

Mônica de Cássia Rodrigues

Aplicação de Cartas de Controle nas Análises de Rotina do Laboratório de
Qualidade do Leite da Embrapa Gado de Leite

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação Mestrado Profissional em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados, área de concentração: Qualidade do Leite e Derivados, da Universidade Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre.

Orientadora: Dra. Nívea Maria Vicentini

Juiz de Fora - MG
2015

Ficha catalográfica elaborada através do programa de geração automática da Biblioteca Universitária da UFJF, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Rodrigues, Mônica de Cássia.

Aplicação de Cartas de Controle nas Análises de Rotina do Laboratório de Qualidade do Leite da Embrapa Gado de Leite / Mônica de Cássia Rodrigues. -- 2015.
104 f. : il.

Orientadora: Nívea Maria Vicentini

Dissertação (mestrado profissional) - Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Farmácia e Bioquímica. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados, 2015.

1. Controle estatístico do processo. 2. Gráficos de controle. 3. Gestão da qualidade. I. Vicentini, Nívea Maria, orient. II. Título.

Aplicação de Cartas de Controle nas Análises de Rotina do Laboratório de Qualidade do Leite da Embrapa Gado de Leite

Mônica de Cássia Rodrigues

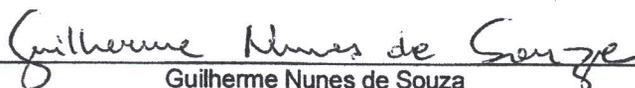
ORIENTADOR (A): Nívea Maria Vicentini

Dissertação de Mestrado submetida ao Mestrado Profissional em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados, da Universidade Federal de Juiz de Fora - UFJF, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados.

Aprovada em 25/05/2015



Juliana Alves Dias
Embrapa Rondônia



Guilherme Nunes de Souza
Embrapa Gado de Leite



Márcio Roberto Silva
Embrapa Gado de Leite



Nívea Maria Vicentini
Embrapa Gado de Leite

Aos meus pais, Helio e Sirlene, por tudo que sou, pelo incentivo ilimitado à minha formação moral e cultural. Sem vocês, eu não seria nada. A minha vitória somente foi possível, pois meu maior exemplo de vida são vocês.

Dedico

AGRADECIMENTOS

À Embrapa Gado de Leite – Laboratório de Qualidade do Leite, pela oportunidade de aprendizado, formação e realização profissional.

À Universidade Federal de Juiz de Fora – UFJF e ao Instituto de Laticínios Cândido Tostes pela oportunidade de realização deste curso.

À orientadora Nívea Maria Vicentini, pesquisadora da Embrapa Gado de Leite, que influenciou na escolha deste, grande incentivadora, com quem tive oportunidade de conviver e aprender.

Ao Cristiano Gomes de Faria, analista da Embrapa Gado de Leite, pela paciência, confiança e orientação, grande incentivador e responsável direto pela minha formação profissional.

Aos técnicos da Embrapa Gado de Leite, Luiz Ricardo da Costa e Luciano Castro Dutra de Moraes, pela amizade e incentivo.

Aos pesquisadores da Embrapa Gado de Leite Cláudio Nápolis Costa e Guilherme Nunes de Souza, pelo incentivo.

Aos professores do programa de pós-graduação pela construção do conhecimento.

Ao Responsável Técnico do Laboratório de Qualidade do Leite Marcelo Bonnet Alvarenga e toda equipe do LQL.

Aos colegas de mestrado, pela agradável convivência, estímulo e apoio, fruto da diversidade profissional da turma.

Aos componentes da banca examinadora, por se dedicarem em contribuir intelectualmente para o aprimoramento deste trabalho.

Enfim, às pessoas que aqui não foram citadas, mas que, de alguma forma, contribuíram para realização deste trabalho.

Muito obrigada.

“Uma boa cabeça e um bom coração são sempre uma ambição formidável. Ao adicionar a isso uma língua alfabetizada ou uma caneta, então você tem algo realmente especial.”

(Nelson Mandela)

RESUMO

A carta de controle é uma ferramenta gráfica do Controle Estatístico do Processo – CEP. Neste gráfico há uma faixa de tolerância estabelecendo os limites superior de controle (LSC) e inferior de controle (LIC) e uma linha média do processo, determinados estatisticamente. Além de determinar a estabilidade de um processo, é uma ferramenta eficiente para separar causas comuns de causas especiais. O presente estudo objetivou a implementação da carta de controle no Laboratório de Qualidade do Leite (LQL) da Embrapa Gado de Leite para avaliação dos resultados advindos de amostras de referência interna (amostras piloto), provenientes de leite cru bovino preparadas no próprio laboratório e utilizadas na rotina analítica para verificação da repetibilidade dos equipamentos automatizados. Para tanto foram coletados em torno de 10 litros de leite cru que foram agitados durante todo o processo de amostragem e posteriormente fracionados em frascos de polipropileno com capacidade de 40 mL, contendo conservantes específicos para as análises de contagem de células somáticas (CCS) e componentes e para análise de contagem total de bactérias (CTB). Posteriormente foram selecionadas aleatoriamente 20 amostras piloto, que foram analisadas em equipamentos automatizados. Com os resultados obtidos calculou-se a média, LSC e LIC. As amostras piloto foram utilizadas na rotina de análise onde a cada 60 amostras externas foi inserida uma amostra piloto. Os resultados provenientes das amostras piloto foram lançados nas cartas de controle desenvolvidas no LQL no software “Excel”, e comparados com as cartas de controle geradas pelo software Minitab que utilizou os limites de 3 sigmas em torno da média. Os resultados para a carta de controle para o componente gordura demonstraram estabilidade utilizando os limites de controle de 10%, já para os limites de 3 sigmas o processo se mostrou mais rigoroso possibilitando incorrer em erros. Na carta de controle para proteína destacou-se a necessidade de avaliar as amostras de perfil anômalo, os *outlier*. Na carta de controle para lactose foi verificada a necessidade de um conhecimento profundo do processo, evitando assim interrupções no processo de análise devido ao comportamento do gráfico. A carta de controle para a característica da qualidade sólidos totais demonstrou a robustez da ferramenta quando comparada a ferramentas já validadas no mercado. A carta de controle para CCS manteve regularidade ao longo do tempo em ambas as ferramentas utilizadas. Nesta foi possível salientar a importância do analista que visualmente verifica alterações ou tendências na carta de controle e assim pode acionar uma ação corretiva. A carta de controle para CTB reafirmou a necessidade de se verificar amostras de perfil anômalo, esta pode ter sido impactada por uma amostra analisada anterior. Por meio das cartas de controle, foi possível verificar o comportamento das amostras de referência interna (amostras piloto) no decorrer do processo analítico, possibilitando detectar desvios e auxiliando na tomada de decisão. Considerando que a carta de controle foi desenvolvida em planilhas eletrônicas com software “Excel”, ferramenta de fácil acesso e de baixo custo, a mesma se mostrou bastante robusta e viável.

Palavras-chave: Controle Estatístico do Processo; Gráficos de Controle; Gestão da qualidade

ABSTRACT

The control chart is a graphic tool used by "Statistical Process Control" (SPC). This graphic displays the tolerance range which establishes upper (UCL) and lower (LCL) control limits in addition to a center line statistically established for the process. This tool, besides determining the stability of the process, is useful to distinguish between common and special causes. This study aimed implement control charts in the Milk Quality Laboratory (LQL) at Dairy Cattle Research Center (Embrapa). The control charts of check-samples results are used to monitoring the automated equipment repeatability. These check-samples, applied in routine analysis, are those prepared in the laboratory using raw cow milk. For this purpose it has been collected 10 L of raw milk constantly stirred in the sampling process. This volume was subsequently fractionated in 40 ml polypropylene flasks, containing specific preservatives used for somatic cells (SCC) and total bacterial (TBC) count analysis. One set (20 samples), randomly selected, of this check-samples were subsequently analyzed in the automated equipment. The results obtained have then been used to get the mean, UCL and the LCL. The check-samples used in the routine analysis have been inserted one of them at every each 60 customer samples analyzed and generate control charts with the results. The control charts was developed by LQL, using the software "Excel", and compared with the control charts generated by the software "Minitab", using 3 sigmas around the mean. The control chart for component fat is stable when is used 10 % control limits. The process became more strict when is used the 3 sigmas limits and enable mistakes risks. The protein control chart was highlighted the need to outliers evaluation. The lactose control chart has been the need an in-depth knowledge of the process, thus avoiding breaks in the routine analysis based on graphical display behavior. The total solids control chart shown the robustness of the tool when compared with others already validate in the market. The both tools used for the SCC control chart retained the regularity over time. In this specific control chart it was possible to stress the importance of the analyst visually checking to trigger corrective action when notice changes and trends in the chart. The carryover effect in the routine analysis impact the CTB Control Charts and has shown the necessity to check outliers samples occurrences. Using control charts it was possible verify the behavior displayed by the check samples in the analytic process run, which allows spot deviations, and assisting in decision making. Whereas the control charts was developed using the software "Excel", an easy-to-use and low-cost tool, it is very robust and viable.

Keywords: *Statistical process control; Control charts; Quality management.*

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 1: Carta de controle típica (Fonte: adaptado de Vieira, 2012)..... | 33 |
| Figura 2: Gráfico da distribuição normal (Fonte: Vieira, 2012). | 34 |
| Figura 3: Gráfico de um histograma (Fonte: adaptado de Vieira, 2012)..... | 36 |
| Figura 4: Gráficos de análise do histograma(Fonte: adaptado de Vieira, 2012)..... | 37 |
| Figura 5: Gráficos de limite inferior e superior de especificação (Fonte: adaptado de Vieira, 2011). | 38 |
| Figura 6: Gráfico de uma distribuição normal (Fonte: adaptado de Stevenson, 2001). | 38 |
| Figura 7: Gráfico de intervalo de desvio padrão (Fonte: adaptado de Stevenson, 2001). | 39 |
| Figura 8: Gráfico de um processo previsível (Fonte: Portal Action, 2015c)..... | 40 |
| Figura 9: Gráfico de um processo não previsível (Fonte: Portal Action, 2015c)..... | 40 |
| Figura 10: Gráfico de limites de controle (Fonte: adaptado de Stevenson, 2001)..... | 41 |
| Figura 11: Gráfico de causas da variabilidade do processo (Fonte: adaptado de Stevenson, 2001). | 42 |
| Figura 12: Gráfico de causas comuns e especiais do processo (Fonte: adaptado de Slack, 2009). | 43 |
| Figura 13: Gráfico de precisão (Fonte: Werkema, 2011)..... | 44 |
| Figura 14: Gráfico de precisão e exatidão (Fonte: SESA, 2014)..... | 44 |
| Figura 15: Gráfico de avaliação de repetibilidade inadequada e adequada (Fonte: adaptado de Werkema, 2011). | 45 |
| Figura 16: Gráfico de avaliação de reprodutibilidade inadequada e adequada (Fonte: adaptado de Werkema, 2011). | 46 |
| Figura 17: Gráfico de limites de controle (Fonte: adaptado de Vieira, 2012)..... | 47 |
| Figura 18: Gráfico de limites de alerta (Fonte: adaptado de Vieira, 2012). | 48 |
| Figura 19: Carta de controle (Fonte: adaptado de Stevenson, 2001 e Vieira, 2012). | 49 |
| Figura 20: Características das cartas de controle para atributos. | 50 |
| Figura 21: Características das cartas de controle para variáveis. | 51 |
| Figura 22: Exemplos de limites de controle (a) Processo sob controle, (b) Processo fora do controle, (c) Processo com periodicidade, (d) Processo com estratificação, (e) Processo com tendência decrescente, (f) Processo com tendência crescente. (Fonte: adaptado de Vieira, 2012)..... | 57 |

| | |
|---|----|
| Figura 23: Exemplo de outlier (Fonte: adaptado de Vieira, 2012). | 58 |
| Figura 24: Processo de agitação do leite. | 61 |
| Figura 25: Agitação do leite no barrilete durante o processo de amostragem. | 61 |
| Figura 26: Fracos contendo conservantes utilizados para amostra piloto. | 62 |
| Figura 27: Amostras piloto para análise de CCS e composição e CTB acondicionadas em racks. | 62 |
| Figura 28: Posição da amostra piloto durante a execução das análises. | 64 |
| Figura 29: Registros exigidos (campos destacados em amarelo). | 65 |
| Figura 30: Formulário destacando a opção de apagar registros anteriores. | 66 |
| Figura 31: Modelo de carta de controle utilizada pelo LQL. | 66 |
| Figura 32: Válvulas de injeção de alíquotas de leite e reagentes de análise. | 68 |
| Figura 33: Citometro de fluxo (Fonte: adaptado de Bentley Instruments, 2015). | 68 |
| Figura 34: Equipamento marca Bentley Instruments NexGen modelo Somacount FCM Bentley FTS (Nexgen) (Fonte: Bentley Instruments, 2015a). | 70 |
| Figura 35: Equipamento marca Bentley Instruments modelo Bactcount IBC. (Fonte: Bentley Instruments, 2015b). | 70 |
| Figura 36: Carta de controle para a característica da qualidade gordura. | 73 |
| Figura 37: Carta de controle para medidas individuais para a característica da qualidade gordura. | 74 |
| Figura 38: Carta de controle para a característica da qualidade proteína. | 75 |
| Figura 39: Carta de controle para medidas individuais para a característica da qualidade proteína. | 76 |
| Figura 40: Carta de controle para a característica da qualidade lactose. | 77 |
| Figura 41: Carta de controle para medidas individuais para a característica da qualidade lactose. | 78 |
| Figura 42: Carta de controle para a característica da qualidade sólidos totais. | 79 |
| Figura 43: Carta de controle para medidas individuais para a característica da qualidade sólidos totais. | 79 |
| Figura 44: Carta de controle para a característica da qualidade CCS. | 80 |
| Figura 45: Carta de controle para medidas individuais para a característica da qualidade CCS. | 81 |
| Figura 46: Carta de controle para a característica da qualidade CTB. | 82 |
| Figura 47: Carta de controle para medidas individuais para a característica da qualidade CTB. | 83 |

LISTA DE QUADROS

| | |
|---|----|
| Quadro 1. Organização dos dados..... | 51 |
| Quadro 2. Parâmetros adotados para as linhas guias dos gráficos. | 67 |
| Quadro 3. Interpretação das zonas de controle. | 67 |
| Quadro 4. Nomenclatura utilizada no LQL. | 71 |
| Quadro 5. Nomenclatura utilizada pelo software Minitab. | 72 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

- ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas
- CBQL - Conselho Brasileiro da Qualidade do Leite
- CCS - Contagem de Células Somáticas
- CNA - Confederação da Agricultura e Pecuária do Brasil
- CTB - Contagem Total de Bactérias
- EMBRAPA - Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
- FAO - Organização das Nações Unidas para a Alimentação e a Agricultura
- FINEP - Financiadora de Estudos e Projetos
- IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
- IEC – *International Electrotechnical Commission* (Comissão Internacional de Eletrotécnica)
- INMETRO - Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
- ISO – *International Organization for Standardization* (Organização Internacional de Normalização)
- LQL - Laboratório de Qualidade do Leite
- MAPA - Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento
- MERCOSUL - Mercado Comum do Sul
- NBR - Norma Brasileira
- PNQL - Plano Nacional de Melhoria da Qualidade do Leite
- RBQL - Rede Brasileira de Laboratórios de Controle de Qualidade do Leite
- RBS - Detergente utilizado na limpeza das linhas de análise
- UFC - Unidades Formadoras de Colônias
- UFMG - Universidade Federal de Minas Gerais
- USDA - United States Department of Agriculture

LISTA DE ANEXOS

| | |
|--|-----|
| ANEXO A: Modelo de planilha para o cálculo da média das amostras piloto de CCS e composição | 93 |
| ANEXO B: Modelo de planilha para o cálculo da média das amostras piloto de CTB | 94 |
| ANEXO C: Modelo do formulário adotado pelo LQL para carta controle análises de CCS e composição..... | 95 |
| ANEXO D: Modelo do formulário adotado pelo LQL para carta controle análises de CTB | 96 |
| ANEXO E: Modelo de registros iniciais específico para análises de CCS e composição | 97 |
| ANEXO F: Modelo de registros iniciais específico para análises de CTB | 98 |
| ANEXO G: Dados para o cálculo da média das amostras piloto de CCS e composição | 99 |
| ANEXO H: Dados para o cálculo da média das amostras piloto de CTB..... | 100 |
| ANEXO I: Dados para carta controle - Análises CCS e composição | 101 |
| ANEXO J: Dados para carta controle - Análises de CTB | 103 |
| ANEXO K: Tabela de fatores para a construção de um gráfico de controle para variáveis | 104 |

SUMÁRIO

| | |
|--|----|
| 1 INTRODUÇÃO | 15 |
| 2 REFERENCIAL TEÓRICO | 17 |
| 2.1 Cenário do leite | 17 |
| 2.2 Histórico do LQL | 22 |
| 2.3 Sistemas de Gestão da Qualidade em Laboratórios..... | 24 |
| 2.3.1 Desenvolvimento Histórico da Qualidade: a Evolução da Qualidade | 24 |
| 2.3.2 Garantia da Qualidade | 26 |
| 2.3.3 Qualidade Total- TQC | 26 |
| 2.3.4 Surgimento e Importância das Normas ISO..... | 29 |
| 2.3.5 Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 “Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração” | 29 |
| 2.4 Ferramentas da Qualidade | 31 |
| 2.4.1 Controle Estatístico do Processo – CEP | 32 |
| 2.4.2 Conceitos Necessários para a Construção da Carta de Controle | 33 |
| 2.4.3 Estrutura da Carta de Controle..... | 47 |
| 2.4.4 Escolha dos Tipos de Cartas de Controle | 50 |
| 2.4.5 Implementação da Carta de Controle..... | 56 |
| 2.4.6 Verificação dos Limites de Controle | 56 |
| 3 OBJETIVOS | 59 |
| 3.1 Objetivo Geral | 59 |
| 3.2 Objetivos Específicos..... | 59 |
| 4 MATERIAIS E MÉTODOS..... | 60 |
| 4.1 Amostras de Referência Interna (Amostras piloto) | 60 |
| 4.2 Cálculo da Média das Amostras de Referência Interna (Amostras piloto) | 62 |
| 4.3 Parâmetros das Cartas de Controle..... | 64 |

| | |
|---|----|
| 4.4 Desenvolvimento das Cartas de Controle..... | 65 |
| 4.5 Informações sobre as Amostras e os Gráficos | 68 |
| 4.6 Levantamento dos Dados para Elaboração das Cartas de Controle | 69 |
| 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO..... | 73 |
| 5.1 Gordura..... | 73 |
| 5.2 Proteína | 75 |
| 5.3 Lactose | 77 |
| 5.4 Sólidos Totais | 78 |
| 5.5 Contagem de Células Somáticas – CCS | 80 |
| 5.6 Contagem Total de Bactérias – CTB | 81 |
| 5.7 Considerações Finais e Sugestões para Trabalhos Futuros | 83 |
| 6 CONCLUSÃO..... | 86 |
| REFERÊNCIAS | 87 |
| ANEXOS | 93 |

1 INTRODUÇÃO

A implementação da gestão da qualidade em uma organização exige grandes esforços e envolvimento de toda a equipe. Deste modo o lado humano da gestão da qualidade se direciona para o conhecimento das expectativas dos clientes juntamente com o esforço diário da adesão dos colaboradores da empresa aos princípios, métodos e procedimentos adotados. Deste modo é necessário traduzir as expectativas dos clientes em especificações técnicas a fim de controlar a execução do processo. Este controle do processo deve ser executado na rotina diária da empresa com base em dados numéricos que devem ser continuamente analisados através da ferramenta estatística Controle Estatístico do Processo - CEP.

Em 15 de julho de 2011 foi publicada pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) a Instrução Normativa Nº 34, que estabelece a obrigatoriedade de acreditação, junto ao INMETRO, na Norma ABNT NBR ISO/IEC 17.025 - Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração, para os ensaios realizados pelos laboratórios pertencentes à Rede Brasileira de Laboratórios de Controle da Qualidade do Leite (RBQL) já credenciados no MAPA.

Na implantação de um Sistema da Qualidade, baseado nas premissas estabelecidas na norma ABNT NBR ISO/IEC 17.025, todos os esforços convergem no sentido de produzir resultados confiáveis e rastreáveis que permitam uma aplicação/interpretação consistente isenta de ambiguidades. Procurando atender de maneira plena um dos requisitos técnicos exigidos na norma supracitada, foi inserido no Laboratório de Qualidade do Leite (LQL) da Embrapa Gado de Leite ações que buscassem promover e garantir a confiabilidade dos resultados gerados, estabelecendo procedimentos e critérios de aceitação e legitimação desses resultados.

Nos Laboratório de Qualidade do Leite o processo de análise é um dos pontos críticos, pois nesta etapa verifica-se o comportamento das amostras no decorrer da análise. Esta verificação das análises é de fundamental importância, pois irá conferir a repetibilidade dos resultados fornecidos pelos equipamentos automatizados utilizados na rotina de análise.

Objetivando reduzir as variabilidades ao longo do processo de análise, foi escolhido pelo Laboratório de Qualidade do Leite da Embrapa Gado de Leite a ferramenta estatística carta de controle visando controlar e monitorar os resultados emitidos na rotina analítica. Para a aplicação desta, foram escolhidas as amostras de referência interna, denominadas pelo LQL como “amostras piloto”, que tratam de amostras de leite preparadas no próprio laboratório utilizadas na rotina analítica para verificar a repetibilidade dos equipamentos automatizados utilizados na rotina de análise.

A análise estatística do comportamento dessas amostras de referência interna ao longo do processo analítico irá permitir detectar anomalias no comportamento dos dados exibidos nas cartas de controle que irão nortear ações que podem levar, em última instância, à interrupção temporária da rotina analítica até que os problemas que geraram instabilidade na repetibilidade das medidas sejam solucionados e tratados em conformidade com o sistema de gestão da qualidade. As cartas de controle serão um dos mecanismos utilizados para a validação dos resultados reportados em relatórios ou laudos de análise emitidos pelo laboratório e atender uma das premissas estabelecidas na norma ISO 17025.

Deste modo, o foco deste trabalho foi apresentar a ferramenta Carta de Controle como uma ferramenta benéfica para garantir a qualidade do serviço prestado pelo Laboratório de Qualidade do Leite da Embrapa Gado de Leite.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Cenário do leite

O leite é considerado um dos alimentos com maior teor de vitaminas e minerais, como o cálcio, para a dieta humana. O governo brasileiro vem ressaltando esta importância do leite tanto para saúde humana quanto para o avanço do agronegócio do leite proporcionando mudanças na cadeia e progredindo na regulamentação do padrão de qualidade do leite cru destinado a indústria de lácteos.

De acordo com Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) a pecuária bovina é um dos setores mais importantes do agronegócio brasileiro e consequentemente da economia nacional (BRASIL, 2014). O Brasil tem o maior rebanho comercial do mundo, sendo o maior exportador de carne bovina, segundo maior produtor de carne e sexto maior produtor de leite segundo o *United States Department of Agriculture* (USDA, 2014).

A maior parte da produção leiteira é oriunda do Sudeste do país com 40,1%, seguido proximamente pelo Sul, com participação de 37,2%. As Regiões Norte e Nordeste participam com percentuais iguais de 5,0% cada uma delas (IBGE, 2014). Assim a importância socioeconômica da cadeia produtiva do leite para o país é incontestável gerando emprego e renda.

A demanda por mudanças na qualidade do leite no Brasil deu-se no início dos anos 90. O Brasil passou por diversas transformações políticas e econômicas, dentre elas podemos citar: abertura do mercado, ajuste macroeconômico, fluxo de investimentos estrangeiros, estabelecimento de empresas multinacionais e a consolidação do Mercado Comum do Sul (MERCOSUL). Para o setor leiteiro a iniciativa de maior impacto foi a desregulamentação do setor lácteo que significou o fim do tabelamento do preço do leite, que possibilitou mais investimentos e modernização para o setor (FARINA et al., 2005; MARGARIDO, BUENO & MARTINS, 2004).

Em 1997 inicia-se a discussão para uma proposta efetiva da qualidade do leite no Brasil tendo como proposta inicial o “Plano Nacional de Melhoria da Qualidade do

Leite” (PNQL). Esta proposta foi elaborada por representantes do MAPA, Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (Embrapa Gado de Leite) e Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG) onde delineou-se os padrões mínimos de qualidade do leite cru da fazenda à indústria. Os parâmetros definidos foram: produção e transporte do leite da fazenda à indústria; boas práticas de fabricação; análise de perigos e pontos críticos de controle; funcionamento dos estabelecimentos industriais; sistema de processamento e de controle da qualidade do leite; critérios de inspeção do leite e produtos lácteos; critérios de higiene das dependências, dos equipamentos, do pessoal e do transporte da matéria-prima/produto; normas técnicas e higiênic-sanitárias para a produção de leite tipo “A”; tipo “B”; tipo “C”; sugestão de normas para resfriamento e coleta de leite a granel (DURR, 2004).

Em 1998 foi criado o “Conselho Brasileiro da Qualidade do Leite” (CBQL) com o intuito de promover a pesquisa e a educação com foco na qualidade do leite e seus derivados, disponibilizando informações para a cadeia produtiva do leite, visando a prevenção e o controle da mastite nos rebanhos, a produção de alimentos seguros e de boa qualidade para a população e o respeito ao meio ambiente (DURR, 2004).

Em 1999 a iniciativa privada, representada pela Confederação da Agricultura e Pecuária do Brasil (CNA), Indústrias de Laticínios, Leite Brasil e outras entidades, apresentou sua contraproposta para o PNQL. Então o MAPA efetivou o PNQL pela Portaria N.º 56, de 7 de dezembro de 1999 e colocou em discussão um regulamento técnico de identidade e qualidade de leite. Nesta ocasião foram reunidos diversos representantes da cadeia produtiva do leite para o estabelecimento de um diagnóstico mais preciso do setor leiteiro nacional, de modo que esta análise englobasse desde o setor primário até a disposição dos produtos aos consumidores. A proposta do PNQL representou um avanço para o setor lácteo, pois visou à padronização da qualidade da matéria-prima (leite cru) impondo uma pressão contra o mercado informal (BRASIL, 1999a).

Dando prosseguimento aos avanços na cadeia leiteira o MAPA publicou em 1999 (BRASIL, 1999b), a Instrução Normativa N.º 42, de 20 de dezembro de 1999 “Plano Nacional de Controle de Resíduos em Produtos de Origem Animal – PNCR” que estabelece normas e regulamentos para a coleta, metodologia de análise,

monitoramento e ações preventivas ligadas ao controle de resíduos em produtos de origem animal.

Em 2002 foi criada a Rede Brasileira de Laboratórios de Controle da Qualidade do Leite (RBQL) pela Instrução Normativa N.º 37, de 18 de abril de 2002, com a finalidade de dar suporte ao MAPA, tendo como principais atribuições: montar uma estrutura laboratorial ágil e integrada; definir os protocolos operacionais para harmonização dos procedimentos laboratoriais de análises, de organização das informações e de controle de qualidade, e sua integração aos padrões internacionais; monitorar a qualidade do leite cru e estruturar um banco de dados sobre a evolução da qualidade do leite produzido no país (BRASIL, 2002a).

O ano de 2002 foi de grande avanço para o setor leiteiro nacional, pois instruções normativas que impulsionaram o setor foram sancionadas, tais como: a Instrução Normativa N.º 48, de 12 de agosto de 2002 que dispõe sobre o “Regulamento Técnico de Equipamentos de Ordenha - Dimensionamento e Funcionamento” (BRASIL, 2002b) e a Instrução Normativa N.º 53, de 16 de agosto de 2002, sobre o Regulamento Técnico para Fabricação, Funcionamento e Ensaio de Eficiência de Tanques Refrigeradores de Leite a Granel (BRASIL, 2002c).

E em setembro de 2002, após ampla discussão, foi concretizada a Instrução Normativa N.º 51, de 18 de setembro de 2002, que tem como objetivo principal impulsionar a melhoria da qualidade do leite, fixando requisitos mínimos para a produção, identidade e qualidade e regulamentar a coleta e o transporte do leite (BRASIL, 2002d).

Em 2011 a Instrução Normativa N.º 51/2002 passou por uma reformulação sendo atualizada pela Instrução Normativa N.º 62, de 29 de dezembro de 2011 (BRASIL, 2011b). Atualmente os parâmetros mínimos de qualidade exigidos são: 500.000 células/mL para CCS e 300.000 unidades formadoras de colônias (UFC)/mL para CTB nas regiões Sul, Sudeste e Centro-Oeste, vigente desde 01/07/2014. As regiões Norte e Nordeste deverão cumprir a mesma exigência a partir de julho de 2015, atualmente o que vigora são 600.000 células/mL e 600.000 UFC/MI, para CCS e CTB respectivamente.

Além disso, esta norma substitui os “Regulamentos Técnicos de Identidade e Qualidade” dos leites tipos B e C para o cru refrigerado. A referida Instrução Normativa também cria a obrigatoriedade da realização de análise para pesquisa de resíduos de inibidores e antibióticos no leite em uma unidade operacional da RBQL (BRASIL, 2011b).

Neste contexto algumas indústrias de lácteos assumem um papel fundamental incorporando em seu processo de captação do leite programas de pagamento baseado em indicadores de qualidade, incentivando assim os produtores a produzirem leite com melhores índices de qualidade. Tais parâmetros irão interferir diretamente no valor pago ao produtor pelo leite. Conseqüentemente o produtor tende a se profissionalizar para atender os parâmetros estabelecidos na legislação.

Os programas de pagamento por qualidade do leite cru das indústrias nacionais são baseados em indicadores de qualidade adotados por países com pecuária leiteira desenvolvida e em desenvolvimento, alterando apenas os critérios de gratificação e penalização (IDF, 2006). Com o intuito de promover os programas de pagamento por qualidade a Organização das Nações Unidas para a Alimentação e a Agricultura (FAO) procura orientar grupos de produtores de leite no estabelecimento de parâmetros para os programas de pagamento baseados em indicadores de qualidade do leite (DRAAIYER, 2009).

No Brasil, cooperativas e laticínios, de forma independente, já começam a pagar de modo diferenciado. Em algumas regiões, o leite ainda é pago por volume entregue devido à redução nos custos administrativos e de logística do comprador. Mas nas maiores bacias leiteiras, o pagamento por volume vem recebendo uma bonificação relativa à qualidade, considerando itens como teor de proteína, gordura e extrato seco total. Também há adicionais por valores baixos de CTB e CCS, que podem aumentar o valor recebido pelo produtor em mais de 20%. Contudo esta sistemática de pagamento ainda não é a regra em todo o país, mas é crescente o número de indústrias que a adotam (OKANO, 2014).

Neste contexto as indústrias são as maiores interessadas já que a qualidade do leite está ligada diretamente a qualidade de seus produtos, uma vez que a matéria-prima com alta carga microbiológica acarreta em aumento de custos e perdas no

processamento, diminuição da vida de prateleira dos produtos lácteos e em alguns casos afetando a exportação de produtos já que está associada diretamente à saúde pública.

Há uma grande diversidade de micro-organismos no leite, incluindo os psicrotróficos, que podem se multiplicar a 7° C ou menos, independentemente de sua temperatura ótima de crescimento; os termodúricos, que podem sobreviver ao tratamento térmico da pasteurização; os lácticos, que acidificam rapidamente o leite cru não-refrigerado; os coliformes e as bactérias patogênicas, principalmente as que causam mastite (HAYES et al., 2001). E as bactérias mesófilas que se multiplicam rapidamente quando o leite não é armazenado sob refrigeração. Nessas condições, bactérias dos grupos dos estreptococos, lactobacilos, lactococos e coliformes podem se multiplicar rapidamente no leite, principalmente nos meses mais quentes do ano. As mesmas fermentam a lactose produzindo ácido láctico e outros ácidos orgânicos, o que causa acidez do leite (BRITO et al., 2015b).

A ação dos micro-organismos ou de suas enzimas sobre os componentes lácteos causa várias alterações no leite e seus derivados. Alterações no leite podem ser notadas nos processos tecnológicos refletindo na redução do rendimento dos produtos. Nas indústrias essas alterações se refletem desde a diminuição do tempo de prateleira até o aroma indesejável dos subprodutos, especialmente nos queijos (HICKS et al., 1982; CHAMPAGNE et al., 1994).

O leite cru pode ser contaminado por micro-organismos presentes na pele, no esfíncter, no canal dos tetos, no úbere, em quartos infectados e pela água usada na limpeza dos equipamentos de ordenha na propriedade rural. As bactérias presentes na superfície de equipamentos de ordenha mal higienizados constituem outra fonte direta de contaminação (BRAMLEY, 1990).

Já o leite com alta carga de contagem de células somáticas (CCS), além de sinalizar à indústria com relação a problemas de mastite em nível considerável no rebanho, tem impacto direto na produção de seus derivados, pois causa mudanças na composição do leite tais como: diminuição da concentração de caseína como porcentagem de proteína total, aumento da concentração de ácidos graxos, alterações na concentração de minerais e aumento da atividade proteolítica e lipolítica. Desta

forma, estas mudanças apresentam grande impacto sobre a manufatura e qualidade de vários derivados lácteos, pois afeta diretamente a qualidade sensorial decorrente das ações enzimáticas sobre a caseína e a gordura do leite (KITCHEM, 1981; AULDIST & HUBBLE, 1998).

Para garantir a qualidade e a segurança do leite esforços têm sido sugeridos em prol da melhoria do processo. A implementação de programas tais como o de Boas Práticas Agropecuárias (BPA) e o APPCC (Análise de Perigos e Pontos Críticos de Controle) colaboram para melhorar o controle das técnicas utilizadas na produção primária e na indústria, e permitem identificar possíveis problemas, assim como a necessidade de treinamentos (BRITO et al., 2004).

Os laboratórios vinculados a RBQL dão suporte ao MAPA subsidiando-o com os resultados das análises do leite cru, estruturando assim um banco de dados sobre a evolução da qualidade do leite produzido no país. Atua neste contexto o Laboratório de Qualidade do Leite (LQL) vinculado a Embrapa Gado de Leite sob a gerência e coordenação do MAPA.

2.2 Histórico do LQL

O Laboratório de Qualidade do Leite (LQL) foi instalado na sede da Embrapa Gado de Leite em dezembro de 1997. Efetivamente, as atividades do LQL iniciaram-se em março de 1998 com a sua inauguração e instalação de equipamento para a determinação de teores de gordura, proteína, lactose, extrato seco desengordurado, extrato seco total e contagem de células somáticas em amostras de leite cru.

Com a concretização da Instrução Normativa N.º 51/2002 (BRASIL, 2002d), o LQL passou a prestar serviços de análise de amostras de leite a estabelecimentos monitorados pelo Serviço de Inspeção Federal (SIF) que tem por obrigatoriedade enviar amostras de seus fornecedores mensalmente. Da mesma forma, prestavam-se serviços atendendo aos projetos de pesquisa e desenvolvimento da própria Embrapa Gado de Leite, de instituições parceiras de ensino e pesquisa, associações de produtores de leite e outros produtores de leite.

Em 2003, o LQL passou a integrar oficialmente a Rede Brasileira de Laboratórios de Controle de Qualidade de Leite (RBQL), criada pelo MAPA. Neste contexto o LQL recebeu equipamento para a realização de contagem total de bactérias (CTB) em amostras de leite.

Em janeiro de 2007 o LQL integrou o projeto institucional intitulado “Projeto Rede ISO 17025/EMBRAPAISO – FINEP” com o objetivo de adequar os laboratórios da Embrapa na norma ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 “Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração” para fins de acreditação junto ao INMETRO.

Em março de 2007 o LQL passou por uma “Análise e Melhoria de Processo (AMP)” que visava a identificação de indicadores da qualidade, elaboração de um macrodiagrama, definição de subprocessos e elaboração de fluxogramas, identificação de causas e priorização de problemas, elaboração de um diagrama de Ishikawa e proposição de um Plano de Melhorias com as planilhas 5W2H. Tal análise ganhou um prêmio da Embrapa Sede devido ao excelente desempenho, o qual significou um grande avanço nos processos realizados no LQL (EMBRAPA, 2007).

O credenciamento junto ao MAPA deu-se pela Portaria nº 50, de 27 de fevereiro de 2009 por meio da Secretaria de Defesa Agropecuária, Coordenação Geral de Apoio Laboratorial e Serviço de Auditoria e Credenciamento (BRASIL, 2009).

O LQL expandiu sua capacidade analítica a partir de 2009 adquirindo, via Convênio MAPA–FINEP intitulado “Consolidação da Rede Brasileira de Laboratórios de Controle da Qualidade do Leite”, duas linhas para CTB, duas linhas para CCS e determinação de componentes e um sistema de purificação de água.

Atualmente o LQL possui três linhas de equipamentos para CTB e três linhas para CCS e determinação de componentes. As atividades são desempenhadas por uma equipe constituída por empregados da Embrapa e colaboradores conveniados com a Fundação de Desenvolvimento ao Ensino, Pesquisa e Extensão (FADEPE).

Em 2014 o LQL integrou o arranjo “ Rede de laboratórios da Embrapa credenciados pelo MAPA para acreditação de ensaios na norma “Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005 (ACREDITA17)” .O arranjo tem como objetivo principal promover ações

que auxiliemos laboratórios envolvidos na acreditação junto ao INMETRO, na norma supracitada.

O presente estudo está inserido neste contexto que dará suporte auxiliando no aprimoramento de ferramentas de Controle Estatístico de Processo (CEP).

2.3 Sistemas de Gestão da Qualidade em Laboratórios

Apresenta-se como tendência atual, seja em empresas privadas ou públicas, a busca pela implantação de Sistemas de Gestão da Qualidade com o objetivo comum de padronizar processos, serviços e produtos sempre almejando uma melhoria contínua.

No contexto de um mercado globalizado altamente exigente e competitivo, sistemas de gestão orientados em atender expectativas crescentes com relação à qualidade encontram-se cada vez mais prementes. Seja por pressão do mercado externo ou de órgãos oficiais, laboratórios de ensaios são levados, cada vez mais, a adequarem seus serviços de modo a suprirem essas expectativas. Uma forma de atender a essa demanda é promover o alinhamento desses laboratórios aos requisitos preconizados pela norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 “Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração”. A prova objetiva do atendimento a esses requisitos se dá pela acreditação dos ensaios pelo INMETRO, na referida norma. A acreditação pressupõe que o laboratório possui capacidade técnica e gerencial para produzir resultados fidedignos com qualidade garantida.

2.3.1 Desenvolvimento Histórico da Qualidade: a Evolução da Qualidade

De acordo com Fernandes (2011) o termo qualidade não existia na Pré-História como conceito, mas pode-se notar a evolução inquestionável do homem com a preocupação com a qualidade dos alimentos que extraía da natureza e posteriormente com a utilização da agricultura, passando a cuidar da qualidade daquilo que plantava e colhia. Com a extinção do nomadismo e por questão de segurança e sobrevivência,

o homem das cavernas preocupava-se com a qualidade das pedras que selecionava para a fabricação de armas e ferramentas.

O tempo passou e novas ferramentas foram inventadas e aperfeiçoadas tais como arco, flecha, armadilhas e redes, aumentando o universo de animais que o homem primitivo caçava. E assim se deu a evolução do homem passando por diversos períodos tais como Idade da Pedra, Idade do Bronze e Idade do Ferro, Grandes Civilizações Pré-colombiana, China antiga, Egito, Grécia, Pérsia e Império Romano (FERNANDES, 2011).

Nestes períodos se destacaram inúmeros avanços como a descoberta do bronze, do ferro, da roda, do barco a vela e do moinho de vento. As primeiras civilizações organizadas em complexas hierarquias sociais e políticas, como a China Antiga, às complexas construções das pirâmides do Egito Antigo, a construção civil da Grécia Antiga, a organização militar dos persas e a construção naval de Veneza no século XVI são exemplos da aplicação do antigo controle de processo (FERNANDES, 2011).

Neste contexto a evolução da qualidade vai amadurecendo do fim do feudalismo, onde se destacou a figura do artesão que evoluiu para a esfera de capital/trabalho, passando pela Revolução Industrial, que foca no processo industrial e pela Primeira Guerra Mundial onde surge a figura do inspetor. Este assumiu o papel do controle da qualidade dos produtos bélicos que era a demanda do momento, pois a falta de qualidade refletia-se na falta de segurança. Já na Segunda Guerra Mundial surge o controle estatístico do processo com a preocupação de detecção das causas dos defeitos e prevenção.

Passada a Segunda Guerra Mundial, verifica-se um grande déficit de produtos civis marcando o final da década de 40 pela ênfase nos prazos de entrega. Assim o crescente foco dado à qualidade do serviço prestado aliado à gestão estratégica das empresas coloca as organizações diante de um contexto de qualidade global.

2.3.2 Garantia da Qualidade

Com o enfoque sistêmico, a questão da qualidade passa a abranger a empresa como um todo, tratando de aspectos técnicos, administrativos, organizacionais, e a depender não só da engenharia e da estatística, mas também de ciências tais como psicologia, sociologia, educação, economia, informática, ciências jurídicas, e outros (FERNANDES, 2011).

A garantia da qualidade de resultados insere-se no contexto maior da Gestão da Qualidade, caracterizando-se pelo uso de ferramentas específicas que auxiliam o desenvolvimento pleno de todo o percurso estabelecido no ciclo PDCA - Planejar-Executar-Verificar-Ajustar do inglês: PLAN-DO-CHECK-ACT (LANGLEY, 2009).

Em resumo, a garantia da qualidade proporciona ao fornecedor a confiança de que sua empresa poderá atender a todos os requisitos do contrato e das normas aplicáveis. Ligando, a garantia da qualidade a uma transação comercial entre duas partes: cliente e fornecedor.

2.3.3 Qualidade Total - TQC

O marco histórico da qualidade se dá a partir da publicação da obra *Economic control of quality of manufactured product* de Shewhart em 1931; fundação da *American Society for Quality Control-ASQC* nos estados Unidos da América em 1946, atualmente chamada *ASQ*; fundação da *Japanese Union of Scientists and Engineers-JUSE* e formação do grupo de pesquisa de *Controle da Qualidade* que organizaram os primeiros círculos de controle da qualidade (CCQ) (MONTGOMERY, 2009).

E é neste cenário que se insere a filosofia da administração da qualidade total (TQM – *Total Quality Management*). A TQM foca em como as operações e os processos devem ser administrados e tem como seus precursores Walter Shewhart, Armand Vallin Feigenbaum, William Edwards Deming, Joseph Moses Juran, Kaoru Ishikawa, Genichi Taguchi e Philip Crosby.

Na década de 20 Walter Shewhart desenvolveu várias técnicas de controle estatístico da qualidade, sendo a mais importante a carta de controle estatístico de processo, que em sua homenagem foram chamados de carta controle de *Walter Shewhart* (SÃO PAULO, 2013). Assim por meio de *Shewhart* iniciou-se o movimento da qualidade através de técnicas estatísticas para o monitoramento da produção.

Armand Vallin Feigenbaum foi um dos pioneiros a relatar a definição de TQM no livro “*Total Quality Control*” em 1957. Para ele TQM é um sistema eficaz capaz de integrar forças de desenvolvimento, manutenção e melhoria da qualidade atuando em diversos grupos de uma organização, atendendo assim plenamente à demanda do consumidor (SLACK, 2009). Feigenbaum (1986) preconiza o foco em cada fase do processo de produção, onde todos devem ter responsabilidade para garantir a qualidade dos serviços e/ou produtos, enfatizando assim a importância da administração e a participação de todos os funcionários.

Considerado no Japão como o pai do controle da qualidade William Edwards Deming foi convidado pela JUSE para capacitar líderes industriais japoneses após a Segunda Guerra Mundial com o objetivo de reconstruir o país. Na sua abordagem sobre a qualidade o mesmo enfatizava o papel dos métodos estatísticos e quantitativos com foco na liderança e motivação dos envolvidos no processo (DEMING, 1986).

Em 1954 Juran foi ao Japão a convite da *Japanese Union of Scientists and Engineers* iniciando uma nova era no controle de qualidade retirando o foco apenas dos aspectos tecnológicos das fábricas para uma preocupação global e holística mais voltada ao usuário, envolvendo toda a organização e todos os aspectos de seu gerenciamento (SLACK, 2009).

Nesse contexto, em 1988 Juran publica o livro que se tornou referência no assunto *Quality Control Handbook* (JURAN, 1988). Essa obra expôs a necessidade de inserir elementos de investimento para ter retorno da característica da qualidade do produto, tais como dimensão, acabamento, cor, dureza, durabilidade etc. levando em consideração todo o ciclo de vida de um produto, incluindo desde a assistência, descarte, perdas, retrabalho, refugo até as devoluções.

Kaoru Ishikawa (1972) criador do conceito de círculos de qualidade e do diagrama de causa-e-efeito acreditava que a participação do trabalhador era a chave para o sucesso da implementação da TQM.

Já Genichi Taguchi (1990) se preocupava com a abordagem da qualidade no estágio de *desing* combinado com métodos estatísticos de controle da qualidade.

E por fim Philip Crosby (1979) o precursor da metodologia do zero defeito que tem como princípio básico fazer certo da primeira vez. Os alicerces desse movimento são conformidade às exigências, prevenção e não inspeção, mensuração do preço da não conformidade e principalmente a conscientização e a motivação das pessoas.

Neste contexto a qualidade deixa de ser atributo do produto ou serviço e também deixa de ser responsabilidade exclusiva do departamento da qualidade, passando a ser uma demanda de todos em todos os processos da empresa. A qualidade passa a ser encarada como um sistema que integra todas as pessoas, máquinas e todos os recursos envolvidos na administração.

Assim como passar do tempo a qualidade tornou-se estratégica, os princípios da TQM foram adotados pela maioria das organizações e o mercado passou a valorizar mais quem a possuía.

O crescente foco dado à qualidade do serviço prestado aliado à gestão estratégica das empresas coloca as organizações diante de um contexto de qualidade global. A padronização torna-se então uma imposição do mercado de consumo e de serviço a fim de satisfazer às exigências internacionais e dos consumidores que visam qualidade e preço justo, com isso eleva e sustenta o nível de qualidade dos produtos e serviços. E neste contexto de desenvolvimento de padrões surgem as normas da série ISO 9000 que formam um conjunto de padrões mundiais que estabelecem exigências para o funcionamento do sistema de gestão da qualidade das empresas.

2.3.4 Surgimento e Importância das Normas ISO

A *International Organization for Standardization* (ISO), criada em 1947, é uma organização internacional privada, sem fins lucrativos, da qual participam 163 países. É dividida em comitês técnicos que cuidam da normalização específica de cada setor da economia (ISO, 2014).

As normas da série ISO 9000 surgiram como importante instrumento de referência para o nivelamento dos sistemas produtivos de países integrantes de determinado bloco e também para regular o intercâmbio de mercadorias e serviços entre blocos econômicos, facilitando assim o livre comércio (ISO, 2014).

A Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) é o Comitê Brasileiro da Qualidade. É o fórum nacional de normalização voluntária e membro fundador da ISO, representando o Brasil naquela instituição. É responsável pela tradução e elaboração das Normas NBR ISO 9000, bem como, na participação efetiva de sua concepção e elaboração, levando em conta as necessidades e dificuldades dos países em desenvolvimento, que não têm o inglês como língua nativa (ABNT, 2014).

2.3.5 Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 “Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração”

A Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 “Requisitos Gerais para a Competência de Laboratórios de Ensaio e Calibração” especifica os requisitos gerais para a competência em realizar ensaios e/ou calibrações, incluindo amostragem. Ela cobre ensaios e calibrações realizados por métodos normatizados, métodos não normatizados e métodos desenvolvidos pelo laboratório. Esta Norma é aplicável a todas as organizações que realizem ensaios e/ou calibrações independentemente do número de pessoas ou da extensão do escopo das atividades de ensaio e/ou calibração (ABNT, 2005).

Um dos principais objetivos segundo a norma ABNT NBR ISO/IEC17025 é estabelecer um padrão internacional e único para atestar a competência dos laboratórios. Tal padrão facilitará a interpretação e a aplicação dos requisitos, evitando, ao máximo, opiniões divergentes e conflitantes. Podendo ser observado numa citação direta da norma ABNT NBR ISO/IEC17025 (ABNT, 2005) a seguir:

1.1 Esta Norma especifica os requisitos gerais para competência em realizar ensaios e/ou calibrações incluindo amostragem. Ela cobre ensaios e calibrações realizados utilizando-se métodos normatizados, métodos não normatizados e métodos desenvolvidos no laboratório. 1.4 Esta Norma é para ser utilizada por laboratórios no desenvolvimento de seu sistema de gestão para qualidade, operações técnicas e administrativas. Clientes de laboratórios, autoridades regulamentadoras e organismos de acreditação podem também usá-la na confirmação ou no reconhecimento da competência de laboratórios. Esta Norma não tem como propósito ser usada como a base para certificação de laboratórios (ABNT, 2005).

O laboratório acreditado segundo os requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC17025 recebe o selo de acreditação o qual pressupõe uma maior confiabilidade e credibilidade dos resultados analíticos, garantindo, ainda mais, a todos os clientes a confiança nos serviços prestados já que a adesão à norma é um processo voluntário. No Brasil o organismo regulador é o INMETRO – Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (ABNT, 2005).

Em 15 de julho de 2011 foi publicada pelo MAPA a Instrução Normativa nº 34 (BRASIL, 2011a), estabelecendo a obrigatoriedade de acreditação, junto ao INMETRO, na Norma ABNT NBR ISO/IEC 17.025, para os ensaios já credenciados no MAPA que prevê:

Os laboratórios que se encontram credenciados terão prazo de até trinta e seis meses, a partir da publicação desta Instrução Normativa, para apresentar comprovante de acreditação junto ao INMETRO na Norma ABNT NBR ISO/IEC 17.025, válido e atualizado, para todas as determinações analíticas ou ensaios já credenciados no MAPA. Parágrafo único. Os laboratórios que não atenderem ao prazo estabelecido no caput deste artigo terão o credenciamento de suas determinações analíticas ou ensaios suspensos. (NR). Art. 34. As determinações analíticas ou ensaios somente continuarão credenciados junto ao MAPA enquanto sua acreditação na Norma ABNT NBR ISO/IEC 17.025 se mantiver válida e ativa junto ao INMETRO. (NR) Art. 35.

O prazo máximo de suspensão do credenciamento de uma determinação analítica ou ensaio será de vinte e quatro meses ininterruptos, independente do motivo que levou a sua suspensão. Parágrafo único. Após o prazo máximo de suspensão estabelecido no caput deste artigo, as determinações analíticas ou ensaios terão seu credenciamento cancelado (MAPA, 2011a).

Tal normativa entrou em vigor na data de publicação cabendo aos laboratórios se adequarem.

2.4 Ferramentas da Qualidade

A Gestão da Qualidade é caracterizada pelas diversas ferramentas da qualidade que são utilizadas. Assim existem diversas ferramentas e cada uma delas tem sua própria utilização, dependendo apenas do problema envolvido, das informações obtidas, dos dados históricos disponíveis, e do conhecimento do processo em questão em cada etapa, permitindo assim detectar aspectos cruciais para solução de problemas e melhorias de processos.

De acordo com Vieira (2012) algumas ferramentas utilizadas para gestão da qualidade são descritas a seguir:

Brainstorming “tempestade de ideias”: técnica que envolve toda a equipe, onde cada um dos envolvidos no processo pode contribuir espontaneamente com soluções criativas e inovadoras para solucionar determinado problema contribuindo assim para a melhoria do processo (ARAÚJO, 2010);

Folha de verificação: tabela ou planilha estruturada nos quais os dados coletados são registrados;

Estratificação: técnica onde se classifica em grupos semelhantes itens semelhantes e relevantes para a análise dos dados;

Diagrama de Pareto: permite visualizar as causas e variações por ordem de importância;

Histograma: mostra graficamente a maneira como os dados se distribuem, descrevendo a frequência com que variam os processos evidenciando a distribuição dos dados como um todo;

Diagrama de causa e efeito ou diagrama de Ishikawa: representação gráfica que possibilita a identificação das possíveis causas para um problema e organiza “ideias soltas” em categorias;

Diagrama de dispersão: gráficos que permitem a identificação entre causas e efeitos, para avaliar o relacionamento entre as variáveis;

Gráficos de controle: gráficos que permitem examinar se o processo está ou não sob controle.

As empresas sejam elas privadas ou públicas, buscam aprimorar a sua produtividade e a qualidade de seus serviços através da gestão da qualidade. Na busca por procedimentos confiáveis que permitam as empresas avaliar o fluxo de seu processo está o Controle Estatístico do Processo que é uma das principais ferramentas da qualidade utilizada para este fim.

2.4.1 Controle Estatístico do Processo– CEP

O controle estatístico do processo trata de um conjunto de ferramentas utilizado para determinar variações no processo baseando-se em amostragens, permitindo, assim, avaliar a variabilidade do processo em estudo que visa reduzir perdas, aumentar a produtividade, padronizar o processo e estabelecer uma melhoria contínua da qualidade (SENAI/SC, 2004). Permitindo assim uma política de prevenção, devido à verificação diária de todas as etapas do processo, que permite uma ação imediata de interrupção e correção, caso necessário. Dentre as ferramentas do CEP destaca-se o uso de cartas de controle, amplamente utilizadas para garantir o controle da qualidade do produto ou serviço prestado, pois monitora a estabilidade e a evolução do processo.

2.4.2 Conceitos Necessários para a Construção da Carta de Controle

Os gráficos de controle, também chamados de carta de controle foram desenvolvidos e aplicados por Walter A. Shewhart por volta de 1942. O gráfico de controle foi concebido como um dispositivo para uso em "chão de fábrica", por operários com pouca instrução. Por este motivo os gráficos de controle tinham que ser extremamente simples de construir e utilizar (COSTA et al., 2005). A Carta de Controle é formada por uma linha central ou média (LC) e pelos limites inferior (LIC) e superior (LSC) de controles. Os pontos são as médias das medidas de uma característica da qualidade, unidos por segmentos de reta (Figura 1).

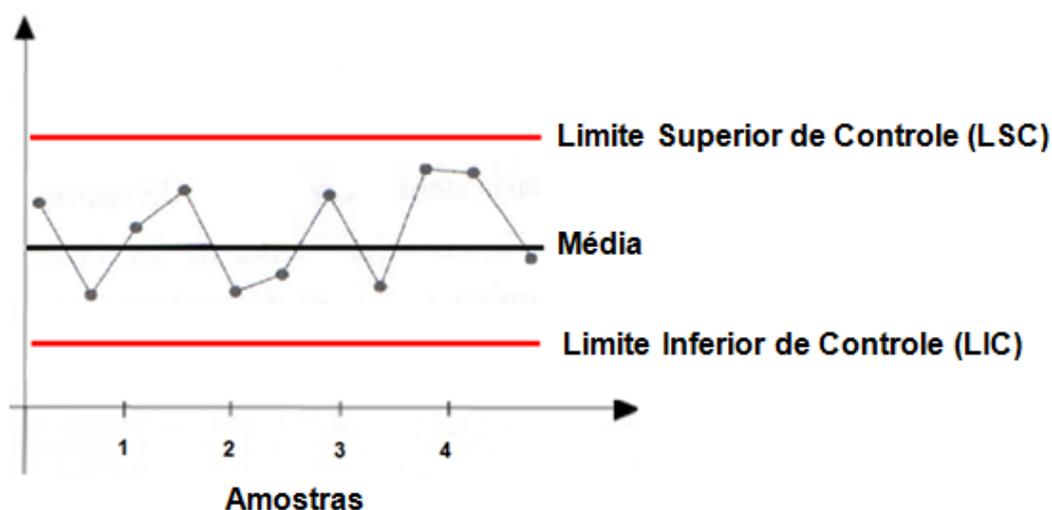


Figura 1: Carta de controle típica (Fonte: adaptado de Vieira, 2012).

As Cartas de controle são utilizadas para estudar a variabilidade de uma ou mais características avaliadas nos produtos ou serviços. Porém, para que a carta de controle se transforme em uma ferramenta efetiva para o monitoramento de processos, torna-se necessário um bom conhecimento dos conceitos estatísticos em que se baseiam e um estudo detalhado do processo (COSTA et al., 2005). Alguns conceitos básicos preliminares fazem-se necessários para a abordagem da carta de controle.

a) Medidas de tendência central

A análise de conjuntos de dados seja ele grande ou pequeno, faz-se necessária para definir alguns parâmetros importantes apresentados pelos resultados, dentre eles as medidas de tendência central (STEVENSON, 2001). Assim, média, mediana e moda indicam o centro em torno do qual os dados se distribuirão normal. Numa distribuição simétrica a média, a moda e a mediana coincidem (Figura 2).

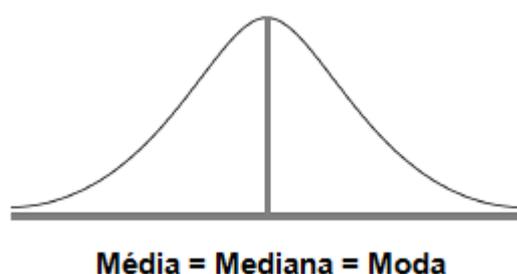


Figura 2: Gráfico da distribuição normal (Fonte: Vieira, 2012).

b) Medidas de dispersão

Devido à combinação de uma série de ações que envolvem pessoas, materiais, procedimentos e métodos os quais conduzem a um determinado resultado, se faz necessário medir a variabilidade inerente a cada processo para que possamos fazer inferências a partir de uma determinada amostra.

As medidas de tendência central, entretanto, não revelam o quanto os dados se dispersam em torno do valor central. Para isso, precisamos medir a variabilidade ou a dispersão desses dados. Algumas medidas usadas para medir a variabilidade são a amplitude, a variância e o desvio-padrão.

Amplitude

O cálculo da amplitude é a medida mais rápida e simples de se medir a variabilidade. Ela consiste na diferença entre o mais alto e o mais baixo valor de um determinado conjunto de dados. Indica-se amplitude por R onde: amplitude = valor máximo – valor mínimo (VIEIRA, 2012).

Variância e desvio padrão

Para medir a dispersão dos dados em torno da média, calculamos a variância populacional (σ^2) que é definida como a soma de quadrados dos desvios dividida pelo número de dados (n).

$$\sigma^2 = \frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n}$$

Já a variância amostral (s^2) é calculada como a soma de quadrados dos desvios dividida pelo número de dados menos 1 (VIEIRA, 2012).

$$s^2 = \frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}$$

O desvio padrão (s) é calculado como a raiz quadrada da variância, sendo a mais importante medida de dispersão utilizada em dados quantitativos.

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

Coeficiente de variação

O coeficiente de variação (CV), uma medida relativa de dispersão, é útil para a comparação em termos relativos do grau de concentração em torno da média, onde irá determinar se a dispersão é homogênea (estável) ou se é heterogênea (alta dispersão).

$$CV = \frac{\sigma}{\mu}$$

c) Histogramas

O histograma, uma das ferramentas estatísticas utilizadas no controle da qualidade, tem caráter preliminar em qualquer estudo, pois é um importante indicador da distribuição de dados indicando se a distribuição se aproxima de uma função normal (VIEIRA, 2012).

O gráfico de um histograma é composto por retângulos justapostos com uma escala pré-definida onde a base de cada um deles corresponde ao intervalo de classe (de mesmo tamanho) e a sua altura à respectiva frequência (VIEIRA, 2012), conforme apresentado na Figura 3.

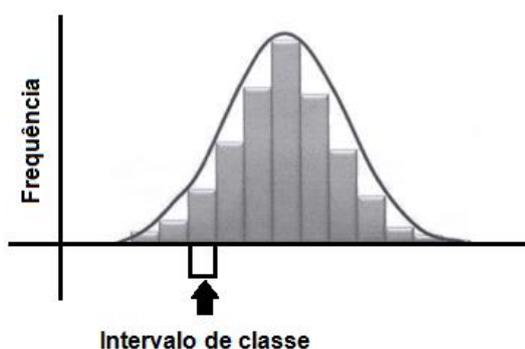
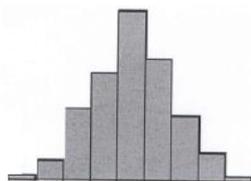


Figura 3: Gráfico de um histograma (Fonte: adaptado de Viera, 2012).

Para se analisar o processo usando um histograma é necessária a coletados dados enquanto o processo opera normalmente. Caso ocorra algum processo incomum os dados são desconsiderados. A análise do histograma é realizada observando a forma com que os dados se distribuem (Figura 4).

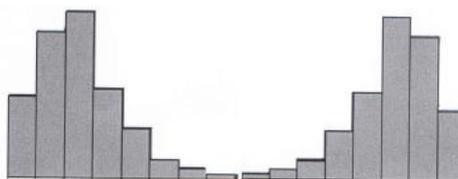
1. **Distribuição normal:** tem como característica principal a frequência dos dados mais alta no centro decrescendo gradualmente, tendo a média dos dados no centro da figura. Ocorre em processos estáveis.



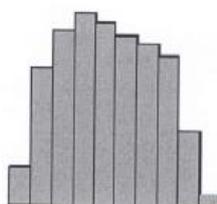
2. **Distribuição assimétrica:** a distribuição dos dados apresenta-se na forma assimétrica e pode mostrar-se de duas formas: assimetria positiva ou assimetria negativa.

- Assimetria positiva tem como característica a distribuição dos dados fora do centro da figura decrescendo à direita onde a mediana é inferior à média.

Assimetria negativa: caracteriza-se pela distribuição dos dados à esquerda onde a mediana é superior à média.



3. **Distribuição em platô:** caracteriza-se por classes centrais em picos com a mesma frequência. Ocorre quando há mistura de várias distribuições com médias diferentes.



4. **Distribuição com dois picos ou bimodal:** ocorrem dois picos e a frequência é baixa entre eles. Ocorre quando há mistura de dados com médias diferentes obtidos em duas condições distintas.

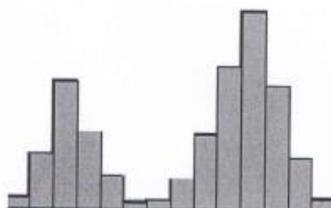


Figura 4: Gráficos de análise do histograma (Fonte: adaptado de Vieira, 2012).

As especificações do processo são identificadas pelos limites “Limite Inferior de Especificação (LIE)” e “Limite Superior de Especificação (LSE)”. Os Limites de Especificação (LSE e LIE) são determinados com base em especificações do

fabricante com base no projeto do produto. Estes limites também podem se originar externamente para atender às expectativas do processo (FAZU, 2015). A Figura 5 mostra graficamente a forma da distribuição de uma variável evidenciando se o processo está sob controle ou não: (a) processo sob controle com baixa variabilidade evidenciado pela folga entre os limites de controle, (b) processo com alta variabilidade evidenciado pela ausência de folga entre os limites de controle, (c) processo fora do controle tendendo para o LSE e (d) processo fora do controle devido à alta variabilidade dos dados tendendo tanto para o LIE quanto para o LSE (VIEIRA, 2012).

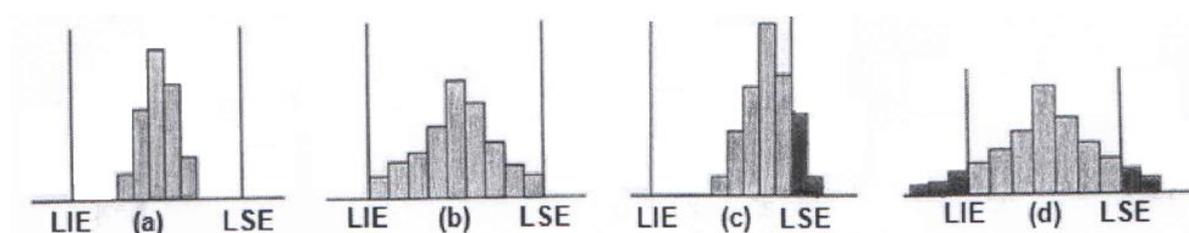


Figura 5: Gráficos de limite inferior e superior de especificação (Fonte: adaptado de Vieira, 2012).

d) Distribuição normal

A forma gráfica da distribuição normal lembra um sino. Ela é conhecida por várias denominações: curva de sino, curva normal, curva de Gauss ou gaussiana. O eixo das ordenadas representa as frequências observadas para os possíveis valores de uma variável aleatória representadas no eixo das abscissas.

O gráfico da distribuição normal é suave, unimodal e simétrico em relação a sua média, seu aspecto depende da média e do desvio padrão dos dados (Figura 6).

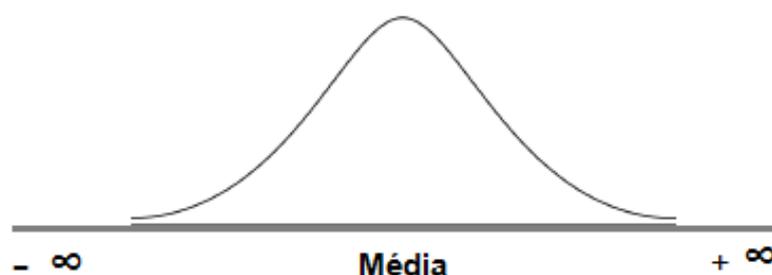


Figura 6: Gráfico de uma distribuição normal (Fonte: adaptado de Stevenson, 2001).

Usualmente é considerada a variação dentro dos 3σ (3 sigmas) para escolha dos limites de controle. Deste modo considerando que uma variável tem distribuição normal, em torno de 68,26%, 95,46%, 99,73% de seus valores cairão no intervalo de um desvio padrão a contar de cada lado da média (Figura 7).

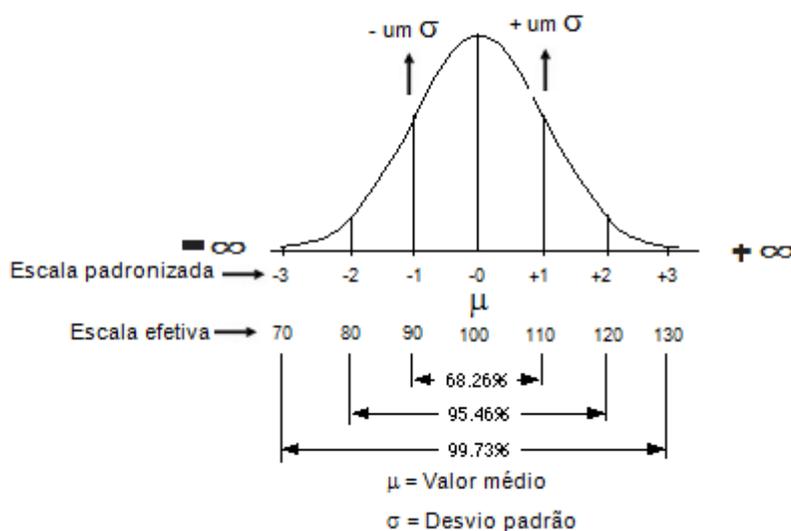


Figura 7: Gráfico de intervalo de desvio padrão (Fonte: adaptado de Stevenson, 2001).

Com estes conceitos iniciais é possível medir a capacidade do processo. De acordo com Slack (2009) a capacidade do processo é a medida da aceitabilidade da variação do processo. Deste modo torna-se necessário avaliar e quantificar as variabilidades, isto é, as causas comuns (Figura 8) ou especiais (Figura 9) do processo identificando e eliminando assim possíveis variações do mesmo.

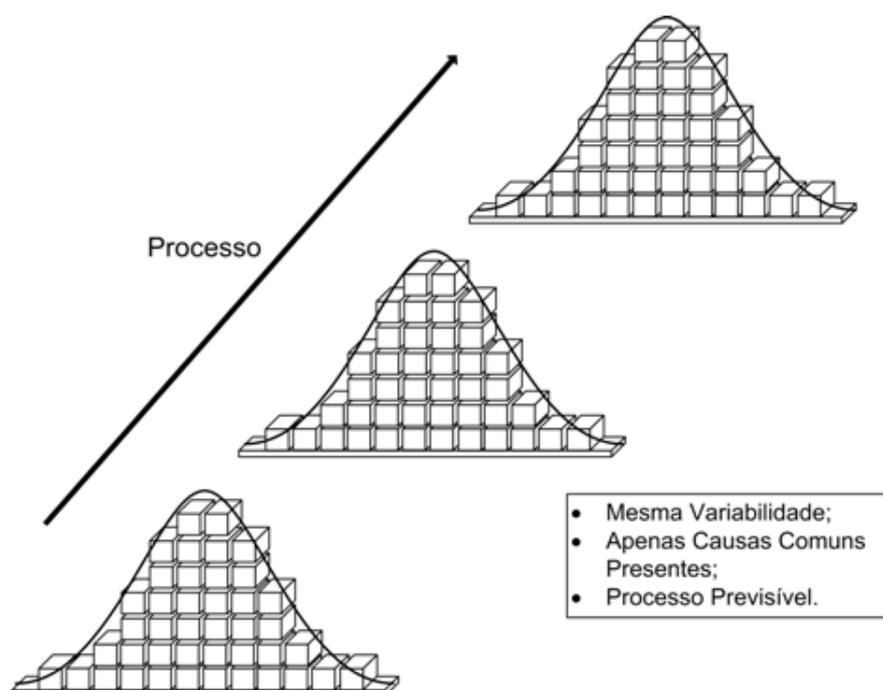


Figura 8: Gráfico de um processo previsível (Fonte: Portal Action, 2015c).

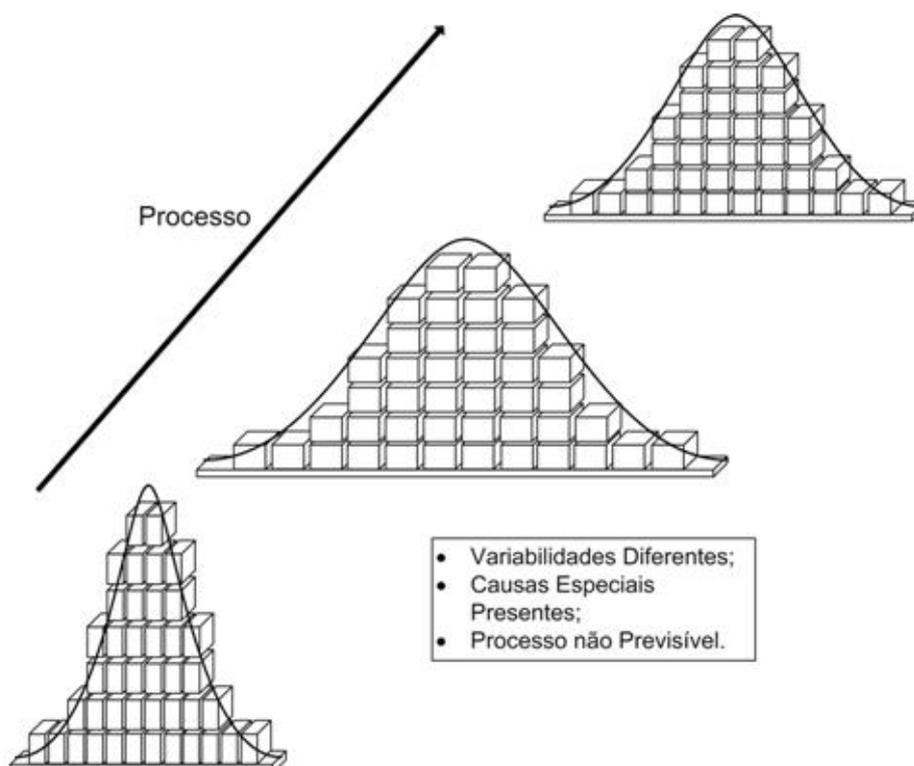


Figura 9: Gráfico de um processo não previsível (Fonte: Portal Action, 2015c).

Quando o processo estiver sob controle estatístico avalia-se a capacidade do processo de atender às especificações de uma determinada característica do produto.

A medida da capacidade (C_P) é dada pela razão entre a faixa de especificação e a variação “natural” do processo (± 3 desvios padrão) (Figura 10) (SLACK, 2009).

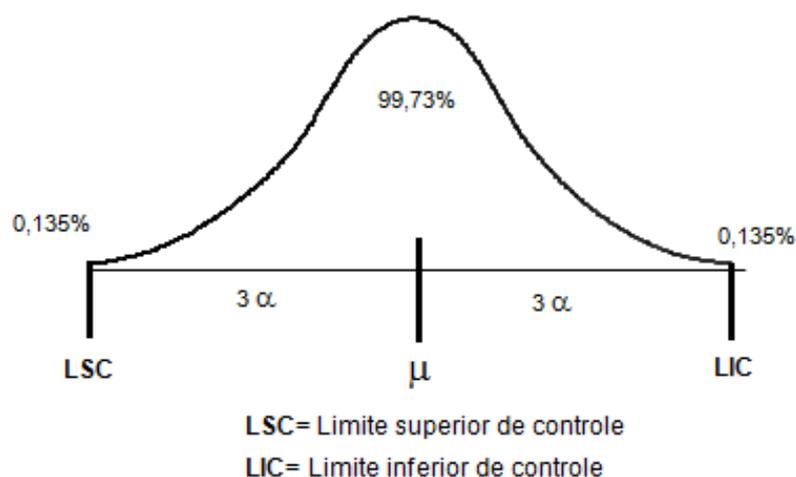


Figura 10: Gráfico de limites de controle (Fonte: adaptado de Stevenson, 2001).

Assim os limites de controle apesar de não serem limites de especificação refletem a variabilidade natural do processo, indicando as causas especiais de variação, para posterior eliminação e avaliação da capacidade do processo (PORTAL ACTION, 2015c).

Desta maneira o estudo da capacidade permite a melhoria contínua do processo, pois irá otimizar a produtividade e qualidade determinando novos padrões de tolerância, apontando se um novo equipamento é capaz de atender às especificações; comparando desempenho de diferentes equipamentos; predizendo como o processo se mostrará perante aos seus limites, promovendo assim a melhoria contínua do processo.

e) Variabilidade

Como verificamos anteriormente é necessário avaliar e quantificar as variabilidades (causas comuns ou especiais) do processo para que possamos identificar e eliminar possíveis variações do processo (Figura 11) (STEVENSON, 2001).

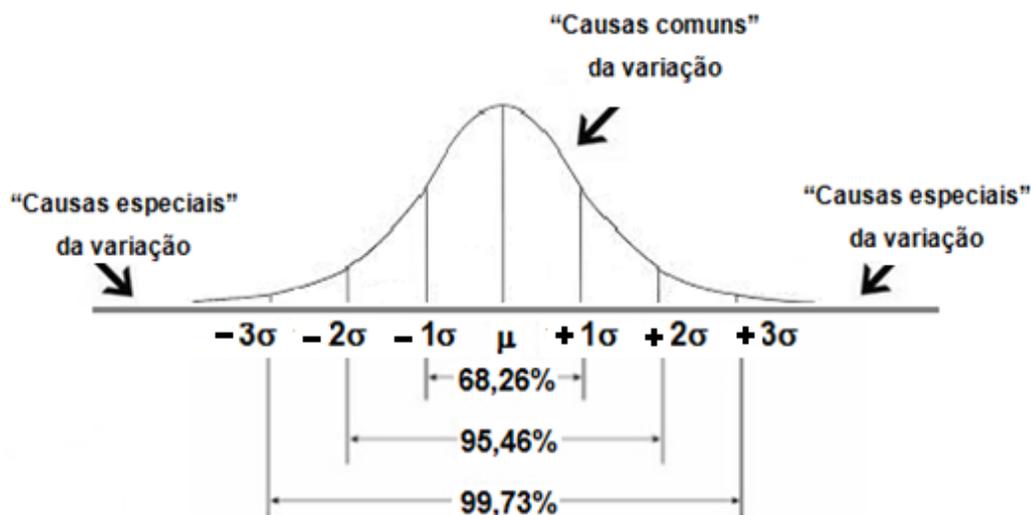


Figura 11: Gráfico de causas da variabilidade do processo (Fonte: adaptado de Stevenson, 2001).

De modo geral os principais fatores responsáveis pela variabilidade associada aos processos são: desgastes de componentes de medição; condições ambientais, emprego de procedimentos inadequados, treinamento insuficiente dos operadores etc. (WERKEMA, 2011).

A variabilidade (Figura 12) irá determinar se o processo está sob controle estatístico quando não existirem causas especiais da variação (SLACK, 2009).

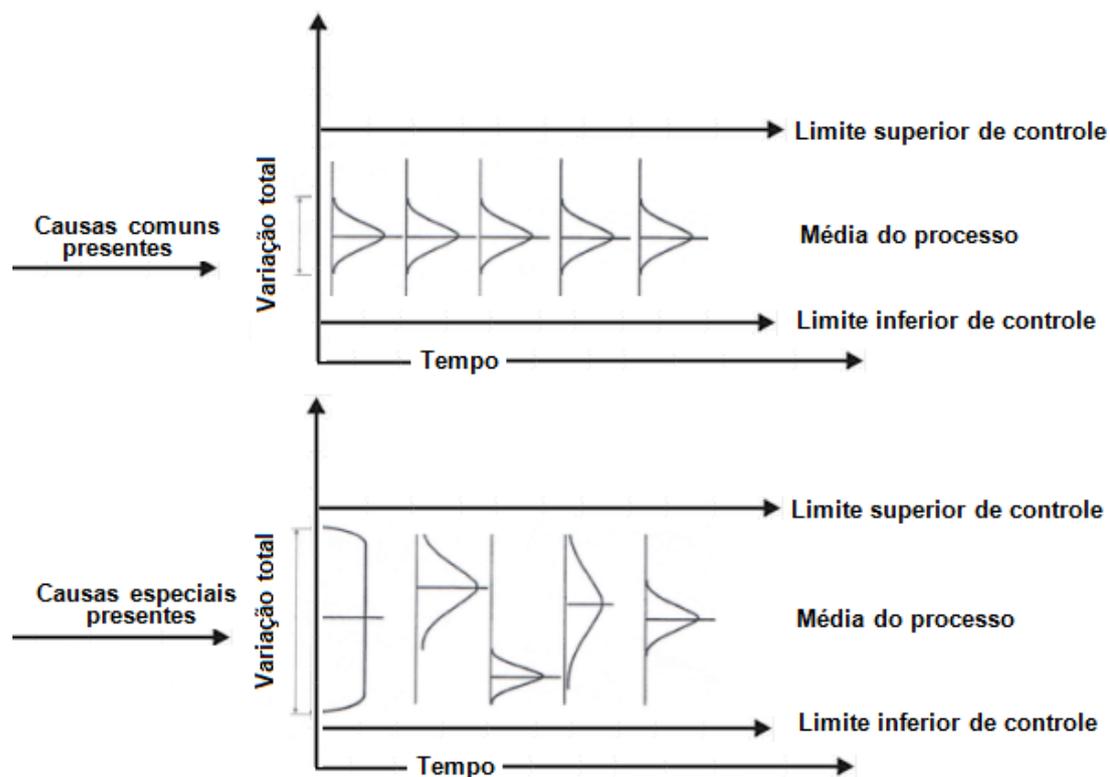


Figura 12: Gráfico de causas comuns e especiais do processo (Fonte: adaptado de Slack, 2009).

f) Precisão e exatidão

Para assegurar o controle da qualidade em um processo faz-se necessário avaliar a estabilidade do desempenho resultante do processo. Para tanto é necessário existir um controle interno e externo da qualidade, esta avaliação irá permitir a avaliação dos dados ou produtos antes da sua liberação.

Para avaliar internamente a estabilidade do processo em um laboratório analítico pode-se utilizar materiais com valor estipulado pelo fabricante ou com valores determinados internamente pelo laboratório. Para avaliar a estabilidade externa do processo deve-se envolver outras organizações através de ensaios de proficiência e de comparações Interlaboratoriais.

Nota:

- *Ensaio de proficiência definição:* “um conjunto de procedimentos técnicos para a determinação do desempenho de laboratórios de calibração ou de ensaios, através de comparações interlaboratoriais.” (NORMA ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011).

- *Ensaio de comparações interlaboratoriais* definição: “organização, desempenho e avaliação de ensaios nos mesmos itens ou itens de ensaio similares, por dois ou mais laboratórios, de acordo com condições pré-determinadas.” (ABNT NBR ISO/IEC 17043:2011).

De acordo com Werkema (2011) a **precisão** quantifica a proximidade entre as medidas individuais da característica de interesse e as geradas pelo sistema de medição e está relacionada aos conceitos de repetibilidade e reprodutibilidade (Figura 13).



Figura 13: Gráfico de precisão (Fonte: Werkema, 2011).

Já a **exatidão** ou acurácia quantifica a proximidade entre o valor real ou valor de consenso da característica medida e os resultados fornecidos pelo sistema de medição (Figura 14) (WERKEMA, 2011).

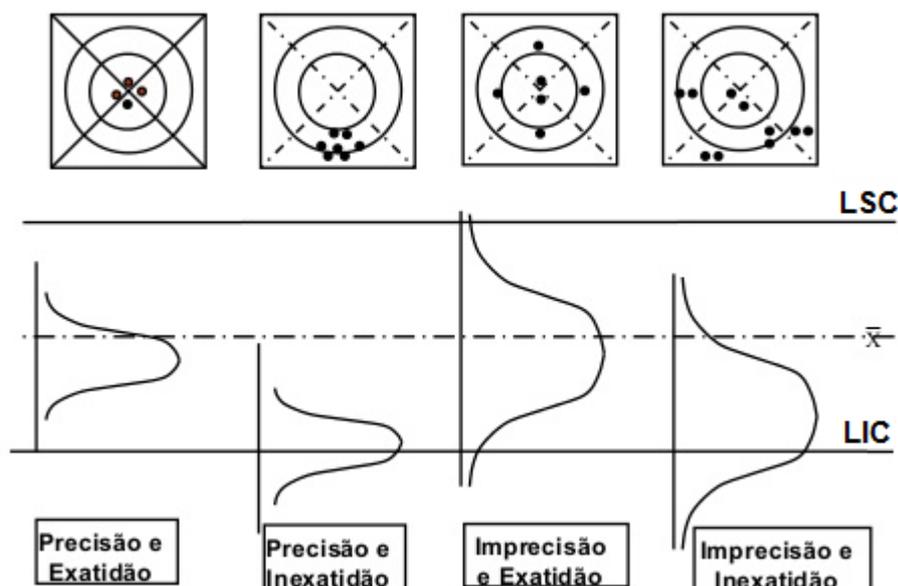


Figura 14: Gráfico de precisão e exatidão (Fonte: SESA, 2014).

g) Repetibilidade, reprodutibilidade

A avaliação de repetibilidade e reprodutibilidade é feita mediante avaliações que detectam influências.

A repetibilidade de um sistema de medição se dá através da variação nas medidas obtidas quando um mesmo operador utiliza o instrumento para medir repetidas vezes à característica de interesse dos mesmos itens onde na maioria das situações essa distribuição se aproxima da distribuição normal e a amplitude da distribuição deve ser pequena quando comparada com o comprimento da faixa de especificação do limite superior (LSC) de controle e limite inferior de controle (LIC) (Figura 15).

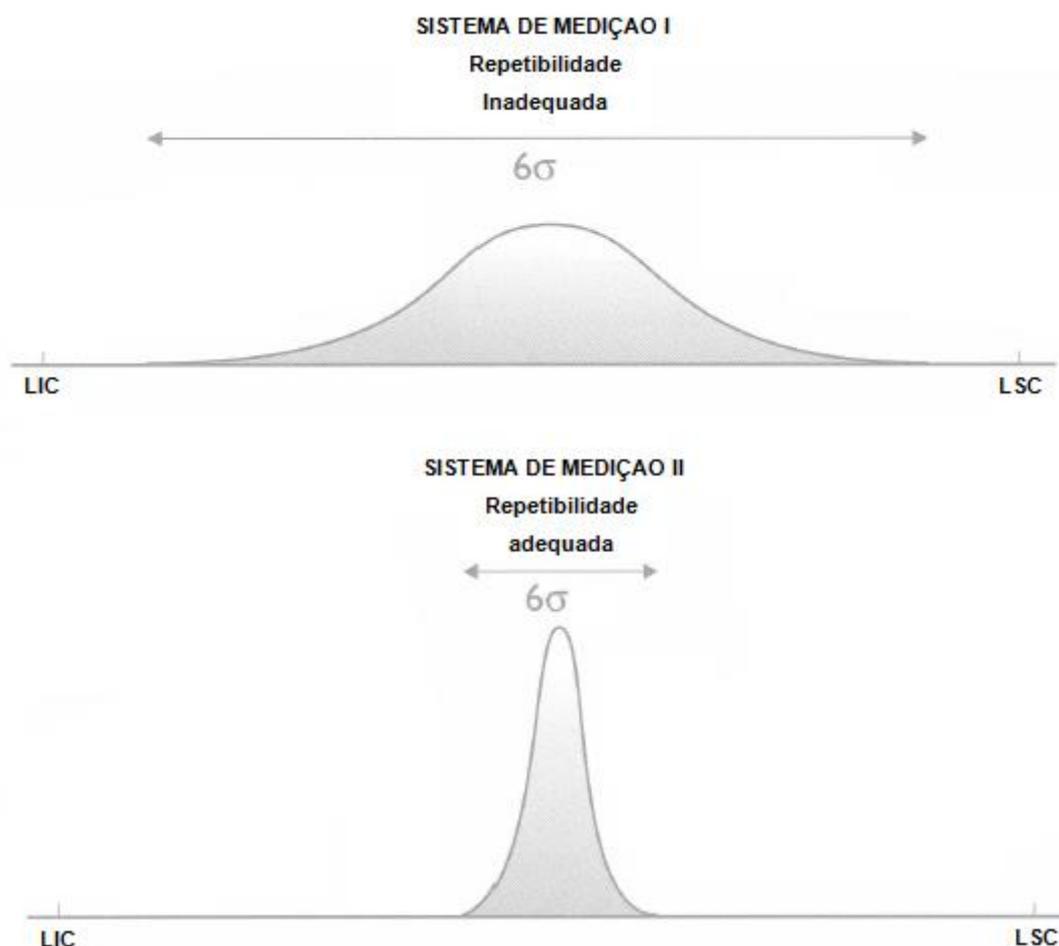


Figura 15: Gráfico de avaliação de repetibilidade inadequada e adequada (Fonte: adaptado de Werkema, 2011).

Um sistema de medição pode ter repetibilidade inadequada devido a elevada variação dentro da peça (amostra ou item medido), do instrumento, do método e do ambiente avaliando assim a variabilidade inerente ao mesmo sistema de medição e pode ser expressa quantitativamente através das características da dispersão dos resultados.

De acordo com INMETRO (2003) a avaliação da precisão de medição se dá conforme um conjunto de condições de reprodutibilidade, as quais incluem diferentes locais, diferentes operadores, diferentes sistemas de medição e medições repetidas no mesmo objeto de medição ou em objetos similares (Figura16).

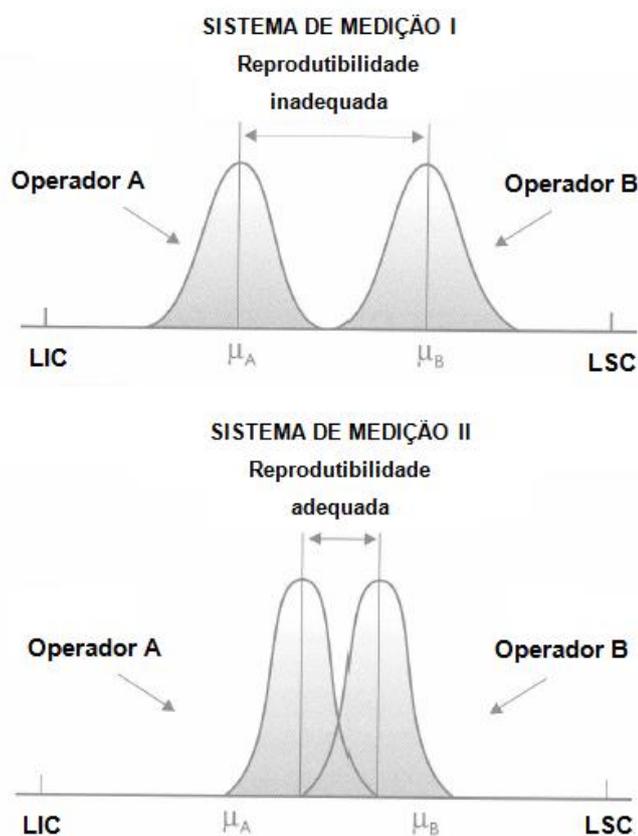


Figura 16: Gráfico de avaliação de reprodutibilidade inadequada e adequada (Fonte: adaptado de Werkema, 2011).

Logo, podemos medir a reprodutibilidade como sendo a variação da média das medidas realizadas por diferentes operadores, utilizando o mesmo instrumento de medição, desta forma é importante que o instrumento seja projetado de forma que diferentes operadores obtenham resultados similares.

Contudo nos processos automatizados a reprodutibilidade é conhecida como a variação das médias entre sistemas ou condições de medição.

2.4.3 Estrutura da Carta de Controle

A carta de controle também conhecida como gráfico de controle é utilizado para estudar a variabilidade de uma característica da qualidade ao longo da sua criação (VIEIRA, 2012), monitorando assim os resultados de várias amostras ao longo de um determinado processo, seja de produção ou de serviço. Caso o processo esteja saindo de controle medidas podem ser tomadas antes que haja um problema (SLACK, 2009).

Em torno da linha central se distribuirá os pontos, caso não ocorra nenhuma variabilidade no processo, sendo a linha central o valor nominal ou alvo que as características da qualidade deveriam assumir. Os limites superiores ou inferiores serão notados quando as médias amostrais ou resultados transpuserem os limites de controle, alertando para necessidade de verificação e ação corretiva do processo (MONTGOMERY, 2009). A construção das cartas de controle (Figura 17) obedece a um esquema geral que é adaptado a cada caso.

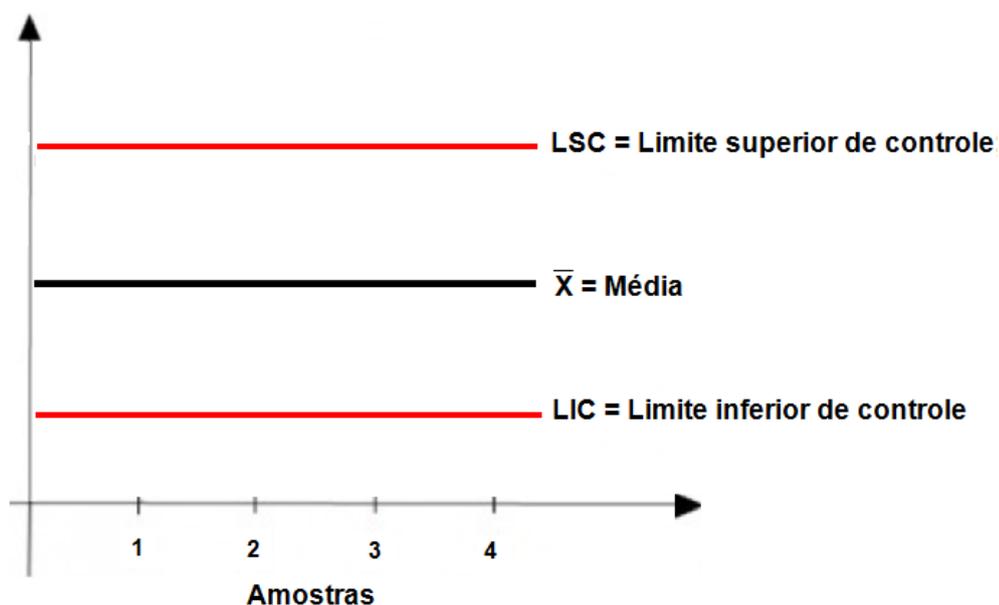


Figura 17: Gráfico de limites de controle (Fonte: adaptado de Vieira, 2012).

As cartas de controle além dos limites superior e inferior de controle (LSC e LIC) podem conter linhas adicionais que são denominadas limite superior de alerta e limite inferior de alerta (LSA e LIA, respectivamente) e a distância entre eles e a linha central é menor do que aquelas entre as linhas de controle superior e inferior (Figura 18).

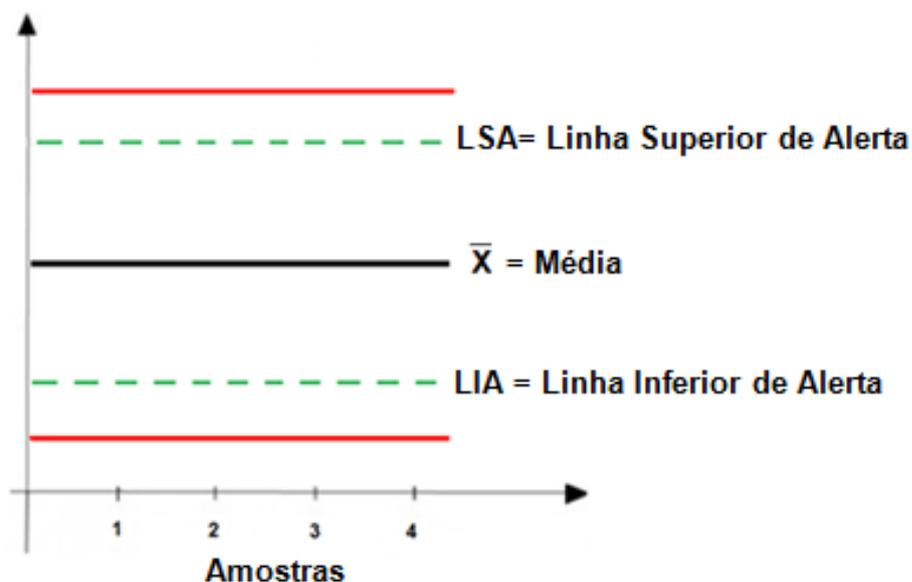


Figura 18: Gráfico de limites de alerta (Fonte: adaptado de Vieira, 2012).

Os limites de controle devem ser definidos de acordo com as particularidades de cada processo. As cartas de controle de *Shewhart* são definidos por 3 desvios (3σ) acima ou abaixo do limite central média (\bar{X}). De acordo com o grau de restrição da carta de controle limites de alerta (2σ e 1σ) poderão ser inseridos como forma de alerta de desvios ocorridos no processo. As cartas de controle devem ser revistas periodicamente para que seus limites de controle sejam ajustados de acordo com a necessidade do processo. O esquema geral se dá conforme apresentado na Figura 19.

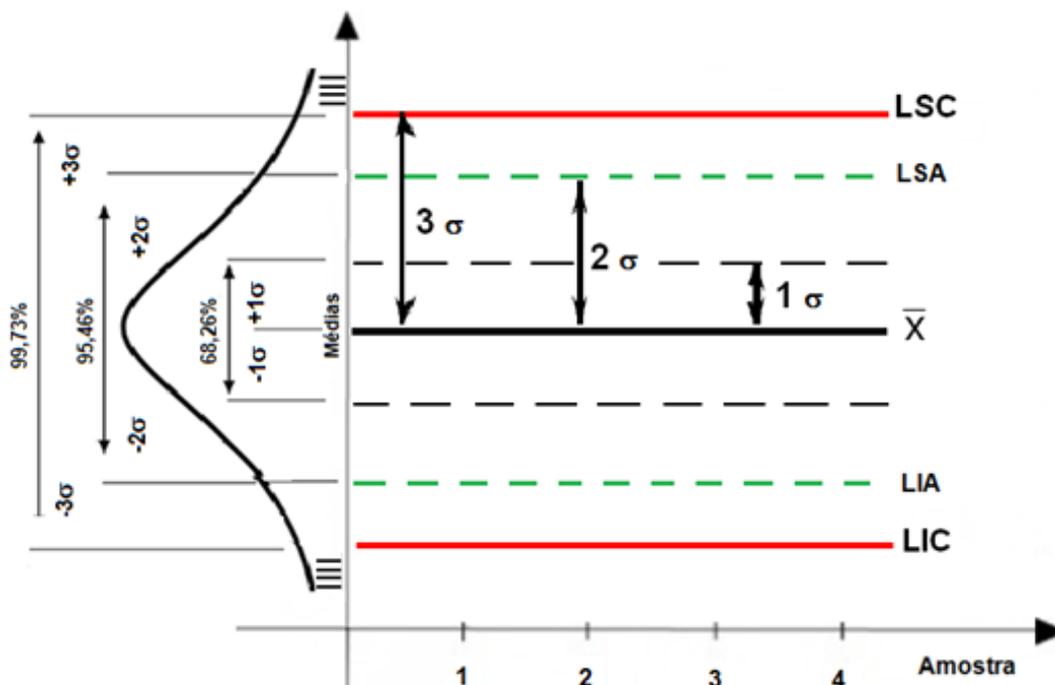


Figura 19: Carta de controle (Fonte: adaptado de Stevenson, 2001 e Vieira, 2012).

Deste modo a carta de controle irá fornecer informações de forma contínua indicando se o processo está sob controle (VIEIRA, 2012).

A carta de controle atenderá os princípios básicos que a ferramenta propõe que são:

- Verificar a qualidade do produto, produto e/ou serviço;
- Pontuar causas aleatórias inerentes a qualquer processo;
- Verificar as variações dentro do processo;
- Constatar as variações fora do padrão detectáveis e possíveis de serem corrigidas.

2.4.4 Escolha dos Tipos de Cartas de Controle

Existem diferentes tipos de cartas de controle. Dentre eles as cartas de controle para atributos e cartas de controle para variáveis, a escolha de qual utilizar dependerá da característica da qualidade a ser controlada. As cartas de controle para atributos se caracterizam por características qualitativas (proporção de não conformes, número de não conformes (defeitos), número médio de não conformidades por unidade, etc.); já as cartas de controle para variáveis se caracterizam por características quantitativas (valor individual, média, amplitude móvel, amplitude, desvio padrão, etc.).

Escolhida a característica representativa do processo devem-se executar as etapas com muito critério, aplicando-se as metodologias apropriadas utilizando outras ferramentas da qualidade, tais como: histogramas, fluxograma, diagrama de causa e efeito, gráfico de Pareto, para se determinar o ponto crítico do processo.

As cartas de controle para atributos referem-se à característica da qualidade que pode estar, ou não, conforme as especificações (Figura 20). É comum utilizar-se os termos “conforme” e “não conforme”. Na carta de controle por atributos um produto é classificado como possuindo ou não um atributo ou qualidade (PORTAL ACTION, 2015a). Assim as cartas de controle para atributos são utilizadas quando a avaliação de uma característica da qualidade resulta numa classificação desta característica.

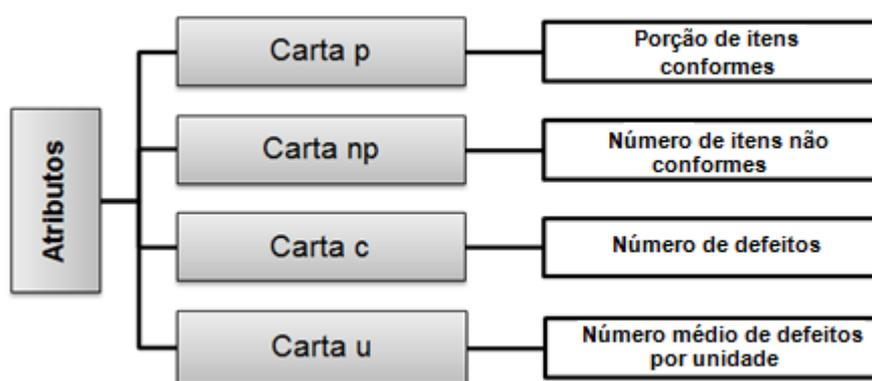


Figura 20: Características das cartas de controle para atributos.

As cartas de controle para variáveis são usadas para monitorar o processo quando a característica de interesse é mensurada em uma escala de intervalo ou de razão (Figura 21). Os gráficos R e S monitoram a variação de um processo, enquanto os gráficos X monitoram a média do processo (PORTAL ACTION, 2015b). Deste modo as cartas de controle para variáveis são utilizadas quando a avaliação de uma característica da qualidade resulta numa mensuração expressa por valor numérico em uma escala qualquer.

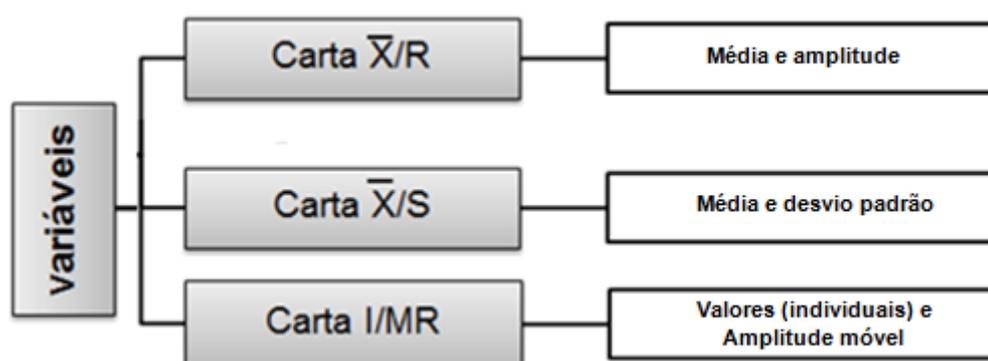


Figura 21: Características das cartas de controle para variáveis.

Para se iniciar o cálculo das cartas de controle é necessário organizar os dados (Quadro 1).

Quadro 1. Organização dos dados.

| <i>n</i> <i>n = Tamanho da amostra</i> | <i>(m)</i> <i>m = Número de amostras</i> | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|-------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | ... → |
| 1 | | | | | | |
| 2 | | | | | | |
| 3 | | | | | | |
| ⋮ | | | | | | |
| ↓ | | | | | | |
| Média | | | | | | |
| Desvio padrão | | | | | | |

Após a organização dos dados e da característica da amostra faz-se necessário escolher a carta de controle. A seguir são apresentadas as particularidades de cada carta de controle para variáveis.

- **Carta de controle \bar{X}/R**

A carta de controle \bar{X}/R (média e amplitude) monitora a variação da média e da amplitude, tem como característica um número pequeno de amostras (m) com tamanho (n) constante. O cálculo para a carta de controle \bar{X}/R é realizado empregando-se as seguintes fórmulas:

Média das médias das amostras $\bar{\bar{X}}$:

$$\bar{\bar{X}} = \frac{\bar{x}_1 + \bar{x}_2 \dots \bar{x}_n}{m}$$

Amplitude R :

Amplitude = valor máximo - valor mínimo

Média das amplitudes \bar{R} :

$$\bar{R} = \frac{R_1 + R_2 \dots R_n}{m}$$

Logo a seguir calculam-se os limites de controle onde:

Para os limites de controle da \bar{X} utiliza-se:

$$LSC = \bar{\bar{X}} + A_2 \bar{R}$$

$$LIC = \bar{\bar{X}} - A_2 \bar{R}$$

Onde:

A_2 é o valor tabelado de acordo com o tamanho da amostra (n);

\bar{R} é a amplitude amostral média.

Para os limites de controle da \bar{R} utiliza-se:

$$LSC = D_4 \bar{R}$$

$$LIC = D_3 \bar{R}$$

Onde:

D_4 e D_3 são valores tabelado de acordo com o tamanho da amostra (n);

- **Cartas de controle \bar{X}/S**

Cartas de controle \bar{X}/S para amostras de mesmo tamanho

As cartas de controle \bar{X}/S (média e desvio padrão) para amostras de mesmo tamanho são utilizadas quando o tamanho das amostras for de pelo menos $n=12$, e todas tiverem o mesmo tamanho. O cálculo para as cartas de controle \bar{X}/S é realizado de acordo com as seguintes fórmulas:

Média das médias das amostras $\bar{\bar{X}}$:

$$\bar{\bar{X}} = \frac{\bar{x}_1 + \bar{x}_2 \dots \bar{x}_n}{m}$$

Desvio padrão amostral S e as médias dos desvios padrões \bar{S} das m amostras respectivamente:

$$s = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad \bar{S} = \frac{S_1 + S_2 \dots S_n}{m}$$

Logo a seguir calculam-se os limites de controle onde:

O cálculo para os limites de controle para \bar{X} são:

$$LSC = \bar{\bar{X}} + A_3\bar{S}$$

$$LIC = \bar{\bar{X}} - A_3\bar{S}$$

Onde:

A_3 é um valor tabelado em função do tamanho da amostra (n);

\bar{S} é a média dos desvios padrões.

Para o cálculo dos limites de controle para \bar{S} são:

$$LSC = B_4\bar{S}$$

$$LIC = B_3\bar{S}$$

Onde:

B_4 e B_3 são valores tabelado em função do tamanho da amostra (n).

- **Cartas de controle \bar{X}/S para amostras de tamanhos diferentes**

As cartas de controle \bar{X}/S (médias e desvio padrão) para amostras de tamanhos diferentes são utilizadas quando o tamanho das amostras for de pelo menos $n=12$, contendo variações no tamanho das amostras. O cálculo é realizado seguindo as seguintes fórmulas:

Inicialmente se calcula a média ponderada das médias das amostras $\bar{\bar{X}}$;

$$\bar{\bar{X}} = \frac{n_1\bar{x}_1 + n_2\bar{x}_2 \dots + n_m\bar{x}_m}{n_1 + n_2 \dots n_m}$$

Desvio padrão \bar{S} e a média dos desvios padrões;

$$s = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad \bar{S} = \frac{\bar{S}_1 + \bar{S}_2 \dots \bar{S}_n}{m}$$

Tamanho médio das amostras:

$$\bar{n} = \frac{\sum ni}{m}$$

Logo a seguir calculam-se os limites de controle onde:

O cálculo para os limites de controle para $\bar{\bar{X}}$ são:

$$LSC = \bar{\bar{X}} + A_3\bar{S}$$

$$LIC = \bar{\bar{X}} - A_3\bar{S}$$

Onde:

A_3 é um valor tabelado em função do tamanho das amostras;

\bar{S} é a média dos desvios padrões.

Para o cálculo dos limites de controle para \bar{S} são:

$$LSC = B_4\bar{S}$$

$$LIC = B_3\bar{S}$$

Onde:

B_4 e B_3 são valores tabelado em função do tamanho da amostra (n);

- **Carta de controle I/MR para medidas individuais e amplitude móvel.**

As cartas de controle para I/MR controla processos em que são tomadas amostras de um só item, amostras de tamanho $n=1$.

Para construção das cartas de controle estima-se a variabilidade por meio da amplitude móvel (MR) de duas observações sucessivas. O cálculo é realizado seguindo as seguintes fórmulas:

Média das amostras \bar{X} :

$$\bar{X} = \frac{x_1 + x_2 \dots x_n}{m}$$

Amplitude móvel de cada amostra MR : $MR = |x_i - x_{i-1}|$

Valor absoluto da diferença entre uma observação e a anterior.

Média das amplitudes móveis:

$$\overline{MR} = \frac{\overline{MR}_2 + \overline{MR}_3 \dots + \overline{MR}_m}{m - 1}$$

Logo a seguir calculam-se os limites de controle onde:

Para os limites de controle de \bar{X} utiliza-se:

$$LSC = \bar{X} + 3 \frac{\overline{MR}}{d_2}$$

$$LIC = \bar{X} - 3 \frac{\overline{MR}}{d_2}$$

Onde:

d_2 é o valor tabelado de acordo com o tamanho da amostra ($n=2$);

\overline{MR} é a média das amplitudes móveis.

Para os limites de controle para a amplitude MR utiliza-se:

$$LSC = D_4 \overline{MR}$$

$$LIC = D_3 \overline{MR}$$

Onde:

D_3 e D_4 são valores tabelado em função do tamanho da amostra (n).

2.4.5 Implementação da Carta de Controle

É necessário conhecer o processo que deseja implementar a carta de controle tal como estabilizar o mesmo e fazer ajustes caso necessário. Segundo Vieira (2012) é necessário controlar o processo eliminando as causas especiais de variação. Para isso recomenda-se a leitura de pelo menos 20 amostras para construção dos limites de controle e a verificação da estabilidade do processo.

Na construção da carta controle é possível utilizar dados históricos para testar e fazer ajustes, atentando sempre para os limites pré-estabelecidos, assim será possível verificar se os pontos ficaram dentro dos limites, caso um ou mais pontos (*outlier* amostra de perfil anômalo cujos resultados são numericamente diferentes do conjunto de dados avaliados) saiam do limite evidencia-se que o processo está fora do controle. Faz-se necessário então a análise dos dados na tentativa de evidenciar a presença de causas especiais que podem ser contornadas, e posteriormente gera-se uma nova carta de controle para verificação do controle do processo.

2.4.6 Verificação dos Limites de Controle

Os limites de controle são verificados no gráfico quando os pontos são distribuídos aleatoriamente e encontram-se no gráfico dentro dos limites pré-estabelecidos sem apresentarem tendências, assim pode-se constatar que o processo está sob controle. O processo está fora do controle quando os pontos ficam fora do limite apresentando periodicidade, estratificação ou tendências crescentes ou decrescentes durante o processo (VIEIRA, 2012). Na Figura 22 são apresentados alguns exemplos de cartas de controle quando o processo está sob controle e quando não.

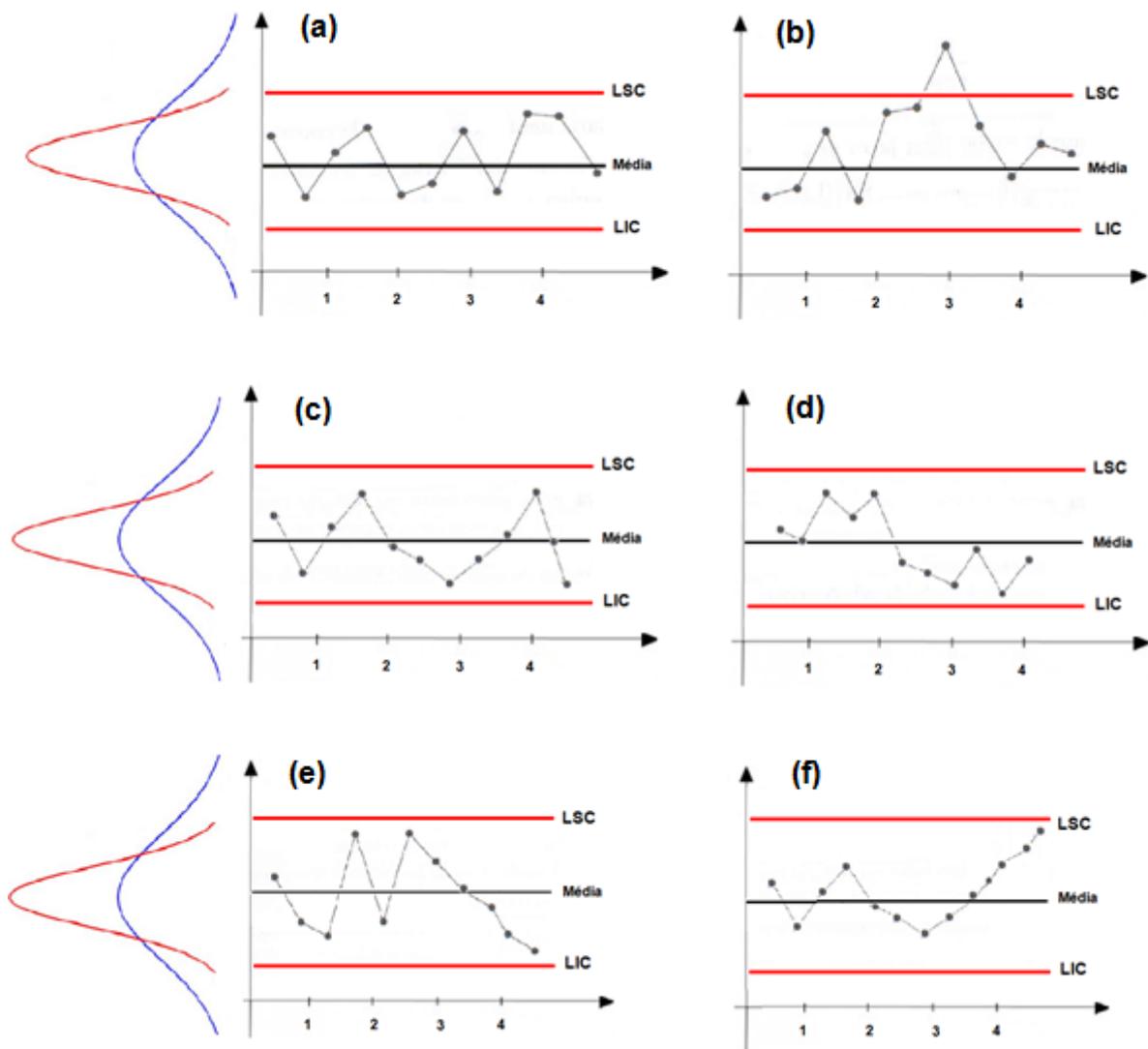


Figura 22: Exemplos de limites de controle (a) Processo sob controle, (b) Processo fora do controle, (c) Processo com periodicidade, (d) Processo com estratificação, (e) Processo com tendência decrescente, (f) Processo com tendência crescente. (Fonte: adaptado de Vieira, 2012).

Assim o ideal na carta de controle é que os resultados se distribuam na zona de controle, preferencialmente de forma aleatória em torno da média, fora desta área deve-se fazer uma análise crítica para discriminar casos em que o desvio se deve exclusivamente ao instrumento de análise e não a problemas extrínsecos como:

- Heterogeneidade dos itens analisados, isto ocorre quando algum item por um motivo desconhecido (erro aleatório) tem um perfil distinto (*outlier*) do conjunto dos itens analisados, isto pode ser um indício que o processo apresenta alguma não

conformidade, nestes casos o andamento do processo deve ser interrompido até que o problema seja sanado e a situação normalizada. Na Figura 23 é apresentado um exemplo de *outlier*:

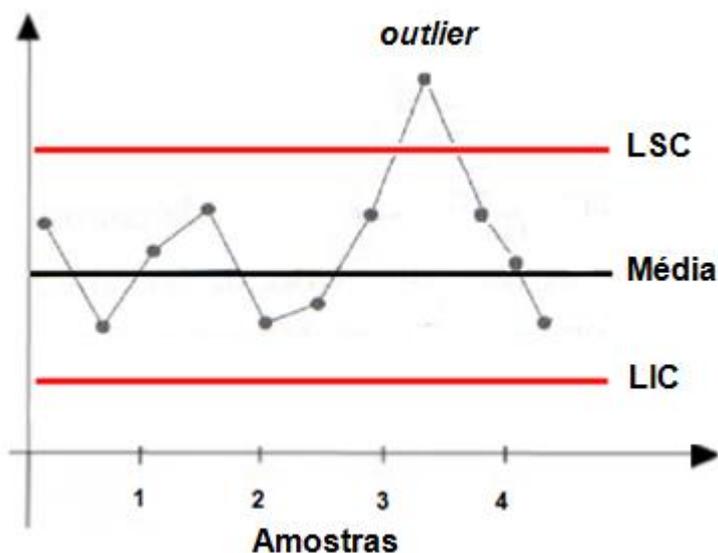


Figura 23: Exemplo de outlier (Fonte: adaptado de Vieira, 2012).

- Efeito arraste ou *carry over* surge quando os itens são analisados de modo sequencial. O coeficiente de arraste mede a extensão da interferência da análise de um item analisado previamente, isto pode ocorrer quando um item apresenta um valor anormalmente elevado. Nestes casos, espera-se que o impacto da extensão do efeito no resultado, não seja superior a 1% do valor apresentado pelo item analisado previamente.

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivo Geral

Implementara carta de controle no Laboratório de Qualidade do Leite da Embrapa Gado de Leite para avaliação dos resultados advindos de amostras de referência interna.

3.2 Objetivos Específicos

- Elaborar modelos de carta de controle empregando o software “Excel”.
- Implementar as cartas de controle elaboradas com o software “Excel” utilizando os resultados das análises das amostras de referência interna.
- Avaliar a carta de controle implementada no Laboratório, comparando com outras ferramentas já validadas no mercado.
- Verificar o comportamento dos resultados das análises das amostras de referência interna no decorrer do processo analítico.
- Identificar fatores que possa afetar o desempenho das cartas de controle.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

As cartas de controle foram implementadas no Laboratório de Qualidade do Leite (LQL) da Embrapa Gado de Leite, localizado na cidade de Juiz de Fora/MG.

O LQL possui três linhas de equipamentos para contagem total de bactérias (CTB) e três linhas para contagem de células somáticas (CCS) e determinação de componentes. As análises foram realizadas por uma equipe constituída de funcionários da Embrapa e colaboradores terceirizados.

Inicialmente foi selecionado um dos pontos críticos das variáveis importantes a serem monitoradas no processo de medição, selecionando a que pode impactar diretamente nos resultados gerados. Posteriormente, foi escolhida a ferramenta estatística carta de controle a que mais se adequou às especificidades das análises em questão para o controle e o monitoramento do processo.

4.1 Amostras de Referência Interna (Amostras piloto)

As amostras de referência interna, denominadas “Amostras piloto” pelo LQL foram selecionadas para ser o objeto de controle e dar início a implementação das cartas de controle. As amostras piloto (*check samples*) são amostras de referência interna do LQL aplicadas na rotina de análise para verificação da repetibilidade dos resultados fornecidos pelas análises de rotina de CCS, determinação centesimal de gordura, proteína, lactose e sólidos e CTB.

As amostras de leite cru destinadas para “amostra piloto” foram provenientes de leite cru bovino armazenado em um tanque de expansão devidamente refrigerado, coletadas por um colaborador do LQL, no Campo Experimental José Henrique Bruschi da Embrapa Gado de Leite, localizado no município de Coronel Pacheco/MG, foram coletados em torno de 10 litros de leite, em um recipiente de inox esterilizado, e transportados no mesmo dia para o LQL onde foi estocado em câmara fria com temperatura controlada, onde ficou aguardando o devido fracionamento.

O preparo iniciou-se com a higienização externa do recipiente em inox com álcool 70% antes de abrir o mesmo. Aberto o latão promoveu-se a agitação do meio para que os elementos constitutivos do leite (gordura, lactose, células somáticas, bactérias, etc.) se dispersassem em todo o meio de maneira homogênea e uniforme (Figura 24).



Figura 24: Processo de agitação do leite.

Após promover a agitação do leite o mesmo foi transferido com auxílio de um balde para o barrilete onde o leite foi agitado numa velocidade constante durante todo processo de amostragem (Figura 25).

**Barrilete onde o leite foi agitado
em uma velocidade constante**



Figura 25: Agitação do leite no barrilete durante o processo de amostragem.

O leite então foi fracionado em frascos de polipropileno com aproximadamente 40 mL de leite, contendo conservantes na forma de pastilhas. Nas amostras destinadas para análise de CCS e componentes utilizaram-se frascos de cor rosa, contendo o conservante bronopol®, que age como biocida, além de preservar a membrana celular das células somáticas. No caso das amostras destinadas para

análise de CTB utilizaram-se frascos de cor azul, contendo o conservante azidiol, que age como bacteriostático, e possui em sua formulação azida sódica. A presença dos conservantes foi evidenciada pela coloração das amostras de leite, alaranjada para o caso das amostras a serem submetidas a análise de CCS e componentes, e azulada para as de CTB (Figura 26).



**Amostra piloto destinada
para determinação de CCS e composição.**



**Amostra piloto destinada
para determinação de CTB.**

Figura 26: Frascos contendo conservantes utilizados para amostra piloto.

Após este processo de preparo os frascos foram armazenados em racks e enviados para os respectivos laboratórios (Laboratório de análises CCS e Composição e Laboratório de análises de CTB) (Figura 27).



Figura 27: Amostras piloto para análise de CCS e composição e CTB acondicionadas em racks.

4.2 Cálculo da Média das Amostras de Referência Interna (Amostras piloto)

Nos laboratórios foi calculado o valor médio dos parâmetros analíticos (gordura, proteína, lactose, sólidos totais, CCS e CTB). Para tanto o analista selecionou 20 amostras piloto escolhidas aleatoriamente do conjunto de amostras piloto, as mesmas foram analisadas nos equipamentos automatizados de CCS e composição e de CTB.

Os resultados das análises de CCS e composição e CTB foram lançados em uma planilha eletrônica (ANEXOS A e B), depois de inseridos os resultados na planilha eletrônica foram calculados automaticamente os valores médios, desvio-padrão e os limites superiores e inferiores utilizados como referência nas análises de rotina, de acordo com as fórmulas apresentadas a seguir:

Média:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i = \frac{1}{20} \sum_{i=1}^{20} x_i = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_{20}}{20}$$

Desvio-padrão:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{20} (x_i - \bar{x})^2}{19}}$$

Onde: \bar{x} é o valor médio (média amostral), sendo x_i a i -ésima medida de um total de 20 observações.

- Limite superior: $LS = \bar{x} + 10\% = 1,1 \cdot \bar{x}$

- Limite inferior: $LI = \bar{x} - 10\% = 0,9 \cdot \bar{x}$

Transformação logarítmica para dados de CTB: $x_T = \log_{10} x$

Sendo x_T o dado transformado (logaritmizado) e x o dado (resultado) que se pretende transformar.

Nos casos em que o desvio-padrão observado para o parâmetro gordura foi superior a 0,04 % (m/m), todo o conjunto de amostras piloto foi submetido a uma nova uniformização. Os valores calculados pela planilha eletrônica foram impressos e disponibilizados para consulta durante as análises de rotina.

Na rotina de análise inicialmente foi inserida uma amostra contendo solução de RBS 2%, detergente utilizado na limpeza das linhas de análise a cada lote de amostras seguida de uma amostra piloto. No caso de lotes muito grandes amostras piloto foram inseridas a cada intervalo de 60 amostras analisadas (Figura 28).

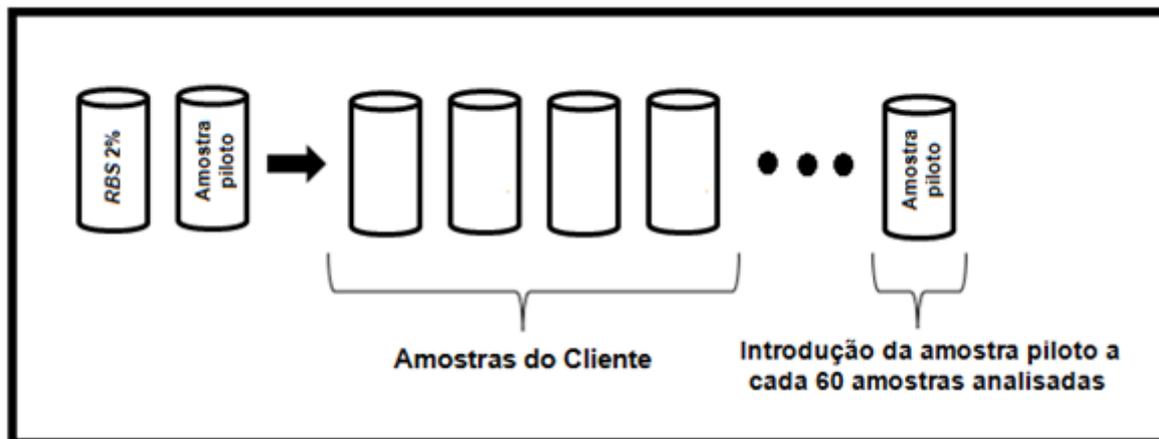


Figura 28: Posição da amostra piloto durante a execução das análises.

4.3 Parâmetros das Cartas de Controle

Primeiramente foram determinados os valores de tendência central das variáveis que se pretende controlar/monitorar. Os valores de tendência central foram originados internamente, a partir do valor médio exibido na análise de um conjunto de no mínimo 20 amostras ($n \geq 20$). O nível de rigor adotado para as cartas de controle do LQL foi de 10% do valor da média, valor este utilizado pelos laboratórios que fazem parte da RBQL e 8% do valor da média sugerido internamente. Estes parâmetros de variabilidade definiram os limites inferiores e superiores de controle, delimitando assim as zonas de controle, alerta e ação. Os mesmos foram calculados conforme as equações apresentadas a seguir:

- Linha Média:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i = \frac{1}{20} \sum_{i=1}^{20} x_i = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_{20}}{20}$$

-Desvio-padrão:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{20} (x_i - \bar{x})^2}{19}}$$

Onde: \bar{x} o valor médio (média amostral) sendo x_i a i -ésima medida de um total de 20 observações.

- LSC = Limite Superior de Controle; $LSC = \bar{x} + 10\% = 1,1 \cdot \bar{x}$
- LIC = Limite Inferior de Controle; $LIC = \bar{x} - 10\% = 0,9 \cdot \bar{x}$
- LSA = Limite Superior de Alerta; $LSA = \bar{x} + 8\% = 1,08 \cdot \bar{x}$
- LIA = Limite Inferior de Alerta; $LIA = \bar{x} - 8\% = 0,92 \cdot \bar{x}$

Transformação logarítmica para dados de CTB: $x_T = \log_{10} x$

Sendo x_T o dado transformado (logaritmizado) e x o dado (resultado) que se pretende transformar.

4.4 Desenvolvimento das Cartas de Controle

A partir da definição do uso da carta de controle, como ferramenta para supervisionar o processo de análise e das “amostras piloto”, como objeto de controle, foi desenvolvida em planilhas eletrônicas no software “Excel”. Esta ferramenta, de fácil acesso, permitiu que as cartas de controle fossem geradas sempre que conduzidas as análises de rotina nos equipamentos automatizados.

Foi utilizada a máscara padrão de formulário adotada pelo LQL (Figura 29 e ANEXOS C e D). Nesta máscara foram inseridos os registros iniciais que possibilitam a rastreabilidade do processo como: responsável; equipamento, data, legenda e a opção “Limpar planilha” que exclui dados já inseridos (Figura 30).

| LABORATÓRIO DE QUALIDADE DO LEITE | | | | | | | Embrapa Gado de Leite |
|---|---------------|----------------|---------------|---------------|-------------|--|--------------------------|
| FORMULÁRIO | | | | | | | Página 1 de 1 |
| Título: CARTA CONTROLE - ANÁLISES CCS E COMPOSIÇÃO | | | | | | | Revisão nº 00 |
| Código: FOR-LQL-TEC-24a | | | | | | | |
| Responsável: | | | | | | Data: | |
| Equipamento: | | | | | | Limpa Planilha Entre com os registros | |
| LEGENDA: LSC: Limite Superior de Controle LIC: Limite Inferior de Controle LSA: Limite Superior de Ação LIA: Limite Inferior de Ação | | | | | | | |
| Piloto # | Gordura % m/m | Proteína % m/m | Lactose % m/m | Sólidos % m/m | CCS kCCS/ml | [mCCS] Log ₁₀ kCCS/ml | #/Ano |
| Media | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | --- | |
| LC (%) | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | --- | |
| LA (%) | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | --- | |
| Min | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | --- | |
| Max | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | --- | |
| 1 | | | | | | | |
| 2 | | | | | | | |
| 3 | | | | | | | |
| 4 | | | | | | | |
| 5 | | | | | | | |

Figura 29: Registros exigidos (campos destacados em amarelo).

| LABORATÓRIO DE QUALIDADE DO LEITE | | Empresa |
|--|----------------|---|
| FORMULÁRIO | | Gado de Leite |
| Título: CARTA CONTROLE - ANÁLISES CCS E COMPOSIÇÃO | | Página 1 de 1 |
| Código: FOR-LQL-TEC-24a | | Revisão nº: 00 |
| Responsável: [] | Data: [] | LEGENDA: LSC: Limite Superior de Controle LIC: Limite Inferior de Controle LSA: Limite Superior de Ação LIA: Limite Inferior de Ação |
| Equipamento: [] | Limpa planilha | |

Figura 30: Formulário destacando a opção de apagar registros anteriores.

Após a definição dos dados iniciais foram estruturados campos na planilha onde foram inseridos os resultados da média do piloto e campos para inserção dos resultados obtidos no decorrer da análise. Os resultados foram desenvolvidos para serem reportados na forma de carta de controle mostrando o comportamento das amostras piloto no decorrer da jornada de trabalho (Figura 31).

Foram adotados pelo LQL os seguintes parâmetros, zonas, limites, interpretação e os critérios de avaliação listados nos Quadros 2 e 3.

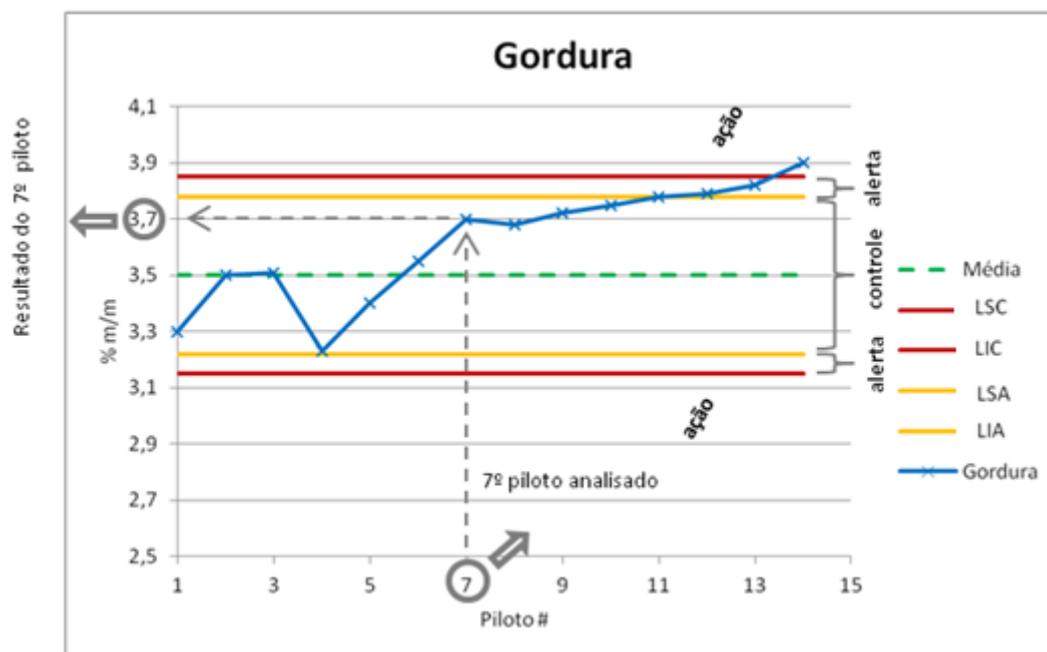


Figura 31: Modelo de carta de controle utilizada pelo LQL.

Quadro 2. Parâmetros adotados para as linhas guias dos gráficos.

| Parâmetro | Legenda | Apresentação |
|--|--------------------|--|
| Resultado das amostras pilotos para os parâmetros avaliados: gordura, proteína, lactose, sólidos totais, CCS ou CTB. | Parâmetro avaliado | Aspecto da linha: contínua Cor da linha: Azul Aspecto dos pontos: x Cor dos pontos: Azuis |
| Média calculada para o parâmetro avaliado das amostras pilotos em uso. | Média | Aspecto: Linha tracejada Cor: Verde |
| Limite Superior de Controle | LSC | Aspecto: Linha contínua Cor: Vermelha |
| Limite Inferior de Controle | LIC | |
| Limite Superior de Alerta | LSA | Aspecto: Linha contínua Cor: Amarela |
| Limite Inferior de Alerta | LIA | |

Quadro 3. Interpretação das zonas de controle.

| Zona | Limites | Interpretação |
|----------|-----------------------------------|--|
| Controle | Entre LIA e LSA | Processo analítico sob controle |
| Alerta | Entre LIA e LIC e entre LSA e LSC | Processo analítico em condições marginais |
| Ação | Acima da LSC e abaixo a LIC | Processo analítico indicando desvios e exigindo ações para o restabelecimento da conformidade. |

Estabelecidos os parâmetros, zonas, limites, interpretação e os critérios de avaliação, iniciaram-se os testes na rotina de análises do LQL nos equipamentos automatizados, seguindo as diretrizes citadas anteriormente.

As cartas de controle foram monitoradas visualmente de maneira sistemática através dos resultados obtidos com as amostras piloto. A análise estatística do comportamento dessas amostras ao longo do processo analítico pode revelar desvios que podem ter como origem: heterogeneidades ocorridas no preparo das amostras piloto; problemas nos equipamentos que prejudicam a repetibilidade, como funcionamento inadequado de válvulas de injeção de alíquotas e de reagentes de análise (Figura 32); obstruções na tubulação do equipamento, volume insuficiente de amostra injetada na célula de fluxo; desalinhamento do laser do citometro de fluxo (Figura 33); problemas nos dispositivos de aquecimento dos equipamentos; problemas nas soluções utilizadas nas análises; efeito arraste; erros de operador como, por exemplo, volume insuficiente de amostra para análise (pouco frequente uma vez que os equipamentos são automatizados).

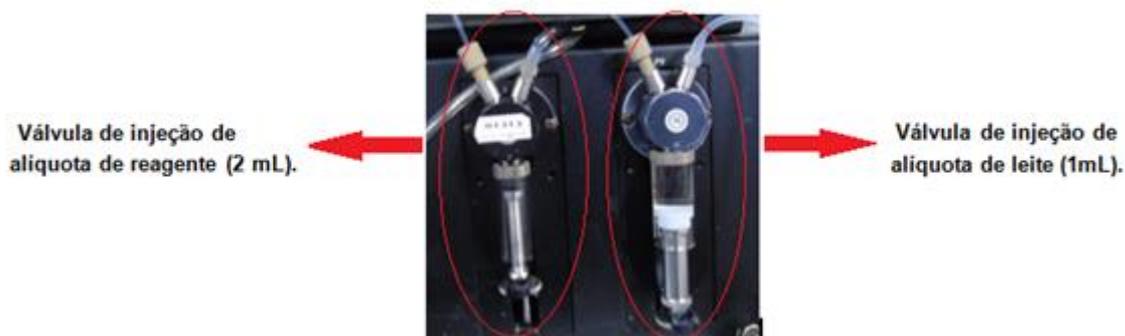


Figura 32: Válvulas de injeção de alíquotas de leite e reagentes de análise.

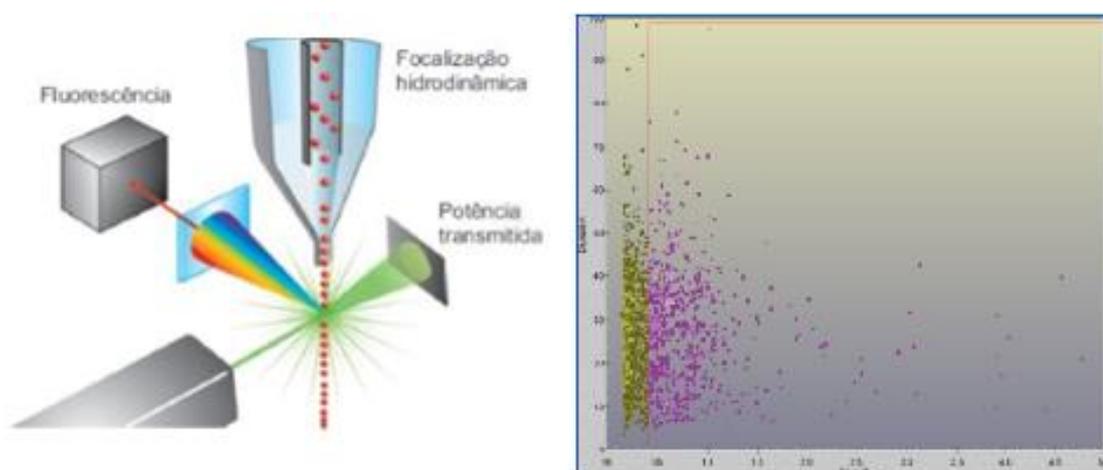


Figura 33: Citometro de fluxo (Fonte: adaptado de Bentley Instruments, 2015).

4.5 Informações sobre as Amostras e os Gráficos

Após os procedimentos iniciais de recepção das amostras, as mesmas foram registradas no sistema informatizado do LQL, onde foram organizadas em caixas controladas que tem a capacidade de acondicionar 60 amostras, as mesmas foram encaminhadas para seus respectivos laboratórios juntamente com a planilha impressa contendo a sequência em que as amostras foram organizadas. Nos laboratórios as amostras foram conferidas para certificar a sequência das amostras contidas na planilha com as amostras dispostas nas caixas controladas. Após o colaborador conferir e aprovar a sequência das amostras foram realizados os registros iniciais contidos em formulários específicos (Anexo E e F). Neste formulário o colaborador inseriu os dados de identificação do equipamento, data de análise, código de

identificação do cliente no LQL, identificação do arquivo, quantidade de amostras e responsável pela análise, informações estas que permitem manter a rastreabilidade do processo.

Após estes procedimentos as amostras foram registradas na base de dados do equipamento onde a análise foi realizada. As amostras então foram transferidas das caixas controladas para racks com capacidade de vinte amostras onde foram agitadas e direcionadas para análise. No caso das amostras para CCS e componentes as mesmas foram dispostas no banho-maria por aproximadamente ± 20 minutos a temperatura do banho-maria dever ser ajustada de modo que possibilite a análise das amostras a uma temperatura de $40 \pm ^\circ\text{C}$.

4.6 Levantamento dos Dados para Elaboração das Cartas de Controle

Os dados utilizados para a elaboração das cartas de controle apresentadas neste trabalho foram provenientes das “amostras piloto”, destinadas para as análises de CCS e determinação centesimal de gordura, proteína, lactose e sólidos. Os dados foram coletados em 03/09/2014 (Anexo G).

Os teores de gordura, proteína, lactose, extrato seco e extrato seco desengordurado foram determinados pelo método indireto baseado em espectroscopia de absorção no Infravermelho. Foi utilizado o equipamento eletrônico da marca Bentley Instruments modelo Somacount FCM Bentley FTS (Nexgen) identificação (85014 – 82014) segundo protocolos estabelecidos pela IDF (2000). A análise do leite para determinação da CCS foi realizada pelo método citometria de fluxo, por meio do equipamento eletrônico da marca Bentley Instruments, NexGen modelo Somacount FCM Bentley FTS identificação (85014 – 82014) segundo protocolos estabelecidos na norma ISO 13366-2/ International Dairy Federation (IDF) 148-2 (IDF, 2006) (Figura 34).



Figura 34: Equipamento marca Bentley Instruments NexGen modelo Somacount FCM Bentley FTS (Nexgen) (Fonte: Bentley Instruments, 2015a).

Já os dados destinados para análise de CTB foram coletados em 24/11/2014 (Anexo H). Os dados utilizados para a carta de controle - análises CCS e composição (Anexo I) e para análises de CTB (Anexo J) foram dispostos nas planilhas criada pelo LQL.

A análise do leite para determinação da contagem total de bactéria CTB foi realizada pelo equipamento eletrônico da marca Bentley Instrument, modelo Bactcount IBC identificação 1109, cujo princípio analítico baseia-se na citometria de fluxo, seguindo protocolos estabelecidos na norma ISO 21187/International Dairy Federation (IDF) 196 (IDF, 2004) (Figura 35).



Figura 35: Equipamento marca Bentley Instruments modelo Bactcount IBC. (Fonte: Bentley Instruments, 2015b).

Para uma melhor compreensão da discussão dos resultados torna-se necessário salientar a nomenclatura adotada pelo LQL apresentadas no Quadro 4.

Quadro 4. Nomenclatura utilizada no LQL.

| DADOS DA MÉDIA DO PILOTO | | | |
|--|--|---|---|
| Linha guia | Interpretação | Critério utilizado | |
| \bar{x} | Linha Média | $\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_{20}}{20}$ | |
| NÍVEL DE RIGOR ADOTADO PARA OS LIMITES DE CONTROLE | | | |
| 10% do valor da média para os limites de controle. 8% do valor da média para os limites de LSA e LIA. | | | |
| LINHA GUIA – CARTA DE CONTROLE | | | |
| Linha guia | Interpretação | Critério utilizado | Observação: |
| LSC Limite Superior de Controle | Acima (LSC) e abaixo (LIC) desta linha o processo analítico indica desvios exige ações para restabelecimento da conformidade. | $\bar{x} + 10\% = 1,1. \bar{x}$ | Nas análises de CTB os limites estabelecidos pelas linhas guias são estabelecidos a partir da média logaritmizada na base 10. $x_T = \log_{10} x$ Sendo x_T o dado transformado (logaritmizado) e x o dado (resultado) que se pretende transformar. |
| LIC Limite Inferior de Controle | | $\bar{x} - 10\% = 0,9. \bar{x}$ | |
| Alerta | Dados entre as linhas LSA e LSC e entre LIC e LIA indica que o processo analítico encontra-se operando em condições marginais. | | |
| LSA Limite Superior de Alerta | Entre as linhas (LSA) e (LIA) o processo analítico está sob controle. | $\bar{x} + 8\% = 0,92. \bar{x}$ | |
| LIA Limite Inferior de Alerta | | $\bar{x} - 8\% = 0,92. \bar{x}$ | |

As cartas de controle geradas no Excel foram comparadas com as cartas de controle geradas no software Minitab versão de avaliação. O software é voltado para fins estatísticos que oferece ferramentas de Controle da Qualidade.

Foi utilizada a carta de controle I/MR para medidas individuais e amplitude móvel. As cartas de controle para medidas individuais são utilizadas nos casos em que medimos a mesma característica em diversos pontos, como no caso das amostras piloto que foram medidas no decorrer do processo de análise. As cartas de controle para as medidas da amplitude móvel foram utilizadas para verificar a variação da característica da qualidade (componentes% contagem de células somáticas ou contagem total de bactérias) dentro de cada amostra, contribuindo para a verificação

da variação total do processo. Para construção das cartas de controle foram utilizados os valores de tendência central originados internamente e amplitude móvel através da análise de um conjunto de no mínimo 20 amostras ($n \geq 20$). O cálculo foi realizado seguindo as seguintes diretrizes:

Quadro 5. Nomenclatura utilizada pelo software Minitab.

| DADOS DO PILOTO | | | |
|---|--|--|--|
| Linha guia | Interpretação | Critério utilizado | |
| \bar{x} | Linha Média | $\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_m}{m}$ <p>Onde: m é o total de observações do dia.</p> | |
| NÍVEL DE RIGOR ADOTADO PARA OS LIMITES DE CONTROLE | | | |
| <p>- Amplitude móvel de cada amostra MR: $MR = x_i - x_{i-1}$</p> <p>- Média das amplitudes móveis: $\overline{MR} = \frac{\overline{MR}_2 + \overline{MR}_3 + \dots + \overline{MR}_m}{m-1}$</p> <p>Onde: \bar{x} é o valor médio (média amostral) sendo x_i a i-ésima medida de um total de n observações.</p> | | | |
| LINHA GUIA – CARTA DE CONTROLE | | | |
| Linha guia | Interpretação | Critério utilizado | Observação: |
| LSC Limite Superior de Controle | Acima desta linha o processo analítico encontra-se fora do controle. | $LSC = \bar{X} + 3 \frac{\overline{MR}}{d_2}$ <p>Onde: d_2 é o valor tabelado de acordo com o tamanho da amostra.</p> | Nas análises de CTB os limites estabelecidos pelas linhas guias são estabelecidos a partir da média logaritimizada na base 10. |
| Controle | Dados entre LSC e LIC indica que o processo analítico está sob controle. | | $x_T = \log_{10} x$ |
| LIC Limite Inferior de Controle | Baixo desta linha o processo analítico encontra-se fora do controle. | $LIC = \bar{X} - 3 \frac{\overline{MR}}{d_2}$ <p>Onde: d_2 é o valor tabelado de acordo com o tamanho da amostra.</p> | Sendo x_T o dado transformado (logaritimizado) e x o dado (resultado) que se pretende transformar. |

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Gordura

A gordura é o componente de maior variabilidade no leite, influenciada por fatores genéticos, ambientais, estágio de lactação e pelo manejo nutricional (BRITO et al., 2015a). Além das influências fisiológicas e genéticas é importante ressaltar que esse parâmetro é criticamente influenciado por procedimentos inadequados de amostragem.

Por meio da carta de controle para gordura (Figura 36), verificou-se que o processo manteve regularidade ao longo do tempo, com valores bem próximos ao valor da média (3,56 % m/m), e nenhuma amostra fora dos limites de controle (Limite Superior de Controle (LSC) 3,92% m/m e Limite Inferior de Controle (LIC) 3,20 % m/m).

Pode-se inferir que o processo de preparo das amostras até a sua análise foi bem conduzido, pois o componente gordura se encontra sob forma de pequenos glóbulos dispersos em emulsão no leite. Os glóbulos de gordura em decorrência de seu peso específico menor que o meio que as envolve, apresentam com tendência a se concentrarem nas camadas superiores quando em repouso.

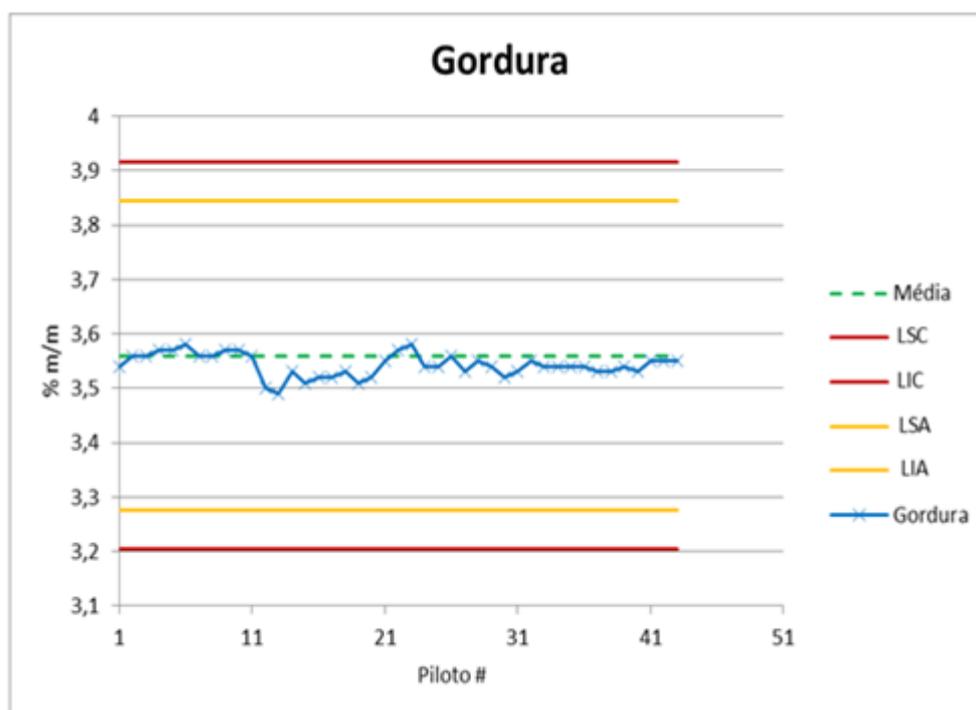


Figura 36: Carta de controle para a característica da qualidade gordura.

Na figura 37 são apresentadas as cartas de controle para medidas individuais para a característica da qualidade gordura. Como pode-se observar das 43 amostras analisadas, quatro delas se apresentaram fora dos limites de controle. Duas acima do limite superior de controle e duas abaixo do limite inferior de controle.

Com intervalo de controle de 3 sigmas o processo se torna mais rigoroso tornando possível incorrer no erro tipo I onde se afirmaria que o processo estaria fora de controle quando na verdade ele estaria dentro do controle se fosse determinado o intervalo de 10% que é utilizado pela RBQL de comum acordo, conforme apresentado na Figura 36.

Considerando que o processo se tornará menos rigoroso se considerarmos o intervalo de 10% (Figura 36) pode-se incorrer no erro tipo II onde se considera o processo dentro do controle quando na verdade ele pode estar fora do controle se compararmos com o intervalo de controle de 3 sigmas.

Vale ressaltar a importância de determinar a rotina de análise para verificação das amostras fora de controle a fim de aperfeiçoar o processo. A não determinação de uma rotina de controle poderia incidir no atraso das análises, considerando a interrupção do processo a cada amostra fora do controle.

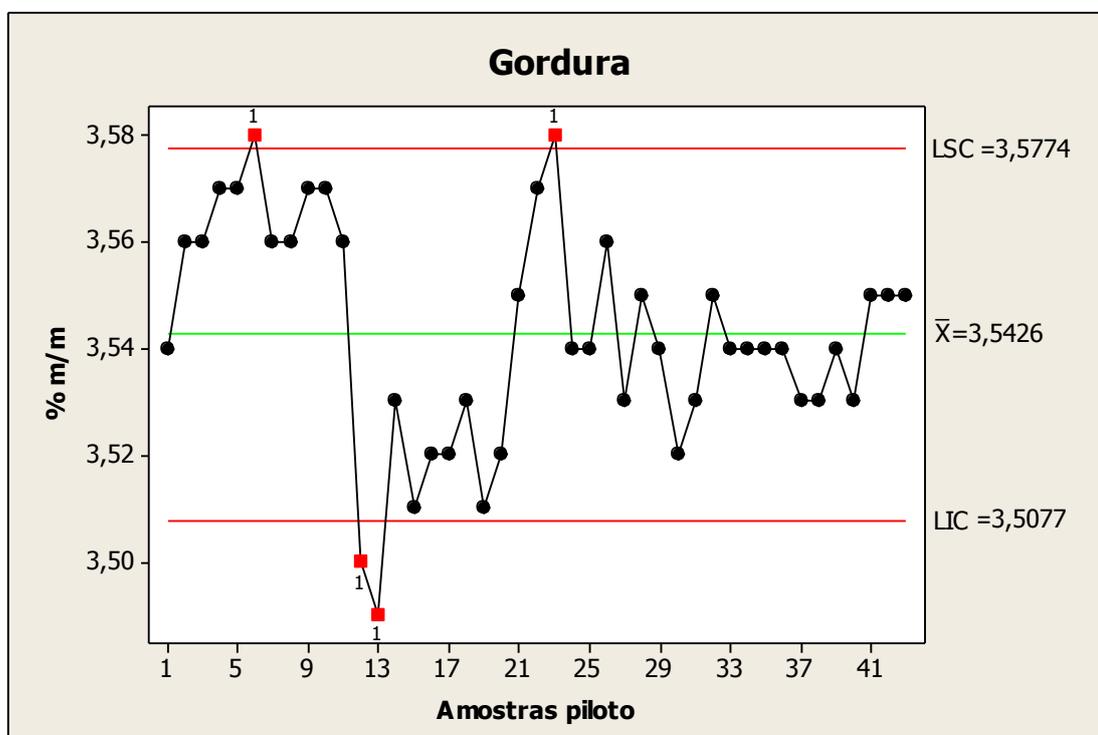


Figura 37: Carta de controle para medidas individuais para a característica da qualidade gordura.

5.2 Proteína

A proteína total do leite é composta por numerosas proteínas. A principal proteína é a caseína, que é de grande interesse tecnológico pelo fato de ser altamente resistente ao calor (BRITO et al., 2015a).

Na Figura 38 pode-se observar que o componente proteína manteve regularidade ao longo do tempo, com valores bem próximos ao valor da média (2,94 %m/m), e nenhuma amostra fora dos limites de controle (LSC 3,23% m/m e LIC 2,64 % m/m).

Devido à estabilidade deste componente pode-se verificar a importância de se coletar leite de um rebanho conhecido destinado ao preparo das amostras piloto.

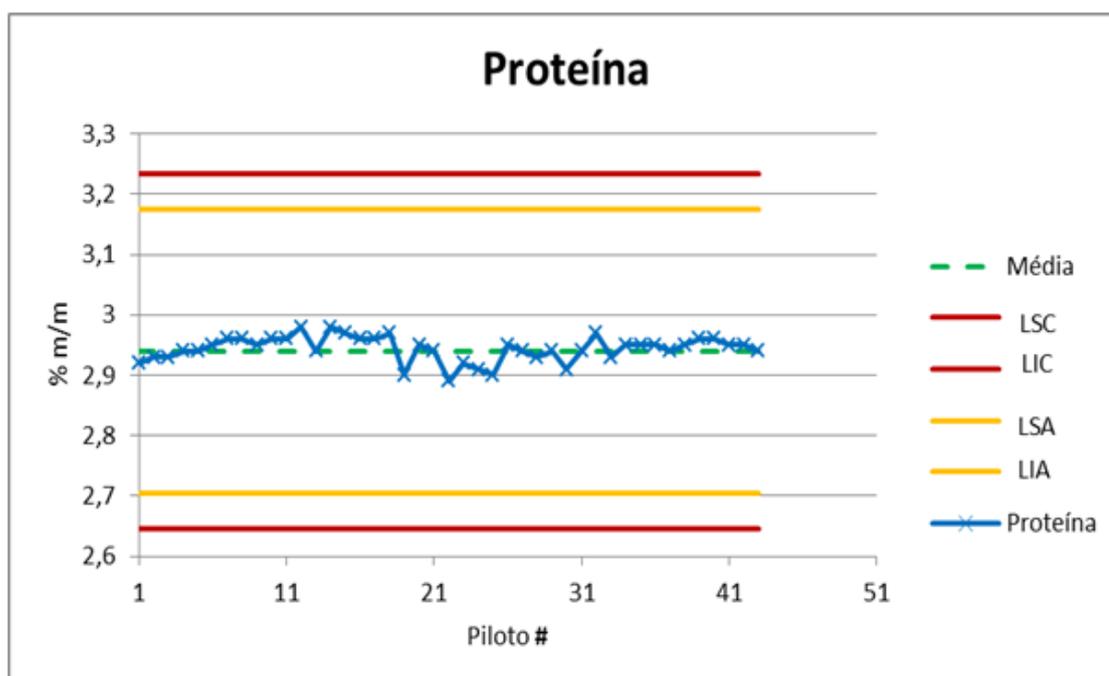


Figura 38: Carta de controle para a característica da qualidade proteína.

Na Figura 39, com intervalo de controle de 3 sigmas, podemos verificar que das 43 amostras somente uma ficou abaixo do limite inferior de controle. Uma rotina para detecção de amostras de perfil anômalo cujos resultados são numericamente diferentes do conjunto de dados avaliados (*outlier*) é de suma importância impedindo que o equipamento seja parado a cada perfil anômalo o que ocasionaria atraso nas análises.

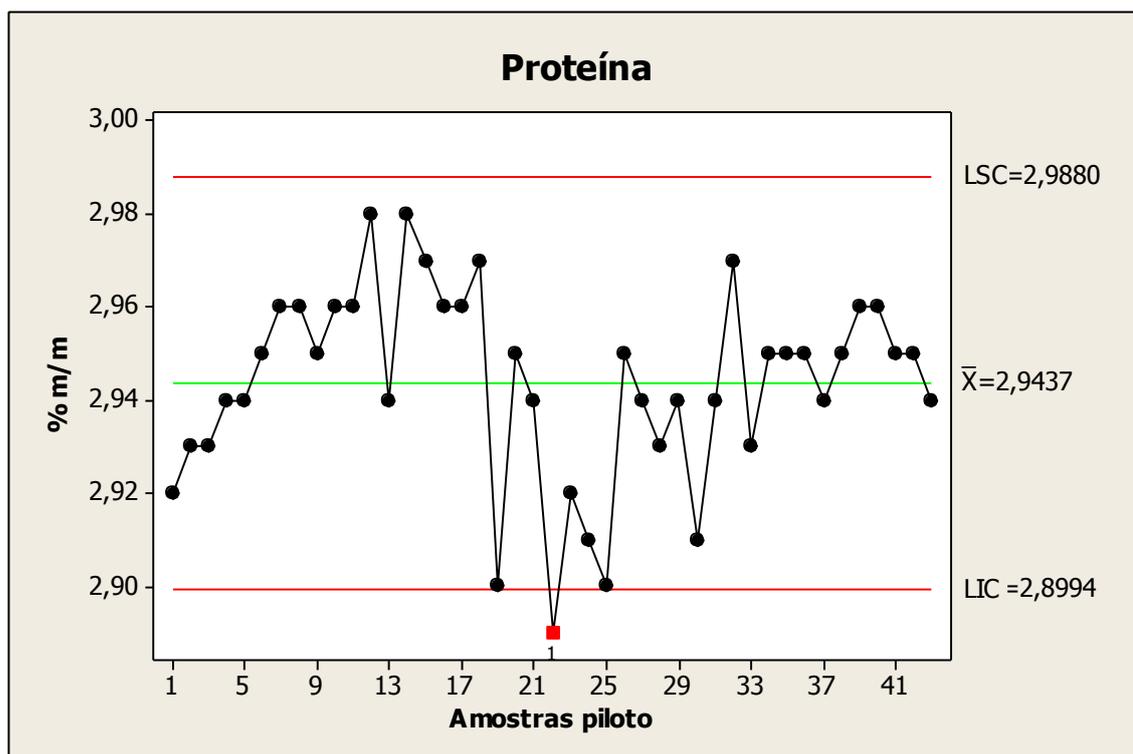


Figura 39: Carta de controle para medidas individuais para a característica da qualidade proteína.

No caso de amostras de perfil anômalo é de suma importância criar rotinas para verificação dos *outlier* onde o operador verifica se existe uma amostra com valor anômalo anterior à amostra piloto, pois esta amostra pode estar sendo impactada pelo efeito de arraste. Este impacto para amostra posterior não pode ser superior a 1% do valor apresentado pelo item analisado previamente, assim o operador poderá dar sequência nas análises sem ter que reanalisar as amostras posteriores ao *outlier*.

Pode-se verificar que as amostras são condizentes com o perfil do componente proteína, bem estável, mas quando comparado com o intervalo de 10% (Figura 39) não é possível detectar o *outlier* e nenhuma ação pode ser tomada.

5.3 Lactose

A lactose é o principal carboidrato do leite. É um dos elementos mais estáveis do leite, isto é, menos sujeito a variações (BRITO et al., 2015a).

Podemos verificar esta estabilidade através do gráfico de controle para lactose apresentado na Figura 40. Pode-se constatar que o processo manteve regularidade com pouca variação ao longo do tempo, com valores bem próximos ao valor da média (4,48 %m/m), e nenhuma amostra fora dos limites de controle (LSA 4,93% m/m e LIA 4,03 % m/m).

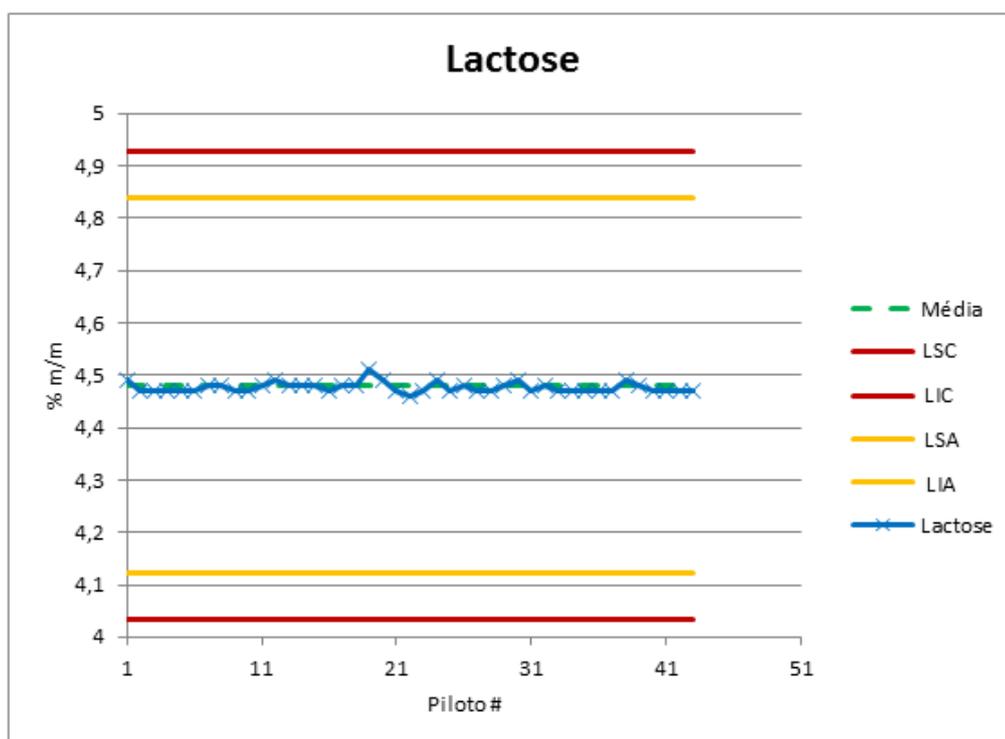


Figura 40: Carta de controle para a característica da qualidade lactose.

Na Figura 41, com intervalo de controle de 3 sigmas, podemos verificar que das 43 amostras somente uma ficou acima do limite superior de controle. A mesma pode ser considerada uma amostra de perfil anômalo (*outlier*), vale ressaltar que é de suma importância que se analise a amostra anterior a ela para que se confirme se tratar de um *outlier*.

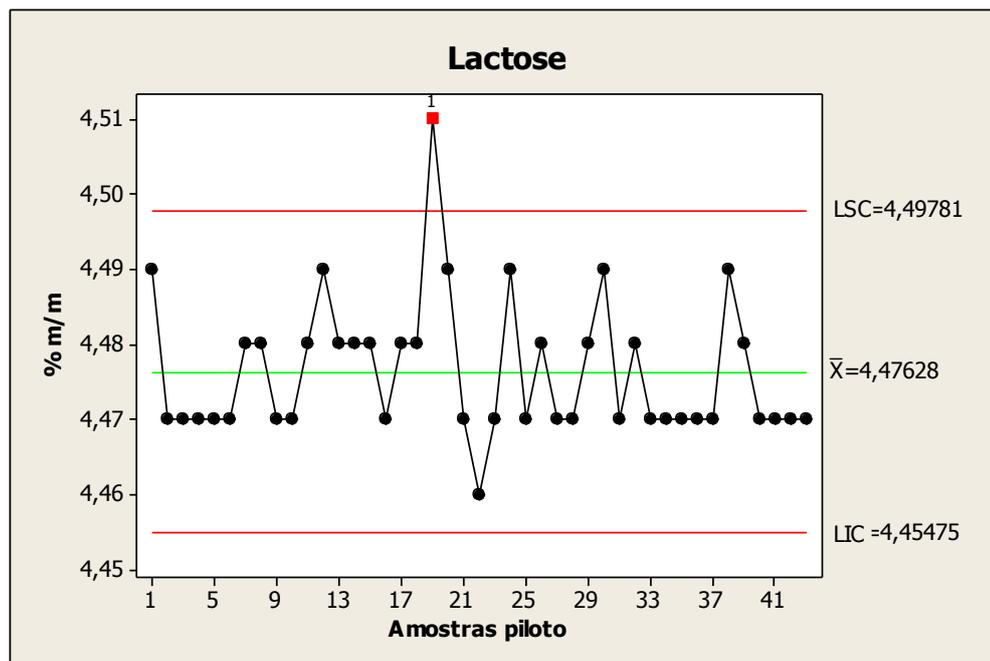


Figura 41: Carta de controle para medidas individuais para a característica da qualidade lactose.

O componente lactose é um componente muito estável apresentando pouca variação ao longo do tempo podendo ser notado nas amostras 2,3,4,5,6, e 33,34,35,36 e 37. Estas tendências devem ser analisadas levando em consideração que o equipamento trabalha liberando resultados com duas casas decimais e levando em consideração que o perfil da lactose é muito estável quando comparado aos demais componentes.

Comparado com o intervalo de 10% (Figura 40) não foi possível detectar o *outlier* e as variações das amostras ficaram quase imperceptíveis.

5.4 Sólidos Totais

Sólidos totais ou extrato seco total engloba todos os componentes do leite exceto a água. Os componentes do leite permanecem em equilíbrio, de modo que a relação entre eles é muito estável (BRITO et al., 2015a).

Através do gráfico de controle para sólidos totais (Figura 42), verificou-se que o processo manteve regularidade ao longo do tempo, com valores bem próximos ao valor da média (11,89 % m/m), e nenhuma amostra fora dos limites de controle

(LSC 13,08% m/m e LIC 10,07 % m/m). Pode-se inferir que o processo de preparo para amostras até a sua análise foi bem conduzido.

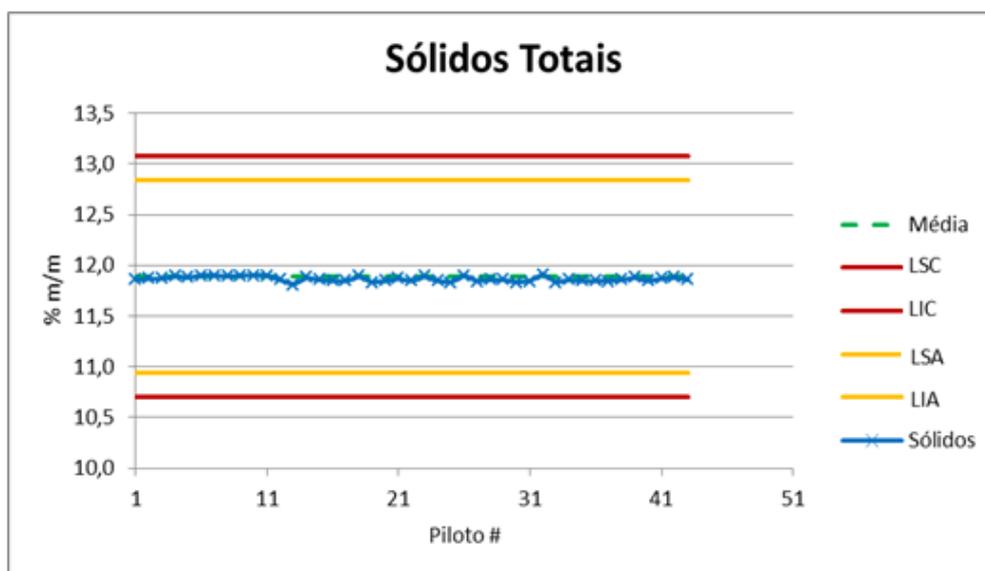


Figura 42: Carta de controle para a característica da qualidade sólidos totais.

Comparado com o intervalo em 10% (Figura 42) pode se verificar na carta com intervalo de controle de 3 sigmas que das 43 amostras nenhuma ficou fora dos limites de controle (Figura 43). O processo manteve regularidade ao longo do tempo, com valores em torno da média, e nenhuma amostra fora dos limites de controle.

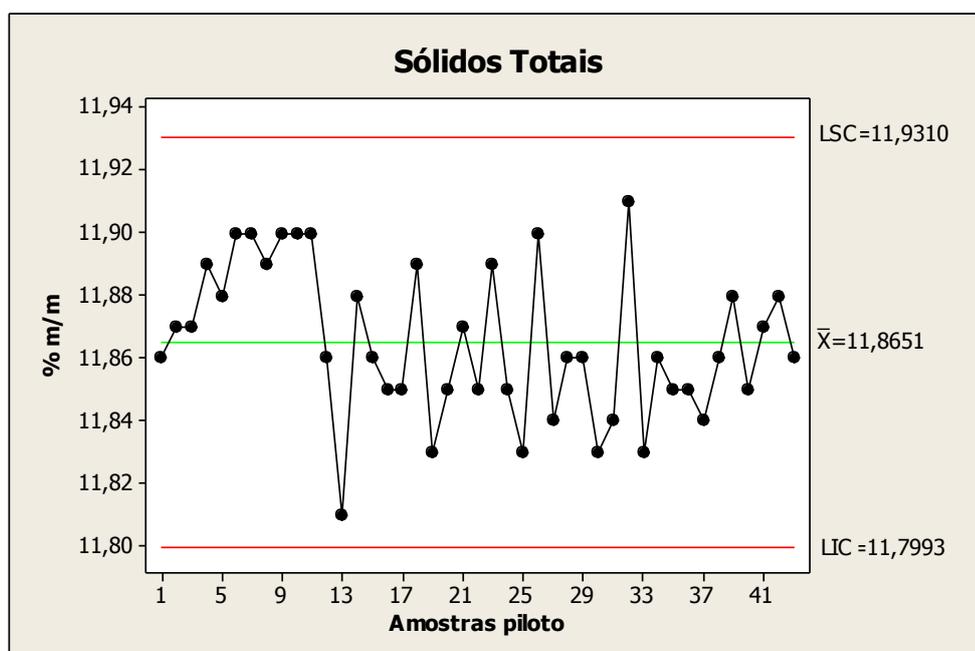


Figura 43: Carta de controle para medidas individuais para a característica da qualidade sólidos totais.

5.5 Contagem de Células Somáticas – CCS

As células somáticas (CCS) são as células de defesa do animal originadas do sangue que migram para o úbere e também as células de descamação da glândula mamária (SOUZA, 2007). É considerada um indicador geral da saúde do úbere e utilizada como indicador universal da qualidade do leite (HARMON, 1994; JAYARAO, 2003; SCHUKKEN et al., 2003).

A CCS do rebanho é utilizada para estimar o percentual de animais e quartos mamários infectados e de acordo com Eberhart et al. (1982) os resultados apresentam uma relação diretamente proporcional com perdas de produção.

Por meio do gráfico de controle para CCS (Figura 44), verificou-se que o processo manteve regularidade ao longo do tempo, com valores bem próximos ao valor da média (260.000 células/mL). Das 43 amostras analisadas, cinco amostras ultrapassaram o limite de ação sendo duas amostras acima do LSA (283.000 e 282.000 células/mL), e três abaixo do LIA (235.000, 236.000 e 237.000 células/mL), demonstrando a importância do analista ficar alerta as condições marginais do processo.

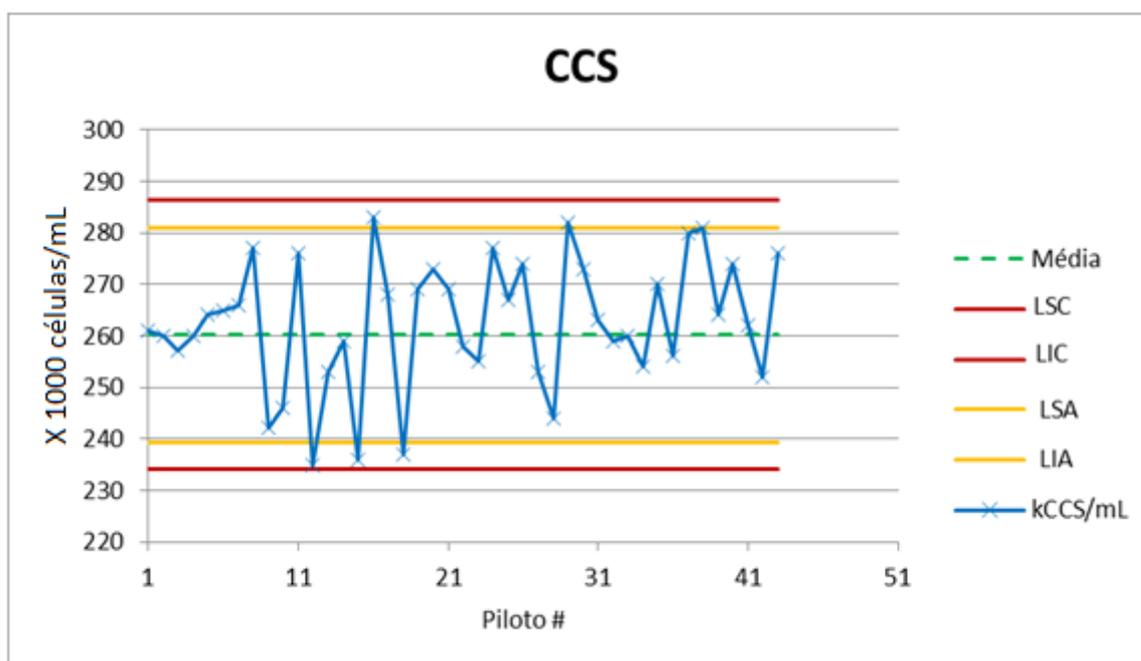


Figura 44: Carta de controle para a característica da qualidade CCS.

A faixa denominada limite de atenção é interpretado como condições marginais de comportamento das amostras neste caso cuidados redobrados devem ser tomados principalmente com relação à incidência de resultados na zona de alerta, havendo necessidade de uma rotina para a interrupção do processo analítico para se avaliar a causa de tais desvios que pode advir do equipamento que necessita de manutenção.

Na Figura 45, com intervalo de controle de 3 sigmas, podemos verificar que das 43 amostras nenhuma ficou fora dos limites de controle. Pode-se verificar a estabilidade do componente com pouca variação ao longo do tempo.

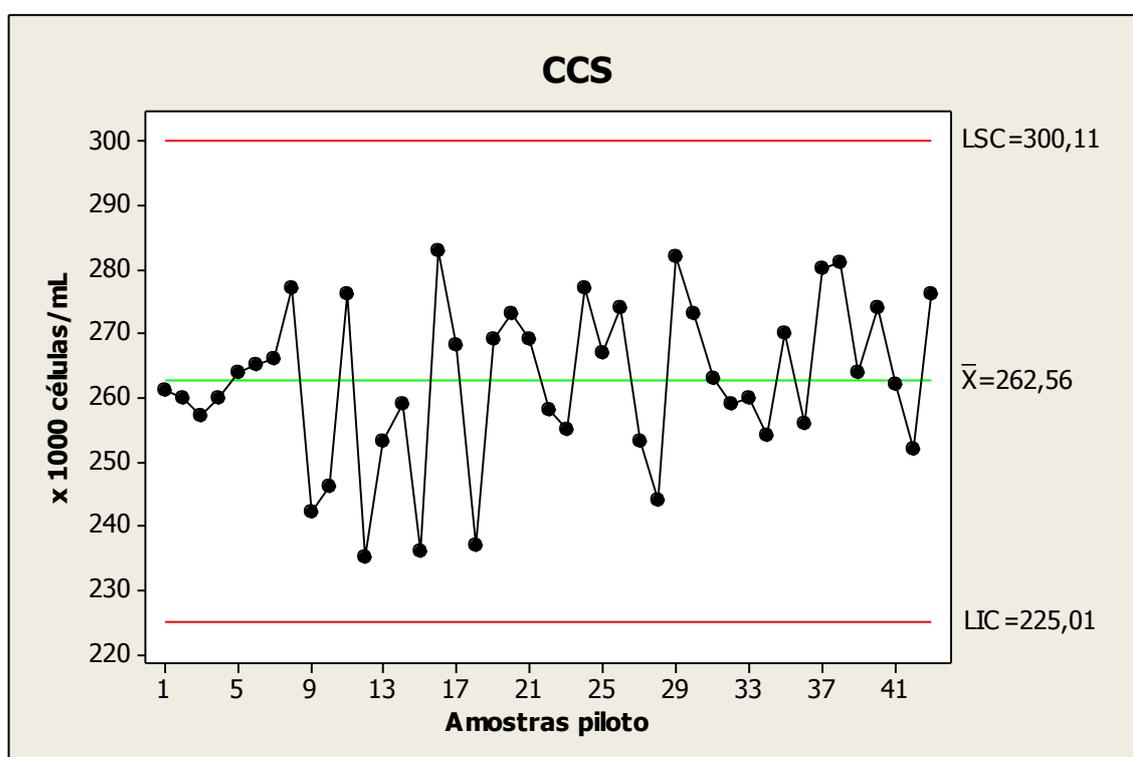


Figura 45: Carta de controle para medidas individuais para a característica da qualidade CCS.

5.6 Contagem Total de Bactérias – CTB

Dentre as principais fontes de contaminação bacteriana do leite cru podemos citar glândula mamária infectada, pele de tetos e úbere, e utensílios utilizados na ordenha e armazenamento do leite. Entretanto, quando os procedimentos de higiene no momento da ordenha e refrigeração imediata não estão adequados, bactérias

causadoras de mastite podem influenciar na contagem total de bactérias do leite (SOUZA, 2010).

Pode-se verificar através do gráfico de controle para CTB (Figura 46), que o processo manteve regularidade ao longo do tempo, com valores bem próximos a média (278.000UFC/mL). Como pode ser observado das 29 amostras analisadas, uma amostra alcançou o limite de ação. Neste caso, posição onde o analista deve interpretar como processo de condições marginais, sendo necessário observar o comportamento da próxima amostra piloto. Caso ocorra incidência de resultados na zona de controle, deve-se interromper a rotina analítica para se avaliar a causa dos desvios que pode advir do equipamento que necessita de manutenção.

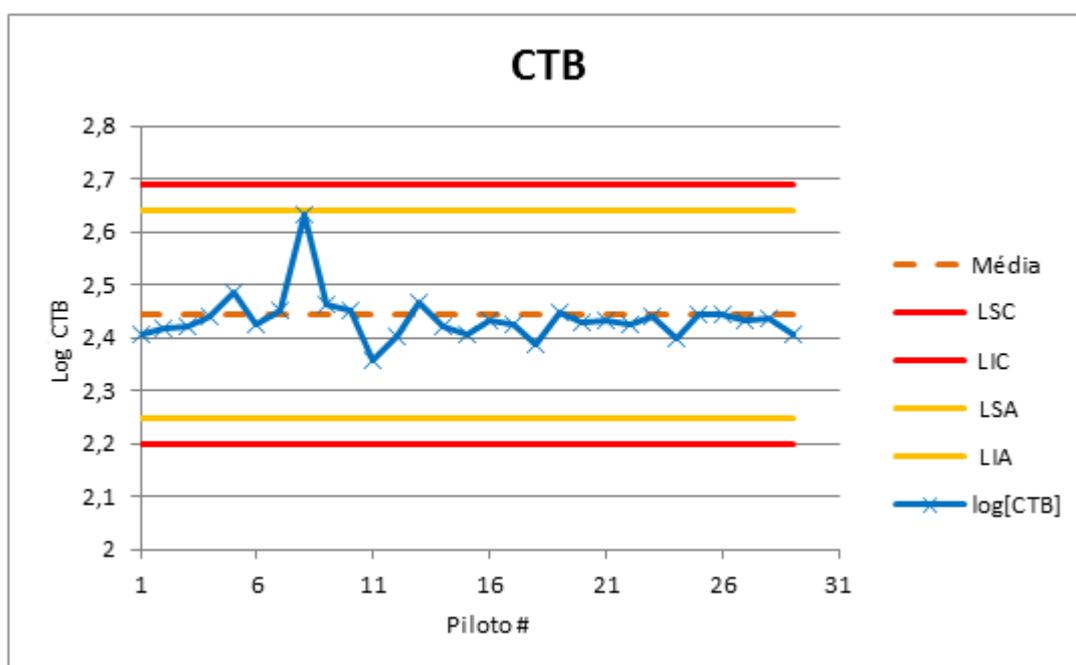


Figura 46: Carta de controle para a característica da qualidade CTB.

Na Figura 47, com intervalo de controle de 3 sigmas, pode se verificar que das 29 amostras somente uma ficou acima do limite superior de controle. A amostra pode ser considerada uma amostra de perfil anômalo (*outlier*) e desta forma ressalta-se a importância que se analise a amostra anterior a ela, para que se confirme tratar-se de um *outlier*. Para ser considerado um *outlier* o impacto da amostra anterior não pode ser superior a 1% do valor apresentado pelo item analisado previamente.

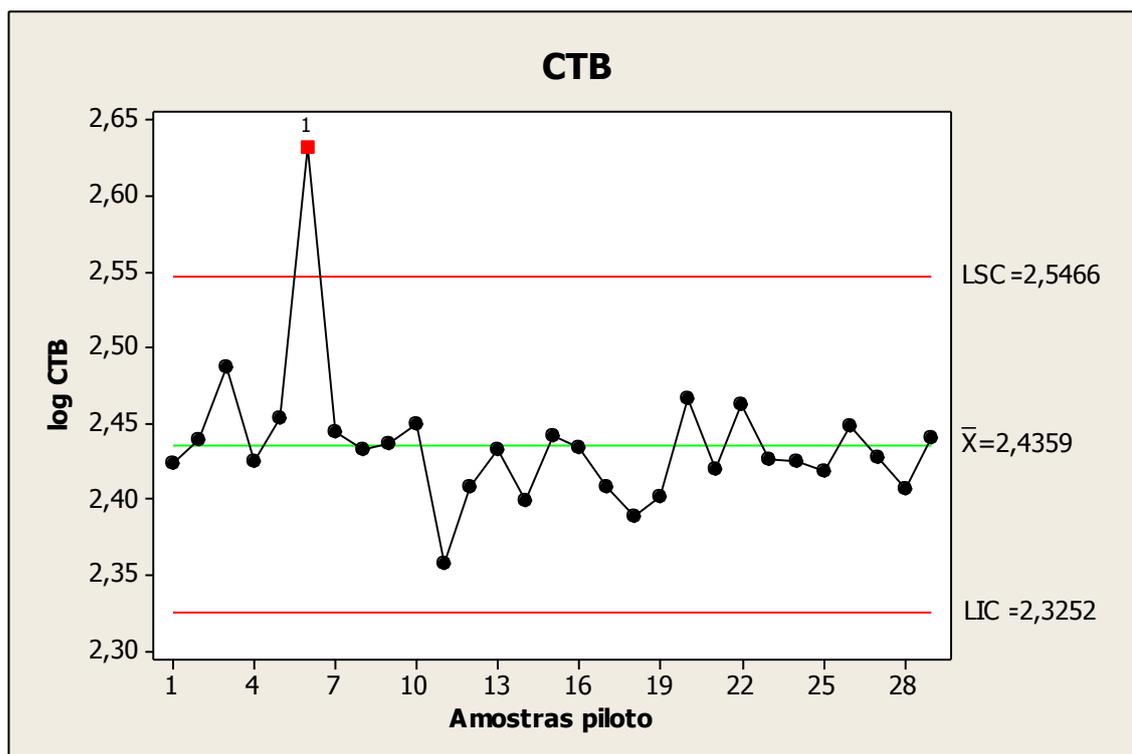


Figura 47: Carta de controle para medidas individuais para a característica da qualidade CTB.

É importante estabelecer uma rotina para detectar *outlier* e efeito arraste ou *carry over* para que o processo não seja interrompido a cada ponto fora do controle. No caso do exemplo citado foi verificado que se tratava de um efeito arraste devido a alta contagem de bactérias da amostra anterior que ultrapassou o valor de 1%.

5.7 Considerações Finais e Sugestões para Trabalhos Futuros

A preocupação com a qualidade final dos resultados das análises no LQL motivou o desenvolvimento de uma ferramenta estatística a carta de controle capaz de prever se um processo está ou não sob controle.

A revisão de literatura foi importante para o conhecimento e procedimento correto da aplicação das cartas de controle. Através destas informações foi possível avaliar os procedimentos utilizados na rotina do laboratório, facilitando à interpretação e implementação.

A carta de controle desenvolvida em planilhas eletrônicas com software “Excel” mostrou-se estável para a característica da qualidade gordura quando comparada a carta de controle gerada pelo software Minitab. Todavia quando o processo utilizou 3 sigmas torna-se mais rigoroso sendo possível incorrer em erros. Um estudo mais aprofundado para se determinar novos parâmetros para o processo é de suma importância.

Na carta de controle para a característica da qualidade proteína destacou-se a importância de se avaliar amostras de perfil anômalo (*outlier*), pois esta amostra pode estar sendo impactada pelo efeito arraste.

A lactose é um dos componentes mais estáveis do leite e manteve regularidade na carta controle utilizando o software “Excel” com variações quase que imperceptíveis, mas quando se utiliza um intervalo de controle de 3 sigmas, proposto pelo software Minitab foi possível verificar uma amostra de perfil anômalo. Neste caso foi possível detectar a necessidade de um conhecimento profundo do processo e da característica do componente que se está trabalhando, evitando assim interrupções no processo de análise.

A carta de controle para a característica da qualidade sólidos totais ou extrato seco se mostrou bem estável quando comparada com o software “Excel” e software Minitab com valores em torno da média, afirmando a robustez da ferramenta quando comparada a ferramenta já validadas no mercado.

A carta de controle para CCS manteve regularidade ao longo do tempo em ambas as ferramentas utilizadas.

Foi possível constatar a importância do analista que verifica visualmente alterações ou tendências na carta de controle e assim pode acionar uma ação corretiva.

A carta de controle para a característica da qualidade contagem total de bactérias CTB reafirmou a necessidade de se analisar amostras de perfil anômalo, esta pode ter sido impactada por uma amostra analisada anterior. Assim a necessidade de uma rotina de análise para que o processo não seja interrompido a cada *outlier*.

Como o processo de melhoria da qualidade é muito dinâmico as melhorias para o controle da qualidade podem ser estendidas para outros processos do laboratório auxiliando na tomada de decisão.

Segue algumas sugestões para o desenvolvimento de novos trabalhos:

- Implementação de novos parâmetros para o processo.
- Implementação de cartas de controle para outros processos do laboratório.
- Implementação de um software especializado para sanar problemas como *outlier* e efeito arraste (*carry over*).
- Implementação de ferramentas do CEP para o estudo de variabilidade que ocorre com maior frequência no laboratório, com o levantamento e análise destas informações, criando novas rotinas e equipes de trabalho.
- Comprar a carta controle proposta pelo *International Dairy Federation (IDF)*.

6 CONCLUSÃO

Através das cartas de controle, foi possível verificar o comportamento das amostras de referência interna (amostras piloto) no decorrer do processo analítico, indicando a importância de se detectar desvios, pois uma rápida tomada de decisão reflete diretamente no final da jornada de trabalho, já que poupará tempo e custos advindos do retrabalho. Através dos dados analisados, pode-se afirmar que a carta de controle implementada no Laboratório de Qualidade do Leite é bastante robusta, se comparada a outra ferramenta já validada no mercado. A mesma se mostrou viável e econômica considerando que foi desenvolvido em planilhas eletrônicas com software “Excel”, ferramenta de fácil acesso e de baixo custo. Finalizando, torna-se necessário que após a construção e implementação das cartas de controle no laboratório, o processo de amadurecimento da ferramenta envolva toda a equipe. Deste modo, as expectativas do operador que atua na condução do processo, de análise se refletirão na melhoria contínua do processo de maneira que todos os esforços se convergem em ações de prevenção mais eficiente reduzindo tempo e custo das operações realizadas no Laboratório.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **Conheça a ABNT**. Disponível em: <<http://www.abnt.org.br/abnt/conheca-a-abnt>>. Acesso em: 18 nov. 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR ISO/IEC 17025**: Requisitos gerais para competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, 2005.

ARAÚJO, L. C. G. de. **Organização, sistemas e métodos e as tecnologias de gestão organizacional**. 3. ed. São Paulo: Atlas, 2010, v. 2, 424p.

AULDIST, M. J.; HUBBLE, I. B. Effects of mastitis on raw milk and dairy products. **Australian Journal of Dairy Technology**, v. 53, p. 28-36, 1998.

BENTLEY INSTRUMENTS. **A próxima geração de análises de leite**. 3f. Disponível em: <<http://dairy.com.br/download/13%20-%20Somacount%20FCM%20-%20Brochure.pdf>>. Acesso em: 20 abr. de 2015a.

BENTLEY INSTRUMENTS. **IBC BactoCount**. Disponível em: <<http://dairy.com.br/equipamentos/bentley-ibc/>>. Acesso em: 20 abr. de 2015b.

BRAMLEY, A. J.; MCKINNON, C. H. The microbiology of raw milk. In: ROBINSON, R. K. (Ed.). **Dairy Microbiology**. 2. ed. New York: Elsevier Science Publishers, 1990. p. 163-208. v. 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Portaria N.º 56, de 7 de dezembro de 1999. Submete à Consulta Pública o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite Pasteurizado. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 7 dez. 1999a.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Instrução Normativa N.º 42, de 20 de dezembro de 1999. Plano Nacional de Controle de Resíduos em Produtos de Origem Animal – PNCR. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 22 dez. 1999b.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Instrução Normativa N.º 37, de 18 de abril de 2002. Instituir a Rede Brasileira de Laboratórios de Controle da Qualidade do Leite, com objetivo de realizar análises laboratoriais para fiscalização de amostras de leite cru, recolhidas em propriedades rurais e em estabelecimentos de laticínios. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 19 abr. 2002a.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Instrução Normativa N.º 48 de 12 de agosto 2002. Dispõe sobre regulamento técnico de equipamentos de ordenha - dimensionamento e funcionamento. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 14 ago. 2002b.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Instrução Normativa N.º 53 de 16 de agosto 2002. Dispõe sobre regulamento técnico para fabricação, funcionamento e ensaios de eficiência de tanques refrigeradores de leite a granel. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 18 ago. 2002c.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Instrução Normativa N.º 51 de 18 de setembro de 2002. Dispõe sobre regulamentos técnicos de produção, identidade e qualidade do leite tipo A, do leite tipo B, do leite tipo C, do leite pasteurizado e do leite cru refrigerado e o regulamento técnico da coleta de leite cru refrigerado e seu transporte a granel. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 20 set. 2002d.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Instrução Normativa N.º 34 de 14 de julho de 2011. Resolve acrescentar ano anexo da Instrução Normativa N.º 01, de 16 de janeiro de 2007, o inciso XVI no art. 7º e os arts. 33, 34 e 35, com as seguintes redações: comprovante de acreditação na Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 – Requisitos Gerais para a Competência de Laboratório de Ensaio e Calibração, emitido pelo Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial – Inmetro, válido e atualizado, para todas as determinações analíticas ou ensaios para os quais o credenciamento foi solicitado. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 15 jul. 2011a.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Instrução Normativa N.º 62, de 29 de dezembro de 2011. Dispõe sobre regulamentos técnicos de produção, identidade, qualidade, coleta e transporte de leite. **Diário Oficial da União**, Brasília (DF), 30 dez. 2011b.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Portaria N.º 50, de 27 de fevereiro de 2009. Resolve credenciar o Laboratório de Qualidade do Leite Prof. José de Alencar do Centro Nacional de Pesquisa da Gado de Leite, CNPJ nº 00.348.003/0013-54, situado na rua Eugênio do Nascimento, nº 610, Bairro Dom Bosco, CEP 36.038-330, Juiz de Fora, para realizar análises de Controle de Qualidade do Leite em amostras oriundas do controle oficial e programas específicos do MAPA. **Diário Oficial da União, Brasília**, DF, 2 mar. 2009.

BRITO, M. A.; BRITO, J. R.; ARCURI, E.; LANGE, C.; SILVA, M.; SOUZA, G. **Composição**. Disponível em:

<http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia8/AG01/arvore/AG01_128_21720039243.html>. Acesso em: 12 abr. 2015a.

BRITO, M. A.; BRITO, J. R.; ARCURI, E.; LANGE, C.; SILVA, M.; SOUZA, G. **Tipos de Microrganismos**. Disponível em:

<http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia8/AG01/arvore/AG01_182_21720039246.html>. Acesso em: 15 jun. 2015b.

BRITO, J. R. F.; PINTO, S. M.; SOUZA, G. N.; ARCURI, E. F.; BRITO, M. A. V. P.; SILVA, M. R. Adoção de boas práticas agropecuárias em propriedades leiteiras na Região Sudeste do Brasil como um passo para a produção de leite seguro. **Acta Scientiae Veterinariae**, v. 32, n. 2, p. 125-131, 2004.

CHAMPAGNE, C. P.; LAING, R.; ROY D.; MAFU, A.; GRIFFITHS, N. W. Psychrotrophs in dairy products: their effects and their control. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 34, p. 1-30, 1994.

COSTA, A.F.B.; EPPRECHT, E. K.; CARPINETTI, L. C.R. **Controle Estatístico de Qualidade**. 2. ed. São Paulo: Atlas, 2005. 334 p.

DEMING, W. E. **Quality, productivity, and competitive position**. MIT. Center for Advanced Engineering Study, 1986.

DRAAIYER, J.; DUGDILL, B.; BENNETT, A.; MOUNSEY, J. **Milk testing and payment systems**: Resource Book: a practical guide to assist milk producer groups. Rome: FAO, 2009. 77 p.

DURR, J.W. Programa nacional de melhoria da qualidade do leite: uma oportunidade única. In: DURR, J.W.; CARVALHO, M.P.; SANTOS, M.V. O. **Compromisso com a Qualidade do Leite**. Passo Fundo: Editora UPF, 2004, v.1. p. 38-55.

EBERHART, R. J.; HUTCHINSON, J.; SPENCER, S. B. Relationships of bulk tank somatic cell counts to prevalence of intramammary infection and to indices of herd production. **Journal of Food Protection**, v. 45, n. 12, p. 1125-1128, 1982.

EMBRAPA GADO DE LEITE. Análise e Melhoria de Processos (AMP). Embrapa Gado de Leite 2007. **Embrapa Gado de Leite**. Juiz de Fora. Maio de 2007.

FARINA, E. M. M. Q.; GUTMAN, G. E.; LAVARELLO, P. J.; NUNES, R.; REARDON, T. Private and public milk standards in Argentina and Brazil. **Food Policy**, v.30, n. 3, p. 302-315, jun. 2005.

FACULDADES ASSOCIADAS DE UBERABA (FAZU). **Comunicado Técnico 12**. Disponível em: <<http://www.fazu.br/Imagens/publicacoes/documentos/ComTec12.pdf>>. Acesso em: 11 abr. de 2015.

FEIGENBAUM, A.V. **Total quality control**. McGraw-Hill, 1986.

FERNANDES, W.A.O **Movimento da Qualidade no Brasil**. Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial, 2011.155 p.

HARMON, R.J. Physiology of mastitis and factors affecting somatic cell counts. **Journal of Dairy Science**, v.77, n.7, p.2103-2113, 1994.

HAYES, M. C.; RALYEA, R. D.; MURPHY, S. C.; CAREY, N. R.; SCARLETT, J. M.; BOOR, K. J. Identification and characterization of elevated microbial counts in bulk tank milk. **Journal of Dairy Science**, v. 84, n. 1, p. 292-298, Jan. 2001.

HICKS, C. L.; ALLAUDDIN, M.; LAUGLOIS, D. E.; O'LEARY, J. Psychrotrophic bacteria reduce cheese yield. **Journal of Food Protection**, v. 45, p. 331-334, 1982.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA (IBGE). Estatística da Produção Pecuária: dezembro de 2010. **Indicadores IBGE**. Disponível em: <http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/indicadores/agropecuaria/producaoagropecuaria/abate-leite-couro-ovos_201003_publ_completa.pdf>. Acesso em: 10 set. 2014.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA (INMETRO). Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia – **VIM**. 3. ed. Rio de Janeiro, 2003. 75p.

INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION. Payment systems for ex-farm milk. **Bulletin of the International Dairy Federation**, Brussels, n. 403/2006, 2006.106 p.

INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION (IDF) 141C - Determination of milkfat, protein and lactose content – Guidance on the operation of mid-infrared instruments. Brussels, Belgium, 2000.15p.

INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION (IDF) 148-2 - Milk - Enumeration of somatic cells – Part. 2: Guidance on the operation of fluoro-opto-electronic counters. Brussels, Belgium, 2006. 16p.

INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION (IDF) 196 - Milk – Quantitative determination of bacteriological quality – Guidance for establishing and verifying a conversion relationship between routine method results and anchor method results. Brussels, Belgium, 2004. 13p.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO). **The ISO story**. Disponível em: <http://www.iso.org/iso/home/about/the_iso_story.htm#21>. Acesso em: 13 dez. 2014.

ISHIKAWA, K. **Guide to quality control**. Asian Productivity Organization, 1972.

JAYARAO B. M.; WOLFGANG, D. R. Bulk tank milk analysis a useful tool for improving milk quality and herd udder. **Veterinary Clinics Food Animal**, v.19, n.1, p. 75-92, 2003.

JURAN, J. M.; GRAYNA, F. M.; BINGHAM, R. S. (Ed.). **Quality control handbook**. 4. ed. McGraw-Hill, 1988.1774 p.

KITCHEN, B. J. Review of the progress of dairy science. Bovine mastitis: milk composition changes related to diagnostic tests. **Journal of Dairy Research**. v. 48, p. 167-88, 1981.

LANGLEY, G.; MOEN, R.; NOLAN, K.; NOLAN, T.; NORMAN, C.; PROVOST, L. **The Improvement Guide: A Practical Approach to Enhancing Organizational Performance**. 2. ed. San Francisco: Jossey-Bass, 2009. 512 p.

MARGARIDO, M. A.; BUENO, C. R. F.; MARTINS, V. A. Produtos lácteos: algumas considerações nutricionais e econômicas. **Textos para discussão: Instituto de Economia Agrícola (IEA/SP)**, 1-7, 2004.

MONTGOMERY, D. C. **Introdução ao controle estatístico da qualidade**. 4. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2009. 513 p.

OKANO, M. T; VENDRAMETTO, O; SANTOS, O. S. Como a organização dos produtores de leite da região de Fartura em uma rede de empresas beneficiou a produtividade leiteira. In: CONGRESSO NACIONAL DE EXCELÊNCIA EM GESTÃO, 6, 2010, Niterói. **Anais...**Niterói, 2010. Disponível em: <http://www.excelenciaemgestao.org/Portals/2/documents/cneg6/anais/T10_0296_1264.pdf>. Acesso em: 17 dez. 2014.

PORTAL ACTION. **Gráficos de Controle por Atributo**. Disponível em: <<http://www.portalaction.com.br/controle-estatistico-do-processo/graficos-de-controle-por-atributo>>. Acesso em: 11 mar. 2015a.

PORTAL ACTION. **Gráficos de Controle por Variáveis**. Disponível em: <http://www.portalaction.com.br/controle-estatistico-do-processo/graficos-de-controle-por-variaveis>>. Acesso em: 11 mar. 2015b.

PORTAL ACTION. **Variabilidade do processo**. Disponível em: <<http://www.portalaction.com.br/controle-estatistico-do-processo/introducao>>. Acesso em: 10 fev. 2015c.

SÃO PAULO (Estado) Secretaria da Saúde. Coordenadoria de Controle de Doenças (SES). Instituto Adolfo Lutz. **Manual para elaboração de cartas controle para monitoramento de processos de medição quantitativos**. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2013. 79 p.

SCHUKKEN, Y.H.; WILSON, D.J.; WELCOME, F.; GARRISON-TIKOFSKY, L.; GONZALEZ, R.N. Monitoring udder health and milk quality using somatic cell counts. **Veterinary Research**, v.34, n.5, p.579–596, 2003.

SESA. Secretaria do Estado da Saúde do Paraná. **Treinamento para Aplicação do Roteiro de Inspeção em Laboratórios de Análises Clínicas e Postos de Coleta Laboratorial**. Disponível em: <<http://pt.slideshare.net/euripedes/capacitacao-de-laboratorios-visa-parana-cqi-e-cqe>>. Acesso em: 11 dez. 2014.

SLACK, N. **Administração da produção**. 3. ed. São Paulo: Atlas, 2009.

SOUZA, G. N. de; BRITO, J. R. F. **Fatores de risco para contagem de células somáticas**. Panorama do Leite OnLine, Juiz de Fora - MG, 12 dez. 2007.

SOUZA, G. N. de; BRITO, M. A. V. P.; LANGE, C. C.; RODRIGUES, M. de C.; SANTOS, F. R. dos. **Associação entre mastite subclínica e contagem total de bactérias do rebanho**. Panorama do Leite OnLine, Juiz de Fora - MG, 12 set. 2010.

STEVENSON, W. J. **Estatística aplicada à administração**. 1 ed. São Paulo: Harbra Ltda, 2001.

USDA.USDA Foreign Agricultural Service. **Foreign Agricultural Service**. Disponível em: <<http://apps.fas.usda.gov/psdonline/>>. Acesso em: 10 jan. 2014.

VIEIRA, S. **Estatística para a qualidade**. 2. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2012. 244 p.

WERKEMA, C. **Avaliação de Sistemas de medição**. 2. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2011. 110 p.

ANEXOS

ANEXO A: Modelo de planilha para o cálculo da média das amostras piloto de CCS e composição

| LABORATÓRIO DE QUALIDADE DO LEITE | | | | |  Gado de Leite |
|--|---------------|-----------------------|--------------|-------------------|--|
| FORMULÁRIO | | | | | Página 1 de 1 |
| Título: CÁLCULO DA MÉDIA DAS AMOSTRAS PILOTO DE CCS E COMPOSIÇÃO | | | | | Revisão nº: 00 |
| Código: FOR-LQL-04a | | | | | |
| Responsável: | | | | | |
| Equipamento: | | Em uso no período de: | | | |
| amostra # | Gord. % (m/m) | Prot. % (m/m) | Lac. % (m/m) | Sól. Tot. % (m/m) | kCCS/mL |
| 1 | | | | | |
| 2 | | | | | |
| 3 | | | | | |
| 4 | | | | | |
| 5 | | | | | |
| 6 | | | | | |
| 7 | | | | | |
| 8 | | | | | |
| 9 | | | | | |
| 10 | | | | | |
| 11 | | | | | |
| 12 | | | | | |
| 13 | | | | | |
| 14 | | | | | |
| 15 | | | | | |
| 16 | | | | | |
| 17 | | | | | |
| 18 | | | | | |
| 19 | | | | | |
| 20 | | | | | |
| Média | #DIV/0! | #DIV/0! | #DIV/0! | #DIV/0! | #DIV/0! |
| Limite Sup. | #DIV/0! | #DIV/0! | #DIV/0! | #DIV/0! | #DIV/0! |
| Limite Inf. | #DIV/0! | #DIV/0! | #DIV/0! | #DIV/0! | #DIV/0! |
| DP | #DIV/0! | #DIV/0! | #DIV/0! | #DIV/0! | #DIV/0! |
| Obs.: #DIV/0! | | | | | |
| #DIV/0! #DIV/0! | | | | | |

ANEXO B: Modelo de planilha para o cálculo da média das amostras piloto de CTB

| LABORATÓRIO DE QUALIDADE DO LEITE | | Embrapa Gado de Leite |
|---|-----------------------|---------------------------------|
| FORMULÁRIO | | Página 1 de 1 |
| Título: CÁLCULO DA MÉDIA DAS AMOSTRAS PILOTO DE CTB | | Revisão n°: 00 |
| Código: FOR-LQL-04b | | |
| Responsável: | | |
| Equipamento: | Em uso no período de: | |
| amostra # | kUFC/mL | Log ₁₀ (kUFC/mL) |
| 1 | | #NUM! |
| 2 | | #NUM! |
| 3 | | #NUM! |
| 4 | | #NUM! |
| 5 | | #NUM! |
| 6 | | #NUM! |
| 7 | | #NUM! |
| 8 | | #NUM! |
| 9 | | #NUM! |
| 10 | | #NUM! |
| 11 | | #NUM! |
| 12 | | #NUM! |
| 13 | | #NUM! |
| 14 | | #NUM! |
| 15 | | #NUM! |
| 16 | | #NUM! |
| 17 | | #NUM! |
| 18 | | #NUM! |
| 19 | | #NUM! |
| 20 | | #NUM! |
| VALORES DE REFERÊNCIA | | |
| Média (kUFC/mL): | | #NUM! |
| Limite Superior (kUFC/mL): | | #NUM! |
| Limite Inferior (kUFC/mL): | | #NUM! |

ANEXO C: Modelo do formulário adotado pelo LQL para carta controle análises de CCS e composição



Embrapa
Gado de Leite

Página 1 de 1
Revisão nº 00

LABORATÓRIO DE QUALIDADE DO LEITE

FORMULÁRIO

Título: CARTA CONTROLE - ANÁLISES CCS E COMPOSIÇÃO

Código: FOR-LQL-TEC-24a

Data: _____

Limpa planilha

Responsável: _____

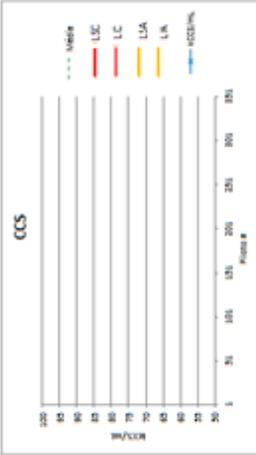
Equipamento: _____

LEGENDA:
 LSC: Limite Superior de Controle
 LIC: Limite Inferior de Controle
 LSA: Limite Superior de Ação
 LIA: Limite Inferior de Ação

| Piloto # | Gordura % m/m | Proteína % m/m | Lactose % m/m | Sólidos % m/m | CCS KCCS/mL | log[CCS] Log ₁₀ KCCS/mL #N/D/mL |
|----------|---------------|----------------|---------------|---------------|-------------|--|
| 1 | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | — |
| 2 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | — |
| 3 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | — |
| 4 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | — |
| 5 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | 0,00 | — |
| 6 | | | | | | |
| 7 | | | | | | |
| 8 | | | | | | |
| 9 | | | | | | |
| 10 | | | | | | |
| 11 | | | | | | |
| 12 | | | | | | |
| 13 | | | | | | |
| 14 | | | | | | |
| 15 | | | | | | |
| 16 | | | | | | |
| 17 | | | | | | |
| 18 | | | | | | |
| 19 | | | | | | |
| 20 | | | | | | |
| 21 | | | | | | |
| 22 | | | | | | |
| 23 | | | | | | |
| 24 | | | | | | |
| 25 | | | | | | |



Sólidos Totais



CCS



Gordura



Proteína



Lactose

ANEXO D: Modelo do formulário adotado pelo LQL para carta controle análises de CTB

LABORATÓRIO DE QUALIDADE DO LEITE

FORMULÁRIO

Título: CARTA CONTROLE - CTB
 Código: FOR-LQL-TEC-24b

Responsável: _____
 Equipamento: _____

Data: _____
 Limpa planilha

LEGENDA:
 USC: Limite Superior de Controle
 LIC: Limite Inferior de Controle
 USA: Limite Superior de Ação
 LIA: Limite Inferior de Ação

Embrapa
 Gato de Leite
 Página 1 de 1
 Revisão nº: 05

| Amostras | CTB (MUEC/ml) | log(CTB) |
|----------|---------------|----------|
| 1 | | |
| 2 | | |
| 3 | | |
| 4 | | |
| 5 | | |
| 6 | | |
| 7 | | |
| 8 | | |
| 9 | | |
| 10 | | |
| 11 | | |
| 12 | | |
| 13 | | |
| 14 | | |
| 15 | | |
| 16 | | |

CTB

ANEXO E: Modelo de registros iniciais específico para análises de CCS e composição

| | | |
|--|--|--|
| LABORATÓRIO DE QUALIDADE DO LEITE | | Embrapa <i>Gado de Leite</i> |
| FORMULÁRIO | | Página 97 de 103 |
| | | Revisão nº: 01 |
| Título: | REGISTRO DE ANÁLISES DE CCS E COMPOSIÇÃO | |
| Código: | FOR-LQL-OPE-09c | |

Instrumento de medida:

Identificação:

| Data | Código | Referência | Arquivo | Quantidade | Responsável | | |
|---------|--------|------------|---------|------------|----------------|-------|-----|
| | | | | | | | |
| Gordura | | Proteína | | Lactose | Sólidos Totais | Uréia | CCS |
| | | | | | | | |
| Obs.: | | | | | | | |
| <hr/> | | | | | | | |
| Data | Código | Referência | Arquivo | Quantidade | Responsável | | |
| | | | | | | | |
| Gordura | | Proteína | | Lactose | Sólidos Totais | Uréia | CCS |
| | | | | | | | |
| Obs.: | | | | | | | |
| <hr/> | | | | | | | |
| Data | Código | Referência | Arquivo | Quantidade | Responsável | | |
| | | | | | | | |
| Gordura | | Proteína | | Lactose | Sólidos Totais | Uréia | CCS |
| | | | | | | | |
| Obs.: | | | | | | | |
| <hr/> | | | | | | | |
| Data | Código | Referência | Arquivo | Quantidade | Responsável | | |
| | | | | | | | |
| Gordura | | Proteína | | Lactose | Sólidos Totais | Uréia | CCS |
| | | | | | | | |
| Obs.: | | | | | | | |
| <hr/> | | | | | | | |

ANEXO F: Modelo de registros iniciais específico para análises de CTB

| | | |
|--|-----------------------------|--|
| LABORATÓRIO DE QUALIDADE DO LEITE | | Embrapa Gado de Leite |
| FORMULÁRIO | | Página 98 de 103 |
| | | Revisão nº: 00 |
| Título: | REGISTRO DE ANÁLISES DE CTB | |
| Código: | FOR-LQL-OPE-07c | |

Instrumento de medida:**Identificação:**

| Data | Código | Arquivo | Quantidade | Responsável |
|---|--------|---------|------------|-------------|
| | | | | |
| kUFC/mL (AMOSTRAS PILOTO): #1: _____; #2: _____; #3: _____; #4: _____; #5: _____; #6: _____ para mais registros use o espaço abaixo: Obs.: | | | | |
| Data | Código | Arquivo | Quantidade | Responsável |
| | | | | |
| kUFC/mL (AMOSTRAS PILOTO): #1: _____; #2: _____; #3: _____; #4: _____; #5: _____; #6: _____ para mais registros use o espaço abaixo: Obs.: | | | | |
| Data | Código | Arquivo | Quantidade | Responsável |
| | | | | |
| kUFC/mL (AMOSTRAS PILOTO): #1: _____; #2: _____; #3: _____; #4: _____; #5: _____; #6: _____ para mais registros use o espaço abaixo: Obs.: | | | | |
| Data | Código | Arquivo | Quantidade | Responsável |
| | | | | |
| kUFC/mL (AMOSTRAS PILOTO): #1: _____; #2: _____; #3: _____; #4: _____; #5: _____; #6: _____ para mais registros use o espaço abaixo: Obs.: | | | | |

ANEXO G: Dados para o cálculo da média das amostras piloto de CCS e composição

| LABORATÓRIO DE QUALIDADE DO LEITE | | | | |  Gado de Leite |
|--|---------------|-----------------------|--------------|-------------------|--|
| FORMULÁRIO | | | | | Página 1 de 1 |
| Título: CÁLCULO DA MÉDIA DAS AMOSTRAS PILOTO DE CCS E COMPOSIÇÃO | | | | | Revisão nº: 00 |
| Código: FOR-LQL-04a | | | | | |
| Responsável: | | | | | |
| Equipamento: 82014/85014 | | Em uso no período de: | | | 03/09/2014 a 05/09/2014 |
| amostra # | Gord. % (m/m) | Prot. % (m/m) | Lac. % (m/m) | Sól. Tot. % (m/m) | kCCS/mL |
| 1 | 3,58 | 2,95 | 4,48 | 11,93 | 295 |
| 2 | 3,57 | 2,94 | 4,48 | 11,9 | 258 |
| 3 | 3,57 | 2,94 | 4,48 | 11,9 | 284 |
| 4 | 3,55 | 2,92 | 4,47 | 11,85 | 262 |
| 5 | 3,57 | 2,94 | 4,48 | 11,9 | 252 |
| 6 | 3,55 | 2,92 | 4,49 | 11,87 | 259 |
| 7 | 3,57 | 2,94 | 4,48 | 11,9 | 276 |
| 8 | 3,57 | 2,95 | 4,48 | 11,9 | 237 |
| 9 | 3,55 | 2,94 | 4,49 | 11,88 | 272 |
| 10 | 3,57 | 2,94 | 4,48 | 11,9 | 245 |
| 11 | 3,54 | 2,92 | 4,5 | 11,86 | 246 |
| 12 | 3,56 | 2,94 | 4,48 | 11,89 | 248 |
| 13 | 3,56 | 2,94 | 4,48 | 11,9 | 259 |
| 14 | 3,58 | 2,95 | 4,48 | 11,91 | 255 |
| 15 | 3,57 | 2,95 | 4,48 | 11,91 | 258 |
| 16 | 3,56 | 2,95 | 4,48 | 11,9 | 260 |
| 17 | 3,56 | 2,95 | 4,48 | 11,9 | 268 |
| 18 | 3,56 | 2,94 | 4,49 | 11,89 | 250 |
| 19 | 3,56 | 2,94 | 4,48 | 11,89 | 281 |
| 20 | 3,57 | 2,94 | 4,48 | 11,9 | 239 |
| Média | 3,56 | 2,94 | 4,48 | 11,89 | 260,20 |
| Limite Sup. | 3,92 | 3,23 | 4,93 | 13,08 | 286,22 |
| Limite Inf. | 3,21 | 2,65 | 4,03 | 10,70 | 234,18 |
| DP | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,02 | 15,29 |
| Obs.: | | | | | |

ANEXO H: Dados para o cálculo da média das amostras piloto de CTB

| LABORATÓRIO DE QUALIDADE DO LEITE | | | | | |
|---|---------|-----------------------------|---------------------|--|--|
| FORMULÁRIO | | | Página 1 de 1 | | |
| | | | Revisão nº: 00 | | |
| Título: CÁLCULO DA MÉDIA DAS AMOSTRAS PILOTO DE CTB | | | | | |
| Código: FOR-LQL-04b | | | | | |
| Responsável: | | | | | |
| Equipamento: | 1109 | Em uso no período de: | 24-11-14 a 28-11-14 | | |
| amostra # | kUFC/mL | Log ₁₀ (kUFC/mL) | | | |
| 1 | 289,000 | 2,46 | | | |
| 2 | 309,000 | 2,49 | | | |
| 3 | 273,000 | 2,44 | | | |
| 4 | 284,000 | 2,45 | | | |
| 5 | 295,000 | 2,47 | | | |
| 6 | 309,000 | 2,49 | | | |
| 7 | 274,000 | 2,44 | | | |
| 8 | 264,000 | 2,42 | | | |
| 9 | 268,000 | 2,43 | | | |
| 10 | 285,000 | 2,45 | | | |
| 11 | 262,000 | 2,42 | | | |
| 12 | 280,000 | 2,45 | | | |
| 13 | 296,000 | 2,47 | | | |
| 14 | 281,000 | 2,45 | | | |
| 15 | 258,000 | 2,41 | | | |
| 16 | 273,000 | 2,44 | | | |
| 17 | 254,000 | 2,40 | | | |
| 18 | 281,000 | 2,45 | | | |
| 19 | 268,000 | 2,43 | | | |
| 20 | 266,000 | 2,42 | | | |
| VALORES DE REFERÊNCIA | | | | | |
| Média (kUFC/mL): | | 278,04 | | | |
| Limite Superior (kUFC/mL): | | 488,117 | | | |
| Limite Inferior (kUFC/mL): | | 158,380 | | | |

ANEXO I: Dados para carta controle - Análises CCS e composição

| Piloto # | Gordura % m/m | Proteína % m/m | Lactose % m/m | Sólidos % m/m | CCS kCCS/mL | log[CCS] Log ₁₀ kCCS/mL |
|----------|------------------|-------------------|------------------|------------------|----------------|---------------------------------------|
| Média | 3,56 | 2,94 | 4,48 | 11,89 | 260 | 2,42 |
| LC(%) | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | — |
| LA(%) | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | — |
| Min | 3,20 | 2,65 | 4,03 | 10,70 | 234,18 | — |
| Max | 3,92 | 3,23 | 4,93 | 13,08 | 286,22 | — |
| 1 | 3,54 | 2,92 | 4,49 | 11,86 | 261 | 2,42 |
| 2 | 3,56 | 2,93 | 4,47 | 11,87 | 260 | 2,41 |
| 3 | 3,56 | 2,93 | 4,47 | 11,87 | 257 | 2,41 |
| 4 | 3,57 | 2,94 | 4,47 | 11,89 | 260 | 2,41 |
| 5 | 3,57 | 2,94 | 4,47 | 11,88 | 264 | 2,42 |
| 6 | 3,58 | 2,95 | 4,47 | 11,90 | 265 | 2,42 |
| 7 | 3,56 | 2,96 | 4,48 | 11,90 | 266 | 2,42 |
| 8 | 3,56 | 2,96 | 4,48 | 11,89 | 277 | 2,44 |
| 9 | 3,57 | 2,95 | 4,47 | 11,90 | 242 | 2,38 |
| 10 | 3,57 | 2,96 | 4,47 | 11,90 | 246 | 2,39 |
| 11 | 3,56 | 2,96 | 4,48 | 11,90 | 276 | 2,44 |
| 12 | 3,50 | 2,98 | 4,49 | 11,86 | 235 | 2,37 |
| 13 | 3,49 | 2,94 | 4,48 | 11,81 | 253 | 2,40 |
| 14 | 3,53 | 2,98 | 4,48 | 11,88 | 259 | 2,41 |
| 15 | 3,51 | 2,97 | 4,48 | 11,86 | 236 | 2,37 |
| 16 | 3,52 | 2,96 | 4,47 | 11,85 | 283 | 2,45 |
| 17 | 3,52 | 2,96 | 4,48 | 11,85 | 268 | 2,43 |
| 18 | 3,53 | 2,97 | 4,48 | 11,89 | 237 | 2,37 |
| 19 | 3,51 | 2,90 | 4,51 | 11,83 | 269 | 2,43 |
| 20 | 3,52 | 2,95 | 4,49 | 11,85 | 273 | 2,44 |
| 21 | 3,55 | 2,94 | 4,47 | 11,87 | 269 | 2,43 |
| 22 | 3,57 | 2,89 | 4,46 | 11,85 | 258 | 2,41 |
| 23 | 3,58 | 2,92 | 4,47 | 11,89 | 255 | 2,41 |
| 24 | 3,54 | 2,91 | 4,49 | 11,85 | 277 | 2,44 |
| 25 | 3,54 | 2,9 | 4,47 | 11,83 | 267 | 2,43 |
| 26 | 3,56 | 2,95 | 4,48 | 11,90 | 274 | 2,44 |
| 27 | 3,53 | 2,94 | 4,47 | 11,84 | 253 | 2,40 |
| 28 | 3,55 | 2,93 | 4,47 | 11,86 | 244 | 2,39 |
| 29 | 3,54 | 2,94 | 4,48 | 11,86 | 282 | 2,45 |
| 30 | 3,52 | 2,91 | 4,49 | 11,83 | 273 | 2,44 |
| 31 | 3,53 | 2,94 | 4,47 | 11,84 | 263 | 2,42 |
| 32 | 3,55 | 2,97 | 4,48 | 11,91 | 259 | 2,41 |
| 33 | 3,54 | 2,93 | 4,47 | 11,83 | 260 | 2,41 |

ANEXO I: Continuação dos dados para carta controle - Análises CCS e composição

| Piloto # | Gordura % m/m | Proteína % m/m | Lactose % m/m | Sólidos % m/m | CCS kCCS/mL | log[CCS] Log ₁₀ kCCS/mL |
|--------------|------------------|-------------------|------------------|------------------|----------------|---------------------------------------|
| Média | 3,56 | 2,94 | 4,48 | 11,89 | 260 | 2,42 |
| LC(%) | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | — |
| LA(%) | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | — |
| Min | 3,20 | 2,65 | 4,03 | 10,70 | 234,18 | — |
| Max | 3,92 | 3,23 | 4,93 | 13,08 | 286,22 | — |
| 34 | 3,54 | 2,95 | 4,47 | 11,86 | 254 | 2,40 |
| 35 | 3,54 | 2,95 | 4,47 | 11,85 | 270 | 2,43 |
| 36 | 3,54 | 2,95 | 4,47 | 11,85 | 256 | 2,41 |
| 37 | 3,53 | 2,94 | 4,47 | 11,84 | 280 | 2,45 |
| 38 | 3,53 | 2,95 | 4,49 | 11,86 | 281 | 2,45 |
| 39 | 3,54 | 2,96 | 4,48 | 11,88 | 264 | 2,42 |
| 40 | 3,53 | 2,96 | 4,47 | 11,85 | 274 | 2,44 |
| 41 | 3,55 | 2,95 | 4,47 | 11,87 | 262 | 2,42 |
| 42 | 3,55 | 2,95 | 4,47 | 11,88 | 252 | 2,40 |
| 43 | 3,55 | 2,94 | 4,47 | 11,86 | 276 | 2,44 |

ANEXO J: Dados para carta controle - Análises de CTB

| Amostras | CTB (kUFC/mL) | log[CTB] |
|--------------|---------------|----------|
| Média | 278 | 2,44 |
| LC(%) | — | 10 |
| LA(%) | — | 8 |
| LIC | 158 | 2,20 |
| LSC | 488 | 2,69 |
| 1 | 255 | 2,41 |
| 2 | 262 | 2,42 |
| 3 | 265 | 2,42 |
| 4 | 275 | 2,44 |
| 5 | 307 | 2,49 |
| 6 | 266 | 2,42 |
| 7 | 284 | 2,45 |
| 8 | 429 | 2,63 |
| 9 | 290 | 2,46 |
| 10 | 282 | 2,45 |
| 11 | 228 | 2,36 |
| 12 | 252 | 2,40 |
| 13 | 293 | 2,47 |
| 14 | 263 | 2,42 |
| 15 | 256 | 2,41 |
| 16 | 271 | 2,43 |
| 17 | 267 | 2,43 |
| 18 | 245 | 2,39 |
| 19 | 281 | 2,45 |
| 20 | 268 | 2,43 |
| 21 | 272 | 2,43 |
| 22 | 266 | 2,42 |
| 23 | 276 | 2,44 |
| 24 | 251 | 2,40 |
| 25 | 277 | 2,44 |
| 26 | 278 | 2,44 |
| 27 | 271 | 2,43 |
| 28 | 273 | 2,44 |
| 29 | 256 | 2,41 |

ANEXO K: Tabela de fatores para a construção de um gráfico de controle para variáveis

Tabela 2 – Fatores para a construção de um gráfico de controle para variáveis

| Tamanho da amostra | Para médias | | Para desvios padrões | | Para amplitudes | | |
|--------------------|-------------|-------|----------------------|-------|-----------------|-------|-------|
| | A2 | A3 | B3 | B4 | D2 | D3 | D4 |
| 2 | 1,880 | 2,659 | 0 | 3,267 | 1,128 | 0 | 3,267 |
| 3 | 1,023 | 1,954 | 0 | 2,568 | 1,693 | 0 | 2,575 |
| 4 | 0,729 | 1,628 | 0 | 2,266 | 2,059 | 0 | 2,282 |
| 5 | 0,577 | 1,427 | 0 | 2,089 | 2,326 | 0 | 2,115 |
| 6 | 0,483 | 1,287 | 0,030 | 1,970 | 2,534 | 0 | 2,004 |
| 7 | 0,419 | 1,182 | 0,118 | 1,882 | 2,704 | 0,076 | 1,924 |
| 8 | 0,373 | 1,099 | 0,185 | 1,815 | 2,847 | 0,136 | 1,864 |
| 9 | 0,337 | 1,032 | 0,239 | 1,761 | 2,97 | 0,184 | 1,816 |
| 10 | 0,308 | 0,975 | 0,284 | 1,716 | 3,078 | 0,223 | 1,777 |
| 11 | 0,285 | 0,927 | 0,321 | 1,679 | 3,173 | 0,256 | 1,744 |
| 12 | 0,266 | 0,886 | 0,354 | 1,646 | 3,258 | 0,283 | 1,717 |
| 13 | 0,249 | 0,850 | 0,382 | 1,618 | 3,336 | 0,307 | 1,693 |
| 14 | 0,235 | 0,817 | 0,406 | 1,594 | 3,407 | 0,328 | 1,672 |
| 15 | 0,223 | 0,789 | 0,428 | 1,572 | 3,472 | 0,347 | 1,653 |
| 16 | 0,212 | 0,763 | 0,448 | 1,552 | 3,532 | 0,363 | 1,637 |
| 17 | 0,203 | 0,739 | 0,466 | 1,534 | 3,588 | 0,378 | 1,622 |
| 18 | 0,194 | 0,718 | 0,482 | 1,518 | 3,64 | 0,391 | 1,608 |
| 19 | 0,187 | 0,698 | 0,497 | 1,503 | 3,689 | 0,403 | 1,597 |
| 20 | 0,180 | 0,680 | 0,510 | 1,490 | 3,735 | 0,415 | 1,585 |
| 21 | 0,173 | 0,663 | 0,523 | 1,477 | 3,778 | 0,425 | 1,575 |
| 22 | 0,167 | 0,647 | 0,534 | 1,466 | 3,819 | 0,434 | 1,566 |
| 23 | 0,162 | 0,633 | 0,545 | 1,455 | 3,858 | 0,443 | 1,577 |
| 24 | 0,157 | 0,619 | 0,555 | 1,445 | 3,895 | 0,451 | 1,548 |
| 25 | 0,153 | 0,606 | 0,565 | 1,435 | 3,931 | 0,459 | 1,541 |

Fonte: Montgomery, D.C. *Introduction to Statistical Quality Control*. 2. ed. Nova York: Wiley, 1999.