. Unidade de Produção

As Indústrias Lever Portuguesa, S.A, têm impacto na sociedade, oferecendo uma diversidade de produtos e proporcionando uma melhor qualidade de vida. Esta encontra-se constituída por duas unidades produtivas, designadas por *Personal Care*, distinguindo os champôs, geles de banho, dentífricos e cremes de barbear e por *Home Care*, destacando todos os produtos detergentes destinados ao lar.

Cada produto é fabricado obedecendo a uma especificada fórmula, no entanto todos envolvem a sequência de operações, designadas por: Mistura, Armazenamento e Linha de Embalagem.

Na produção de Produtos Pessoais, os champôs e os geles de banho são fabricados no mesmo misturador, pelo que os restantes são fabricados em misturadores distintos. A etapa posterior à fabricação e armazenamento designa-se de “Linha de Embalagem”, cujos produtos são separados em linhas diferentes, conforme se refere na Tabela 2.7.

Tabela 2.7: Linha de embalagem de Produtos Pessoais

<i>Personal Care</i>	Linha de Embalagem
Champôs	“Ronchi”
Geles de banho	“Strunck”
Dentífricos e Creme de barba	“Arenco”

Os Produtos destinados à limpeza do lar são fabricados em três instalações distintas; uma destinada à produção de detergentes líquidos com lixívia, outra à produção de detergentes líquidos para a loiça/ limpeza de casa e ainda outra à produção de detergentes pós, realizada na torre. Para cada uma destas instalações estão associadas diferentes linhas de embalagem (Tabela 2.8).

Tabela 2.8: Linha de embalagem de Produtos Detergentes destinados ao lar

<i>Home Care</i>	Linha de Embalagem
Detergentes com Lixívia	“Domestos”
Detergentes Líquidos	“Corniani”
Detergentes pós	“MEP”

Neste subcapítulo serão abordadas as diferentes unidades de produção, o contributo e acção de cada produto, o desempenho dos principais componentes, bem como a descrição das reacções e de processos.

2.2.1. PERSONAL CARE

2.2.1.1. Champôs e Geles de banho

Os produtos Personal Care desempenham um papel importante na estética, na limpeza e na saúde do nosso corpo. A formulação de um champô ou gel de banho é combinada de forma a obter um produto capaz de eliminar as sujidades que se encontram na superfície cutânea e no couro cabeludo, sem o danificar.

A pele é o revestimento externo do corpo humano que protege os órgãos internos do ambiente externo, contém terminações nervosas, regula a temperatura corporal e a reserva de nutrientes ^[9]. A pele é o maior órgão e as células que se perdem pelo desgaste, estão constantemente a ser substituídas. É necessário um gel de banho adequado que dê benefícios à pele, hidratando-a, suavizando-a, regenerando e protegendo-a contra os germes ^[10].

A pele é constituída por três camadas; a hipoderme (tecido subcutâneo que contém gordura e actua como reserva energética), a derme (contém a maioria dos elementos vivos) e a epiderme (reveste e protege o interior, com uma camada externa de células mortas que formam um revestimento de protecção resistente: a camada córnea) ^[16]. A estrutura da pele está representada na Figura 2.4.

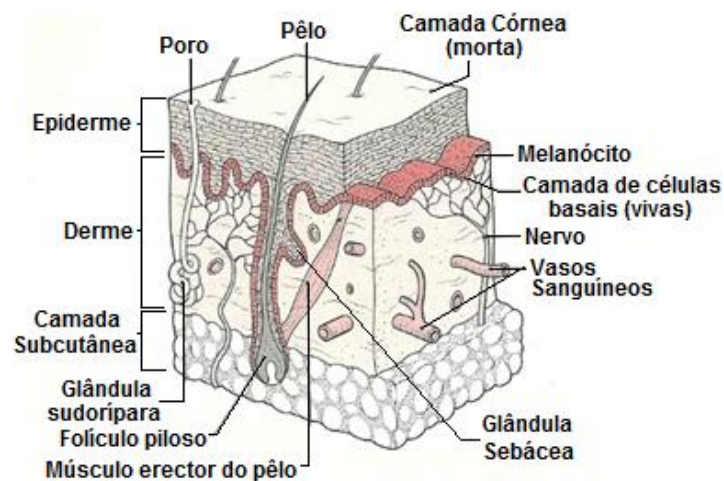


Figura 2.4: Estrutura da pele ^[9]

A derme é composta de tecido conjuntivo que aloja diversas estruturas especializadas como; os folículos pilosos, as glândulas sudoríparas e as glândulas sebáceas que produzem uma substância oleosa denominada sebo. A derme contém também vasos sanguíneos, vasos linfáticos e nervos ^[9].

A epiderme é a parte exterior da pele, constituída por células achatadas, designadas por células epiteliais, dispostas em cinco camadas: germinativa ou basal, espinhosa, granulosa, lúcida e córnea ^[12]. As cinco camadas estão representadas na Figura 2.5.

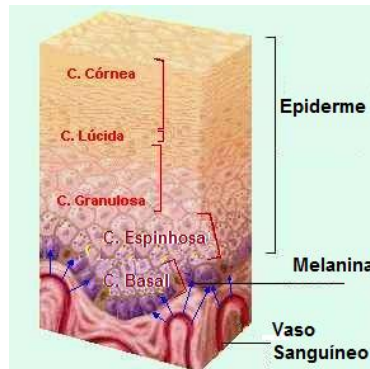


Figura 2.5: Cinco Camadas da Epiderme ^[12]

A camada germinativa ou basal está em contacto com a derme, é constituída por células cúbicas pouco diferenciadas que se dividem continuamente, dando origem a todas as outras camadas. As células vão sofrendo modificações graduais na sua forma e composição química até chegarem à superfície, onde perdem o núcleo a nível da camada córnea e se descamam naturalmente. Este deslocamento de células é constante e o ciclo completo ocorre no período de duas semanas em pessoas jovens e cerca de trinta e cinco dias para pessoas com mais de cinquenta anos de idade. A intensa actividade mitótica é responsável pela renovação das células da epiderme ^[12].

A camada espinhosa apresenta um sistema de adesão celular através de tonofibrilas, que dá o formato espinhoso às células nela presentes. A camada granulosa é constituída por células achatadas, com grânulos de queratina proeminentes e outros com substância extracelular e outras proteínas (colagénios). A camada lúcida é constituída por uma camada fina e transparente.

A camada córnea é constituída por células achatadas sem núcleo com grande quantidade de filamentos, nomeadamente, a queratina ^[12].

A pele é um órgão sensorial que contém muitas células sensíveis ao toque, à temperatura, à dor, à pressão e à comichão. Intervém também na manutenção da temperatura constante do corpo, por exemplo, quando o corpo está quente, as glândulas sudoríparas segregam suor (que arrefece o corpo) e os vasos

sanguíneos da derme dilatam-se para dissipar o calor, se o corpo está frio, os vasos sanguíneos da pele contraem-se, o que conserva o calor do corpo ^[9].

O cabelo, os pêlos e as unhas são extensões da pele compostas principalmente por queratina, que é uma substância proteica dura e é o principal constituinte da parte exterior da epiderme ^[9].

O cabelo é uma estrutura filiforme composta por células mortas cheias de queratina. A raiz de cada cabelo encontra-se num pequeno orifício da pele chamado orifício do folículo piloso ^[9].

A haste do cabelo é a parte do fio que emerge do couro cabeludo. Cada haste é constituída por um núcleo esponjoso semioco (a medula), uma camada circundante de fibras longas e finas (o córtex) e, no exterior, várias camadas de células sobrepostas (a cutícula) ^[9], conforme está representado nas Figuras 2.6 e 2.7.

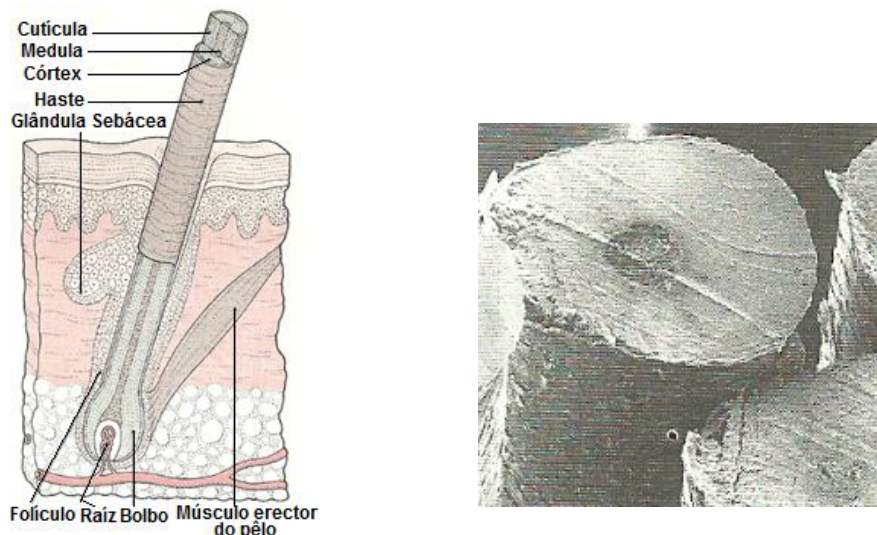


Figura 2.6: Esquema da estrutura e corte transversal de um fio de cabelo ^[9]

A cutícula sofre agressões externas (por ex.: sol, chuva, poluição), agressões por acção mecânica (por ex.: escovar, pentear) e transformações químicas (por ex.: relaxamento, permanente, colorações e reflexos) ^[9].

Durante a fase de crescimento de um cabelo, a raiz está firmemente envolvida por tecido vivo chamado bolbo, o qual fornece ao cabelo a queratina. O bolbo é o pequeno nódulo esbranquiçado que por vezes se observa quando se arranca um cabelo. Os cabelos crescem cerca de 1,27 cm por mês. No início da fase de

crescimento (que dura cerca de três anos para cada cabelo), a raiz do cabelo estimula o crescimento de um bolbo, e depois de uma haste. A fase de repouso dura cerca de três meses, o bolbo separa-se da raiz e o cabelo acaba por cair. Começa a formar-se um novo cabelo no mesmo folículo ^[9].

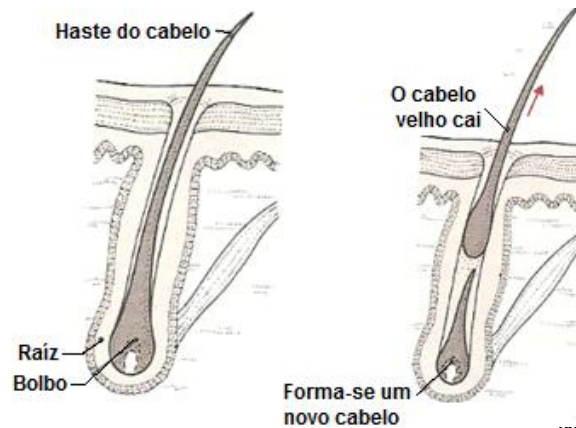


Figura 2.7: Fase de Crescimento e de Repouso ^[9]

Os principais problemas que surgem com o cabelo, poderão dever-se à forma como são tratados e cuidados. Por exemplo; o cabelo quebradiço, que parte facilmente e espiga nas pontas, pode ser consequência de excesso de lavagens, escovadelas e secagens com secador. Ocasionalmente, pode ser sintoma de carência acentuada de vitaminas ou minerais ou de hipotireoidismo (reduzida actividade da glândula da tiróide) ^[9].

O cabelo muito seco é resultado do desgaste causado pelo meio ambiente, devido à acção solar, água do mar, partículas de poeiras, ou pode também ser causado por má nutrição ^[9,10].

Através das glândulas sebáceas, existe uma secreção natural de gordura (sebo) ou óleo para o cabelo, que varia de pessoa para pessoa. Surge o problema de oleosidade, que pode alastrar e ser ajudado por acção mecânica, como a escovagem e a elevada temperatura do corpo ^[11].

Outros problemas resultam de factores genéticos, como: queda de cabelo, cabelos encravados e cabelos brancos.

A higiene é um elemento essencial no cuidado com o cabelo. Para protegê-lo e limpá-lo utilizam-se champôs que contêm componentes, agrupados em quatro conjuntos ^[13]:

✓ Tensioactivos Primários:

Os tensioactivos primários possuem a função de remover a sujidade, facilitar as operações de lavagem, formação de espuma e emulsificação. São capazes de diminuir a tensão superficial entre as partículas de sujidade e a queratina da cutícula. Desta forma a remoção de sujidade é facilitada. Por outro lado devem possuir uma série de características, tais como: terem boa relação custo/benefício, serem inócuos (não serem irritantes, nem tóxicos), serem seguros (não têm um poder desengordurante elevado e só assim garantem a retenção da água residual à superfície da cutícula), permitirem uma distribuição fácil do produto sobre a superfície e remoção deste com a água.

Os tensioactivos, mais utilizados nas Indústrias Lever Portuguesa, são frequentemente: o SLES 1EO e o SLES 2EO. Estes tensioactivos são aniónicos e apresentam um desempenho excelente, na medida que são bastante estáveis a temperaturas baixas e não são irritantes para os olhos e pele.

O SLES designa-se por Lauriléter sulfato de sódio, contendo uma ou duas moles de óxido de etileno. Quanto maior for o número de moles indicada de óxido de etileno no surfactante, mais o produto é etoxilado, o que traduz um efeito mais suave para a pele dado que estas moléculas são mais hidrófilas (Figura 2.8).

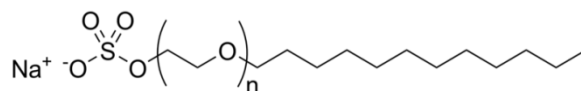


Figura 2.8: Estrutura química do Lauriléter Sulfato de Sódio

✓ Tensioactivos Secundários:

Os tensioactivos secundários são designados co-surfactantes e têm a função de modificar a detergência dos tensioactivos primários, podendo ser de natureza catiónica, não iónica e anfotérica. O co-surfactante mais utilizado pelas Indústrias Lever Portuguesa em champôs é o Amido propil betaína de coco (Figura 2.9), que é um surfactante anfotérico, com excelente capacidade de se associar aos Laurilsulfatos com o propósito de lhes diminuir a agressividade sobre a pele^[13]. Os tensioactivos anfotéricos são compatíveis com tensioactivos aniónicos, catiónicos, não-iónicos e outros tensioactivos anfotéricos.

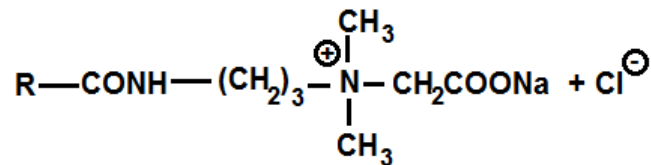


Figura 2.9: Estrutura química do Amido propil betaína de coco

Devido às suas baixas características toxicológicas, é utilizado em cosméticos, nomeadamente em champôs, destacando-se o seu desempenho de limpeza, poder de espuma, suavidade, capacidade condicionadora e acção bactericida.

✓ Adjuvantes

Os adjuvantes são compostos que asseguram a estabilidade do produto acabado e como melhoram o desempenho dos tensoactivos e o aspecto estético da preparação, conseguem garantir uma maior aceitação por parte do consumidor.

Os adjuvantes podem ser caracterizados como ^[13]:

- Espessantes – são compostos que interferem na viscosidade do produto. Alguns exemplos de espessantes utilizados pela Lever são o Carbopol 980, que é indicado para formulações de champôs para cabelos oleosos e o Cloreto de sódio, que é um electrólito usado para aumentar a viscosidade do produto. O Cloreto de sódio deve ser utilizado com base em critérios pré-estabelecidos, dado que, a viscosidade máxima é atingida após a adição de uma concentração pré-determinada. Se esta concentração for ultrapassada, contrariamente ao que seria de esperar, haverá uma diminuição da viscosidade do produto.
- Estabilizantes de espuma – são compostos com a função de aumentar o volume da espuma formada pelos tensoactivos e mantê-la estável, podendo ainda, contribuir para o aumento da viscosidade do produto.
- Amaciadores – são conhecidos como condicionadores e possuem a função de transmitir ao cabelo a suavidade e flexibilidade após as lavagens. Apresentam um papel activo de lubrificantes, atenuando a actividade desengordurante que é proporcionada pelos tensoactivos primários.

- Opacificantes – são compostos incorporados nas formulações, com vista a melhorar a apresentação do produto final para o consumidor. Referem-se como exemplos de opacificantes utilizados pela Lever; o Euperlan e o Opulyn, usados respectivamente, na fórmula de champôs e geles de banho.
- Agentes Sequestrantes – são compostos com objectivo de eliminar a acção prejudicial dos iões alcalino-terrosos e metálicos, que se encontram nas águas de consumo público. O EDTA BD é um exemplo de sequestrante.
- Conservantes – são compostos com acção conservante bactericida e fungicida. Permitem proteger o produto, evitando a proliferação de microrganismos. O Benzoato de sódio é um exemplo de um conservante de gel de banho, utilizado pela Lever.
- Humectante – são compostos com a função de reter a água no produto, aumentando a hidratação nas camadas superficiais da pele. A Glicerina é um exemplo de humectante presente num gel de banho.
- Aromatizantes e Corantes – são compostos considerados complementos. Os aromatizantes perfumam o produto, mascarando os odores característicos de tensoactivos. A sua incorporação não deve alterar a viscosidade do produto final. Os corantes são compostos utilizados com o propósito de melhorar o aspecto de apresentação do produto.

✓ Componentes com Acção específica

São componentes que foram incorporados nas formulações consoante a acção desejada. O Piritiona de Zinco é um exemplo de um componente com acção anti-caspa, utilizado pela Lever. Este agente combate o fungo causador da caspa, sem deixar o couro cabeludo ressequido e sem resíduos no cabelo, após a sua utilização.

✓ Água

A água é um componente bastante importante na elaboração da fórmula de um produto e é uma matéria-prima extremamente contaminável, que entra em grandes quantidades nas formulações. Existem produtos que requerem água clorada e descalcificada e outros cuja formulação só necessita de água descalcificada, na medida que os iões de Cálcio e Magnésio interferem com os surfactantes, corantes e perfume. Um exemplo típico de utilização de água descalcificada é na elaboração da Lixívia Domestos Espessa, para que os iões de cálcio não interferiram com os iões de hipoclorito dando origem à formação de cloro.

A descalcificação na Lever é feita mediante dois descalcificadores (Figura 2.10), que removem o cálcio e o magnésio da água, responsáveis pela sua dureza e pela formação de incrustações, que normalmente são designadas por calcário ^[14].



Figura 2.10: Descalcificadores da Fábrica Lever

O processo de descalcificação tem como princípio a permuta iónica. Uma resina catiónica liberta iões sódio (Na^+) e fixa os iões cálcio (Ca^{2+}) e magnésio (Mg^{2+}). Para um determinado volume de água, a resina fica saturada em iões Ca^{2+} e Mg^{2+} e vai necessitar de ser regenerada com uma solução de salmoura (solução concentrada em cloreto de sódio).

O processo de regeneração é programado automaticamente por um controlador volumétrico, que regenera a resina que já está saturada.

Esta unidade de descalcificação está sempre em funcionamento. Quando um descalcificador está a enviar água descalcificada, o outro encontra-se em “stand by” ou em regeneração.

2.2.2. HOME CARE

Os produtos Home Care desempenham um papel importante na limpeza do lar, eliminando as sujidades das superfícies. Existem detergentes líquidos e em pó, que possuem o princípio activo de detergência. A detergência é o processo de remoção da sujidade de uma superfície sólida, aplicando uma força mecânica, devido ao efeito de uma substância que diminui a tensão entre a sujidade e a superfície – tensão interfacial.

Os principais factores que actuam durante o processo de lavagem são ^[15]:

- Água
- Tipo de Sujidade
- Superfície
- Acção mecânica
- Temperatura
- Detergente

Nos subcapítulos seguintes serão descritas as composições de detergentes líquidos e em pó, bem como as reacções, mecanismos e processos a elas associados.

2.2.2.1. Detergentes Líquidos

A composição química dos detergentes líquidos pode ser muito variada mas geralmente é constituída pelo composto químico que funciona como detergente (tensoactivo), pelo solvente (água) e por componentes complementares, tais como: aditivos, reguladores de reologia, perfumes e conservantes.

Acção de tensoactivos

A adição de um tensoactivo à água, permite estabilizar a emulsão (i.e. o arranjo das moléculas minimizam a repulsão entre grupos hidrofóbicos e a água). Assim a região polar fica do lado da solução aquosa e a região apolar fica na interface água-ar, como esquematizado na Figura 2.11.

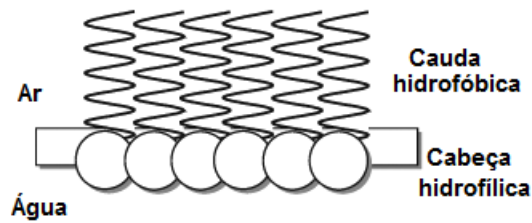


Figura 2.11: Representação do arranjo das moléculas na interface água-ar ^[17]

À medida que a concentração do tensoactivo aumenta, a tensão superficial da solução aquosa diminui, sendo proporcional à quantidade de tensoactivo adicionado, até se atingir a Concentração Micelar Crítica, CMC, a partir da qual a tensão superficial da solução passa a ter um valor constante, comportamento observável na Figura 2.12.

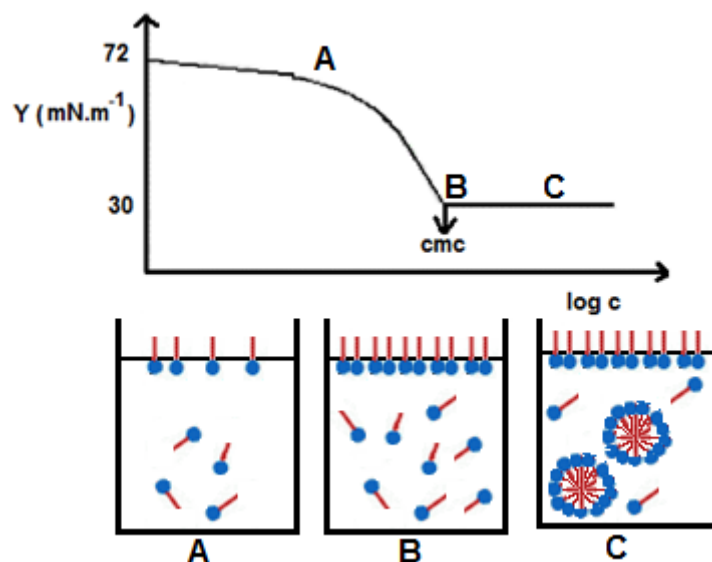


Figura 2.12: Tensão superficial da solução em função da concentração de tensoactivo, indicando a CMC

A diminuição da tensão superficial deve-se ao facto das moléculas de tensoactivo se posicionarem preferencialmente na superfície do líquido, por apresentarem uma região hidrofóbica, ficando ancoradas através da sua região hidrófila (**A**). A acumulação destas moléculas na superfície do líquido verifica-se até ao momento em que a quantidade de composto adicionada é tal que se forma um filme à superfície do líquido (**B**), passando as moléculas “excedentárias” para o seio do líquido onde se formam as micelas (**C**) ^[19].

As moléculas de tensoactivo apresentam uma dupla polaridade, que interage favoravelmente em moléculas de água e em moléculas não solúveis em água (ex.: gordura).

Em água, o sabão forma uma solução de micelas, cujas cabeças hidrófilas estão direccionadas para o exterior e as suas caudas hidrófobas para o interior. Esta associação de moléculas de tensoactivos ocorre para que haja uma diminuição da área de contacto entre as cadeias hidrocarbónicas do tensoactivo e a água ou outro composto polar ^[19], como ilustra a Figura 2.13.

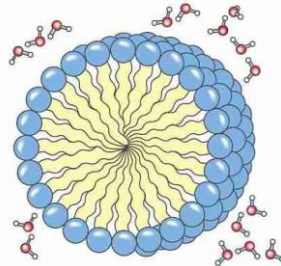


Figura 2.13: Representação do arranjo micelar ^[18]

Por outro lado, a longa cadeia de hidrocarbonetos da molécula de sabão, dissolve-se na gordura, com a cabeça hidrófila na superfície das gotículas de gordura. Quando a superfície das gotículas de gordura forem cobertas por muitas moléculas de sabão, estas irão rodear as partículas de sujidade até a envolverem numa camada solubilizante, as micelas. Estas gotículas de gordura são facilmente suspensas em água, pois estão cobertas por grupos hidrófilos carboxilados do sabão ^[18] (Figura 2.14).

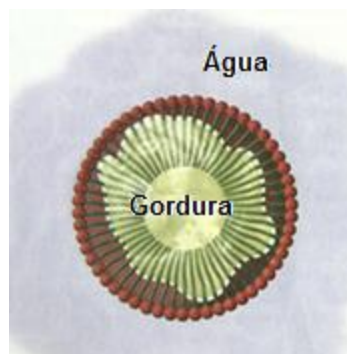


Figura 2.14: Emulsificação da gordura ^[18]

O resultado da mistura de duas fases insolúveis (água e gordura) com uma fase dispersa dentro da outra em pequenas gotículas, é chamada de emulsão. Assim, a gordura foi emulsificada pela solução de sabão. Deste modo, quando se retira a água de lavagem, a gordura desaparece ^[18].

As moléculas de tensoactivos são classificadas de acordo com o grupo e a carga iónica que carregam na porção hidrófila, podendo ser não iónicas ou iónicas. A carga presente no grupo é responsável pela origem de um tensoactivo aniónico, catiónico ou anfotérico – tensoactivo que contém ambas as cargas ^[19].

Os tensoactivos não iónicos são moléculas com carga eléctrica nula, e apresentam como características ^[15]:

- Ausência de interacções electrostáticas;
- Baixa irritabilidade à pele;
- Baixa formação de espuma;
- Elevada performance de detergência;
- Baixa concentração micelar crítica;
- Elevado poder de redução da tensão superficial e interfacial;
- Tolerância aos tensoactivos catiónicos.

O tensoactivo não iónico utilizado pela Lever é o Óxido de Amina. Os óxidos de amina são produzidos pela oxidação de aminas terciárias, com peróxido de hidrogénio. Estes compostos apresentam comportamento catiónico em condições ácidas ($\text{pH} < 3$), e comportam-se como tensoactivos não iónicos em condições neutras ou alcalinas. Por esta razão, estão incluídos na categoria de tensoactivos não iónicos ^[15]. A Figura 2.15 apresenta a estrutura molecular do óxido de amina.

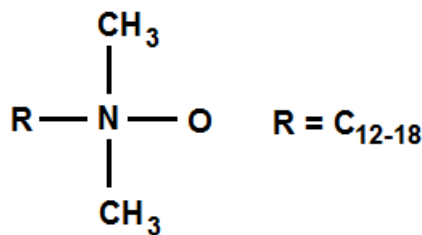


Figura 2.15: Estrutura molecular do Óxido de Amina ^[15]

Apesar da molécula referida apresentar boas propriedades de detergência, apresenta como desvantagens o elevado custo e a baixa estabilidade térmica ^[15].

Os tensoactivos catiónicos são moléculas com carga positiva, e apresentam como características ^[15]:

- Serem detergentes com propriedades bactericidas;
- Irritabilidade significativa para a pele;
- Baixo poder detergente.

Inicialmente utilizava-se como tensioactivo aniónico o alquilbenzeno sulfonato de sódio (ABS) devido ao seu bom desempenho. No entanto, surgiram problemas em relação à degradação deste composto no meio ambiente pois contribuem para um elevado nível de poluição, dado que permanecem na água dos rios ^[33]. Este composto é não biodegradável, devido à existência de cadeias ramificadas com grupos metilos (-CH₃) na sua estrutura. (Figura 2.16).

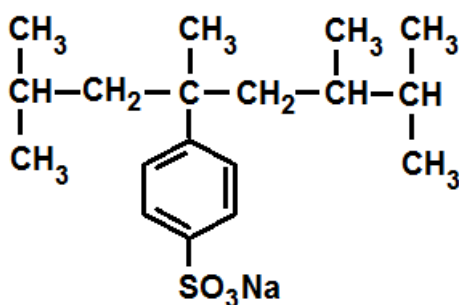


Figura 2.16: Estrutura química do alquilbenzeno sulfonato de sódio (ABS) ^[15]

De forma a minimizar os impactos ambientais, esta matéria-prima foi substituída por outro tensioactivo aniónico biodegradável, o alquilbenzeno sulfonato de sódio linear (LAS). Esta matéria-prima tem como características: ser biodegradável, ser um agente emulsionante, promover a formação de espuma e ter um baixo custo de produção. A Figura 2.17 apresenta a estrutura molecular desta matéria-prima.

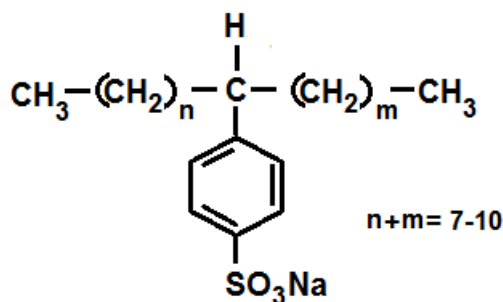


Figura 2.17: Estrutura química do alquilbenzeno sulfonato de sódio linear (LAS) ^[15]

2.2.2.2. Detergentes em pó

As questões ecológicas têm vindo a desempenhar um papel cada vez mais importante na evolução do mercado actual dos detergentes. As preocupações ambientais impostas pelas legislações ambientais provocaram alteração da composição dos produtos detergentes com a adopção de ingredientes biodegradáveis. Também originaram uma colaboração entre os fabricantes de máquinas e as empresas produtoras de detergentes levando ao desenvolvimento de novas tecnologias e novas formulações que optimizaram os processos de lavagem, diminuindo o consumo de água e energia.

Como já foi referido, existe uma diversidade de factores que intervêm no processo de lavagem, nomeadamente o tipo de sujidade. Os tipos mais comuns de sujidade, bem como a forma de os eliminar estão representados na Tabela 2.9.

Tabela 2.9: Classificação atribuída às sujidades e sua forma de eliminação

Sujidades	Forma de eliminação
Chá, café, vinho, etc	Por descoloração
Açúcar, alguns sais, etc	Por solubilidade na água
Gorduras minerais	Por emulsão
Gorduras de origem vegetal ou animal	Por saponificação
Sangue	Por acção bioquímica
Areias, poeiras, etc	Por eliminação física

Os requisitos de um detergente baseiam-se na capacidade de solubilizar a sujidade em suspensão, na facilidade em enxaguar, ser compatível com os materiais a limpar, ser biodegradável, possuir um poder molhante, de branqueamento, detergente, sequestrante, emulsionante, anti-espumante e anti-redepositante ^[20].

A composição química dos detergentes em pó é geralmente constituída por: surfactantes, “builders”, agentes branqueadores e agentes auxiliares.

- **Surfactantes**

Os surfactantes são agentes que actuam na superfície dos tecidos, ajudam a remover as sujidades e a mantê-las em suspensão na solução de lavagem para que não se redepositem nas roupas.

A interacção entre as moléculas de detergente e as sujidades, tal como todo o processo de lavagem está representado na Figura 2.18.

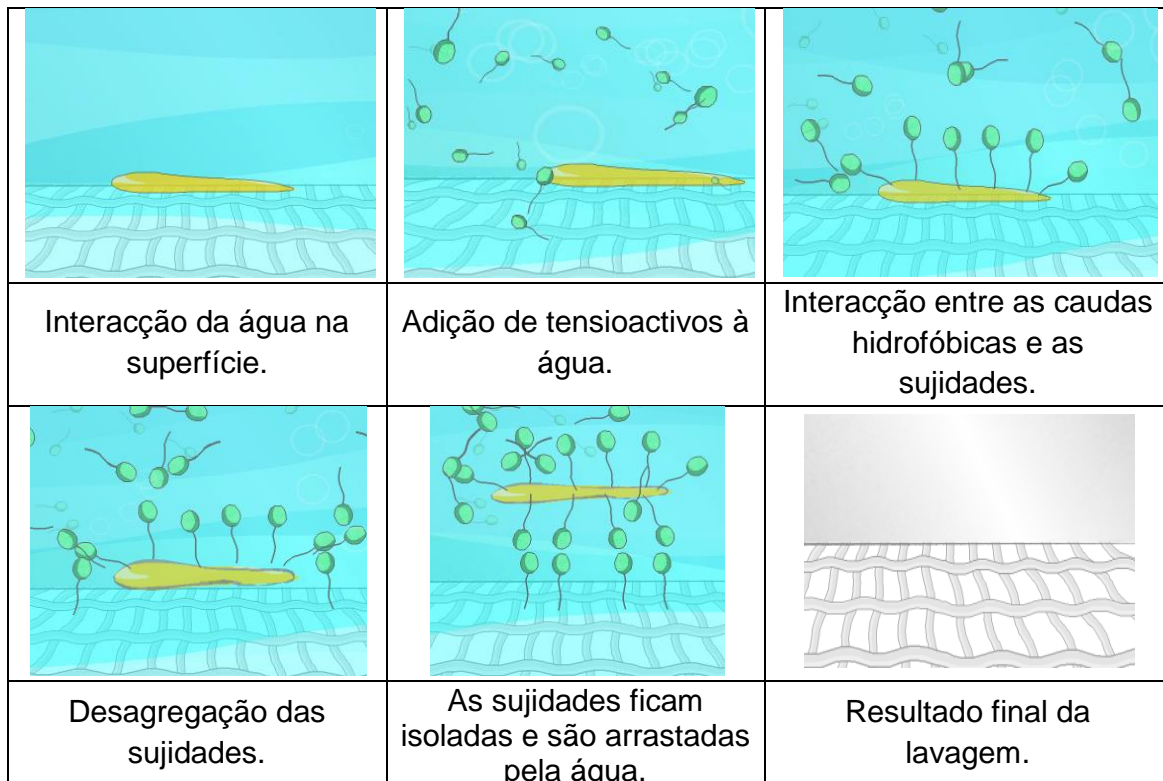


Figura 2.18: Fases do Processo de Lavagem ^[21]

- **“Builders”**

A forma mais comum de melhorar o desempenho de um surfactante consiste na utilização de “builders” na formulação do detergente, cuja principal função se baseia na remoção de iões de cálcio e magnésio, presentes na água dura.

Existem três tipos diferentes de “Builders” ^[22]:

→ Sequestrantes – são “builders” solúveis e formam complexos solúveis com os iões cálcio e magnésio. Ex.: STPP (tripolifosfato de sódio) e citratos.

- Precipitantes – são “builders” solúveis e formam complexos insolúveis com os iões de cálcio e magnésio. Ex.: Carbonato de sódio e sabão.
- Permutador de iões – são “builders” insolúveis e formam complexos insolúveis com os iões de cálcio e magnésio. Ex.: Zeólitos.

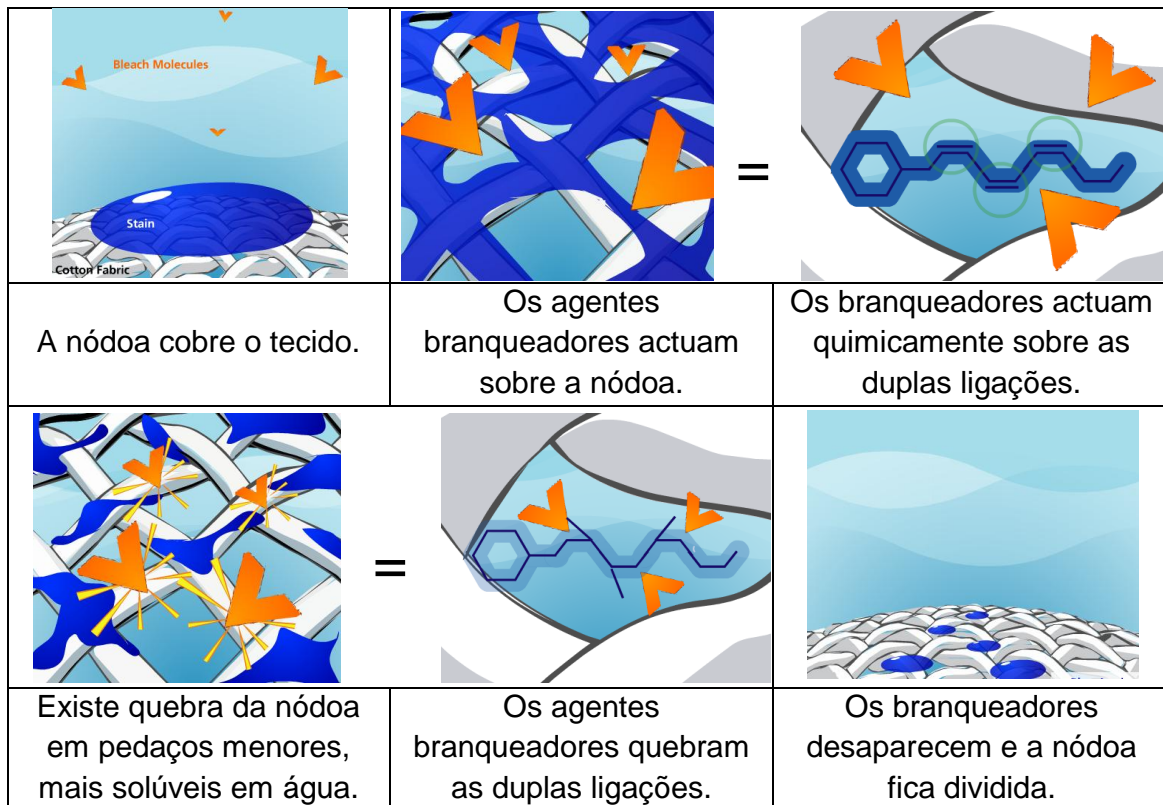
Um “builder” bastante eficaz é o STPP que faz parte dos fosfatos complexos. Para além da vantagem de remover os iões de cálcio e magnésio, o STPP previne que os iões metálicos reajam com o produto e provoquem efeitos indesejados na estabilidade do produto. No entanto este é inseguro para o meio ambiente, podendo desencadear a eutrofização se estiver em excesso.

Os zeólitos actuam como permutadores de iões dado que apresentam uma rede cristalina com uma estrutura aberta que pode acomodar uma grande variedade de iões. Estes são utilizados numa vasta gama de processos industriais, nomeadamente na indústria de detergentes. Os zeólitos são substitutos do STPP e são usados como auxiliares de fluidez ^[37].

Apesar de os zeólitos serem considerados “builders” menos eficazes, estes são do ponto de vista ambiental os mais seguros.

- **Agentes branqueadores**

Os agentes branqueadores reagem com diferentes tipos de substratos e têm a função de eliminar as nódoas por um mecanismo de branqueamento que pode ser uma oxidação ou uma redução. Contudo, na lavagem de tecidos utilizam-se branqueadores oxidantes ^[25]. O mecanismo está representado na Figura 2.19.

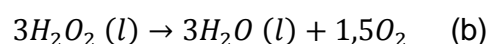
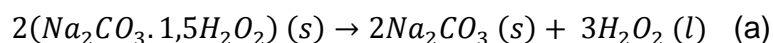
Figura 2.19: Mecanismo chave de branqueamento ^[26]

Após o mecanismo de branqueamento, os pedaços que ficaram no tecido são facilmente removidos por acção mecânica ou por acção de outros ingredientes do detergente ^[26].

Os agentes branqueadores oxidantes disponibilizam na solução de lavagem, o oxigénio livre que é o principal responsável pela operação de branqueamento.

Os compostos mais utilizados como fonte de oxigénio são os perboratos e os percarbonatos. A diferença consiste na temperatura de dissolução em água, i.e. o perborato possui uma acção de branqueamento a temperaturas mais elevadas e o percarbonato possui uma acção de branqueamento a temperaturas mais baixas. Os percarbonatos vieram substituir os perboratos de forma a minimizar custos energéticos e por razões ambientais relacionadas com o interesse em reduzir o teor de boro no detergente.

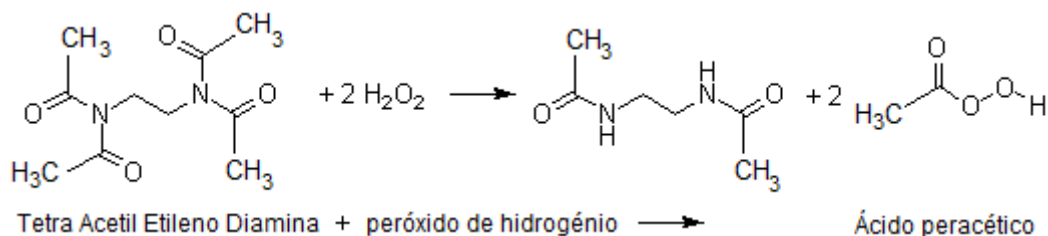
Durante o processo de lavagem, o percarbonato de sódio decompõe-se em carbonato de sódio e peróxido de hidrogénio (reacção a), este último dissocia-se em água e oxigénio livre (reacção b), de acordo com as reacções ^[26].



Estas reacções só se processarão com eficiência a temperaturas elevadas, acima de 80 °C e em condições alcalinas. No entanto, se a temperatura de lavagem for muito elevada, então o processo de lavagem torna-se pouco prático e economicamente desvantajoso. A solução passa por utilizar, nos detergentes pós, o percarbonato de sódio em simultâneo com um precursor de branqueamento ^[15].

A Unilever utiliza como precursor o TAED, que quando combinado com o peróxido de hidrogénio proveniente do Perborato/Percarbonato aumenta a eficiência do branqueamento a baixas temperaturas ($T < 60^{\circ}\text{C}$) devido à formação de ácido peracético. O ácido peracético passa a actuar como agente branqueador, e é deste componente que vai depender a presença de oxigénio livre em solução.

A reacção de formação de ácido peracético descreve-se pela equação:



O uso de TAED permite aumentar a eficiência de branqueamento a baixas temperaturas, trazendo a vantagem de minimizar o consumo de energia.

- **Agentes auxiliares**

Os agentes auxiliares são introduzidos em pequena quantidade na formulação de detergentes em pó e possuem funções específicas. Entre os agentes auxiliares destacam-se: as enzimas, os agentes anti-redeposição, os inibidores de corrosão, os reguladores de espuma, os branqueadores ópticos e o perfume.

→ Enzimas

No sector dos detergentes, as enzimas comerciais são utilizadas para garantir o maior grau de eliminação de nódoas, cuidado com os tecidos e com a cor, e melhoram a eficácia de limpeza ^[25].

Na Fábrica Lever, são utilizadas quatro tipos de enzimas, nomeadamente: Proteases, Amilases, Lipases e Mananases. As funções desempenhadas por estas

enzimas consistem na destruição de várias substâncias presentes em nódos específicas, como é ilustrado na Tabela 2.10.

Tabela 2.10: Acção específica de cada enzima ^[25]

Enzimas	Função
Mananase	Degradam as nódos que contêm hidratos de carbono (ex.: molho de churrasco, chocolate, gelado, pasta de dentes).
Protease	Actuam sobre nódos que contêm proteínas (ex.: gorduras, sangue, ovo, carne).
Amilase	Degradam as nódos que contêm amido (ex.: massas, batatas, alimentos para bebés e outros),
Lipase	Degradam as nódos que contêm lípidos (ex.: manteiga, óleo, sebo humano).

→ Agentes anti-redeposição

São componentes complementares do detergente, que possuem propriedades que mantêm a sujidade em suspensão, evitando a sua redeposição.

→ Inibidores de corrosão

Protegem o interior metálico das máquinas de lavar e as superfícies contra a corrosão.

→ Reguladores de espuma

Evitam a formação de espuma em excesso durante a produção ou utilização.

→ Branqueadores ópticos

Estes componentes depositam-se nos tecidos e permitem que estes pareçam mais brancos. Isto deve-se a estes reflectirem mais a luz do que a que absorvem.

→ Perfume

Permite oferecer ao produto detergente um cheiro agradável.

2.2.2.2.1. Processo de produção de detergentes em pó

O início do processo de produção de detergentes em pó consiste na mistura de vários componentes, já anteriormente mencionados, com excepção dos agentes auxiliares. A pasta resultante desta mistura é designada “slurry”. Esta seguirá para o tanque de espera (devendo estar a uma temperatura entre 65-70°C), passará por filtros rotativos e magnéticos de forma a eliminar impurezas que possam existir,

seguidamente é transferida para o “drop tank” onde é bombeada através de bombas de alta pressão para o anel da torre, sendo injectada para dentro da torre de atomização ^[27]. O processo de secagem por atomização consiste em pulverizar o produto, submetendo-o a uma corrente controlada de ar quente gerada pela evaporação de água. Nesta etapa, o pó arrastado pelo ar será recuperado por um ciclone sendo realimentado novamente à torre.

Este processo é considerado uma das maiores tecnologias de secagem a nível industrial, dado que se consegue controlar a temperatura, secar os sólidos (“spray-dryer”) reduzindo o seu peso e volume, bem como preservar as características essenciais do produto ^[28].

O pó resultante é transportado para o flexidrum, onde se adicionam o álcool gordo 5-EO e ácidos gordos. Após esta adição, o pó é deslocado por um air lift, sendo armazenado em “matcons” ou seguindo para o tapete do “posto de dosagem”. Neste ponto introduzem-se os agentes auxiliares.

O transportador de Nerak permite o transporte de base FBG, que irá ser introduzido no tapete do “posto de dosagem” mediante uma tremonha.

O tapete desloca o pó para um tambor rotativo, onde será adicionado o perfume. Posteriormente, o produto será embalado, terminando desta forma o processo de produção.

Na Figura 2.22 encontra-se esquematizado todo processo de fabrico de detergentes em pó.

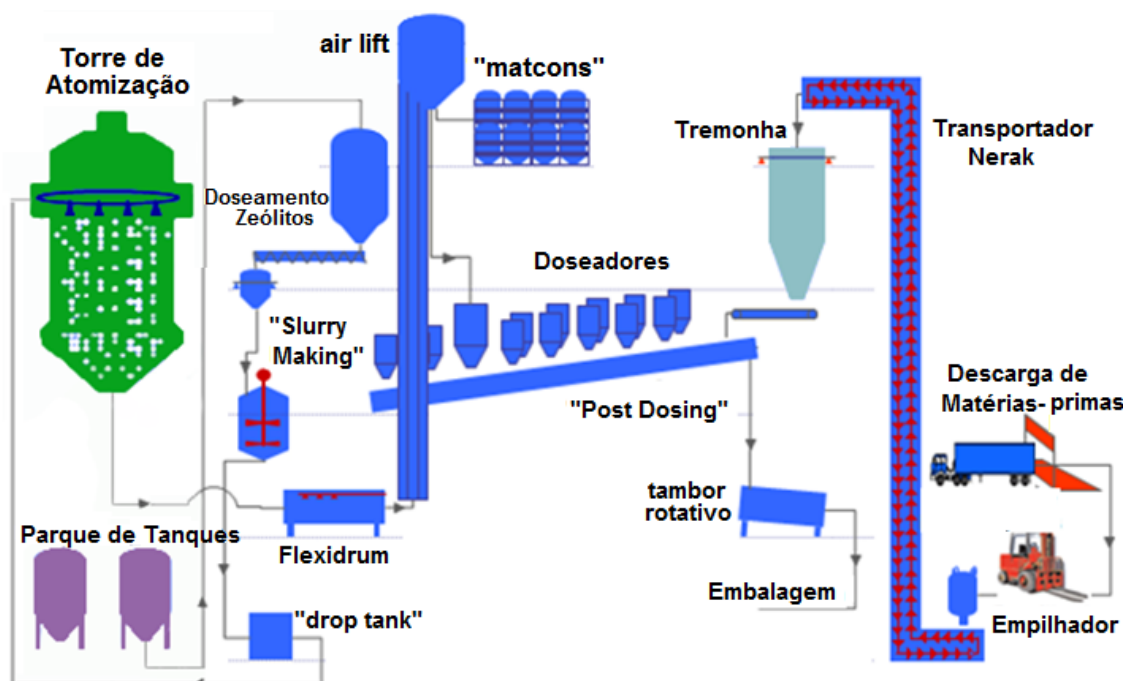


Figura 2.20: Representação do esquema do processo de fabrico de detergentes em pó

2.3. Higiene Fabril

Para garantir a segurança e qualidade dos produtos, foi desenvolvido o sistema HACCP – Hazard Analysis and Critical Control Points, que é um sistema preventivo de controlo de potenciais perigos que surjam na indústria.

Este sistema identifica os perigos específicos – microbiológicos, químicos ou físicos, e as medidas preventivas para o controlo de todas as etapas de produção.

Os princípios do sistema HACCP são aplicáveis em todas as fases de produção, nomeadamente ^[1]:

- 1- identifica os potenciais perigos associados à produção;
- 2- determina os pontos que podem ser controlados para eliminar os perigos ou minimizar a sua probabilidade de ocorrência;
- 3- estabelece limites críticos, que assegurem que cada Ponto Crítico (PCC) está sob controlo;
- 4- estabelece um sistema de monitorização para assegurar o controlo de cada PCC através de testes ou observações programadas;
- 5- estabelece acções correctivas a serem tomadas quando o sistema indicar que determinado PCC está fora de controlo;
- 6- estabelecer a documentação respeitante a todos os procedimentos e registos referentes a estes princípios e sua aplicação;
- 7- estabelecer procedimentos de verificação destinados a confirmar que o sistema HACCP funciona eficazmente;

A prevenção da contaminação do produto está directamente dependente de uma boa higiene fabril. Numa unidade fabril, as duas principais fontes de contaminação do produto são as matérias-primas e o ambiente.

O principal factor de contaminação nas matérias-primas é a água. No caso do ambiente, o conjunto de factores que mais contribuem para a contaminação do produto são os equipamentos, as pessoas e o ar.

De forma a garantir a segurança e qualidade dos produtos, a Fábrica Lever dispõe de duas ferramentas que considera importantes na prevenção da contaminação microbiológica de todo o equipamento, que é a lavagem e desinfectação.

2.3.1. Lavagem e Desinfecção

Antes do início de qualquer produção industrial é necessário tomar medidas indispensáveis: pode ser necessário lavar e/ou desinfectar periodicamente os equipamentos. Esta metodologia é utilizada de forma a manter a qualidade dos produtos e prevenir a sua contaminação microbiológica.

→ Lavagem

Normalmente na Fábrica Lever, efectua-se a Lavagem com água quente:

- ✓ no último dia útil da semana (sexta-feira);
- ✓ na mudança de produtos (champôs e geles de banho);
- ✓ a equipamentos sujos e vazios, após a duração de um turno.

A lavagem é um precursor da desinfecção e tem como objectivo remover os resíduos de produtos de forma a prevenir a contaminação, deixando as superfícies limpas para que na produção seguinte não haja vestígios do produto anterior.

Deve atender-se a uma série de factores que afectam a lavagem, nomeadamente; a temperatura, o tempo, o tipo de sujidade, os agentes de lavagem, o caudal, a pressão e o desenho do equipamento.

A lavagem correcta dos equipamentos é indispensável antes da sua desinfecção na medida que, se não existir uma boa lavagem então a desinfecção não é eficaz. Como consequência de uma incorrecta lavagem, poderá ocorrer a desactivação dos desinfectantes e consequente contaminação da produção seguinte.

→ Desinfecção

A operação de Desinfecção deve ser efectuada a:

- ✓ equipamentos sujos e vazios, após a duração de um turno;
- ✓ equipamentos lavados e vazios, após o período de quatro horas;
- ✓ equipamentos desinfectados e vazios, após o período de vinte e quatro horas.

A desinfecção térmica ou desinfecção química permite reduzir os microrganismos para um nível aceitável de forma a não prejudicar a qualidade do produto que está a ser processado.

Deve alternar-se os tipos de desinfecção indicados na Figura 2.21, de forma a garantir a ausência de maior parte dos microrganismos e evitar a proliferação de algumas bactérias residuais.

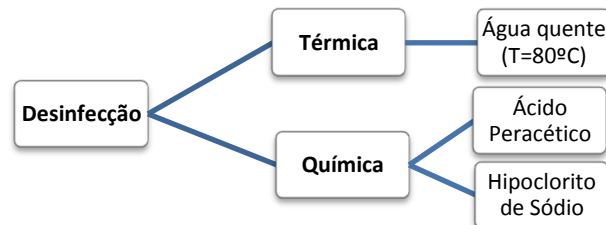


Figura 2.21: Tipos de desinfecção

Como já foi referido, ambos os tipos de desinfecção dependem de uma lavagem eficiente, para que as desinfecções sejam eficazes.

A desinfecção térmica deve ser feita com água quente ($T=80^{\circ}\text{C}$) de forma a eliminar eficazmente a maioria dos microrganismos. O equipamento deve ser resistente a altas temperaturas. A validação da desinfecção térmica é feita mediante etiquetas termosensíveis que se colam nos equipamentos, e devem apresentar uma temperatura mínima de 77°C , durante um período de 15 minutos.

A desinfecção química requer de um período de contacto mínimo entre o desinfectante e as partes do equipamento. É necessária uma concentração adequada do desinfectante. Se a concentração do desinfectante não for adequada pode fomentar a resistência de microrganismos (baixas concentrações) ou pode deixar resíduos no equipamento prejudicando a produção seguinte (elevadas concentrações).

Existem dois tipos de desinfectantes químicos: o Ácido Peracético e o Hipoclorito de Sódio. Estes são eficazes num amplo espectro de acção, pois a maior parte dos microrganismos apresenta uma elevada susceptibilidade a baixas concentrações.

A validação da desinfecção química deve garantir que a razão entre a concentração final e a concentração inicial de desinfectante seja superior ou igual a 0,9. Se for inferior, deve ser repetida a desinfecção até obter-se o resultado referido. É necessário retirar amostras de solução no início e após o tempo de contacto, devendo registar-se os valores das concentrações.

2.4. Cargas Laboratoriais

As cargas laboratoriais foram realizadas de acordo com o processo de fabrico indicado pela Indústrias Lever Portuguesa, S.A.. Este procedimento experimental é confidencial, daí a ausência da informação contida nas folhas de carga.

Após a execução da carga armazena-se o produto em embalagens, que são devidamente identificadas e submetidas a diferentes condições experimentais, na estufa (37°C e 45°C), no frigorífico, sob uma lâmpada (que simula a lâmpada do supermercado), à temperatura ambiente e à luz solar.

2.4.1. Testes de Estabilidade

O teste de estabilidade ao produto inicia-se quando este é colocado num frasco, submetendo-o primeiro à temperatura especificada pelo método. Para avaliar o nível de estabilidade, qualidade dos produtos, bem como determinar as suas propriedades físico-químicas devem efectuar-se testes de estabilidade durante seis meses desde a sua produção (ao fim de 4, 8, 12 e 24 semanas) comparando e interpretando os resultados obtidos.

Na Tabela 2.11, apresenta-se o código utilizado nos testes de estabilidade pela Fábrica Lever.

Tabela 2.11: Código de avaliação atribuído aos testes de estabilidade

Pontuação	Código de Avaliação
0	Sem alteração
1	Ligeira alteração
2	Limite de alteração aceitável
3	Alterado


Os testes de estabilidade devem ser realizados durante o desenvolvimento de novas fórmulas e na alteração significativa do processo de fabrico, quando haja mudanças nas matérias-primas do produto ou existam alterações a nível de equipamentos. Estes testes permitem estimar o prazo de validade e obter informação da estabilidade organoléptica. Estes parâmetros de avaliação baseiam-se em ^[29].

- Características Físico-químicas: pH, índice de viscosidade e densidade, determinação do teor de alguns ingredientes presentes na fórmula;
- Características Organolépticas: cor, odor, separação e aparência.

Os parâmetros descritos anteriormente dão informação sobre a fiabilidade e segurança dos produtos ^[29].

O grau de estabilidade varia com o tempo e em função de diversos factores que aceleram ou retardam alterações no produto. A estabilidade pode ser influenciada por diversos factores, mencionados na Tabela 2.12.

Tabela 2.12: Factores que influenciam a estabilidade de um produto

Factores que afectam estabilidade		Efeito
Temperatura 	Temperaturas Elevadas	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Degradação química de um ou mais ingredientes da fórmula. ✓ Alterações no índice de viscosidade. ✓ Ocorrência de fusões ou alterações da cor e odor.
	Temperaturas Baixas	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Ocorrência de reacções de precipitação e cristalização.
Exposição à luz		<ul style="list-style-type: none"> ✓ Ocorrência de alterações da cor e odor. ✓ Degradação de ingredientes na formulação. ✓ Luz ultravioleta com oxigénio desencadeia a formação de radicais livres. ✓ Activação de reacções de oxidação-redução.
Humidade		<ul style="list-style-type: none"> ✓ Alterações no volume, peso de detergentes sólidos.
Embalagens		<ul style="list-style-type: none"> ✓ Material de embalagem pode influenciar a estabilidade do produto.

Embora as indústrias portuguesas continuem a efectuar testes sob acção solar, esta condição foi retirada das directivas internacionais de testes, dado que a condição solar é muito crítica e varia de acordo com a localização geográfica das fábricas e com a estação do ano.

A natureza das embalagens pode também influenciar as características organolépticas, dado que estas permanecem em contacto com o produto. Neste trabalho de estágio, usaram-se embalagens de Polietileno e de Polipropileno e os testes de estabilidade foram realizados na Primavera e no Verão.

A monitorização dessas cargas encontra-se referenciada em Anexo C i.

2.5. Validação do Método de Análise

O trabalho realizado no laboratório Central durante o estágio curricular baseou-se principalmente na validação do método de análise da enzima Mananase no Auto analisador. A validação deste método iniciou-se com a calibração do Auto analisador, seguindo a determinação da taxa de recuperação e o estudo da incerteza associada às respostas do aparelho. A validação do método assegura que as respostas obtidas pelo Auto analisador são credíveis.

Calibração

A calibração permite estudar a relação entre a resposta do aparelho e uma concentração conhecida. Para a calibração do Auto analisador, prepararam-se diversas soluções de reagentes, mediante o método UMA-6242, preparando-se em seguida a solução referência padrão e a solução de controlo. As respostas obtidas no Auto analisador foram transcritas para uma folha de cálculo, permitindo determinar a actividade enzimática e traçar a respectiva recta de calibração. De forma a verificar se a calibração está correcta analisou-se o valor do coeficiente de correlação (R^2) da recta de calibração que deverá ser superior a 98% [32].

Para que os reagentes sejam considerados válidos para a calibração, analisou-se a resposta da solução de controlo com concentração conhecida, cuja actividade determinada pelo Auto analisador deve corresponder a $\pm 15\%$ do valor da concentração da solução (i.e. 40 ± 6 MMU/l) [32].

Taxa de Recuperação

A recuperação corresponde à razão entre a concentração de componente detectada pelo Auto analisador, e a concentração de componente adicionada à amostra. A taxa de recuperação é dada pela seguinte equação:

$$\text{Taxa de Recuperação} = \frac{C_1 - C_2}{C_3} \times 100$$

(Equação 2.1)

C_1 – Quantidade determinada de componente na amostra (g);

C_2 – Quantidade determinada de componente na amostra sem enzima (g);

C_3 – Quantidade adicionada de componente à amostra (g).

O valor da taxa de recuperação depende da existência de erros sistemáticos associados à execução do método de análise e a erros sistemáticos do equipamento que podem influenciar os resultados.

No presente estudo a enzima manuseada foi a Mananase, segundo o método de análise o valor da taxa de recuperação será aceitável se estiver dentro do intervalo, de 90% a 110%.

Exactidão

O termo exactidão, quando é aplicado a uma série de resultados de ensaio, implica uma combinação de erros sistemáticos e de erros aleatórios ^[30]. A seguinte equação descreve essa combinação de erros ^[31]:

$$\begin{array}{ccccccc}
 x & = & x_{tv} & + & \delta & + & \varepsilon \\
 \text{valor} & & \text{valor} & & \text{erros} & & \text{erros} \\
 \text{medido} & & \text{verdadeiro} & & \text{sistemáticos} & & \text{aleatórios} \\
 & & & & \underbrace{\hspace{10em}} & & \\
 & & & & \text{exactidão} & &
 \end{array} \quad (\text{Equação 2.2})$$

Erro sistemático

O erro sistemático é definido pela diferença sistemática entre o valor médio obtido e o valor real de concentração de um componente numa amostra. Este termo é também designado por *bias*, e contém duas contribuições; o erro sistemático inerente ao método analítico e o erro sistemático inerente ao próprio laboratório. Quando o erro sistemático é determinado em laboratório, como é o caso deste método, então estes erros sistemáticos não se distinguem ^[31].

Precisão

A precisão permite avaliar a dispersão de resultados entre ensaios independentes, repetidos numa amostra e sob determinadas condições ^[30]. A precisão depende apenas da distribuição dos erros aleatórios ^[31].

A dispersão de resultados pode ser medida através de dois parâmetros, designados por Repetibilidade e Reprodutibilidade, porém irá ser abordado unicamente o estudo da repetibilidade.

Repetibilidade

A repetibilidade permite analisar o grau de concordância entre os valores obtidos em medições sucessivas, repetidas dentro de um curto período de tempo, no mesmo laboratório por um único analista, utilizando o mesmo instrumento de medição e procedendo conforme a indicação do método de análise. A repetibilidade exprime a precisão de um método de ensaio efectuado em condições idênticas.

O limite de repetibilidade é o valor abaixo do qual se deve situar, com uma determinada probabilidade (normalmente 95%), a diferença absoluta entre dois resultados (x_i, x_{i-1}) obtidos nas mesmas condições ^[30].

Na prática aceitam-se os resultados de duas determinações efectuadas em condições de repetibilidade se $|x_i - x_{i-1}| \leq r$. Caso a amplitude entre dois ensaios seja superior ao limite, dever-se-á numa primeira fase, fazer uma análise crítica e, caso seja necessário, recorrer à repetição de ensaios ^[30].

O estudo da repetibilidade consiste numa análise repetitiva das amostras, obtendo uma dispersão de resultados. É possível saber se esta dispersão é alta, média ou baixa, consoante o valor de coeficiente de variação obtido. Para tal calculam-se a média e o desvio padrão amostral, e desta forma obtém-se o coeficiente de variação, dado por:

$$CV = \frac{s}{\bar{x}}$$

(Equação 2.3)

Onde:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

(Equação 2.4)

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

(Equação 2.5)

O coeficiente de variação traduz a variabilidade dos dados em relação à média. Quanto menor o CV mais homogéneo e mais estável é o conjunto de dados.

3. Materiais e Métodos

3.1. Equipamento Utilizado

3.1.1. Laboratório de Desenvolvimento

3.1.1.1. Cargas Laboratoriais e Análises Físico-Químicas

Detergentes Líquidos

Durante a produção de detergentes líquidos e sua posterior análise, usou-se o seguinte equipamento:

- ★ Agitador *Janke & Kunkel IKA-WERK, SOTEL*, Range (25-250 min⁻¹);
- ★ Placa de aquecimento e agitação *JK, IKAMAG RET* (T= 0-300°C; Motor = 0-110 min⁻¹);
- ★ Balança *Mettler PJ4000* com resolução de 0,1;
- ★ Material corrente de laboratório.

Determinação do pH

- ★ Medidor de pH ou Eléctrodo de pH - 744 pH meter, *Metrohm*, com resolução de 0,01 e com sistema de compensação de temperatura.

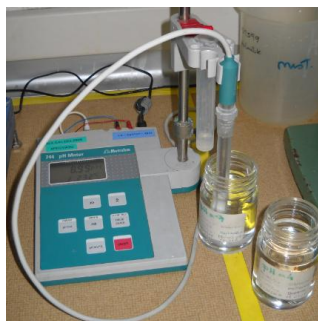


Figura 3.1: Eléctrodo de pH

Determinação da viscosidade de detergentes líquidos

- ★ Banho Maria *Yellow Line*;
- ★ Viscosímetro *Haake VT 500* com resolução de 1.



Figura 3.2: Viscosímetro Haake VT 500

Determinação da Condutividade

- ★ Condutímetro com resolução de 0,001.



Figura 3.3: Condutímetro

Determinação do Teor em Cloro livre

- ★ Placa de agitação magnética;
- ★ Bureta de Tiosulfato de Sódio;
- ★ Gobelé;
- ★ Barra magnética;
- ★ Pipeta.



Figura 3.4: Equipamento utilizado para a determinação do Teor em Cloro Livre

Determinação do Teor em Hidróxido de Sódio em produtos líquidos com Hipoclorito de Sódio

- ★ Aparelho medidor de pH;
- ★ Bureta graduada de 25 ml com resolução de 0,05;
- ★ Placa de agitação magnética.



Figura 3.5: Equipamento utilizado para a determinação do teor em Soda Livre

Ponto de Turvação efectuado aos detergentes líquidos

- ★ Gobelé de 250 ml, *Pyrex*;
- ★ Tubos de ensaios;
- ★ Termómetro KM 12 com resolução de 0,1;
- ★ Placa de aquecimento *JK, IKAMAG RET* ($T= 0-300^{\circ}\text{C}$).

Determinação do Peso Específico

- ★ Balança *Mettler P1210* com resolução de 0,01 gramas;
- ★ Picnómetro de 25 ml;
- ★ Banho de água a 20°C .



Figura 3.6: Balança de precisão e Picnómetro

Champôs e Geles de Banho

Durante a produção de champôs e geles de banho, recorreu-se ao seguinte equipamento:

- ★ Agitador *Janke & Kunkel IKA-WERK, SOTEL*, Range (25-250 min⁻¹);
- ★ Placa de aquecimento e agitação *JK, IKAMAG RET* (T= 0-300°C; Motor = 0-110 min⁻¹);
- ★ Medidor de pH ou Potenciômetro, *Metrohm*, com resolução de 0,01 e com sistema de compensação de temperatura.
- ★ Balança *Mettler PJ4000* com resolução de 0,1;
- ★ Material corrente de laboratório.

Determinação da viscosidade de champôs e geles de banho

- ★ Banho Maria *Yellow Line*;
- ★ Viscosímetro *Brookfield*, Modelo RVT com resolução de 0,5.



Figura 3.7: Viscosímetro de Brookfield e caixa de Spindles

3.1.2. Laboratório de Controlo de Qualidade

3.1.2.1. Calibrações no Auto analisador

Utilizaram-se os seguintes equipamentos para calibração do Auto analisador:

- ★ Balança *Mettler PC 2000*, máx=2000 g, d=10 mg;
- ★ Balança de Precisão *Mettler AE 200*, Soquímica, máx=200 g, d=0,1 mg;
- ★ Konelab Arena 20;
- ★ Micro-pipetas *Finnpipette*, *Thermo Labsystems* de 200-1000 µl;
- ★ Micro-pipetas *Eppendorf Research* de 10 ml e de 100-1000 µl;
- ★ *Vortex Genie 2*, *Scientific industries*;
- ★ Material corrente de laboratório.

3.1.2.2. Recuperação de Enzimas no Auto analisador

Utilizaram-se os seguintes equipamentos para recuperação de enzimas do Auto analisador:

- ★ Balança de Precisão *Mettler AE 200*, *Soquímica*, máx=200 g, d=0,1 mg;
- ★ Misturador *Janke & Kunkel IKA-WERK, RW 20 DZM*;
- ★ Misturador *IKA LABORTECHNIK RW 16 basic*;
- ★ Konelab Arena 20;
- ★ Micropipetas *Finnpipette*, *Thermo Labsystems* de 200-1000 µl;
- ★ Micropipetas *Eppendorf Research* de 10 ml e de 100-1000 µl;
- ★ *Vortex Genie 2*, *Scientific industries*;
- ★ Centrífuga *Eppendorf*.



Figura 3.8: Auto analisador e segmento de amostras

3.1.2.3. Análises aos Detergentes em pó

Análises Físicas

Ensaio de Escoamento Dinâmico

- ★ Unidade de medição do escoamento dinâmico de pós, modelo DFR (Dynamic Flow Rate), *Siebe, Urbit controls Ltd.*



Figura 3.9: Aparelho de medição de escoamento dinâmico

Preparação de amostra de detergentes pós

- ★ Amostrador *HD 22*.



Figura 3.10: Amostrador *HD 22* da Fábrica Lever

Medição da Brancura – Cor por Reflectância

- ★ Medidor cromático CHROMA METER–CR-400; *Konica Minolta, Sensing, INC*;
- ★ Contentores adequados para as amostras (placas de Petri ou células de vidro);
- ★ Software *Spectra Magic NX*.



Figura 3.11: Medidor cromático, CHROMAMETER–CR-400

Dispensing

- ★ Gaveta de máquina de lavar a roupa;
- ★ Máquina com água refrigerada (10°C);
- ★ Válvula manual (On/Off).

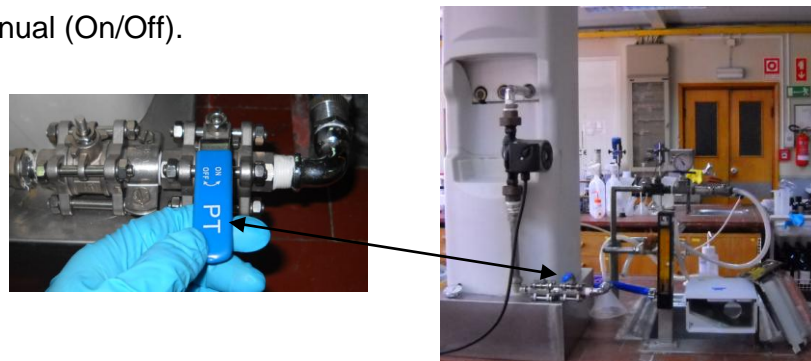


Figura 3.12: Sistema de Refrigeração

Distribuição do Tamanho de Partículas por Peneiração

- ★ Agitador de peneiros *Retsch*;
- ★ Série de peneiros de malha standard, apropriada para os materiais a analisar;
- ★ Balança *Sartorius Universal* com resolução de 0,1;
- ★ Pincéis de limpeza;
- ★ Aplicação informática para determinação de características *Rosin Rammler*.



Figura 3.13: Agitador de peneiros

Determinação da densidade de detergentes em pó

- ★ Balança *Sartorius Universal* com resolução de 0,1;
- ★ Aparelho de medição da densidade de pós.



Figura 3.14: Determinação da densidade de detergentes em pó

Análises Químicas**Determinação de Matéria Activa Aniónica**

- ★ Pipeta volumétrica (10 ml \pm 0,02);
- ★ Propipeta;
- ★ Proveta de titulação (100 ml);
- ★ Dispensador automático *Metrom Herisau, Multi-Dosimat E415*;
- ★ Buretas automáticas;
- ★ Bureta de Diclorometano, *Dispensette* (Range 5- 50 ml);
- ★ Bureta de mistura de corante catiónico (Dimidium Bromide BDH) e corante aniónico (Disulphine Blue V), *Fortuna Optifix* (10 ml);
- ★ Contentor de Resíduos perigosos.



Figura 3.15: Material usado na determinação da matéria activa aniónica

Determinação da Matéria Não Iónica (%)

- ★ Material corrente de laboratório;
- ★ Balança *Sartorius Universal* com resolução de 0,1;
- ★ Balança de Precisão *Mettler AE 200*, Max=200 g, d=0,1 mg;
- ★ Provetas;
- ★ Banho-Maria *OVAV Duo System*;
- ★ Banho-Maria, *Dario Correia, Lda, Selecta*;
- ★ Vareta de vidro;
- ★ Tenaz;
- ★ Luvas de Protecção em Borracha;
- ★ Filtros de alta velocidade (filtros de pregas);
- ★ Filtros de baixa velocidade (filtros finos);
- ★ Excicador, *Glaswerk wertheix, Mit 2 bar*.



Figura 3.16: Algum material usado na determinação da matéria não iónica

Determinação do Teor em Ácido Cítrico (%)

- ★ Balança *Mettler PC 2000*, Max=2000 g, d=10 mg;
- ★ Barra magnética;
- ★ Placa de agitação e aquecimento *IKA-COMBIMAC RCT*;
- ★ Cronómetro *VWR*;
- ★ Material plástico descartável de laboratório;
- ★ Centrifugadora *Eppendorf*;
- ★ Cuvetes;
- ★ Auto analisador.



Figura 3.17: Material usado na determinação do Teor em Ácido Cítrico

Determinação do Teor em Oxigênio Livre (%) e TAED (%)

- ★ Balança *Mettler PC 2000*, Max=2000 g, d=10 mg;
- ★ Agitador de uma pá;
- ★ Agitador *Janke & Kunkel IKA-WERK, RW 20 DZM*;
- ★ Cronómetro *VWR*;
- ★ Material plástico descartável de laboratório;
- ★ Centrifugadora *Eppendorf*;
- ★ Cuvetes;
- ★ Auto analisador.

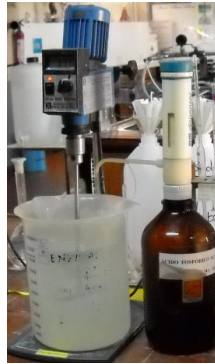


Figura 3.18: Material usado na determinação do Teor em Oxigênio Livre e TAED

Determinação da concentração de Enzimas

- ★ Balança *Mettler PC 2000*;
- ★ Agitador de uma pá;
- ★ Agitador *IKA LABORTECHNIK RW 16 basic*;
- ★ Cronómetro *VWR*;
- ★ Material plástico descartável de laboratório;
- ★ Centrifugadora *Eppendorf*;
- ★ Cuvetes;
- ★ Auto analisador.



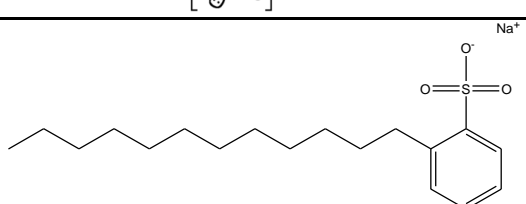
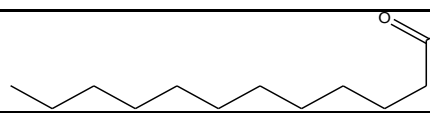
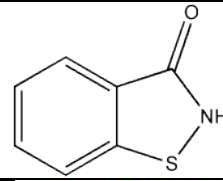
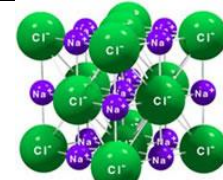
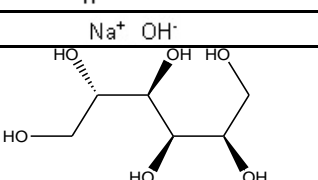
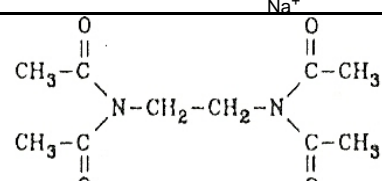
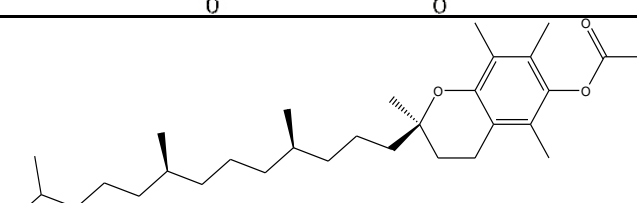
Figura 3.19: Material usado na determinação do Teor em Enzimas

3.2. Matérias-primas, Reagentes Utilizados

De seguida apresenta-se a listagem das matérias-primas manuseadas.

Tabela 3.1: Lista de matérias-primas

Nome Químico	Nome IUPAC	Estrutura Química
Amido propil betaína de coco	{[3-(dodecanoylamino)propyl] (dimethyl)ammonio}acetate	
Ácido Cítrico	Ácido 2-hidroxi-1,2,3-propanotricarboxílico	
Benzalkonium Chloride	Benzylcetyltrimethylammonium chloride	
Benzoato de sódio	Benzoato de sódio	
Carbonato de Cálcio	Carbonato de Cálcio	
Carbonato de Sódio	Carbonato de sódio	
Óxido de Amina	amine-N-oxide	
Lecitina	Fosfatidil colina, ou, 1-Palmitil-2-oleic-fosfatidil colina	
Glicerina	1,2,3-propanotriol	

Hipoclorito de Sódio	Hipoclorito de Sódio	$\text{Na}^+ \left[\text{ClO} \right]^-$
LASNa ou Ácido Sulfônico	Linear dodecil benzeno sulfonato de sódio	
Ácido Láurico	Ácido duodecanóico	
Benzisothiazolinone	1,2-benzisothiazolin-3-one	
Cloreto de Sódio	NaCl	
Silicato de Sódio	Metassilicato de sódio	$\text{Na}^+ \text{O}^- \text{Si} \begin{matrix} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O}^- \end{matrix} \text{O}^- \text{Na}^+$
Lauril éter sulfato de sódio	Lauril éter sulfato de sódio	$\text{Na}^+ \text{O}^- \text{S} \begin{matrix} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{matrix} \text{O}^- \left(\text{CH}_2 \text{O} \right)_n \text{C}_{11}\text{H}_{23}$
Hidróxido de Sódio	Hidróxido de Sódio	$\text{Na}^+ \text{OH}^-$
Sorbitol	D-sorbitol	
Tripolifosfato de Sódio	Tripolifosfato de Sódio	$\text{Na}^+ \text{O}^- \text{P} \begin{matrix} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{matrix} \text{O}^- \text{P} \begin{matrix} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{matrix} \text{O}^- \text{P} \begin{matrix} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O} \end{matrix} \text{O}^- \text{Na}^+$
TAED	Tetra Acetil Etileno Diamina	
Vitamina E acetato	Vitamina E acetato	

3.2.1. Laboratório de Desenvolvimento

Neste subcapítulo serão identificadas as matérias-primas utilizadas no laboratório de desenvolvimento.

3.2.1.1. Cargas Laboratoriais e Análises

Detergentes Líquidos

Para obter detergentes líquidos misturaram-se diversas matérias-primas, consoante os ingredientes de cada fórmula.

As matérias-primas utilizadas para a produção de detergentes líquidos foram as seguintes:

- Água Descalcificada;
- Ácido Láurico;
- Ácido Cítrico (20%);
- Álcool etoxilado não iónico;
- Benzalkonium Chloride (50%);
- Carbonato de Sódio;
- Carbonato de Cálcio;
- Copolímero Acrílico;
- Corantes diversos;
- Hidróxido de Sódio (50%);
- Hipoclorito de Sódio (14% Cloro activo);
- Matéria-prima C;
- Óxido de amina;
- Perfumes diversos;
- Silicato de Sódio;
- Silicone;
- SLES 1 EO;
- Tripolifosfato de Sódio.

Análises Químicas

Consoante as análises químicas efectuadas aos detergentes líquidos utilizaram-se diversos reagentes, tais como:

Determinação do Teor em Cloro livre

- Água destilada isenta de cloro;
- Iodeto de Potássio – Solução aquosa a 10% (m/v);
- Ácido Acético – Solução aquosa a 75% (v/v);
- Tiosulfato de Sódio – Solução padrão 0,1 N;
- Indicador Amido – Solução aquosa a 1% (m/v).

Determinação do teor em Hidróxido de Sódio em produtos líquidos com Hipoclorito de Sódio

- Ácido Clorídrico HCl – Solução padrão 0,5 N

Análises Físicas

Determinação do pH

- Água Destilada;
- Soluções padrão de pH=4, pH=9;

Champôs e Geles de banho

Algumas das matérias-primas utilizadas durante a produção de champôs e geles de banho, foram as seguintes:

- Água Clorada;
- Ácido Cítrico;
- Carbopol;
- Cloreto de Sódio;
- Conservantes diversos;
- Corantes diversos;
- Copolímero Acrílico;
- Emotivos diversos;
- Glicerina;
- Opacificantes diversos;
- Perfumes diversos;
- SLES 1 EO;
- SLES 2 EO.

3.2.2. Laboratório de Controlo da Qualidade

Neste subcapítulo serão identificados os reagentes utilizados no laboratório de controlo da qualidade.

3.2.2.1. Calibrações no Auto analisador

Prepararam-se as seguintes soluções para a calibração:

- Solução de Sulfito de Sódio – SSN;
- Solução Phosphate Buffer, 0,4 M – RBGaMa;
- Solução Galactomanano – GaMa;
- Solução de NaOH, 0,5 M;
- Solução PAHBAH;
- Padrões de referência e controlo enzimático;
- Solução Matriz Detergente.

Para preparar estas soluções, utilizaram-se os seguintes reagentes:

- Triton X-100
- Sulfito de Sódio anidro;
- Tripolifosfato de Sódio;
- Di-sódio hidrogénio fosfato di-hidratado;
- Sódio di-hidrogénio fosfato mono-hidratado;
- Galactomanano;
- Água desmineralizada;
- Hidróxido de Sódio;
- Tartarato de sódio e potássio tetra hidratado;
- Bismuto acetato (III);
- Para-hydroxybenzoic acid hydrazide (PAHBAH);
- Mannanase reference standard;
- Mannanase control sample;
- Ácido Cítrico monohidratado.

3.2.2.2. Recuperação de Enzimas no Auto analisador

Para estudar a recuperação enzimática, utilizaram-se os seguintes reagentes:

- Água;
- Triton X-100;
- Sulfito de Sódio anidro;
- Produto acabado sem enzimas;
- Mannanase control sample.

3.2.2.3. Análises aos Detergentes em pó

Para efectuar as diversas análises aos detergentes em pó, utilizaram-se os seguintes reagentes:

- Acetona;
- Ácido Cítrico monohidratado;
- Ácido Fosfórico (50%);
- Ácido 2,4,6 Trinitrobenzeno Sulfónico – TNBSA;
- Água desmineralizada;
- Caseína;
- Catalase;
- Detergente em pó;
- Diclorometano;
- Etanol sol. 96% v/v;
- Iodeto de Potássio;
- Resinas de permuta iónica- *Merck*;
- Mistura de corante catiónico- Dimidium Bromide e corante aniónico- Disulphine Blue V;
- Solução catiónica padrão Hyamine 1622, Sol. 0,004 M, *Merck*;
- Soluções padrão de pH=4, pH=9;
- Sulfito de Sódio anidro;
- Trifosfato de Sódio;
- Triton X-100.

3.3. Métodos Utilizados

3.3.1. Laboratório de Desenvolvimento

3.3.1.1. Testes de Estabilidade

Os parâmetros a analisar diferem de produto para produto. De seguida encontram-se descritos os métodos seguidos para efectuar os testes de estabilidade.

Detergentes Líquidos

- › Inspeccionar o aspecto, perfume e separação do produto final, comparando-o com a amostra à temperatura ambiente.
- › Medir o pH pelo método do potenciómetro. Aplicável à determinação do pH das matérias-primas e produto final. O pH é o símbolo para a grandeza físico-química potencial hidrogeniónico e é o valor correspondente ao logaritmo negativo da actividade do ião H_3O^+ relacionado com o potencial do eléctrodo em milivolts. O medidor de pH é um milivoltímetro com uma escala que converte o valor de potencial do eléctrodo em unidades de pH. O eléctrodo deve ser calibrado diariamente com soluções padrão (pH=4; pH=9) ^[MA-155].
- › Medir a viscosidade de detergentes líquidos com o viscosímetro de *Haake*. A velocidade de corte depende das propriedades reológicas do fluido à temperatura de 25°C, i.e. para detergentes pouco viscosos (medir 106 s⁻¹, utilizar “Spindle” MVI), para detergentes estruturados (medir 21 s⁻¹, utilizar “Spindle” MVII) ^[MA-339].
- › Determinação do teor em Hidróxido de Sódio. O método da determinação do teor em Hidróxido de Sódio em produtos líquidos com Hipoclorito de Sódio consiste na titulação de uma amostra do produto com uma solução de HCl (0,5 M), até o valor de pH da solução ser aproximadamente 10 ^[MA-343].
- › Medir o ponto de turvação do produto num tubo de ensaio, colocado sob um copo com água na placa de aquecimento. A determinação deste parâmetro é feita mediante observação da temperatura a partir da qual o produto começa a apresentar uma ligeira turvação, i.e. deixa de ser límpido ^[MA-318].
- › Determinar o teor em cloro livre. Este método é aplicável ao hipoclorito de sódio e aos produtos líquidos que contêm essa matéria-prima. Após a recepção da amostra, deve-se analisar o produto o mais breve possível, evitando o risco

da perda de Cloro. Faz-se reagir uma solução do produto com iodeto de potássio e ácido acético. O iodo libertado é titulado com uma solução padrão de tiossulfato de sódio ^[MA-311].

- › Determinar o peso específico do detergente líquido, utilizando um picnómetro. O princípio do método consiste em pesar o picnómetro com a amostra e com a tampa, a uma temperatura de 20°C. Posteriormente calcula-se o peso específico, sabendo o peso do picnómetro vazio e o peso do picnómetro com água destilada ^[MA-351].
- › Medir a condutividade do detergente líquido, utilizando um condutímetro. A condutividade de um produto indica a facilidade com que esse produto é capaz de conduzir uma corrente eléctrica ($\mu\text{S/cm}$ e mS) ^[MA-356].

Champôs e Geles de Banho

- › Inspeccionar o Aspecto, Perfume e Separação do produto final, comparando-o com uma amostra à temperatura ambiente.
- › Medir o pH pelo método do potenciómetro, referenciado neste subcapítulo.
- › Medir a viscosidade mediante um viscosímetro de *Brookfield*. Este é um viscosímetro rotacional de múltiplas velocidades, capaz de medir o torque necessário para fazer rodar o disco, a velocidade constante. Este método é aplicável à determinação da viscosidade de líquidos Newtonianos usados em produtos pessoais que apresentem um aspecto límpido, bem como em líquidos não-Newtonianos usados em produtos pessoais que apresentem um aspecto opaco ^[MA-508]. As condições de medição estão relacionadas com o intervalo de especificação do produto. Na Tabela 3.2 apresentam-se as condições medidas ao longo do estágio curricular.

Tabela 3.2: Condições de medição

Condição de Medição	Produtos
T = 25°C, "Spindle" 4, velocidade de rotação = 10 rpm	Geles de banho
T = 30°C, "Spindle" 5, velocidade de rotação = 20 rpm	Champôs

As análises referidas anteriormente seguem a metodologia fornecida pela Indústrias Lever Portuguesa, S.A..

3.3.2. Laboratório de Controlo da Qualidade

3.3.2.1. Calibrações no Auto analisador

As calibrações efectuadas no Auto analisador seguiram métodos diferentes:

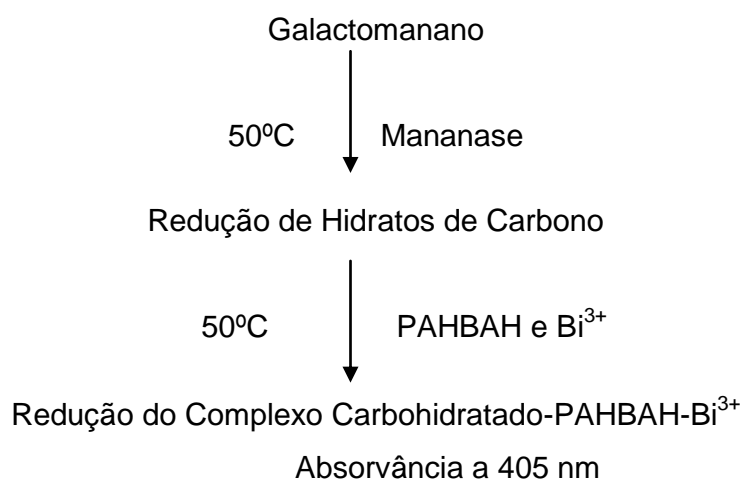
→ Determinação da Actividade Enzimática da Mananase em filtros com poeiras e em produtos detergentes.

O método “MADU” (Mannanase Dust), utiliza padrões de referência e uma solução controlo da Mananase, preparadas com a solução de Sulfito de Sódio. Este método é utilizado para controlar a monitorização do ar, e permite analisar se as poeiras contêm a enzima Mananase em filtros, provenientes de amostradores (Galley).

O método “MAPR” (Mannanase Product), utiliza padrões de referência e uma solução controlo da Mananase, preparadas com a solução Matriz de Detergente. Este método é adequado para a determinação da actividade Mananase no detergente em pó.

A actividade Mananase é expressa em Mananase Manose Units/mg (MMU/mg) e é definida como a quantidade de actividade enzimática que produz, em condições padrão (pH=7 e T=50°C), uma quantidade de açúcares redutores por minuto correspondente a 1 μmol de D-manose ^[32].

O Princípio deste método, consiste nas seguintes reacções ^[32]:



→ A Mananase hidrolisa o Galactomanano originando a redução de hidratos de carbono. Os grupos de redução reagem com 4-hidroxi-benzhydrazide (PAHBAH) e com o Bismuto (Bi^{3+}) para formar um complexo de cor amarela. A densidade óptica medida a 405 nm é indicativa da actividade da Mananase sendo quantificada relativamente a um padrão de referência ^[32].

É recomendável efectuar a calibração diariamente. Após a calibração, só são aceitáveis leituras durante as oito horas seguintes.

As respostas obtidas pelo Auto analisador, bem como, as rectas de calibração calculadas na folha de cálculo, encontram-se referenciadas no Anexo B i.

3.3.2.2. Recuperação de Enzimas no Auto analisador

Após a calibração, validou-se o método de análise da enzima Mananase, estudando a recuperação desta no Auto analisador.

Prepararam-se duas soluções, em que ambas contêm 40 gramas dum detergente em pó sem enzimas. A diferença destas soluções, é que à primeira (Solução A) foi adicionada uma quantidade conhecida de enzima, e a segunda (Solução B) não contém qualquer material enzimático. A constituição das duas soluções preparadas está descrita na Tabela 3.3.

Tabela 3.3: Constituição das soluções preparadas para a determinação da recuperação da enzima Mananase

Solução A	Solução B
Água (4000 ml)	Água (4000 ml)
Triton X-100 (2 ml)	Triton X-100 (2 ml)
Sulfito de Sódio (40 g)	Sulfito de Sódio (40 g)
Enzima Mananase Controlo (0,5440 g)*	–
Produto acabado sem enzima (40 g)	Produto acabado sem enzima (40 g)

* O cálculo da quantidade de enzima encontra-se no subcapítulo 4.3.1.1 da Apresentação e Discussão de Resultados.

De seguida procedeu-se às diluições necessárias, e introduziram-se as respectivas amostras no Auto analisador de modo a determinar as actividades e a taxa de recuperação.

3.3.2.3. Análises aos Detergentes em pó

Neste subcapítulo é feita uma breve apresentação dos métodos de análise aos detergentes em pó:

Análises Físicas

Ensaio de Escoamento Dinâmico – Este método baseia-se no escoamento do pó através de um tubo calibrado e o tempo que este demora a passar entre duas células fotoeléctricas é registado automaticamente. Para a análise de detergentes em pó, faz-se a leitura do caudal volumétrico (ml.s^{-1}) e este resultado dá indicação acerca das propriedades de escoamento do pó ^[MA-340].

Preparação de amostra de detergentes pós – Este método permite a obtenção de uma amostra mais homogénea, representativa da amostra global.

Medição da Brancura/ Cor por Reflectância – Este método tem como objectivo a medição da cor do detergente em pó. A medição da cor baseia-se na intensidade de luz reflectida por uma amostra, i.e. o equipamento emite um impulso de luz, que ilumina a superfície da amostra. A luz reflectida é recolhida através de fibras ópticas e é enviada para um conjunto de fotodetectores. Os sinais provenientes dos fotodetectores são processados pelo instrumento dando origem a valores Tristimulus (tricromático), que descrevem a cor da amostra. O valor medido “L”, indica a luminosidade, o “a” e “b” são coordenadas de cromaticidade ^[MA-520].

Dispensing – Este método permite avaliar se o detergente em pó, colocado na gaveta da máquina, escoar bem ou se deixa resíduos. Inicialmente, pesa-se uma determinada quantidade de pó, sendo posteriormente colocado na gaveta, onde é arrastado com um caudal de água de 5 l/min a 10°C. Se a gaveta ficar com resíduos de pó, este é seco e pesado e é determinada a percentagem.

Determinação da Distribuição do Tamanho de Partículas por Peneiração – Neste método o pó passa através de uma série de peneiros, sendo agitado durante cinco minutos. As fracções retidas em cada peneiro são pesadas e são registadas numa folha de cálculo, onde são determinadas as características *Rosin*

Rammler: diâmetro médio, percentagem de finos (< 180 μm) e percentagem de grossos (> 1400 μm) [MA-135].

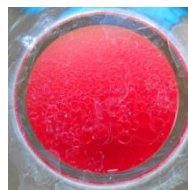
Análises Químicas

Determinação do teor em matéria activa aniónica – O método aplica-se à determinação do nível de tensoactivo aniónico em matérias-primas e produto acabado por meio de uma titulação. Utiliza-se uma solução aquosa, que irá ser titulada com uma solução catiónica padrão (Hyamine 1622) num sistema bifásico água/diclorometano, usando como indicador misto, uma mistura de corantes catiónico (Dimidium Bromide) e aniónico (Disulphine Blue V) [MA-120].

Registam-se as diferentes etapas de titulação, à medida que se adiciona o Hyamine [MA-120].

Etapas de titulação com Hyamine

1. O tensoactivo aniónico forma com o corante catiónico um sal que se dissolve no diclorometano proporcionando a esta camada uma cor rósea.



2. O ponto final da titulação é atingido quando o catião Hyamine desloca, do Diclorometano, o catião Dimidium Bromide, a cor rosa desaparece daquela camada uma vez que o corante se transfere para a fase aquosa.



3. O Hyamine adicionado em excesso forma com o corante aniónico (Disulphine Blue) um sal que se dissolve no Diclorometano, dando origem a uma cor azulada.



Determinação da matéria não iónica – Este método adequa-se à determinação de matéria não iónica, tal como: etileno ou compostos de óxido de propileno e etileno em detergentes em pó. Na matéria não iónica também estão incluídos (se estiverem presentes), agentes espumantes de etanolamida, assim como matéria orgânica não detergente derivada de substâncias aniónicas activas. Usa-se um extracto etanólico de detergente em pó, que é misturado com uma mistura de resinas de permuta iónica de forma a extrair toda a matéria iónica do referido detergente. A solução é filtrada num erlenmeyer, evaporada no banho-maria, seca no excicador, pesada numa balança de precisão e a matéria não-iónica total é determinada gravimetricamente, segundo a equação 3.1 [MA-388].

$$\%N.I. = \frac{P_f - P_i}{P} \times 100$$

(Equação 3.1)

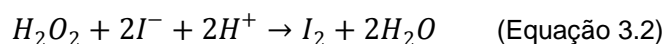
P_f - Peso do erlenmeyer final (g)

P_i - Peso do erlenmeyer inicial (g)

P - Peso do pó (g)

Determinação do Teor em Oxigénio Livre – Este método tem como objectivo, a determinação do teor em Oxigénio Livre libertado a partir do percarbonato ou perborato de sódio, presente em produtos detergentes. O teor em Oxigénio Livre é medido usando uma curva de calibração de percarbonato de sódio (contendo 13,5% de Oxigénio Livre) em meio detergente ácido.

Após a libertação do Oxigénio Livre, em solução detergente, este reage em condições ácidas com o Iodeto de Potássio, produzindo o Iodo no seu estado elementar. A densidade óptica medida a 405 nm é proporcional à quantidade de Iodo produzida de acordo com a equação 3.2 [MA-383].



Determinação do Teor em Ácido Cítrico – O ácido cítrico converte-se em oxaloacetato e acetato numa reacção catalisada pela enzima citrate lyase. Na presença das enzimas L-Malate-desidrogenase e L-Lactate-desidrogenase, o oxaloacetato e o piruvato são reduzidos a L-Malate e L-Lactate, respectivamente, pela oxidação do NADH. A quantidade estequiométrica de NADH oxidada é igual à

quantidade de ácido cítrico e é determinada pela variação da absorvância a 340 nm.

A quantidade de ácido cítrico presente no produto é determinada através duma curva de calibração. As soluções de referência e de controlo são obtidas por diluição de uma solução de ácido cítrico, preparada com água destilada.

Determinação do teor em TAED – O teor de TAED, estabilizado a um pH 5-6, reage com um excesso de peróxido de hidrogénio a pH 12,5 para formar ácido peracético. O peróxido de hidrogénio restante é decomposto pela Catalase.

O ácido peracético que se forma reagirá sob condições ácidas com o iodeto de potássio, dando origem a iodo na forma elementar.

A densidade óptica medida a 405 nm é proporcional à quantidade de iodo que se liberta. O teor de TAED no TAED é igual a 83%.

É de referir que para além destas análises químicas, é também efectuada a determinação enzimática da Amilase e Protease em produtos detergentes.

4. Apresentação e Discussão dos Resultados

4.1. Laboratório de Desenvolvimento

4.1.1. Implementação de novas fórmulas de Detergentes Líquidos

Os centros internacionais de inovação da Unilever desenvolvem e testam novas fórmulas de forma a otimizar a sua performance, bem como garantir a satisfação e a segurança dos consumidores. A Fábrica Lever de Sacavém recebe essa informação dos centros europeus e implementa-a nas suas instalações fabris, tendo em vista melhorar o manuseamento a nível industrial.

4.1.1.1. Projecto Crown - CIF Líquido Lava Tudo

O projecto Crown é um projecto europeu com uma nova fórmula base para todos os produtos CIF Líquidos. Este projecto tem como estratégia, a redução do portfólio de produtos, aliada a uma harmonização e simplificação de perfumes e corantes, de forma a permitir uma diminuição de custos.

CIF Líquido Madeiras

A principal diferença do detergente CIF Líquido de Madeiras Actual para esta nova formulação consiste na alteração da percentagem de corantes e na adição de um novo corante, o corante *Acid Red*. A introdução deste novo corante, deve-se à necessidade de distinguir as cores do CIF Líquido de Madeiras de outros produtos da gama, dado que estes utilizavam o mesmo corante originando cores parecidas. Esta distinção permite também melhorar a percepção e mais fácil identificação pelos consumidores.

Durante a realização da carga laboratorial, teve-se em conta os seguintes requisitos:

→ Antes da adição do *Prifac* e do *Lialet*, deve-se verificar se a temperatura de cada uma destas matérias-primas coincide com a temperatura da carga, de forma a evitar a solidificação destas na mistura.

→ Estas matérias-primas à temperatura ambiente são sólidas (*Prifac*) e são fluidos viscosos (*Lialet*) e para se fundirem, devem ser armazenadas na estufa (37 °C).

Registou-se o aspecto da carga laboratorial de CIF Líquido Madeiras no final da sua execução, como ilustra a Figura 4.1.

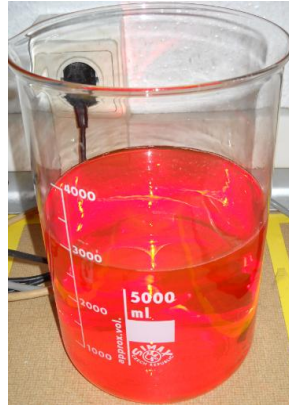


Figura 4.1: Carga realizada de CIF Líquido Madeiras

Realizou-se a carga laboratorial desta nova formulação e registaram-se as propriedades físico-químicas, comparando os resultados com os valores limites de especificação (Tabela 4.1).

Tabela 4.1: Resultados da Carga Laboratorial de CIF Líquido Madeiras

	Limites de Especificação	Carga CIF Líquido Madeiras
pH	5,0 – 6,0	5,4
Ponto de Turvação (°C)	Mín.: 50	64,5

Pela análise da tabela anterior, verificou-se que o produto apresentou todos os parâmetros dentro do especificado, não sendo necessário recorrer a nenhuma correcção.

Distinguiu-se em tubos de ensaio, o aspecto final do produto obtido da carga laboratorial do aspecto do produto padrão actual, verificando-se que o produto obtido da carga laboratorial apresenta uma cor mais intensa (Figura 4.2).

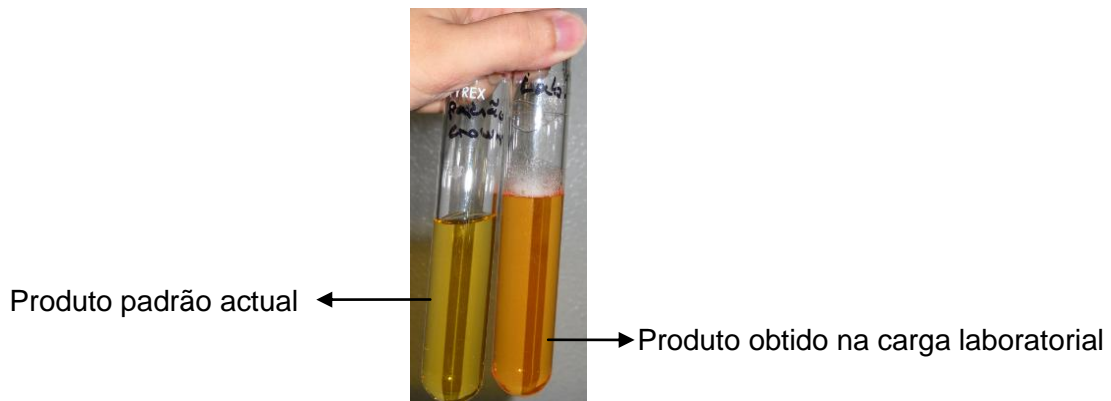


Figura 4.2: Distinção do produto padrão actual com o produto obtido através de uma carga laboratorial

A cor obtida na carga laboratorial foi confirmada por comparação com um padrão da nova cor do Projecto Crown Wood, como ilustra a Figura 4.3.

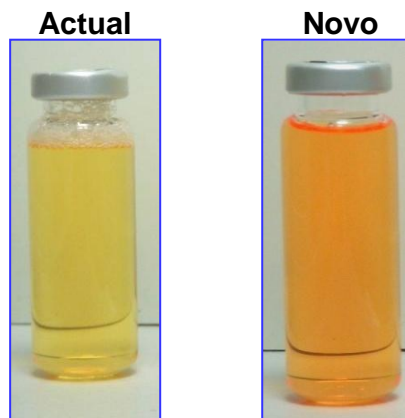


Figura 4.3: Padrão da nova cor do Projecto Crown Wood

Colocou-se, então, o produto em teste, em cinco condições diferentes (frigorífico, luz solar, lâmpada fluorescente, temperatura ambiente e estufa a 37°C). Este teste tem como objectivo avaliar a influência das condições nas características do produto.

A Figura 4.4 ilustra os resultados obtidos, distinguindo a cor original do produto da cor nas diferentes condições experimentais.

Resultados



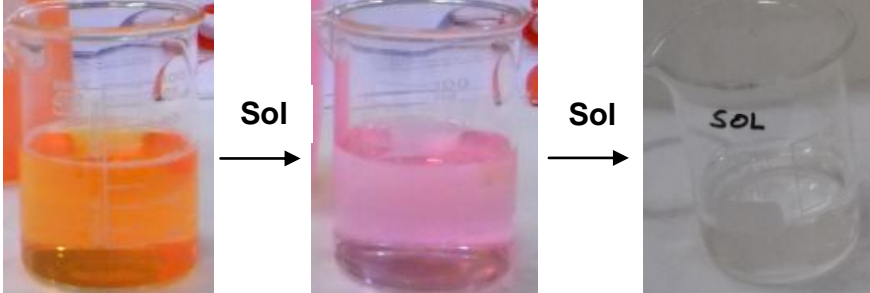
Condição	Resultados
✓ Original	
✓ Frigorífico, ✓ Ambiente, ✓ Estufa (37°C), ✓ Lâmpada Fluorescente.	
✓ Luz Solar	 <p style="text-align: center;"> 0 semanas 4ª Semana 6ª Semana </p>

Figura 4.4: Alterações verificadas periodicamente CIF Líquido Madeiras Novo

Sob acção da luz solar, verificou-se alteração de cor a partir da quarta semana, onde o produto apresentou uma cor rosa clara. No início da sexta semana, o produto perdeu totalmente a cor e o perfume, tendo um cheiro desagradável.

Sob acção da lâmpada fluorescente, não se verificaram alterações na cor do produto.

De forma a confirmar o resultado obtido, efectuaram-se os mesmos testes ao produto CIF Líquido Madeiras Actual, que continha o corante *Tartazine Yellow*. Sob acção da luz solar, verificou-se alteração da cor para rosa claro ao final da terceira semana, e para incolor ao final da sexta, como está evidenciado na Figura 4.5.

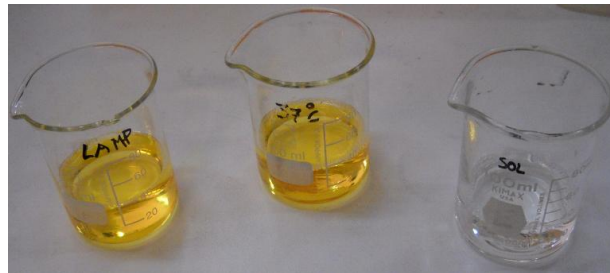


Figura 4.5: Produto CIF Líquido Madeiras Actual, após seis semanas

É de referir que, só ao final de oito semanas, o produto CIF Líquido Madeiras Actual, que se encontrava sob uma lâmpada fluorescente e na estufa a 37°C, apresentou o cheiro alterado, mantendo a cor.

Analisando os resultados obtidos, constata-se que o comportamento da perda de cor ao sol já se verificava com o CIF Líquido Madeiras Actual.

O efeito da luz solar depende da radiação emitida durante o tempo de exposição. A radiação solar degradou a cor e o perfume do produto após seis semanas.

Apesar de se verificarem alterações de cor no produto exposto à luz solar, este poderá ser lançado no mercado, dado que a condição solar foi retirada da directiva internacional de testes da Unilever.

A descrição de toda a monitorização efectuada para o CIF Líquido Madeiras Novo e o Actual encontram-se em Anexo C i.

CIF Líquido Vinagre

O centro de inovação pretende lançar uma nova fórmula para um produto alternativo ao CIF Líquido Vinagre, alterando os seus corantes e o seu perfume. Para o lançamento deste produto no mercado, a fábrica Lever deve otimizar o processo de produção e adaptá-lo às instalações fabris.

Durante a realização da carga laboratorial de CIF Líquido Vinagre, procedeu-se ao registo das fases mais relevantes. Para melhor realçar essas fases, tiraram-se fotografias, que estão ilustradas na Figura 4.6.

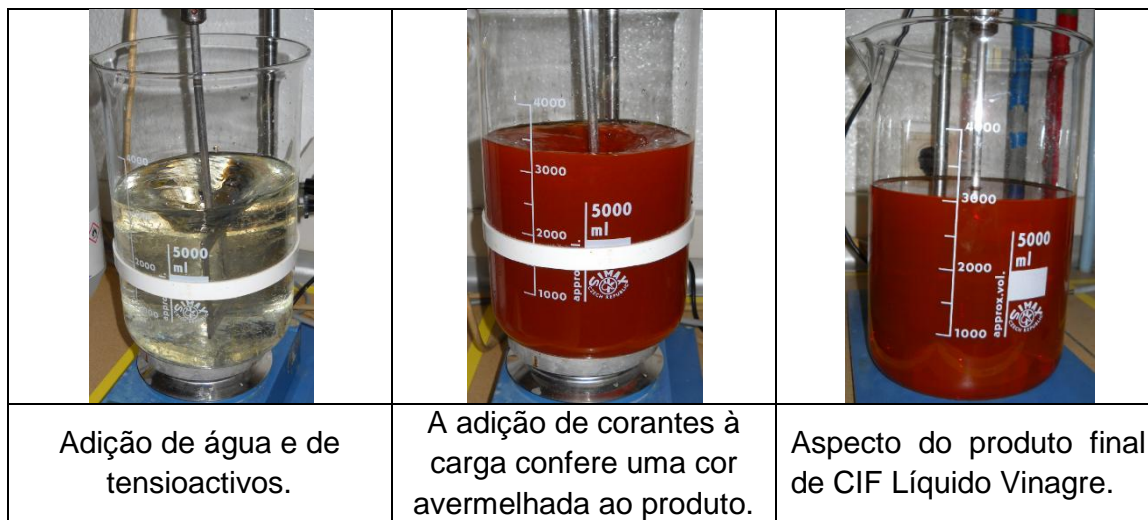


Figura 4.6: Ilustração de algumas etapas da realização do detergente CIF Líquido Vinagre

A realização desta carga laboratorial ocorreu sem comportamentos indesejados. Mediram-se os seus parâmetros, e compararam-se com os limites de especificação (Tabela 4.2).

Tabela 4.2: Resultados da primeira medição da carga laboratorial CIF Líquido Vinagre

	Limites de Especificação	Carga CIF Líquido Vinagre
pH	5,0 – 6,0	4,9
Ponto de Turvação (°C)	Mín.: 50	-

Através da análise da tabela anterior, constatou-se que o valor de pH era inferior ao limite de especificação, sendo necessário acrescentar *Soda Cáustica* para a correcção do pH. Adicionou-se 0,5 gramas de *Soda Cáustica* à carga realizada, obtendo novos resultados.

Tabela 4.3: Resultados da segunda medição da carga laboratorial CIF Líquido Vinagre

	Limites de Especificação	Carga CIF Líquido Vinagre
pH	5,0 – 6,0	5,3
Ponto de Turvação (°C)	Mín.: 50	60,2

Deste modo, a adição de *Soda Cáustica* corrigiu o valor de pH e verificou-se que o produto apresentou todos os parâmetros dentro do especificado.

Colocou-se o produto em teste, em cinco condições diferentes (frigorífico, luz solar, lâmpada fluorescente, temperatura ambiente e estufa a 37°C).

Observou-se semanalmente o comportamento da cor, sem obter alterações significativas e detectou-se, após oito semanas, alterações no cheiro do produto exposto ao sol e sob a lâmpada fluorescente.

Deste modo, constata-se que o produto perdeu o perfume mas não se verificou alteração na sua cor devido à radiação, no entanto, este poderá ser lançado para o mercado.

A monitorização efectuada à carga em teste encontra-se em Anexo C i.

4.1.1.2. Projecto Blur

O projecto Blur visa introduzir um produto no mercado, com propriedades antibacterianas. É um produto detergente com uma fragrância fresca, aplicável a múltiplas superfícies, garantido limpeza eficaz, removendo 99,9% de bactérias e eliminando o vírus da gripe H1N1.

CIF Blur

O CIF Blur Amarelo contém o corante *Tartazine Yellow*. A introdução deste corante permite obter uma cor muito próxima do CIF Líquido Madeiras Actual.

De forma a distinguir as cores destes produtos, utilizou-se o corante anteriormente referido no CIF Blur, e os corantes *Acid Red* e *Tartazine Yellow* no CIF Líquido de Madeiras.

De forma a avaliar o comportamento da interacção das matérias-primas e observar a estabilidade do produto final, efectuou-se a carga desta nova fórmula de CIF Blur Amarelo (Figura 4.7).



Figura 4.7: Carga realizada de CIF Blur Amarelo

Após a realização desta carga, registaram-se os parâmetros físico-químicos e compararam-se os resultados com os valores limites de especificação.

Tabela 4.4: Resultados da Carga Laboratorial de CIF Blur

	Limites de Especificação	Carga CIF Blur
pH	10,0 – 11,0	10,7
Ponto de Turvação (°C)	Mín.: 68	63,5

Pela análise da Tabela 4.4, verificou-se que o produto apresentou o pH dentro do especificado. No entanto, o ponto de turvação encontra-se abaixo do limite de especificação, sendo necessário um estudo mais detalhado.

Utilizaram-se embalagens de Polietileno (usadas na fábrica Lever), para o produto da carga CIF Blur Amarelo, poder ser testado nas várias condições.

Na 12ª semana, o produto perdeu o perfume devido à radiação emitida pela lâmpada fluorescente e pelo sol.

Ao longo das doze semanas, observou-se que o pH diminuiu ligeiramente e o ponto de turvação aumentou.

A monitorização da carga está mencionada em Anexo C i.

Posteriormente, arranjam-se produtos CIF Blur de duas variedades (Verde e Amarelo) usando embalagens de 750 ml de Polipropileno (PP) produzidas pela Unilever Internacional. Após a recepção destas embalagens (PP), distribuiu-se o produto pelas embalagens usadas na fábrica Lever, de Polietileno (PE), de modo a comparar-se o efeito do tipo de embalagem no produto.

Foram colocadas em teste as várias embalagens (PE e PP), contendo produtos CIF Blur de duas variedades. Observaram-se semanalmente os resultados obtidos em cada teste.

CIF Blur Verde

Objectivo: Testar o comportamento da cor do produto nas embalagens PE e PP.



Figura 4.8: Cor original do produto CIF Blur Verde (PE e PP)

Resultados

Tabela 4.5: Testes de Estabilidade efectuados ao CIF Blur Verde no frasco de PE

Frasco Lever Nacional (Polietileno)												
Condições	Ambiente				Lâmpada				Sol			
Observações semanais	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
Aspecto	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Cor	0	0	0	0	2	3	3	3	3	3	3	3
Perfume	0	0	0	1	0	1	2	2	2	2	3	3
Separação	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabela 4.6: Testes de Estabilidade efectuados ao CIF Blur Verde no frasco de PP

Frasco de Origem (Polipropileno)																
Condições	Frigorífico				Ambiente				Lâmpada				Sol			
Observações semanais	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
Aspecto	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Cor	0	0	0	0	0	0	0	0	2	3	3	3	3	3	3	3
Perfume	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	2	2	2	3	3
Separação	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Pela observação das Tabelas 4.5 e 4.6, constatou-se que o produto alterou a sua cor e perfume nas embalagens de PE e PP, sujeitas à lâmpada e à luz solar.

A alteração de cor foi observada logo na primeira semana, onde o produto exposto sob luz solar apresentou uma cor azul clara, embora a sua cor original fosse verde claro. No caso da lâmpada fluorescente, a cor observada foi azul esverdeada. Os resultados obtidos na primeira semana estão apresentados na Figura 4.9.

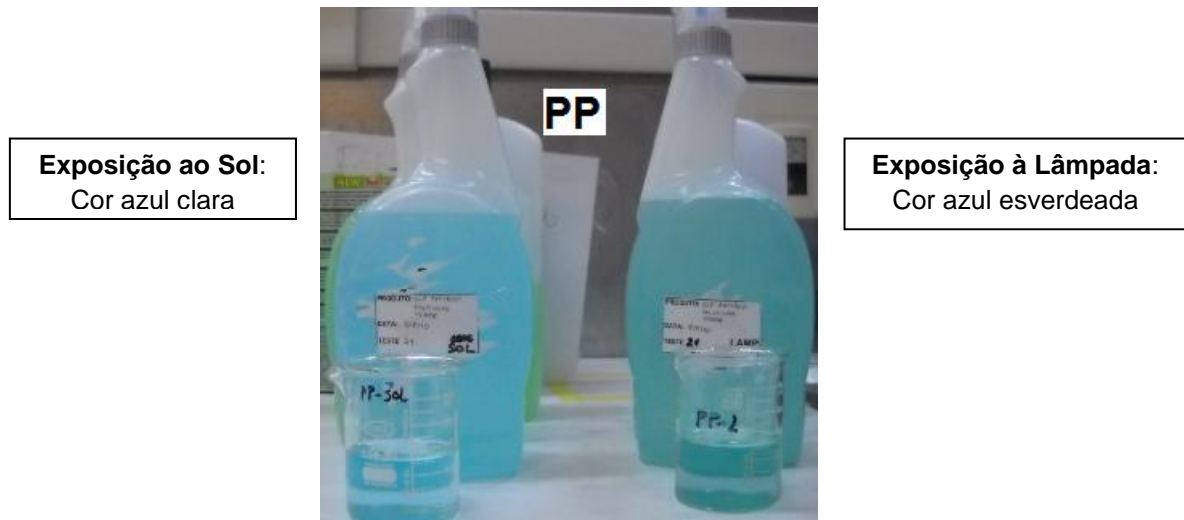


Figura 4.9: Resultados obtidos nas condições ao Sol e Lâmpada, após uma Semana (PP)

Através da análise da Figura 4.10 verifica-se que os produtos em ambas as embalagens foram afectados nas condições de lâmpada e luz solar. Observou-se uma alteração significativa na cor, esta passou de verde claro para azul.

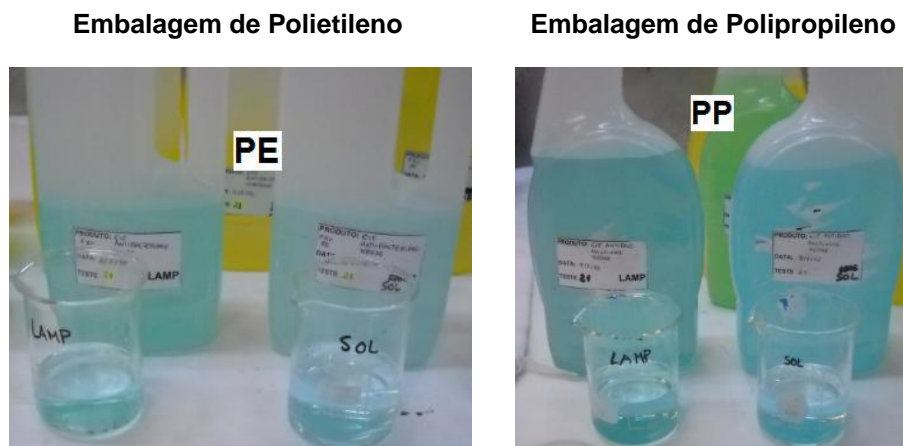


Figura 4.10: Resultados obtidos, após três Semanas, para embalagens de PE e PP

O produto na embalagem de PE apresentou sempre uma cor azul mais clara relativamente ao da embalagem de PP.

Os frascos de PP têm incorporado um filtro UV, pelo que se constata que a alteração de cor se deve à perda de um dos corantes constituintes.

CIF Blur Amarelo

Objectivo: Testar o comportamento da cor do produto nas embalagens PE e PP.



Figura 4.11: Cor original do produto CIF Blur Amarelo (PE e PP)

Tabela 4.7: Testes de Estabilidade efectuados ao CIF Blur Amarelo no frasco de PE

Frasco Lever Nacional (Polietileno)												
Condições	Ambiente				Lâmpada				Sol			
Observações semanais	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
Aspecto	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Cor	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Perfume	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1
Separação	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Tabela 4.8: Testes de Estabilidade efectuados ao CIF Blur Amarelo no frasco de PP

Frasco de Origem (Polipropileno)																
Condições	Frigorífico				Ambiente				Lâmpada				Sol			
Observações semanais	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
Aspecto	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Cor	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Perfume	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Separação	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

Observando as Tabelas 4.7 e 4.8, verificou-se que o produto nas embalagens de PE e de PP não se alterou. No entanto, na quarta semana, o produto da embalagem de PE, exposto sob luz solar, apresentou uma ligeira alteração no seu cheiro.

As Figuras 4.12 e 4.13 provam que o produto manteve a sua cor original em ambas as embalagens.

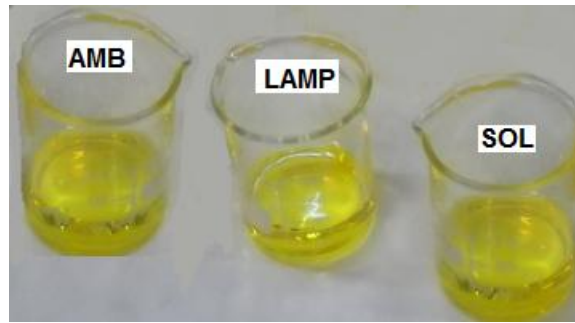


Figura 4.12: Verificação efectuada, após quatro Semanas, para embalagens de PE

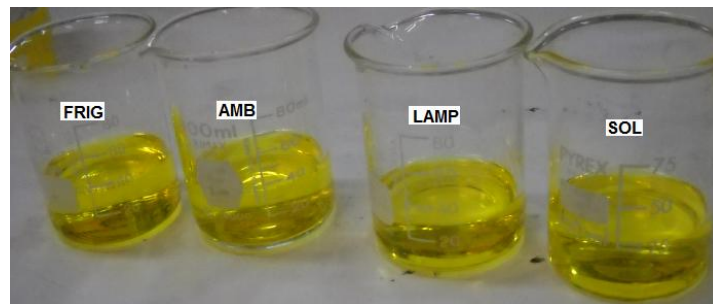


Figura 4.13: Verificação efectuada, após quatro Semanas, para embalagens de PP

A monitorização efectuada aos produtos encontra-se mencionada em Anexo C i.

Comparação de duas variedades CIF Blur (Verde e Amarelo)

As duas variedades de produtos CIF Blur apresentam diferentes corantes. O produto CIF Blur Verde apresentou a perda de um dos corantes constituintes. O produto CIF Blur Amarelo não se alterou.

Apesar do produto CIF Blur Verde apresentar alterações na cor e no perfume logo na primeira semana, consideram-se que estes efeitos se devem à existência de elevada radiação. No entanto, como a condição solar foi retirada da directiva internacional de testes da Unilever, os produtos CIF Blur poderão ser lançados no mercado.

4.1.1.3. Projecto Whitesnake

O projecto Whitesnake consiste na substituição de perfume no produto CIF Creme Activo. A introdução de um novo perfume poderá alterar a viscosidade do produto. O objectivo deste estudo consiste em verificar se existe alteração na viscosidade do produto após o processo de produção.

CIF Creme Activo

Para a elaboração da carga substituiu-se o perfume *Bright* pelo novo perfume *Cobra*.

Seguiu-se o processo de fabrico indicado, registou-se o comportamento das diferentes fases e para observar as diferentes etapas laboratoriais tiraram-se fotografias, que estão ilustradas na Figura 4.14.

		
Dissolução de tensoactivos.	Adição de <i>Soda Cáustica</i> aumenta o pH, controlando a alcalinidade do produto.	Adição de ácidos gordos a uma Temperatura próxima da solução evita choque térmico.
		
Adição de Carbonato de Cálcio confere a opacidade ao produto.	Obtenção de um aspecto cremoso branco e perfumado.	Medição de viscosidade ($20,88 \text{ s}^{-1}$, MVII, 25°C).

Figura 4.14: Ilustração de algumas etapas para realização do detergente CIF Creme Activo verde

Na Tabela 4.9 encontram-se os resultados obtidos para a carga realizada.

Tabela 4.9: Resultado da 1ª Carga Laboratorial de CIF Creme Activo verde, com novo perfume Cobra

Propriedades	Limites de Especificação	Resultados da 1ª Carga Laboratorial
Aspecto	Creme branco perfumado	Creme branco perfumado
Condutividade (mS/cm, 25°C)	Máx. 15	10,3
Viscosidade na Carga, (MVII, 20,88 s ⁻¹ , 25°C, mPa.s)	450 – 800	410
Peso Específico, (20°C, g/cm ³)	1,51 – 1,57	1,55
pH	12,5 – 13,5	13,0
Cloro Livre (%)	0,8 – 1,6	1,7

Pela análise da Tabela 4.9, verificou-se que a carga apresentou parâmetros dentro do especificado, excepto a Viscosidade e a % Cloro Livre.

Como o valor de viscosidade obtido, esteve abaixo do limite inferior de especificação (LIE), procedeu-se à confirmação deste resultado efectuando uma nova carga.

Mediram-se novamente, todas as propriedades físico-químicas, tendo-se obtido os seguintes resultados (Tabela 4.10).

Tabela 4.10: Resultado da 2ª Carga Laboratorial de CIF Creme Activo verde, com novo perfume Cobra

Propriedades	Limites de Especificação	Resultados da 2ª carga Laboratorial
Aspecto	Creme branco perfumado	Creme branco perfumado
Condutividade (mS/cm)	Máx. 15	11,0
Viscosidade na Carga, (MVII, 20,88 s ⁻¹ , mPa.s)	450 – 800	420 (26,4°C)
		430 (25,8°C)
Peso Específico, (20°C, g/cm ³)	1,51 – 1,57	1,56
pH (28,1°C)	12,5 – 13,5	13,0
Cloro Livre (%)	0,8 – 1,6	1,6

Efectuaram-se duas medições de viscosidade de forma a obter um valor coerente. As duas medições foram efectuadas a diferentes temperaturas. Estes valores não diferem muito da primeira carga laboratorial, pelo que se constata que os resultados obtidos são consistentes. Todas as outras propriedades apresentam valores que estão dentro do especificado.

Procedeu-se à elaboração de uma nova carga, com o objectivo de estudar se a adição de maior quantidade de *Hipoclorito de Sódio*, influencia ou não, o aumento da viscosidade. Desta forma, aumentou-se a percentagem de *Hipoclorito de Sódio* na mistura, de 8,5% para 10%, e por outro lado reduziu-se a percentagem de água clorada no processo. Observou-se que o valor de viscosidade aumentou ligeiramente, sendo no entanto inferior ao LIE. Os resultados para esta carga encontram-se na Tabela 4.11.

Tabela 4.11: Resultado da 3ª Carga Laboratorial com 10% de Hipoclorito de Sódio no CIF Creme Activo verde, utilizando novo perfume Cobra

Propriedades	Limites de Especificação	Resultados da 3ª Carga Laboratorial com 10% Hipoclorito de Sódio
Aspecto	Creme branco perfumado	Creme branco perfumado
Condutividade (mS/cm)	Máx. 15	9,0
Viscosidade na Carga, (MVII, 20,88 s ⁻¹ , mPa.s)	450 – 800	447
Peso Específico, (20°C, g/cm ³)	1,51 – 1,57	1,57
pH (26,4°C)	12,5 – 13,5	13,0
Cloro Livre (%)	0,8 – 1,6	1,5

De forma a averiguar se o novo perfume tinha influência na viscosidade, efectuou-se uma nova carga utilizando o perfume actual (*Bright*).

Nesta altura, o laboratório de desenvolvimento já não tinha algumas matérias-primas, tendo sido recolhidas e reabastecidas pela Produção. O facto de se utilizarem matérias-primas de outro lote também poderá ter influência na viscosidade do produto final.

Tabela 4.12: Resultado da 4ª Carga Laboratorial com 10% de Hipoclorito de Sódio no CIF Creme Activo verde, utilizando matérias-primas de outro lote e perfume actual Bright

Propriedades	Limites de Especificação	Resultados da 4ª Carga Laboratorial com 10% Hipoclorito de Sódio
Aspecto	Creme branco perfumado	Creme branco perfumado
Condutividade (mS/cm)	Máx. 15	6,6
Viscosidade na Carga, (MVII, 20,88 s ⁻¹ , mPa.s)	450 – 800	532
Peso Específico, (20°C, g/cm ³)	1,51 – 1,57	1,56
pH (29,2°C)	12,5 – 13,5	12,9
Cloro Livre (%)	0,8 – 1,6	1,6

De acordo com a Tabela 4.12 verifica-se que a nova carga laboratorial com matérias-primas de outro lote e com o perfume actual (*Bright*), apresentou uma viscosidade dentro dos limites de especificação.

Assim, foi necessário repetir uma nova carga com matérias-primas do mesmo lote da carga anterior e com o novo perfume *Cobra*, para se verificar se havia influência de matérias-primas na viscosidade.

Após a realização da quinta carga laboratorial, determinaram-se as propriedades desta (Tabela 4.13).

Tabela 4.13: Resultados da 5ª Carga Laboratorial com 10% de Hipoclorito de Sódio no CIF Creme Activo verde, utilizando matérias-primas de outro lote e novo perfume Cobra

Propriedades	Limites de Especificação	Resultados da 5ª Carga Laboratorial com 10% Hipoclorito de Sódio
Aspecto	Creme branco perfumado	Creme branco perfumado
Condutividade (mS/cm)	Máx. 15	6,7
Viscosidade na Carga, (MVII, 20,88 s ⁻¹ , mPa.s)	450 – 800	589
Peso Específico, (20°C, g/cm ³)	1,51 – 1,57	1,57
pH (25,3°C)	12,5 – 13,5	13,0
Cloro Livre (%)	0,8 – 1,6	1,6

A última carga efectuada provou que o produto com novo perfume, respeita os limites de especificação. Desta forma, este novo produto pode ser lançado no mercado dado que a viscosidade se encontra dentro dos limites de especificação. Também se pode concluir que o factor que alterou a viscosidade do produto foi o tempo de produção das matérias-primas.

4.1.1.4. Projecto Athens

Domestos Lixívia Espessa

Foram efectuadas cargas relativas a Domestos Lixívia Espessa, com o objectivo de estudar diferentes processos de fabrico e diferentes níveis de concentração de matérias-primas, de acordo com as orientações sugeridas pelo centro de inovação. É de realçar que, existem duas etapas neste processo; a formação da Pré-Mistura e a formação do produto final.

De forma a simplificar a leitura dos resultados, designaram-se os processos de fabrico com os nomes “PF1” e “PF2”. Executaram-se cargas para cada processo de fabrico, cuja principal diferença consiste na fase onde se adiciona uma nova matéria-prima, no espessante (PF1), ou no produto final (PF2). Por razões de confidencialidade, designar-se-á essa matéria-prima por “C”.

Utiliza-se a matéria-prima C na produção de Domestos Lixívia Espessa porque permite a formação de uma camada que mantém durante mais tempo o Hipoclorito na superfície, prolongando o tempo de desinfectação do produto.

Foram sugeridas duas fórmulas, em que o espessante mais concentrado é designado por “E1”, e o espessante menos concentrado é designado por “E2”.

O novo processo de fabrico sugerido pelo centro de inovação introduz C no produto final (PF2). No entanto, a Fábrica Lever em Sacavém não possui actualmente tubagens disponíveis para o introduzir nesta fase final. De forma a evitar custos desnecessários em tubagens, pensou-se em introduzir a matéria-prima C no espessante, sendo necessário estudar a viscosidade do espessante ao longo do tempo para verificar se era possível a utilização da bomba disponível na Lever.

Na execução da Pré-Mistura, a solução detergente é preparada com água a uma temperatura entre os 60 e 65°C, de modo a dissolver os ácidos gordos. Estes são neutralizados com *Hidróxido de Sódio*. O perfume é adicionado a uma temperatura inferior a 45°C para evitar a sua degradação e evaporação. O espessante será transferido para o produto final, se a sua temperatura for inferior a 30°C.

O processo de fabrico de Domestos Lixívia Espessa está ilustrado nas Figuras 4.15 e 4.16.

Fabrico de Espessante (Pré-Mix)

		
<p>Dissolução de ácidos gordos.</p>	<p>Neutralização dos ácidos gordos com <i>Hidróxido de sódio</i>.</p>	<p>Adição de tensoactivos dá uma tonalidade esbranquiçada.</p>
		
<p>Adição de corante e perfume deve ser feita abaixo de 45 °C.</p>	<p>Aspecto do espessante final.</p>	

Figura 4.15: Preparação do Pré-Mix

Produto final (Batch)




		
<p>Dissolução do espessante.</p>	<p>Introdução das restantes matérias-primas.</p>	<p>Aspecto final do produto (Líquido amarelo, turvo, viscoso, perfumado).</p>

Figura 4.16: Aspecto final do produto Domestos Lixívia Espessa

E1- Espessante mais concentrado

Preparou-se o espessante mais concentrado e dividiu-se este em dois copos. Posteriormente, adicionou-se a matéria-prima C a um dos espessantes.

Foram realizadas duas medições, uma efectuada no dia da preparação do espessante (Dia 1) e outra no dia seguinte (Dia 2) (Tabela 4.14).

Tabela 4.14: Leitura da viscosidade de E1 sem e com C no Dia 1 e Dia 2

Leitura efectuada	Dia 1 Viscosidade (mPa.s) (MVII; 20,88 s ⁻¹)	Dia 2 Viscosidade (mPa.s) (MVII; 20,88 s ⁻¹)
Espessante sem C	6250	6630
Espessante com C	Resultado muito elevado*	Resultado muito elevado*

*O valor da viscosidade é muito elevado, isto é, o Spindle “MVII” não consegue definir um valor para a viscosidade.

Os resultados obtidos mostram que a introdução da matéria-prima C no espessante mais concentrado origina uma viscosidade muito elevada.

De seguida, executaram-se duas cargas com os dois espessantes anteriormente produzidos.

No final da execução de cargas, observou-se um aspecto turvo do produto, devido à existência de bolhas de ar, que se produziram durante o processo. Após a estabilização destas cargas, o produto apresentou um aspecto límpido como se observa na Figura 4.17.

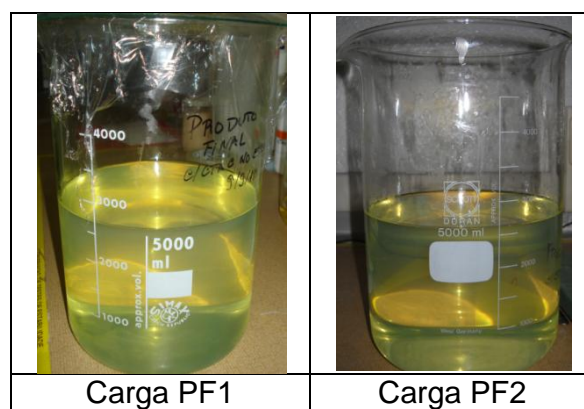


Figura 4.17: Aspecto límpido do Produto final de duas cargas elaboradas

Os resultados obtidos para estas cargas laboratoriais foram os seguintes:

Tabela 4.15: Medição de parâmetros de Cargas PF1 e PF2

Propriedades	Limites Especificação	Carga PF1 (C no Espessante)	Carga PF2 (C no Produto Final)
Aspecto/ Perfume	Líquido amarelado, límpido, viscoso e perfumado	Líquido amarelado, límpido, viscoso e perfumado	Líquido amarelado, límpido, viscoso e perfumado
Viscosidade (mPa.s) (MVII; 20,88 s ⁻¹ ; 25°C)	400 – 600	510	522
% Cloro Livre	4,0 – 5,0	4,4	4,5
% Soda Livre	0,70 – 1,00	0,96	0,94
pH	—	13,24	13,23

Apesar da viscosidade dos espessantes apresentarem resultados muito diferentes, ambos os produtos finais apresentam viscosidades semelhantes e dentro dos limites de especificação (400-600 mPa.s).

E2- Espessante menos concentrado

Preparou-se o espessante menos concentrado (sem e com a matéria-prima C). Verificou-se que o espessante preparado com C, apresentou uma leitura de viscosidade de 4000 mPa.s, e o espessante preparado sem C, tem uma viscosidade zero (Tabela 4.16).

Tabela 4.16: Leitura da viscosidade de E2 sem e com C

Leitura efectuada	Viscosidade (mPa.s) (MVII; 20,88 s ⁻¹)
Espessante sem C	0
Espessante com C	4000

Para perceber se existe variação da viscosidade do espessante à temperatura ambiente, efectuaram-se medições deste parâmetro e do pH ao longo do tempo (Figuras 4.18 e 4.19).

Resultados

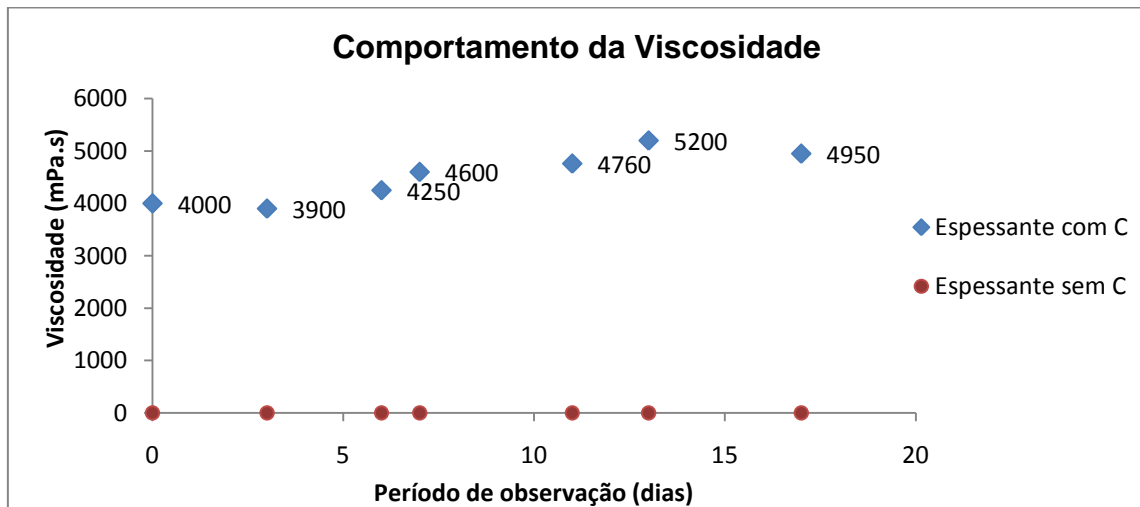


Figura 4.18: Influência no parâmetro Viscosidade para ambos os espessantes

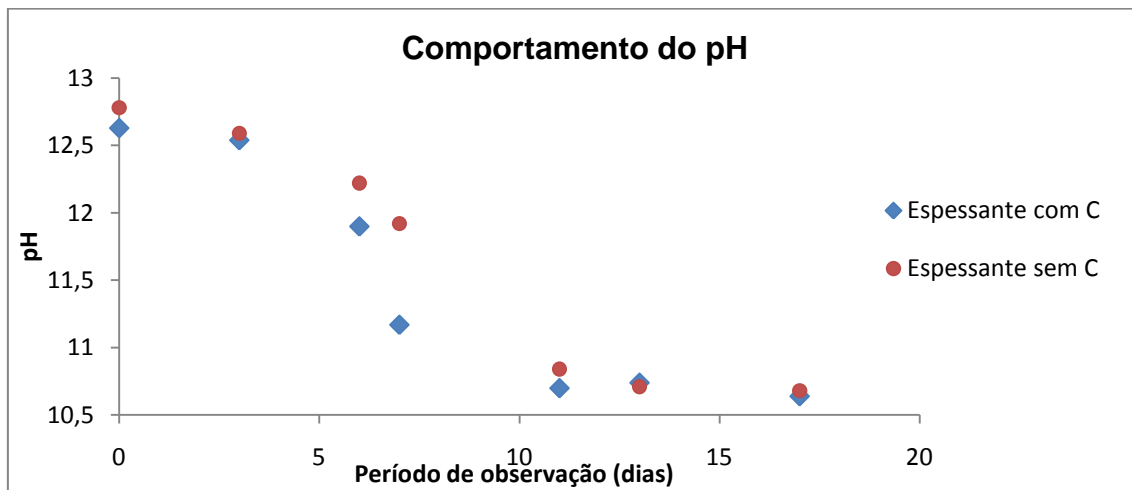


Figura 4.19: Influência do parâmetro pH para ambos os espessantes

Pela observação da Figura 4.18, verifica-se que ao longo do tempo a viscosidade não apresenta uma variação significativa, dado que aumenta de 4000 mPa.s para 4950 mPa.s.

A Figura 4.19 ilustra o comportamento do pH, onde se verifica que embora o pH diminua, esta alteração não é significativa.

A operação de transporte do espessante com matéria-prima C depende de vários factores: da bomba utilizada, das medidas de tubagem e da viscosidade do espessante. Tendo em conta as características da bomba utilizada na Lever, conclui-se que o valor de viscosidade obtido (4000 mPa.s) é manuseável na produção.

4.1.1.5. Projecto Domestos Clássico

O objectivo do Projecto Domestos Clássico consiste em introduzir uma nova formulação que se baseia na substituição do perfume Flamingo 66 pelo perfume Escalibur 259.

O objectivo deste estudo permite avaliar se a mudança de perfume, altera alguma característica do produto, em termos da cor, opacidade, etc.

Efectuou-se uma carga laboratorial de 2000 gramas de produto com o novo perfume. As propriedades da carga realizada encontram-se na Tabela 4.17.

Tabela 4.17: Resultados da Carga Laboratorial efectuada ao Domestos Clássico

Propriedades	Limites Especificação	Carga Domestos Clássico
Aspecto/ Perfume	Líquido límpido perfumado, amarelado	Líquido límpido perfumado, amarelado
% Soda Livre	0,20 – 0,50	0,34
% Cloro Livre	4,0 – 5,0	4,3

O método da determinação do teor em Hidróxido de Sódio em produtos líquidos com Hipoclorito de Sódio (MA-343) consiste na titulação de uma amostra do produto com uma solução de HCl (0,5 M), até que o valor de pH da solução seja aproximadamente 10.

De forma a obter a curva de titulação, registaram-se os valores de pH à medida que a solução ia sendo titulada com HCl (0,5 M) (Figura 4.20).

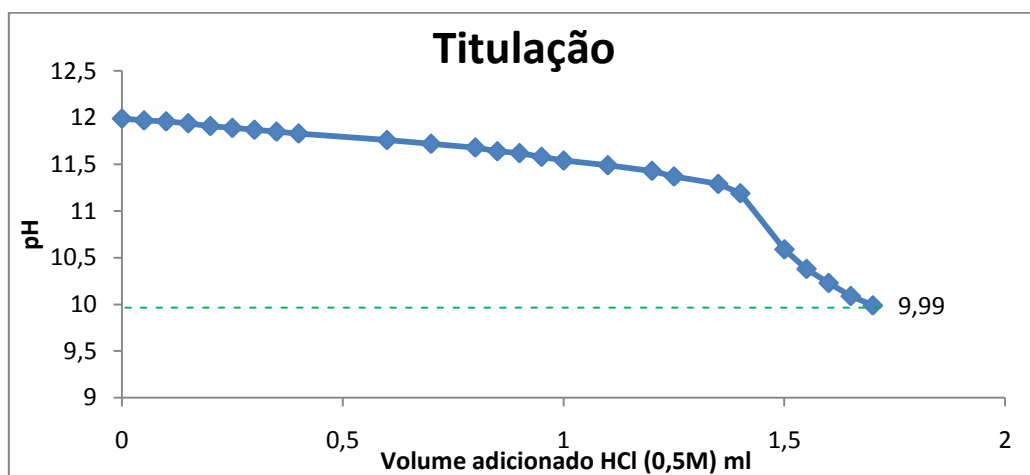


Figura 4.20: Curva de Titulação

Para determinar o teor em Hidróxido de Sódio, utilizou-se o volume gasto de HCl até a solução apresentar um pH~10, que foi de 1,7 ml. Para este volume adicionado, o teor obtido, de acordo com o método, é de 0,34%.

Como todos os parâmetros estudados se encontram dentro dos limites de especificação, não há alteração das propriedades físico-químicas pelo facto de se utilizarem perfumes diferentes. Como tal, este produto pode ser lançado no mercado.

4.1.1.6. Projecto CIF Líquido com Lixívia de Limão

O objectivo da introdução desta nova formulação consiste na substituição do perfume Escalibur 148 pelo perfume Escalibur 259. Este estudo permite avaliar se existem alterações nas características do produto final.

Efectuou-se uma carga de 2000 gramas e compararam-se as suas propriedades físico-químicas com as de especificação (Tabela 4.18).

Tabela 4.18: Resultados da Carga Laboratorial efectuada ao CIF Líquido Activo com Lixívia de Limão

Propriedades	Limites Especificação	Carga CIF Líquido Activo Limão
Aspecto/ Perfume	Líquido límpido perfumado	Líquido límpido perfumado
pH (27,5°C)	12,0 – 13,5	13,0
Peso Específico (20°C, g/cm ³)	1,02 – 1,04	1,02
% Cloro Livre	1,2 – 1,8	1,6

A substituição por este novo perfume não altera as suas propriedades. Como tal, este produto pode ser lançado no mercado.

4.1.2. Problemas Industriais

Caso de Estudo 1

Ao surgir um problema na produção industrial da Fábrica Lever em Sacavém, teve de se bloquear o produto Vasenol Nutri-Regeneração por este apresentar baixa viscosidade mesmo após se terem efectuado medidas correctivas.

De forma a reaproveitar o produto, foi proposto estudar em laboratório a junção deste produto de baixa viscosidade a um produto com uma viscosidade dentro do especificado, e testar a viscosidade da mistura.

Inicialmente mediram-se o pH e a viscosidade de ambos os produtos, comparando de seguida estes parâmetros com os limites de especificação (Tabelas 4.19 – 4.21).

Tabela 4.19: Especificações do Vasenol Nutri-Regeneração

Propriedades	Valor Nominal	Limites de Especificação
pH	4,9	4,7 – 5,0
Viscosidade (mPa.s)	10500	8000 – 13000

Tabela 4.20: Resultados obtidos da medição do Produto com parâmetros dentro do especificado

Produto com parâmetros dentro do especificado	
pH	4,9
Viscosidade (mPa.s)	12300

Tabela 4.21: Resultados obtidos da medição do Produto de Baixa Viscosidade

Produto de Baixa Viscosidade	
pH	4,8
Viscosidade (mPa.s)	5100

Apresentam-se duas soluções para este problema industrial, que se baseiam na mistura de produtos.

Solução 1

Misturar 1000 gramas de Produto com parâmetros dentro do especificado com 500 gramas de Produto de Baixa Viscosidade, na proporção 2:1.

Após a mistura e agitação constante, efectuou-se a medição de pH e viscosidade, tendo obtido:

→ pH (25,5°C) = 4,91

→ Viscosidade = 9700 mPa.s

De forma a obter um valor mais próximo da realidade, deixou-se estabilizar a mistura, já que o ar que o produto incorpora durante a agitação é um factor que influencia a sua viscosidade. Após esta estabilização mediu-se o pH e a viscosidade, obtendo:

→ pH (25,4°C) = 4,89

→ Viscosidade = 10000 mPa.s

Solução 2

Misturar 1000 gramas de Produto com parâmetros dentro do especificado com 1000 gramas de Produto de Baixa Viscosidade, na proporção 1:1.

Após a mistura e agitação constante, efectuou-se a medição de pH e viscosidade, tendo obtido:

→ pH (25,5°C) = 4,88

→ Viscosidade = 8300 mPa.s

Novamente, deixou-se estabilizar a mistura e mediu-se o pH e a viscosidade, obtendo:

→ pH = 4,91

→ Viscosidade = 8800 mPa.s

Ambas as soluções apresentam valores de viscosidade que estão dentro dos limites de especificação, no entanto, a Solução 1 apresenta um valor mais próximo (10000 mPa.s) do valor nominal de produção industrial (10500 mPa.s).

Desta forma, sugere-se a Solução 1 para a resolução do problema industrial.

4.1.3. Estudo da curva de viscosidade de uma carga feita na produção

Na sequência do problema anterior, estudou-se a evolução da curva de viscosidade de uma outra carga de Vasenol Nutri-Regeneração sendo efectuada na produção da Fábrica Lever em Sacavém.

A viscosidade é uma das propriedades de geles de banho e normalmente é ajustada com; o cloreto de sódio (aumenta a viscosidade) e o polipropileno glicol (baixa a viscosidade).

Neste estudo mediram-se as viscosidades antes e após se adicionarem pequenas quantidades de cloreto de sódio, registando-se a evolução da viscosidade (Tabela 4.22).

A carga de produção inicial continha 26 Kg de cloreto de sódio em 3000 Kg de produto final, que corresponde a uma percentagem de 0,87% de cloreto de sódio. De forma a simular como variava a curva de viscosidades, adicionaram-se em laboratório pequenas quantidades de cloreto de sódio, sendo a composição de 0,03% de NaCl.

Procedeu-se deste modo pois considerou-se que os 3000 gramas utilizados em laboratório correspondem aos 3000 Kg da produção industrial, e assim a cada grama de NaCl adicionada em laboratório corresponderá a 1 Kg de NaCl adicionada à escala industrial.

Cada quantidade de cloreto de sódio adicionada, no laboratório, foi dissolvida em aproximadamente 5 ml de água destilada. Após a dissolução, adicionou-se à mistura agitando durante 20 minutos.

Antes da medição das viscosidades, procedeu-se à mistura completa da carga com o cloreto de sódio (Figura 4.21).



Figura 4.21: Carga de Vasenol Nutri-Regeneração vinda da produção

Apresenta-se na Tabela 4.22 os valores de viscosidade e pH obtidos experimentalmente e o respectivo gráfico de viscosidade (Figura 4.22).

Tabela 4.22: Resultados experimentais de uma carga de Vasenol Nutri-Regeneração feita na Produção

Período	Medições	pH	Percentagem de NaCl na formulação (%)	Massa de NaCl na formulação (g)	Viscosidade* (mPa.s)
Dia 1	1	4,90	0,87	26	10400
	2	4,88	0,90	27	10600
	3	4,88	0,93	28	10600
	4	4,94	0,97	29	10550
Dia 2	5	4,92	1,00	30	10500
	6	4,91	1,03	31	10350
	7	4,92	1,07	32	10250
	8	4,93	1,10	33	10200
Dia 3	9	4,90	1,13	34	10200
	10	4,88	1,17	35	10200
	11	4,86	1,20	36	10200
	12	4,85	1,27	38	10000
Dia 4	13	4,91	1,33	40	10200
	14	4,88	1,40	42	9600
Dia 5	15	4,87	1,47	44	9500
	16	4,89	1,53	46	9350
	17	4,93	1,60	48	9050
Dia 6	18	4,91	1,67	50	8900
	19	4,90	1,73	52	8850
Dia 7	20	4,85	1,80	54	8600
	21	4,84	1,87	56	8400
Dia 8	22	4,81	1,93	58	8200
	23	4,85	2,00	60	8100

*O método de análise (MA-508) é referente à determinação da viscosidade de geles de banho.

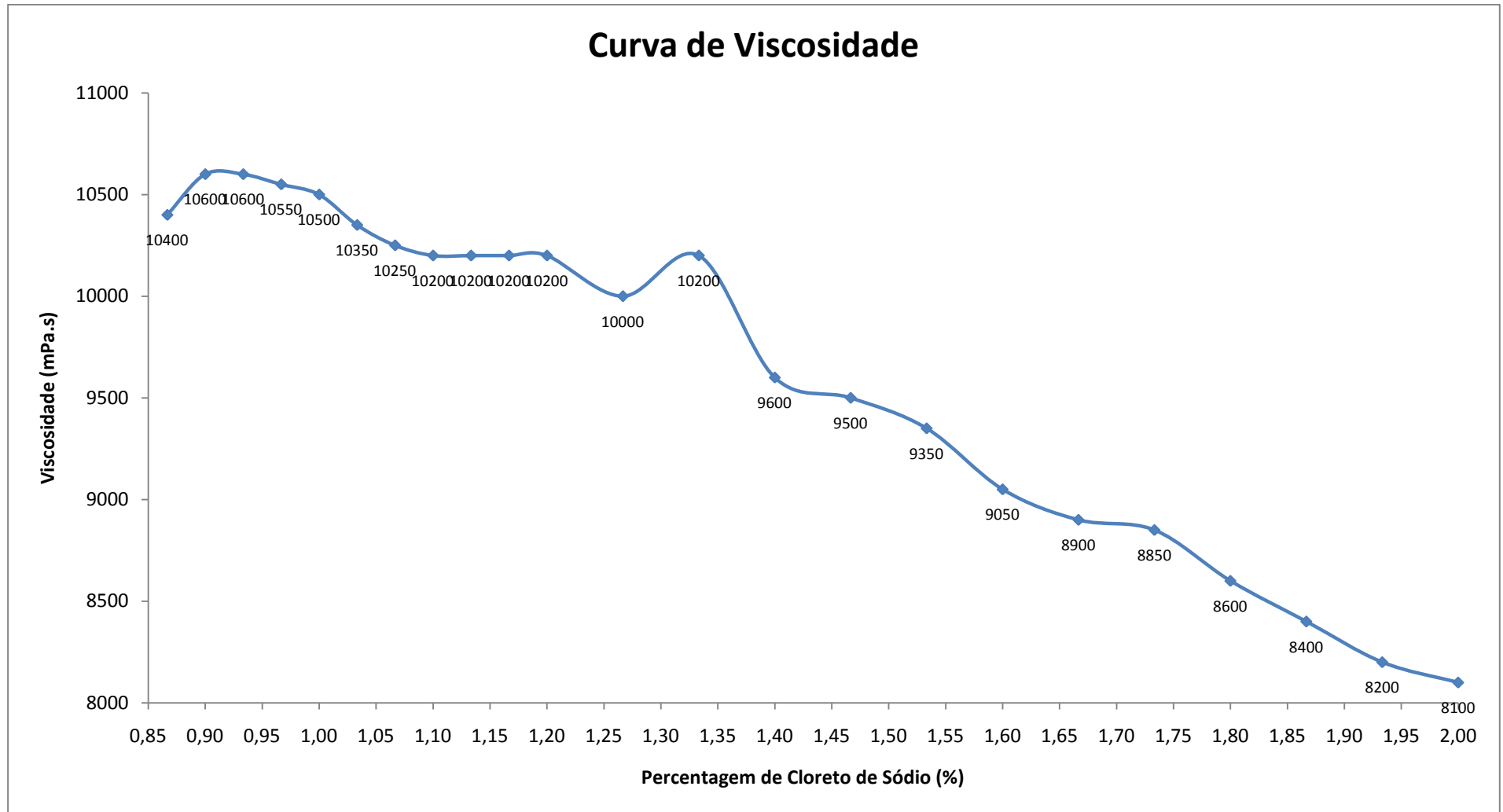


Figura 4.22: Variação da curva de viscosidade numa carga de Vasenol Nutri-Regeneração com Cloreto de Sódio

O valor da viscosidade de Vasenol Nutri-Regeneração após a produção industrial foi de 10400 mPa.s, encontrando-se este valor dentro dos limites de especificação (8000 – 13000 mPa.s).

Após a primeira adição de NaCl, a curva atinge um patamar máximo de viscosidades que é característico de um gel de banho.

A partir deste patamar, constata-se uma tendência na diminuição do valor de viscosidades, indicando que o gel de banho já atingiu a concentração de cloreto de sódio (0,90%) correspondente à viscosidade máxima (10600 mPa.s).

Da análise da Figura 4.22 observa-se que, até 2% de cloreto de sódio a viscosidade da carga permaneceu dentro dos limites. Não foi medida a viscosidade com teores de NaCl superiores a 2%.

Além da medição da viscosidade, verificaram-se também se os valores de pH se mantinham dentro dos limites de especificação (4,70 – 5,00) (Figura 4.23).

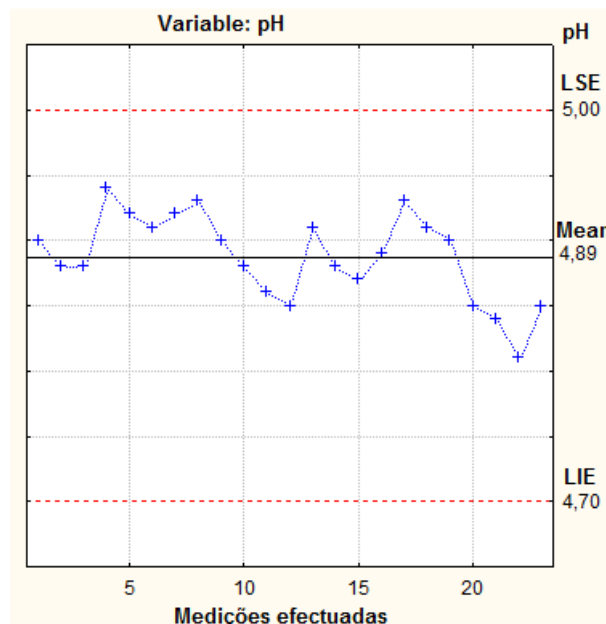


Figura 4.23: Variação do parâmetro pH





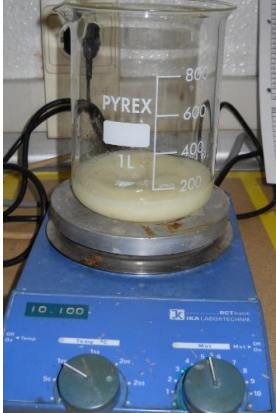

Todos os valores de pH encontram-se dentro dos limites de especificação. Através das medições efectuadas, foi possível determinar a média e o desvio padrão, sendo respectivamente, de 4,89 e 0,03.

Calculou-se o desvio-padrão para medir a variabilidade dos valores em relação à média. Como o valor do desvio padrão é 0,03 (baixa dispersão), e a precisão do aparelho de medição é de 0,01, pode concluir-se que nestas condições a média não irá alterar-se significativamente, podendo afirmar que o produto encontrar-se-á sempre dentro do intervalo de especificação.

4.1.4. Estudo da curva de viscosidade do Vasenol Aloe Fresh

Efectuou-se no laboratório uma carga de Vasenol Aloe Fresh, com o objectivo de estudar a evolução da curva de viscosidade desta carga e posteriormente efectuar uma comparação com a evolução da curva de viscosidade da carga Vasenol Nutri-Regeneração que foi realizada na produção da Fábrica Lever em Sacavém.

A primeira etapa deste estudo consiste em avaliar o comportamento da carga de Vasenol Aloe Fresh após a adição de diversas matérias-primas. Seguiu-se o processo de fabrico indicado, registando-se o comportamento das diferentes fases. Durante as diferentes etapas da realização da carga laboratorial tiraram-se fotografias, que estão ilustradas na Figura 4.24.

		
Dissolução de tensoactivos em água clorada.	Dissolução de conservantes e emotivos.	Adição da solução de ácido cítrico ajusta o pH.
		
Adição de dois corantes diferentes proporciona uma cor verde ao produto.	Preparação da solução de emotivos.	Adição da solução anteriormente preparada à carga.

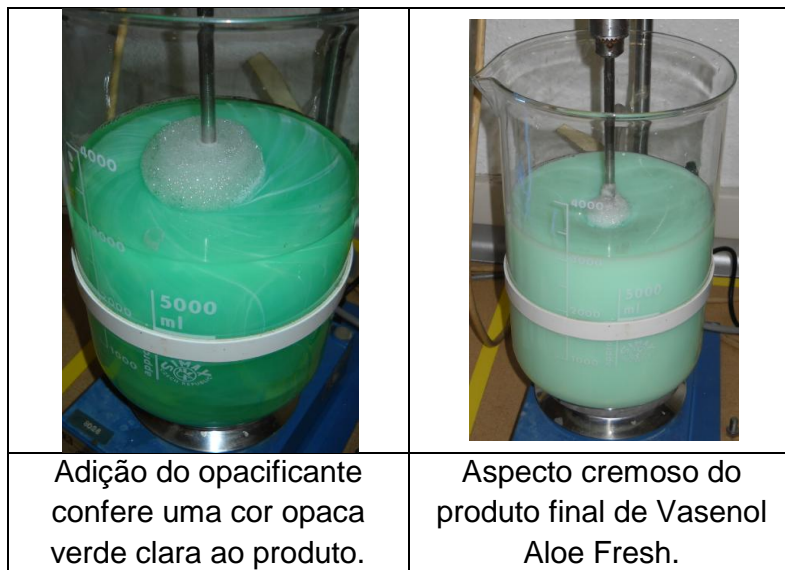


Figura 4.24: Ilustração das diferentes etapas da realização do gel de banho Vasenol Aloe Fresh

Durante a realização da carga, as matérias-primas dissolveram-se bem e no final observou-se o aspecto cremoso típico de um gel de banho.

A ausência inicial de cloreto de sódio permitiu estudar a evolução de toda curva de viscosidade após a primeira adição de cloreto de sódio na formulação.

Na Tabela 4.23, encontram-se os resultados iniciais do produto sem cloreto de sódio, bem como os limites de especificação.

Tabela 4.23: Resultados obtidos no dia da elaboração da carga laboratorial sem Cloreto de sódio

	Limites de especificação	Carga Vasenol Aloe Fresh, sem NaCl
pH	4,70 - 5,00	4,77
Viscosidade (mPa.s)	8000 - 13000	600

O valor de pH encontra-se no limite inferior de especificação e a viscosidade tem um valor inferior ao especificado devido à ausência de cloreto de sódio.

Os dados obtidos experimentalmente estão registados na Tabela 4.24. Representou-se a evolução da curva de viscosidades na Figura 4.25.

Tabela 4.24: Resultados experimentais da Carga Laboratorial de Vasenol Aloe Fresh

Período	Medições	pH	Porcentagem de NaCl na formulação (%)	Massa de NaCl na formulação (g)	Viscosidade (mPa.s)
Dia 1	1	4,92	0	0	700
	2	4,93	0,10	3	1000
	3	4,90	0,20	6	1400
Dia 2	4	4,87	0,30	9	1600
	5	4,88	0,40	12	2150
	6	4,86	0,50	15	2500
	7	4,85	0,60	18	3100
Dia 3	8	4,88	0,70	21	3600
	9	4,87	0,80	24	4300
	10	4,86	0,90	27	5100
	11	4,85	1,00	30	5700
Dia 4	12	4,82	1,03	31	6800
	13	4,83	1,07	32	6900
Dia 5	14	4,85	1,10	33	7000
	15	4,80	1,13	34	7100
	16	4,78	1,17	35	7200
	17	4,79	1,20	36	7200
Dia 6	18	4,78	1,23	37	7700
	19	4,84	1,27	38	8900
	20	4,84	1,30	39	9300
	21	4,85	1,33	40	10200
	22	4,84	1,37	41	9700
	23	4,83	1,40	42	10200
Dia 7	24	4,75	1,43	43	9600
	25	4,73	1,47	44	10000
	26	4,72	1,50	45	10700
	27	4,80	1,53	46	11000
Dia 8	28	4,79	1,57	47	12400
	29	4,80	1,60	48	12700
Dia 9	30	4,75	1,63	49	12600
	31	4,76	1,67	50	12700
	32	4,76	1,70	51	12800
Dia 10	33	4,74	1,73	52	12500
	34	4,69	1,77	53	12600
	35	4,67	1,80	54	13350
	36	4,71	1,83	55	13700

	37	4,73	1,87	56	13950
	38	4,72	1,90	57	14200
	39	4,73	1,93	58	14400
	40	4,66	1,97	59	14600
Dia 11	41	4,74	2,00	60	15100
	42	4,74	2,03	61	14300
	43	4,69	2,07	62	14600
Dia 12	44	4,76	2,10	63	14500
	45	4,77	2,13	64	14400
	46	4,76	2,17	65	14500
	47	4,72	2,20	66	13500
	48	4,71	2,23	67	13400
Dia 13	49	4,71	2,27	68	13400
	50	4,75	2,30	69	13400
	51	4,75	2,33	70	13100
	52	4,74	2,37	71	12700
	53	4,72	2,40	72	12500
	54	4,73	2,43	73	11900
	55	4,69	2,47	74	10900
	56	4,71	2,50	75	11300
	57	4,72	2,53	76	10600
Dia 14	58	4,64	2,57	77	10200
	59	4,72	2,60	78	10000
	60	4,70	2,63	79	9500
	61	4,68	2,67	80	9300
	62	4,79	2,70	81	9000
Dia 15	63	4,71	2,73	82	8800
	64	4,68	2,77	83	8700
	65	4,71	2,80	84	8300
	66	4,69	2,83	85	8100
	67	4,67	2,87	86	7800

Pela análise da Tabela 4.24, verificou-se que o produto sem NaCl na formulação apresentou diferença nos resultados, respeitantes a dias seguidos:

- ✓ Relativamente ao pH, a primeira medição (4,92) é superior à medição efectuada no dia de elaboração da carga (4,77), no entanto não se considera esta diferença relevante;
- ✓ Em relação à viscosidade, a medição efectuada no dia de elaboração (600 mPa.s) é inferior à medição efectuada no Dia 1 (700 mPa.s), dado que esta carga já se encontra estabilizada e sem ar.

É de referir que, a quantidade de NaCl adicionada actualmente na produção é de 30 Kg, e que após se adicionarem 30 gramas de NaCl a nível laboratorial, o produto apresentou ainda uma baixa viscosidade de 5700 mPa.s.

A viscosidade do produto entrou dentro do limite de especificação, após se adicionarem 38 gramas de cloreto de sódio, apresentando um valor de 8900 mPa.s. Além disso, apresentou uma tendência para aumentar até atingir 60 gramas, valor correspondente à viscosidade máxima (15100 mPa.s).

Após se atingir a viscosidade máxima do produto, a adição de mais cloreto de sódio (> 2%) diminuirá o valor de viscosidade (Figura 4.25).

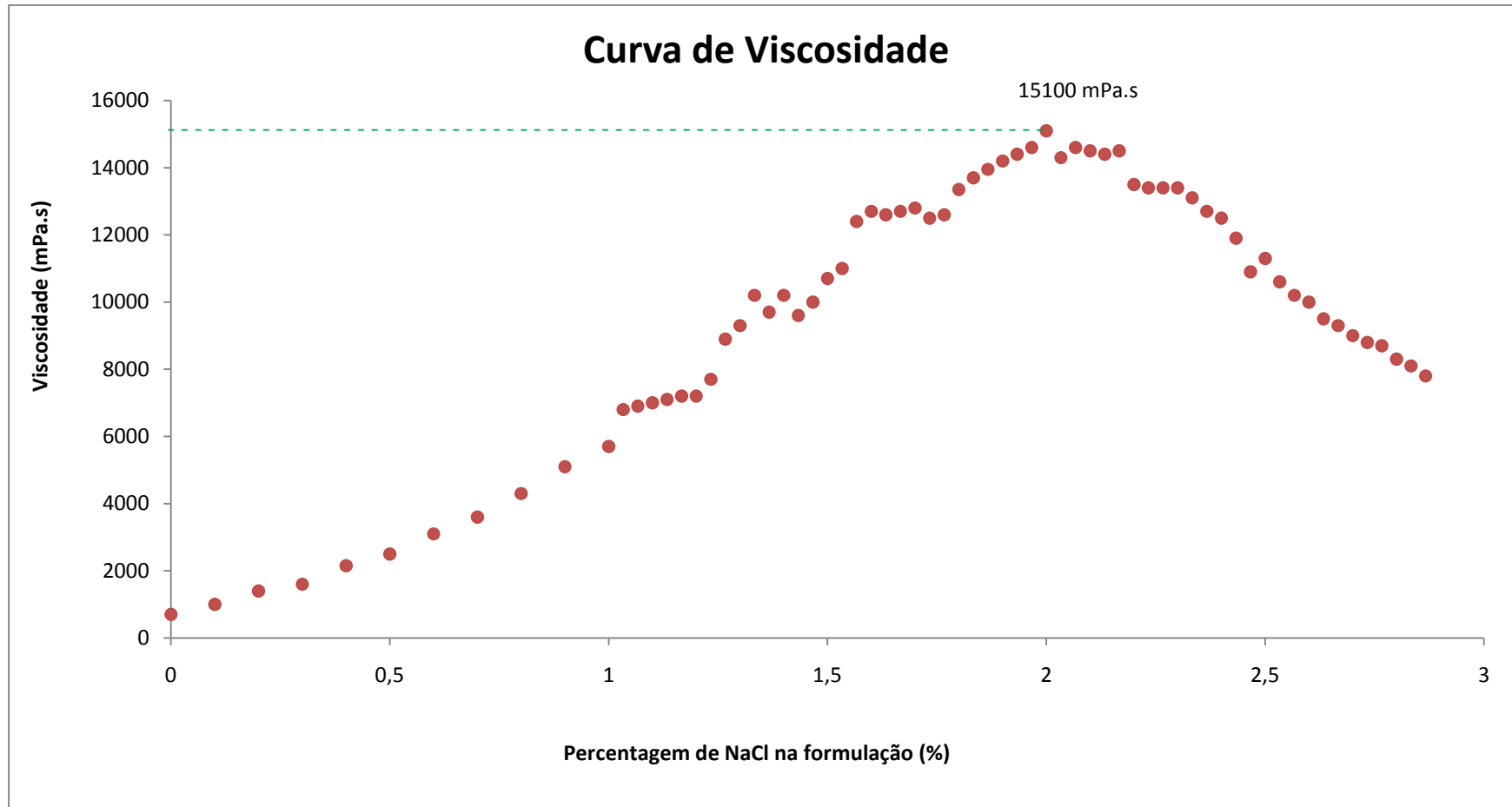


Figura 4.25: Variação da curva de viscosidade na carga laboratorial de Vasenol Aloe Fresh com Cloreto de Sódio

4.1.5. Comparação da curva de viscosidade da Carga Laboratorial de Vasenol Aloe Fresh com a curva de viscosidade de Vasenol Nutri-Regeneração realizada na Produção

Pela observação da evolução da curva de viscosidade verifica-se que, o gel de banho Vasenol Nutri-Regeneração, apresenta um valor máximo de viscosidade de 10600 mPa.s, mas o gel de banho Vasenol Aloe Fresh consegue atingir valores de viscosidade superiores (15100 mPa.s), conforme se pode verificar pela observação da Figura 4.26.

Os resultados são relativos a uma única carga. Para aprofundar o estudo da curva de viscosidade, seria necessário efectuar mais cargas e obter um valor médio.

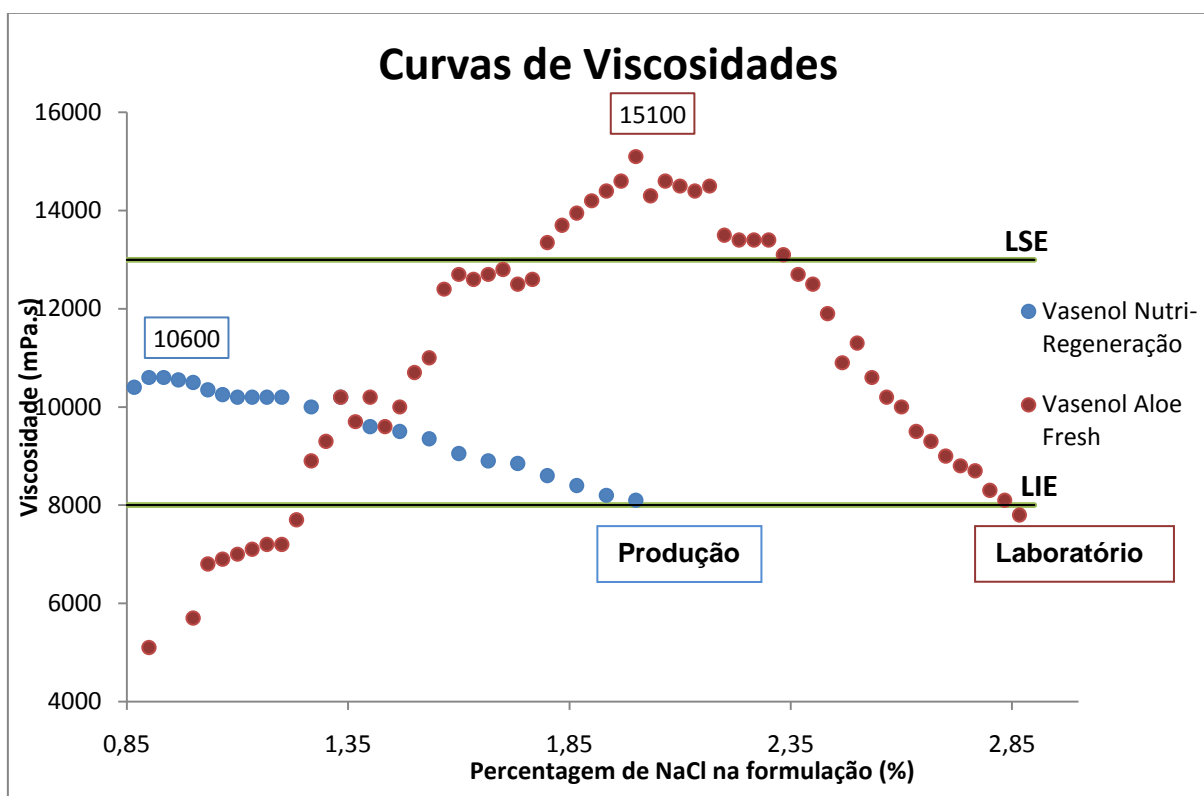


Figura 4.26: Curvas de viscosidades de geles de banho

As cargas apresentaram uma grande diferença de viscosidade máxima na medida que foram preparadas em diferentes condições, isto é:

- ✓ A carga preparada na Produção já continha 0,87% de cloreto de sódio;
- ✓ A carga preparada no Laboratório não continha qualquer quantidade de cloreto de sódio;

Outro motivo possível desta variação, poderá dever-se ao facto dos produtos utilizarem diferentes perfumes, na medida que podem ocorrer diferentes interações com os ingredientes da fórmula.

Na Figura 4.26, cada ponto corresponde à medição da viscosidade após se adicionarem pequenas quantidades de cloreto de sódio.

Cada quantidade de cloreto de sódio adicionada, no laboratório, foi dissolvida em aproximadamente 5 ml de água destilada. Após a dissolução, adicionou-se à mistura agitando durante 20 minutos.

Desta forma, a quantidade total de água destilada adicionada a cada carga, foi:

- ✓ 3,83 % água destilada adicionada à carga de Produção (Vasenol Nutri-Regeneração);
- ✓ 11,17 % água destilada adicionada à carga de Laboratório (Vasenol Aloe Fresh).

Estas quantidades de água destilada são praticamente desprezáveis quando comparadas com a carga total de 3000 gramas.

Embora a elaboração das cargas, tenham sido realizadas em diferentes locais (produção e laboratório), conclui-se que para ambas as cargas se observa um valor máximo da viscosidade seguido duma diminuição.

4.2. Auditorias Internas de Higiene

O objectivo de uma auditoria consiste em averiguar se o controlo das actividades desenvolvidas nas diversas linhas e locais da fábrica estão de acordo com as disposições planeadas, identificando possíveis falhas, propondo medidas alternativas e aplicando métodos correctivos.

As auditorias internas de higiene foram realizadas a diversos sectores da fábrica Lever, mediante a avaliação de “Check Lists”, nomeadamente, ao parque de tanques, ao armazém de matérias-primas e embalagens, à linha de enchimento de champôs, de geles de banho e de detergentes líquidos.

✓ Parque de tanques

O parque de tanques é o local onde se armazenam algumas matérias-primas, sendo constituídas por uma série de tubagens que estão devidamente identificadas com o nome da substância que circula no seu interior.



Figura 4.27: Parque de tanques da Indústrias Lever Portuguesa, S.A.

De acordo com os requisitos da auditoria, as tubagens estão devidamente identificadas e os tanques estão em boas condições de higiene.

As matérias-primas a granel são susceptíveis de serem contaminadas microbiologicamente e são acompanhadas pelos certificados de limpeza e desinfecção. Apenas são efectuadas análises microbiológicas a duas matérias-primas (Betaína e Sorbitol). No processo de descarga de matérias-primas a granel, existe o perigo de introdução de microrganismos através das mangueiras de

descarga. Uma forma de controlar este problema consiste em desinfectar as mangueiras com vapor, durante trinta minutos.

Verificaram-se que as mangueiras para descarga dos carros tanques são:

- Guardadas e identificadas nos suportes adequados, e têm os tampões colocados;
- São sempre desinfectadas com vapor, quando chega um carro.

✓ **Armazém de matérias-primas e embalagens**

O armazém é o local onde devem permanecer as matérias-primas e as embalagens dos produtos.

A auditoria realizada a esta secção, permitiu assegurar alguns requisitos, dos quais é de salientar os seguintes:

- Conhecimento por parte dos operadores (procedimentos e respectivas instruções de trabalho para a sua função);
- As matérias-primas e embalagens são identificadas e localizadas através de um único código;
- As matérias-primas devem ocupar a parte inferior do armazém, de forma a evitar radiações que possam alterar as suas propriedades;
- Sistema FIFO (primeiros materiais de embalagens e matérias-primas a entrar, são os primeiros a sair);
- Existência de um mecanismo para a recepção de matérias-primas;
- Identificação clara das matérias-primas (rótulo com os perigos associados, o seu tempo de vida e o seu fornecedor);
- Padrões de higiene (rotina de limpeza diária, controlo de pragas e remoção de stock obsoleto).

Na auditoria realizada verificou-se o cumprimento dos requisitos mencionados.

✓ Linhas de Enchimento

Efectuaram-se auditorias internas de higiene às diferentes linhas de enchimento (Strunck, Ronchi e Corniani), onde se averiguou se a frequência da desinfeção estava a ser cumprida e se as condições gerais de higiene estavam a ser respeitadas.

Constatou-se que o plano de lavagem e desinfeção é cumprido e que os seus registos foram melhorados desde o ano passado. No entanto, existem produtos que quando são manuseados apresentam dificuldades na operação de lavagem. Verificou-se que as amostras são tiradas correctamente e que, ao longo das ligações e válvulas não existem pontos mortos durante a produção.

Detectou-se a presença de pó no exterior e no interior das tremonhas (embalagens, tampas). A existência de pó no interior, deve-se ao facto da tampa da tremonha não ficar fechada durante todo o processo, uma vez que fica aberta na colocação de tampas para a embalagem do produto.

4.3. Laboratório de Controlo de Qualidade

O trabalho desenvolvido pelo Laboratório de Controlo de Qualidade é um elemento fundamental para garantir a qualidade; averiguar se os valores obtidos na análise do pó detergente e do pó base estão dentro dos limites de especificação, avaliar as matérias-primas que chegam à fábrica e posteriormente deliberar se podem ser utilizadas na produção.

Deve-se avisar a produção de detergentes em pó, quando qualquer análise apresente um resultado fora do especificado.

O Laboratório participa em testes interlaboratoriais concebidos pela Unilever. Assim, é possível estabelecer informação do grau de desempenho analítico dos laboratórios (habitualmente utiliza-se o mesmo método de análise e o mesmo equipamento).

O Laboratório está equipado com o Auto analisador, que permite efectuar análises químicas aos detergentes em pó, tais como: determinação do teor em Oxigénio livre; determinação do teor em Ácido Cítrico; determinação do teor em TAED; determinação da actividade enzimática da Amilase, Lipase, Protease e Mananase. Para realizar estas análises, é necessário proceder inicialmente, à calibração do aparelho, preparando as soluções de reagentes conforme o prazo que estiver estipulado em cada método.

No Laboratório também são efectuadas análises à qualidade do ar. Os locais da fábrica onde é mais provável ocorrer a libertação de poeiras, nomeadamente enzimáticas, situam-se: perto dos doseadores e do local de enchimento das embalagens. Os filtros são colocados em amostradores (Galley), filtrando o ar durante quatro horas, absorvendo poeiras existentes na área em causa. Seguidamente estes filtros são enviados num recipiente para o Laboratório.

4.3.1. Validação do método de análise da enzima Mananase

De forma a validar o método de análise, efectuaram-se o estudo de recuperação e o cálculo da incerteza do método.

4.3.1.1. Recuperação da Enzima Mananase no Auto analisador

Como mencionado anteriormente, prepararam-se duas soluções, em que ambas contêm 40 gramas de um produto sem enzimas. A diferença destas soluções é que à primeira foi adicionada uma concentração conhecida de enzima e a segunda não contém qualquer material enzimático.

Tendo em conta que:

→ A Solução de Controlo da enzima Mananase foi preparada de forma a obter uma solução de exactamente 2000 MMU/l, que corresponde a uma actividade de 14,7 MMU/mg (Anexo B ii - Tabela de Padrões de Referência enzimáticos). O procedimento utilizado para obtenção desta solução exacta foi: pesar 0,1360 gramas de enzima Mananase Controlo e diluir num balão volumétrico de 1000 ml com solução de Sulfito de Sódio, conforme se constata pelos cálculos:

$$\begin{array}{r} 2000 \text{ MMU} \quad \text{—————} \quad 1000 \text{ ml} \\ x \quad \quad \quad \text{—————} \quad 1 \text{ ml} \end{array}$$

$$x = 2 \text{ MMU}$$

$$\begin{array}{r} 14,7 \text{ MMU} \quad \text{—————} \quad 1 \text{ mg} \\ 2 \text{ MMU} \quad \quad \quad \text{—————} \quad y \end{array}$$

$$y = 0,1360 \text{ mg de Mananase Ctrl}$$

$$\begin{array}{r} 0,1360 \text{ mg de Man. Ctrl} \quad \text{—————} \quad 1 \text{ ml} \\ z \quad \quad \quad \text{—————} \quad 1000 \text{ ml} \end{array}$$

$$z = 136 \text{ mg} = 0,1360 \text{ g Mananase Ctrl}$$

Como se pretende preparar uma solução de quatro litros, a quantidade de enzima Mananase Controlo a adicionar, irá aumentar quatro vezes:

$$\begin{array}{rcl} 0,1360 \text{ g de Mananase Ctrl} & \text{—————} & 1000 \text{ ml} \\ z & \text{—————} & 4000 \text{ ml} \end{array}$$

$$z = 0,5440 \text{ g de Mananase Controlo}$$

Assim, pesou-se a quantidade referida e adicionou-se à Solução A. Após quinze minutos de agitação, procedeu-se a outra diluição com uma solução matriz detergente, de forma a obter uma solução com uma actividade de 40 MMU/l. Após a referida diluição, introduziu-se pequenas quantidades de amostras em cuvetes no Auto analisador, de forma a quantificar a enzima presente em cada medição.

As respostas obtidas para os testes com e sem enzima, bem como, a validação da calibração, estão referenciadas em Anexo B iii.

Analisando os resultados da diluição da Solução A que continha enzimas, era expectável que o Auto analisador apresentasse um valor próximo de 40 MMU/l, dado que foi essa a actividade adicionada. Porém, efectuaram-se nove medições e obteve-se um valor médio. A média apresentou uma actividade de 45,84 MMU/l, que em termos de quantidade de enzima corresponde a:

$$\begin{array}{rcl} 40 \text{ MMU/l} & \text{—————} & 0,5440 \text{ g} \\ 45,84 \text{ MMU/l} & \text{—————} & C_1 \end{array}$$

$$C_1 = 0,6234 \text{ g de Mananase detectado pelo Konelab}$$

Para a Solução B, seria expectável obter uma resposta nula, no entanto, o Auto analisador apresentou como resultado uma média de 3,67 MMU/l.

$$\begin{array}{rcl} 40 \text{ MMU/l} & \text{—————} & 0,5440 \text{ g} \\ 3,67 \text{ MMU/l} & \text{—————} & C_2 \end{array}$$

$$C_2 = 0,0499 \text{ g de Mananase na Solução B}$$

Os valores medidos no Auto analisador são superiores aos valores expectáveis, isto significa que o equipamento está a dar uma resposta acima da esperada. Este

facto pode estar relacionado a erros associados à execução do método ou a erros inerentes ao equipamento.

Relativamente à quantidade C3, esta corresponde à quantidade adicionada ao copo de quatro litros, que foi de 0,5440 gramas.

A taxa de recuperação enzimática indica a percentagem de enzima detectada pelo Auto analisador, numa determinada amostra, sabendo a quantidade inicial adicionada.

A taxa de recuperação enzimática é dada pela Equação 4.1 ^[31].

$$\text{Taxa de Recuperação} = \frac{C_1 - C_2}{C_3} \times 100$$

(Equação 4.1)

C_1 – Quantidade determinada de Mananase na amostra (g);

C_2 – Quantidade determinada de Mananase na amostra sem enzima (g);

C_3 – Quantidade adicionada de Mananase à amostra (g).

O valor da taxa de recuperação será aceitável, se estiver dentro do intervalo, de 90% a 110% ^[32].

$$\text{Taxa de Recuperação} = \frac{0,6234 - 0,0499}{0,5440} \times 100 = 105,4 \%$$

Obteve-se uma taxa de recuperação de 105,4%, que se encontra dentro do intervalo especificado pela Unilever (90% a 110%), o que significa que as leituras obtidas são fiáveis.

Relativamente ao estudo da recuperação, de acordo com a Equação 4.1, caso o aparelho estivesse a ler, em condições ideais, o valor exacto de componente na amostra, a recuperação seria de 100%. Como o valor obtido (105,4%) é superior ao expectável (100%), verifica-se que o Auto analisador está a ler por excesso. Este excesso pode estar associado a um erro de leitura do equipamento ou a um erro na execução do método.

4.3.1.2. Estudo da incerteza associada ao método de análise

O estudo da incerteza do método iniciou-se com a preparação de uma amostra que foi distribuída em três cuvetes. Efectuaram-se três medições para cada cuvete, obtendo um total de nove medições. Os resultados apresentados na Tabela 4.25 traduzem as respostas obtidas pelo Auto analisador, bem como a actividade enzimática correspondente, referenciada em Anexo B iii.

Tabela 4.25: Resultados para o estudo da incerteza

Cuvetes	Medição	Respostas obtidas pelo Auto analisador	Actividade enzimática, MMU/I
1	1	0,519	49,56
	2	0,537	51,70
	3	0,554	53,64
2	4	0,467	43,54
	5	0,491	46,26
	6	0,483	45,38
3	7	0,446	40,97
	8	0,465	43,31
	9	0,422	38,18

A Figura 4.28 representa a actividade correspondente a nove medições. Estas medidas são referentes à mesma amostra.

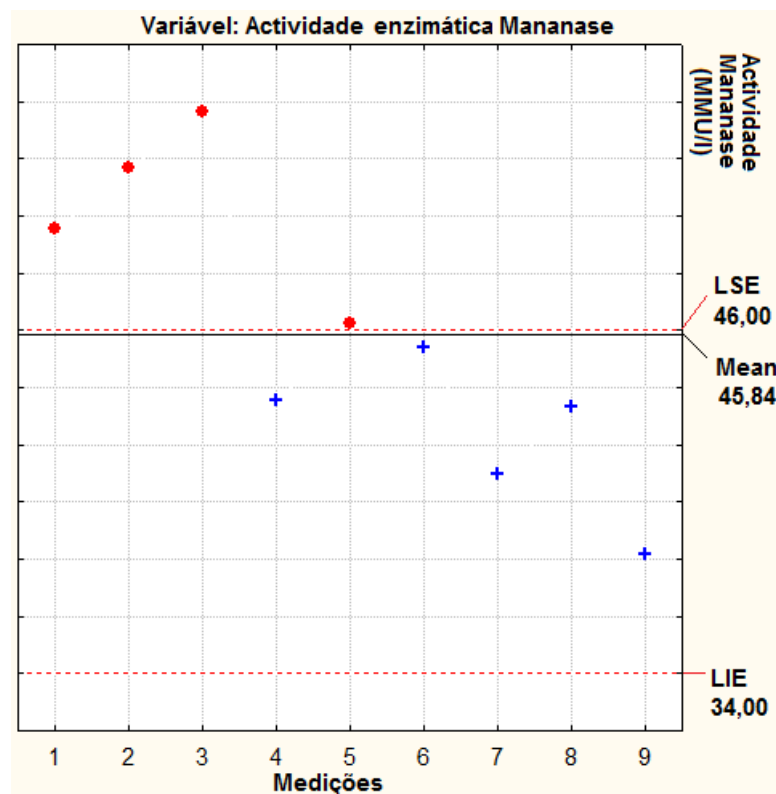


Figura 4.28: Ilustração das nove medições

Pela análise da figura anterior, é possível detectar a existência de quatro pontos acima do limite superior de especificação (46 MMU/l).

A média e o desvio padrão foram calculados para as nove medições. Estes parâmetros estatísticos encontram-se representados na Tabela 4.26.

Tabela 4.26: Parâmetros estatísticos

N	9
\bar{X} (MMU/l)	45,84
s (MMU/l)	5,04
Coeficiente de Variação	0,11 ~ 11%

Como já foi referido, o coeficiente de variação traduz a variabilidade do sistema de medição. Analisando este coeficiente constata-se que, este apresenta um valor superior a 10%, o que indica que existe dispersão dos resultados em relação à média. Tal facto deve-se à existência de erros sistemáticos associados ao método de análise, ao equipamento utilizado e ao analista.

Uma vez que o método de análise é muito sensível a erros, recomenda-se que estes sejam minimizados. Como os erros do equipamento e do método são inerentes às medições, recomenda-se que se actue no analista, isto é, de forma a minimizar este erro o método deve ser executado por vários analistas.

O valor máximo e mínimo de aceitação para a amostra, bem como o valor nominal encontram-se representados na Tabela 4.27.

Tabela 4.27: Especificação da amostra em estudo

	Actividade da Mananase (MMU/l)
Limite máximo de aceitação	46
Valor nominal	40
Limite mínimo de aceitação	34
Tolerância específica	12

A tolerância específica foi determinada de acordo com a equação (a) apresentada em Anexo B iv.

De acordo com a equação (b) referenciada no mesmo anexo, foi possível calcular o valor de incerteza. Para o cálculo da incerteza, recorreu-se às tabelas

estatísticas *t-student*, cujo valor do parâmetro para um nível de confiança de 97,5% e 8 graus de liberdade é de 2,306. O cálculo referente à incerteza está apresentado na Tabela 4.28 (ver a Tabela B.4 do Anexo B iv).

Tabela 4.28: Resultados de incertezas obtidas para este método

Parâmetro	Valor
t-student (g.l.=8)	2,306
s (MMU/l)	5,043
Incerteza (MMU/l)	11,630

De acordo com os resultados obtidos observa-se um valor médio de 45,84 MMU/l com uma incerteza de 11,63 MMU/l.

A partir da análise do coeficiente de variação e da incerteza, constata-se que estes revelam, respectivamente, variabilidade/dispersão dos resultados e uma incerteza significativa num curto período de tempo (aproximadamente 1 hora).

4.3.2. Comparação da fórmula César 5 com a nova fórmula Tang

O objectivo deste estudo consistiu na recolha e tratamento de dados relativamente à medição dos parâmetros referentes aos detergentes em pó de duas formulações da gama Skip. Efectuou-se uma análise comparativa destes resultados.

De forma a aumentar a eficácia de lavagem, houve uma alteração significativa da fórmula César 5 relativamente à fórmula Tang. A fórmula César 5 contém duas enzimas: a Protease e a Amilase, e a fórmula Tang contém uma mistura de enzimas compostas por: Protease, Amilase, Lipase e Mananase. As funções desempenhadas por estas enzimas consistem na destruição de várias substâncias presentes em nódoas específicas, por exemplo, a Lipase actua sobre os lípidos, a Protease sobre as proteínas, a Amilase sobre o amido e a Mananase sobre os hidratos de carbono. A nova fórmula Tang apresenta enzimas com maior versatilidade em eliminar diferentes tipos de nódoas. Esta fórmula consegue manter as características da fórmula César 5, proporcionando uma acção de limpeza mais abrangente.

No âmbito deste estágio estudou-se a influência dos parâmetros físicos e químicos nos detergentes em pó, observados num determinado período de transição destas formulações, de Abril 2010 a Agosto 2010.

As propriedades relativas às duas fórmulas referidas são:

Tabela 4.29: Propriedades relativas às fórmulas C5 e Tang *

Propriedades		Fórmula César 5	Fórmula Tang
Amilase, MU/g		0,70 – 1,30	—
Protease, GU/mg		0,70 – 1,30	0,70 – 1,30
Ácido Cítrico (%)		0,80 – 1,20	0,80 – 1,20
Matéria Activa Aniónica (%)		0,80 – 1,20	0,80 – 1,20
Não Iónico (%)		0,80 – 1,20	0,80 – 1,20
pH		10,30 – 10,70	10,30 – 10,70
TAED (%)		0,80 – 1,20	0,80 – 1,20
Oxigénio Livre (%)		0,80 – 1,20	0,80 – 1,20
Dispensing		0	0
Escoamento (ml/s)		Mín. 80	Mín. 80
Granulometria (%)	Finos, < 180 µm	Máx. 20 %	Máx. 20 %
	Grossos, > 1400 µm	Máx. 5 %	Máx. 5 %

* Os limites foram alterados de forma a cumprir critérios de sigilo da Unilever.

Relativamente à determinação da actividade enzimática, apesar da fórmula Tang conter uma mistura de quatro enzimas, só se realiza a medição à Protease dado que esta existe em maiores quantidades na formulação.

Os resultados foram recolhidos e analisados para ambas as formulações, num determinado período de tempo. Através das Tabelas 4.30 e 4.31 é possível acompanhar a evolução dos parâmetros em ambas as formulações e detectar as suas não conformidades.

Tabela 4.30: Alguns parâmetros medidos na fórmula César 5

Data	Amilase (MU/g)	Protease (GU/mg)	Ácido Cítrico (%)	Matéria Activa Aniónica (%)	Não Iónico (%)
29-03-2010	1,20	1,21	1,08	0,94	0,97
31-03-2010	0,97	1,05	1,13	1,02	0,99
01-04-2010	0,98	1,09	1,16	0,97	1,12
06-04-2010	1,17	0,99	0,72	0,98	0,97
08-04-2010	1,15	1,17	0,94	1,08	0,93
13-04-2010	1,05	1,54	0,95	0,98	0,84
16-04-2010	1,24	1,50	1,02	0,99	1,02
20-04-2010	1,18	1,17	0,99	0,96	1,02
21-04-2010	1,04	1,43	0,93	0,90	1,03
23-04-2010	0,69	0,71	0,96	0,94	0,93
27-04-2010	0,85	1,22	0,92	1,01	0,93
28-04-2010	1,05	1,20	1,00	0,95	0,71
29-04-2010	1,12	1,46	0,96	0,95	0,97
05-05-2010	1,11	1,13	1,10	1,01	1,02
11-05-2010	1,04	1,52	1,02	1,00	0,89
12-05-2010	1,28	1,35	1,00	0,94	0,98
17-05-2010	1,01	1,52	0,91	1,02	0,97
18-05-2010	0,97	1,48	0,95	1,04	0,88
24-05-2010	1,70	1,10	0,83	1,01	0,92
26-05-2010	1,25	1,59	1,02	1,01	0,95
28-05-2010	1,04	0,91	0,83	0,94	1,01
07-06-2010	1,11	1,27	0,87	0,96	0,93
09-06-2010	0,84	1,00	0,83	0,93	1,04
15-06-2010	1,01	1,13	0,79	1,00	1,05
18-06-2010	1,05	1,13	0,78	0,97	0,90

Tabela 4.31: Alguns parâmetros medidos na fórmula Tang

Data	Protease (GU/mg)	% Ácido Cítrico	Matéria Activa Aniónica (%)	% Não Iónico
23-04-2010	1,07	0,72	1,01	0,95
26-04-2010	1,17	0,99	0,97	1,04
29-04-2010	1,20	1,15	1,01	1,00
06-05-2010	1,09	1,13	1,03	1,17
19-05-2010	1,22	1,17	1,04	0,96
24-05-2010	1,24	1,06	1,03	0,92
26-05-2010	1,23	1,00	0,99	1,06
31-05-2010	0,97	0,96	0,99	0,99
02-06-2010	0,95	0,90	1,01	1,08
09-06-2010	1,28	1,03	0,99	1,03
15-06-2010	1,10	0,95	0,96	1,08
17-06-2010	1,01	0,83	0,98	0,96
21-06-2010	1,05	0,87	1,06	1,04
24-06-2010	0,97	0,92	0,97	0,98
28-06-2010	0,88	0,82	1,04	1,09
29-06-2010	0,88	0,82	0,89	0,84
02-07-2010	0,68	0,77	1,01	0,95
05-07-2010	0,90	0,85	0,90	0,95
06-07-2010	1,05	0,94	0,90	0,89
08-07-2010	1,03	0,95	0,91	0,90
09-07-2010	1,01	0,83	0,95	0,91
12-07-2010	1,09	1,11	1,10	0,91
13-07-2010	1,23	1,08	1,09	0,84
16-07-2010	1,11	0,97	0,91	1,04
20-07-2010	1,17	0,84	0,98	0,98
21-07-2010	0,93	0,89	0,98	1,18
22-07-2010	1,08	1,09	0,74	1,07
28-07-2010	1,02	0,90	0,94	1,22
29-07-2010	1,06	1,01	0,94	1,13
03-08-2010	0,90	1,03	0,74	0,94
05-08-2010	1,14	1,00	0,99	0,94
06-08-2010	1,01	0,95	0,93	0,99
09-08-2010	0,86	0,91	0,99	1,02
10-08-2010	1,08	1,00	0,98	0,86
11-08-2010	0,96	1,00	1,05	0,97

Como já foi referido, a fórmula César 5 apresenta duas enzimas, a Protease e a Amilase. Começou por se analisar o comportamento da enzima Amilase na fórmula César 5 tendo recorrido ao *Software STATISTICA 8.0*. Com este programa obtém-se o histograma e a Figura 4.29 ilustra o comportamento deste parâmetro.

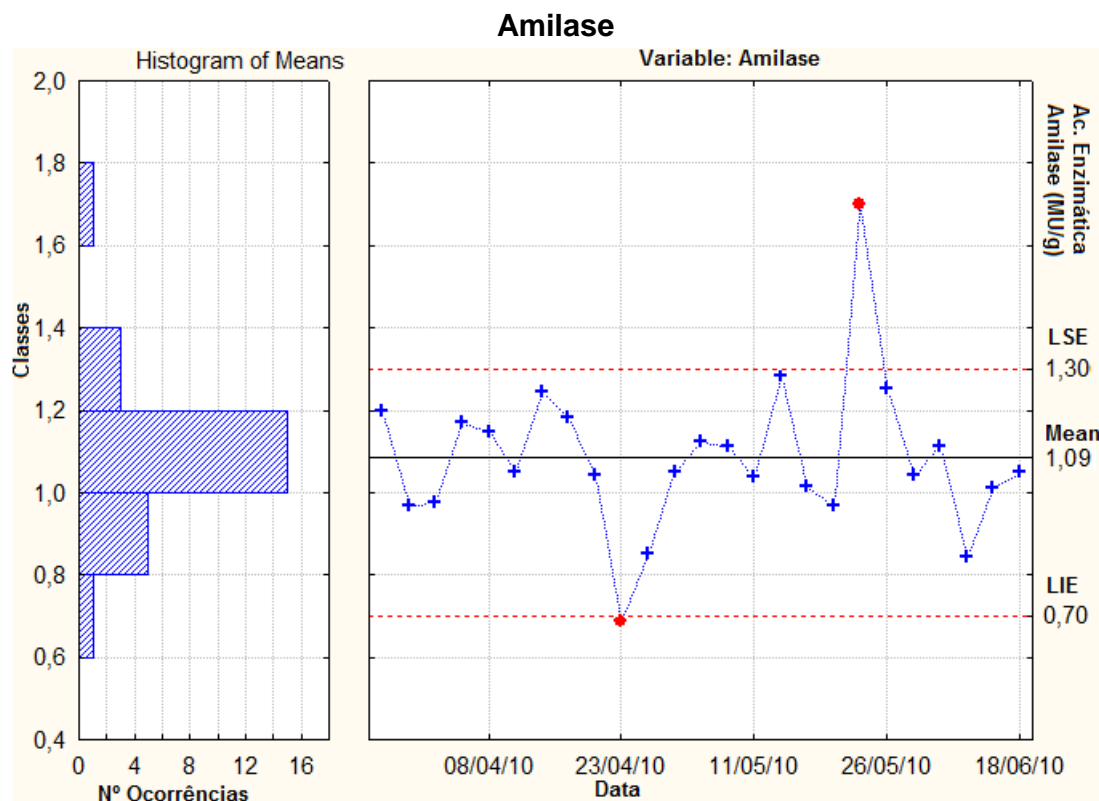


Figura 4.29: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro Amilase na fórmula C5

O valor da actividade enzimática da Amilase que aparece com maior frequência é observado no histograma e apresenta-se entre 1,0 e 1,2 MU/g. A fórmula César 5 apresentou um valor de Amilase (0,69 MU/g) ligeiramente abaixo do limite inferior de especificação (0,70 MU/g) e apresentou um valor (1,70 MU/g) acima do LSE (1,30 MU/g). A média e o desvio padrão das medições efectuadas foram calculados recorrendo às seguintes equações:

$$\mu = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

(Equação 4.2)

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

(Equação 4.3)

A média e o desvio padrão para as 25 medições do valor de Amilase, foram respectivamente de 1,09 MU/g e 0,19 MU/g.

Seguidamente, observou-se o comportamento da actividade enzimática da Protease, presente em ambas as formulações.

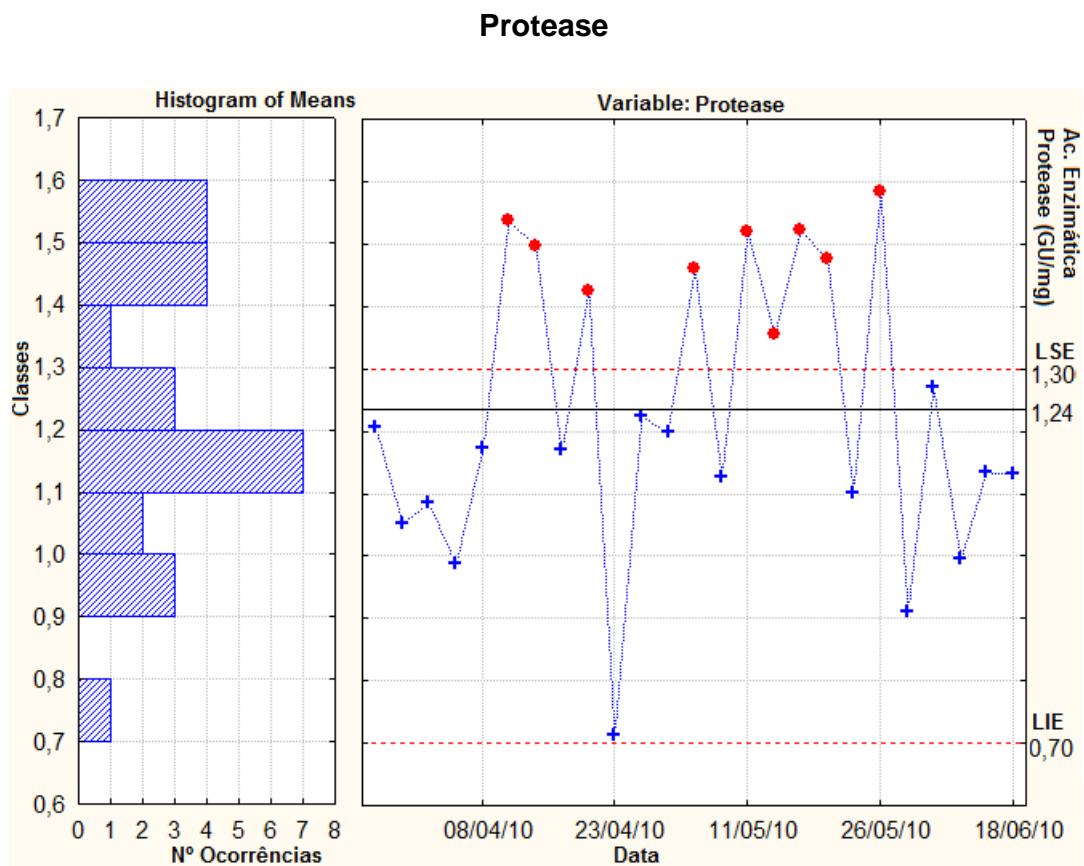


Figura 4.30: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro Protease na fórmula C5

A partir da análise da Figura 4.30, é possível detectar a existência de valores de Protease que estão acima do valor limite superior de especificação. Os valores fora dos limites variam de 1,35 a 1,59 GU/mg.

Os valores medidos de actividade enzimática da Protease apresentaram maior frequência entre 1,1 e 1,2 GU/mg, conforme se constata no histograma.

A média (1,24 GU/mg) é elevada, dado a existência de nove medições acima do LSE. O desvio padrão (0,23 GU/mg) apresenta uma variabilidade significativa, dado que existe dispersão dos resultados em relação à média.

As enzimas presentes na fórmula Tang são: a Protease, a Amilase, a Lipase e a Mananase. Porém, efectuam-se unicamente análises químicas à Protease, dado que esta enzima existe em maiores quantidades na fórmula Tang.

A Figura 4.31 descreve o comportamento da enzima Protease.

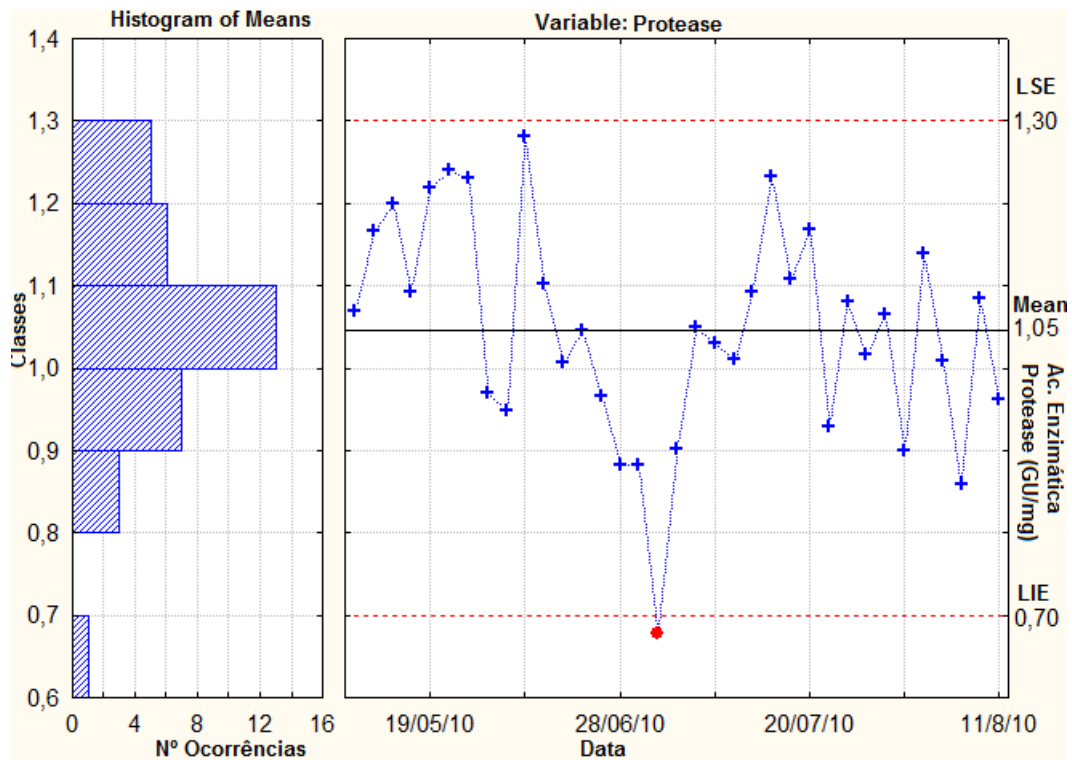


Figura 4.31: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro Protease na fórmula Tang

A figura apresentada à direita mostra apenas um valor medido de Protease (0,68 GU/mg), que se encontra abaixo do valor limite inferior de especificação (0,70 GU/mg).

O histograma representado à esquerda avalia a forma como os valores estão distribuídos, onde se pode verificar que existe uma maior frequência de valores entre 1,0 e 1,1 GU/mg.

A média e o desvio padrão para as 35 medições do valor de Protease na fórmula Tang foram respectivamente de 1,05 GU/mg e 0,13 GU/mg.

Pela análise dos desvios padrão, constata-se que a fórmula Tang apresenta menor variabilidade dos valores.

As Figuras 4.32 e 4.33 ilustram os valores medidos de ácido cítrico, nas fórmulas César 5 e Tang, respectivamente.

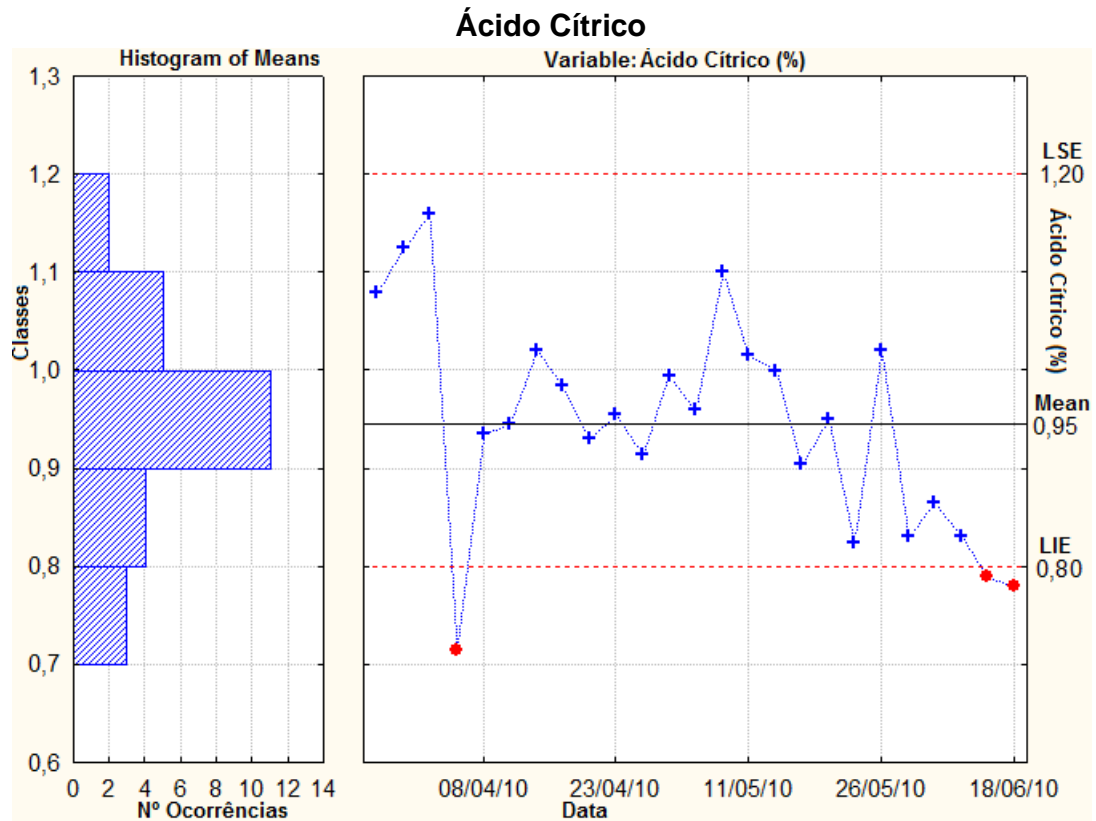


Figura 4.32: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro Ácido Cítrico na fórmula C5

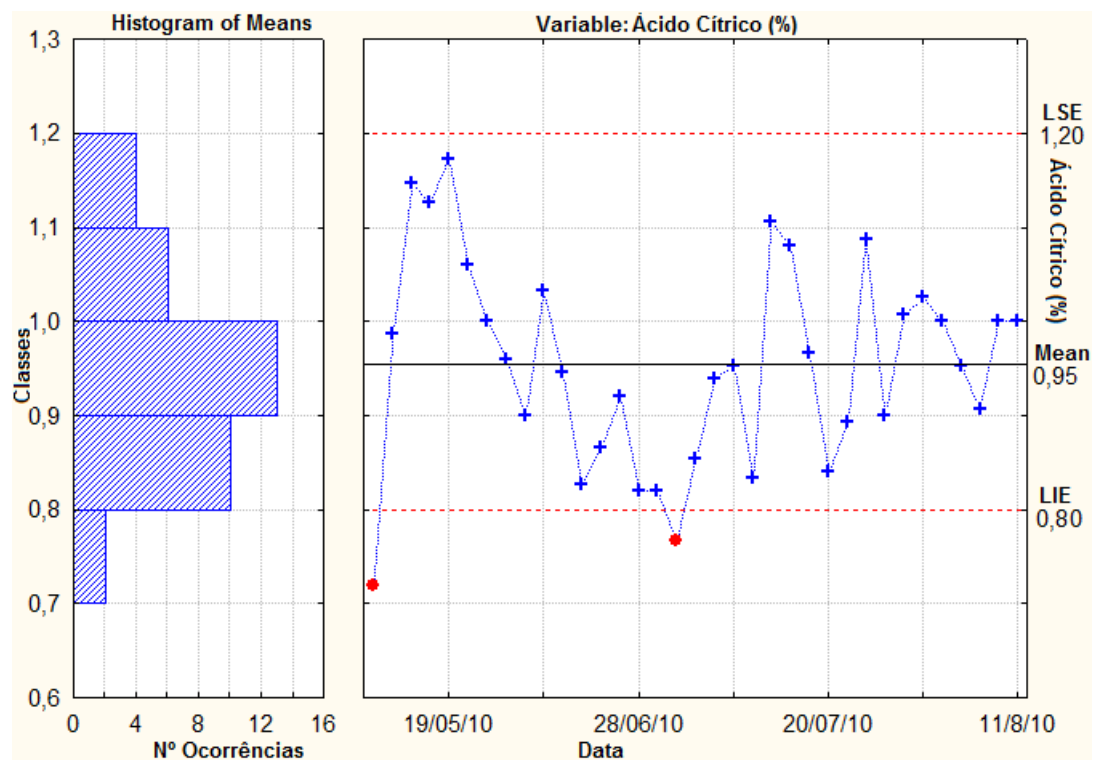


Figura 4.33: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro Ácido Cítrico na fórmula Tang

Relativamente aos valores de ácido cítrico na fórmula César 5, detectou-se a presença de três valores ligeiramente abaixo do limite inferior de especificação, pelo que a fórmula Tang, apresentou dois valores abaixo do LIE.

A partir da análise dos histogramas anteriores, verificou-se que os valores de ácido cítrico que apresentavam maior frequência nas fórmulas variavam de 0,9 a 1,0%.

A média e o desvio padrão do Ácido Cítrico, para ambas as formulações estão representados na Tabela 4.32.

Tabela 4.32: Médias e Desvios padrão obtidos para o Ácido Cítrico

Fórmula	Média (μ)	Desvio Padrão (σ)
César 5	0,95%	0,11%
Tang	0,95%	0,11%

Teor em Matéria activa aniónica

As Figuras 4.34 e 4.35 descrevem a variação do Teor em Matéria activa aniónica ao longo de um dado período de produção.

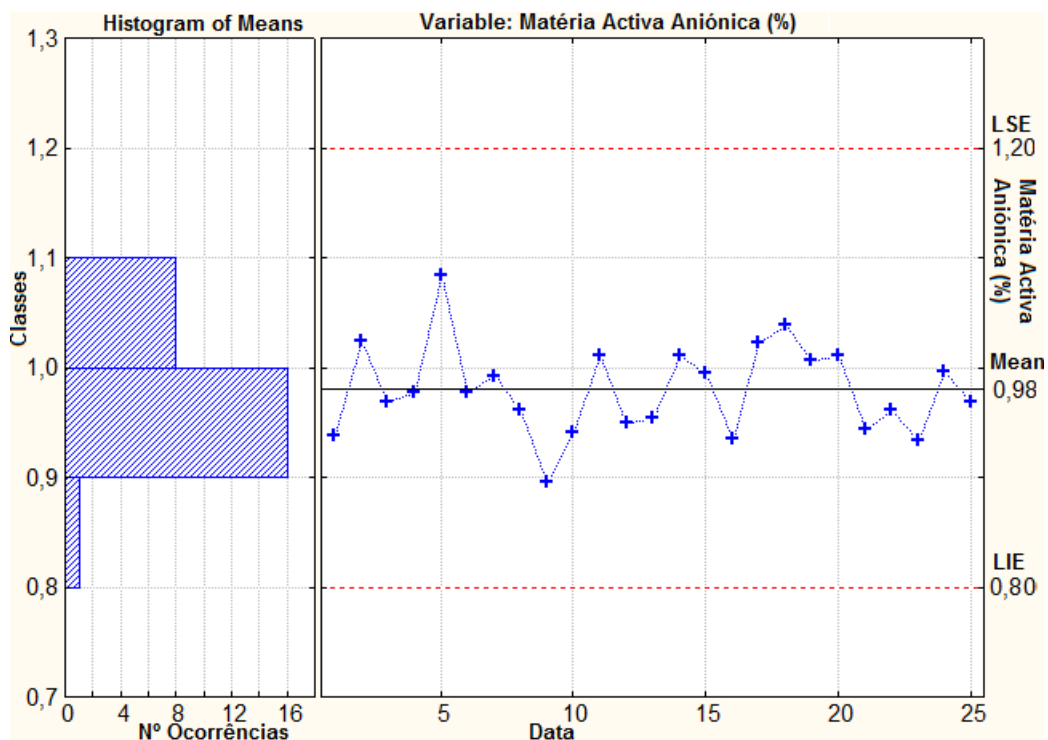


Figura 4.34: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro Matéria aniónica na fórmula C5

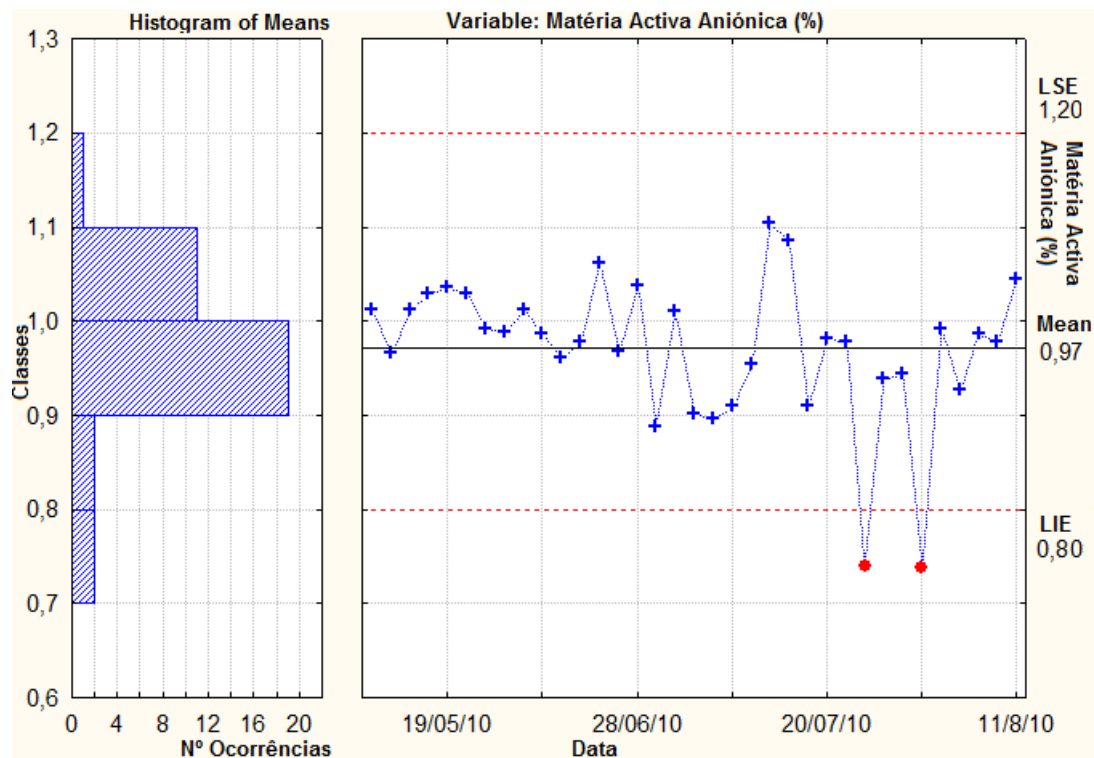


Figura 4.35: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro Matéria aniónica na fórmula Tang

Perante o comportamento observado para a fórmula César 5, é possível garantir que todas as medições se encontram dentro do intervalo estabelecido. Pelo histograma obtido para esta fórmula, verificou-se que existe uma maior frequência de valores de 0,9 a 1,0%.

Para a fórmula Tang, detectaram-se dois valores ligeiramente abaixo do LIE no início do mês de Agosto e, pelo histograma constatou-se uma maior frequência de valores de 0,9 a 1,0%.

Com base na Figura 4.35 referente à fórmula Tang, observa-se uma maior dispersão dos resultados, que é confirmada com um maior coeficiente de variação (Tabela 4.33).

Tabela 4.33: Parâmetros estatísticos para a Matéria aniónica

Fórmula	Média (μ)	Desvio Padrão (σ)	Coefficiente de variação (C.V.)
César 5	0,98%	0,04%	0,04
Tang	0,97%	0,08%	0,08

Teor em Matéria Não Iônica

As Figuras 4.36 e 4.37 descrevem a variação do teor em matéria não iônica.

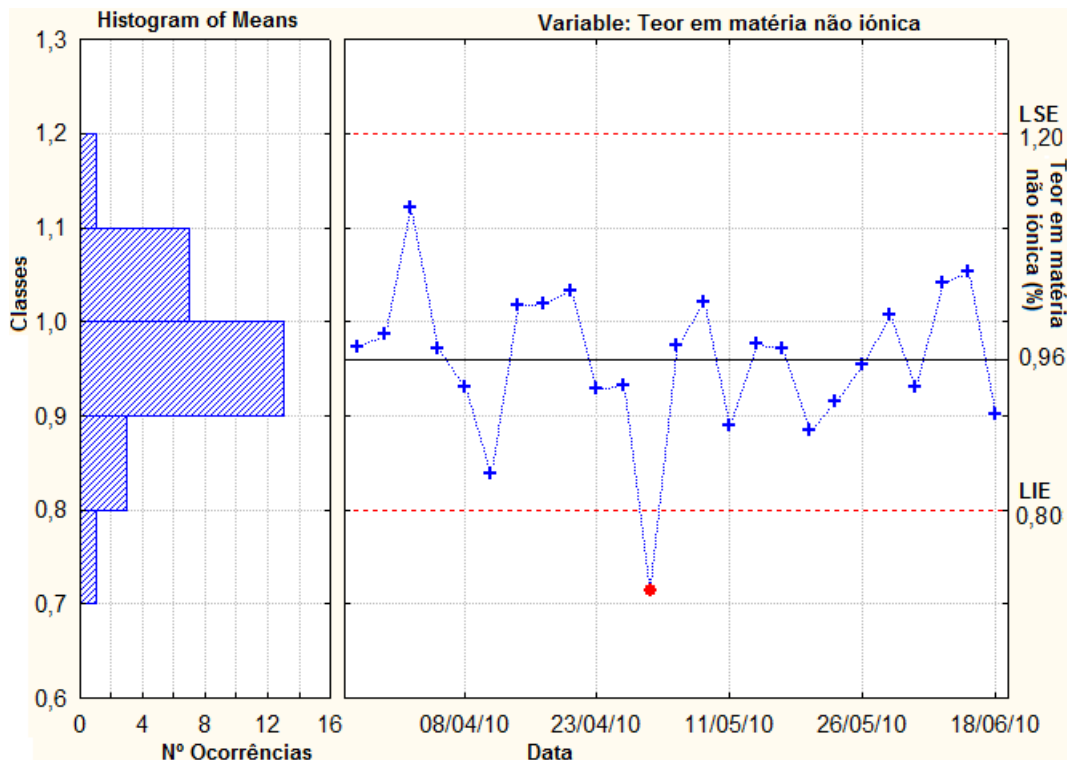


Figura 4.36: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro não iônico na fórmula C5

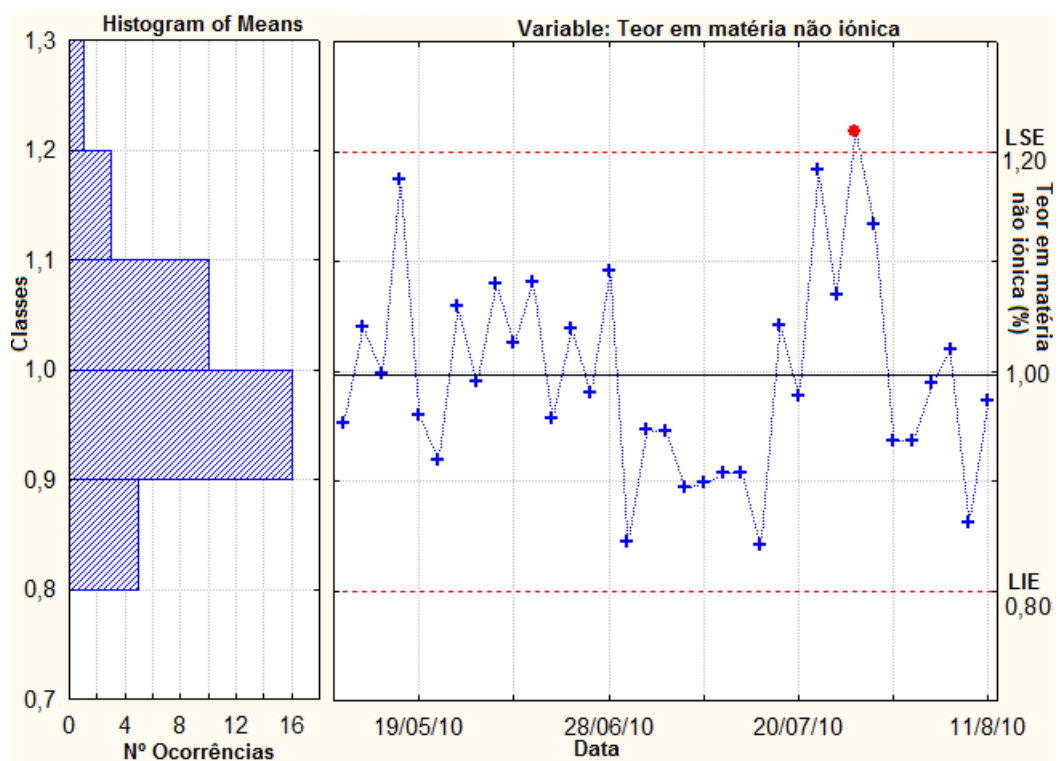


Figura 4.37: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro não iônico na fórmula Tang

Observa-se que ambas as formulações apresentaram apenas um valor díspar. Para a fórmula César 5, esse valor (0,71%) é ligeiramente inferior ao LIE (0,80%). Por outro lado, para a fórmula Tang, o valor díspar (1,22%) é ligeiramente superior ao LSE (1,20%).

Segundo os histogramas anteriores, constatou-se maior frequência de valores entre 0,9 e 1,0% para ambas as fórmulas.

Os parâmetros estatísticos (média, desvio padrão e coeficiente de variação), relativos à matéria não iônica, encontram-se na Tabela 4.34.

Tabela 4.34: Parâmetros estatísticos para a Matéria não iônica

Fórmula	Média (μ)	Desvio Padrão (σ)	Coeficiente de variação (C.V.)
César 5	0,96%	0,08%	0,08
Tang	1,00%	0,09%	0,09

Recolheram-se e trataram-se de igual modo os restantes resultados (Tabelas 4.35 e 4.36).

Tabela 4.35: Alguns parâmetros medidos na fórmula César 5

Data	pH	% TAED	% O ₂ Livre	Escoamento (ml/s)	Granulometria (µm)	
					Finos (%)	Grossos (%)
29-03-2010	10,6	1,30	1,12	112	11,1	1,3
31-03-2010	10,6	1,08	1,02	112	6,5	2,8
01-04-2010	10,6	1,20	1,00	109	11,1	1,2
06-04-2010	10,7	0,99	0,98	109	5,7	1,3
08-04-2010	10,6	1,00	1,05	112	11,6	0,6
13-04-2010	10,6	1,07	1,14	115	6,0	1,7
16-04-2010	10,6	0,98	1,13	119	11,2	1,8
20-04-2010	10,5	1,07	1,09	115	16,1	1,0
21-04-2010	10,5	1,15	1,08	114	17,1	0,8
23-04-2010	10,6	1,16	1,21	113	13,4	1,2
27-04-2010	10,5	1,05	1,24	111	16,5	3,6
28-04-2010	10,6	1,18	1,08	109	8,1	1,6
29-04-2010	10,7	1,11	1,27	110	14,3	1,6
05-05-2010	10,4	1,23	1,23	117	18,8	1,4
11-05-2010	10,6	1,30	1,44	112	10,9	1,0
12-05-2010	10,7	1,27	1,66	109	11,9	1,2
17-05-2010	10,5	1,07	0,88	106	15,3	1,4
18-05-2010	10,6	1,01	0,88	96	11,4	2,4
24-05-2010	10,7	1,06	0,97	116	10,9	1,2
26-05-2010	10,6	1,26	1,19	108	11,4	1,2
28-05-2010	10,6	1,42	1,10	106	-	-
07-06-2010	10,5	1,02	1,30	118	-	-
09-06-2010	10,4	1,19	1,13	114	-	-
15-06-2010	10,5	1,06	0,95	112	12,9	1,6
18-06-2010	10,2	1,18	1,21	-	12,1	2,0

Tabela 4.36: Alguns parâmetros medidos na fórmula Tang

Data	pH	% TAED	% O ₂ Livre	Escoamento (ml/s)	Granulometria (µm)	
					Finos (%)	Grossos (%)
23-04-2010	10,7	0,92	0,95	114	15,2	0,4
26-04-2010	10,6	1,19	1,35	113	10,3	1,0
29-04-2010	10,5	1,23	1,22	111	12,4	1,6
06-05-2010	10,4	1,29	1,13	117	9,3	1,8
19-05-2010	10,5	1,15	0,81	110	13,0	1,2
24-05-2010	10,6	1,02	1,05	113	12,8	1,0
26-05-2010	10,5	0,97	1,05	111	10,3	1,6
31-05-2010	10,4	1,43	1,09	114	-	-
02-06-2010	10,4	1,21	1,06	112	8,5	1,6
09-06-2010	10,4	1,29	1,13	110	-	-
15-06-2010	10,5	1,10	1,14	117	10,1	1,4
17-06-2010	10,4	1,07	1,38	-	11,0	1,0
21-06-2010	10,4	1,17	1,12	-	8,6	2,2
24-06-2010	10,5	1,09	1,00	-	9,9	2,0
28-06-2010	10,4	1,05	1,04	-	7,6	1,2
29-06-2010	10,4	1,15	1,27	-	11,3	2,6
02-07-2010	10,4	1,05	0,88	-	-	-
05-07-2010	10,5	1,16	1,10	-	6,1	2,6
06-07-2010	10,6	1,47	1,15	-	-	-
08-07-2010	10,4	0,81	1,03	-	10,5	1,8
09-07-2010	10,5	1,43	1,01	-	9,3	1,6
12-07-2010	10,5	1,16	1,03	-	12,0	0,8
13-07-2010	10,6	1,23	1,09	-	10,5	1,8
16-07-2010	10,5	1,36	1,09	-	6,7	1,8
20-07-2010	10,5	1,13	0,91	-	6,9	1,6
21-07-2010	10,5	1,10	1,03	-	6,4	1,8
22-07-2010	10,5	1,46	1,12	-	13,2	1,8
28-07-2010	10,5	1,19	1,15	-	9,4	1,6
29-07-2010	10,5	1,45	1,19	-	5,5	1,2
03-08-2010	10,5	1,23	1,01	-	6,1	1,6
05-08-2010	10,5	1,20	1,12	-	10,2	1,2
06-08-2010	10,5	1,30	1,09	-	9,3	1,2
09-08-2010	10,4	1,45	1,15	-	9,2	2,1
10-08-2010	10,4	1,14	1,27	-	8,1	1,5
11-08-2010	10,5	1,31	1,27	-	8,9	1,6

pH

As Figuras 4.38 e 4.39 apresentam a variação do pH com o tempo.

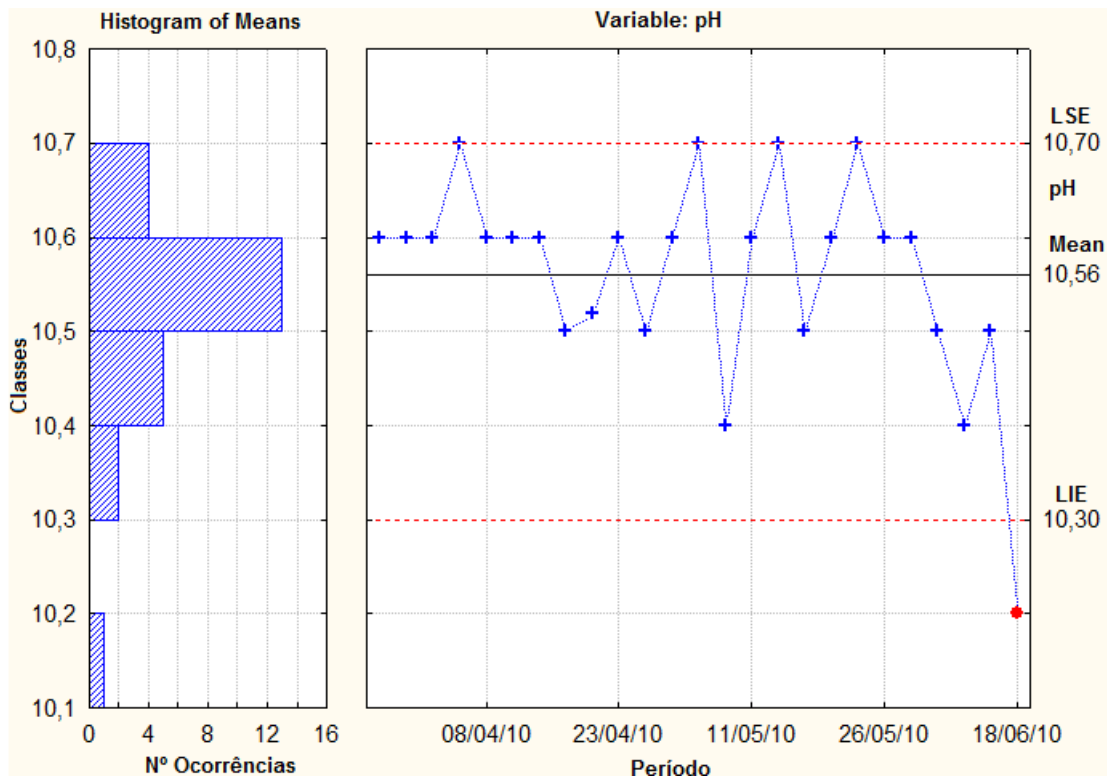


Figura 4.38: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro pH na fórmula C5

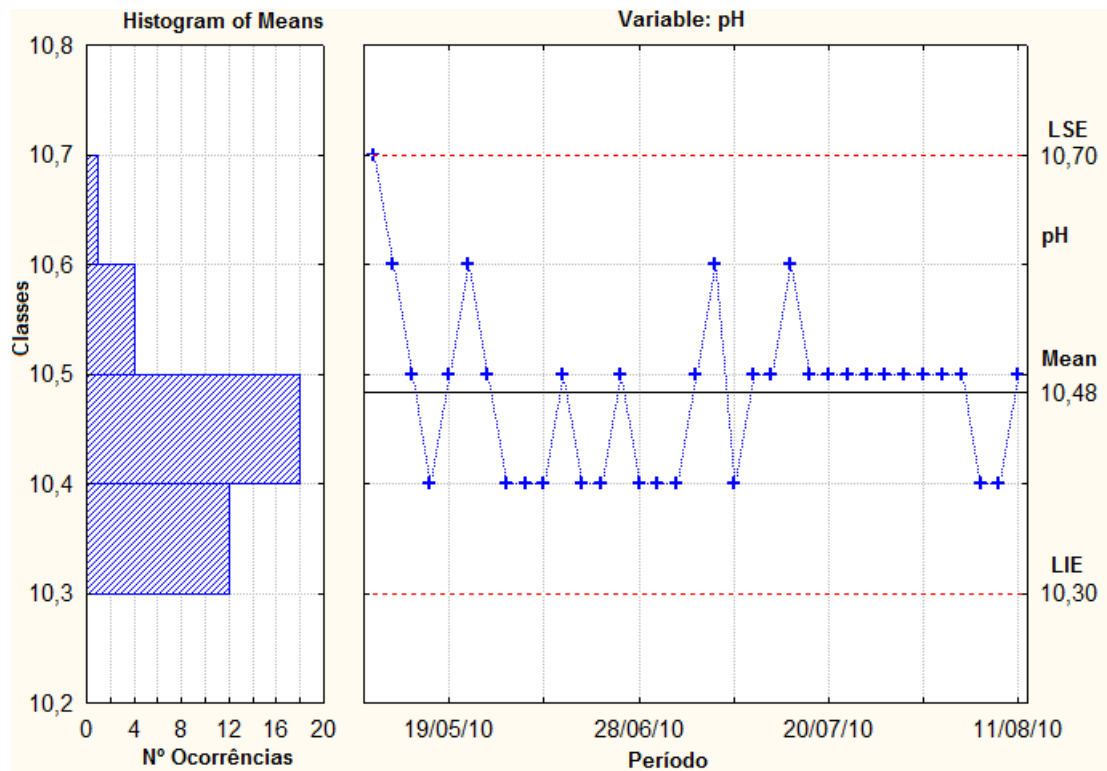


Figura 4.39: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro pH na fórmula Tang

Apesar dos valores de pH da fórmula César 5, se encontrarem dentro do intervalo de especificação estabelecido, o último valor (pH=10,2) é inferior ao LIE (pH=10,3). Relativamente à fórmula Tang, os valores de pH tendem para o valor 10,5.

Na Tabela 4.37 apresentam-se os parâmetros estatísticos (média, desvio padrão e coeficiente de variação), relativos ao pH para ambas as formulações.

Tabela 4.37: Médias e Desvios Padrão obtidos para o pH

Fórmula	Média (μ)	Desvio Padrão (σ)	Coeficiente de variação (%)
César 5	10,56	0,11	1,06
Tang	10,48	0,07	0,71

A fórmula Tang apresenta um menor desvio padrão, uma vez que não existe uma variação significativa nos valores determinados.

% TAED

Os valores de TAED medidos nas fórmulas César 5 e Tang estão representados nas Figuras 4.40 e 4.41.

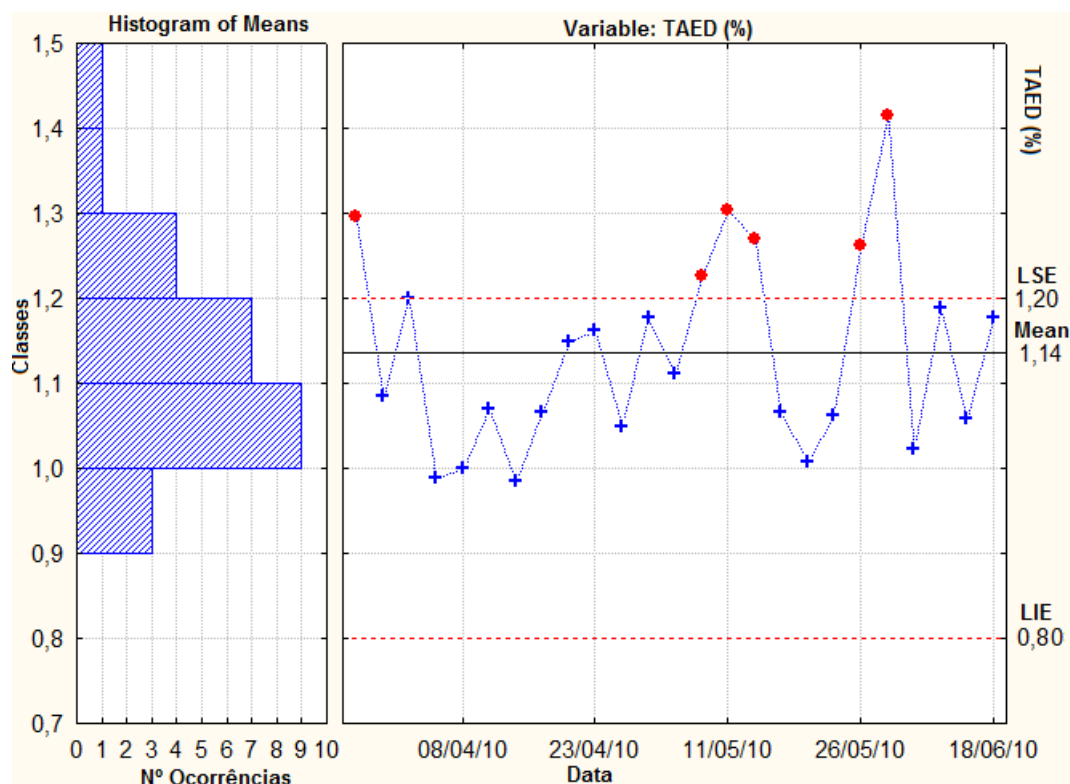


Figura 4.40: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro TAED na fórmula C5

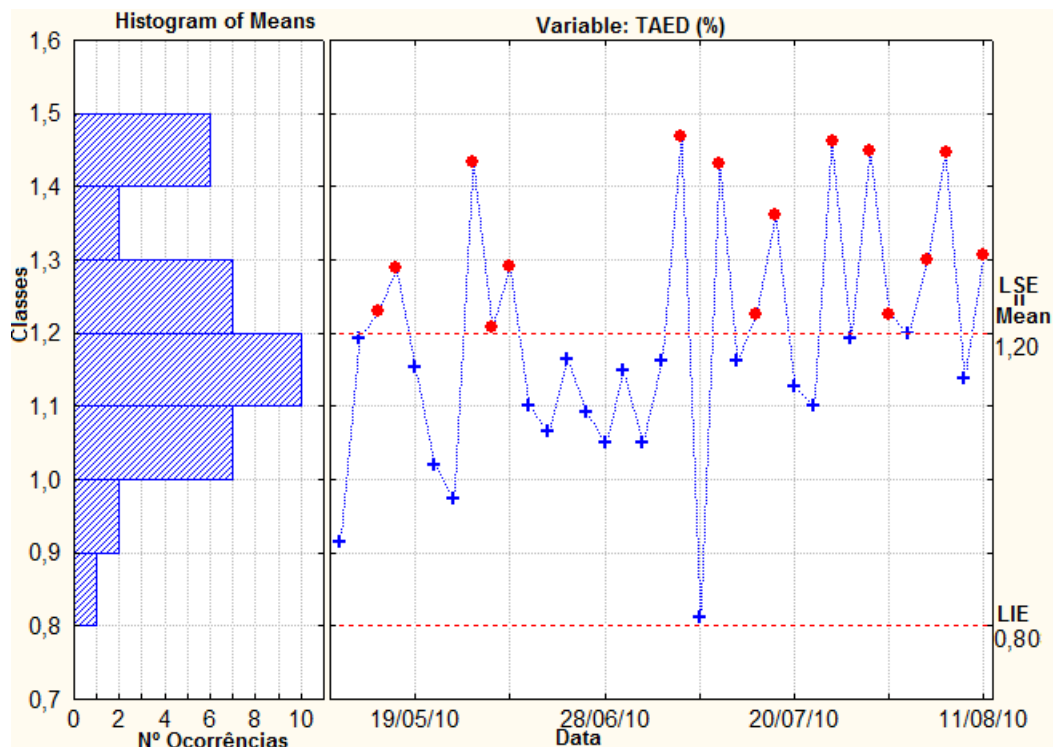


Figura 4.41: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro TAED na fórmula Tang

Na fórmula César 5 existem seis valores superiores ao LSE (1,20%) e nenhum inferior ao LIE (0,80 %). Na fórmula Tang existem quinze valores superiores ao LSE e nenhum inferior ao LIE.

A existência de valores acima do LSE pode dever-se a diversos factores, como: erros por parte do analista, erros inerentes ao equipamento, ocorrência de sobre doseamento durante a produção, etc). Dos factores referidos é possível eliminar o erro por parte do analista, uma vez que os resultados foram obtidos ao longo de um período de 4 meses por três analistas.

Uma alternativa para eliminar o erro associado ao sobre doseamento seria estabelecer uma relação ideal entre os caudais dos doseadores e o tapete.

Por outro lado, estes resultados não afectam a qualidade do produto final nem a segurança do consumidor.

Na Tabela 4.38 apresentam-se os parâmetros estatísticos relativos ao teor em TAED.

Tabela 4.38: Parâmetros estatísticos para o teor em TAED

Fórmula	Média (μ)	Desvio Padrão (σ)	Coefficiente de Variação
César 5	1,14%	0,11%	0,10
Tang	1,20%	0,16%	0,13

A média da fórmula César 5 é 1,14% e da fórmula Tang é 1,20%, isto significa que ambas as fórmulas apresentam médias elevadas, devido à existência de valores acima do LSE. Os coeficientes de variação são elevados e as Figuras 4.40 e 4.41 apresentam dispersão dos resultados em relação à média.

% Oxigênio livre

Os valores do teor em Oxigênio livre medidos nas fórmulas César 5 e Tang encontram-se representados nas Figuras 4.42 e 4.43.

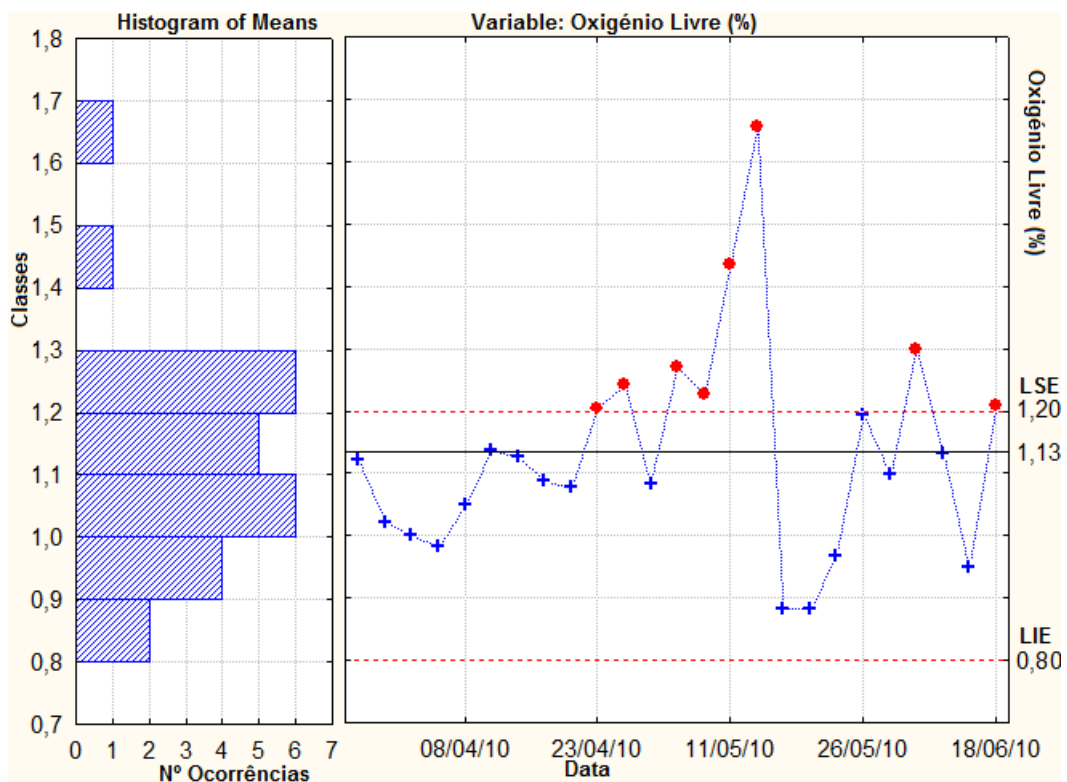


Figura 4.42: Histograma e ilustração das 25 medições do parâmetro O₂ Livre na fórmula C5

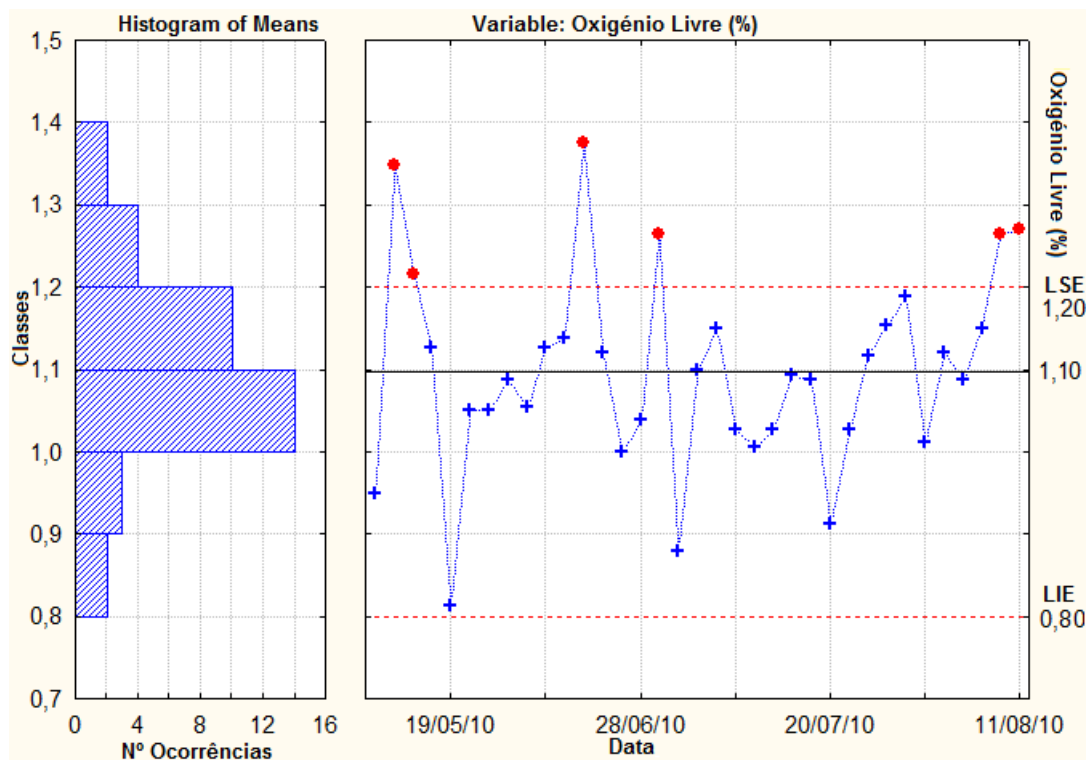


Figura 4.43: Histograma e ilustração das 35 medições do parâmetro O₂ Livre na fórmula Tang

As fórmulas César 5 e Tang apresentaram respectivamente, oito e seis valores acima do limite superior de especificação (1,20%).

Mais uma vez, é de referir que a existência de valores acima do LSE pode dever-se a diversos motivos já referidos. Estes valores não afectam a qualidade do produto nem a segurança do consumidor.

A Tabela 4.39 apresenta os parâmetros estatísticos relativos às medições de oxigénio livre.

Tabela 4.39: Parâmetros estatísticos obtidos da medição do O₂ livre

Fórmula	Média (μ)	Desvio Padrão (σ)	Coefficiente de Variação
César 5	1,13%	0,17%	0,15
Tang	1,10%	0,12%	0,11

Distribuição do Tamanho de Partículas - Granulometria

A análise granulométrica permite obter a percentagem em peso que cada fracção possui em relação à massa total da amostra em análise.

% Finos

Relativamente à granulometria, os valores medidos de percentagem de finos, estão representados nas Figuras 4.44 e 4.45.

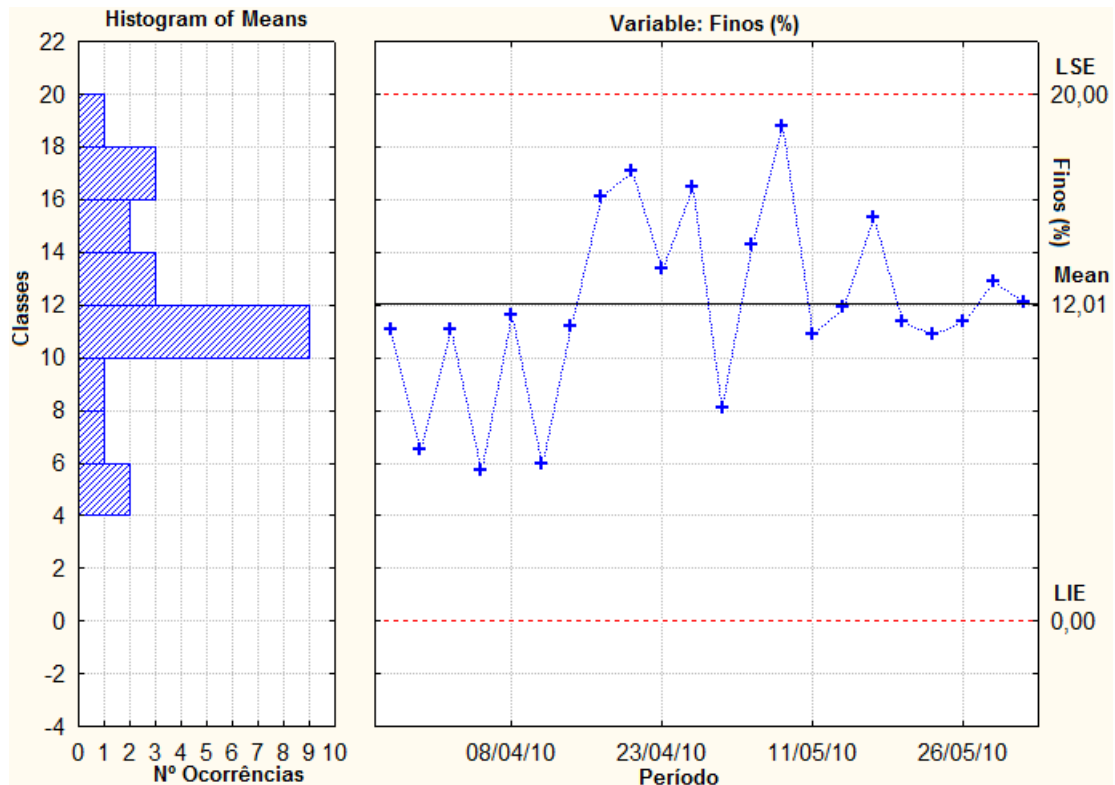


Figura 4.44: Histograma e ilustração das 22 medições do parâmetro % de Finos na fórmula C5

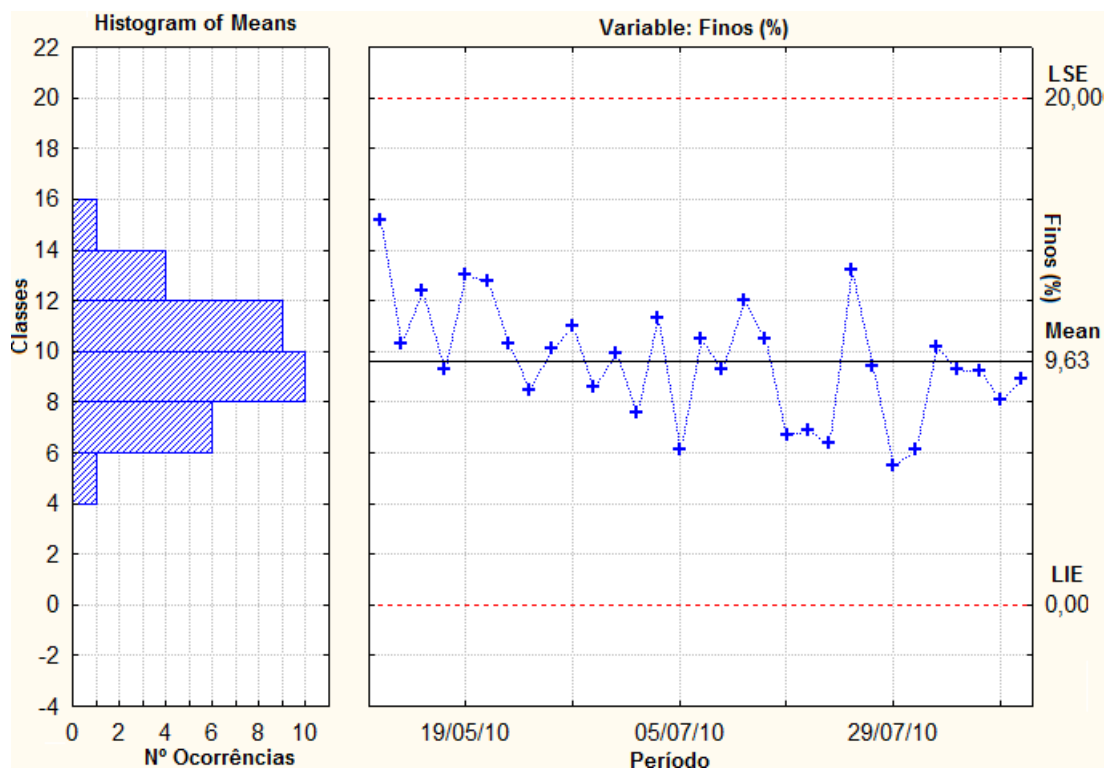


Figura 4.45: Histograma e ilustração das 31 medições do parâmetro % de Finos na fórmula Tang

A fórmula César 5 apresentou valores com maior frequência entre 10 e 12%. A fórmula Tang apresentou valores com maior frequência entre 8 e 12%.

Em ambas as formulações, os valores encontram-se dentro dos limites de especificação (máx. 20%).

Face aos resultados recolhidos, a nova fórmula (Tang) apresentou uma média de 9,63% e a fórmula César 5 apresentou uma média superior de 12,01%.

% Grossos

Relativamente à percentagem de grossos, verificou-se que os valores medidos em ambas as formulações encontram-se dentro dos limites de especificação (máx. 5%), como se pode denotar nas Figuras 4.46 e 4.47.

As medições da percentagem de grossos, relativas às fórmulas César 5 e Tang, apresentaram médias parecidas de 1,54% e 1,55%, respectivamente.

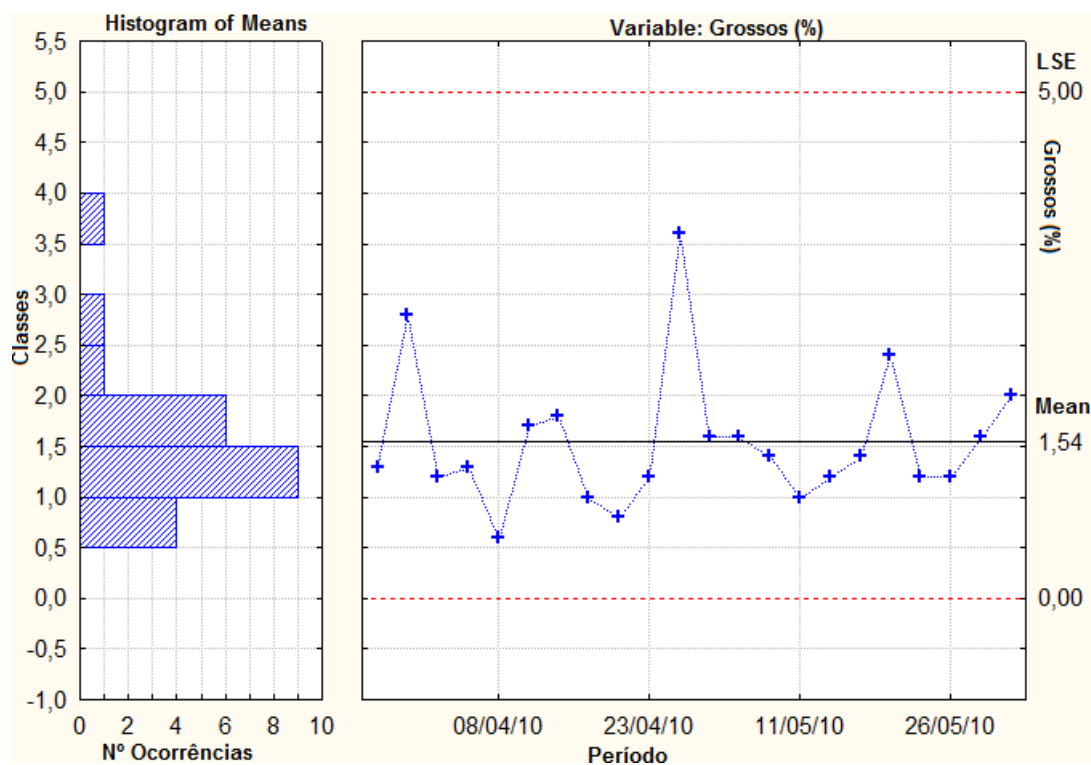


Figura 4.46: Histograma e ilustração das 22 medições do parâmetro % de grossos na fórmula C5

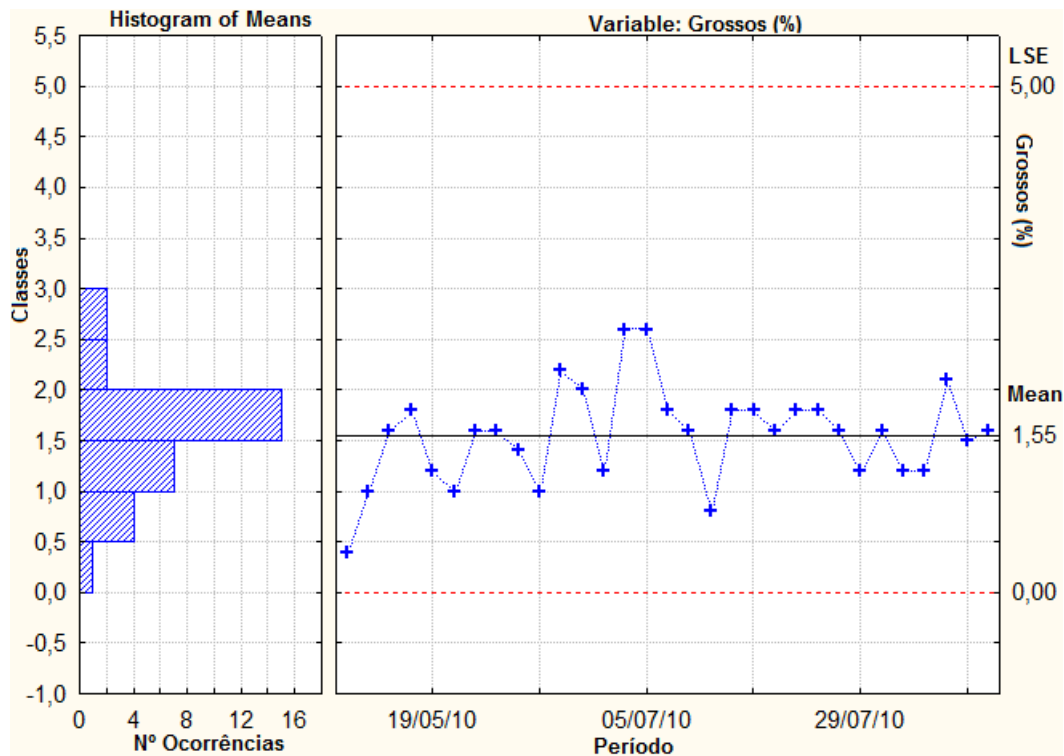


Figura 4.47: Histograma e ilustração das 31 medições do parâmetro % de grossos na fórmula Tang

A fórmula César 5 apresentou maior frequência de resultados no intervalo de 1 – 2%. A fórmula Tang apresentou uma certa estabilidade entre os valores 1,6 – 1,8%.

Ensaio de Escoamento Dinâmico

Verificou-se que os valores medidos de escoamento em ambas as fórmulas encontram-se dentro dos limites de especificação (mín. 80 ml/s) (Figuras 4.48 e 4.49).

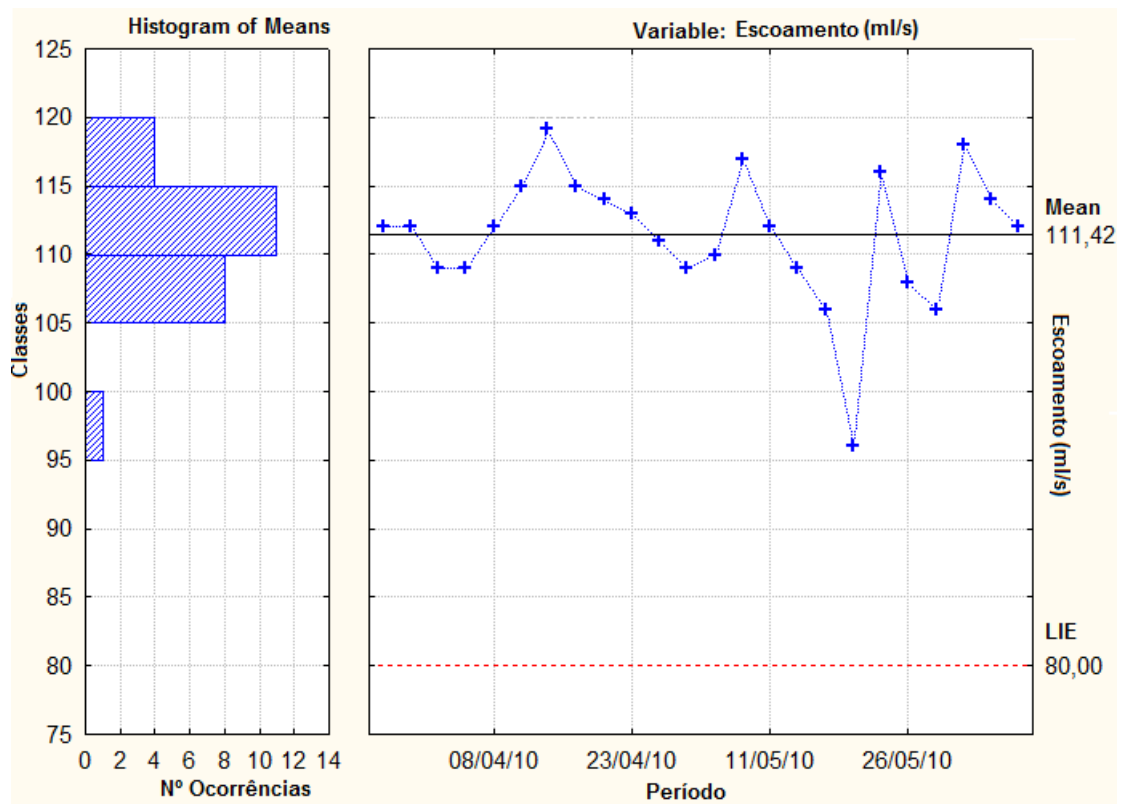


Figura 4.48: Histograma e ilustração das 24 medições do parâmetro Escoamento na fórmula C5

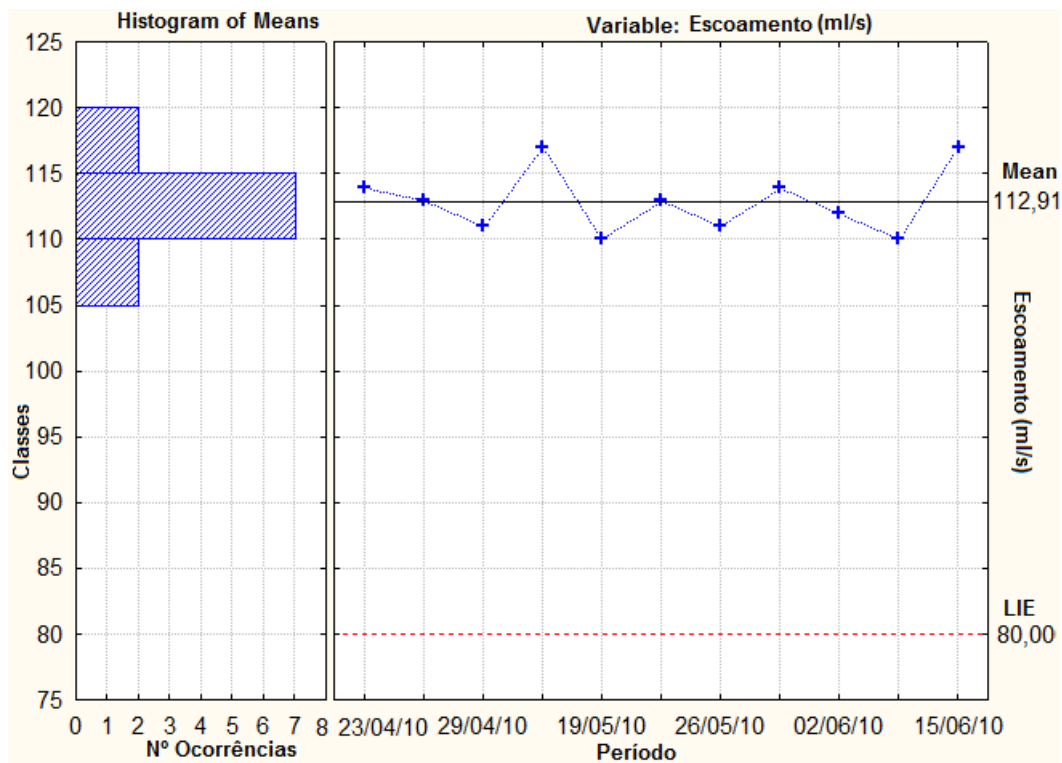


Figura 4.49: Histograma e ilustração das 11 medições do parâmetro Escoamento na fórmula Tang

5. Conclusões e Sugestões para Trabalho Futuro

5.1. Conclusões

O estágio realizado na Fábrica Lever possibilitou a aquisição de conhecimentos e formação relativamente à produção laboratorial de produtos cosméticos e detergentes. Foi possível tirar conclusões a partir das inúmeras observações efectuadas e valores obtidos.

Após os diversos testes efectuados ao novo produto CIF Líquido Madeiras, conclui-se que, apenas o produto exposto sob luz solar apresentou alterações na cor e no cheiro. Este resultado foi confirmado com o produto actual, cujo comportamento de cor e cheiro era semelhante. Deste modo, o novo produto CIF Líquido Madeiras poderá ser lançado no mercado.

Em relação aos testes efectuados ao novo produto CIF Líquido Vinagre detectou-se, após oito semanas, alteração no cheiro do produto exposto ao sol e sob lâmpada fluorescente. No entanto, não se verificaram alterações na cor do produto e como tal, este poderá ser lançado para o mercado.

De acordo com os resultados obtidos conclui-se que, a radiação solar alterou as características dos produtos CIF Líquido Lava Tudo; degradou o perfume do produto CIF Líquido Vinagre, e degradou a cor e o perfume do produto CIF Líquido Madeiras. Apesar das alterações verificadas, o projecto Crown apresenta estabilidade suficiente para que estes produtos sejam lançados no mercado.

Relativamente ao projecto Blur, conclui-se que o produto CIF Blur Verde recolhido de outra fábrica apresenta uma estabilidade de cor insuficiente, na medida que os produtos nas embalagens PE e PP foram afectados nas condições de lâmpada fluorescente e luz solar. A cor variou de verde claro para azul. Esta alteração de cor poderá dever-se à perda de um dos corantes constituintes, originada pela elevada radiação.

No entanto, o produto CIF Blur Amarelo manteve a cor original em ambas as embalagens e em todas as condições, concluindo-se que o corante é adequado.

É de referir que estes resultados são directamente comparáveis dado que as observações foram realizadas na mesma estação do ano (Verão).

Como a condição solar foi retirada da directiva internacional de testes da Unilever, conclui-se que apesar de ocorrerem alterações, todos os produtos CIF mencionados, estão em condições de serem lançados no Mercado.

Em relação ao projecto Whitesnake, estudou-se o efeito da introdução de um novo perfume nas cargas de CIF Creme Activo.

As primeiras cargas preparadas apresentaram um valor de viscosidade inferior ao LIE. Numa segunda etapa, estudou-se se a adição de maior quantidade de *Hipoclorito de Sódio*, influenciava ou não o aumento da viscosidade, concluindo-se que o valor aumentou embora fosse ligeiramente inferior ao LIE.

Após o reabastecimento do laboratório, efectuou-se a última etapa do estudo, onde se verificou que os produtos com o perfume actual e com o perfume novo apresentavam os parâmetros dentro dos limites de especificação. Deste modo, conclui-se que os resultados iniciais de viscosidade inferiores ao LIE, se deviam à utilização de um lote mais antigo de matérias-primas.

O estudo do projecto Athens iniciou-se com a preparação do espessante mais concentrado. Apesar da viscosidade dos espessantes com e sem a matéria-prima C apresentarem resultados muito diferentes, ambos os produtos finais apresentam viscosidades semelhantes e dentro dos limites de especificação, o que valida a execução de ambos os processos de fabrico.

A segunda parte deste estudo, consistiu na preparação do espessante menos concentrado e posterior verificação da viscosidade e do pH ao longo do tempo.

Os resultados obtidos ao longo de 17 dias mostram que, embora a viscosidade aumente (de 4000 para 4950 mPa.s), não existe uma variação significativa. E como tal, a bomba existente na fábrica consegue manusear o espessante com a matéria-prima C.

Relativamente aos espessantes efectuados, conclui-se também que a viscosidade do espessante mais concentrado é superior à viscosidade do espessante menos concentrado. Por outro lado, a viscosidade aumenta com a quantidade de matéria-prima C.

Os projectos Domestos Clássico e CIF Líquido com Lixívia de Limão, visam introduzir um novo perfume nas suas formulações, tendo-se concluído que esta

introdução não provoca alterações nas suas propriedades. Como tal, estes produtos podem ser lançados no mercado.

Na sequência de um problema industrial de baixa viscosidade, efectuaram-se duas misturas em laboratório, de forma a optimizar as propriedades do Vasenol Nutri-Regeneração. Da interpretação de ambas as soluções laboratoriais, conclui-se que ambas as misturas permitem obter valores de viscosidade que estão dentro dos parâmetros de especificação. No entanto, o valor de viscosidade obtido na Solução 1 (10000 mPa.s) encontra-se mais próximo do valor nominal de produção industrial (10500 mPa.s), sugerindo-se esta solução para a resolução do problema (mistura do produto com viscosidade dentro dos limites e produto de baixa viscosidade, na proporção de 2:1).

A aplicação da Solução 1 a nível industrial permitiu obter um resultado de viscosidade próximo do valor nominal, conforme se pode verificar pelo resultado de viscosidade obtido (9800 mPa.s), disponível no Anexo C ii.

A variação da curva de viscosidade do Vasenol Nutri-Regeneração com a adição de NaCl (Figura 4.22), permitiu concluir que a viscosidade é máxima com 0,90% de NaCl na formulação. É também possível concluir que, até 2% de NaCl a viscosidade da carga permaneceu dentro dos limites, não tendo sido medida a viscosidade após esta quantidade.

Estudou-se de forma análoga, a variação da curva de viscosidade do Vasenol Aloe Fresh com a adição de NaCl (Figura 4.25), podendo concluir que este gel de banho aguenta maiores níveis de concentração de cloreto de sódio, atingindo a viscosidade máxima com 2% de NaCl. É também possível concluir que, a partir de 2,83% de NaCl, a viscosidade é inferior à especificação.

Os resultados são referentes a uma única carga. Estas cargas apresentam uma grande diferença de viscosidades máximas, na medida que foram preparadas em condições diferentes (na produção e no laboratório). Outro motivo poderá ser a utilização de perfumes distintos, pois podem ocorrer interações diferentes com os ingredientes da fórmula.

As principais alterações detectadas no estudo comparativo das fórmulas César 5 e Tang, permitiram concluir que:

- ✓ A existência de valores de oxigénio livre e TAED acima do LSE podem dever-se a vários factores, como: erros por parte do analista, erros inerentes ao equipamento, ocorrência de sobre doseamento durante a produção, etc). Dos factores referidos é possível eliminar o erro por parte do analista, uma vez que os resultados foram obtidos ao longo de um período de 4 meses por três analistas.

Uma alternativa para eliminar o erro associado ao sobre doseamento seria estabelecer uma relação ideal entre os caudais dos doseadores e o tapete.

No entanto, estes resultados não afectam a qualidade do produto final nem a segurança do consumidor.

Para validar o método de análise, efectuaram-se calibrações no Auto analisador, estudando-se de seguida a taxa de recuperação da enzima Mananase. O valor obtido para a taxa de recuperação foi de 105,4%, que se encontra dentro do intervalo especificado pela Unilever (90% a 110%), o que significa que as leituras obtidas são fiáveis.

Os valores medidos no Auto analisador são superiores aos valores expectáveis, isto pode estar relacionado com erros sistemáticos que ocorrem na execução do método ou erros do equipamento que influenciam os resultados.

De forma a verificar se os erros tinham uma influência significativa nos resultados obtidos, estudou-se o coeficiente de variação e a incerteza associada ao método. Conclui-se que o coeficiente de variação é superior a 10% (Tabela 4.26), o que significa que existe dispersão dos resultados em relação à média. Por outro lado, a incerteza calculada é significativa durante o período de 1 hora (Tabela 4.28), tendo em conta que a tolerância específica é de 12 MMU/l.

Dos resultados obtidos constata-se que, o método de análise é muito sensível a erros, sendo por isso recomendável que estes sejam minimizados. Como os erros do equipamento e do método são inerentes às medições, recomenda-se que se actue no analista, isto é, de forma a minimizar este erro o método deve ser executado por vários analistas.

Para tirar conclusões definitivas em relação à fiabilidade deste método deveriam ser feitos estudos de repetibilidade e de robustez.

O trabalho desenvolvido proporcionou o conhecimento de um leque de factores que influencia as características de produtos, permitiu o manuseamento de uma variedade de ferramentas utilizadas na indústria química, bem como alargou as minhas competências de técnicas laboratoriais e processos industriais frequentemente utilizados na Unidade fabril.

5.2. Sugestões para Trabalho Futuro

As sugestões para o trabalho futuro visam a melhoria dos produtos, bem como das condições adoptadas durante o seu fabrico.

Em relação à alteração de cor no produto CIF Blur Verde, sugere-se que se teste um novo sistema de corantes, utilizando por exemplo o corante do produto CIF Blur Amarelo, que sob diversas condições não houve alterações na sua cor. Recomenda-se mais investigação no Ponto de Turvação da gama de produtos Blur.

Para um estudo mais aprofundado, sugere-se que se coloque em teste os espessantes com e sem a matéria-prima C nas diversas condições para ambos os níveis de concentração, de forma a avaliar o comportamento dos espessantes ao longo do tempo. Se algumas das características se alterarem, por exemplo a viscosidade, sugere-se o estudo da adição de um ingrediente que mantenha as características constantes.

Devido à existência de alguns valores obtidos acima do limite superior, sugere-se uma investigação dos valores medidos de oxigénio livre e de TAED.

Relativamente ao estudo da precisão do método, sugere-se que se efectue uma análise completa de amostras representativas do produto para vários níveis de concentração, de forma a obter: uma repetibilidade de cada concentração, uma repetibilidade do próprio método, uma análise de variâncias e testes interlaboratoriais. Para tal, será necessário efectuar um estudo estatístico mais aprofundado deste método de análise.

6. Bibliografia

- [1] Unilever, acessado em Maio de 2010, disponível em <http://www.unilever.pt/> .
- [2] Parceria, acessado em Junho de 2010, disponível em <http://www.jeronimomartins.com/pt/industria/parceria.html> .
- [3] NUNES, I., *Apontamentos de aulas teóricas de Higiene e Segurança no Trabalho B e C*, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa, 2010.
- [4] Instrução de trabalho, *Resíduos Perigosos, nº SA-IT-03*.
- [5] Instituto Português da Qualidade, acessado em Agosto de 2010, disponível em <http://www.ipq.pt> .
- [6] Promover Consultores, acessado em Agosto de 2010, disponível em <http://www1.promover.pt/Qualidade/SistemaIntegradoGest%C3%A3o.aspx> .
- [7] SILVA, P.A., *Workshop sobre Rotulagem de Produtos Cosméticos e de Higiene Corporal*.
- [8] PUGA, R., (2010), *Apontamentos de aulas teóricas de Marketing e Inovação*, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa.
- [9] BARRIE, M. et al. (1997), *Enciclopédia de Medicina*, Selecções do Reader's Digest.
- [10] GABRIEL, J. (1999); *Uma Introdução à Tecnologia dos produtos para a Lavagem da Pele*, Desenvolvimento Elida Fabergé; Fábrica Lever em Sacavém.
- [11] GABRIEL, J. (1999); *Uma Introdução à Tecnologia para o Cabelo*, Desenvolvimento Elida Fabergé; Fábrica Lever em Sacavém.
- [12] Projecto, Acessado em Abril de 2010, disponível em <http://projetoferidas.zip.net/> .
- [13] PRISTA, L. Nogueira; Vilar, M^a Fernanda (1992); *Dermofarmácia e Cosmética*; II Volume; Associação Nacional de Farmácias; Porto; pp. 373-377; 389-391.
- [14] Ecoalcance – Tratamento de águas, acessado em Agosto 2010, disponível em <http://www.ecoalcance.net/> .
- [15] Jakobi, G.; Lhor, A. (1987); *Detergents and Textile Washing – Principles and Practice*; pp. 7; 49-87.
- [16] PRISTA, L. Nogueira; Vilar, M^a Fernanda (1992); *Dermofarmácia e Cosmética*; I Volume; Associação Nacional de Farmácias; Porto; pp. 15-40.
- [17] Artigo, acessado em Abril 2010, disponível em <http://www.scielo.br/img/revistas/qn/v29n3/29293f1.gif> .
- [18] WADE, L.G., (2006). *Organic Chemistry*, Sixth Edition; pp.1007; 1204-1209.
- [19] SOTOMAYOR, J., (2010) *Apontamentos de aulas teóricas de Química-Física*, Faculdade de Ciências e Tecnologia, Universidade Nova de Lisboa.

- [20] Associação Nacional de Indústrias de Lacticínios, acedido em Outubro 2010, disponível em <http://www.anilact.pt/documentos/seminovhm.pdf> .
- [21] Science in the box, acedido em Outubro 2010, disponível em http://www.scienceinthebox.com/en_UK/glossary/popup_surfactants_en.html .
- [22] Science in the box, acedido em Outubro 2010, disponível em http://www.scienceinthebox.com/en_UK/glossary/builders_en.html .
- [23] Wise Geek, acedido em Outubro 2010, disponível em <http://www.wisegeek.com/what-is-sodium-tripolyphosphate.htm> .
- [24] Artigo, acedido em Setembro 2010, disponível em <http://www.artigonal.com/medicina-artigos/fosforo-impacto-ambiental-e-medico-tema-de-monografia-e-tcc-de-medicina-1361130.html> .
- [25] Clean Right, acedido em Outubro 2010, disponível em http://pt.cleanright.eu/index.php?option=com_content&task=pdf&Itemid=2138 .
- [26] Science in the box, acedido em Outubro 2010, http://www.scienceinthebox.com/en_UK/glossary/bleaches_en.html .
- [27] AKKERMANS, J. et al, Process specification, Shakespeare, Manufacturing of Spray Dried Base for Production, 2009.
- [28] Spray Process, acedido em Outubro 2010, disponível em <http://www.sprayprocess.com.br/secagem-por-atomizacao.asp> .
- [29] *Guia de Estabilidade de produtos cosméticos*, (2004), Anvisa, disponível em <http://www.anvisa.gov.br/divulga/public/series/cosmeticos.pdf> .
- [30] Guia Relacre 13, (2000), *Validação de métodos internos de ensaio em análise química*, Relacre.
- [31] BRUGGEN, P., ZANDBELT, P., (2004), *Validating an analytical method*, UMA number 1009.
- [32] UMA-HPC Method of Analysis, (2010), *Method for the determination of Mannaway Activity in filter dust, products and raw materials*, UMA number 6242.
- [33] NETO, O., PINO, J., *Trabalhando a Química dos Sabões e Detergentes*, Instituto de Química, disponível em <http://www.iq.ufrgs.br/> .
- [34] AZEVEDO, R. T., *Sistemas Integrados de Gestão da Qualidade, Ambiente e Segurança*, artigo online: http://naturlink.sapo.pt/article.aspx?menuid=6&cid=22626&bl=1&viewall=true#Go_1.
- [35] PEREIRA, Z. L., REQUEIJO, J. G., (2008), *Planeamento e Controlo Estatístico de Processos Qualidade*, Faculdade de Ciências e Tecnologia, UNL.
- [36] HENRIQUES, L., (2009), *O projecto da Unilever*, disponível em [http://www.reditus.pt/files/eventos/003-workshopreditus\(unilever\).pdf](http://www.reditus.pt/files/eventos/003-workshopreditus(unilever).pdf) .
- [37] *Zeolites for detergents*, disponível em: <http://www.zeolites.eu/downloads/Zeolites.pdf>.

Anexos

Anexo A

i. Função das matérias-primas

Tabela A.1: Função das matérias-primas

Funções	Definições
Abrasivo	Ajuda à remoção de diversas sujidades através de acção mecânica (EN:Abrasive)
Absorvente	Incluído em cosméticos para absorver água ou outras substâncias (EN:Absorbent)
Aditivo	Os aditivos são incluídos para assegurar determinadas propriedades do produto. (EN:Additive)
Adesivo	Substância que une as superfícies. (EN:Adhesive)
Fonte de alcalinidade	Aumenta a alcalinidade do produto para ajudar à dissolução da sujidade. (EN:Alkalinity Source)
Agente anti-aglomerante	Previne a formação de grumos no produto. (EN:Anticaking Agent)
Agente anti-caspa	Controla a formação de caspa. (EN:Antidandruff Agent)
Agente anti-espuma	Evita a formação excessiva de espuma durante a produção ou a utilização do produto. (EN:Antifoaming Agent)
Agente anti-microbiano	Adicionado a um produto cosmético para ajudar a reduzir a actividade de microrganismos. (EN:Antimicrobial Agent)
Antioxidante	Inibe reacções químicas com oxigénio, que podem causar a degradação do produto. (EN:Antioxidant)
Agente anti-transpirante	O activo que reduz o fluxo da transpiração. (EN:Antiperspirant Agent)
Agente Anti-Redeposição	Previne que a sujidade se redeposite na roupa durante a lavagem dando um tom acizentado na roupa. (EN:Anti-redeposition Agent)
Agente Anti-Estático	Previne a formação de electricidade estática, para cosméticos, em superfícies do corpo humano tais como pele/cabelos, ou em roupas. (EN:Antistatic Agent)
Adstringente	Usado em produtos cosméticos para induzir uma sensação de repuxar, formigueiro ou de refrescamento na pele. (EN:Astringent)
Aglutinante	Substância adicionada para aglutinar outras substâncias, permitindo que sólidos diferentes fiquem ligados ex. tablets ou sombra de olhos. (EN:Binder)
Catalisador de Branqueamento	Acelera a performance dos branqueadores químicos nos detergentes fazendo com que este também seja eficaz a baixas temperaturas. (EN:Bleach Catalyst)
Precursor de Branqueamento	Reage durante a lavagem formando branqueadores químicos (EN:Bleach Precursor)

Anexos

Funções	Definições
Botânicos	Ingredientes extraídos de plantas pelos seus atributos específicos, ex. Aloe Vera. (EN:Botanicals)
Agente tampão	Ajusta ou estabiliza a acidez ou a alcalinidade de um produto. (EN:Buffering Agent)
Agente anti-calcário	Reduz o efeito da dureza da água, ao remover iões de cálcio e magnésio, e melhora a eficácia do detergente. (EN:Builder)
Agente de Diluição	Ingrediente adicionado para aumentar o volume de um produto através da diluição, para que possa ser aplicado à concentração correcta. (EN:Bulking Agent)
Corante	Ingrediente que pode colorir a pele, o cabelo ou o produto. (EN:Colourant)
Agente de frescura	Agente que confere um toque de frescura na pele. (EN:Cooling Agent)
Inibidor de Corrosão	Ingrediente adicionado para prevenir a corrosão da embalagem (usualmente metálica). (EN:Corrosion Inhibitor)
Desnaturante	Confere um sabor muito amargo a preparações à base de álcool, tornando-as imbebíveis. (EN:Denaturant)
Agente Desodorizante	Usado para reduzir ou mascarar os odores corporais desagradáveis. (EN:Deodorant Agent)
Inibidor de transferência de corantes	Ajuda a prevenir que corantes livres se redepositem nos tecidos durante a lavagem da roupa. (EN:Dye Transfer Inhibitor)
Emulsificador	Usado para formar emulsões ou para solubilizar líquidos imiscíveis numa emulsão. (EN:Emulsifier)
Estabilizador de emulsões	Melhora a estabilidade de uma emulsão e aumenta o tempo de vida de um produto. (EN:Emulsion Stabiliser)
Enzimas	Ingredientes específicos para remoção de certos tipos de nódoas a baixas temperaturas, tais como, gordura, ovo, sangue. (EN:Enzyme)
Estabilizador de Enzimas	As enzimas não são estáveis nos detergentes líquidos sem um sistema estabilizador. (EN:Enzyme Stabiliser)
Ajudante de evaporação	Ajuda à secagem rápida após aplicação do produto. (EN:Evaporation Aid)
Agente exfoliante	Ajuda a remover células mortas da superfície da pele. (EN:Exfoliating Agent)
Amaciador de roupa	Amacia as fibras dos tecidos. (EN:Fabric Conditioner Agent)
Lubrificador de tecidos	Lubrifica as fibras dos tecidos e proporciona diversos benefícios, como por exemplo facilitar o engomar. (EN:Fabric Lubricating Agent)
Formador de Filme	Faz com que um produto forme um filme uniforme quando aplicado a uma superfície, como acontece em máscaras faciais, produtos de styling e vernizes de unhas. (EN:Film Former)

Anexos

Funções	Definições
Agente de Fixação	Usado em produtos de styling para o cabelo, para manter a forma do penteado. (EN:Fixing Agent)
Aroma	Melhorar o sabor de um baton ou produto de higiene oral. (EN:Flavour)
Perfume	Confere um cheiro agradável ao produto. (EN:Fragrance)
Agente condicionador do cabelo	Melhora a aparência e a textura do cabelo e facilita o pentear. Os agentes condicionadores também melhoram o brilho, a aparência e a textura do cabelo estragado. (EN:Hair Conditioning Agent)
Agente de Ondulação/Alisamento Capilar	Altera as fibras do cabelo para facilitar mudanças de configuração. (EN:Hair - Waving/Straightening Agent)
Humectante	Adicionado aos produtos cosméticos para reter água no produto ou para aumentar a hidratação nas camadas superficiais da pele. (EN:Humectant)
Hidrótopo	Aumenta a solubilidade do detergente no produto. (EN:Hydrotrope)
Opacificador	Reduz a transparência de um produto. Pode também conferir um aspecto perlescente. (EN:Opacifier)
Branqueador óptico	Torna os produtos ou as roupas lavadas mais brancos e brilhantes. (EN:Optical Brightener)
Agente Oral	Limpa, desodoriza ou protege a cavidade oral. (EN:Oral Care Agent)
Agente oxidante	Os detergentes removem algumas nódoas por um processo de oxidação (branqueamento). Em produtos cosméticos os agentes oxidantes são usados para remover corantes capilares ou estabilizar o cabelo após uma permanente. (EN:Oxidising Agent)
Agente Perluscente	Atribui o brilho ou reflexos a um líquido, que podem ser observados ao verter o produto. (EN:Pearlescer)
Ajustador de pH	Adicionado para controlar a acidez/alcalinidade dos produtos. (EN:pH Adjuster)
Plastificante	Adicionado para reduzir a tendência para quebrar ou modificar as propriedades de fluidez. (EN:Plasticizer)
Conservante	Protege o produto do crescimento de microrganismos e da sua degradação. Os conservantes são necessários para prevenir a deterioração do produto causada por microrganismos e para proteger o produto de contaminações acidentais pelo consumidor durante a sua utilização. (EN:Preservative)
Subprodutos do processo	Produtos, tecnicamente inevitáveis, resultantes do processo de produção. (EN:Process by-product)
Gás Propulsor	Utilizado para aplicar um produto de um aerossol. (EN:Propellant)
Agente Redutor	Altera a natureza química de outras substâncias ao adicionar

Anexos

Funções	Definições
	hidrogénio ou retirar oxigénio. (EN:Reducing Agent)
Sal regenerador	Regenera o sistema de amaciamento de água de uma máquina de lavar louça. (EN:Regeneration Salt)
Sequestrante	Previne que iões metálicos livres reajam com o produto e provoquem efeitos indesejados na eficácia, na aparência ou na estabilidade do produto. (EN:Sequestrant)
Agente de condicionamento da pele	Ajuda a manter a pele suave, macia, flexível e com um aspecto bonito e saudável. (EN:Skin Conditioning Agent)
Agente p/Aclarar a Pele	Aclara a pele. (EN:Skin Lightening Agent)
Protector da Pele	Protege a pele do meio ambiente. (EN:Skin Protectant)
Modificador de Reologia	Usado para melhorar as características físicas de fluidez do produto. (EN:Slip Modifier)
Agente extensor de amaciamento	Melhora a eficácia de um agente de amaciamento. (EN:Softness Extender)
Solubilizante	Melhora a solubilidade de um ou mais ingredientes no produto. (EN:Solubiliser)
Solvente	Usado para dissolver outros ingredientes.(EN:Solvent)
Modificador de spray	Modifica as características de um spray, como por exemplo, o tamanho e a dispersão das gotas. (EN:Spray Modifier)
Agente Estabilizador	Mantêm a estabilidade dos ingredientes ou fórmula. (EN:Stabilising Agent)
Estruturante	Ingredientes que dão forma ao produto final. (EN:Structurant)
Filtro Solar	Usado para filtrar os raios UV prejudiciais. (EN:Sunscreen Agent)
Modificadores de Superfícies	Modifica as propriedades físicas das superfícies. (EN:Surface Modifiers)
Tensioactivo	Usado para modificar a tensão superficial da água e assim facilitar as operações de lavagem, molhagem de superfícies, formação de espuma e emulsificação (suspensão homogénea de um líquido em outro) (EN:Surfactant)
Agente de suspensão	Ajuda à dispersão homogénea de um sólido num líquido. (EN:Suspending Agent)
Adoçante	Usado para melhorar o sabor dos produtos de higiene oral. (EN:Sweetener)
Desintegrante de Pastilha	Contribui para uma desintegração mais rápida da pastilha, permitindo que os ingredientes activos comecem a actuar logo a partir do início da lavagem. (EN:Tablet Disintegrant)
Absorvedor de raios UV	Filtra os raios UV para proteger o produto, a pele ou o cabelo de estragos causados pelos raios UV. (EN:UV Absorber)
Agente controlador da viscosidade	Controla a viscosidade do produto. (EN:Viscosity Controlling Agent)

Fonte: www.unilever.com

ii. Lição Ponto a ponto

✓ Determinação da viscosidade no Viscosímetro de Haake VT 500











 Unilever JERÓNIMO MARTINS	<h3>Lição ponto a ponto</h3>	 TOTALM PRODUCTIVE MAINTENANCE MINIMIZING DOWNTIME											
Equipamento : Viscosímetro Haake VT500 Tema: Determinação da Viscosidade Elaborado por: Cláudia França	Numero LP-DQ-62 Data elaboração: 20-07-2010												
Classificação <input checked="" type="checkbox"/> Conhecimentos básicos <input type="checkbox"/> Casos de melhoria <input type="checkbox"/> Casos de problemas	Tomei conhecimento Sup. ____/____/____												
<ol style="list-style-type: none"> 1. Ligar a circulação do banho termostatzado a 25°C. 2. Esperar algum tempo até que o banho se encontre a T=25°C. 3. Seleccionar o Spindle a utilizar, mediante o produto que se quer analisar. MVI=Spindle Maior (Risco Inferior) MVII=Spindle Menor (Risco Superior) 4. Ligar o viscosímetro no botão verde. Seleccionar as condições de ensaio no viscosímetro, mediante a tabela seguinte: <table border="1" style="margin: 10px auto; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th>Velocidade de Corte (s⁻¹)</th> <th>Spindle (Sensor)</th> <th></th> <th>Indice de Velocidade </th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">20,88</td> <td style="text-align: center;">MVII</td> <td style="text-align: center;">3</td> <td style="text-align: center;">4</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">106</td> <td style="text-align: center;">MVI</td> <td style="text-align: center;">2</td> <td style="text-align: center;">5</td> </tr> </tbody> </table> <ol style="list-style-type: none"> 5. Fixar o rotor ao eixo do viscosímetro, segurando firmemente o eixo e rodando o rotor no sentido contrário dos ponteiros do relógio.  6. Colocar a amostra no copo. Deve colocar-se amostra até ao risco inferior se o Spindle usado é MVI. Deve colocar-se amostra até ao risco superior se o Spindle usado é MVII. 7. Colocar o copo, com a amostra, na camisa, enroscando completamente a peça que suporta o copo. O produto deve ficar visível, na medida que o Spindle mergulha o produto que está no copo. O produto pode transbordar um pouco, no entanto deve evitar-se a cobertura total do topo do Spindle. Caso a amostra cubra completamente, deve retirar-se o excesso com uma pipeta de Pasteur. 8. Premir o botão “START” até acender uma luz verde, de forma a colocar o rotor em andamento.  O valor de viscosidade deve oscilar entre uma gama de valores. Ao fim de cerca de 1 minuto, registar o valor de viscosidade fazendo a média entre os dois valores que apareçam com mais frequência em mPa.s, a 25°C e à respectiva tensão de corte (s⁻¹). 9. Premir o botão “STOP”, para parar o rotor. 10. Rodar o rotor suavemente no sentido dos ponteiros do relógio, segurando firmemente o eixo do viscosímetro, deixando mergulhar o Spindle no copo com a amostra. 11. Desenroscar a peça que suporta o copo. 		Velocidade de Corte (s ⁻¹)	Spindle (Sensor)		Indice de Velocidade 	20,88	MVII	3	4	106	MVI	2	5
Velocidade de Corte (s ⁻¹)	Spindle (Sensor)		Indice de Velocidade 										
20,88	MVII	3	4										
106	MVI	2	5										

Figura A.1: Lição Ponto a ponto

Anexo B

i. Calibrações do Auto analisador

- ✓ Respostas obtidas pelo Auto analisador, seguindo o Método de Análise do Produto (MAPR)

```

=====
Test results                Arena 7.1AR1                Page:    1
                               Laboratory
23-08-2010 14:33          Konelab User
=====
    
```

Test: MAPR

Sample Id	Result	Dil. 1 +	Response	Errors
MAPR1	0.07953	0.0	0.080	
MAPR2	0.10091	0.0	0.101	
MAPR3	0.13250	0.0	0.132	
MAPR4	0.18460	0.0	0.185	
MAPR5	0.24962	0.0	0.250	
MAPR6	0.30748	0.0	0.307	
MAPR QC	0.23422	0.0	0.234	

```

N                7
Mean             0.18412
SD               0.084208
CV%              45.73
    
```

- ✓ Determinação da actividade enzimática da Mananase

Sample code	Response	Weight gram	Volume l	Dilution factor	Activity MMU/g
S1	0,07953				
S2	0,10091				
S3	0,13250				
S4	0,18460				
S5	0,24962				
S6	0,30748				
CM	0,23422	0,1361	1	20	16242

- ✓ Cálculo da recta de calibração

Calculation Mannanaway activity Products

Reference

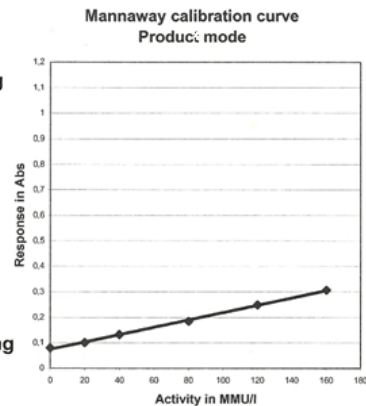
Weight ref. standard 07050401 : 0,1461 g
Standard activity: 13,7 MMU/mg

Standaard (MMU/l)	Netto piekh.
0	0,07953
20,0	0,10091
40,0	0,1325
80,1	0,1846
120,1	0,24962
160,1	0,30748

Control

Wegiht control 07050402 : 0,136 g
Control activity: 14,7 MMU/mg
Warning Limit : 13000 - 15500 MMU/g
Action Limit : 12500 - 16900 MMU/g

Slope : 692,47012
Intercept : -51,66283
CorrCoëf (R²) : 0,9983 ≥ 0,9800 If < 0.98 check curve for outliers
Delete point in column B10 - B15



✓ Respostas obtidas pelo Auto analisador, seguindo o Método de Análise de Poeiras (MADU)

```

=====
Test results                               Arena 7.1AR1                               Page: 1
24-08-2010 18:21                          Laboratory
                                             Konelab User
-----

Test: MADU

Sample Id      Result      Dil. 1 +  Response      Errors
-----
MADU1         0.06756    0.0         0.068
MADU2         0.12927    0.0         0.129
MADU3         0.19730    0.0         0.197
MADU4         0.33969    0.0         0.340
MADU5         0.46075    0.0         0.461
MADU6         0.59712    0.0         0.597
MADU QC       0.42616    0.0         0.426

N              7
Mean          0.31684
SD            0.192937
CV%           60.90
    
```

✓ Determinação da actividade enzimática da Mananase

Sample code	Response	Volume ml	Filter Portion 1 = 1 ½ = 2 ⅓ = 3	Activity MMU/l	Air Volume m ³	10 ⁻³ MMU/m ³
S1	0,06756			0		
S2	0,12927			8		
S3	0,19730			16		
S4	0,33969			33		
S5	0,46075			48		
S6	0,59712			64		
CM	0,42616			43		

✓ Cálculo da recta de calibração

Calculation Mannanaway Activity Dust filters

Reference

Weight Reference : 07050401 =

Weight Taken	0,1461 g
Standard activity:	13,7 MMU/mg

Volume l 0,5
Pre Dilution factor 10

Standard (MMU/l)

Response

0	0,0675600
8,0	0,1292700
16,0	0,1973000
32,0	0,3396900
48,0	0,4607500
64,1	0,5971200

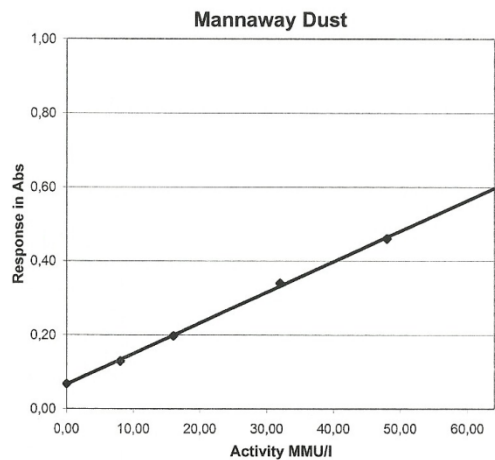
Control

Weight Control : 07050402 =

Weight Taken	0,1361 g
Control activity:	14,7 MMU/mg
Warning Limit	13000 - 15500 MMU/g
Action Limit	12500 - 16900 MMU/g

Slope 0,00829
Intercept 0,06628
CorrCoëf (R²) 0,9996 > 0,9800

If < 0.98 check curve for outliers
Delete point in column B10 - B15



✓ **Determinação da actividade enzimática da Mananase**

Tabela B.3: Actividade enzimática de cada medição para o cálculo da incerteza

Sample code	Response	Volume ml	Filter Portion 1 = 1 ½ = 2 ⅓ = 3	Activity MMU/l
S1	0,09581			0
S2	0,15978			7
S3	0,23363			16
S4	0,37727			33
S5	0,50403			48
S6	0,63847			64
CM	0,47597			45
Teste com Enzima 1	0,51873	25	2	49,56
Teste com Enzima 2	0,53692	25	2	51,70
Teste com Enzima 3	0,55352	25	2	53,64
Teste com Enzima 4	0,46738	25	2	43,54
Teste com Enzima 5	0,49059	25	2	46,26
Teste com Enzima 6	0,48308	25	2	45,38
Teste com Enzima 7	0,44552	25	2	40,97
Teste com Enzima 8	0,46542	25	2	43,31
Teste com Enzima 9	0,42174	25	2	38,18
Média Teste com Enzima	0,48699	25	2	45,84

iv. Estudo da incerteza associada ao método de análise

→ **Tolerância específica** ^[35]

$$\text{Tolerância específica} = \text{Valor máximo de aceitação} - \text{Valor mínimo de aceitação}$$

(Equação a)

→ **Incerteza** ^[35]

$$\text{Incerteza} = t_{(n-1)} \times s$$

(Equação b)

Onde:

$t_{(n-1)}$ – valor tabelado de t-student para um nível de confiança de 97,5% e n-1 graus de liberdade.

s – desvio padrão da amostra.

✓ **Análise de incertezas**

INDÚSTRIAS LEVER PORTUGUESA

ANÁLISE DE INCERTEZAS

Mannaway

Tabela B.4: Análise de incertezas

Amostra N°	Resultado da medição	Estatística	
1	49,560	<u>Especificação</u>	
2	51,700	Máximo	46,000
3	53,640	Nominal	40,000
4	43,540	Mínimo	34,000
5	46,260	<u>Medição</u>	
6	45,380		
7	40,970		
8	43,310	Máximo	53,64
9	38,180		
10		Média	45,84
		Mínimo	38,18
		Desv. Padrão	5,04
		Incerteza	11,630

Tabela B.5: Tabela t-student

Total	9
Soma	412,54
Média	45,837778
Desvio	5,0434283
Incerteza	11,630146

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_N}{N}$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N-1}}$$

$$\mu = \bar{x} \pm ts$$

$(x_i - \bar{x})^2$	gl	$t_{.975}$
13,854938	1	12,706
34,365649	2	4,303
60,874672	3	3,182
5,2797827	4	2,776
0,1782716	5	2,571
0,2095605	6	2,447
23,69526	7	2,365
6,3896605	8	2,306
58,64156	9	2,262
	10	2,228
	11	2,201
	12	2,179
	13	2,160
	14	2,145
	15	2,131
	16	2,120
	17	2,110
	18	2,101
	19	2,093
	20	2,086

Anexo C

i. Folhas de Carga de Detergentes Líquidos

✓ CIF Líquido Madeiras Novo

Objectivo: Introdução de um novo corante

Observações na data de fabrico: pH = 5,4; Ponto Turvação = 64,5 °C

Nº DE AMOSTRAS CONDIÇÕES DE TESTE OBSERVAÇÕES (Semanas)	FRIG.				AMB.				37° C				LÂMPADA				SOL			
	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24
	ASPECTO																			
ASPECTO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
COR	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3	3	3	3
PERFUME	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	1	1	1	2	3	3	3	3	3	3
SEPARAÇÃO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
pH	5,49	5,40	5,50		5,45	5,43	5,47		5,38	5,41	5,45		5,37	5,28	5,16		5,42	5,64	5,79	
PONTO DE TURVAÇÃO	65,2	64,5	64,8		66,0	66,1	63,2		67,9	65,3	64,2		66,7	63,5	62,1		68,2	69,4	66,0	

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)		
	4 semanas	8 semanas	24 semanas
0-sem alteração	Os testes foram realizados na semana 25, no dia 22 Jun ho de 2010.		
1-ligeira alteração	20/04/10: O produto ao sol apresenta-se incolor e com um cheiro desagradavel, desde a 6ª semana.	17/08/10: O produto apresenta uma ligeira discolor do ponto de vista, em qualquer condicao.	
2-limite alteração aceit.	O produto sob lampada fluorescente apresenta um cheiro alterado.	O produto que estava a ambiente e possui pH 5,4, apresenta pH 5,46.	
3-alterado			

Anexos

✓ **CIF Líquido Vinagre**

Objectivo: Introdução de corantes e novo perfume

Observações na data de fabrico: pH = 5,3; Ponto Turvação = 60,2 °C

Nº DE AMOSTRAS	CONDICÕES DE TESTE															
	OBSERVAÇÕES (Semanas)															
	FRIG.			AMB.			37° C			LÂMPADA			SOL			
	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24
ASPECTO	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
COR	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
PERFUME	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
SEPARAÇÃO	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
P.H	5,84	5,77	5,92		5,83	5,74	5,82		5,82	5,74	5,80		5,71	5,58	5,61	
PONTO DE TURVAÇÃO	59,1	59,3	57,1		62,5	65,0	64,5		60,7	64,6	64,7		62,5	62,3	58,1	
													5,68	5,59	5,61	
													63,1	66,7	60,1	

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)		
	4 semanas	8 semanas	12 semanas
0-sem alteração	15/08/10: ○ PH tende a aumentar, tal como o ponto de turvação.	13/09/10: ○ perfume do produto ao sol, alterou-se completamente e o produto sob lâmpada, tb.	11/10/10: ○ PH aumentou, e o ponto de turvação diminuiu. Não existem alterações na cor do produto final.
1-ligeira alteração			
2-limite alteração aceit.			
3-alterado			

Anexos

✓ **CIF Blur Amarelo**

Objectivo: Novo Produto

Observações na data de fabrico: pH = 10,7; Ponto Turvação = 63,5 °C

Nº DE AMOSTRAS	CONDICÕES DE TESTE															
	FRIG.				AMB.				37° C				LÂMPADA			
	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24
OBSERVAÇÕES (Semanas)																
ASPECTO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
COR	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PERFUME	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	2	0	0	2	3
SEPARAÇÃO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PH	10,18	10,12	10,12	10,12	9,91	9,79	9,73	9,65	9,54	9,35	9,67	9,56	9,54	9,33	9,20	9,20
PONTO DE TURVAÇÃO	60,7	63,7	63,4	63,4	63,6	66,5	66,7	64,2	70,5	74,6	63,1	73,9	70,7	65,5	77,1	79,9

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO		
0-sem alteração		
1-ligeira alteração		
2-limite alteração aceit.		
3-alterado		

OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)		
4 semanas	0 semanas	24 semanas
Os testes de estabilidade foram realizados no dia 5 Julho 2010.	Verificação efectuada no dia 27/07/10. Nota-se uma ligeira descida dos valores de pH e um aumento dos valores de ponto de turvação.	25/8/10: O perfume do produto sob lâmpada e sob luz solar alterou-se bastante.

Anexos

✓ **CIF Creme Activo Verde (1ª Carga)**

Objectivo: Produto com o novo Perfume Cobra, 8,5 % Hipoclorito de Sódio

Observações na data de fabrico: pH = 13,0; Viscosidade = 410 mPa.s;

Cl₂ Livre = 1,7 %; Condutividade = 10,3 mS/cm; P. Específico = 1,55 g/cm³.

Nº DE AMOSTRAS CONDIÇÕES DE TESTE OBSERVAÇÕES (Semanas)	FRIG.				AMB.				37°C				LÂMPADA				SOL			
	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24
	ASPECTO	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
Cor	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
PERFUME	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
SEPARAÇÃO	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
pH	13,16	12,87			12,71	12,56			12,05	12,24			12,71	12,48						
Viscosidade (20,88 s ⁻¹ , MVII)	467,645				495	572			461	517			455	520						
CONDUTIVIDADE	-	-			9,56	9,32			10,55	8,90			10,43	8,98						
% Cloro Livre	-	-			0,73	0,60			0,34	0,30			0,72	0,63						

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)		
	4 semanas	8 semanas	12 semanas
0-sem alteração			
1-ligeira alteração	11/9/10: A % Cl ₂ Livre de 1,65% para 0,79% durante estas 4 semanas. Níveis condutivos, desceu muito mais.		
2-limite alteração aceit.			
3-alterado			

OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)		
0 semanas	12 semanas	24 semanas
29/9/10: O pH diminuiu, a viscosidade e a condutividade aumentaram. A % Cl ₂ Activo desceu e encontrase abaixo de LIE (0,8%).		

Anexos

✓ **CIF Creme Activo Verde (3ª Carga)**

Objectivo: Produto com o novo Perfume Cobra, 10 % Hipoclorito de Sódio

Observações na data de fabrico: pH = 13,0; Viscosidade = 447 mPa.s;
Cl₂ Livre = 1,5 %; Condutividade = 9,0 mS/cm; P. Específico = 1,57 g/cm³.

Nº DE AMOSTRAS	CONDICÕES DE TESTE															
	FRIG.				AMB.				37° C				LÂMPADA			
	3	8	12	24	3	8	12	24	3	8	12	24	3	8	12	24
ASPECTO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
COR	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PERFUME	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
SEPARAÇÃO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
P.H	12,63	12,58			12,68	12,35			12,75	14,68			12,20	12,04		
VISCOSIDADE (20,88 S ⁻¹ , MVII)	505	767			510	830			469	410			430	522		
CONDUTIVIDADE	8,463	-			8,466	-			9,129	-			8,762	-		
% CLORO LIVRE	-	1,06			0,88	0,68			0,49	0,15			0,63	0,37		

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)		
	3 semanas	8 semanas	24 semanas
0-sem alteração			
1-ligeira alteração			
2-limite alteração aceit.			
3-alterado	Observação efectuada na 3ª semana. A % Cl ₂ decresceu de 1,5% para 0,88% a ambiente durante 3 semanas. A viscosidade de 767 mPa.s diminuiu para 505 mPa.s.	A viscosidade aumentou em todas as condições, excepto na condição de estufa. A única condição que mantém a % Cl ₂ Activo dentro do limite de especificação é a condição de refrigeração.	

Anexos

✓ CIF Creme Activo Verde (4ª Carga)

Objectivo: Produto com Perfume actual Bright, 10 % Hipoclorito de Sódio, com Matérias-primas de outro lote

Observações na data de fabrico: pH = 12,9; Viscosidade = 532 mPa.s;
Cl₂ Livre = 1,6 %; Condutividade = 6,6 mS/cm; P. Específico = 1,56 g/cm³.

Nº DE AMOSTRAS CONDIÇÕES DE TESTE OBSERVAÇÕES (Semanas)	FRIG.				AMB.				37° C				LÂMPADA				SOL			
	4	0	12	24	4	0	12	24	4	0	12	24	4	0	12	24	4	0	12	24
	ASPECTO	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
Cor	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
PERFUME	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
SEPARAÇÃO	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
pH	-	13,01			12,64	12,75			12,63	12,14			12,62	12,8						
Viscosidade (20,88.Δ ⁻¹ , MVII)	-	730			691	725			643	720			610	750						
Condutividade de (25,7° C nas 4 semanas)	-	-			6,335	-			6,405	-			6,232	-						
% Cl ₂ Livre	-	1,02			0,7	0,63			0,4	0,07			0,66	0,32						

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)		
	4 semanas	0 semanas	24 semanas
0-sem alteração	A viscosidade aumentou em todas as condições.		
1-ligeira alteração	A condutividade frígida, e a química que mantém o teor em Cloro activo, dentro do limite de uspef.		
2-limite alteração aceit.	A viscosidade do produto aumentou em todas as condições.		
3-alterado			

Anexos

✓ **Domestos Clássico**

Objectivo: Substituição do Perfume

Observações na data de fabrico: Soda Livre = 0,34 %; Cl₂ Livre = 4,3 %

Nº DE AMOSTRAS CONDIÇÕES DE TESTE OBSERVAÇÕES (Semanas)	FRIG.			AMB.			37°C			LÂMPADA 50°C			SOL			
	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24
	ASPECTO	0				0				0				0		
COR	0				0				0				0			
PEREUNE	0				0			1	2							
SEPARAÇÃO	0				0				0							
% SODA LIVRE	0,52				0,53				0,46				0,53			
% CLORO LIVRE	3,66				3,29				2,59				4,63			

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)		
	0 semanas	12 semanas	24 semanas
0-sem alteração			
1-ligeira alteração			
2-limite alteração aceit.			
3-alterado			

21/3/10: A % Soda Livre dos produtos manteve-se dentro dos limites de especificação, porém a % Cl₂ Active dispersantes a frig., amb. e 37°C está abaixo do limite inferior.

Anexos

✓ **CIF Líquido com Lixívia de Limão**

Objectivo: Substituição do Perfume

Observações na data de fabrico: pH = 13,0; Peso Específico = 1,02 g/cm³; Cl₂ Livre = 1,6 %

Nº DE AMOSTRAS	CONDICÕES DE TESTE																			
	OBSERVAÇÕES (Semanas)																			
	FRIG.			AMB.			37° C			LÂMPADA			SOL							
	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24
ASPECTO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
COR	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PERFUME	0	0	0	0	0	0	1	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
SGFABRICAÇÃO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
pH	13,32	13,26			13,05	13,04	12,89	12,88	13,06	13,04										
% CLORO LIVRE	1,51	1,16			1,51	1,30	0,91	0,90	1,10	1,05										

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)		
	4 semanas	8 semanas	12 semanas
0 - sem alteração			
1 - ligeira alteração			
2 - limite alteração aceit.			
3 - alterado			

Observação na 4ª semana, dia 13 Setembro.
 O pH aumentou nas condições FRIG, Amb e Lâmpada, tendo diminuído na condição sol-artificial.
 As condições a ambiente e frigiditas mantêm-se dentro do limite de esp. (12-18) no entanto na estufa a 37° C diminuiu a acidez a 0,90%.

Observação na 8ª semana, dia 8 de Outubro.
 O pH manteve-se constante.
 A % Cl₂ Livre encontra-se dentro do limite de esp. (12-18) apenas pela a condição Ambiente.

Anexos

✓ Domestos Lixívia Espessa

Objectivo: Estudar a viscosidade do espessante menos concentrado.

Observações na data de fabrico: Viscosidade (Espessante+H₂O) = 0 mPa.s, Viscosidade (Espessante+CTAC) = 4000 mPa.s

pH (Espessante+H₂O) = 12,78; pH (Espessante+CTAC) = 12,63.

Nº DE AMOSTRAS	ESPSSANTE		ESPSSANTE		37°C		50°C		SOL			
	H ₂ O		CTAC		4	0	12	24	4	0	12	24
	3	6	7	11	3	6	7	11	4	0	12	24
CONDICÕES DE TESTE												
OBSERVAÇÕES (DIAS)												
Viscosidade (M.V.II, 20,88 s ⁻¹ , 25°C) mPa.s	0	0	0	0	3300	4250	4600	4760				
PH	12,53	12,22	11,92	10,84	12,54	11,90	11,17	10,70				
Viscosidade (M.V.II, 20,88 s ⁻¹ , 25°C) mPa.s	13	17			13	17						
PH	0	0			5200	4950						
	10,77	10,68			10,74	10,64						

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)	
	0 - sem alteração 1 - ligeira alteração 2 - limite alteração aceit. 3 - alterado	3 Dias (13/09/10) A viscosidade do espessante com CTAC, diminuiu, tal como o pH. 6 Dias (16/09/10) A viscosidade do espessante com CTAC, aumentou e o pH diminuiu.

Anexos

✓ **CIF Active Gel Verde**

Objectivo: Testar o comportamento da cor, semanalmente.

Nº DE AMOSTRAS	FRIG.												AMB.				LÂMPADA				SOL				SOL							
	CONDICÕES DE TESTE				OBSERVAÇÕES (Semanas)																											
	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	5	6	7	8
ASPECTO	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○				
COR	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○				
PERFUME	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○				
SEPARAÇÃO	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○				

ii. Folhas de Carga de Geles de banho

✓ Vasenol Aloe Fresh

Objectivo: Verificar propriedades; Frc Novo vs Frc Std (teste de 6 meses)

Nº DE AMOSTRAS	CONDICÕES DE TESTE															
	OBSERVAÇÕES (Semanas)															
	FRIG.			AMB.			37° C			LAMPADA						
	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24
Frc Standard:																
ASPECTO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
COR	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PERFUME	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
SEPARAÇÃO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PH	4,91	4,98	4,91		4,87	4,97	4,91		4,82	4,93	4,89		4,86	4,97	4,89	
VISCOSIDADE	10700	10500	11000		10350	10000	11250		10600	10000	11000		10700	10150	11200	
Frc Novo:																
ASPECTO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
COR	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PERFUME	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
SEPARAÇÃO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PH	4,89	4,93	4,90		4,84	4,95	4,90		4,85	4,93	4,88		4,86	4,87	4,89	
VISCOSIDADE	12600	10850	11550		12850	10300	11550		12350	10300	11250		12600	10500	11400	

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)		
	4 semanas	8 semanas	12 semanas
0-sem alteração			
1-ligeira alteração			
2-limite alteração aceit.			
3-alterado			
	<p>Testes foram realizados no dia 14 Junho 2010. Nota-se uma ligeira alteração do cheiro do produto perfumado em relação ao material de embalagem.</p>	<p>Testes realizados: 20/07/10. Nota-se uma ligeira alteração do cheiro do produto perfumado em relação ao material de embalagem.</p>	<p>Testes realizados a 15/08/10. Ligeira alteração do cheiro do produto novo exposto na estufa a 37°C.</p>

Anexos

✓ Vasenol Aloe Fresh

Objectivo: Verificar propriedades; Frc Novo vs Frc Std (teste rápido)

Nº DE AMOSIRAS	CONDICÕES DE TESTE																			
	OBSERVAÇÕES (Semanas)																			
	FRIG.				AMB.				45°C				37°C				SOL			
	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24
Frc Std.	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ASPECTO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
COR	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PERFUME	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
SEPARAÇÃO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PH	4,94	4,88	4,95	4,84	4,88	4,83	4,95	4,89	4,74	4,83	4,93	4,84	4,83	4,83	4,95	4,87	4,88	4,86	4,94	4,85
VISCOSIDADE	11700	11600	11600	11600	11300	11500	11400	11400	11650	11450	10800	10800	11250	11450	11300	11300	11400	11700	11300	11300
Frc Novo.	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ASPECTO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
COR	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PERFUME	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
SEPARAÇÃO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PH	4,91	4,87	4,94	4,89	4,88	4,85	4,96	4,89	4,73	4,84	4,93	4,85	4,83	4,85	4,94	4,88	4,89	4,85	4,96	4,87
VISCOSIDADE	12950	13600	11600	11600	13000	13200	11200	11200	11200	11600	8000	8000	13250	11700	11600	11600	13150	11700	11700	11600

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)			
	4 semanas	8 semanas	12 semanas	24 semanas
0-sem alteração	Os testes foram realizados na semana 22.			
1-ligeira alteração	Os testes foram realizados na semana 29, dia 19/07/10. Nota-se uma ligeira alteração de perfume do produto colado sob luz solar.			
2-limite alteração aceit.	Os testes foram realizados na semana 24, no dia 15 Junho de 2010.			
3-alterado	Os testes foram realizados na semana 32, dia 13/08/10. Os produtos expostos na estufa perderam ligeiramente, o intenso cheiro que possuíam.			

✓ Vasenol Nutri-Regeneração

Objectivo: Verificar os parâmetros do produto de viscosidade baixa.

4 2º mês / 3 - mês / 6 - mês

Nº DE AMOSTRAS	CONDICÕES DE TESTE															
	FRIG.				AMB.				37° C				45° C			
	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
ASPECTO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
COR	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PERFUME	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
SEPARAÇÃO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PH	4,90	4,85	4,98	4,93	4,92	4,88	4,93	4,86	4,91	4,84	4,90	4,81	4,91	4,79	4,89	4,78
VISCOSIDADE	6500	5700	6100	5850	6500	5600	6100	5800	6400	5600	5950	5800	6350	5300	6000	5750
ASPECTO	8	12	24		8	12	24		8	12	24		8	12	24	
COR	0	0	0		0	0	0		0	0	0		0	0	0	
PERFUME	0	0	0		0	0	0		0	0	0		0	0	0	
SEPARAÇÃO	0	0	0		0	0	0		0	0	0		0	0	0	
PH	4,87	4,88			4,87	4,87			4,86	4,80			4,87	4,86		
VISCOSIDADE	6500	6300			6400	6400			6300	6200			6300	6200		

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	
0 - sem alteração	14 - semanas
1 - ligeira alteração	21/07/10 - A cor do produto ao sol está bastante mais escura. Existe descaid dos valores de PH e viscosidade.
2 - limite alteração aceit.	
3 - alterado	

OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)	
1 - 2 semanas Verificação feita no dia 8 Julho 2010. Ligeira alteração na cor e perfume da amostra ao Sol. Lig. alteração no perfume a 45°C.	3 - 3 semanas Verificação feita a 15/07/10. Detectada ligeira aumento da viscosidade e do PH.

Anexos

✓ Vasenol Nutri-Regeneração

Objectivo: Verificação do parâmetro da viscosidade, após a resolução do problema industrial.

Observações iniciais: pH = 5,02; Viscosidade = 9800 mPa.s.

Nº DE AMOSTRAS	CONDIÇÕES DE TESTE																			
	FRIG.			AMB.			37°C			50°C			50L							
OBSERVAÇÕES (Semanas)	1	8	12	24	1	8	12	24	1	8	12	24	1	8	12	24	1	8	12	24
ASPECTO	0																			
COR	0																			
PERFUME	0																			
SEPARAÇÃO	0																			
pH	5,10				5,05								5,04							
VISCOSIDADE DE (mPa.s)	9800				9800								9900							

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)		
	1 semanas	8 semanas	12 semanas
0-sem alteração			
1-ligeira alteração			
2-limite alteração aceit.			
3-alterado			

4/10/19 : Estabilidade dos parâmetros viscosidade e pH.

iii. Folhas de Carga de Champôs

✓ Organics Brilho e Movimento

Objectivo: Verificar estabilidade do produto. Utilização de outro silicone.

Observações iniciais: pH = 6,61; Viscosidade = 4200 mPa.s.

Nº DE AMOSTRAS CONDIÇÕES DE TESTE OBSERVAÇÕES (Semanas)	FRIG.				AMB.				37°C				45°C				-50L			
	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
	ASPECTO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
COR	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
PERFUME	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
SEPARAÇÃO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
pH	6,67	6,70	6,72	6,69	6,61	6,71	6,72	6,71	6,68	6,68	6,71	6,68	6,64	6,68	6,68	6,69				
VISCOSIDADE	3750	4700	3450	4650	4100	4700	4800	4050	3300	3700	3500	3750	3000	2850	3400	2850				
CONTINUAÇÃO	8	12	24		8	12	24		8	12	24		8	12	24					
ASPECTO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				
COR	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				
PERFUME	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				
SEPARAÇÃO	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0				
pH	6,41				6,51				6,35				6,34							
VISCOSIDADE	2800				3400				2900				2400							

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)			
	1 semanas	2 semanas	3 semanas	4 semanas
0-sem alteração	Testes realizados no dia 15 Julho 2010.	31/07/10: Ao verter o produto de frigorífico para o copo, notou-se uma ligeira dificuldade de escoamento pelo conteúdo, produtos expostos na estufa a 37°C e 45°C apresentaram uma facilidade de escoamento.	27/07/10: Os produtos em teste apresentam uma ligeira subida do valor de pH. Quanto às suas características organolépticas, não existem alterações a apontar.	02/08/10: Não existem alterações a apontar.
1-ligeira alteração				
2-limite alteração aceit.				
3-alterado				

Anexos

✓ Organics Brilho e Movimento

Objectivo: Verificar estabilidade do produto. Utilização de outro silicone.

Observações iniciais: pH = 6,34; Viscosidade = 4600 mPa.s.

Nº DE AMOSTRAS	CONDIÇÕES DE TESTE															
	OBSERVAÇÕES (Semanas)															
	Frigorífico			AMB.			45°C			50°C			SOL			
	4	0	12	24	4	0	12	24	4	0	12	24	4	0	12	24
ASPECTO	0	0			0	0			0	0			0	0		
Cor	0	0			0	0			0	1			0	1		
PERFUME	0	0			0	0			0	1			0	1		
SEPARAÇÃO	0	0			0	0			0	0			0	0		
pH	6,38	6,26			6,33	6,18			6,36	6,14						
VISCOSIDADE	4000	3200			4550	3800			4000	3000						

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)		
	4 semanas	0 semanas	12 semanas
0-sem alteração			
1-ligeira alteração			
2-limite alteração aceit.			
3-alterado			

17/08/10 : O valor de pH tende a manter-se, mas o valor de viscosidade tende a diminuir.

Anexos

✓ Organics Brilho e Movimento

Objectivo: Verificar estabilidade do produto. Utilização de outro silicone.

Observações iniciais: pH = 6,30; Viscosidade = 4200 mPa.s.

Nº DE AMOSTRAS	CONDIÇÕES DE TESTE																			
	OBSERVAÇÕES (Semanas)																			
	FRIG.				AMB.				45°C				50°C				SOL			
	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24	4	8	12	24
ASPECTO	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
COR	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
REFLETO	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
SEPARAÇÃO	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○
pH	6,25	6,14			6,26	6,13			6,11	6,12										
VISCOSIDADE	4600	3400			4100	3300			4750	3400										

CÓDIGO DE AVALIAÇÃO	OBSERVAÇÕES (Descrição sumária)			
	4 semanas	8 semanas	12 semanas	24 semanas
0-sem alteração 1-ligeira alteração 2-limite alteração aceit. 3-alterado	17/08/10 : O valor de pH tende a diminuir, mas o valor de viscosidade tende a aumentar, excepto na condição ambiente.			