



Optimização do processo de tratamento de superfície em rolhas de cortiça

DULCE MARLENE NEVES FERREIRA

Outubro de 2021



Optimização do processo de tratamento de superfície em rolhas de cortiça

DULCE MARLENE NEVES FERREIRA

Outubro de 2021

Optimização do processo de tratamento de superfície em rolhas de cortiça

Dissertação submetida como requisito parcial para obtenção de grau de Mestre em Engenharia Química, ramo opcional Qualidade

Autor

Dulce Marlene Neves Ferreira

Orientadores:

Engenheira Paula Almeida – SOCORI

Engenheira Susana Sousa - ISEP

Instituto Superior de Engenharia do Porto

Mestrado em Engenharia Química

Outubro de 2021

Agradecimentos

Gostaria de iniciar a presente dissertação por expressar o meu reconhecimento a várias pessoas que contribuíram de forma directa ou indirectamente para a sua realização, às quais estou imensamente grata.

Gostaria de agradecer à empresa SOCORI – Sociedade de Cortiças de Rio Meão S.A. por me ter dado a oportunidade de realizar este projecto de dissertação.

À minha orientadora, Engenheira Paula Almeida, pela excelente orientação, por me ter proposto um desafio aliciante, por ter partilhado a suas convicções e por todo o incentivo e partilha de ideias.

À Engenheira Susana Sousa, orientadora do meu projecto no Instituto Superior de Engenharia do Porto, por toda a disponibilidade demonstrada para o esclarecimento de dúvidas ou problemas que iam surgindo ao longo do projecto.

À equipa de laboratório da qualidade da SOCORI, que me integraram no ambiente de trabalho, pela partilha de conhecimentos e ajuda ao longo de todo o estágio e a todos os colaboradores que contribuíram para o desenvolvimento do mesmo, em especial a toda a equipa da secção da marcação e tratamento de superfície por toda ajuda e amizade.

A todos os professores que ao longo do meu curso me transmitiram conhecimentos e valores que agora levo comigo para o mercado de trabalho.

A todas as minhas colegas de curso, em especial à Andreia Teixeira, Joana Quintas Catarina Pinto e Mariana Cardoso, por todas as vivências, partilha de conhecimentos e amizade.

Aos meus pais e marido, um enorme obrigado por acreditarem sempre em mim e naquilo que faço e por todos os ensinamentos de vida. Espero que esta etapa possa, de alguma forma, retribuir e compensar todo o carinho, apoio e dedicação que, constantemente me ofereceram.

O meu sincero obrigado a todos.

Resumo

A presente dissertação de mestrado, realizada em ambiente empresarial na SOCORI – Sociedade de Cortiça de Rio Meão S.A, teve como principal objectivo a optimização do processo de tratamento de superfície em rolhas de cortiça.

O estudo baseou-se na análise das condições do tratamento de superfície, sua variabilidade e análise das causas, bem como na avaliação da distribuição dos produtos de tratamento, utilizados pela empresa, nas rolhas de cortiça. Foram testadas quatro novas formulações à base de parafina e elastómeros de silicone com o objectivo de validar novos tratamentos alternativos aos actualmente utilizados.

Relativamente ao estudo da variabilidade do processo do tratamento de superfície, analisou-se o fluxo de aspiração de cada tambor de tratamento e verificou-se a existência de um sistema de aspiração inconstante ao longo dos tratamentos. No entanto, este não apresentou influência directamente na uniformidade da distribuição do elastómero de silicone. Verificou-se também, que a aplicação do elastómero de silicone na rolha permite fixar a quantidade de pó existente à superfície da rolha.

Realizou-se um estudo à escala piloto para a optimização do tempo de tratamento aplicados na empresa, assim como, a optimização das velocidades de rotação dos tambores e verificação da influência destes no tratamento de superfície. Foi ainda importante, validar qual o produto adequado a cada tipo de rolha.

Após todas as análises realizadas concluiu-se que o método das forças de extração não avalia a distribuição do elastómero de silicone, apenas indica se a rolha está lubrificada. O método qualitativo da coloração com solução de azul metileno da rolha revela-se importante, uma vez que permitiu verificar a distribuição das substâncias de tratamento em cada tipo de rolha, com velocidades e tempos de rotação no tratamento de superfície específicos para determinada substância e tipo de rolha. As rolhas SPI, 1+1, 1+1 Fusion e 1+1 Hidro apresentaram uma distribuição mais uniforme com a substância C, a uma velocidade de 35 rpm e com 16 minutos de rotação no tratamento de superfície. As rolhas Cidra e Champanhe revelaram mais uniformidade com a substância nova F, a uma velocidade de 35 rpm e com 20 minutos de rotação no tratamento de superfície.

Palavras-Chave: Rolhas; Cortiça; Tratamento de Superfície; Elastómeros de silicone; Forças de Extração; Coloração azul metileno

Abstract

This master's thesis, carried out in a business environment in SOCORI - Sociedade de Cortiça de Rio Meão S.A, had as its main objective the optimisation of the surface treatment process in cork stoppers.

The study was based on the analysis of conditions surface treatment, its variability and analysis of the causes, as well as the evaluation of the distribution of the treatment products, used by the company, on the cork stoppers. Four new formulations based on paraffin and silicone elastomers were tested with the aim of validating new alternative treatments to those currently used.

Regarding the results of the study of the surface treatment process's variability, the suction flow of each treatment drum was analysed and the existence of an inconstant suction system throughout the treatments was verified. However, it doesn't directly influencing the distribution's uniformity of the silicone elastomer. It was also verified that the application of the silicone elastomer to the cork stopper allows the quantity of powder on the surface of the stopper to be fixed.

A pilot scale study was carried out to optimise the treatment time applied in the company, as well as to optimise the drum rotation speeds, verify their influence on the surface treatment and validate which product is suitable for the type of stopper.

After all analyses performed, it was concluded that the extraction force method does not evaluate the distribution of the silicone elastomer, but only indicates if the cork is lubricated. The qualitative method of staining the cork stopper with methylene blue solution is important, as it enables the affinity of the substances for each type of stopper to be verified, with specific speeds and times of rotation in the surface treatment for a given substance and type of stopper. SPI, 1+1 Fusion, 1+1 and 1+1 Hidro presented a more uniform distribution with substance C, at a speed of 35 rpm and with 16 minutes of rotation in the surface treatment. The Cidra and Champanhe stoppers, showed more uniform distribution with the new substance F, at a speed of 35 rpm and with 20 min of rotation in the surface treatment.

Keywords: Stoppers; Cork; Surface treatment; Silicone elastomer; Extraction forces; Methylene blue color

Índice geral

Resumo.....	iii
Abstract	v
Índice de Figuras	xi
Índice de Tabelas.....	xv
1 Introdução.....	1
1.1 Enquadramento e contextualização	1
1.2 Apresentação da empresa SOCORI – Sociedade de Cortiças de Rio Meão S.A	1
1.3 Caracterização do sector da indústria corticeira	2
1.4 Tema e objectivos da dissertação	5
1.5 Organização da dissertação.....	5
2 A cortiça, um produto natural com qualidades únicas	7
2.1 Do sobreiro à cortiça.....	7
2.2 Morfologia da cortiça	9
2.3 Composição química da cortiça.....	12
2.4 Propriedades da cortiça.....	16
2.5 A qualidade da cortiça	17
2.6 Processamento da cortiça.....	18
2.7 Produção de rolhas de cortiça natural.....	19
2.8 Produtos de cortiça aglomerada.....	23
2.9 Produção de rolhas técnicas.....	24
3 Tratamentos de superfície aplicados nas rolhas de cortiça	25
3.1 Tipo de tratamentos de superfície	28
3.2 Processo do tratamento de superfície	30
4 Parte experimental.....	35
4.1 Métodos de controlo da qualidade das rolhas de cortiça.....	36

4.1.1 Ensaio dimensional	36
4.1.2 Determinação da humidade	37
4.1.3 Determinação das forças de extracção	37
4.1.4 Massa volúmica.....	38
4.1.5 Capilaridade / Migração	38
4.1.6 Estanquicidade a líquidos.....	38
4.1.7 Quantificação do pó residual.....	39
4.1.8 Método qualitativo do azul metileno.....	39
4.1.9 Análise sensorial	40
4.2 Análise estatística.....	40
5 Resultados e discussão	43
5.1 Análise das condições actuais do tratamento de superfície.....	43
5.2 Avaliação das substâncias actuais do tratamento de superfície	51
5.3 Estudo de produtos alternativos para o tratamento de superfície.....	56
6. Conclusões	60
7. Propostas de trabalho futuro.....	62
Referências bibliográficas	64
Anexos.....	69
Anexo A – Fichas técnicas das rolhas de cortiça	69
Anexo B – Instruções de trabalho internas dos ensaios laboratoriais a rolhas de cortiça	75
Anexo B.1 – Análise dimensional.....	75
Anexo B.2 – Análise da humidade da rolha.....	78
Anexo B.3 – Análise da força de extracção	79
Anexo B.4 – Determinação da massa volúmica.....	81
Anexo B.5 – Ensaio da capilaridade / migração	82
Anexo B.6 – Ensaio da estanquicidade a líquidos.....	83

Anexo B.7 – Ensaio da quantificação de pó residual	85
Anexo C – Cálculo do volume do tambor pequeno de tratamento de superfície	87
Anexo D – Resultados do estudo da variabilidade do processo	88
Anexo D.1 – Resultados das forças de extracção dos diferentes tempos de rotação	88
Anexo D.2 – Resultados da análise de quantificação de pó ao tipo de rolha SPI	89
Anexo D.3 – Resultados do estudo dos sistemas de aspiração	89
Anexo D.4 – Resultados da quantificação de pó após mudança do sistema de aspiração	90
Anexo D.5 – Resultados da quantificação de pó ao longo do tempo de estabilização	91
Anexo E – Estudo das substâncias de tratamento de superfície à escala industrial	92
Anexo E.1 – Estudo das forças de extracção para cada tipo de rolha	92
Anexo E.2 – Estudo da relação da coloração com a solução de azul metileno e as forças de extracção.....	93
Anexo E.2.1 – Relação da coloração com solução azul metileno e as forças de extracção das rolhas de cortiça.....	93
Anexo E.2.2 – Estudo das variáveis que influenciam as forças de extracção	95
Anexo F - Influência da variação da velocidade de rotação e do tempo de rotação no tratamento de superfície em função do tipo de rolha e substância aplicada.....	99
Anexo G – Optimização das substâncias de tratamento para cada tipo de rolha, pela análise da coloração da rolha com solução azul metileno.....	120
Anexo H – Sistema automático para aplicação do produto químico.	126

Índice de Figuras

Figura 1.1 - Produção de cortiça na bacia do mediterrâneo ocidental em 2010 por área de sobreiro [2].	3
Figura 1.2 - Evolução das exportações portuguesas da cortiça entre 2011 e 2018 [2].	4
Figura 1.3 - Estrutura das vendas da cortiça por produto em 2018 [2].	4
Figura 1.4 - Percentagem de importações e exportações de Portugal [2].	5
Figura 2.1 - Esquema das três fases de descortiçamento na vida de um sobreiro [8].	8
Figura 2.2 - Tipos de cortiça [7].	8
Figura 2.3 - Estrutura microscópica da cortiça em diferentes direcções [12].	10
Figura 2.4 - Esquema representativo da estrutura celular da cortiça segundo diferentes direcções [15].	10
Figura 2.5 - Evolução temporal da estrutura macroscópica da cortiça [15].	11
Figura 2.6 - Esquema do crescimento da secção axial do sobreiro. (A) Cortiça; (B) Câmbio súbero-felogénio; (C) Felogénio; (D) Floema; (E) Câmbio floema madeira; (F) madeira; (G) raspa, (H) canais lenticulares, (I) área de produção de rolhas; (J) anéis anuais [15].	11
Figura 2.7 - Estrutura celular da cortiça consoante a época do ano [18].	12
Figura 2.8 - Representação de uma célula de cortiça e suas camadas [15].	13
Figura 2.9 - Representação esquemática das microfibrilas celulósicas e das regiões cristalinas e não cristalinas [19].	15
Figura 2.10 - Esquema geral do fluxo de materiais nas principais linhas de processamento industrial da cortiça [28].	19
Figura 3.1 - Estrutura química repetitiva de um polidimetilsiloxano [29].	29
Figura 3.2 - Tambor industrial de tratamento de superfície das rolhas de cortiça.	31
Figura 3.3 - Seringa utilizada para medição e colocação da substância de tratamento de superfície das rolhas de cortiça. Capacidade de 100 mL.	32
Figura 3.4 - Embalagens das substâncias químicas de tratamento de superfície.	32
Figura 4.1 - Tipo de rolhas utilizadas nos ensaios.	36

Figura 5.1 – Forças de extracção da rolha SPI, após 16 min e após 20 min de tratamento de superfície.	44
Figura 5.2 - Quantificação de pó nos diferentes tempos de despoeiramento (0 min, 3 min e 5 min).	45
Figura 5.3 - Fluxo de aspiração, no sistema de aspiração antigo e no sistema novo, nos tambores de tratamento de superfície. * A diferença entre as medianas foi estatisticamente significativa - $p < 0,05$	46
Figura 5.4 – Quantificação de pó nas várias etapas do tratamento de superfície com o sistema de aspiração novo. * A diferença entre as medianas foi estatisticamente significativa - $p < 0,05$	47
Figura 5.5 – Quantificação de pó das rolhas de cortiça após 24 h de estabilização, após uma semana e após um mês, em laboratório e em fábrica.	49
Figura 5.6 – Quantificação de pó da rolha de cortiça, armazenadas em fábrica ao longo do tempo do armazenamento.....	50
Figura 5.7 - Forças de extracção dos diferentes tipos de rolha (Cidra, Champanhe, SCR, SPI, 1+1 e 1+1 Hidro) tratadas com as substâncias de referência.....	52
Figura 5.8 - Análise da distribuição da substância de tratamento, no respectivo tipo de rolha, com o método qualitativo de solução de azul metileno.....	54
Figura A.1 - Ficha técnica da rolha de cortiça Cidra.	69
Figura A.2 - Ficha técnica da rolha de cortiça Champanhe.	70
Figura A.3 - Ficha técnica da rolha de cortiça Delta ou SPI.	71
Figura A.4 - Ficha técnica da rolha de cortiça SCR.....	72
Figura A.5 - Ficha técnica da rolha de cortiça 1+1 Fusion.	73
Figura A.6 - Ficha técnica da rolha de cortiça 1+1.	74
Figura B.3 - Dinanómetro.	80
Figura B.6 - Dispositivo de medição de pressão.....	84
Figura E.2.1 - Coloração da rolha 1+1 tratada, com solução azul metileno.	94
Figura E.2.2 - Relação das forças de extracção (daN) e a humidade (%) na rolha de cortiça.....	96

Figura E.2.3 - Relação das forças de extracção (daN) da rolha com o seu comprimento (mm).....	96
Figura E.2.4 - Relação da força de extracção (daN) da rolha com o seu diâmetro (mm).....	97
Figura E.2.5 - Relação diâmetro (mm) da rolha e a sua humidade (%).....	97
Figura E.2.6 - Relação das forças de extracção (daN) e o peso (g) da rolha.	98
Figura G.1 - Coloração com a solução de azul metileno nas rolhas Cidra.	120
Figura G.2 - Coloração com a solução de azul metileno nas rolhas Champanhe.	121
Figura G.3 - Coloração com a solução de azul metileno nas rolhas SPI.	122
Figura G.4 - Coloração com a solução de azul metileno nas rolhas 1+1 Fusion.	123
Figura G.5 - Coloração com a solução de azul metileno nas rolhas 1+1.	124
Figura G.6 - Coloração com a solução de azul metileno nas rolhas 1+1 Hidro.....	125
Figura H - Planta de uma sala de tratamento de superfície com o sistema automático de doseamento da substância.	126

Índice de Tabelas

Tabela 2.1 - Principais propriedades da cortiça [14][16][23][24].....	16
Tabela 2.2 - Alterações biológicas e estruturais da cortiça e sua caracterização [25].....	17
Tabela 3.1 - Valores limite das forças de extracção para cada tipo de rolha.	28
Tabela 5.1 - Dimensões dos tambores de tratamento de superfície.	43
Tabela 5.2 - Composição das substâncias de tratamento de superfície actuais da empresa, aplicadas ao respectivo tipo de rolha. Principais características retiradas das fichas de produto.	51
Tabela 5.3 - Principais características das substâncias de tratamento de superfície A, B, C, D, E, F e G, de acordo com as fichas de técnicas do produto.	57
Tabela B.1 - Síntese da análise dimensional para os vários tipos de rolhas.....	77
Tabela B.3 - Tipos de relatório.....	79
Tabela B.6 - Parâmetros de estanquicidade para rolhas naturais, aglomeradas e técnicas. ..	84
Tabela D.1 - Dados amostrais das forças de extracção da rolha SPI, para diferentes tempos de duração da rotação dos tambores no tratamento de superfície, em daN.....	88
Tabela D.2 - Resultados da análise da quantificação de pó nos diferentes tempos de despoejamento no tratamento de superfície, em mg/rolha.....	89
Tabela D.3 - Resultados médios diários das medições do fluxo de aspiração antigo e após ser alterado (m ³ /h), para cada tambor de tratamento.	90
Tabela D.4 - Resultados médios da quantificação de pó de diferentes tipos de rolha antes de entrar no tambor, após 3 min de despoejamento e após tratamento de superfície, com estabilização das rolhas por 24 h, em mg/rolha.....	91
Tabela D.5 - Dados amostrais médios da quantificação de pó das rolhas de cortiça, com diferentes tempos de estabilização e diferentes espaços de estabilização, em mg/rolha.	92
Tabela E.1 - Resultados médios das forças de extracção de cada tipo de rolha, tratadas com a respectiva substância, em daN.....	93
Tabela E.2 - Resultados dos ensaios laboratoriais das forças de extracção, comprimento, diâmetro, humidade e peso, para cada rolha antes da coloração com solução azul metileno.	95

Tabela F.1 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância A, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.	100
Tabela F.2 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância A, com 20 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.	101
Tabela F.3 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância B, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.	102
Tabela F.4 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância B, com 20 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.	103
Tabela F.5 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância C, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.	104
Tabela F.6 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância C, com 20 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.	105
Tabela F.7 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância D, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.	106
Tabela F.8 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância D, com 20 min de rotação a diferentes velocidades de rotação.	107
Tabela F.9 - Forças de extracção dos vários tipos de rolha, tratadas com a substância E, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.	108
Tabela F.10 - Forças de extracção dos vários tipos de rolha, tratadas com a substância E, com 20 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.	109
Tabela F.11 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância F, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.	110
Tabela F.12 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância F, com 20 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.	111
Tabela F.13 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância G, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.	112
Tabela F.14 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância G, com 20 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.	113
Tabela F.15 - Resultados e discussão da análise estatística pelo teste ANOVA: factor duplo com repetição.	114

Nomenclatura

Siglas

APCOR – Associação Portuguesa de Cortiça

CIPR – Código Internacional de Práticas Rolheiras

CRV – Desvio padrão relativo

FTIR – *Fourrier Transformed Infrared Spectroscopy* - Espectroscopia de Infravermelho com transformada de Fourier.

I&M – Investigação e Desenvolvimento

ISEP – Instituto Superior de Engenharia do Porto

SEM – *Sanning Electron Microscopy* – Microscopia Electrónica de Varrimento

SOCORI – Sociedade de Cortiça de Rio Meão

TCA – Tricloroanisol

Símbolos

D – Diâmetro,

L – Comprimento

m – Massa

p – Peso específico

t – Tempo

V – Volume

θ – Ângulo de contacto

π – pi (3,14)

1 Introdução

A Dissertação de Mestrado faz parte do plano de estudos do Mestrado em Engenharia Química do Ramo da Qualidade do Instituto Superior de Engenharia do Porto e foi realizado na empresa SOCORI – Sociedade de cortiça de Rio Meão, S.A, na secção de tratamento de superfície das rolhas de cortiça e no laboratório das rolhas naturais. Esta empresa pertence ao sector corticeiro, encontra-se situada em Rio Meão, e caracteriza-se pela produção de rolhas de cortiça.

1.1 Enquadramento e contextualização

A rolha de cortiça é o material mais utilizado para o engarrafamento de vinhos. Devido às suas excepcionais propriedades, esta permite uma boa conservação do vinho em garrafa. A empresa SOCORI foca a sua actividade na produção de rolhas de cortiça para vinhos efervescentes, como champanhe e cidra, rolhas de microgranulado e naturais para vinhos tranquilos.

A produção deste tipo de rolhas envolve diferentes etapas, sendo que o presente projecto centrou-se no estudo da fase final do processo, o tratamento de superfície, que consiste na aplicação de um elastómero de silicone na superfície da rolha. Este tem como intuito facilitar a sua inserção no gargalo da garrafa, assim como a sua posterior extracção.

1.2 Apresentação da empresa SOCORI – Sociedade de Cortiças de Rio Meão S.A

A SOCORI – Sociedade de Cortiças de Rio Meão S.A, nasceu em 1988, como filial do grupo francês ETS Christian Bourrasé, S.A. Localizada na Rua da Tapadinha, em Rio Meão, a empresa divide-se em duas estruturas que perfazem mais de 27000 metros quadrados, destacando-se ainda a área descoberta de 80000 metros quadrados que cria um dos maiores estaleiros de cortiça do mundo. A SOCORI começou a elaborar com 14 funcionários, sendo que, nos dias de hoje, conta com mais de 300 trabalhadores [1].

A actividade da SOCORI iniciou-se com a compra de rolhas de cortiça e só gradualmente é que avançou para a sua produção. As rolhas naturais foram o seu primeiro produto, avançando, posteriormente, para os granulados, rolhas aglomeradas e de cidra, recorrendo ao método de extrusão. Mais tarde, a empresa decidiu explorar a fabricação de discos naturais que em conjunto com um corpo de aglomerado formam as rolhas técnicas. Por último, seguiu-se a fabricação de rolhas de microgranulado e rolhas de champanhe, produzidas através de processos de moldação.

Em 2017, o grupo Corticeira Amorim adquiriu, através da participada Amorim e Irmãos SGPS, 60 % do capital da empresa [1].

O âmbito da empresa consiste na produção e comercialização de rolhas de cortiça para o mercado global. As exigências qualitativas associadas à produção de rolhas exigem a adopção de normas de qualidade exigentes, desde o abastecimento da matéria-prima até ao produto final.

O principal objectivo do grupo consiste no aumento da quota de mercado de vedantes do mundo vinícola, através de uma maior eficiência das operações, adequar os níveis de serviço às exigências do mercado e cooperar com o cliente no desenvolvimento de soluções técnicas. A estratégia definida para conseguir esse aumento de quota de mercado passa pela qualidade dos produtos e pela sua inovação, ou seja, pela forte aposta em Investigação & Desenvolvimento (I&D), tendo em vista o reforço do desempenho técnico e sensorial da sua actual gama de produtos e o lançamento de novos produtos.

A SOCORI conta, actualmente, com um volume de vendas que ronda os 34 milhões de euros por ano, associado a uma produção anual de rolhas na ordem dos 700 milhões, das quais a sua maioria é enviada para a casa mãe em França e para a delegação da empresa no Chile, de onde partem para vários países do mundo [1].

1.3 Caracterização do sector da indústria corticeira

De acordo com a Associação Portuguesa da Cortiça (APCOR), Portugal é o país com maior área de montado, com cerca de 7.400 km², no mundo, tendo cerca de 50 % da produção mundial de cortiça e mais de 60 % das exportações, como mostra a Figura 1.1 e 1.2 respectivamente [2].

Os principais clientes dos produtos de cortiça são os clientes da indústria vinícola, com cerca de 65 % dos produtos de cortiça, como se pode verificar melhor na Figura 1.3 [2].

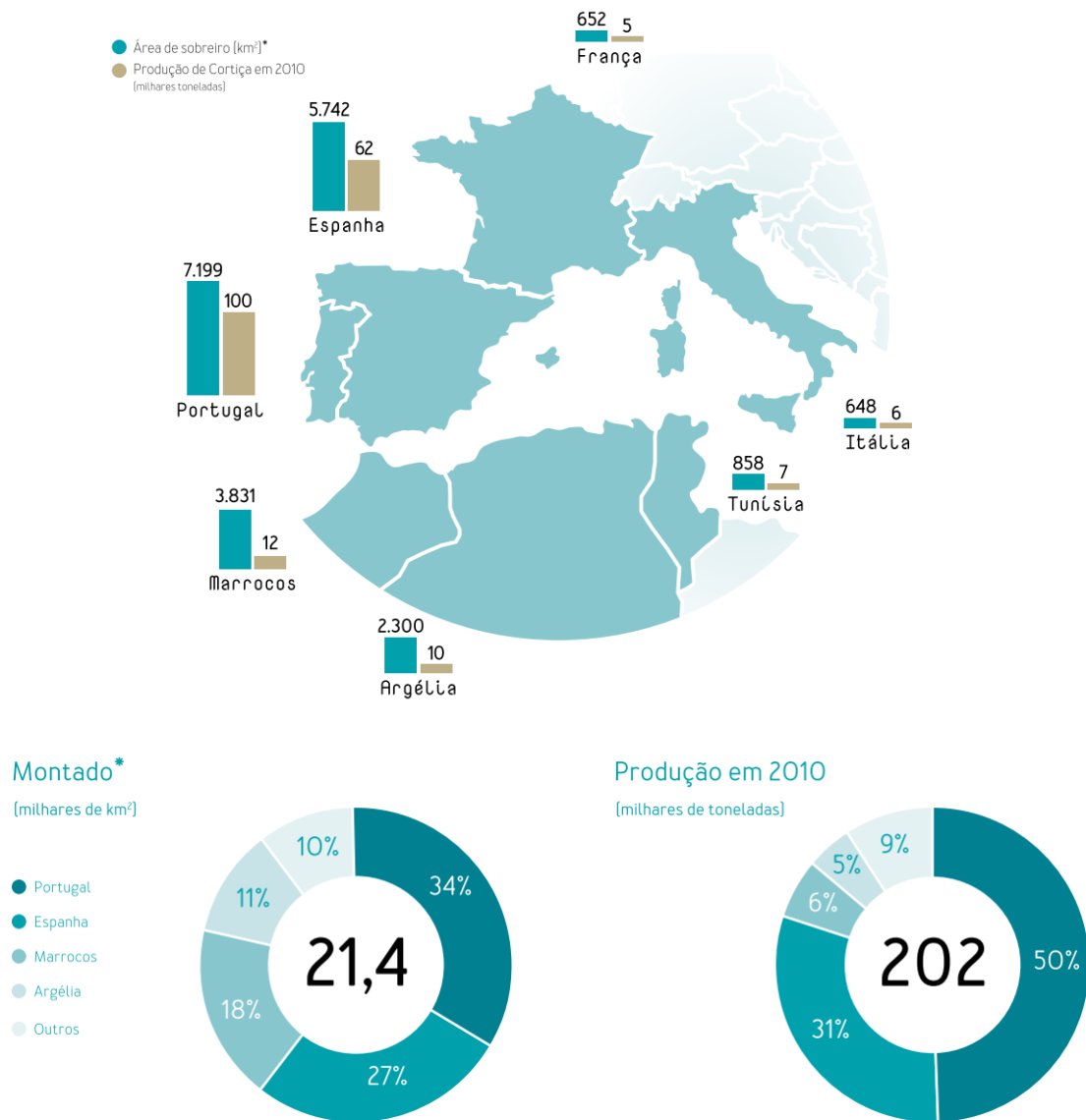


Figura 1.1 - Produção de cortiça na bacia do mediterrâneo ocidental em 2010 por área de sobreiro [2].

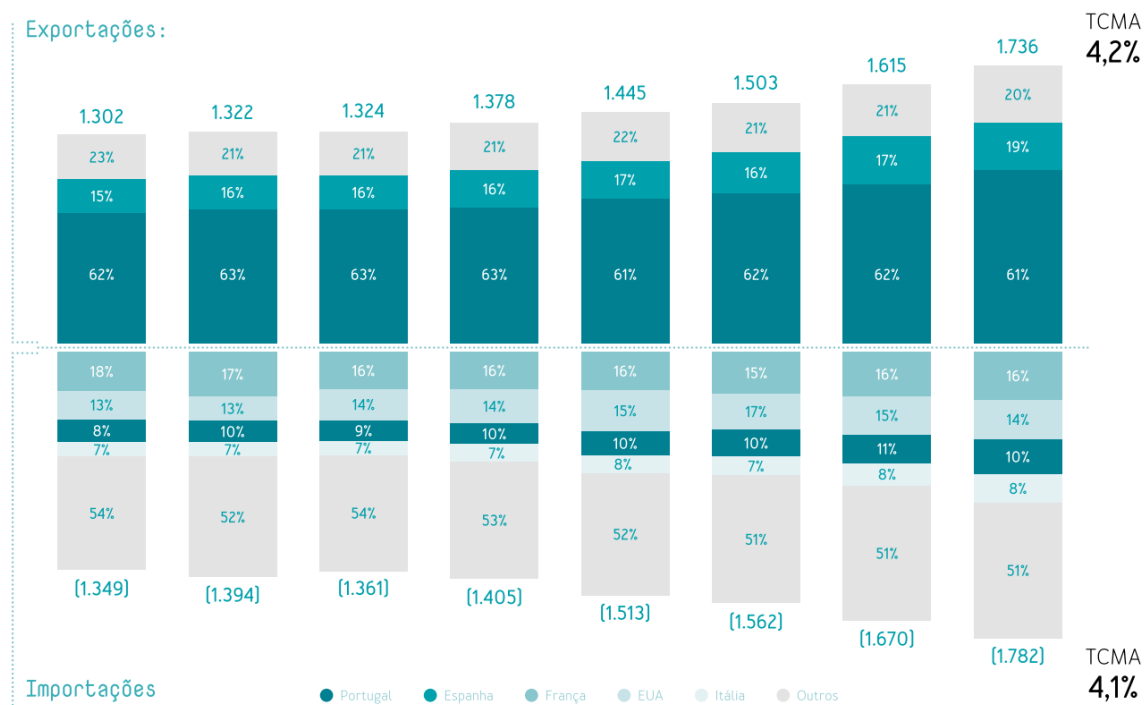


Figura 1.2 - Evolução das exportações portuguesas da cortiça entre 2011 e 2018 [2].

Comércio mundial por tipologia de produto (€M)

Valores de 2018

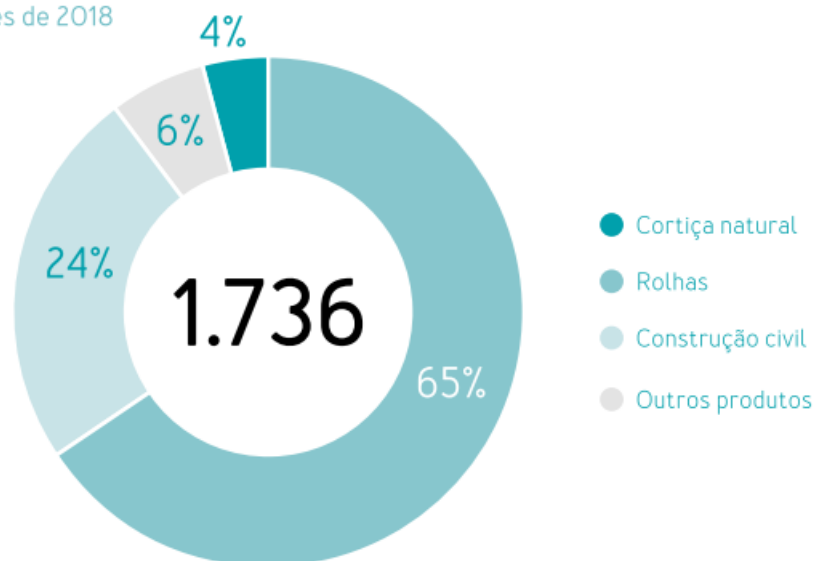


Figura 1.3 - Estrutura das vendas da cortiça por produto em 2018 [2].

Para além de Portugal ser o maior exportador de produtos derivados da cortiça, é também o maior importador de cortiça como matéria-prima (Figura 1.4). Assim, Portugal utiliza a sua própria cortiça e a cortiça que importa para transformar e posteriormente exportar [2].

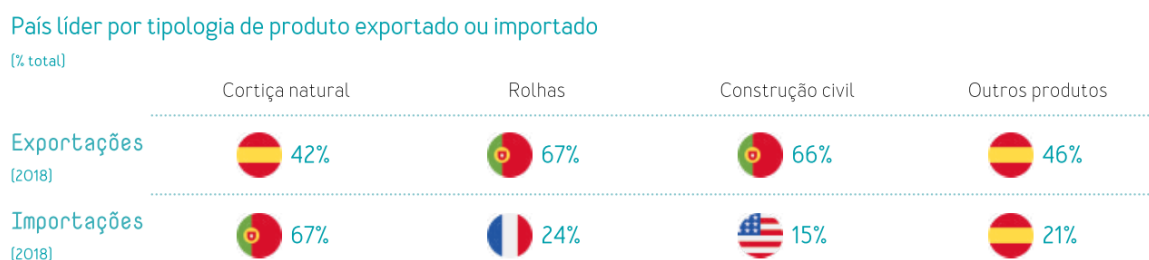


Figura 1.4 - Percentagem de importações e exportações de Portugal [2].

1.4 Tema e objectivos da dissertação

O tema abordado nesta dissertação teve, por base geral, uma optimização do tratamento de superfície em rolhas de cortiça. Este surgiu porque a colocação e medição da quantidade da substância química de tratamento é realizada de forma manual com ajuda de uma seringa, causando possibilidade de desperdício, e por consequência, levando a excesso ou défice da quantidade no produto final.

Foi também importante avaliar se a aplicação da substância através da seringa no tambor, permitia uma distribuição homogénea do produto químico na superfície das rolhas. Assim, procedeu-se ao estudo da variabilidade do processo de tratamento e suas causas, definição de condições óptimas de funcionamento e validação de produtos químicos alternativos. Para isso, este trabalho passou pela recolha de dados experimentais, nas diferentes condições de operação industriais e também na recolha de dados a uma escala piloto.

1.5 Organização da dissertação

A presente dissertação encontra-se dividida em 7 capítulos, que caracterizam as bases teóricas e as actividades práticas realizadas, ao longo do estágio, com intuito de cumprir os objectivos propostos.

No capítulo 1 foi apresentada uma parte introdutória que contém o enquadramento e contextualização do tema desenvolvido, a apresentação da empresa onde o estágio foi

realizado, uma breve caracterização do sector da indústria corticeira, bem como o tema e objectivos da dissertação.

O capítulo 2 apresenta uma breve descrição desde o sobreiro até à obtenção da cortiça, a morfologia, composição química e propriedades da cortiça e por fim, o processo produtivo da cortiça e de rolhas de cortiça.

A elaboração do capítulo 3 foi fundamental, dado que se descreve a base teórica do tratamento de superfície em rolhas de cortiça, os tipos de polímeros utilizados no tratamento e a descrição do processo de tratamento de superfície utilizado na empresa SOCORI.

O capítulo 4 expõe a descrição de todas as análises laboratoriais para o controlo da qualidade da rolha, referente à etapa do tratamento de superfície.

O capítulo 5 apresenta a análise estatística dos resultados médios obtidos e a sua discussão.

Por fim, no capítulo 6 e 7 são apresentadas as conclusões dos resultados obtidos ao longo do estudo e sugestões de propostas de trabalhos futuros, respectivamente.

2 A cortiça, um produto natural com qualidades únicas

A cortiça, isto é, a casca do sobreiro é um material muito relevante e até agora um material impossível de se obter tecnologicamente. As suas propriedades conferem-lhe características únicas o que permite a sua eficaz aplicação na produção de rolhas.

2.1 Do sobreiro à cortiça

A cortiça é extraída da casca do sobreiro, *Quercus suber L.*, uma árvore de crescimento lento e de grande longevidade, que pode atingir 250 a 350 anos, embora se considere que a idade limite para a produção de cortiça seja de 150 a 200 anos [3].

O sobreiro é uma espécie bem adaptada ao clima mediterrânico, caracterizado por períodos de seca estival e invernos amenos com temperaturas entre os -5 °C e 40 °C, com uma precipitação mínima anual de 400 mm e máxima de 1700 mm e os solos ideais para o seu crescimento são arenosos sem calcário, permitindo valores de pH entre 4,8 e 7,0 unidades de pH, baixo nível de azoto e fósforo e elevado nível de potássio [3][4].

O ciclo de vida da cortiça, enquanto matéria-prima, começa com a extracção da casca aos sobreiros, processo que se chama descortiçamento.

O descortiçamento, também denominado por, despela, tiragem ou extracção da cortiça, realizado por profissionais altamente especializados, consiste na separação da cortiça do tronco e dos ramos do sobreiro, pela região do felogénio, quando este se encontra na fase mais activa do crescimento da cortiça, entre meados de Maio ou princípios de Junho até meados ou fim de Agosto [5].

São precisos 25 anos até que um tronco de sobreiro comece a produzir cortiça e a ser rentável. No primeiro descortiçamento, processo que se chama desbóia, obtém-se uma cortiça de estrutura muito irregular, pois apresenta sulcos e fendas verticais importantes, resultantes das fracturas que ocorreram devido às fortes tensões tangenciais originadas pelo crescimento radial do tronco da árvore e com uma dureza que se torna difícil de trabalhar, é a chamada cortiça virgem que será utilizada em outras aplicações que não as rolhas, como pavimentos, isolamentos, entre outros, pois está longe de apresentar a qualidade necessária para esse fim [3][6].

Nove anos depois, no segundo descortiçamento, obtém-se um material com uma estrutura regular, menos duro, mas ainda impróprio para o fabrico de rolhas e que se designa por cortiça secundeira. É só no terceiro descortiçamento, e nos seguintes, que se obtém a cortiça com as propriedades adequadas para a produção de rolhas de qualidade, uma vez que já

apresenta uma estrutura regular com costa e barriga lisas, ou seja com poucas fracturas e de pequena profundidade, pois deve-se às menores tensões resultantes do engrossamento do tronco, não sendo suficientes para provocar a ruptura do tecido. É a chamada cortiça amadia ou de reprodução, a matéria-prima para a indústria rolheira. A partir desta altura, o sobreiro fornecerá, de nove em nove anos, cortiça com boa qualidade durante cerca de século e meio, produzindo, em média, 15 descortiçamentos durante toda a sua vida [6][7].

De salientar, que após o descortiçamento, cada sobreiro é marcado com a numeração do último algarismo do ano em que foi realizada a extracção da cortiça.

Em Portugal, a operação de extracção de cortiça dos sobreiros está regulamentada por legislação específica, o Decreto de Lei 11/97, de 14 de Janeiro [8].

A Figura 2.1 apresenta as três fases de descortiçamento na vida de um sobreiro e a Figura 2.2 apresenta os tipos de cortiça.

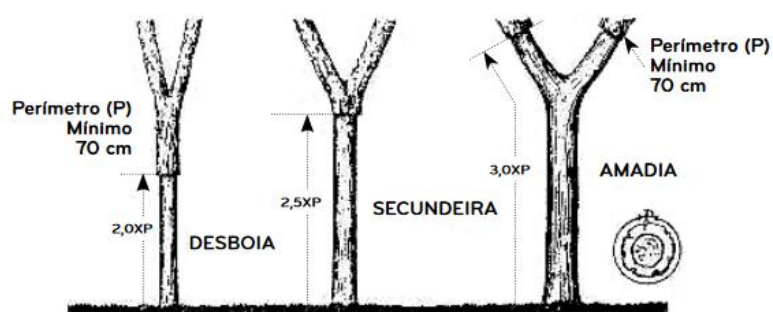


Figura 2.1 - Esquema das três fases de descortiçamento na vida de um sobreiro [8].

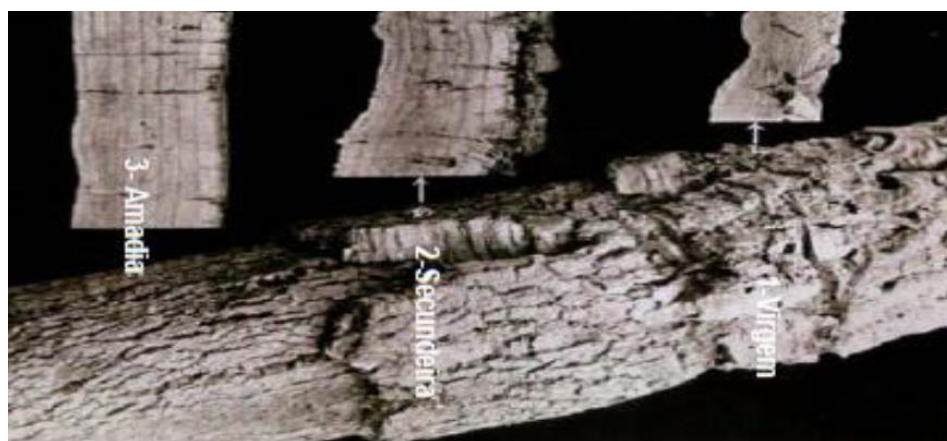


Figura 2.2 - Tipos de cortiça [7].

Após o descortiçamento, as pranchas de cortiça são empilhadas e armazenadas sobre materiais não contaminantes, para que não modifiquem a qualidade da matéria-prima e aí permanecem expostas ao ar livre, ao sol e à chuva. Durante este período de repouso dá-se a maturação da matéria-prima e a cortiça estabiliza-se [9].

No entanto, todas as pilhas são formadas tendo em conta regras próprias e muito restritas, definidas pelo Código Internacional de Práticas Rolheiras – CIPR, de forma a permitir a estabilização da cortiça. Segundo o CIPR, o tempo de repouso das pranchas nunca deve ser inferior a seis meses e só após este, é que a cortiça pode seguir para o processo industrial [9][10].

As pranchas sofrem um processo de secagem natural. Nesta fase, as pranchas apresentam uma curvatura resultante da forma do tronco e são dispostas em camadas horizontais, com superfície convexa da costa para cima. É importante que a sua disposição permita uma boa circulação de ar e evite a acumulação de água da chuva e o contacto com o solo. O seu processamento fabril é feito por lotes, mantendo a sua identificação ao longo das linhas de produção até ao produto final.

2.2 Morfologia da cortiça

A cortiça é um material celular, polimérico, relativamente complexo que tem acompanhado a humanidade desde tempos imemoráveis.

A estrutura celular da cortiça foi estudada por *Hooke* pela primeira vez em 1663 através da microscopia óptica. Realça-se que as características estruturais e químicas da cortiça são responsáveis pelas suas propriedades únicas [11].

Microscopicamente, a cortiça é um tecido biológico constituído por células dispostas de modo denso, e forma regular, tecido homogéneo, sem espaços intercelulares, contendo um gás semelhante ao ar no seu interior, numa estrutura alveolar, como apresentam as imagens da Figura 2.3 que se assemelha com a de um favo de mel [12][13].

As células constituintes têm a forma de prismas rectangulares e estão empacotadas em colunas paralelas, o que confere impermeabilização. A cortiça contém ainda canais lenticulares, cujo diâmetro e número é variável, influenciando a densidade e porosidade da cortiça. Os canais lenticulares existentes também possuem forma cilíndrica, não alterando assim a configuração existente [14].

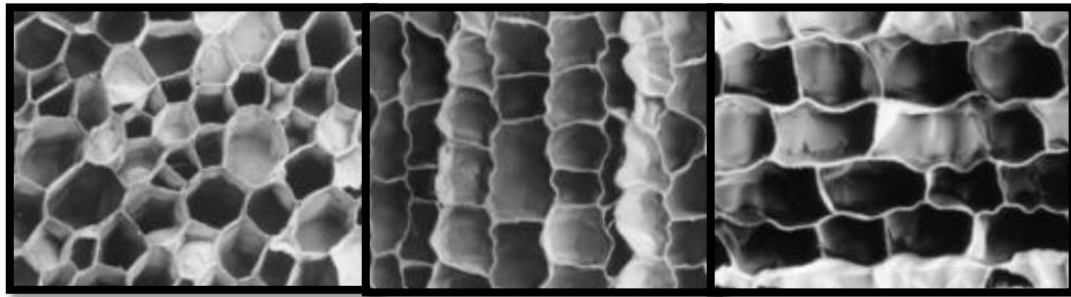


Figura 2.3 - Estrutura microscópica da cortiça em diferentes direcções [12].

A cortiça é anisotrópica. As três principais direcções do crescimento celular da cortiça são, radial, paralela aos raios da árvore; axial, na direcção do eixo longitudinal do tronco; e a tangencial, perpendicular às outras duas, conforme apresenta a Figura 2.4 [15].

No entanto, a anisotropia deixa de ser sentida no caso de um aglomerado de cortiça, uma vez que a orientação da cortiça é totalmente aleatória [16].

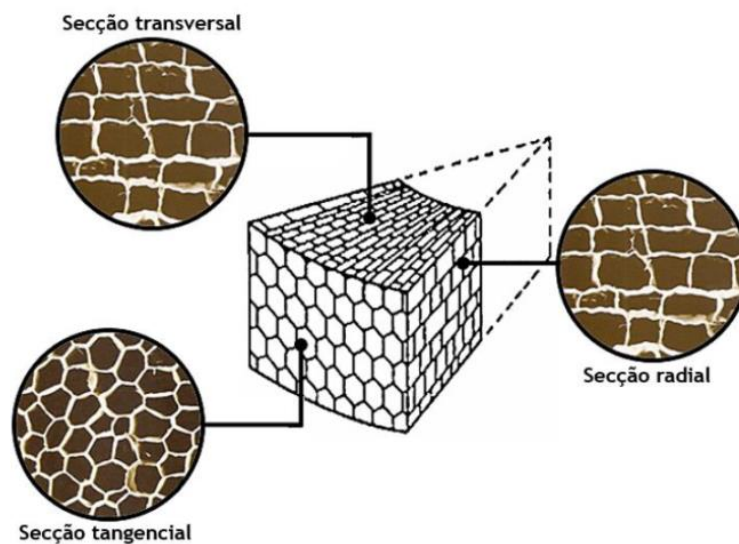


Figura 2.4 - Esquema representativo da estrutura celular da cortiça segundo diferentes direcções [15].

Macroscopicamente, a cortiça é constituída por uma camada exterior chamada de “Costa” tendo esta como principal constituinte a “raspa”, pelos anéis de crescimento intermédios e pela “barriga” ou “ventre”, o último anel de crescimento que integra a camada interior da cortiça.

A cortiça virgem não apresenta a camada “raspa”. Na sua parte exterior, a cortiça de reprodução possui os restos dos tecidos lenhosos do entrecasco que ficaram para o lado exterior do felogénio quando se deu a sua regeneração. A estes tecidos escuros, cinzentos acastanhados são designados por Costa da cortiça ou raspa. Por oposição, o lado interior da cortiça, por onde se faz a separação do tronco da árvore no descortiçamento é designado por Barriga da cortiça [4].

Estruturalmente, o tronco do sobreiro é composto pelas seguintes camadas: lenho ou xilema, câmbio, floema, feloderme, felogénio, felema ou cortiça e costa ou raspa, como se pode observar na Figura 2.5 e Figura 2.6 [15].

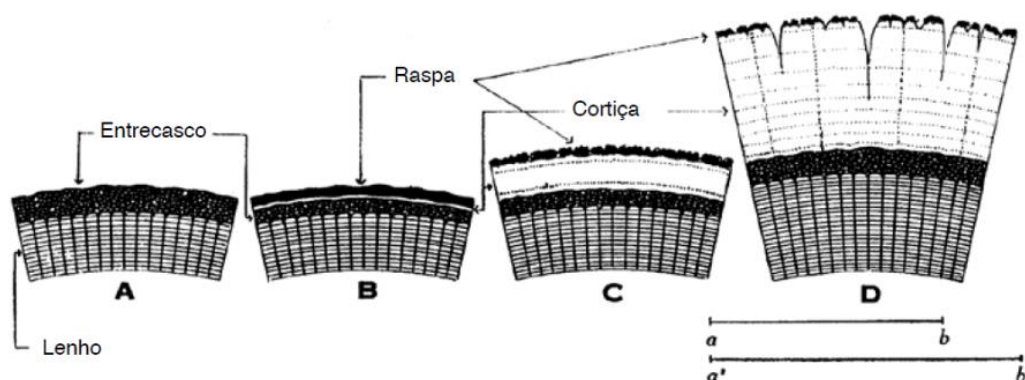


Figura 2.5 - Evolução temporal da estrutura macroscópica da cortiça [15].

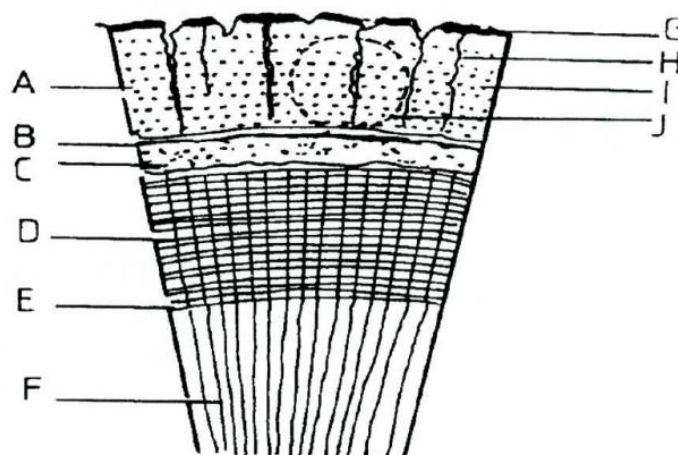


Figura 2.6 - Esquema do crescimento da secção axial do sobreiro. (A) Cortiça; (B) Câmbio súbero-felogénio; (C) Felogénio; (D) Floema; (E) Câmbio floema madeira; (F) madeira; (G) raspa, (H) canais lenticulares, (I) área de produção de rolhas; (J) anéis anuais [15].

Na operação de extracção da cortiça, a camada geradora da cortiça, que se chama felogénio, tecido meristemático com capacidade de divisão celular, é destruída, no entanto, regenera-se uma nova camada geradora de cortiça nos tecidos interiores, no entrecasco, a alguma distância da superfície exterior da árvore, constituindo um novo felogénio que recomeça a produzir células de cortiça. Este felogénio é designado por felogénio traumático, dado ser a resposta da árvore ao trauma provocado. É esta capacidade de regeneração do felogénio após a extracção da cortiça que permite a exploração do sobreiro de uma maneira sustentada, ao longo da vida da árvore, através de sucessivas extracções de cortiça [17].

A dimensão das camadas varia consoante a actividade celular do felogénio. Assim, o felogénio tem actividade máxima na Primavera, originando células mais numerosas, mais longas e de paredes finas, conseqüentemente uma camada mais espessa e menos densa. No entanto, as células de Verão / Outono são mais curtas, menos numerosas e de parede mais grossa originando uma camada menos espessa e mais densa, devido à menor actividade do felogénio, como mostra a Figura 2.7 [18].

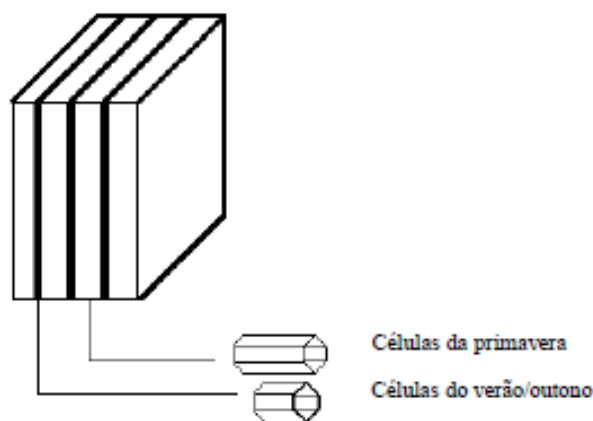


Figura 2.7 - Estrutura celular da cortiça consoante a época do ano [18].

Esta capacidade de regeneração permite extrair a cortiça do sobreiro sem que seja necessário o abate da árvore.

Actualmente, o principal objectivo é produzir rolhas, o que exige que as pranchas de cortiça amadia possuam uma espessura mínima de cerca de 22 mm [17].

2.3 Composição química da cortiça

Não é apenas a estrutura do tecido que confere à cortiça as suas características, pois muitas das suas propriedades devem-se também à natureza das membranas celulares. As

células comunicam entre si por microcanais que atravessam a parede celular, os plasmodesmos. As paredes celulares são constituídas por uma base estrutural de lenhina e celulose, com suberina e polifenóis e ainda ceras extractáveis. A parede celular das células de cortiça apresenta cinco camadas: duas de natureza celulósica que forram as cavidades celulares correspondendo à parede terciária, duas mais interiores com suberina e ceras que conferem impermeabilidade à célula, formando assim a parede secundária e ainda uma camada média lenhificada, que confere rigidez e estrutura. As diferentes camadas especificadas podem-se observar na Figura 2.8 [15].

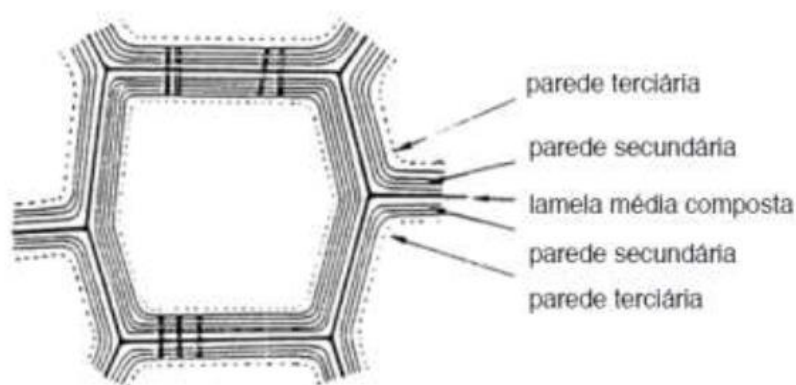


Figura 2.8 - Representação de uma célula de cortiça e suas camadas [15].

Estudos sobre a composição química da cortiça do *Quercus suber L.*, que se desenvolveram ao longo dos dois últimos séculos, permitiram conhecer, em valores médios, a sua composição química. Assim, a cortiça é constituída maioritariamente por suberina (30-40 %), lenhina (19 a 22 %), polissacarídeos (12 a 20 %) e extractáveis (13 a 16 %) [18].

Pelo facto da cortiça ser um produto natural, a sua composição pode variar em termos percentuais, variação essa originada por factores ambientais, como por exemplo, o solo, o clima, as condições vegetativas, entre outros, pela idade da árvore e ainda pelo tipo de exploração florestal. Para além da variação devido à origem da cortiça, e não menos importante, é a variação provocada pela utilização de diferentes métodos de determinação dos componentes, que originam grande discrepância entre os valores encontrados na literatura [18]. De seguida, será feita uma breve descrição e caracterização de cada um dos componentes da cortiça.

Suberina

A suberina é o componente presente em maior percentagem nas paredes celulares da cortiça. É responsável por propriedades únicas da cortiça tais como uma notável elasticidade,

baixa densidade, impermeabilidade a líquidos e gases, baixa condutividade térmica e sonora, entre outras. Para além destas propriedades, a suberina desempenha um papel fundamental como barreira protectora entre o organismo e o ambiente envolvente. Trata-se de um biopolímero constituído por dois domínios, um alifático e outro aromático [15].

Os monómeros encontrados na suberina da cortiça podem agrupar-se nas seguintes classes: ácidos gordos de cadeia longa (18 a 30 átomos de carbono), álcoois gordos e glicerol. São acompanhados por alguns compostos fenólicos, principalmente ácido ferúlico. Os ácidos gordos incluem uma série de famílias com diferentes grupos funcionais, que se dividem em três classes: monoácidos α , ω - diácidos e ω - hidroxiaácidos [19].

Lenhina

A lenhina é um polímero amorfo de carácter aromático a qual é o segundo componente mais importante da cortiça *Quercus suber L.* Este polímero tem como função, conferir rigidez, impermeabilidade e resistência a ataques microbiológicos e mecânicos aos tecidos vegetais. É constituído principalmente por três monómeros, álcool p - cumarílico, álcool coniferílico e álcool sinapílico, que se distinguem pela ausência ou presença de um ou dois grupos metoxilo [20].

Polissacarídeos

Os polissacarídeos estruturais das paredes celulares da cortiça são constituídos por celulose e hemiceluloses, polímeros em que as unidades monoméricas são monossacarídeos, pentoses e hexoses. Os monómeros principais são a glucose, a xilose, a manose, a galactose, a arabinose, o ácido 4 - O - metilglucurónico e a ramnose [19].

A celulose é um homopolímero linear constituído por unidades β - D - glucopiranosose ligadas entre si por ligações glicosídicas [21]. As moléculas de celulose dispõem-se ao lado umas das outras, de uma forma compactada e organizada, com ligações de hidrogénio intramoleculares e unidas entre si por ligações de hidrogénio intermoleculares. A estrutura é maioritariamente cristalina, formando agregados orientados, as microfibrilas. Estas possuem regiões cristalinas interpostas por regiões desordenadas ou amorfas, como mostra a Figura 2.9 [19].

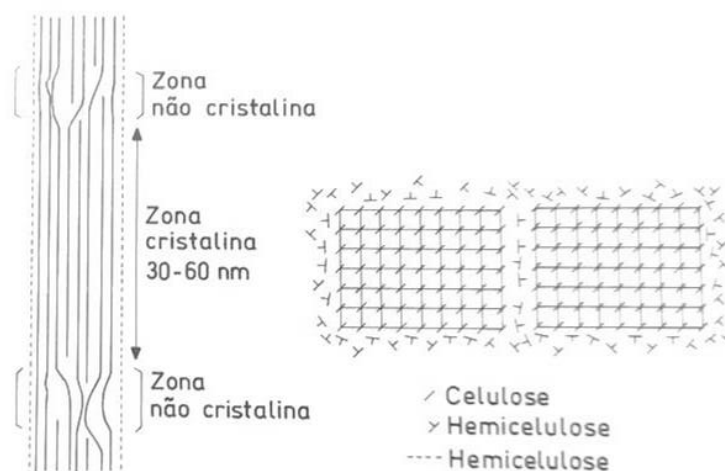


Figura 2.9 - Representação esquemática das microfibrilas celulósicas e das regiões cristalinas e não cristalinas [19].

Como resultado da sua estrutura molecular e supramolecular, a celulose é fortemente anisotrópica. As características de maior resistência é tração na direcção das fibrilas de celulose, e maior flexibilidade e deformabilidade que os materiais celulósicos apresentam nas direcções perpendiculares a esta, são manifestações desta anisotropia [19].

As hemiceluloses são heteropolissacarídeos ramificados, constituídos por várias moléculas de baixo peso molecular, tais como as pentoses (xilose, arabinose) e as hexoses (glucose, manose, galactose, ramnose, ácido glucurónico), por vezes com grupos substituintes, como por exemplo grupos metilo ou acetilo [19][21]. As hemiceluloses diferenciam-se da celulose, para além da constituição monomérica, também por possuírem um menor grau de polimerização e uma estrutura linear ramificada [19].

Extractivos

Os extractivos, que são componentes orgânicos não estruturais da parede celular e dividem-se em dois grandes grupos, os ceróides e os compostos fenólicos. Os ceróides influenciam nas características de impermeabilização da cortiça, enquanto os compostos fenólicos desempenham funções de protecção contra ataques de organismos biológicos [15].

Dentro dos compostos fenólicos encontram-se os taninos que se subdividem em dois grupos, os taninos hidrossolúveis e as proantocianinas têm como principais constituintes as catequinas e as leucoantocianidinas. Estes últimos são responsáveis pelas sensações gustativas dos vinhos, nomeadamente ao nível da adstringência [15][22].

É o conjunto destes componentes, que faz a cortiça um material com propriedades únicas, tais como: renovável; 100 % natural e biodegradável; excelente isolante térmico, acústico e vibratório; impermeável a líquidos e gases; elástica e compressível; resiliente; leve, flutuante e resistente ao fogo e altas temperaturas [21].

2.4 Propriedades da cortiça

A cortiça possui uma vasta gama de propriedades físicas e químicas que a tornam ideal para diversas aplicações, sendo as principais apresentadas na Tabela 2.1 [14][16][23][24].

Tabela 2.1 - Principais propriedades da cortiça [14][16][23][24].

Propriedades	Considerações
Densidade	<ul style="list-style-type: none"> O tecido suberoso apresenta uma densidade entre 120 a 180 kg/m³, uma vez que, cerca de 50 % do volume da cortiça é ar ou uma mistura gasosa de composição semelhante ao ar. Depende do tipo de cortiça, do processo de cozedura, das dimensões das células dos canais lenticulares e da densidade das pranchas; Esta propriedade relaciona-se com a elasticidade, pois se a cortiça for excessivamente leve a elasticidade diminui.
Impermeabilidade	<ul style="list-style-type: none"> A suberina sendo uma substância de baixa polaridade e portanto hidrofóbica, torna a cortiça um material muito pouco permeável a líquidos e gases; Propriedade conferida pela quantidade de suberina existente. A sua resistência à humidade permite-lhe envelhecer sem se deteriorar.
Porosidade	<ul style="list-style-type: none"> Quanto maior a quantidade de canais lenticulares maior será a sua porosidade e desta forma menor será a sua qualidade; Propriedade inteiramente ligada com a qualidade da cortiça, com a existência de mais ou menos canais lenticulares; A cortiça destinada ao fabrico de rolhas apresenta, geralmente, uma porosidade abaixo de 10 %.
Compressibilidade e elasticidade	<ul style="list-style-type: none"> Os baixos teores de lenhina conferem grande flexibilidade às membranas celulares, que por sua vez, permitem que, ao exercer-se compressão na rolha, o gás existente dentro das células comprime-se e a sua pressão aumenta. Após relaxação, a rolha readquire a sua forma original, realizando desta forma pressão sobre o gargalo da garrafa possibilitando em condições normais uma boa vedação; Estas propriedades associadas à baixa permeabilidade permitem a utilização da cortiça como vedante; É o único sólido que ao ser apertado num dos lados não aumenta de volume no outro. Possui uma “memória elástica” que lhe permite adaptar-se a variações de temperatura e de pressão.
Isolamento acústico e térmico	<ul style="list-style-type: none"> A cortiça tem uma baixa condutividade de som, vibração e térmica. Isto acontece porque os elementos gasosos que contém estão fechados em pequenos compartimentos impermeáveis e isolados uns dos outros.
Análise Sensorial	<ul style="list-style-type: none"> Produto suave ao toque, com um odor muito característico, não intrusivo e levemente adocicado. Temperatura natural muito aproximada à do corpo humano, transmitindo uma sensação de conforto.

2.5 A qualidade da cortiça

Na indústria, as respectivas pranchas de cortiça amadia são classificadas atendendo ao seu calibre, isto é, à espessura da prancha e à sua qualidade, que tem a ver com a homogeneidade e continuidade do tecido suberoso. Os critérios de qualidade a que a cortiça deve obedecer dependem dos produtos que se pretendem fabricar, assim como dos fins a que se destinam, podendo variar ao longo do tempo devido a alterações que ocorram na utilização dos produtos ou nos processos de fabrico.

A avaliação da qualidade da cortiça é feita tendo em consideração diversas características, tais como, a porosidade, resultante da presença de canais lenticulares, e outros defeitos estruturais que o material possa conter, quer de origem natural, como por exemplo as inclusões lenhosas, quer provocados por factores exteriores à árvore, como organismos invasores ou até mesmo o processo de extracção [25].

Dos mais variados defeitos da cortiça, um dos que tem maiores implicações na posterior utilização do material é o verde. O termo verde é aplicado à cortiça que contém áreas com elevado teor de humidade, entre 400 % a 500 %, rodeadas por cortiça com teor de humidade normal, cerca de 6 % a 8 %, quando seca ao ar [13][25]. Podem existir na cortiça outros defeitos, que afectam em maior ou menor grau a qualidade tecnológica, como mostra a Tabela 2.2 [26].

Tabela 2.2 - Alterações biológicas e estruturais da cortiça e sua caracterização [25].

Designação das alterações biológicas e estruturais	Caracterização das alterações
Marmoreado	Contaminação com fungos de coloração azul
Manchitas de Mosca	Manchas cinzento - escuro
Prego	Células de Esclerenquima
Bofe	Canais lenticulares alargados
Terra	Conteúdo pulverulento, castanho-avermelhado, em canais lenticulares;
Entrecasco	Camadas de floema aderentes ao ventre
Esfoliação	Adesão incompleta entre camadas
Insecto	Ataque de insecto ou larva no tecido suberoso produzindo galerias
Mancha amarela	Descoloração de tecido, bolor específico

2.6 Processamento da cortiça

A cortiça é utilizada industrialmente no fabrico de diferentes produtos, que se podem reunir genericamente em dois grupos, sendo eles, os produtos de cortiça natural e os produtos de cortiça aglomerada.

Os produtos de cortiça natural são constituídos exclusivamente por cortiça sem qualquer aglutinante e transformação para além de operações de preparação, corte e acabamento. Incluem principalmente as rolhas e discos.

Os aglomerados de cortiça são partículas de cortiça aglomeradas com produtos químicos, das quais colas de poliuretano, para fabrico de rolhas de cortiça por exemplo, folhas de cortiça aglomerada para revestimento, entre outros.

De acordo com as matérias-primas que utilizam e os produtos que fabricam, a indústria da cortiça pode englobar diferentes tipos de processamento, como se apresenta na Figura 2.10 [27][28].

O processamento da cortiça amadia inclui uma operação inicial, chamada de etapa de preparação, que engloba a cozedura, o traçamento e a classificação das pranchas de cortiça. A preparação das pranchas exige especialização dos executantes e depende fortemente das características da cortiça amadia bruta, principalmente da sua espessura e qualidade. Seguem-se as operações de corte das pranchas de cortiça para o fabrico de rolhas de cortiça ou discos.

Os refugos e bocados de cortiça amadia que não são adequados para o fabrico de rolhas e discos, assim como os subprodutos do corte das pranchas, são triturados, produzindo granulados de cortiça, com diferentes classes de dimensão de partículas. As cortiças, virgem e secundeira, são trituradas directamente para a produção de granulados, com destino à construção e decoração.

Os granulados constituem a matéria-prima para o fabrico de diferentes tipos de aglomerados, de acordo com a sua qualidade.

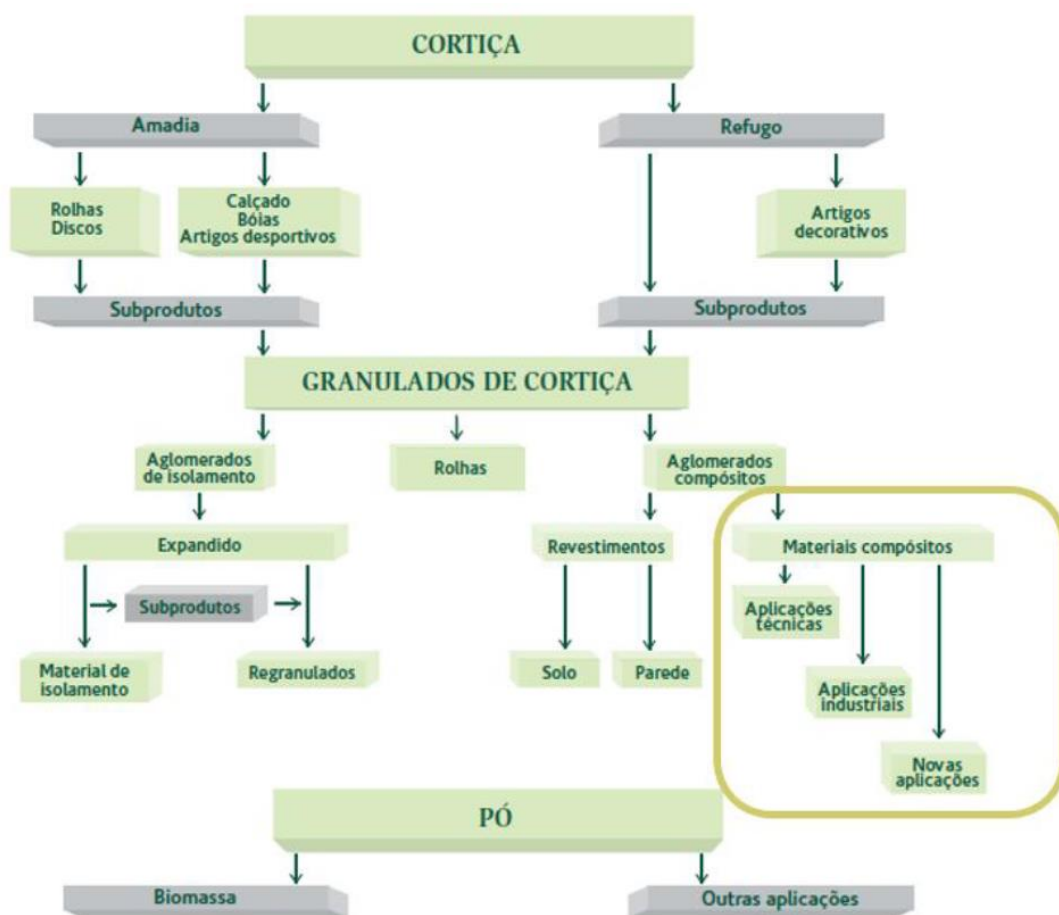


Figura 2.10 - Esquema geral do fluxo de materiais nas principais linhas de processamento industrial da cortiça [28].

2.7 Produção de rolhas de cortiça natural

As rolhas de cortiça natural constituem o elemento-chave de todo o sector industrial corticeiro. Estas rolhas são cilíndricas, caracterizadas pelo comprimento e diâmetro, podendo ser fabricadas com várias dimensões, de acordo com os requisitos do cliente.

Para a maior parte dos vinhos, o diâmetro das rolhas utilizadas é de 24 mm, e o comprimento, é frequentemente 38 ou 45 mm. Para além da classificação dimensional, as rolhas de cortiça natural são comercializadas por classes de qualidade, de acordo com a extensão da porosidade e de outras heterogeneidades da cortiça que estão aparentes nos topos e na superfície lateral do corpo da rolha. Em Portugal é usual considerar-se 9 classes de qualidade, a Flor, Extra, Superior, Primeira, Segunda, Terceira, Quarta, Quinta e Sexta classe [27].

Toda a produção de cortiça amadia em prancha é dirigida para o fabrico de rolhas desde que apresente espessura e qualidade consideradas adequadas. Em relação à espessura, excluem-se as pranchas de calibre inferior a 22 mm, por não permitirem fisicamente a brocagem de rolhas com dimensões usuais e as pranchas grossas com calibre superior a 54 mm, porque apresentam características mecânicas consideradas desadequadas para o funcionamento da rolha, principalmente uma menor resistência à compressão [27].

Em relação à qualidade, são eliminadas como refugo as pranchas que apresentam defeitos extensos, como por exemplo galeria de insectos ou um teor elevado de inclusões lenhosas, como mencionado anteriormente. São também excluídas as cortiças com o ataque microbiológico designado por mancha-amarela, assim como a zona das pranchas proveniente da parte inferior do tronco do sobreiro em contacto com o solo, devido à possibilidade de contaminação com compostos que podem provocar maus odores ou gostos no vinho, principalmente o tricloroanisol, designado por TCA.

A produção de rolhas de cortiça natural a partir da cortiça em bruto inicia-se com a selecção da cortiça e rabaneação e termina com a etapa de embalamento e expedição. Em seguida descreve-se resumidamente cada uma das etapas.

Após o período de estabilização das pranchas de cortiça, procede-se à selecção, ou seja, as pranchas são separadas por classes de qualidade, com base na espessura, porosidade e aspecto. Depois, são encaminhadas para a operação de cozedura em água. Esta trata-se de uma operação em descontínuo, na qual as paletes de cortiça bruta são tratadas em tanques com água a uma temperatura próxima de 100 °C e durante aproximadamente uma hora. O objectivo da cozedura é limpar a cortiça, extrair substâncias hidrossolúveis, alterar as propriedades mecânicas das pranchas, de modo a aplanar a sua curvatura e a facilitar as operações de corte subsequentes. Esta funciona como um tratamento de alívio de tensões geradas durante o crescimento da cortiça, resultante do aquecimento e do amaciamento das paredes celulares, originado pela absorção de água. Neste processo dá-se o aumento dimensional da cortiça, ou seja, maior na direcção radial das pranchas, e a diminuição do tamanho dos poros.

No final da cozedura, inicia-se o período de estabilização (1 a 2 dias), onde as pranchas são estabilizadas em local arejado e coberto. O arejamento é realizado por ventiladores para que haja uma maior rapidez de secagem e menos probabilidade de desenvolvimento microbiológico.

Será interessante referir alguns valores de teor de humidade da cortiça em diferentes fases. Na árvore, e em medições feitas logo após a extracção, o teor de humidade médio da

prancha de cortiça varia geralmente entre 15 % e 35 %, embora se encontrem valores inferiores e superiores, mostrando um gradiente desde o interior, com maior teor de humidade, até à parte exterior, aproximadamente em equilíbrio com o ar. Na fábrica, depois da cozedura, a cortiça é cortada em pranchas com um teor de humidade de aproximadamente 25 % e brocada com um teor de humidade de 15 % a 18 %. As rolhas, no final do processo, têm humidade de 6 % a 8 % [29].

Segundo a NP-298 (ISO/DIS 1216), as pranchas brutas são cortadas em pranchas mais pequenas, que tenham uma classe e espessura mais ou menos uniforme e uma qualidade adequada para o fabrico de rolhas [27].

O fabrico de rolhas começa com operações de corte, primeiro a rabaneação e depois a brocagem, às quais se seguem operações de ajustamento de dimensões da rolha.

A brocagem consiste em realizar um furo com uma broca nas tiras obtidas na rabaneação. Este corte é feito na perpendicular ao crescimento da cortiça de modo a que os canais lenticulares (poros) fiquem perpendiculares ao comprimento da rolha e assim aumentar a capacidade de vedação da rolha. As rabanadas brocadas, designadas por aparas de broca, constituem um subproduto da indústria rolheira que se destina a ser triturado e utilizado como matéria-prima para o fabrico dos aglomerados.

Posteriormente, os topos e o corpo das rolhas são corrigidos para se obter as dimensões finais específicas pelo cliente. A operação de correcção do diâmetro (corpo da rolha) denomina-se por ponçamento e a correcção do comprimento (topos) denomina-se de topejamento.

A operação de escolha manual e/ou electrónica, que vem de seguida, consiste na separação das rolhas por classes, de forma automática, através de aparelhos de leitura óptica automatizados, ou de forma manual através de pessoal qualificado para fazer a selecção visual das rolhas. Esta última praticamente em desuso.

As operações de acabamento das rolhas incluem a lavagem, a secagem e a classificação. A lavagem das rolhas corresponde a uma reacção de branqueamento com peróxido de hidrogénio (H_2O_2), eliminando os grupos cromóforos na superfície das rolhas que podem conferir cor indesejada à cortiça [30]. Os grupos cromóforos são a parte ou conjunto de átomos de uma molécula, chamados de grupos funcionais orgânicos que absorvem na região do ultravioleta ou visível [31].

O peróxido de hidrogénio é um produto económico e eficiente, gerando menos efluentes nocivos para o meio ambiente comparativamente aos produtos usados inicialmente na lavagem como o hipoclorito de cálcio $Ca(ClO)_2$. A lavagem pretende assegurar a limpeza,

despoeiramento e desinfecção das rolhas, conferindo-lhes simultaneamente um aspecto mais uniforme e uma cor mais clara, sem que haja uma remoção significativa da lenhina. Em meio alcalino, o H_2O_2 está em equilíbrio com o anião hidroperóxido (HO_2^-), um nucleófilo forte que se acredita ser a espécie activa que reage com os grupos cromóforos da lenhina [30].

No branqueamento com o H_2O_2 existem duas reacções principais que competem entre si:

1. A reacção entre o anião hidroperóxido e os grupos cromóforos presentes na lenhina, que levam ao aumento da brancura da cortiça;
2. A reacção de decomposição do H_2O_2 em água e oxigénio molecular;

Para obter o máximo de eficiência do H_2O_2 como agente branqueamento, é necessário controlar a sua decomposição para minimizar a degradação da cortiça e preservar a lenhina. Este controlo é feito através de condições de branqueamento ligeiramente alcalinas, utilizando o hidróxido de sódio, e através de estabilizadores inorgânicos como o silicato de sódio (Na_2SiO_3) ou o bissulfato de sódio (NaHSO_4) [32].

A lavagem das rolhas com peróxido de hidrogénio pode deixar resíduos que podem ser prejudiciais para o resto do processo produtivo. Assim, o limite aceitável do teor de peróxido de hidrogénio residual na rolha, na SOCORI, é de 0,1 mg/rolha. A lavagem promove o aumento do teor de humidade nas rolhas sendo necessário a realização do processo de secagem que assegura que as rolhas têm um teor de humidade consistente com um bom comportamento mecânico e estabilidade microbiológica.

Em caso de rolhas de qualidade baixa, é usual a realização da colmatagem dos poros com uma massa constituída por uma mistura de pó de cortiça com um ligante, geralmente do tipo poliuretano. Também se pode aplicar revestimentos de base aquosa.

Por fim, as rolhas são submetidas a tratamentos finais, à marcação, a fogo, a tinta ou a laser, ao tratamento de superfície com substâncias à base de parafina, e/ou silicones e elastómeros de silicone para facilitarem a inserção e extracção das rolhas das garrafas e também melhorar a vedação. A marcação consiste na impressão de logótipos ou textos, contramarca e código de fornecedor, quando aplicável. De salientar, que o Código Internacional das Práticas Rolheiras definiu que os topos das rolhas apenas podem ser marcadas a fogo.

As rolhas seguem para a etapa de embalamento e expedição. Nesta, as rolhas são embaladas, e em alguns casos especificados pelo cliente, em sacos selados a vácuo com SO_2 (dióxido de enxofre), devidamente contadas, de acordo com a dimensão da encomenda a fim

de evitar o desenvolvimento microbiológico. De modo a acondicionar as encomendas, os sacos podem ser colocados em caixas de cartão com a marca da empresa.

2.8 Produtos de cortiça aglomerada

Os aglomerados constituem, em termos económicos, o segundo produto mais importante da indústria corticeira, a seguir às rolhas. O seu aparecimento foi um acontecimento importante para o sector, já que permitiu o aproveitamento das cortiças de qualidades inferiores e dos desperdícios provenientes do fabrico de rolhas, deste modo abrindo a possibilidade da utilização integral de toda a cortiça produzida. Desperdícios que representam cerca de 75 % a 80 % do peso inicial da cortiça preparada e são utilizados, juntamente com as cortiças virgem, segundeira e amadia de má qualidade, no fabrico de aglomerados de cortiça para decoração e construção [27].

Os aglomerados de cortiça, são previamente triturados, obtendo-se o granulado, com granulometria entre 0,25 e 45 mm. Esta operação de trituração é realizada em moinhos apropriados, sendo os mais utilizados o de facas e/ou de estrela, em que os granulados obtidos são seguidamente passados por crivos adequados para a separação dimensional e densimétrica, secos e limpos.

Durante a operação de trituração são geradas grandes quantidades de pó de cortiça, ou seja, partículas com granulometria inferior a 0,20 mm. Este pó de cortiça tem sido utilizado principalmente como combustível para a produção de energia por queima em caldeiras.

O fabrico de aglomerados para rolhas, através de desperdícios de cortiça amadia de boa qualidade, é, normalmente, realizado por extrusão ou por moldação, processos estes, significativamente diferentes. No processo de extrusão, a mistura do granulado com o adesivo e os aditivos é introduzida continuamente num tubo, onde é comprimida por um pistão. No tubo existe uma zona de aquecimento para polimerização do adesivo e uma zona de arrefecimento, formando-se continuamente um bastão de aglomerado. No processo de moldação, a mistura é comprimida em moldes que posteriormente seguem para estufas de aquecimento onde se dá a cura do adesivo. Em seguida, ocorre a desmoldagem. Os extrudidos e corpos moldados estabilizados são seguidamente rectificadas e cortados com comprimentos adequados ao fabrico das rolhas de aglomerado.

As aplicações de maior importância dos aglomerados concentram-se em rolhas de aglomerado e as rolhas compostas. As rolhas compostas incluem cortiça natural e aglomerada.

As rolhas mais utilizadas hoje em dia, no engarrafamento de champanhes e espumantes são as rolhas compostas, ou mistas, constituídas por um corpo cilíndrico de aglomerado, com

um ou dois discos de cortiça natural colados na extremidade que irá ficar em contacto com o líquido.

De salientar, que o fabrico do corpo de aglomerado é fabricado a partir de grânulos de primeira qualidade. Os granulados, previamente calibrados, são aglutinados com colas apropriadas que devem ser resistentes à humidade existentes nas caves, conservar as propriedades ao longo do tempo e respeitar as normas internacionais sobre toxicidade, nomeadamente as da *Food and Drug Administration*.

Finalmente, as rolhas são submetidas a operações de acabamento, rectificação e de tratamento de superfície.

2.9 Produção de rolhas técnicas

A produção de rolhas técnicas engloba três etapas, a produção de discos de cortiça natural, a fabricação do corpo de cortiça aglomerada e a montagem da rolha.

O processo de produção de discos é semelhante ao processo de fabrico de rolhas naturais, isto é, são obtidos a partir de pranchas delgadas, ou seja, de cortiças de crescimento lento, normalmente mais densas e com baixa porosidade, com calibre inferior a 22 mm. As pranchas são cortadas de modo a obter lâminas de cortiça macias e uniformes com cerca de 6,5 mm de espessura. Estas lâminas são perfuradas mecanicamente em círculos – discos do tamanho dos topos das rolhas que se pretende elaborar. Os discos passam por uma selecção óptica de modo a dividi-los segundo as categorias estabelecidas, normalmente 4 classes de qualidade. O que resta do corte constitui a aparas de costa [33]. Contudo, cada vez mais existe equipamentos que transformam a cortiça directamente em discos sem cortar em tiras.

Os discos são colados ao corpo de aglomerado com colas de poliuretano de grau alimentar e posteriormente são abastecidos a máquinas de montagem. Estas têm a capacidade de seleccionar o lado do disco que vai estar em contacto com o vinho. Segue para a rectificação, lavação, selecção, marcação, tratamento de superfície e embalagem como as rolhas naturais.

3 Tratamentos de superfície aplicados nas rolhas de cortiça

Para que o engarrafamento possa ser efectuado, com a cadência imposta pelas altas velocidades atingidas pelas máquinas de engarrafar actuais, cerca de 20000 garrafas por hora, conseguindo-se ao mesmo tempo características óptimas de vedação, as rolhas de cortiça são submetidas, na fase final da sua produção, a tratamentos de superfície com substâncias à base de parafina e/ou silicones. Estas substâncias são hidrofóbicas, e destinam-se a reduzir a força de atrito aquando da sua inserção e extracção da rolha do gargalo da garrafa, sem que as propriedades mecânicas, como a compressibilidade, flexibilidade sejam alteradas. De salientar, que estas não alteram a estrutura celular da cortiça, apenas as células abertas na superfície da rolha ficam impregnadas com o produto de tratamento, ou seja, só as propriedades da superfície da rolha são afectadas, nomeadamente o coeficiente de atrito, a absorção de líquido e a molhabilidade [34].

O coeficiente de atrito é definido pelo quociente da intensidade de duas forças entre duas superfícies de materiais diferentes, que escorregam uma sobre a outra com velocidade constante, ao mesmo tempo que são comprimidas uma contra a outra com uma força F . Este coeficiente influencia a força de extracção, porque o movimento da rolha ao ser extraída da garrafa em repouso, desliza pelo vidro, a velocidade constante, ao qual se denomina atrito estático [34].

O coeficiente de atrito de escorregamento entre a cortiça e o vidro é bastante elevado, entre 0,6 e 0,7 (grandeza adimensional), pelo que as forças de introdução e extracção das rolhas não tratadas no gargalo da garrafa podem atingir valores muito elevados. Desta forma, torna-se evidente a necessidade e a importância de tratar a superfície das rolhas, por forma a diminuir este coeficiente de atrito, e assim, permitir a funcionalidade do produto [34] [35].

Para que se estabeleça uma ligação forte entre o elastómero e a cortiça é necessário que o produto químico molhe e possa espalhar-se sobre a superfície da rolha, o que implica que tenha uma viscosidade baixa e que o ângulo de contacto cortiça e elastómero seja o menor possível. Estas propriedades – molhabilidade e ângulo de contacto – são relevantes em qualquer situação em que um líquido está em contacto com a cortiça. Quando uma gota de um líquido é colocada sobre uma superfície sólida, poderá espalhar-se completamente sobre a superfície ou permanecer como uma gota com um certo ângulo de contacto (θ), com a superfície sólida. O ângulo de contacto de uma substância polimérica com a cortiça depende da natureza química. Este diminui ao longo do tempo, mas a variação depende da natureza química e das propriedades físicas, como por exemplo, a viscosidade [34].

Segundo o CIPR (Código Internacional das Práticas Rolheiras), as rolhas destinam-se a entrar em contacto com os géneros alimentícios e as bebidas, pelo que devem respeitar o Regulamento (CE) N° 1935/2004 do Parlamento Europeu e do Conselho de 27 de Outubro de 2004, sobre os materiais e objectos destinados a entrar em contacto com os alimentos e o Regulamento (CE) N° 2023/2006 da Comissão de 22 de Dezembro de 2006 relativo às boas práticas de fabrico dos materiais e objectos destinados a entrar em contacto com os alimentos [10].

No método corrente utilizado na empresa, estes tipos de tratamento de superfície são realizados em tambores rotativos, onde os produtos são adicionados e colocados em contacto com as rolhas de cortiça, durante um certo período de tempo.

O método de colocação da substância é manual, ou seja, utiliza-se uma seringa para medir a quantidade da substância a colocar, e com esta faz-se a introdução da substância no tambor. Este processo pode levar a erros de medição da quantidade do produto químico, a uma distribuição do produto pouco homogénea nas rolhas durante a rotação do tambor, assim como o desperdício da mesma.

O controlo da distribuição do tratamento na superfície da rolha é um factor relevante para a qualidade do produto final, uma vez que permite verificar se a rolha está adequadamente tratada no final do processo de produção.

Assim pretendeu-se:

- Estudar a variabilidade do processo em vários tipos de rolhas, para as condições e produtos químicos existentes;
- Identificar as possíveis variáveis que influenciam o processo de tratamento de superfície, e definir as condições óptimas de funcionamento;
- Avaliar produtos alternativos.

Os tratamentos de superfície devem obedecer a determinados requisitos, tais como [10] [21]:

- Lubrificar a superfície da rolha de forma a diminuir o atrito entre a superfície da rolha e o gargalo e por consequência facilitar a inserção e extracção da rolha no gargalo da garrafa, assim como melhorar a vedação;
- Reduzir a molhabilidade e a absorção a líquidos, no sentido de proteger a rolha do ataque da bebida alcoólica;

- Formar filmes transparentes, em camada fina para que a rolha apresente um aspecto natural;
- Não causar desvios sensoriais, ou seja, verificar a ausência de migração do produto químico utilizado, no produto acondicionado;
- Estar de acordo com as exigências definidas no CIPR e a legislação vigente no que diz respeito à compatibilidade alimentar, ou seja, no caso de utilização de silicones, estes devem ser conformes à Resolução AP (2004) 5 do Conselho da Europa sobre silicones utilizados para as aplicações em contacto com os géneros alimentícios, nomeadamente silicones elastómeros;
- Para os silicones elastómeros aplicados, respeitar os prazos de reticulação preconizados pelas empresas fabricantes destes produtos;

O tratamento de superfície tem em conta vários aspectos para a sua implementação, nomeadamente, o tipo de rolhas (natural, técnica, revestida, etc.), tipo de vinho (consumo rápido, longo estágio em garrafa, etc.) e o destino (região) na qual as rolhas serão utilizadas (temperatura) [35].

Pode-se dizer que o tempo de estágio do vinho é o tempo em que o vinho permanecerá engarrafado, e como tal, onde a rolha terá que desempenhar as suas funções no gargalo. A rolha quando inserida no gargalo para além de se encontrar comprimida está sujeita à pressão exercida pelo vinho no sentido da saída da mesma. A pressão é maior, quanto maior a gaseificação do vinho. Assim, para as rolhas que são utilizadas em vinhos de rotação, isto é, em vinhos com consumo rápido (consumo até um ano) a rolha terá que suportar todos os condicionantes a que está sujeita durante um período de tempo inferior a rolhas utilizadas em vinhos de estágio (consumo efectuado após tempo superior a um ano).

A SOCORI apresenta diferentes ensaios de controlo de qualidade, no entanto, o ensaio da força de extracção é o mais comum para avaliar a etapa do tratamento de superfície. O tratamento de superfície permite que, na extracção da rolha se obtenham forças de extracção admissíveis para o ser humano, isto é, forças que o ser humano seja capaz de realizar aquando a extracção da rolha. [36] Os limites de aceitabilidade das forças de extracção aplicados na empresa encontram-se na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Valores limite das forças de extracção para cada tipo de rolha.

Tipo de Rolha	Dimensões (mm)	Forças de extracção (daN)	
		Limite inferior	Limite Superior
Champanhe	48×30	-	-
Cidra	45×28,8	-	20
SCR	38×23,5	12	30
	44×23,5	15	35
SPI	38×23,5	12	35
	44×23,5	15	45
1+1	40×23,5	15	35
	44×23,5	15	35
	44×26	-	-
1+1 Fusion	44×23,5	20	40
1+1 Hidro	44×23,5	15	35

Quando as forças de extracção se encontrarem dentro do intervalo de especificação, a substância de tratamento poderá estar distribuída pela superfície da rolha. Caso as forças de extracção forem menores ao limite inferior, poderá haver excesso de substância na superfície da rolha. Se pelo contrário, as forças de extracção forem maiores do que o limite superior de aceitabilidade, poderá haver défice de substância na superfície da rolha.

3.1 Tipo de tratamentos de superfície

De um modo geral, o processo de tratamento de superfície das rolhas de cortiça consiste em adicionar às rolhas produtos à base de parafina e/ou silicone ou elastómero de silicone. Na empresa SOCORI, os tratamentos de superfície realizam-se maioritariamente com elastómeros de silicone.

Parafina

As parafinas são alcanos, derivadas do petróleo, que se apresentam na forma sólida, que foram descobertos pelo químico alemão *Carl Reichenbach* em 1830. Estas substâncias são misturas de hidrocarbonetos saturados. Possuem uma cadeia carbónica alifática, saturada e homogénea, isto é, apresentam uma cadeia aberta com ligações simples entre os átomos de carbono. Quando o número de carbonos é superior a 18 unidades pode-se designar como alcano com alto peso molecular [7].

As parafinas são fortemente solúveis em solventes orgânicos como éter, álcool e benzeno e insolúveis em água. São conhecidas por serem puras, de cor branca, sem cheiro e sem gosto, para além disto apresentam propriedades termoplásticas, de repelência à água [37].

Atualmente, a parafina usada como tratamento de superfície é aplicada em forma de emulsão, e não sólida, a qual o seu ponto de fusão varia de 56 °C a 62 °C [38]. Com este produto é possível estimar a quantidade de produto a adicionar ao tratamento, bem como, promover maior homogeneidade na distribuição do produto na superfície da rolha. Este facto impede que rolhas com este tipo de tratamento sejam usadas em engarrafamento a quente, pois pode ocorrer a possibilidade de a substância de tratamento de superfície se desprender da superfície da rolha e migrar para o gargalo ou para a bebida [21]. Entende-se por engarrafamento a quente, uma técnica de tratamento térmico do vinho, onde o vinho é aquecido a uma temperatura de cerca de 60 °C [39].

O contacto com a substância de tratamento é promovido pela agitação do tambor, que faz com que a parafina se envolva com as rolhas, e estas se friccionem, ficando com a superfície coberta de parafina.

A parafina, em geral, é mais utilizada em tratamento de rolhas de cortiça, destinadas a vinhos que necessitam de envelhecimento em garrafa para poderem atingir as características organolépticas ideais. Por outro lado, a aplicação de parafina apresenta outra desvantagem, o facto de servir como substrato para o crescimento de alguns microrganismos e podendo a sua degradação conferir sabores desagradáveis ao vinho [35].

Silicone

O termo silicone refere-se a uma família de polímeros sintéticos, de fórmula geral $(R_2SiO)_n$. A unidade básica repetitiva do silicone é conhecida como “Siloxano” e o silicone mais comum é o Polidimetilsiloxano (PDMS), como mostra a Figura 3.1 [35]. Estes são quimicamente inertes, inodoros, insípidos, incolores, impermeabilizantes e lubrificantes. Resistem à decomposição pelo calor suportando temperaturas entre -65°C e 400°C. São também resistentes à decomposição pelo calor, água, ou seja, hidrofóbico, ou agentes oxidantes, embora possua alta permeabilidade por gases [37].

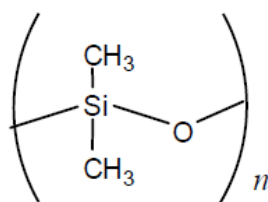


Figura 3.1 - Estrutura química repetitiva de um polidimetilsiloxano [29].

Os silicões podem apresentar-se em três formas diferentes, dependendo do seu peso molecular e da polidispersividade do polímero constituinte: na forma de óleo, emulsão ou de elastómeros. Os óleos de silicone são mais aplicados no tratamento de superfície, permitindo uma distribuição fácil e regular na superfície da rolha. As emulsões de silicone são um tratamento que também é muito utilizado, no entanto, as suas características, como por exemplo, viscosidade, dependem do peso molecular do polímero [35].

Os elastómeros de silicone são muito mais estáveis termicamente, pois formam uma camada polimérica fina perfeitamente distribuída e homogénea que acompanha a compressão da rolha de cortiça natural; proporciona uma excelente lubrificação de modo a permitir uma inserção e extracção repetitiva; aumenta a protecção e a resistência à molhabilidade por soluções alcoólicas; confere excelente hermeticidade às rolhas depois de engarrafadas e é resistente a intervalos de temperaturas maiores [21]. Além disso, não correm o risco de migração para o vinho, apresentando um bom desempenho ao longo do tempo [35].

De acordo com o CIPR, os tratamentos de superfície devem ser silicões elastómeros [10].

O termo elastómero é utilizado para descrever um material que tem propriedades elásticas, isto é, pode recuperar a sua forma original após ser estendido ou comprimido. Este comportamento elástico deve-se ao facto de o polímero ter cadeia longa e flexível, sendo que a flexibilidade do material resulta da aptidão dos átomos rodarem em torno das ligações simples entre eles [21]. A sua reacção de reticulação é iniciada quando este entra em contacto com a humidade atmosférica [40].

De referir, a selecção dos tratamentos de superfície parece estar suportada essencialmente em conhecimento empírico, não estando disponível suporte técnico científico, o que constitui claramente uma limitação deste processo. Apesar de existirem alguns estudos publicados nos últimos anos, ao nível de selecção dos tratamentos estão apenas disponíveis alguns trabalhos onde se menciona as vantagens e desvantagens da utilização de alguns produtos em detrimento de outros.

3.2 Processo do tratamento de superfície

A SOCORI produz um vasto leque de rolhas de cortiça e cada uma delas tem características e aplicações diferentes. Consequentemente, o tratamento de superfície aplicar aos diferentes tipos de rolha terá de ser distinto.

A secção de tratamento de superfície das rolhas inicia-se após a marcação da rolha a fogo ou tinta e sua estabilização. Após a etapa da marcação e estabilização recomendada, as rolhas

são encaminhadas para os tambores de tratamento de superfície. A empresa dispõe actualmente de quatro tambores de tratamento industriais.

A alimentação das rolhas é realizada através de um sistema incorporado nos tambores, de braços elevatórios automatizados, ou seja, o/a operado/a transporta os carros da zona de estabilização da marcação até à sala de tratamento de superfície para o respectivo tambor. Os braços automatizados elevam o carro com abertura manual no seu fundo, a qual as rolhas são descarregadas no interior do tambor através de uma rampa também automatizada. A Figura 3.2 ilustra o funcionamento do tambor industrial de tratamento de superfície.

O processo de tratamento de superfície inicia-se com um período de aspiração de 3 minutos, de modo a retirar o pó existente na superfície da rolha, etapa denominada de despoeiramento. Segue-se a injeção manual do produto através de uma seringa, como mostra a Figura 3.3, numa janela que se encontra na porta da máquina. Por fim, o tempo de tratamento de superfície (tempo de rotação para que as rolhas se friccionem umas nas outras, ajudando na distribuição da substância pela rolha) é de 16 minutos. Esta rotação realiza-se a uma velocidade de 30 rpm para o tambor 1 e 27 rpm para os tambores 2, 3 e 4.

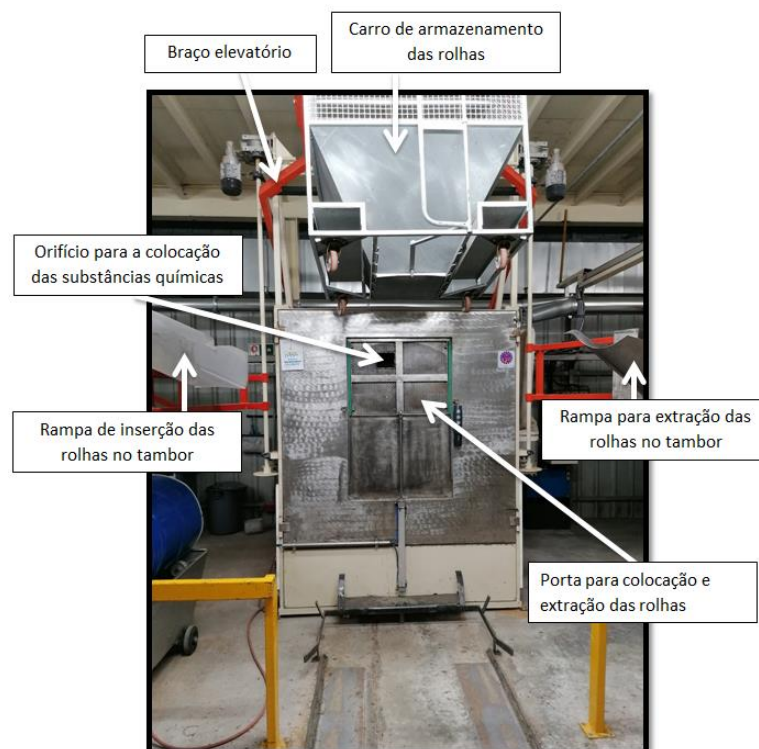


Figura 3.2 - Tambor industrial de tratamento de superfície das rolhas de cortiça.



Figura 3.3 - Seringa utilizada para medição e colocação da substância de tratamento de superfície das rolhas de cortiça. Capacidade de 100 mL.

Para além destes quatro tambores, a empresa, possui também um quinto tambor, mais pequeno que os restantes, usado apenas para tratar pequenas quantidades de amostras ou para experiências laboratoriais. Neste tambor, a introdução da substância do tratamento de superfície é realizada também de forma manual com a seringa. Neste não é realizado o despoeiramento das rolhas.

O sistema de doseamento das embalagens da substância também é realizado manualmente através de torneiras para a seringa, como mostra a Figura 3.4.



Figura 3.4 - Embalagens das substâncias químicas de tratamento de superfície.

A quantidade de produto adicionada no tambor é em função do volume de rolhas dentro do tambor, ou seja, independentemente do calibre das rolhas é necessário que o volume ocupado por estas seja constante dado que a quantidade de tratamento adicionada é constante. Frisa-se, que o tambor deverá estar ocupado com cerca de 70 % da sua capacidade, para permitir a mobilidade das rolhas durante a rotação do tambor. Na empresa, existem as fichas de encomenda por cliente, com a definição da substância a aplicar assim como a dosagem. Desta forma, o que varia em cada tambor de tratamento é o número de rolhas por tambor e a área superficial das mesmas.

Após o tratamento de superfície, as rolhas são descarregadas em carros que são encaminhados para a sala de estabilização, com temperatura e humidade controlada, para que a substância tenha as condições para reticular no tempo estabelecido na ficha do cliente (24 h, 48 h ou 72 h).

4 Parte experimental

Para este projecto, numa fase inicial foi mantido um contacto directo com o processo de tratamento de superfície, de modo a ter como base um conhecimento sólido sobre o seu estado actual e facilitar a identificação dos factores relevantes.

Assim, consideraram-se os seguintes factores que podiam influenciar a operação de tratamento de superfície:

- Tambor de tratamento;
- Quantidade de rolhas no tambor;
- Velocidade de rotação do tambor;
- Tempo de despoeiramento da operação;
- Fluxo de aspiração
- Tempo de tratamento;
- Tipo de elastómero;
- Quantidade de elastómero;
- Doseamento;
- Limpeza dos tambores.

A SOCORI tem métodos de controlo de qualidade internos das rolhas, por forma a certificar o cumprimento das especificações internas e do cliente.

Neste trabalho, referem-se apenas, os métodos de controlo realizados para os tratamentos de superfície das rolhas, foco de estudo do presente trabalho.

Assim, realizaram-se os ensaios laboratoriais, para caracterização das rolhas tratadas enumerados seguidamente:

- Determinação das forças de extracção da rolha na garrafa;
- Determinação da migração/capilaridade;
- Quantificação do teor de pó libertado pela rolha;
- Testes de estanquicidade a líquidos;
- Testes dimensionais;
- Massa volúmica;
- Humidade;
- Coloração com solução azul metileno.

Estes ensaios foram realizados em rolhas de Champanhe, Cidra, SCR, SPI, 1+1, 1+1 Fusion e 1+1 Hidro, como mostra a Figura 4.1 e as fichas técnicas presentes no Anexo A.

Outro dos pontos propostos foi a validação de quatro novas substâncias para o tratamento de superfície e a sua optimização.

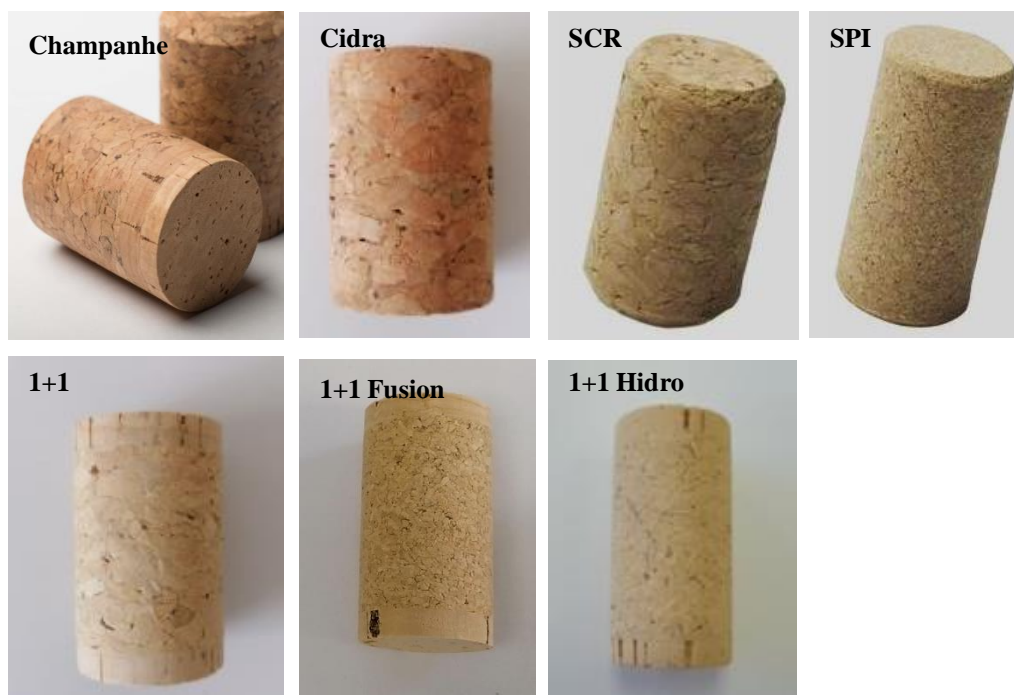


Figura 4.1 - Tipo de rolhas utilizadas nos ensaios.

4.1 Métodos de controlo da qualidade das rolhas de cortiça

Existe um conjunto de métodos de ensaio de controlo da qualidade do produto acabado que foram realizados no laboratório das naturais, na SOCORI. O número de ensaios para cada método seguidamente enumerado, variou entre 3 a 10.

4.1.1 Ensaio dimensional

O ensaio dimensional destina-se a determinar o comprimento e diâmetro e avaliar a ovalidade das rolhas. Pode-se utilizar um comparador, paquímetro ou o MedCork, segundo a metodologia da NP ISO 9727-1. O comparador é um equipamento para efectuar o controlo dimensional das rolhas. Este admite que a pressão efectuada sobre a rolha é constante [41]. O paquímetro é um instrumento usado para medir com precisão absoluta. Este é utilizado para medir distâncias internas e externas com a máxima precisão e menor erro. Os paquímetros podem ser manuais ou digitais [42]. O MedCork (Egitron) é um equipamento automatizado, que é usado para medir o comprimento, o diâmetro, o peso e a humidade de rolhas [43].

Para esta análise foi utilizado um total de dez amostras por ensaio, seguindo a instrução de trabalho interna Anexo B.1.

4.1.2 Determinação da humidade

A quantidade de água na cortiça, ou seja, o teor de humidade, é referida em percentagem, definida como a massa de água em 100 unidades de massa de cortiça seca: por exemplo, 5 g de água por 100 g de cortiça seca, corresponde a um teor de 5 %. Entende-se por cortiça seca, a que resulta da eliminação total de água a temperatura ligeiramente superior a 100 °C. [29]

O conhecimento da humidade da cortiça, em diferentes condições de humidade relativa e de temperatura ambiente do ar, reveste-se da maior importância, quer do ponto de vista comercial (as transacções da cortiça em prancha são frequentemente baseadas no peso), quer do ponto de vista tecnológico (durante o processo de fabrico, as rolhas de cortiça são submetidas a tratamentos em diferentes condições de temperatura e humidade), quer ainda nas suas aplicações, pois a cortiça irá estar em ambientes com diferentes humidades. Para determinar a humidade de equilíbrio da cortiça em diversas condições de humidade relativa e de temperatura é necessário estabilizar as amostras até massa constante em ambientes com essas condições de humidade relativa e de temperatura, e, em seguida, determinar o teor de humidade das amostras estabilizadas. [29]

A humidade das rolhas foi avaliada com um higrómetro da marca Aqua-Boy, que permite a determinação do teor relativo de água presente na massa de uma rolha por condutimetria. A especificação determina que os valores devem ser expressos em percentagem, arredondados às décimas e compreendidos entre 4,0 % a 8,0 %. Utilizou-se a instrução de trabalho presente no Anexo B.2 e o número de amostras utilizado foi de 10 rolhas por ensaio.

4.1.3 Determinação das forças de extracção

O ensaio da força de extracção consiste na medição da força necessária para extrair a rolha da garrafa. As rolhas foram colocadas em garrafas do respectivo cliente, através de um engarrafador automático, durante um período de 1 hora e após esse tempo, mediu-se a força de extracção através de uma máquina de medição semi-automática, o Extralab.

Outro factor importante é que através deste teste pode-se avaliar o tempo de validade do tratamento aplicado na rolha, ou seja, o tempo em que o tratamento é eficiente na rolha, através da análise das forças de extracção ao longo do tempo. De notar que as forças de extracção da rolha tendem a baixar com o tempo em garrafa [44].

Utilizou-se a instrução de trabalho interna da empresa, como mostra o Anexo B.3. Cada ensaio foi realizado com o total de 10 rolhas.

4.1.4 Massa volúmica

A determinação da massa volúmica é efectuada através da seguinte expressão de cálculo pela instrução de trabalho presente no Anexo B.4.

$$\rho = \frac{m \times 10^6}{\pi \times \left(\frac{D}{2}\right)^2 \times L} \quad \text{Equação (4.1.4)}$$

Em que m , corresponde à massa da rolha expressa em g, L , ao comprimento da rolha em mm, D , ao diâmetro da rolha em mm, e π (pi) o valor arredondado à centésima, ou seja, 3,14.

A massa pode ser determinada usando uma balança analítica ou através do MedCork, neste caso os dados são armazenados na sua base de dados.

4.1.5 Capilaridade / Migração

Este método destina-se a verificar a eficácia do tratamento de superfície aplicado nas rolhas, ou seja, este teste consiste em colocar as rolhas na vertical, normalmente uma amostra de 2 rolhas, num recipiente contendo vinho tinto a 12 % de teor alcoólico, imersas cerca de 1cm e equidistantes entre si, durante um período de 24 h, como evidencia o Anexo B.5.

Caso haja subida de líquido na superfície das rolhas deve-se medir, em milímetros, com ajuda do paquímetro, o pico mais alto a partir da linha de contacto. Para este método utilizou-se 3 rolhas por cada ensaio.

4.1.6 Estanquicidade a líquidos

A estanquicidade conferida por uma rolha resulta do contacto das paredes celulares da sua superfície lateral com a superfície do gargalo. As paredes das células funcionam como pequenos diques à passagem de líquido: as paredes que não estão em contacto (diques abertos) permitem a passagem do líquido, enquanto que as paredes em contacto (diques fechados) a impedem, podendo ainda ocorrer situações intermédias em que o líquido é obstruído, mas não totalmente, por contactos incipientes [27]. O ensaio de estanquicidade permite avaliar o comportamento da rolha à vedação ao líquido, neste caso ao vinho.

Para que uma rolha macroscopicamente lisa seja estanque, é preciso que pelo menos 65 % das paredes celulares na sua superfície estejam em contacto perfeito com o gargalo [27].

Este teste consiste no engarrafamento de rolhas tratadas em tubos de acrílico transparente, simulando o gargalo de uma garrafa. A pressão interna foi aumentada gradualmente, desde 0,3 bar, 0,6 bar, 0,9 até ao máximo de 1,2 bar. Em cada ponto de pressão, analisaram-se as possíveis fugas centrais ou laterais de líquido. A penetração do líquido é visível a olho nu, e a profundidade de penetração vai sendo medida ao longo do tempo.

Segundo o método interno o lote é aceite se o número de rolhas com fuga for igual a 0 rolhas e lote rejeitado se número de rolhas maior ou igual a 1 rolha.

Os equipamentos utilizados neste ensaio foram o engarrafador e um suporte para a fixação dos tubos com um sistema de introdução e manutenção de ar comprimido e um manómetro com escala de 0 a 2,5 bar. A amostragem foi de 6 rolhas, como evidencia a instrução de trabalho no Anexo B.6, por cada ensaio.

4.1.7 Quantificação do pó residual

Este ensaio destina-se à determinação de pó, em mg, libertado por cada rolha e seguiu-se a instrução de trabalho interna no Anexo B.7.

São realizados 3 ensaios onde são colocadas, em cada matraz, 4 rolhas com 250 ± 1 ml de solução alcoólica a 10 % a agitar durante 10 min a 125 rpm.

Após esse período de tempo, a solução foi filtrada a vácuo de modo a que o pó libertado para a solução, durante a agitação, fique retido num filtro, previamente pesado. Posteriormente, o filtro é colocado numa estufa a $103 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 1 hora, e depois, num exsiccador. No fim, este é pesado novamente.

O teor de pó, expresso em mg/rolha, é calculado pela seguinte equação:

$$\text{Teor de Pó} \left(\frac{\text{mg}}{\text{rolha}} \right) = \frac{(m_f - m_i) \times 1000}{n} \quad \text{Equação (4.1.7)}$$

Onde, m_i e m_f correspondem à massa da membrana inicial e final, respectivamente e n , corresponde ao número de rolhas usado no ensaio.

A especificação associada a este ensaio determina que existe um limite máximo de pó que uma rolha pode libertar e varia de acordo com o tipo de rolha e cliente, ou seja, poderá variar de 0 a 2,0 mg/rolha.

4.1.8 Método qualitativo do azul metileno

Foi realizado um teste qualitativo com uma solução de azul metileno, após período de estabilização de 24 h. Este ensaio permitiu avaliar o grau de distribuição do elastómero de silicone ao longo da superfície da rolha e verificar se foi aplicada uma quantidade adequada de produto.

Para a realização deste ensaio foi apenas necessário uma solução de azul metileno que continha 2 g deste composto dissolvido em 800 mL de água destilada e 15 mL de álcool a 96 % [40]. Posteriormente foram medidos 5 mL da solução preparada e colocou-se num recipiente juntamente com uma amostra de cinco rolhas, que foram agitadas manualmente durante 30 segundos. De seguida, as rolhas foram lavadas com água corrente, e após 24 h foi feita uma observação da alteração da cor da superfície da rolha.

Neste ensaio, as rolhas que assumiram uma cor azul intensa, evidenciam que foi aplicada uma quantidade de produto inferior à ideal, ou seja, as rolhas têm escassez de tratamento. Por outro lado, se aplicado uma quantidade excessiva à superfície das rolhas, estas mantêm a sua cor original [40].

4.1.9 Análise sensorial

Realizou-se uma prova cega sensorial às substâncias novas, em conjunto com uma substância de tratamento já existente na SOCORI, com a possibilidade de futuramente ser substituída.

Após estabilização do tratamento de superfície foram recolhidas quinze rolhas, referentes a cada substância. De seguida, colocou-se em frascos com água destilada, ficando a macerar estaticamente durante 24 h.

Esta prova cega teve como intuito perceber se a substância de tratamento migrava para água e se era perceptível, sensorialmente, essa migração. Esta análise foi realizada pela Engenheira Paula Almeida, Directora Técnica e pela Engenheira Marta Belinha do Laboratório das Naturais da empresa.

4.2 Análise estatística

A análise da variabilidade do processo de tratamento de superfície foi realizada através de uma ferramenta estatística do Excel, o suplemento *Xrealstats*, usando-se o teste não paramétrico Mann-Whitney (U) que testa a igualdade das medianas (expresso em mediana \pm variação interquartil). O teste *Mann-Whitney* (U) considera que, quanto mais baixo for U, maior será a evidência que as populações são diferentes. Se $p < 0,05$ a diferença entre as medianas foi estatisticamente significativa. Se $p \geq 0,05$, a diferença entre as medianas não foi

estatisticamente significativa. Foi também importante verificar se o desvio padrão relativo foi inferior a 10 %, para apurar a dispersão dos resultados.

Na análise do processo à escala piloto, utilizou-se o teste ANOVA: factor duplo com repetição. É um método para estudar o efeito de mais do que um factor sobre uma variável de interesse. Os factores foram o tempo e a velocidade de rotação do tambor, com repetição de valores de força de extracção dentro de cada tempo e de cada velocidade. Esta análise ANOVA: factor duplo com repetição tenta dar resposta a três testes:

- Teste ao factor 1 – não houve influência do factor 1 ou houve influência do factor 1;
- Teste ao factor 2 - não houve influência do factor 2 ou houve influência do factor 2;
- Teste à interacção – não houve influência do factor 1 quando combinado com o factor 2 ou houve influência do factor 1 quando combinado com o factor 2.

O teste ANOVA prevê que, se $F \geq F$ crítico e $p < 0,05$, há influência, se $F < F$ crítico e $p \geq 0,05$ não há influência. Todos os dados foram expressos como média \pm desvio padrão.

5 Resultados e discussão

5.1 Análise das condições actuais do tratamento de superfície

Tendo em conta os factores que podem influenciar a operação do tratamento de superfície, enumerados no capítulo anterior, apresentam-se, na Tabela 5.1, as dimensões dos 5 tambores e respectivos volumes. Todos os cálculos essenciais à compreensão do volume de cada tambor encontram-se no Anexo C.

Tabela 5.1 - Dimensões dos tambores de tratamento de superfície.

Tambor	Diâmetro (mm)	Profundidade (mm)	Volume Total (mm ³)
Piloto	$4,4 \times 10^2$	$6,4 \times 10^2$	$9,7 \times 10^7$
1	$6,2 \times 10^2$	$1,4 \times 10^3$	$4,1 \times 10^8$
2	$6,9 \times 10^2$	$1,4 \times 10^3$	$5,3 \times 10^8$
3	$6,9 \times 10^2$	$1,4 \times 10^3$	$5,2 \times 10^8$
4	$6,9 \times 10^2$	$1,4 \times 10^3$	$5,2 \times 10^8$

O número de rolhas inseridas no tambor 1 é menor à dos restantes tambores industriais, uma vez que, o seu volume também é menor. Desta forma, o que varia em cada tambor de tratamento industrial é o número de rolhas e o tipo de rolhas colocado (Champanhe, Cidra ou por exemplo SPI). As dimensões dos diferentes tipos de rolhas variam contribuindo, consequentemente, para volumes diferentes.

Relativamente à velocidade de rotação dos tambores industriais, com auxílio de um tacómetro de mão, observou-se que as velocidades são constantes ao longo do tempo, sendo que o tambor 1 apresentou uma velocidade de rotação de 30 rpm e os tambores 2, 3 e 4 apresentaram uma velocidade de rotação de 27 rpm.

Numa visita à empresa, os comerciais das substâncias de tratamento de superfície, realizaram uma pequena auditoria ao processo de tratamento de superfície, pelo que, alertaram para o facto da velocidade actual de rotação dos tambores (30 rpm e 27 rpm) ser elevada, e que poderia ter influência na distribuição do produto de tratamento nas rolhas, não permitindo a fricção destas da forma mais correcta.

A nível industrial não se conseguiu proceder à variação da velocidade de rotação dos tambores, pelo que, a velocidade de rotação do tambor 1 foi sempre 30 rpm e a dos tambores 2, 3 e 4 de 27 rpm. Admitiu-se que a diferença da velocidade dos 4 tambores não seria

considerável para o estudo do processo industrial, uma vez que a alteração poderia provocar alteração no processo produtivo. No entanto, no ensaio à escala piloto, apresentado no subcapítulo 5.3, foi tida em consideração esta variável. Com efeito, procedeu-se à análise da variação do tempo de tratamento, onde se realizaram tratamentos com duração de 16 minutos e de 20 minutos.

Como referido anteriormente, o controlo da qualidade mais indicativo da distribuição do produto químico pela superfície da rolha, é efectuado através das forças de extracção.

Na Figura 5.1 apresentam-se os resultados das forças de extracção realizadas às rolhas SPI, para os diferentes tempos de tratamento. Pretendeu-se estudar a influência da variação do tempo de tratamento de superfície nas forças de extracção da rolha. Os valores médios apresentam-se no Anexo D.1.

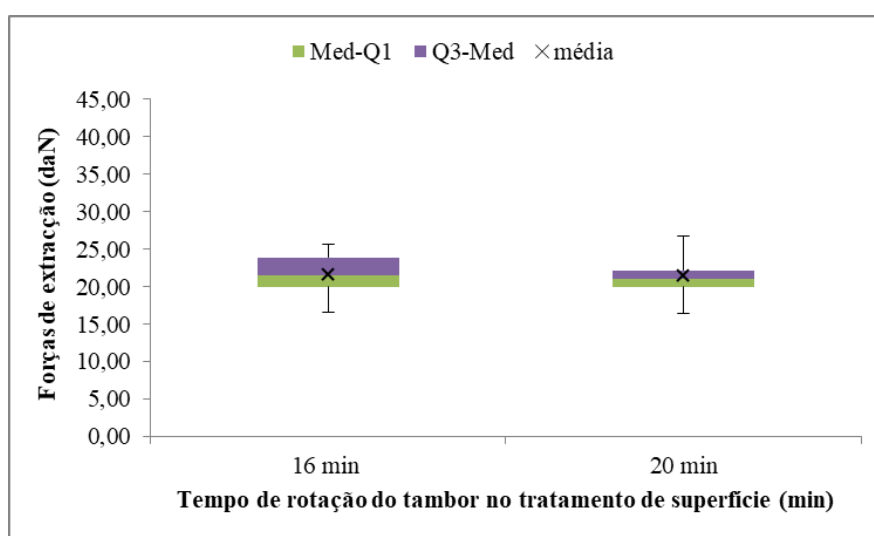


Figura 5.1 – Forças de extracção da rolha SPI, após 16 min e após 20 min de tratamento de superfície.

Verificou-se, que a diferença entre as medianas das forças de extracção das rolhas SPI, com 16 minutos de tratamento ($21,52 \pm 3,94$ daN) e 20 minutos de tratamento ($21,09 \pm 2,25$ daN) não foi estatisticamente significativa, pois U é igual 60,5 e $p \geq 0,05$. No entanto, o desvio padrão relativo em ambos os tempos foi superior a 10 %, pelo que, houve dispersão dos resultados das forças de extracção em ambos os tempos aplicados.

Sendo o limite de aceitabilidade das forças de extracção, para as rolhas SPI, de 15 a 45 daN, concluiu-se que os valores estão dentro do intervalo, ou seja, as rolhas apresentaram lubrificação pela substância em ambos os tempos de tratamento de superfície. Nesta análise, não se pode concluir se houve distribuição homogénea da substância pela superfície da rolha.

Seria importante avaliar o comportamento das forças de extracção com maior tempo de rotação, para verificar se maior ou menor variabilidade nos resultados.

O estudo da influência da variação da velocidade de rotação e tempo de rotação na distribuição da substância de tratamento na rolha foi dificultado a nível industrial, como já mencionado, devido à alteração do sistema mecânico industrial, à logística da recolha de um número de amostras regulares e sequenciais que poderia afectar a produção e o trabalho dos operadores. Nesse sentido, realizaram-se os tratamentos de superfície à escala piloto no tambor pequeno e em laboratório avaliou-se a influência da variação destes parâmetros e a variabilidade das forças de extracção para cada tipo de rolhas tratadas com as diferentes substâncias. Este estudo será abordado no subcapítulo 5.3.

Seguidamente analisou-se a variação do tempo de despoeiramento no tratamento de superfície das rolhas de cortiça. Recolheram-se amostras antes de entrar no tambor, aos 0 minutos, com 3 minutos de despoeiramento e amostras com 5 minutos de despoeiramento. Na Figura 5.2 e Anexo D.2, apresentam-se os valores da quantificação de pó residual para os diferentes tempos de despoeiramento.

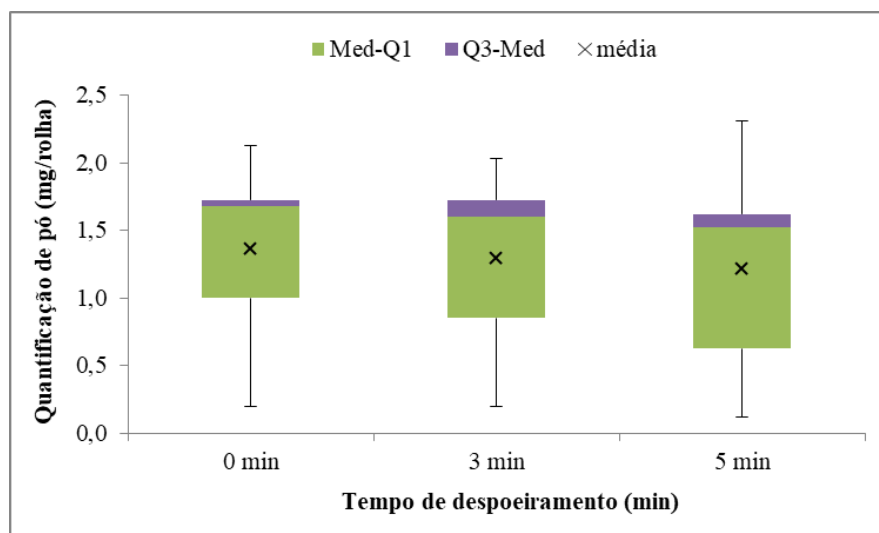


Figura 5.2 - Quantificação de pó nos diferentes tempos de despoeiramento (0 min, 3 min e 5 min).

Através do teste Mann – Whitney, verificou-se que a diferença entre as medianas 0 min ($1,7 \pm 0,7$ mg/rolha) e os 3 min ($1,6 \pm 0,9$ mg/rolha) não foram estatisticamente significativas ($U = 21$; $p \geq 0,05$). Para as medianas 0 min ($1,7 \pm 0,7$ mg/rolha) e 5 min ($1,5 \pm 0,9$ mg/rolha) também a diferença não foi estatisticamente significativa ($U = 17$; $p \geq 0,05$). Por fim, para as medianas 3 min ($1,6 \pm 0,9$ mg/rolha) e 5 min ($1,5 \pm 0,9$ mg/rolha) também se verificou que as

diferenças não foram estatisticamente significativas ($U = 19; p \geq 0,05$). O desvio padrão relativo para os tempos foi superior a 10 % pelo que, houve dispersão dos resultados.

Concluiu-se para estes valores, que o tempo de despoejamento não foi significativo para o tratamento de superfície, uma vez que a quantificação de pó antes de entrar no tambor e após tempo de despoejamento, de 3 minutos e 5 minutos, não apresentou diferenças. No entanto, realça-se a importância desta etapa na optimização do tratamento de superfície, uma vez que, é importante que a rolha contenha o mínimo de teor de pó na sua superfície para que a adesão da substância de tratamento seja o mais eficaz e não comprometa a durabilidade e funcionalidade do tratamento de superfície, nem a qualidade do vinho quando engarrafado.

Em condições ideais de despoejamento, quanto maior o tempo de despoejamento menor quantificação de pó residual na rolha, para qualquer tambor de tratamento. Assim, considerou-se importante avaliar o sistema de aspiração de cada tambor através da medição do fluxo de aspiração. Uma vez que o sistema de aspiração acabou por ser alterado permitiu avaliar o fluxo de aspiração antigo e o fluxo de aspiração novo, como mostra a Figura 5.3. Os resultados médios obtidos encontram-se no Anexo D.3.

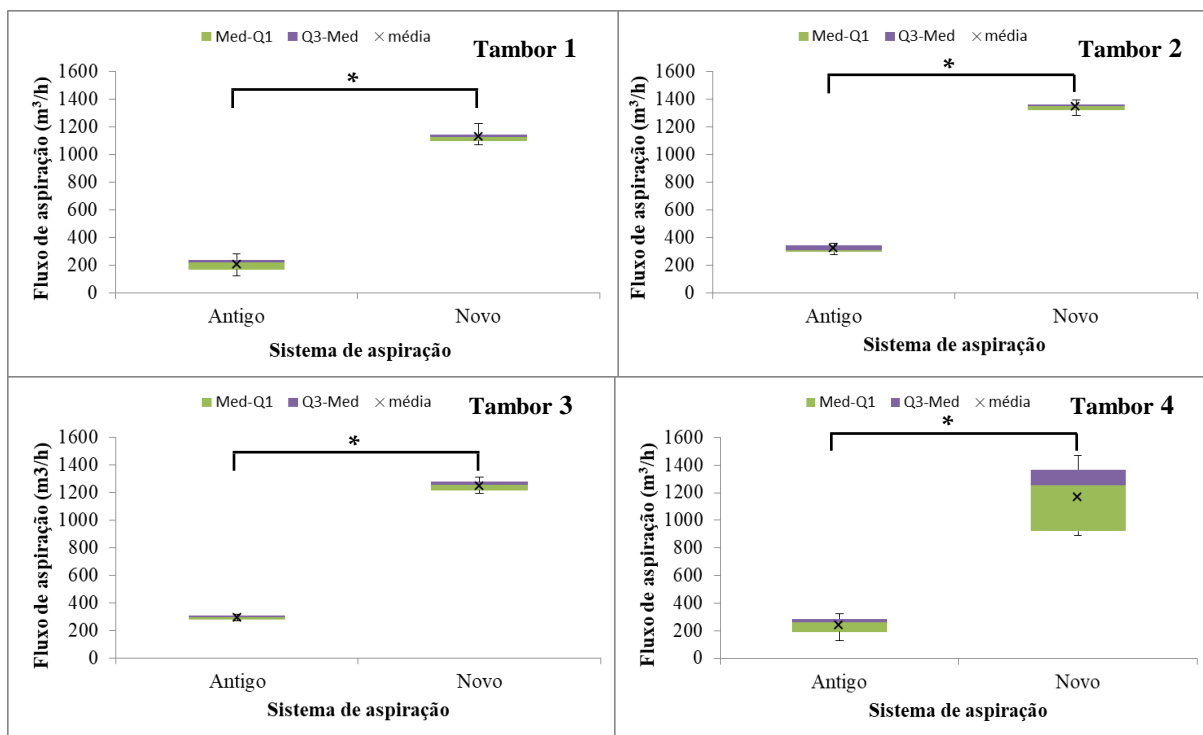


Figura 5.3 - Fluxo de aspiração, no sistema de aspiração antigo e no sistema novo, nos tambores de tratamento de superfície. * A diferença entre as medianas foi estatisticamente significativa - $p < 0,05$.

Mostrou-se para ambos os tambores de tratamento que, a diferença entre as medianas do fluxo de aspiração antigo e as medianas do fluxo de aspiração novo foi estatisticamente

significativa, uma vez que U foi zero e $p < 0,05$. Concluiu-se que houve efeito na mudança do sistema de aspiração.

Concluiu-se também, que através do desvio padrão relativo, no tambor 1 o fluxo de aspiração antigo revelou maior dispersão dos resultados e o fluxo de aspiração novo apresentou menor dispersão. O tambor 2 e o tambor 3 não apresentaram variação significativa nos resultados para ambos os fluxos. Em relação ao tambor 4, verificou-se dispersão dos resultados para ambos os fluxos de aspiração.

Validou-se que houve optimização do sistema de aspiração, no entanto, como medida preventiva, deve-se verificar e anotar diariamente os fluxos de aspiração relativamente a cada tambor de tratamento, uma vez que, a quantificação de pó residual na rolha depende da optimização do fluxo de aspiração. É também importante proceder a uma verificação e manutenção do tambor 4 para avaliar as causas da dispersão.

Juntamente a este ensaio da medição do fluxo de aspiração recolheram-se amostras para a quantificação de pó da rolha, por forma a validar o efeito da etapa de despoeiramento no tratamento de superfície com o novo sistema de aspiração. Recolheram-se amostras dos 4 tambores e dos diferentes tipos de rolas (Cidra, Champanhe, SPI e 1+1) nas respectivas etapas de tratamento de superfície (0 min, 3 min e após estabilização da substância de tratamento). Na Figura 5.4 e Anexo D.4, apresentam-se os resultados médios da quantificação de pó das rolas, antes do tratamento (0 min), após etapa de despoeiramento do novo sistema de aspiração (3 min) e após a estabilização do tratamento de superfície.

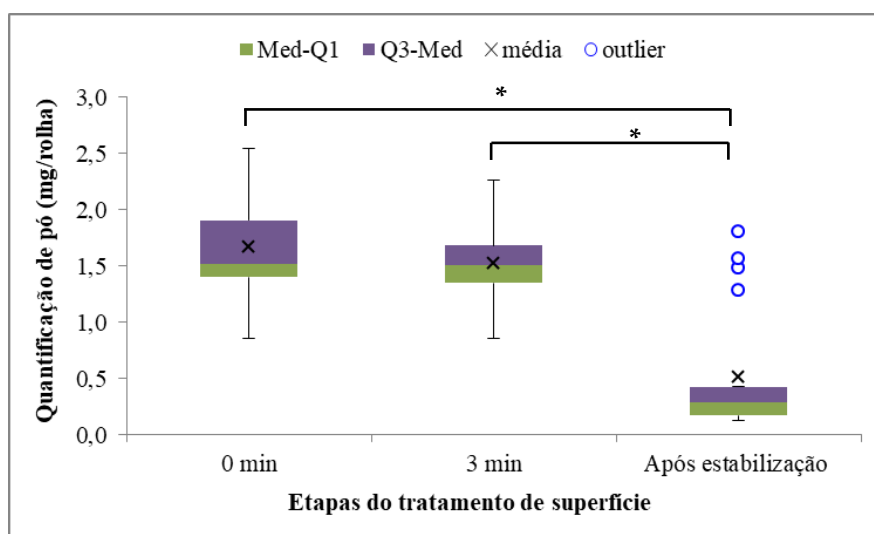


Figura 5.4 – Quantificação de pó nas várias etapas do tratamento de superfície com o sistema de aspiração novo. * A diferença entre as medianas foi estatisticamente significativa - $p < 0,05$.

Verificou-se que a diferença entre as medianas 0 min ($1,5 \pm 0,5$ mg/rolha) e os 3 min ($1,5 \pm 0,3$ mg/rolha) não foi estatisticamente significativa ($U = 159; p \geq 0,05$). A diferença entre as medianas 0 min ($1,5 \pm 0,5$ mg/rolha) e após estabilização ($0,5 \pm 0,3$ mg/rolha) foi estatisticamente significativa ($U = 35; p < 0,05$). Por fim a diferença entre as medianas 3 min ($1,5 \pm 0,3$ mg/rolha) e após estabilização ($0,5 \pm 0,3$ mg/rolha) também foi estatisticamente significativa ($U = 39; p < 0,05$). O desvio padrão relativo para as etapas do tratamento (0 min, 3 min e após estabilização da substância) foi superior a 10 % o que significa que houve dispersão dos resultados.

Em resultados anteriores, validou-se que o sistema de aspiração foi otimizado. No entanto, com os resultados presentes verificou-se que a quantificação de pó à entrada do tambor e após os 3 minutos de despoeiramento não apresenta uma diferença significativa. Inerente a estes resultados poderá estar em causa o tipo de rolhas utilizado neste estudo (rolhas aglomeradas, microaglomeradas e técnicas), a possibilidade da velocidade de rotação do tambor na fase de despoeiramento ser alta, provocando um choque brusco entre as rolhas e causar libertação de partículas. Por fim, a classe dos discos poderá influenciar, pois quanto menor qualidade do disco maior libertação do pó, devido à sua porosidade.

Relativamente à quantificação de pó antes da aplicação da substância (0 min e 3 min) e após aplicação e estabilização da substância, verificou-se que houve diferença significativa dos resultados. Com efeito, constatou-se que a substância de tratamento fixou o teor de pó na rolha e permitiu que os valores de quantificação se encontrem dentro do limite aceitável de acordo com o cliente ($< 2,0$ mg/rolha ou $\leq 0,5$ mg/rolha).

Salienta-se a importância de averiguar a durabilidade e funcionalidade da substância de tratamento, ou seja, até que ponto a substância serve de barreira à libertação de pó da rolha de cortiça para a bebida e tem elevada aderência com a superfície da rolha para que não haja migração do tratamento para o gargalo ou bebida.

É de notar que, após a estabilização da substância de tratamento, observa-se a presença de 4 outliers (1,8; 2,0; 2,0; 1,8 mg/rolha), acima do máximo, o que permite concluir que poderá ter ocorrido deposição de pó sobre as rolhas tratadas, na sala de estabilização, devido ao movimento de ar provocado pela movimentação dos carros de armazenamento. Por outro lado, a qualidade dos discos da rolha poderá ser das mais baixas, provocando no ensaio laboratorial libertação de partículas.

Relativamente à limpeza dos tambores, não se conseguiu amostragem suficiente para realizar uma análise estatística de modo a perceber se influenciava na quantificação de pó na rolha de cortiça ou a distribuição da substância na rolha. No entanto, pelo sistema de higiene e

segurança alimentar, recomenda-se que se proceda à limpeza frequente dos tambores de tratamento, uma vez que poderá ser um ponto crítico de controlo, pois poderá existir acumulação de pó e substância química de tratamento. Uma vez que não existem estudos que confirmem se estas substâncias reagem entre si, levando à não funcionalidade da substância de tratamento, este é factor importante para um estudo futuro.

Na SOCORI, as rolhas depois de tratadas, são encaminhadas para a sala de estabilização, a qual poderão ficar armazenadas em carros 24 h, 48 h, 72 h ou excepcionalmente mais tempo dependendo da logística da etapa de embalagem. Foi também importante proceder-se ao estudo da variação da quantificação de pó ao longo do tempo, ou seja, ao fim de 24 horas, após uma semana e após um mês de estabilização na fábrica e também no laboratório.

Decidiu-se realizar a estabilização em laboratório para simular as condições actuais em que são recolhidas as amostras para análise e posterior relatório para cliente. Na fábrica, porque são as condições reais à qual as rolhas estão sujeitas antes de avançar para embalagem e posterior envio para o cliente. A Figura 5.5 apresenta um gráfico box plot dos resultados obtidos (Anexo D.5) do ensaio de quantificação de pó, das rolhas que foram estabilizadas em laboratório e em fábrica após 24 h, após uma semana de armazenamento e após um mês de armazenamento.

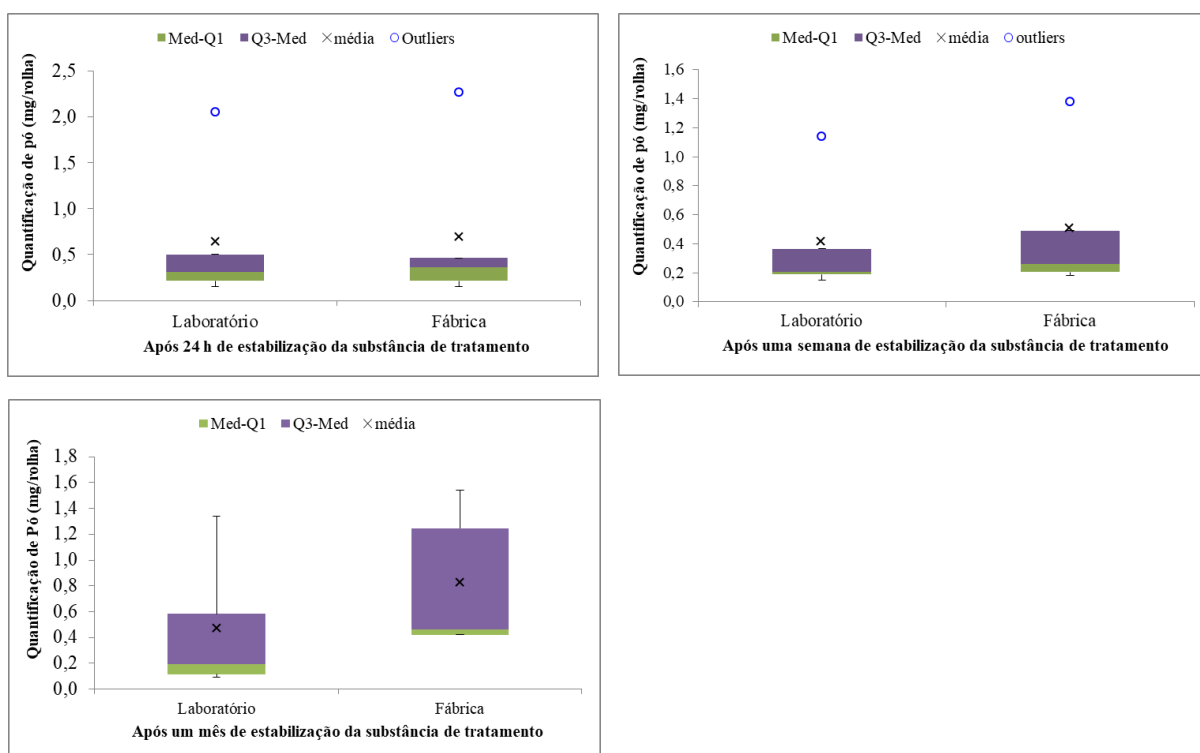


Figura 5.5 – Quantificação de pó das rolhas de cortiça após 24 h de estabilização, após uma semana e após um mês, em laboratório e em fábrica.

Concluiu-se que para os diferentes tempos de estabilização não houve diferença significativa entre a quantificação de pó em laboratório e em fábrica, pois através do teste Mann – Whitney, verificou-se que para as 24 h de estabilização em laboratório ($0,3 \pm 0,3$ mg/rolha) e em fábrica ($0,4 \pm 0,3$ mg/rolha) o valor de U foi igual a 12 e $p \geq 0,05$. Após uma semana de estabilização em laboratório ($0,2 \pm 0,2$ mg/rolha) e em fábrica ($0,3 \pm 0,3$ mg/rolha) o U foi igual a 9 e $p \geq 0,05$. Por fim, após um mês de estabilização em laboratório ($0,2 \pm 0,5$ mg/rolha) e em fábrica ($0,5 \pm 0,8$ mg/rolha) o valor de U foi de 7 e $p \geq 0,05$. Relativamente ao desvio padrão relativo, verificou-se para todos os ensaios que foi superior a 10 %, logo houve dispersão dos resultados.

Uma vez que, não existiu diferença significativa na quantificação de pó no tempo de estabilização, tanto em laboratório como em fábrica, analisou-se a variação de pó ao longo do tempo nas condições de armazenamento na fábrica, com intuito de estudar, se durante o armazenamento das rolhas houve acumulação de pó na superfície da rolha, como mostra a Figura 5.6. Os dados amostrais encontram-se no Anexo D.5.

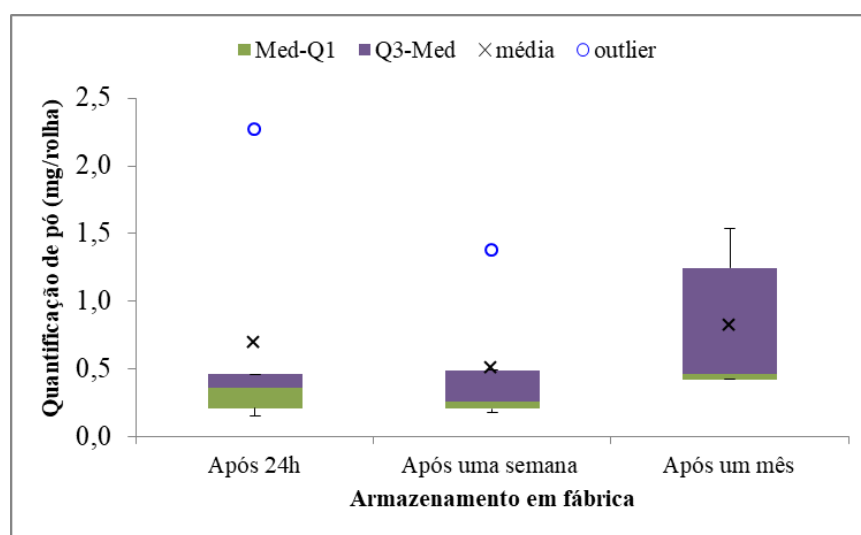


Figura 5.6 – Quantificação de pó da rolha de cortiça, armazenadas em fábrica ao longo do tempo do armazenamento.

Concluiu-se que, para estes valores, não houve diferença significativa entre a estabilização após 24 h ($0,4 \pm 0,3$ mg/rolha) e após uma semana de estabilização em fábrica ($0,3 \pm 0,3$ mg/rolha), sendo o valor de U igual a 12 e $p \geq 0,05$. Assim como, não houve diferença significativa entre a estabilização após 24 h ($0,4 \pm 0,3$ mg/rolha) e após um mês de estabilização em fábrica ($0,5 \pm 0,8$ mg/rolha), sendo o valor de U igual a 8 e $p \geq 0,05$. Também se verificou que, não houve diferença significativa entre a estabilização após uma

semana ($0,3 \pm 0,3$ mg/rolha) e após um mês de estabilização em fábrica ($0,5 \pm 0,8$ mg/rolha), pois U foi igual a 7 e $p \geq 0,05$. Confirma-se que houve dispersão nos resultados uma vez que o desvio padrão relativo foi superior a 10 %.

Esperava-se que com o aumento do tempo de armazenamento em fábrica a quantificação de pó à superfície da rolha aumentasse, devido ao aumento da intensidade de trabalho, no entanto, não se verificou. O aumento de intensidade de trabalho pode levar a não prática com regularidade do plano de limpeza da sala de estabilização.

5.2 Avaliação das substâncias actuais do tratamento de superfície

No processo de tratamento de superfície podem ser utilizados produtos à base de parafinas e/ou silicones, como já referido anteriormente. No entanto, a escolha do produto mais adequado a cada tipo de rolha torna-se mais difícil, uma vez que existe um vasto leque de opções de produtos e de tipos de rolha com diferentes características.

Assim começou-se por fazer uma breve caracterização dos produtos de tratamento de superfície mais utilizados na SOCORI, tendo em conta a sua principal composição e o tipo de rolha em que é aplicado. A Tabela 5.2 resume, de acordo com as fichas técnicas do produto a principal composição das substâncias de tratamento aplicadas actualmente nos referidos tipos de rolha.

Tabela 4.2 - Composição das substâncias de tratamento de superfície actuais da empresa, aplicadas ao respectivo tipo de rolha. Principais características retiradas das fichas de produto.

Tipo de Rolha	Dimensão (mm)	Substância	Observações
Cidra	45x28,8	Elastómero de Silicone	Monocomponente sem solvente, reactivo.
Champanhe	48x30	Elastómero de Silicone	Composição à base de óleos de polimetilsiloxano reactivos e cargas inertes. Odor acético.
SPI	44x23,5	Elastómero de silicone	Composição à base de polímeros de dimetilsiloxano. Odor ligeiro a silicone.
SCR	38x22,8		
1+1	44x26	Elastómero de Silicone	Dispersão aniónica, isento de solvente e cheiro; Contém metilsiloxano de alto peso molecular e alta viscosidade e cera de parafina em ponto de fusão de 56/58°C.
1+1 Hidro	44x23,7		

Assinala-se que, as substâncias de tratamento utilizadas nas rolhas Cidra e Champanhe são reactivas, pelo que podem reagir com os constituintes da rolha de cortiça, como por

exemplo, nos grupos isocianato das colas utilizadas nas rolhas técnicas. No entanto, essa informação não está revelada nas fichas técnicas dos produtos.

Relativamente à substância de tratamento aplicada nas rolhas técnicas 1+1 e 1+1 Hidro realça-se o facto de, a substância ter na sua composição a combinação de silicone (metilsiloxano de alto peso molecular) e cera de parafina de alto ponto de fusão. A parafina de elevado ponto de fusão tem um ponto de fusão superior podendo por isso ser mais resistente a variações de temperatura (- 30 °C a 70 °C) quando comparada com a parafina de baixo ponto de fusão. Quando necessário, pode ser combinada com outras substâncias de modo a permitir que as rolhas sejam, engarrafadas a quente, submetidas a pasteurização do vinho em garrafa, ou engarrafadas com maxilas aquecidas, sem que as rolhas colem ao gargalo [21]. Salienta-se que a rolha 1+1 Hidro é também caracterizada por ter um filme de revestimento.

Admitiu-se os tempos óptimos de 3 minutos de despoeiramento, 16 minutos de tratamento de superfície e 24 horas de tempo de estabilização das rolhas tratadas. Após o tratamento, procedeu-se à avaliação da distribuição da substância química de tratamento no respectivo tipo de rolha. Esta avaliação foi realizada através da análise das forças de extracção como mostra a Figura 5.7 e Anexo E.1 e também pela análise qualitativa da coloração pelo azul metileno na rolha de cortiça, análise da migração/capilaridade e a análise de estanquicidade ao líquido.

Em relação à análise de migração, verificou-se que as substâncias desempenhavam a sua função no que respeita à criação de uma barreira que não permita a migração do vinho pela rolha. Na análise de estanquicidade a líquidos, todas as substâncias revelaram poder de vedação em tubo ao líquido, não apresentando nenhuma não conformidade.

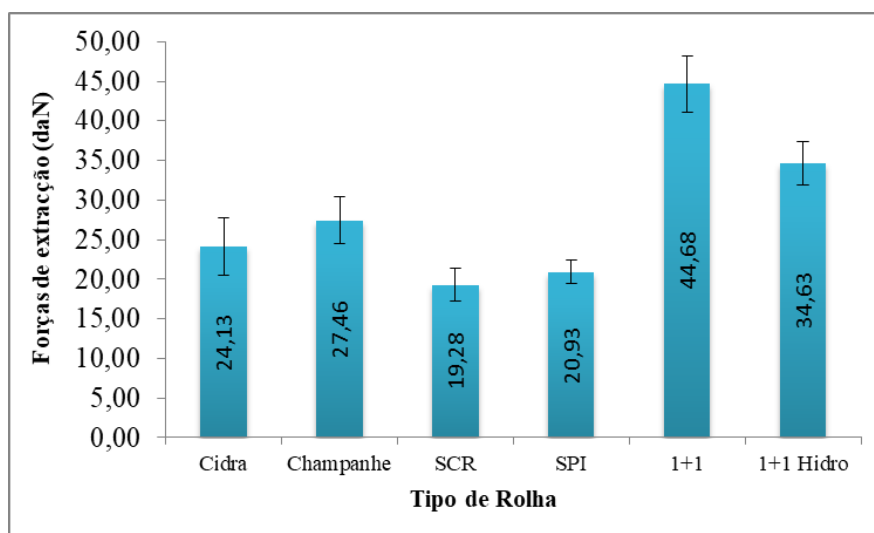


Figura 5.7 - Forças de extracção dos diferentes tipos de rolha (Cidra, Champanhe, SCR, SPI, 1+1 e 1+1 Hidro) tratadas com as substâncias de referência.

No que se refere à análise das forças de extracção, verifica-se que para o tipo de rolha Cidra encontram-se acima do seu limite de aceitabilidade (≤ 20 daN) e para o tipo de rolha 1+1 Hidro o valor médio da força de extracção encontra-se muito próximo do limite superior de aceitabilidade (15 a 35 daN). Concluiu-se que poderá haver défice de substância para estes tipos de rolha. Relativamente aos restantes tipos de rolhas, mostra-se que se encontram dentro do intervalo de aceitabilidade, para cada tipo de rolha.

Constata-se que existem diferenças das forças de extracção relativamente ao tipo de substâncias aplicadas nas rolhas, ou seja, rolhas tratadas com substâncias em que a composição seja de elastómero de silicone (Cidra, Champanhe, SCR e SPI) apresentam forças de extracção menores do que as rolhas tratadas com substância que a composição contenha cera de parafina e silicone (1+1 e 1+1 Hidro), o que indica que as substâncias com composição em elastómeros de silicone apresentam maior poder de lubrificação.

Com os presentes valores da força de extracção não se pode afirmar que as substâncias de tratamento foram distribuídas homogeneamente nos respectivos tipos de rolha. Para avaliar de forma qualitativa a distribuição de cada substância nas rolhas, procedeu-se à análise da coloração com solução de azul metileno, como mostra a Figura 5.8.



Figura 5.8 - Análise da distribuição da substância de tratamento, no respectivo tipo de rolha, com o método qualitativo de solução de azul metileno.

Confirma-se que o processo de tratamento de superfície não permite uma distribuição homogénea da substância pela superfície da rolha, uma vez que se encontrou em cada tipo de rolha heterogeneidade na coloração com azul metileno e, também, pela presença nas rolhas tratadas, de uma coloração muito próxima da rolha sem tratamento, o que indica que a substância não se distribuiu de igual forma por toda a área superficial. Este facto pode ser devido:

- Forma como é aplicada a substância no tambor (através de uma seringa);
- Viscosidade da substância de tratamento;
- Velocidade de rotação do tambor no tratamento (alta ou baixa);

- Tempo de rotação do tambor durante o tratamento de superfície (poderá ter que se adaptar em função da velocidade de rotação).

Assim, como já referido, no ponto 5.3 deste trabalho mostra-se o estudo da distribuição do produto pela superfície da rolha, a influência do produto no tipo de rolha, e a influência do tempo de rotação do tratamento e velocidade de rotação na distribuição da substância pela superfície da rolha, à escala piloto.

Paralelamente a este ensaio avaliou-se a relação da coloração nas rolhas, com a solução de azul metileno, com as forças de extracção das mesmas, com intuito de se perceber, se as forças de extracção seriam maiores para uma maior coloração.

Este ensaio realizou-se a 18 rolhas técnicas 1+1 com as dimensões 44x26 mm e com a respectiva substância de tratamento aplicada normalmente em protocolo. Os resultados apresentam-se no Anexo E.2.1.

Verificou-se que não se pode relacionar as forças de extracção com a coloração de azul metileno, pois existem outras variáveis associadas à variação da força de extracção, nomeadamente, dimensões, humidade e peso da rolha, assim como por exemplo a qualidade da rolha ou classe do disco associado. Os resultados que demonstram estas variáveis e a sua relação, encontram-se no Anexo E.2.2.

Concluiu-se que, existe um efeito considerável do teor de humidade na força de extracção, ou seja, à medida que o teor de humidade da rolha aumenta, a força de extracção diminui. Relativamente às dimensões, verificou-se que à medida que a altura/comprimento da rolha aumenta, a força de extracção tende a aumentar; à medida que o diâmetro da rolha aumenta, a força de extracção também aumenta. De referir que o efeito do diâmetro da rolha na força de extracção parece ser importante, em particular para teores de humidade baixos.

Verificou-se também, que à medida que o peso da rolha aumenta a força de extracção também é maior. Assim, avaliar a distribuição da substância na rolha, unicamente através das forças de extracção, não é o melhor método, pois esta medida tem inerente, outras variáveis que podem influenciar o resultado final.

Note-se que, na empresa a colocação do saca-rolhas na rolha é realizada manualmente, o que poderá também influenciar os valores da força de extracção, uma vez que, este poderá estar num plano de inclinação face à rolha.

5.3 Estudo de produtos alternativos para o tratamento de superfície

O tratamento de superfície é uma etapa muito importante do processo de fabrico de rolhas, dado que a falta de tratamento das rolhas pode originar sérios problemas para o vinho.

Uma das responsabilidades do departamento técnico da empresa é garantir que a substância de tratamento de superfície da rolha é aplicada da forma mais correcta e homogénea possível. Também tem como função a exploração de novos produtos no mercado, novos fornecedores, com vista a combater a existência de fornecedores únicos dos produtos, assim como, combater o aumento gradual dos custos da empresa com os produtos de tratamento de superfície.

O processo de validação de um produto é demorado e deve englobar várias fases, nomeadamente, análise documental do produto, de acordo com as normas e regras exigidas pela empresa, análise das propriedades do produto e ensaios piloto do produto (ensaios físicos, mecânicos e sensoriais em laboratório). Após essas fases, deve ser efectuado um ensaio do engarrafamento em cave, em que o número específico de rolhas tratadas com o produto em validação deve ser engarrafadas em condições idênticas.

Por fim, deve-se realizar um ensaio semi-industrial, no qual se realiza um ensaio com um número significativo de produto, e um ensaio industrial, onde o teste é realizado numa encomenda para cliente final.

Salienta-se um ensaio importante que também deve ser analisado na fase semi-industrial, a determinação do prazo de validade do produto após aplicação. Este ensaio consiste em reunir um conjunto de rolhas tratadas com o produto em quantidade suficiente para se proceder ao engarrafamento ao fim de 1 mês, 3 meses, 6 meses e 12 meses e após 12 meses de tratamento, por exemplo. Ao fim deste tempo, analisa-se a performance técnica da rolha após uma semana em garrafa.

A eficácia do tratamento de superfície é perceptível pelo aumento das forças de extracção ao longo do tempo. A partir do momento que as forças de extracção obtidas ultrapassam o limite máximo da gama de valores aceitáveis, o produto perde a validade ao fim desse tempo. Salienta-se que todo este processo será realizado admitindo que todas as rolhas possuem distribuição uniforme da substância pela sua área superficial.

Neste presente trabalho, apenas se avaliou as fases, análise documental do produto, de acordo com as normas e regras exigidas pela empresa, análise das propriedades do produto e ensaios piloto do produto (ensaios físicos, mecânicos e sensoriais em laboratório).

Avaliou-se também, a distribuição do produto pela superfície da rolha, a influência do produto no tipo de rolha, e a influência do tempo de rotação do tratamento e velocidade de rotação na distribuição da substância pela superfície da rolha.

Neste estudo, à escala piloto, foram analisadas 7 substâncias de tratamento de superfície, das quais 3 substâncias já utilizadas pela empresa (A, B e C) e 4 substâncias novas (D, E, F e G). As caracterizações das substâncias de tratamento encontram-se na Tabela 5.3. Para este estudo, foram realizados ensaios (forças de extracção e coloração com solução azul metileno) em 6 tipos de rolha, nomeadamente, Champanhe, Cidra, SPI, 1+1, 1+1 FUSION e 1+1 HIDRO, com diferentes velocidades de tratamento (12 rpm, 22 rpm e 35 rpm) e com diferentes tempos de tratamento (16 min e a 20 min). Todos os tipos de rolha referidos foram tratados com as substâncias A, B, C, D, E, F e G.

Tabela 5.3 - Principais características das substâncias de tratamento de superfície A, B, C, D, E, F e G, de acordo com as fichas de técnicas do produto.

Substância	Características	Observações
A	Elastómero de silicone monocomponente sem solvente	Reactivo
B	Elastómero de silicone à base de óleos de polimetilsiloxano reactivos e cargas inertes.	Odor acético.
C	Elastómero de silicone à base de polímeros de dimetilsiloxano.	Odor ligeiro a silicone.
D	Elastómero de silicone e parafina de alto ponto de fusão.	-
E	Elastómero de silicone	-
F	Elastómero de silicone, com cura acética.	Contem substâncias como Dodecametilciclohexasiloxano, Decametilsiloxano e Octametilsiloxano.
G	Elastómero de silicone e parafina de alto ponto de fusão	-

Sabe-se que o tratamento de superfície, como mencionado anteriormente, é um filme dado à rolha, para facilitar a introdução e extracção da rolha do gargalo da garrafa. A análise das forças de extracção não nos indica se a substância está distribuída pela superfície da rolha homogeneamente, apenas poderá indicar se a rolha tem excesso de substância ou défice de substância.

O tempo de tratamento e a velocidade de rotação do tambor durante o tratamento poderá influenciar a distribuição uniforme do produto pela rolha, com efeito a má distribuição pode influenciar as forças de extracção da rolha. Assim, pretendeu-se estudar a influência da

velocidade de rotação e o tempo de rotação do tratamento de superfície nas forças de extracção.

No anexo F, apresentam-se os dados amostrais, bem como os resultados e discussão do estudo estatístico. Com base nos dados amostrais das forças de extracção, este estudo demonstrou que existiu efeito do tempo e da velocidade de rotação nas forças de extracção em função do tipo de substância aplicada. As únicas substâncias que não demonstraram qualquer influência foram:

- Para a rolha Cidra a substância A e E;
- Para a rolha Champanhe a substância A;
- Para a rolha SPI a substância G;
- Para a rolha 1+1 a substância A, B e D;
- Para a rolha 1+1 Fusion a substância G;
- Para a rolha 1+1 Hidro a substância A.

Estudou-se também a distribuição da substância pelo método da coloração com solução azul metileno, como mostra o Anexo G.

Concluiu-se que, todos os ensaios realizados com as diferentes substâncias de tratamento e nos diferentes tipos de rolhas apresentaram heterogeneidade na coloração com a solução de azul metileno. Este factor revelou a não uniformidade da distribuição da substância pela área superficial da rolha, devido ao possível método manual de colocação da substância no tambor (seringa), pois são notórias, as marcas por onde caiu a substância de tratamento e por onde se espalhou.

Contudo, verificou-se a existência de afinidade das substâncias de tratamento com os tipos de rolhas, para velocidades e tempos de rotação específicos:

- Os tipos de rolha SPI, 1+1 Fusion, 1+1 e 1+1 Hidro apresentaram uma distribuição mais uniforme com a substância C, já utilizada pela empresa, a uma velocidade de 35 rpm e com 16 min de rotação no tratamento de superfície.
- Os tipos de rolha Cidra e Champanhe revelaram mais uniformidade da distribuição da substância com a substância F, a uma velocidade de 35 rpm e com 20 min de rotação no tratamento de superfície.

Confirmou-se com este ensaio, que a velocidade e o tempo de rotação influenciaram a distribuição da substância pela superfície da rolha. Assim como, qual o tipo de substância

aplicada que apresentou mais afinidade para o tipo de rolha específico. Ambas as substâncias (C e F) são elastómeros de silicone.

Um factor que pode interferir na distribuição da substância pela rolha é o tipo de lavação ou revestimento que esta possui. No entanto, não existem estudos sobre a influência da lavação da rolha no tratamento de superfície.

Verificou-se que as rolhas SPI, 1+1 Fusion, 1+1 e 1+1 Hidro passaram pela etapa de lavação e/ou revestimento e as rolhas Cidra e Champanhe não passaram.

Relativamente à análise sensorial das substâncias novas, concluiu-se que a substância D foi a que revelou neutralidade nos aromas, não revelando nenhum odor considerado indesejável. Por outro lado, a substância F revelou um odor a solvente, um odor a químico picante. No entanto, ambas as substâncias são certificadas para utilização em produtos que terão contacto directo com bens alimentares.

6. Conclusões

O presente projecto teve como principal objectivo a optimização do processo de tratamento de superfície em rolhas de cortiça, na empresa SOCORI – Sociedade de Cortiças de Rio Meão S.A.

Para a realização do trabalho, primeiramente realizou-se um estudo da variabilidade do processo industrial do tratamento de superfície e possíveis causas para essa variabilidade.

Verificou-se que o tambor 1 apresenta menores dimensões que os tambores 2, 3 e 4, logo a quantidade de rolhas inserida no mesmo é menor. Assim, concluiu-se que, o que varia em cada tambor é o número de rolhas e o tipo de rolha que é colocado neste.

Concluiu-se que o tempo de despoeiramento não foi significativo para o tratamento de superfície. No entanto, realçou-se a importância desta etapa, uma vez que, é importante que a rolha contenha o mínimo de teor de pó na sua superfície para que a adesão da substância de tratamento seja o mais eficaz e não comprometa a durabilidade e funcionalidade do tratamento, nem a qualidade do vinho engarrafado. Verificou-se que a substância de tratamento tem como função fixar o teor de pó residual na rolha de cortiça. No estudo do sistema de aspiração, verificou-se que houve efeito na alteração do sistema de aspiração do tratamento de superfície.

Relativamente à variação do tempo de tratamento à escala industrial, confirmou-se estatisticamente que não havia diferença nas forças de extracção da rolha tratada durante 16 minutos ou 20 minutos. Seria importante avaliar o comportamento das forças de extracção para um tempo maior.

No estudo da quantificação de pó, em rolhas estabilizadas em laboratório e em fábrica, assim como ao tempo que ficam armazenadas em fábrica, concluiu-se que não houve diferença significativa da quantificação de pó.

Com a análise das substâncias químicas de tratamento, usadas na actualidade pela empresa, concluiu-se que, as rolhas tratadas com substâncias de elastómero de silicone (Cidra, Champanhe, SCR e SPI) apresentaram forças de extracção menores do que as rolhas tratadas com substâncias que na sua composição contenha cera de parafina e silicone (1+1 e 1+1 Hidro). O elastómero de silicone revelou maior poder de lubrificação na rolha.

O ensaio das forças de extracção não revelou que a distribuição do produto químico pela superfície da rolha é homogénea. Contudo, o ensaio qualitativo da coloração das rolhas com solução de azul metileno mostrou que o tratamento de superfície não foi aplicado pela área superficial da rolha de igual forma, evidenciando-se os locais por onde passa o produto

químico. A este acontecimento, poderá estar inerente a forma de aplicação do produto no tambor de tratamento, através de uma seringa, levando a pouca precisão no método.

Neste trabalho, concluiu-se também, que não é correcto comparar a força de extracção com a maior ou menor quantidade de coloração presente na rolha de solução de azul metileno, pois a força de extracção é influenciada por outros factores como, humidade, comprimento, diâmetro e peso da rolha de cortiça.

Face ao estudo de substâncias de tratamento alternativas, compreendeu-se que as forças de extracção medem teoricamente a lubrificação da rolha, sendo que dependem do tempo e velocidade de rotação do tratamento de superfície, bem como tipo de rolha e substância aplicada.

A coloração com solução de azul metileno foi a análise que permitiu obter conclusões sobre a distribuição da substância pela superfície da rolha. Concluiu-se que, os tipos de rolha SPI, 1+1 Fusion, 1+1 e 1+1 Hidro apresentaram uma distribuição mais uniforme com a substância C, a uma velocidade de 35 rpm e com 16 minutos de rotação no tratamento de superfície. Os tipos de rolha Cidra e Champanhe revelaram mais uniformidade da distribuição da substância com a substância F a uma velocidade de 35 rpm e com 20 minutos de rotação no tratamento de superfície. É de notar que ambas as substâncias são elastómeros de silicone.

Relativamente à análise sensorial, concluiu-se que a substância D revelou neutralidade nos aromas, não apresentando nenhum odor considerado indesejável. Por outro lado, a substância F revelou um odor a solvente, um odor a químico picante. No entanto, ambas as substâncias são certificadas para utilização em produtos para contacto alimentar.

7. Propostas de trabalho futuro

Como propostas de trabalho futuro, sugere-se algumas medidas, tendo em consideração melhorias no processo, que podem conduzir a uma melhor robustez e consequentemente, a uma melhoria do desempenho do produto final.

- Estudar o sistema de aspiração para minimizar os desvios existentes e otimizar a sua funcionalidade.
- Formular e implementar uma medida alternativa ao método de doseamento manual;
- Estudar um sistema automático de pulverização da substância de tratamento e sua influência na distribuição pela área superficial da rolha;
- O estudo da viscosidade das substâncias de tratamento e sua influência na distribuição da substância pela superfície da rolha;
- Analisar se há influência no desempenho da substância química quando colocada no tambor a seguir a outra, sem limpeza prévia do mesmo;
- Análise da distribuição da substância de tratamento pela superfície da rolha, pelas técnicas SEM (Microscopia Electrónica de Varrimento), FTIR – ATR (Espectroscopia de Infravermelho com transformada de Fourier e Refletância Atenuada Total) e os Ângulos de contacto. Ângulos de contacto, porque caracteriza a capacidade de uma gota de um líquido se espalhar na superfície do material em estudo, a técnica SEM, porque permite visualizar a superfície da rolha e assim avaliar a distribuição do produto, por último, a técnica FTIR – ATR, porque compara as diferenças de absorvância do sinal da cortiça e dos produtos de tratamento;
- Pesquisar novos produtos, nomeadamente, com base natural para que a rolha seja um produto o mais natural possível.

Referências bibliográficas

- [1] SOCORI, “*Manual de Acolhimento*”, 2021.
- [2] APCOR, “*Relatório Anual de caracterização da situação económico-financeira das empresas do setor de cortiça*”, 2020, https://www.apcor.pt/wp-content/uploads/2020/09/RelatorioSituacao-EconomicaFinanceira_Deloitte_CorkInov.pdf (acedido a 15 de Fevereiro de 2021).
- [3] M. A. Fortes, M. E. Rosa, and H. Pereira, “*Capítulo 1 - O sobreiro e a produção de cortiça*”. A cortiça. 2ª Edição, 2006, pp. 12–14.
- [4] APCOR, “O sobreiro”. <https://www.apcor.pt/montado/sobreiro/> (acedido em 7 de Maio de 2021).
- [5] A. Costa, “*Descortiçamento dos sobreiros - Algumas noções para uma exploração racional*” INIAV, I.P.; CENSE - NOVA, Universidade de Lisboa, 2016.
- [6] APCOR, “*Cortiça, Processo de transformação, Descortiçamento*” <https://www.apcor.pt/cortica/processo-de-transformacao/descortiçamento/> (acedido a 30 de Abril de 2021).
- [7] S. L. D. C. Vieira, “*Tratamentos de superfície em rolhas de cortiça*” Instituto Superior de Engenharia do Porto, 2011.
- [8] Diário da República Eletrónico, “Decreto de Lei nº 11/97” <https://dre.pt/web/guest/pesquisa/-/search/532240/details/normal?q=Decreto+de+Lei+11%2F97%2C+de+14+de+Janeiro> (acedido a 9 de Março de 2021).
- [9] Amorim, “A Arte da Cortiça”, p. 96, 2014. https://www.amorim.com/xms/files/v1/Documentacao/Brochura_Arte_Cortica_PT_Small.pdf (acedido a 16 de Fevereiro de 2021).
- [10] C.E. C. Confederation - CIPR, “*Código Internacional das Práticas Rolheiras*” Versão 7.1, 2020.
- [11] I. Miranda, J. Gominho, H. Pereira, “*Cellular structure and chemical composition of cork from the Chinese cork oak (Quercus variabilis)*”, J. Wood Sci, vol. 59, nº 1, pp. 1–9, 2013.
- [12] M. A. Fortes, M. E. Rosa, H. Pereira, “*Capítulo 3 - Estrutura da Cortiça*”, A cortiça, 2ª Edição, pp. 32–37, 2006.
- [13] L. J. Gibson, “*Biomechanics of cellular solids*” J. Biomech, vol. 38, nº 3, pp. 377–399, 2005.

- [14] S. P. Silva, M. A. Sabino, E. M. Fernandes, V. M. Correlo, L. F. Boesel, R. L. Reis, “*Cork: Properties, capabilities and applications*” *Int. Mater. Rev.*, vol. 50, nº 6, pp. 345–365, 2005.
- [15] D. A. G. Branco, “*Novas abordagens na lavagem de rolhas*”, Universidade de Aveiro, 2015.
- [16] L. Gil, “*A cortiça como material de construção - Manual técnico*”, Portugal (versão PDF do documento descarregada a 25 de Fevereiro de 2021).
- [17] M. A. Fortes, M. E. Rosa, H. Pereira, “*Capítulo 2 - A formação e o crescimento da cortiça*” *A cortiça*, 2ª Edição, pp. 22–29, 2006.
- [18] N. M. A. Cordeiro, “*Fraccionamento da cortiça e caracterização dos seus componentes: estudo de possibilidades de valorização suberina*” Tese de Doutoramento, Universidade de Aveiro p. 309, 1998.
- [19] M. A. Fortes, M. E. Rosa, and H. Pereira, “*Capítulo 4 - Constituição Química da cortiça*” *A cortiça*, 2ª Edição, pp. 50–67, 2006.
- [20] R. Alexandre and R. Costa, “*Chemical composition of cork , phloem and xylem of Quercus suber L . from different provenances*” Universidade de Lisboa, 2019.
- [21] S. Monteiro, “*Desenvolver e validar um revestimento anti-pó para rolhas naturais*” Tese de Mestrado, Universidade de Aveiro, 2015.
- [22] A. R. Fontana, “*Analytical methods for determination of cork-taint compounds in wine*” *TrAC - Trends Anal. Chem.*, vol. 37, nº. Julho 2012, pp. 135–147, 2012
- [23] M. A. Fortes, M. E. Rosa, and H. Pereira, “*Capítulo 6 - Comportamento em compressão da cortiça*” *A cortiça*, 2ª Edição, pp. 82–111, 2006.
- [24] A. C. Composites, “*A cortiça é a casca do sobreiro (Quercus Suber L.)*.” <https://amorimcorkcomposites.com/pt/porquê-a-cortiça/o-que-é-a-cortiça/> (acedido a 22 de Setembro de 2021).
- [25] M. A. Fortes, M. E. Rosa, and H. Pereira, “*Capítulo 5 - A qualidade da cortiça*” *A cortiça*, 2ª Edição, pp. 70–79, 2006.
- [26] Q. P. M. da Silva, “*Implementação de metodologias de análise química de rolhas de cortiça*”, Tese de Mestrado, Faculdade de ciências da Universidade do Porto, 2001.
- [27] M. A. Fortes, M. E. Rosa, and H. Pereira, “*Capítulo 11-Os produtos de cortiça*”, *A cortiça*, 2ª Edição, pp. 213–215, 2006.
- [28] F. E. Vieira, “*Análise de processos e desenvolvimento de ferramentas de apoio à decisão na área da aglomeração*” Tese de Mestrado, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, 2016.

- [29] H. P. Manuel Amaral Fortes, Maria Emilia Rosa, "*Capítulo 9 - Absorção de água, Cozedura e Humidade da cortiça*", A cortiça, 2^a edição. 2006.
- [30] C. S. V. Pedra, "*Optimização de revestimentos em rolhas de cortiça*" Tese de Mestrado, Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto - FEUP, 2013.
- [31] "InfoEscola." <https://www.infoescola.com/quimica/cromoforos/> (acedido a 13 de Setembro de 2021).
- [32] K. W. Britt, "*Handbook of pulp and paper technology*", Reinhold P. 1964.
- [33] APCOR, "*Rolhas técnicas.*" <https://www.apcor.pt/cortica/processo-de-transformacao/percurso-industrial/rolhas-tecnicas/> (acedido a 3 de Setembro de 2021).
- [34] M. A. Fortes, M. E. Rosa, and H. Pereira, "*Capítulo 8 - Outras propriedades da Cortiça*" A cortiça, 2^a Edição, pp. 149–150, 2006.
- [35] M. C. S. Carvalho, "*Avaliação e optimização do tratamento superficial de rolhas de cortiça*" Tese de Mestrado, Universidade de Aveiro, 2012.
- [36] N. C. U. Group, "*Guia Internacional para a compra de rolhas de cortiça para vinhos tranquilos*" n^o1, 2007, https://issuu.com/acas.pt/docs/guia_internacional_compra_de_rolhas (acedido a 3 de Maio de 2021).
- [37] QUIMICA.ES, "*Parafina*" <https://www.quimica.es/enciclopedia/Parafina.html> (acedido a 15 de Maio de 2021).
- [38] CTBORRACHA, "*Ceras*" <https://www.ctborracha.com/borracha-sintese-historica/materias-primas/agentes-de-proteccao/ceras/> (acedido a 15 de Maio de 2021).
- [39] M. Maria, R. Louret, O. Doutor, J. Manuel, and R. Ricardo, "*Ensaio De Tratamentos Térmicos Em Vinhos Tintos Efeitos na composição Físico-Química e análise sensorial Viticultura e Enologia*" Instituto Superior de Agronomia, Universidade Técnica de Lisboa, 2010.
- [40] M. C. Pinto, "*Otimização do processo de revestimento de superfície associado à produção de rolhas de Champanhe e outras bebidas efervescentes*" Tese de Mestrado, Faculdade de Engenharia, Universidade do Porto, 2016.
- [41] EGITRON, "*EGITRON - Mesa Comparadora.*" https://www.egitron.pt/client/files/0000000001/1743/MesaComparadora_fichatecnica_v2.0.0.pdf (acedido a 19 de Agosto de 2021).
- [42] F. Metrologia, "*Paquímetros*" 2020. <https://focusmetrologia.com/2020/04/27/paquimetro/> (acedido a 19 de Agosto de 2021).

- [43] EGITRON, “*EGITRON* - *Medcork/Medcap.*”
<https://www.egitron.pt/client/files/0000000001/153.pdf> (acedido a 19 de Agosto de 2021).
- [44] APCOR, “*Manual Técnico de Rolhas*” 2015. https://www.apcor.pt/wp-content/uploads/2016/01/ManualRolhas_PT_VF.pdf (acedido a 20 de Agosto de 2021).

Anexos

Anexo A – Fichas técnicas das rolhas de cortiça

Para melhor caracterização do tipo de rolha utilizada neste projecto, apresenta-se neste anexo as fichas técnicas de cada tipo de rolha utilizada.

Ficha Técnica do Produto

CDR 40/42/45x27 e 45x28,8



Humidade	8 % +/- 2 %
Comprimento	nominal +/- 0,5 mm
Diâmetro	+/- 0,3 mm
Resíduos Sólidos: Pó	≤ 0,5 mg / rolha
Migração / Capilaridade	sem
Teor 2,4,6-TCA	≤ 3 ng/L
Densidade / Massa volumica	290 +/- 30,0 g/dm ³
<small>(p/ 46/29,5)</small>	
Momento de Torsão:	≥ 3.5Nm
Diâmetro 29,5	
Ângulo de Torsão	≥ 35°
Diâmetro 29,5	

Os nossos processos e produtos utilizados, cumprem os requisitos legais e Regulamentações aplicáveis (Reg. 1831/2003), nomeadamente o Código Internacional das Práticas Rolheiras e a legislação para materiais e objectos a entrar em contacto com os alimentos.

Informações Gerais:

Calibres: 40x27; 42x27; 45x27 e 45x28,8

Família: Aglomerada

Tipo: Aglomerada: Granulado cortiça, cola poliuretano e óleo parafínico.

Chanfre: Se chanfrada: [3 x45°]

Marcação: Tinta ou Fogo

Tratamento: Silicone

Embalagem: Saco Plástico (PEBD) em vácuo c/ ou s/ SO2 + Caixa de cartão

Recomendações

Utilização Prevista Vedante de garrafas contendo bebidas com teor alcoólico.

Prazo de Validade 8 meses (embalada com ou sem SO2)

Condições de Armazenamento 40% < H < 70% e 15°C < T < 20°C

Recomendações de Armazenamento Locais limpos, arejados, isentos de cheiros e produtos clorados e manter na embalagem de origem

Recomendações de Utilização

- Abrir os sacos só aquando a sua utilização
- Manter os sacos sempre bem fechados quando não são consumidas a totalidade das rolhas
- O prazo de validade das rolhas, após abertura dos sacos, é de 30 dias
- O engarrafamento deve ser realizado, de forma, a minimizar o aparecimento de fugas, para isso, devem-se evitar certos erros tais como: apertos exagerados das maxilas da rolhadora; imediata colocação das garrafas na posição horizontal/ou engarrafamento com gargalo molhado; incompatibilidade das dimensões, tratamento das rolhas e gargalo da garrafa; câmara de expansão inferior a 15mm e/ou pressão interna de valor acima de zero.

Figura A.1 - Ficha técnica da rolha de cortiça Cidra.

Ficha Técnica do Produto

Champanhe



Humidade	8 % +/- 2 %
Comprimento	nominal +/- 0,5 mm
Diâmetro	+/- 0,3 mm
Resíduos Sólidos: Pó	≤ 0,5 mg / rolha
Migração / Capilaridade	sem
Teor 2,4,6-TCA libertável	≤ 2 ng/L
Massa	≥ 8,0 g
(p/ 48/30,65)	
Momento de Torsão:	≥ 3.5Nm
Diâmetro 30,5	
Ângulo de Torsão	≥ 35°
Diâmetro 30,5	

Informações Gerais:

Calibres:	Vários
Família:	Técnica
Tipo:	Aglomerada com discos cortiça; Discos de cortiça, granulado cortiça, cola poliuretano e óleo parafínico, poliuretano alifático
Marcação:	Tinta ou Fogo
Tratamento:	Silicone
Embalagem:	Saco Plástico (PEBD) em vácuo c/ ou s/ SO2 + Calxa de cartão

Os nossos processos e produtos utilizados, cumprem os requisitos legais e Regulamentações aplicáveis (Reg. 1935/2004), nomeadamente o Código Internacional das Práticas Rolheiras e a legislação para materiais e objectos a entrar em contacto com os alimentos.

Recomendações

Utilização Prevista Vedante de garrafas contendo bebidas com teor alcoólico.

Prazo de Validade 6 meses (embalada com ou sem SO2)

Condições de Armazenamento 40% < H < 70% e 15°C < T < 20°C

Recomendações de Armazenamento Locais limpos, arejados, isentos de cheiros e produtos clorados e manter na embalagem de origem

Recomendações de Utilização

- Abrir os sacos só aquando a sua utilização
- Manter os sacos sempre bem fechados quando não são consumidas a totalidade das rolhas
- O prazo de validade das rolhas, após abertura dos sacos, é de 30 dias
- O engarrafamento deve ser realizado, de forma, a minimizar o aparecimento de fugas, para isso, devem-se evitar certos erros tais como: apertos exagerados das maxilas da rolhadora; imediata colocação das garrafas na posição horizontal/ou engarrafamento com gargalo molhado; incompatibilidade das dimensões, tratamento das rolhas e gargalo da garrafa; câmara de expansão inferior a 15mm e/ou pressão interna de valor acima de zero.

Figura A.2 - Ficha técnica da rolha de cortiça Champanhe.

Ficha Técnica do Produto

Delta



	38/23,5 Delta	44/23,5 Delta
Humidade	6 % +/- 2 %	
Comprimento	nominal +/- 0,5 mm	nominal +/- 1,0 mm
Diâmetro	nominal +/- 0,5 mm	
Força de extracção <small>(em tubos de vidro 18,5 mm)</small>	12 a 35 daN	15 a 40 daN
Estanqueidade ao Líquido	≥ 2,0 bar	
Recuperação dimensional	≥ 95 % após 3 minutos	
Resíduos de peróxido	≤ 0,2 mg / rolha	
Resíduos Sólidos: Pó	≤ 0,5 mg / rolha	
Migração / Capilaridade	sem	
Teor 2,4,6-TCA libertável	≤ 1 ng/L	
Permeabilidade / Absorção	10% +/- 4%	

Informações Gerais:

Calibres:	Vários
Família:	Aglomerada
Tipo:	Aglomerada: Granulado cortiça, cola poliuretano e óleo parafínico.
Lavação:	Peróxido de hidrogénio
Revestimento:	Com polímeros acrílicos
Marcação:	Tinta ou Fogo
Tratamento:	Silicone
Embalagem:	Saco Plástico (PEBD) em vácuo c/ ou s/ SO2 + Caixa de cartão

Recomendações

Utilização Prevista Vedante de garrafas contendo bebidas com teor alcoólico.

Prazo de Validade 6 meses (embalada com ou sem SO2)

Condições de Armazenamento 40% < H < 70% e 15°C < T < 20°C

Recomendações de Armazenamento Locais limpos, arejados, isentos de cheiros e produtos clorados e manter na embalagem de origem

Recomendações de Utilização

- Abrir os sacos só aquando a sua utilização
- Manter os sacos sempre bem fechados quando não são consumidas a totalidade das rolhas
- O prazo de validade das rolhas, após abertura dos sacos, é de 30 dias
- O engarrafamento deve ser realizado, de forma, a minimizar o aparecimento de fugas, para isso, deve-se evitar certos erros tais como: apertos exagerados das maxilas da rolhadora; imediata colocação das garrafas na posição horizontal/ou engarrafamento com gargalo molhado; incompatibilidade das dimensões, tratamento das rolhas e gargalo da garrafa; câmara de expansão inferior a 15mm e/ou pressão interna de valor acima de zero.

Figura A.3 - Ficha técnica da rolha de cortiça Delta ou SPI.

Ficha Técnica do Produto

Aglo SCR



	Aglo diâmetro 23,0	Aglo diâmetro 23,5
Humidade	8 % +/- 2 %	
Comprimento <small>(existe em 40 e 44 mm)</small>	nominal +/- 0,5 mm	
Diâmetro	23,0 +/- 0,5 mm	23,5 +/- 0,5 mm
Força de extracção <small>(em tubos de vidro 18,5 mm)</small>		
38mm	12 a 30 daN	12 a 30 daN
44mm	15 a 35 daN	15 a 35 daN
Estanqueidade ao Líquido	≥ 0,9 bar	
Recuperação dimensional	≥ 90 % após 3 minutos	
Resíduos de peróxido	≤ 0,2 mg / rolha	
Resíduos Sólidos: Pó	≤ 2,0 mg / rolha	
Migração / Capilaridade	sem	
Teor 2,4,6-TCA libertável	≤ 2,0 ng/L	
Conservação após engarrafamento	8 meses	9 meses

Os nossos processos e produtos utilizados, cumprem os requisitos legais e Regulamentações aplicáveis (Reg. 1831/2003, nomeadamente o Código Internacional das Práticas Rolheiras e a legislação para materiais e objectos a entrar em contacto com os alimentos).

Recomendações

Utilização Prevista Vedante de garrafas contendo bebidas com teor alcoólico.

Prazo de Validade 8 meses (embalada com ou sem SO₂)

Condições de Armazenamento 40% < H < 70% e 15°C < T < 20°C

Recomendações de Armazenamento Locais limpos, arejados, isentos de cheiros e produtos clorados e manter na embalagem de origem

Recomendações de Utilização

- Abrir os sacos só aquando a sua utilização
- Manter os sacos sempre bem fechados quando não são consumidas a totalidade das rolhas
- O prazo de validade das rolhas, após abertura dos sacos, é de 30 dias
- O engarrafamento deve ser realizado, de forma, a minimizar o aparecimento de fugas, para isso, deve-se evitar certos erros tais como: apertos exagerados das maxilas da rolhadora; imediata colocação das garrafas na posição horizontal/ou engarrafamento com gargalo molhado; incompatibilidade das dimensões, tratamento das rolhas e gargalo da garrafa; câmara de expansão inferior a 15mm e/ou pressão interna de valor acima de zero.

Informações Gerais:

Calibres:	Vários
Família:	Aglomerada
Tipo:	Aglomerada: Granulado cortiça, cola poliuretano e óleo parafínico.
Lavação:	Peróxido de hidrogénio
Revestimento:	Com polímeros acrílicos
Marcação:	Tinta
Tratamento:	Silicone
Embalagem:	Saco Plástico (PEBD) em vácuo e/ ou e/ SO ₂ + Caixa de cartão

Figura A.4 - Ficha técnica da rolha de cortiça SCR.

Ficha Técnica do Produto

1+1 Fusion



Humidade	5 % +/- 2 %
Comprimento (44 mm)	nominal +/- 0,5 mm
Diâmetro	+/- 0,4 mm
Força de extracção (em tubos de vidro 18,5 mm)	15 a 35 daN
Estanqueidade ao Líquido	100% a 1,2 bar
Recuperação dimensional	≥ 90 % após 3 minutos
Resíduos de peróxido	≤ 0,2 mg / rolha
Resíduos Sólidos: Pó	≤ 1,0 mg / rolha
Migração / Capilaridade	sem
Teor 2,4,6-TCA libertável	≤ 1,0 ng/L

Informações Gerais:

Calibres:	Vários
Família:	Técnica
Tipo:	Aglomerada com discos cortiça; Discos de cortiça, granulado cortiça, cola poliuretano e óleo parafínico, polímero de acetato de polivinilo em água
Lavação:	Peróxido de hidrogénio
Revestimento:	Com polímeros acrílicos
Marcação:	Tinta ou Fogo
Tratamento:	Silicone
Embalagem:	Saco Plástico (PEBD) em vácuo c/ ou s/ SO2 + Caixa de cartão

Os nossos processos e produtos utilizados, cumprem os requisitos legais e Regulamentações aplicáveis (Reg. 1935/2004), nomeadamente o Código Internacional das Práticas Rolheiras e a legislação para materiais e objectos a entrar em contacto com os alimentos.

Recomendações

Utilização Prevista Vedante de garrafas contendo bebidas com teor alcoólico.

Prazo de Validade 6 meses (embalada com ou sem SO2)

Condições de Armazenamento 40% < H < 70% e 15°C < T < 20°C

Recomendações de Armazenamento Locais limpos, arejados, isentos de cheiros e produtos clorados e manter na embalagem de origem

Recomendações de Utilização

- Abrir os sacos só aquando a sua utilização
- Manter os sacos sempre bem fechados quando não são consumidas a totalidade das rolhas
- O prazo de validade das rolhas, após abertura dos sacos, é de 30 dias
- O engarrafamento deve ser realizado, de forma, a minimizar o aparecimento de fugas, para isso, deve-se evitar certos erros tais como: apertos exagerados das maxilas da rolhadora; imediata colocação das garrafas na posição horizontal/ou engarrafamento com gargalo molhado; incompatibilidade das dimensões, tratamento das rolhas e gargalo da garrafa; câmara de expansão inferior a 15mm e/ou pressão interna de valor acima de zero.

Figura A.5 - Ficha técnica da rolha de cortiça 1+1 Fusion.

Ficha Técnica do Produto

1+1



Humidade	6 % +/- 2 %
Comprimento <small>(existe em 40 e 44 mm)</small>	nominal +/- 0,5 mm
Diâmetro	23,5 +/- 0,5 mm
Força de extracção <small>(em tubos de vidro 18,5 mm)</small>	12 à 30 daN
Estanqueidade ao Líquido	≥ 1,2 bar
Recuperação dimensional	≥ 90 % após 3 minutos
Resíduos de peróxido	≤ 0,2 mg / rolha
Resíduos Sólidos: Pó	≤ 2,0 mg / rolha
Migração / Capilaridade	sem
Teor 2,4,6-TCA libertável	≤ 2,0 ng/L

Informações Gerais:

Calibres:	Vários
Família:	Técnica
Tipo:	Aglomerada com discos cortiça: Discos de cortiça, granulado cortiça, cola poliuretano e óleo parafínico, polímero de acetato de polivinilo em água
Lavação:	Peróxido de hidrogénio
Revestimento:	Com polímeros acrílicos
Marcação:	Tinta
Tratamento:	Silicone
Embalagem:	Saco Plástico (PEBD) em vácuo c/ ou s/ SO2 + Caixa de cartão

Os nossos processos e produtos utilizados, cumprem os requisitos legais e Regulamentações aplicáveis (Reg. 1935/2004), nomeadamente o Código Internacional das Práticas Rolheiras e a legislação para materiais e objectos a entrar em contacto com os alimentos.

Recomendações

Utilização Prevista Vedante de garrafas contendo bebidas com teor alcoólico.

Prazo de Validade 6 meses (embalada com ou sem SO2)

Condições de Armazenamento 40% < H < 70% e 15°C < T < 20°C

Recomendações de Armazenamento Locais limpos, arejados, isentos de cheiros e produtos clorados e manter na embalagem de origem

Recomendações de Utilização

- Abrir os sacos só aquando a sua utilização
- Manter os sacos sempre bem fechados quando não são consumidas a totalidade das rolhas
- O prazo de validade das rolhas, após abertura dos sacos, é de 30 dias
- O engarrafamento deve ser realizado, de forma, a minimizar o aparecimento de fugas, para isso, devem-se evitar certos erros tais como: apertos exagerados das maxilas da rolhadora; imediata colocação das garrafas na posição horizontal/ou engarrafamento com gargalo molhado; incompatibilidade das dimensões, tratamento das rolhas e gargalo da garrafa; câmara de expansão inferior a 15mm e/ou pressão interna de valor acima de zero.

Figura A.6 - Ficha técnica da rolha de cortiça 1+1.

Anexo B – Instruções de trabalho internas dos ensaios laboratoriais a rolhas de cortiça

Neste anexo, apresenta-se todas as instruções de trabalho internas dos ensaios realizados no laboratório das naturais da empresa SOCORI, para a concretização deste projecto.

Anexo B.1 – Análise dimensional

Objetivo e Âmbito: Determinar as dimensões das rolhas de cortiça natural, aglomeradas, moldadas e técnicas.

Referências: Referência normativa: NP ISO 9727-1

Modo de proceder

Aparelhos e utensílios

- Paquímetro Mitutoyo U:K: Ltd., ou outro equipamento de medição com a mesma precisão.
- Mesa comparadora

A determinação das dimensões também pode ser obtida através do equipamento MEDCORK. Neste caso, os dados são armazenados na base de dados do MEDCORK com a possibilidade de serem exportados para Excel e Controlab.

Técnica

Determinação do comprimento:

- Acerta-se o zero do paquímetro ou mesa comparadora;
- Deve-se ter o cuidado de centrar a rolha no equipamento de modo que o eixo do equipamento coincida com o eixo longitudinal da rolha, ou no centro da mesa comparadora e ajustam-se as superfícies de medição de exteriores do paquímetro à rolha.
- Medir o comprimento (c). Registrar o valor (c) em mm, indicado no equipamento.
- Repetir as operações para as restantes rolhas em ensaio.

Determinação do diâmetro

Para rolhas Naturais

- Acerta-se o zero do paquímetro ou mesa comparadora;
- Colocam-se as superfícies de medição de exteriores do paquímetro a meio do comprimento da rolha de modo a que os anéis de crescimento da rolha estejam paralelos ao operador;
- Regista-se o valor (d_1) indicado no paquímetro, em mm;
- Roda-se a rolha 90° e repete-se a determinação;
- Regista-se o valor (d_2) indicado no paquímetro, em mm;
- Repetem-se as operações anteriores para as restantes rolhas.

No caso de equipamentos de medição automatizados, cuja determinação da orientação da medição do diâmetro segundo os anos de crescimento seja impossível de ser efectuada, realizar tantas medições de diâmetro, quantas necessárias, para determinar o maior e o menor diâmetro da rolha.

Para rolhas Aglomeradas, Moldadas e Técnicas

- Acerta-se o zero do paquímetro ou mesa comparadora;
- Colocam-se as superfícies de medição de exteriores do paquímetro a meio do comprimento da rolha;
- Regista-se o valor indicado no paquímetro, em mm;
- Repetir as operações para as restantes rolhas em ensaio.

Para rolhas para vinhos espumantes e gaseificados

- Acerta-se o zero do paquímetro ou mesa comparadora,
- Colocam-se as superfícies de medição de exteriores do paquímetro a meio do comprimento da rolha, no limite entre o corpo de cortiça aglomerado e os discos,
- Regista-se o valor indicado no paquímetro, em mm.
- Repetir as operações para as restantes rolhas em ensaio.

Determinação da ovalidade (Só para Rolhas Naturais)

Para a determinação da ovalidade utiliza-se a diferença dos 2 diâmetros (d_1) e (d_2) obtidos.

Resultados

O resultado do ensaio, expresso em mm e arredondado às centésimas, é o valor da leitura do paquímetro ou outro equipamento de medição com a mesma precisão. O resultado final é a média aritmética dos resultados obtidos para cada rolha da amostra, expresso em milímetros e arredondado a 0,01mm.

- Comprimento

O comprimento da rolha é o valor c obtido no paquímetro por cada medição feita.

- Diâmetro

O diâmetro de cada rolha, é o valor d , obtido no paquímetro por cada medição feita.

Para rolhas Naturais: $d = (d_1 + d_2) / 2$ em que:

- d_1 é o valor obtido da medição do diâmetro da rolha colocada na primeira posição;
- d_2 é o valor obtido da medição do diâmetro da rolha na segunda posição.

Para rolhas Aglomeradas, Moldadas e Técnicas

É o valor d , lido no paquímetro.

Para rolhas para vinhos espumantes e gaseificados

A ovalidade de cada rolha de ensaio, expressa em mm, é dada por, Ovalização = $|d_1 - d_2|$

Tabela B.1 - Síntese da análise dimensional para os vários tipos de rolhas.

TIPO DE ROLHA	COMPRIMENTO		DIAMETRO		OVALIDADE
	Local de medição	Nº medições	Local de medição	Nº medições	Sim/Não
Naturais	Centrar a rolha no equipamento de modo que o eixo do equipamento coincida com o eixo longitudinal da rolha	1	A meio do comprimento da rolha de modo a que os anéis de crescimento da rolha estejam paralelos ao operador	2	SIM
Aglomeradas, Moldadas e técnicas			A meio do comprimento da rolha	1	NÃO
Espumantes e gaseificados			A meio do comprimento da rolha, no limite entre o corpo de cortiça aglomerado e os discos	1	NÃO

Anexo B.2 – Análise da humidade da rolha

Objectivo e Âmbito: Efectuar a determinação da humidade das rolhas de cortiça natural, aglomerada, moldada e técnicas.

Referências

Referência normativa: NP ISO 9727-3

Modo de proceder

Aparelhos e utensílios

Higrómetro “Aquaboy”, KOM I (graduado de 2 a 10%) ou KOM II (graduado de 2 a 20%) marca K.P. MUNDINGER GMBH, ou equivalente.

Agulhas de 17 mm do modelo 208 A.

- **Técnica**

Método 1: Antes de utilizar o aparelho certificar se, após carregar no botão vermelho, o ponteiro se situa na zona limitada a vermelho. Introduzir as agulhas (eléctrodos) do Aquaboy na rolha em ensaio, a meio do seu comprimento até uma profundidade aproximadamente igual a metade do seu diâmetro. Registrar o valor indicado. Repetir o procedimento para as restantes rolhas em ensaio. Para rolhas com discos: no caso de efectuar a medição da humidade nos discos, a introdução dos eléctrodos deve ser feita de modo a abranger somente os discos. Essa informação deve ser incluída no relatório. Não colocar os eléctrodos nas rolhas que apresentam defeitos visíveis.

Método2: A medição da humidade também pode ser obtida através do equipamento MEDCORK. Neste caso, os dados são armazenados na base de dados do MEDCORK com a possibilidade de serem exportados para Excel e Controlab.

Apresentação dos resultados - A humidade de cada rolha, é expressa em percentagem, e é o valor da leitura directa do Aquaboy, arredondado às décimas. O resultado final é a média aritmética dos resultados obtidos para cada rolha da amostra, expresso em percentagem e arredondado à unidade, deve indicar-se os valores máximo, mínimo e desvio padrão. O desvio padrão apresenta-se arredondado a 0,1%.

Anexo B.3 – Análise da força de extracção

Objectivo: A presente instrução descreve o método para a medir a força máxima necessária para a extracção de uma rolha de cortiça.

Referência normativa: Sem referência normativa

Modo de proceder:

Material e Reagentes:

- Engarrafador
- Tubos de vidro com diâmetro interior a 18,5 mm (+/- 0.2 mm)
- Saca-rolhas helicoidal
- Dispositivo de extracção accionado por um motor eléctrico e munido com um dinamómetro
- Acetona para limpeza dos tubos

Amostragem:

6 Rolhas por lote no caso de ser um cliente standard. No entanto, a amostragem depende do cliente e do tipo de relatório solicitado pelo mesmo.

Tabela B.3 - Tipos de relatório.

Tipo de Relatório	Amostragem
O0	Não requer Forças de extracção
O5	3 rolhas

Caso no CDV (nota de encomenda) diga Mallet, a amostragem é de uma rolha por cada carro até perfazer o número total de carros existentes para uma encomenda.

Responsabilidade de execução: Controlador de qualidade.

Técnica:

- Limpar os tubos de vidro com acetona;
- Arrolhar os tubos secos;
- Deixar repousar durante uma hora após arrolhamento;
- Introduzir o saca-rolhas no centro da rolha paralelo ao eixo central da rolha;

- Colocar e fixar o tubo no aparelho de extracção, para fixar o tubo manipular o Comando AGARRA;
- Colocar o saca-rolhas no dispositivo de extração;
- Para medir a força de extracção da rolha premir o comando SOBE;
- Ler a força máxima de extracção no visor do dinamómetro;
- Entre cada ensaio, seleccionar a tecla ZERO no dinamómetro, de forma a anular o resultado do ensaio anterior.

Esquema:

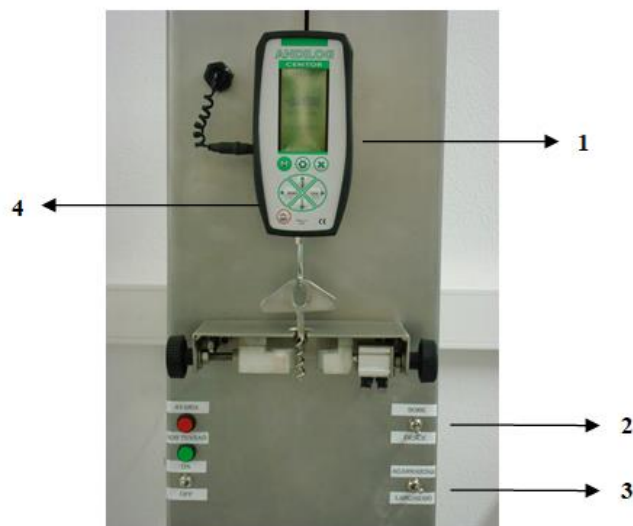


Figura B.3 - Dinamómetro.

Legenda:

- 1 – Visor do Dinamómetro
- 2 – Comando SOBE / DESCE
- 3 – Comando AGARRA / LARGA
- 4 – Comando ZERO

Apresentação de resultados: O resultado do ensaio é o valor máximo da força necessária para extrair a rolha do tubo. A força de extracção é expressa em decanewtons, (daN).

Anexo B.4 – Determinação da massa volúmica

Objetivo e Âmbito: Determinar a massa e massa volúmica aparente (densidade) nas rolhas naturais aglomeradas, moldadas, técnicas.

Referências

Referência externa: NP ISO 9727-2

Termos e Definições - Para os fins da presente Norma aplicam-se os termos e definições constantes da NP ISO 633 e ainda os seguintes:

Massa volúmica aparente para rolha de cortiça cilíndrica - Quociente entre a massa medida da rolha e o seu volume.

Condições de ensaio

O condicionamento da amostra e a execução do ensaio deve efectuar-se nas seguintes condições ambientais:

- Temperatura (21 ± 4) °C
- Humidade relativa (60 ± 20) %.
- A amostra deve ser condicionada durante, pelo menos, uma hora.

Modo de proceder

Aparelhos e utensílios

Balança. A determinação do peso também pode ser obtida através do MEDCORK. Neste caso, os dados são armazenados na base de dados do MEDCORK com a possibilidade de serem exportados para Excel e Controlab.

Técnica: Garantir que a balança está a zero antes de qualquer pesagem. Caso contrário, carregar no botão “Zero” até atingir o zero. Colocar a rolha no prato da balança e aguardar até que o peso estabilize para obter o resultado.

Resultados: O resultado é expresso em gramas, com precisão de 0.01 g.

Massa - O resultado final é a média aritmética dos resultados obtidos para cada rolha da amostra, expresso em gramas (g).

Massa volúmica aparente - A massa volúmica aparente de cada rolha, ρ , expressa em gramas por decímetro cúbico é dada pela equação:

$$\rho = \frac{m \times 10^6}{\pi \times \left(\frac{d}{2}\right)^2 \times l}$$

m - massa de cada rolha pesada, expressa em grama

d - diâmetro, expresso em milímetros, medido de acordo com o indicado na instrução dimensional

l - comprimento, expresso em milímetros, medido de acordo com o indicado na instrução dimensional

π - o valor deve ser arredondado à centésima, ou seja 3,14.

NOTA: No cálculo do volume de rolhas chanfradas, o chanfro não é considerado.

O resultado final é a média aritmética dos resultados obtidos para cada rolha da amostra, arredondado à unidade.

Anexo B.5 – Ensaio da capilaridade / migração

Objetivo: Quantificação da estanquicidade ao líquido em rolhas de cortiça.

Referência normativa: Sem referência normativa

Modo de proceder:

Material e Reagentes:

Etanol a 95% (v/v)

Azul-de-metileno ou vinho tinto a 12% teor alcoólico

Tabuleiro

Amostragem: 2 Rolhas por lote

Responsabilidade de execução: Controlador de qualidade.

Técnica:

Método 1: Preparar uma solução alcoólica a 66% (1/3 de água e 2/3 de álcool); Colorir a solução alcoólica com azul-de-metileno; Colocar a solução colorida no tabuleiro; Colocar 2 rolhas na vertical no tabuleiro durante 1 hora, as rolhas devem ficar imersas cerca de 1 cm;

Método 2: Colocar o vinho no tabuleiro; Colocar 2 rolhas na vertical no tabuleiro durante 24 horas, as rolhas devem ficar imersas cerca de 1 cm.

O resultado final do ensaio não deve apresentar migração.

Anexo B.6 – Ensaio da estanquicidade a líquidos

Objetivo: Verificar e quantificar a estanquicidade ao líquido em rolhas de cortiça.

Referência normativa: Sem referência normativa

Modo de proceder:

Material e Reagentes:

- Etanol a 95% (v/v),
- Tubos de vidro com diâmetro inferior a 18,5 mm (+/- 0.2 mm)
- Dispositivo de medição da pressão
- Manómetro graduado com uma resolução de 0.1 bar.
- Acetona para limpeza dos tubos
- Azul-de-metileno
- Vinho tinto a 12%

Amostragem: 6 Rolhas por lote

Responsabilidade de execução: Controlador de qualidade.

Técnica:

- Limpar os tubos de vidro com acetona;
- Arrolhar os tubos secos;
- Deixar repousar durante uma hora após arrolhamento;
- Preparar uma solução de álcool etílico a 10 % colorida com azul-de-metileno ou vinho tinto a 12 %;
- Introduzir um 1ml de solução alcoólica colorida em cada tubo;
- Colocar os tubos sobre o dispositivo de medição de pressão;
- Fixar um papel de filtro na base do tubo em contacto com a rolha;
- Aumentar a pressão interna a:

- 0.3 bar, esperar 10 minutos e observar (ver se verteu).
- 0.6 bar, esperar 10 minutos e observar
- 0.9 bar, esperar 10 minutos e observar
- 1.2 bar, esperar 10 minutos e observar

A pressão interna é elevada conforme o tipo e a gama das rolhas. As fugas são detectadas em cada patamar pelos traçados de solução colorida sobre o papel de filtro fixado na base dos tubos.

Esquema:

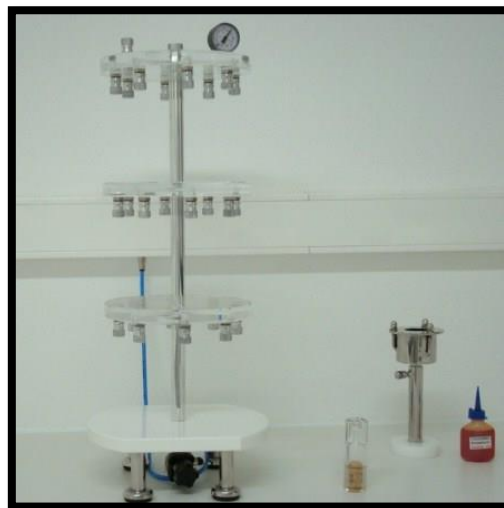


Figura B.6 - Dispositivo de medição de pressão.

Apresentação de resultados: Indicar por cada patamar de pressão o número de rolhas que apresentam uma fuga.

Lote aceite: Número de rolhas com fuga ≥ 0 rolhas

Lote rejeitado: Número de rolhas com fuga ≥ 1 rolha

Tabela B.6 - Parâmetros de estanquicidade para rolhas naturais, aglomeradas e técnicas.

Rolhas Naturais		Rolhas Aglomeradas	Rolhas Técnicas
Gama Superior	1.2 bar		
Gama Standard	0.9 bar	0.9 bar	1.2 bar
Gama Baixa	0.6 bar		

Anexo B.7 – Ensaio da quantificação de pó residual

Objectivo: A presente instrução descreve o método para a quantificação do pó residual em rolhas.

Referência normativa: Sem referência normativa.

Referências internas: PC01 – T17

Modo de proceder:

Material e Reagentes:

- Etanol a 95% (v/v);
- Erlenmeyer (500ml);
- Proveta (250 ml);
- Funil graduado em vidro, suporte de filtros em fibra de vidro, rolha de borracha perfurada, kitasato e pinça;
- Bomba a vácuo;
- Agitador Rotamax 120;
- Excicador e gel de sílica;
- Filtros de microfibras de vidro de 0.47 µm de porosidade;
- Balança analítica;
- Estufa a 103 ± 5 °C.

Amostragem: Ver PC01 – T17

Responsabilidade de execução: Controlador de qualidade.

Técnica:

- Preparar uma solução de etanol a 10 % v/v com água destilada e filtrar a solução;
- Colocar 4 rolhas num Erlenmeyer e juntar 250,0 mL de solução de etanol a 10 %;
- De seguida, colocar o Erlenmeyer no agitador durante 10 minutos com uma agitação de 125 rpm;
- Filtrar a solução através de um filtro previamente pesado. Enxaguar o funil com 50.0 ml de solução de etanol a 10 %;

- Posteriormente, colocar na estufa a 103 ± 5 °C durante 1 hora e de seguida 30 minutos no excicador;
- De seguida pesar o filtro mais resíduo.

Apresentação de resultados:

M1 – massa inicial do filtro

M2 – massa final do filtro + resíduo

Q – quantidade de pó residual por rolha, expresso em mg/rolha

$$Q = (M2-M1) /4$$

Anexo C – Cálculo do volume do tambor pequeno de tratamento de superfície

Neste anexo, encontra-se representado um exemplo de cálculo, de forma detalhada, do volume do tambor pequeno.

Partindo da fórmula de calcular o volume do cilindro, uma vez que o tambor tem forma de cilindro, obtêm-se:

$$Volume_{Tambor\ pequeno} = 3.14 \times raio^2 \times profundidade$$

$$\Leftrightarrow Volume_{Tambor\ pequeno} = 3,14 \times (2,2 \times 10^2)^2 \times 6,4 \times 10^2 = 9,7 \times 10^7 \text{ mm}^3$$

Anexo D – Resultados do estudo da variabilidade do processo

O registo dos valores obtidos é fundamental para obtenção dos resultados principais e alcance dos objectivos propostos. De modo a demonstrar como foram obtidos os resultados apresentados no capítulo do estudo da variabilidade do processo, nesta secção apresentou-se o registo dos valores mais significativos.

Anexo D.1 – Resultados das forças de extracção dos diferentes tempos de rotação

De forma a analisar, se a variação do tempo de rotação do tambor influenciava o tratamento de superfície, ou seja, a distribuição do elastómero pela superfície da rolha, recolheram-se amostras com dois diferentes tempos, 16 min e 20 min. Após estabilização da substância realizou-se o ensaio das forças de extracção para verificar se a rolha estava lubrificada e dentro do intervalo de aceitação para os diferentes tempos.

Os valores relativos à análise das forças de extracção, realizadas ao tipo de rolha SPI e tratadas com tempos de rotação do tambor diferentes, com a mesma substância química do tratamento de superfície, que sofreram tratamento estatístico, apresentam-se na Tabela D.1.

Tabela D.1 - Dados amostrais das forças de extracção da rolha SPI, para diferentes tempos de duração da rotação dos tambores no tratamento de superfície, em daN.

	Tempo de rotação dos tambores (min)	
	16	20
Forças de extracção das amostras (daN)	20,43	20,69
	16,54	16,39
	19,45	19,11
	17,84	20,79
	20,53	22,03
	25,11	25,93
	24,39	22,34
	21,52	19,18
	22,03	21,09
	23,37	21,57
	25,61	26,69

Anexo D.2 – Resultados da análise de quantificação de pó ao tipo de rolha SPI

Com intuito de se estudar a fase de despoeiramento do tratamento de superfície e a sua eficácia na diminuição de pó na rolha de cortiça, recolheram-se amostras antes da rolha entrar no tambor, aos 0 min, após 3 min de despoeiramento no tambor e também após 5 min de despoeiramento, para verificar se existia diferença nos tempos de despoeiramento através da análise estatística.

A Tabela D.2 mostra os resultados médios da quantificação de pó na rolha SPI, nos diferentes tempos de despoeiramento.

Tabela D.2 - Resultados da análise da quantificação de pó nos diferentes tempos de despoeiramento no tratamento de superfície, em mg/rolha.

		Tempo de despoeiramento (min)		
		0	3	5
Quantificação de pó (mg/rolha)		2,1	2,0	2,3
		0,5	0,2	0,1
		1,7	1,7	1,7
		0,2	0,2	0,2
		1,6	1,5	1,1
		1,7	1,8	1,6
		1,8	1,6	1,5

Anexo D.3 – Resultados do estudo dos sistemas de aspiração

De modo a analisar-se o fluxo de aspiração associado ao sistema de aspiração antigo e após ser alterado, para analisar a sua eficácia no tratamento de superfície, fez-se o levantamento diário do fluxo de aspiração (m^3/h) em cada tambor. Este levantamento aportou quatro medições, sendo elas ao início e fim da manhã de trabalho, e também ao início e fim da tarde de laboração. Os resultados médios do fluxo de aspiração do dia para os diferentes sistemas, a qual serviram de base para o tratamento estatístico, encontram-se na Tabela D.3.

Tabela D.3 - Resultados médios diários das medições do fluxo de aspiração antigo e após ser alterado (m³/h), para cada tambor de tratamento.

	Tambor 1	Tambor 2	Tambor 3	Tambor 4	Sistema de Aspiração
Fluxo de aspiração (m ³ /h)	250	308	284	271	Antigo
	227	361	274	263	
	221	337	315	322	
	281	347	319	301	
	122	291	294	126	
	191	302	307	205	
	146	278	271	181	
	1127	1309	1191	930	Novo
	1224	1361	1269	890	
	1163	1333	1288	1251	
	1118	1392	1309	1353	
	1078	1352	1202	1384	
	1069	1364	1257	1470	
	1130	1280	1231	913	

Anexo D.4 – Resultados da quantificação de pó após mudança do sistema de aspiração

De forma a verificar se a alteração do sistema de aspiração tinha influenciado a fase de despoeiramento do tratamento de superfície, analisou-se a quantificação de pó de diversos tipos de rolha, antes de entrar no tambor (0 min), após os 3 min de despoeiramento e também ao fim do tratamento de superfície, já com 24 h de estabilização das rolhas de cortiça.

Os resultados médios para os quais serviram para tratamento estatístico, encontram-se na Tabela D.4.

Tabela D.4 - Resultados médios da quantificação de pó de diferentes tipos de rolha antes de entrar no tambor, após 3 min de despoeiramento e após tratamento de superfície, com estabilização das rolhas por 24 h, em mg/rolha.

	Quantificação de pó (mg/rolha)		
	0 min	3 min	Após estabilização
Cidras	2,0	1,5	0,1
	1,8	1,4	0,1
	1,5	1,3	0,1
	1,7	1,5	0,4
Champanhe	2,5	2,2	0,4
	2,5	1,9	0,4
	2,4	1,9	0,3
	2,1	2,3	0,4
SCR	0,9	1,3	0,2
	1,2	0,9	0,1
	1,3	1,0	0,1
SPI	1,4	1,5	0,3
	1,3	1,5	0,2
	1,4	1,5	0,2
	1,4	1,5	0,2
1+1	1,4	1,3	1,8
	1,6	1,8	2,0
	1,5	1,5	2,1
	1,7	1,6	2,0

Anexo D.5 – Resultados da quantificação de pó ao longo do tempo de estabilização

Para se averiguar, se existia diferença, entre as rolhas estabilizadas em laboratório ou estabilizadas em fábrica, realizou-se um estudo da quantificação de pó em rolhas que permaneceram na fábrica no período de estabilização e também nas que estabilizaram em laboratório. O estudo abordou a quantificação de pó após 24 horas de estabilização, após uma semana de estabilização e após um mês.

Na Tabela D.5, apresenta-se os valores médios da quantificação de pó (mg/rolha), que serviram de base para o tratamento estatístico.

Tabela D.5 - Dados amostrais médios da quantificação de pó das rolhas de cortiça, com diferentes tempos de estabilização e diferentes espaços de estabilização, em mg/rolha.

Quantificação de pó (mg/rolha)	Tempo de estabilização em <u>laboratório</u>			
	Tipo de Amostra	Após 24 h	Após uma semana	Após um mês
	Cidra	0,2	0,2	0,1
	Champanhe	0,5	0,4	0,6
	SPI	0,2	0,2	0,1
	1+1	2,1	1,1	1,3
	SCR	0,3	0,2	0,2
	Tempo de estabilização em <u>fábrica</u>			
	Tipo de Amostra	Após 24 h	Após uma semana	Após um mês
	Cidra	0,2	0,3	0,5
Champanhe	0,5	0,5	1,3	
SPI	0,2	0,2	0,4	
1+1	2,3	1,4	1,5	
SCR	0,4	0,2	0,4	

Anexo E – Estudo das substâncias de tratamento de superfície à escala industrial

Neste anexo, apresenta-se todos os resultados inerentes ao estudo das substâncias actualmente utilizadas na empresa SOCORI, no tratamento de superfície das rolhas de cortiça.

Anexo E.1 – Estudo das forças de extracção para cada tipo de rolha

Na empresa, para cada tipo de rolha a ser tratada há uma substância inerente, de acordo com as especificações do cliente. Para se conseguir avaliar se o tratamento das rolhas foi eficaz, começou-se por estudar as forças de extracção, pois é um indicador da lubrificação da rolha de cortiça.

Assim, à escala industrial, recolheram-se amostras, após a estabilização de 24 h dos diferentes tipos de rolha, para em laboratório se realizar as forças de extracção.

Os resultados médios obtidos das forças de extracção encontram-se na Tabela E1.

Tabela E.1 - Resultados médios das forças de extracção de cada tipo de rolha, tratadas com a respectiva substância, em daN.

Tipo de Rolha	Ensaio	Força de extracção média (daN)	Média força de extracção média (daN)
Cidra	1	23,37	24,13
	2	25,24	
	3	24,16	
	4	23,73	
SPI	1	18,95	20,93
	2	18,91	
	3	23,15	
	4	22,69	
1+1	1	43,47	44,68
	2	46,35	
	3	43,55	
	4	45,33	
1+1 Hidro	1	32,54	34,63
	2	32,87	
	3	34,93	
	4	38,17	
SCR	2	17,75	19,28
	3	20,82	
	4	19,27	
Champanhe	1	30,07	27,46
	2	26,79	
	3	26,70	
	4	26,29	

Anexo E.2 – Estudo da relação da coloração com a solução de azul metileno e as forças de extracção

Para se estudar se as forças de extracção possuíam relação com a distribuição homogénea da substância química pela superfície da rolha, foi importante realizar o ensaio de laboratório qualitativo com a solução de azul metileno. Assim, aleatoriamente realizou-se os ensaios ao tipo de rolha 1+1.

Anexo E.2.1 – Relação da coloração com solução azul metileno e as forças de extracção das rolhas de cortiça

No presente anexo, estudou-se a distribuição da substância de tratamento na superfície da rolha, através do método qualitativo da coloração com a solução de azul metileno, como mostra a Figura E.2. O que se pretendeu com este ensaio foi provar uma relação possível da

coloração da rolha com azul metileno e a força de extracção, ou seja, verificar se quanto maior a coloração com a solução de azul metileno, maior a sua força de extracção.

Para este efeito, foi importante avaliar as forças de extracção antes da coloração com azul metileno e também a sua análise dimensional, humidade e peso de cada rolha.

Os resultados das forças de extração, humidade, dimensões e peso, encontram-se na Tabela E.2.



Figura E.2.1 - Coloração da rolha 1+1 tratada, com solução azul metileno.

Tabela E.2 - Resultados dos ensaios laboratoriais das forças de extracção, comprimento, diâmetro, humidade e peso, para cada rolha antes da coloração com solução azul metileno.

Amostra	Forças de extracção (daN)	Comprimento (mm)	Diâmetro (mm)	Humidade (%)	Peso (g)
1	39,20	43,94	25,89	5,9	6,32
2	39,44	44,03	25,94	5,5	6,60
3	36,83	44,31	25,98	5,5	6,77
4	41,51	44,08	25,96	6,1	6,59
5	30,76	43,94	25,98	5,7	6,13
6	34,56	44,04	25,90	5,5	6,68
7	38,88	44,48	25,93	5,1	6,37
8	38,46	43,89	26,00	4,9	6,13
9	41,22	44,01	26,05	4,9	6,32
10	37,40	44,09	25,97	4,8	6,35
11	36,37	43,93	26,01	5,1	6,40
12	41,89	44,00	26,02	4,9	7,17
13	35,06	43,98	26,02	5,2	6,73
14	38,03	44,10	26,09	5,2	6,73
15	35,01	44,02	26,09	5,3	6,17
16	38,34	44,13	26,01	5,3	6,44
17	32,86	44,06	26,09	5,1	6,52
18	31,22	44,07	26,00	5,3	6,24

Anexo E.2.2 – Estudo das variáveis que influenciam as forças de extracção

Igualmente importante, foi avaliar quais as variáveis que tinham influência a força de extracção. Assim na Figura E.2.2, mostra a relação das forças de extracção (daN) e a humidade (%) na rolha de cortiça. Na Figura E.2.3, mostra a relação das forças de extracção (daN) e o comprimento (mm) da rolha. Na Figura E.2.4, mostra a relação das forças de extracção (daN) e o diâmetro (mm) da rolha de cortiça, a Figura E.2.5, mostra a relação do diâmetro (mm) da rolha de cortiça e sua humidade (%) e por fim, a Figura E.2.6, mostra a relação da força de extracção (daN) e o peso da rolha (g).

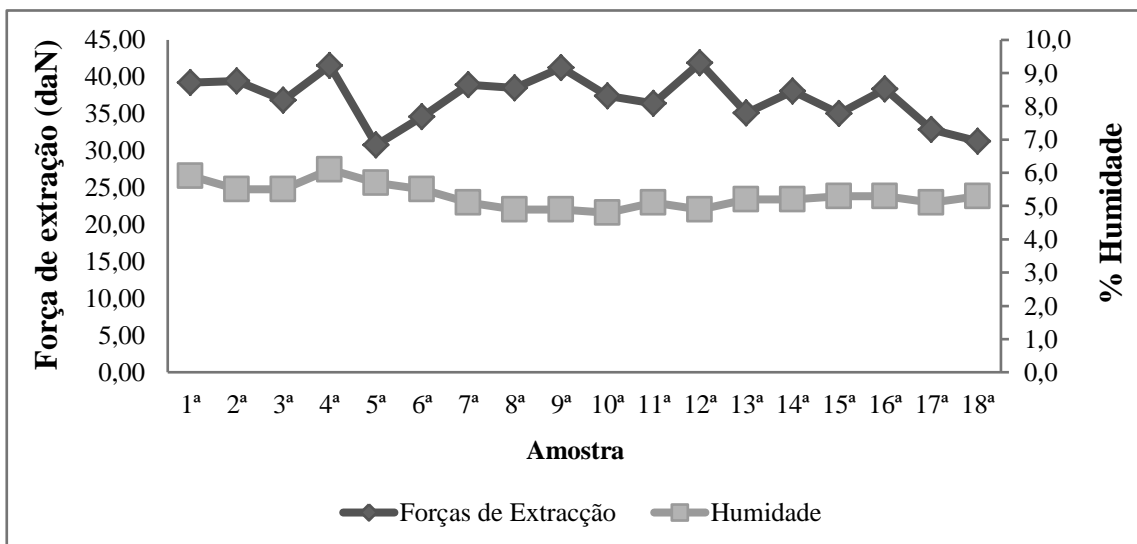


Figura E.2.2 - Relação das forças de extração (daN) e a humidade (%) na rolha de cortiça.

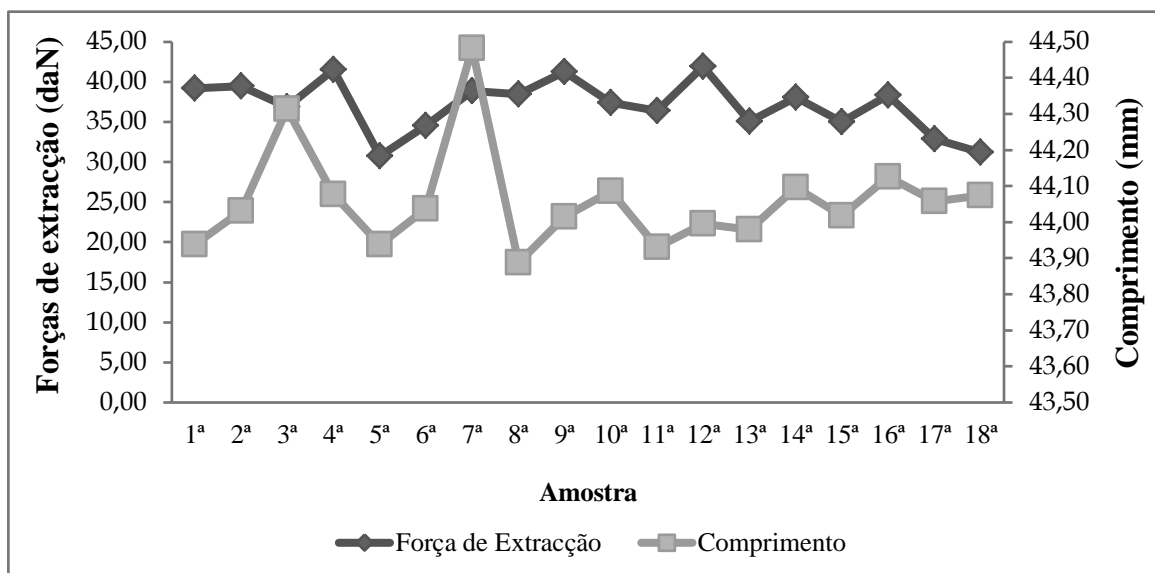


Figura E.2.3 - Relação das forças de extração (daN) da rolha com o seu comprimento (mm).

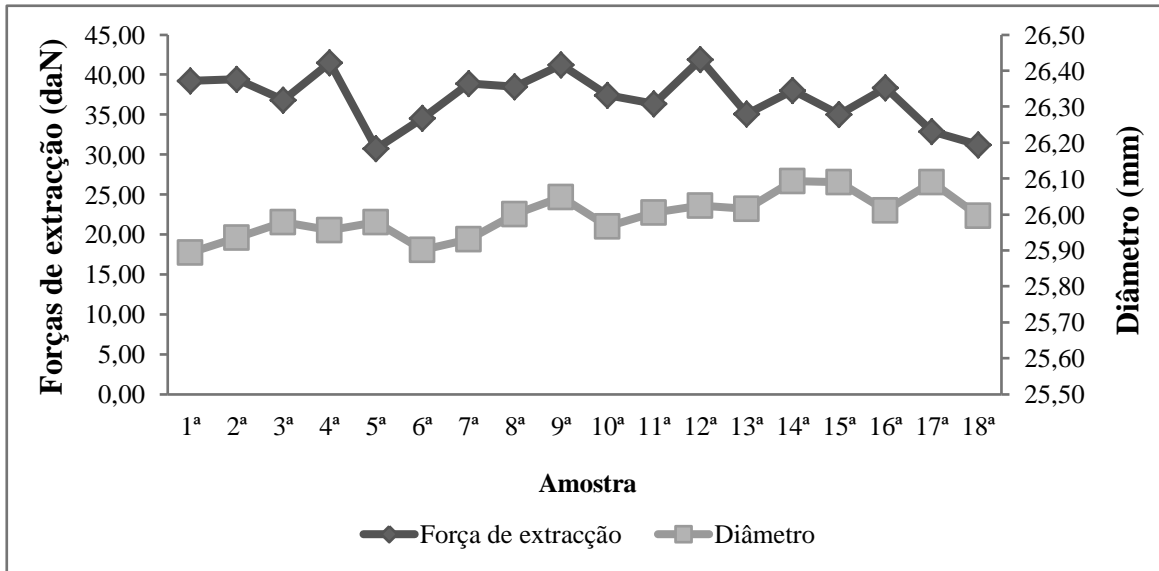


Figura E.2.4 - Relação da força de extracção (daN) da rolha com o seu diâmetro (mm).

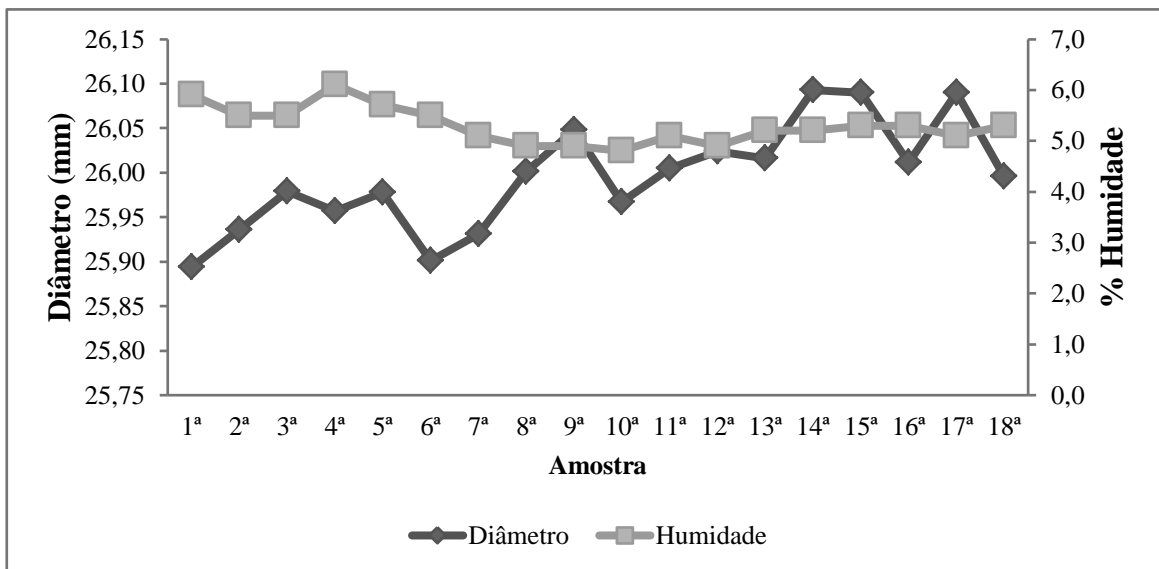


Figura E.2.5 - Relação diâmetro (mm) da rolha e a sua humidade (%).

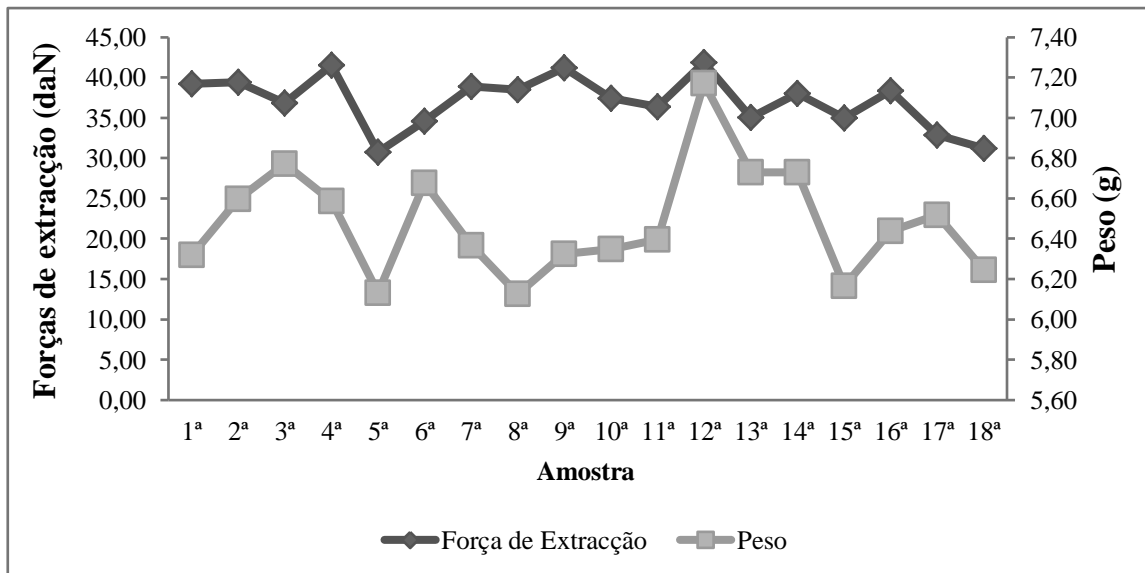


Figura E.2.6 - Relação das forças de extracção (daN) e o peso (g) da rolha.

Anexo F - Influência da variação da velocidade de rotação e do tempo de rotação no tratamento de superfície em função do tipo de rolha e substância aplicada.

Neste anexo, apresenta-se os dados amostrais das forças de extracção para cada tipo de rolha e para cada tipo de substância aplicada na mesma, fazendo-se variar o tempo de tratamento e a velocidade de rotação no tratamento de superfície. O objetivo foi o estudo estatístico, através do teste ANOVA: factor duplo com repetição, da variabilidade das forças de extracção, quando se variou o tempo e a velocidade de rotação.

Na Tabela F.1 e F.2 apresentam-se os valores das forças de extracção das rolas tratadas com a substância A, respectivamente com 16 min e 20 min de rotação do tambor no tratamento de superfície.

Na Tabela F.3 e F.4 apresentam-se os valores das forças de extracção das rolas tratadas com a substância B, respectivamente com 16 min e 20 min de rotação do tambor no tratamento de superfície.

Na Tabela F.5 e F.6 apresentam-se os valores das forças de extracção das rolas tratadas com a substância C, respectivamente com 16 min e 20 min de rotação do tambor no tratamento de superfície.

Na Tabela F.7 e F.8 apresentam-se os valores das forças de extracção das rolas tratadas com a substância D, respectivamente com 16 min e 20 min de rotação do tambor no tratamento de superfície.

Na Tabela F.9 e F.10 apresentam-se os valores das forças de extracção das rolas tratadas com a substância E, respectivamente com 16 min e 20 min de rotação do tambor no tratamento de superfície.

Na Tabela F.11 e F.12 apresentam-se os valores das forças de extracção das rolas tratadas com a substância F, respectivamente com 16 min e 20 min de rotação do tambor no tratamento de superfície.

Na Tabela F.13 e F.14 apresentam-se os valores das forças de extracção das rolas tratadas com a substância G, respectivamente com 16 min e 20 min de rotação do tambor no tratamento de superfície.

Na Tabela F.15 apresenta-se os resultados e discussão do estudo estatístico.

Tabela F.1 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância A, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
A	16	35	Cidra	21,684	20,073	23,503	22,987	16,905	21,628	22,050	19,473	20,176	21,010
			Champanhe	29,725	22,968	28,188	26,267	24,365	26,248	27,738	25,321	27,682	22,603
			SPI	20,466	24,468	23,458	24,993	22,809	22,097	22,275	22,232	23,296	22,800
			1+1 Fusion	23,746	23,840	25,021	24,994	25,199	24,158	23,212	22,519	24,449	27,392
			1+1	30,250	35,779	38,675	33,811	31,815	29,406	32,040	28,694	33,389	38,150
			1+1 Hidro	25,236	21,216	20,654	22,996	19,314	22,828	22,125	23,568	23,896	24,421
		22	Cidra	22,369	19,548	17,992	18,114	18,508	34,579	21,197	21,478	22,134	20,691
			Champanhe	24,674	24,861	27,598	21,741	23,831	23,624	20,016	28,357	18,667	20,363
			SPI	24,271	23,175	21,047	19,792	21,956	24,346	22,875	22,519	21,628	21,600
			1+1 Fusion	24,262	25,649	24,365	25,030	22,219	24,440	23,840	25,649	25,142	23,221
			1+1	32,049	35,095	35,751	31,674	28,638	33,792	34,111	33,042	31,768	32,639
			1+1 Hidro	23,278	27,748	22,003	23,362	23,484	22,219	24,308	22,247	23,980	23,915
		12	Cidra	19,838	20,279	20,579	22,200	25,555	22,668	20,082	21,713	20,804	20,775
			Champanhe	23,990	21,132	24,571	25,892	31,346	23,025	26,051	23,409	23,436	24,646
			SPI	28,141	24,290	23,521	23,540	24,046	21,506	22,397	23,493	23,221	23,025
			1+1 Fusion	22,818	23,259	25,274	22,800	20,775	22,987	25,330	23,053	23,343	25,864
			1+1	32,021	36,116	35,113	33,605	40,999	38,318	35,498	36,313	34,429	31,299
			1+1 Hidro	23,840	21,385	27,870	25,598	24,636	23,718	23,062	22,556	23,381	23,231

Tabela F.2 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância A, com 20 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
A	20	35	Cidra	22,340	19,792	22,350	24,805	21,150	20,804	20,916	20,419	25,508	23,531
			Champanhe	27,185	27,064	22,125	22,181	23,596	21,816	26,567	26,061	26,970	26,333
			SPI	22,078	23,727	25,742	23,399	23,343	23,784	22,678	24,833	22,725	22,134
			1+1 Fusion	23,896	23,249	23,680	22,041	24,243	23,428	24,402	22,350	23,409	24,187
			1+1	33,052	40,371	34,467	36,950	31,599	35,226	30,625	37,522	32,490	28,947
			1+1 Hidro	22,865	23,081	25,488	20,738	23,634	26,080	22,912	22,312	25,620	24,580
		22	Cidra	22,575	22,222	21,394	19,079	19,763	22,584	20,157	24,927	25,658	22,181
			Champanhe	19,885	25,171	23,268	26,679	28,685	30,522	34,308	28,432	27,870	23,577
			SPI	23,390	21,778	23,128	21,666	22,565	24,440	25,948	21,666	21,853	22,350
			1+1 Fusion	20,223	21,282	21,628	21,863	22,996	20,513	21,788	22,753	22,284	20,822
			1+1	38,525	37,869	33,258	39,977	47,465	36,341	35,741	33,652	35,245	34,898
			1+1 Hidro	21,235	25,508	23,315	22,781	21,816	25,414	23,353	23,249	22,565	23,877
		12	Cidra	23,399	20,129	20,251	15,462	21,019	21,806	20,438	28,104	20,194	18,986
			Champanhe	31,299	28,469	19,548	22,031	26,492	26,483	23,175	33,249	26,183	24,196
			SPI	18,873	19,417	18,723	20,804	20,747	21,722	20,232	21,863	21,450	20,701
			1+1 Fusion	22,818	22,622	21,572	20,166	22,865	20,925	20,644	21,160	22,640	21,984
			1+1	30,072	30,447	37,363	36,482	36,866	39,677	38,468	31,037	34,832	30,953
			1+1 Hidro	22,322	23,324	20,775	24,290	22,022	25,424	24,833	21,863	26,472	23,006

Tabela F.3 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância B, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
B	16	35	Cidra	29,022	25,677	25,068	27,242	23,699	22,875	29,378	26,286	26,370	27,560
			Champanhe	31,590	30,962	30,182	29,894	27,654	31,356	36,988	38,075	37,447	38,745
			SPI	19,913	20,129	19,267	18,508	22,350	19,567	21,113	21,441	19,398	20,204
			1+1 Fusion	23,371	20,832	22,594	21,535	19,876	24,533	21,431	20,035	22,172	23,472
			1+1	42,132	36,931	33,951	36,819	37,053	41,664	41,805	41,045	41,683	31,890
			1+1 Hidro	21,413	19,548	22,415	22,012	22,565	21,703	22,256	24,955	24,393	24,833
		22	Cidra	25,275	22,481	27,373	26,576	27,110	22,509	22,594	23,090	24,636	25,695
			Champanhe	29,547	27,846	39,574	26,426	38,159	27,345	38,665	27,991	29,200	31,534
			SPI	20,850	21,544	19,295	20,363	21,825	19,707	21,506	20,035	22,406	18,526
			1+1 Fusion	22,772	22,781	22,041	22,303	19,145	23,034	22,228	22,041	22,397	20,269
			1+1	36,875	39,415	44,016	34,195	36,126	38,562	39,593	40,867	44,391	34,486
			1+1 Hidro	23,062	27,588	21,703	25,902	24,599	23,090	23,437	27,982	28,319	24,861
		12	Cidra	21,553	21,825	22,312	24,346	23,503	24,814	24,683	21,778	26,867	22,659
			Champanhe	28,235	35,048	24,918	27,459	35,451	27,776	33,427	29,397	31,168	29,481
			SPI	22,453	19,210	24,412	21,010	21,966	23,915	20,091	24,346	21,610	21,216
			1+1 Fusion	23,428	22,134	25,330	24,993	22,425	22,022	22,200	19,735	23,240	22,031
			1+1	40,746	44,728	33,689	37,438	33,811	36,004	40,970	39,733	35,545	38,272
			1+1 Hidro	26,492	24,084	26,051	25,583	24,149	26,014	23,624	27,270	25,695	24,093

Tabela F.4 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância B, com 20 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
B	20	35	Cidra	26,295	28,713	23,053	23,896	27,457	27,935	23,671	25,695	26,501	27,485
			Champanhe	35,629	31,871	31,299	38,834	37,747	35,020	26,801	30,137	26,649	30,437
			SPI	20,972	24,280	22,462	23,240	28,994	23,268	20,373	25,180	21,984	24,730
			1+1 Fusion	25,199	20,504	22,219	23,812	22,191	24,318	24,121	21,066	20,457	21,075
			1+1	36,623	33,745	31,524	40,118	38,103	42,189	34,617	33,295	37,709	44,269
			1+1 Hidro	24,308	22,181	24,580	24,674	25,264	26,192	23,784	28,479	21,947	25,311
		22	Cidra	25,930	29,238	23,081	23,709	27,064	23,184	20,026	30,634	28,544	30,662
			Champanhe	32,870	41,467	38,553	36,763	37,485	38,749	28,957	30,447	36,257	31,590
			SPI	23,465	22,928	20,672	21,300	22,800	29,107	27,973	22,003	22,659	22,322
			1+1 Fusion	22,415	21,160	22,734	24,665	20,101	22,303	22,594	23,025	21,253	22,303
			1+1	33,361	45,178	48,421	34,917	40,314	40,558	33,455	40,680	35,826	33,558
			1+1 Hidro	23,467	23,278	24,983	23,175	25,783	26,631	24,768	22,856	25,499	24,665
		12	Cidra	22,722	20,185	19,398	24,046	20,073	18,011	20,672	21,057	21,769	31,234
			Champanhe	28,196	28,619	31,955	28,244	26,979	31,449	29,500	27,288	30,531	27,926
			SPI	25,808	27,401	24,655	22,481	24,796	24,824	25,649	21,591	22,547	24,009
			1+1 Fusion	25,302	23,652	25,367	23,156	23,699	24,880	24,814	24,721	25,798	27,167
			1+1	33,839	41,364	36,791	35,048	35,769	38,403	33,136	42,601	39,162	45,169
			1+1 Hidro	28,048	25,920	31,983	26,782	26,136	27,110	23,662	25,236	24,102	25,789

Tabela F.5 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância C, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
C	16	12	Cidra	29,650	20,897	21,900	26,117	26,979	25,705	25,424	24,449	21,216	28,554
			Champanhe	23,559	22,266	19,829	25,574	21,103	24,552	25,845	22,931	26,904	21,731
			SPI	17,561	15,434	13,822	17,036	16,437	17,046	16,455	14,675	17,908	14,506
			1+1 Fusion	14,469	16,840	16,212	18,601	19,763	17,421	20,804	17,824	17,880	18,629
			1+1	29,331	30,896	33,239	27,542	32,808	26,698	36,622	29,069	28,244	26,342
			1+1 Hidro	25,855	16,343	20,241	24,337	22,706	25,798	22,369	18,198	25,920	20,316
		22	Cidra	32,012	24,777	30,643	28,010	29,481	26,426	29,828	32,668	29,912	24,337
			Champanhe	22,237	24,814	26,398	25,367	23,128	27,438	28,422	30,700	23,212	25,058
			SPI	16,643	13,260	14,131	16,165	15,771	17,402	16,418	15,003	17,196	13,550
			1+1 Fusion	15,528	17,064	18,583	15,912	19,473	17,336	19,407	16,455	19,848	17,599
			1+1	27,260	30,878	33,155	29,659	38,009	29,041	38,871	28,788	30,690	26,464
			1+1 Hidro	26,351	18,592	19,548	25,011	19,866	22,950	21,178	20,157	24,740	15,050
		35	Cidra	33,584	34,749	38,407	35,275	31,121	31,617	38,034	27,797	36,745	28,762
			Champanhe	27,826	29,688	28,695	28,141	27,692	33,794	26,642	26,098	27,807	30,815
			SPI	17,465	14,295	13,359	18,852	15,679	16,673	17,179	14,591	17,494	13,531
			1+1 Fusion	16,386	16,205	20,177	16,243	20,024	18,697	20,712	21,839	18,172	17,761
			1+1	31,168	34,071	34,425	33,279	37,242	26,413	37,690	30,042	31,245	31,875
			1+1 Hidro	23,854	20,024	17,427	24,809	18,019	23,319	24,331	22,058	26,928	21,419

Tabela F.6 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância C, com 20 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
C	20	12	Cidra	24,486	25,433	25,039	23,802	22,490	30,240	21,806	28,207	24,833	24,290
			Champanhe	23,924	21,197	25,873	22,219	23,896	20,635	19,848	23,905	27,710	23,652
			SPI	16,952	15,228	15,425	17,168	16,024	18,020	15,378	14,113	16,043	13,906
			1+1 Fusion	14,745	15,434	16,362	17,168	19,876	17,758	19,585	16,924	17,027	18,658
			1+1	30,315	28,816	33,858	29,032	30,222	31,468	31,168	28,610	35,863	28,938
			1+1 Hidro	19,267	20,148	22,987	26,576	27,214	24,140	26,558	27,448	21,844	25,517
		22	Cidra	36,444	29,734	33,267	26,632	29,116	24,158	27,635	25,255	35,235	26,801
			Champanhe	25,349	23,259	21,928	23,962	22,275	23,025	22,687	20,120	24,758	23,343
			SPI	18,798	15,790	16,202	19,229	18,845	19,304	19,923	15,453	18,189	16,690
			1+1 Fusion	17,692	16,587	20,888	20,194	19,829	19,595	20,429	19,210	20,354	21,319
			1+1	30,475	27,973	37,194	30,746	32,480	34,898	28,094	31,009	31,890	28,666
			1+1 Hidro	19,726	21,881	23,831	22,200	24,721	22,462	26,736	20,363	21,019	23,549
		35	Cidra	35,399	43,124	38,053	43,831	42,446	37,499	41,548	42,685	44,919	36,879
			Champanhe	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
			SPI	18,315	16,157	14,801	17,475	20,034	18,840	17,732	15,813	20,129	15,746
			1+1 Fusion	16,625	17,398	22,498	19,480	22,574	17,379	22,498	22,507	19,241	17,608
			1+1	44,843	47,020	49,264	42,790	34,434	36,124	35,456	39,667	41,176	40,192
			1+1 Hidro	29,545	24,809	32,410	23,042	37,643	27,368	32,276	32,219	28,237	29,192

Tabela F.7 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância D, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
D	16	12	Cidra	20,817	23,080	23,882	21,065	21,867	22,794	17,580	22,287	23,166	21,084
			Champanhe	23,558	25,057	24,379	25,811	21,934	25,926	27,520	22,749	22,765	23,071
			SPI	17,274	20,865	20,855	22,144	19,251	21,495	19,385	18,239	20,473	22,316
			1+1 Fusion	22,287	17,885	19,260	20,225	17,465	19,461	21,886	19,222	19,938	18,286
			1+1	31,130	37,146	30,758	33,479	29,879	36,163	37,853	34,853	34,453	32,878
			1+1 Hidro	23,959	22,316	31,101	21,820	22,192	25,019	31,197	30,586	25,572	26,145
		22	Cidra	22,746	24,169	23,453	22,364	22,698	22,743	23,137	22,440	23,854	24,427
			Champanhe	39,639	35,255	31,130	34,090	39,027	29,965	28,399	31,560	33,412	37,872
			SPI	20,569	19,308	19,136	18,048	18,535	17,236	15,402	15,355	20,043	17,360
			1+1 Fusion	17,370	20,530	17,732	20,034	19,700	15,699	16,673	18,582	18,964	21,419
			1+1	33,728	29,115	33,976	33,438	33,766	37,681	41,434	27,215	26,231	36,029
			1+1 Hidro	25,143	25,439	25,286	20,196	26,145	27,158	24,006	19,518	23,376	21,094
		35	Cidra	20,387	21,867	22,373	23,739	19,652	21,724	20,683	18,487	20,483	20,760
			Champanhe	26,995	25,334	27,817	33,594	29,889	29,621	27,072	28,447	30,691	28,742
			SPI	19,862	18,239	19,852	18,936	21,724	21,858	19,470	19,270	19,719	21,839
			1+1 Fusion	21,428	17,685	19,681	20,282	22,736	22,268	23,443	25,372	25,353	25,439
			1+1	30,930	33,718	34,406	35,389	28,924	27,979	29,707	37,203	30,347	37,022
			1+1 Hidro	20,941	21,304	19,537	24,188	20,817	22,727	26,069	25,897	19,432	21,906

Tabela F.8 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância D, com 20 min de rotação a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
D	20	12	Cidra	23,882	19,738	22,087	20,053	19,251	20,626	19,862	23,548	23,605	23,920
			Champanhe	25,716	26,728	22,383	25,544	23,825	22,958	23,653	25,630	27,358	23,309
			SPI	18,792	22,603	24,321	23,796	21,151	20,912	21,772	22,507	26,193	23,949
			1+1 Fusion	22,994	21,991	19,595	19,308	22,221	17,580	22,555	19,938	20,559	21,266
			1+1	31,474	35,456	29,879	37,070	37,643	30,271	35,341	41,004	34,959	36,697
			1+1 Hidro	25,267	20,397	26,050	27,415	25,105	26,327	26,709	22,555	27,043	33,088
		22	Cidra	26,336	24,150	23,663	24,035	25,630	25,429	26,317	20,865	25,926	21,676
			Champanhe	35,492	35,418	39,352	32,792	32,324	28,972	41,367	34,873	37,232	31,636
			SPI	43,982	43,947	43,832	43,929	43,981	43,914	44,002	43,973	44,141	43,980
			1+1 Fusion	16,797	19,556	20,530	20,101	20,082	17,971	17,647	15,307	19,213	18,649
			1+1	39,066	28,017	28,122	43,850	33,422	39,046	28,170	35,255	31,044	37,566
			1+1 Hidro	20,425	20,110	21,008	27,139	28,533	22,202	23,682	24,723	18,783	20,989
		35	Cidra	23,414	18,239	23,596	19,050	20,530	20,464	18,544	18,687	20,048	21,046
			Champanhe	27,759	20,607	26,126	24,503	25,429	25,926	25,668	32,753	22,746	23,806
			SPI	18,687	17,360	17,971	18,840	18,726	18,907	18,802	16,434	17,121	18,210
			1+1 Fusion	21,457	20,368	20,311	16,758	18,773	21,562	16,252	17,389	18,525	18,200
			1+1	36,955	27,053	30,891	31,302	33,976	36,287	32,066	29,602	29,917	33,565
			1+1 Hidro	21,543	18,649	21,017	19,079	20,846	24,169	21,189	19,929	25,095	21,428

Tabela F.9 - Forças de extracção dos vários tipos de rolha, tratadas com a substância E, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
E	16	12	Cidra	22,717	21,953	22,660	19,461	27,253	19,041	20,893	19,394	25,296	22,803
			Champanhe	30,977	34,215	23,309	31,474	25,238	29,485	31,063	25,868	24,274	25,744
			SPI	15,508	16,730	16,778	15,068	16,157	17,761	16,978	19,700	18,955	13,884
			1+1 Fusion	18,420	16,224	20,015	22,478	17,303	19,700	20,168	16,376	20,607	17,608
			1+1	35,294	35,160	29,822	27,024	27,062	35,513	37,480	27,836	40,441	32,066
			1+1 Hidro	22,784	16,997	27,711	26,432	20,989	18,907	19,518	20,359	24,025	25,897
		22	Cidra	25,381	19,213	21,848	21,199	23,834	23,013	21,103	24,493	21,800	23,634
			Champanhe	32,009	31,159	33,708	33,737	23,930	29,793	36,506	26,508	43,424	29,125
			SPI	18,506	19,337	18,630	17,847	19,642	15,909	19,537	16,778	17,713	16,663
			1+1 Fusion	17,303	18,735	14,514	18,716	17,580	20,043	16,683	15,364	20,444	17,045
			1+1	32,553	34,587	29,516	28,590	28,284	29,029	34,558	29,125	34,702	29,297
			1+1 Hidro	20,110	14,123	17,351	14,591	17,866	18,878	20,779	19,012	18,000	17,876
		35	Cidra	23,882	23,386	23,233	24,388	20,215	22,822	21,027	24,245	22,440	28,046
			Champanhe	27,272	23,376	21,132	26,174	28,256	24,627	24,283	19,385	23,911	20,597
			SPI	17,589	15,622	15,679	14,973	17,732	17,131	15,278	18,420	15,383	17,160
			1+1 Fusion	16,501	18,563	19,671	17,198	16,558	21,543	21,228	19,709	15,574	19,661
			1+1	26,900	32,629	27,969	29,822	28,962	31,063	28,781	31,331	27,291	27,540
			1+1 Hidro	18,229	15,899	16,921	20,826	15,622	21,915	20,416	20,168	17,923	16,911

Tabela F.10 - Forças de extracção dos vários tipos de rolha, tratadas com a substância E, com 20 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
E	20	12	Cidra	23,281	21,208	20,521	20,674	21,313	23,367	22,268	23,491	23,529	22,268
			Champanhe	30,796	22,154	32,018	30,070	26,671	26,941	33,126	34,635	26,365	33,804
			SPI	18,114	17,818	19,203	19,528	16,711	18,726	16,627	18,468	19,623	18,458
			1+1 Fusion	17,561	20,473	22,717	22,507	21,247	22,870	18,372	18,134	17,226	18,468
			1+1	34,004	35,160	29,965	31,779	29,679	27,797	32,152	30,519	33,546	34,759
			1+1 Hidro	19,948	20,683	20,187	20,368	25,410	17,666	18,659	19,929	20,693	19,308
		22	Cidra	27,960	23,376	24,369	26,976	23,004	22,832	19,910	21,151	21,094	22,039
			Champanhe	29,994	35,208	27,702	31,101	28,084	35,169	32,228	27,186	31,407	33,508
			SPI	16,854	19,442	22,412	21,084	17,809	17,981	18,095	24,226	21,161	19,633
			1+1 Fusion	15,460	18,554	21,629	21,686	19,136	21,228	18,401	21,629	22,956	21,084
			1+1	30,481	31,808	26,098	27,501	28,771	29,755	26,632	31,503	30,872	31,779
			1+1 Hidro	22,135	17,952	25,582	24,092	19,232	18,105	19,451	23,844	22,182	20,846
		35	Cidra	25,763	19,623	18,917	19,833	21,619	23,166	24,264	20,492	20,865	18,659
			Champanhe	21,657	21,848	22,746	36,334	24,665	25,210	24,264	24,570	30,213	26,012
			SPI	17,723	15,765	15,899	18,305	15,689	15,947	16,711	15,450	17,799	15,040
			1+1 Fusion	17,064	18,764	18,363	18,496	17,179	18,258	21,438	20,693	16,520	18,296
			1+1	32,563	34,721	29,602	27,626	25,334	29,342	25,057	30,099	25,611	34,329
			1+1 Hidro	23,357	19,795	21,590	23,061	22,545	24,073	29,115	25,687	22,431	20,063

Tabela F.11 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância F, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
F	16	12	Cidra	17,962	15,613	17,484	20,903	20,444	19,786	14,046	17,828	19,633	17,790
			Champanhe	21,972	21,848	18,974	20,760	23,892	33,050	23,414	23,109	20,616	25,200
			SPI	21,094	20,454	19,069	17,780	19,872	19,375	18,878	19,088	21,791	20,779
			1+1 Fusion	21,447	20,005	22,870	17,713	24,035	20,846	21,524	19,614	22,603	23,223
			1+1	27,387	32,343	33,174	29,908	28,132	33,718	32,620	27,740	30,020	28,552
			1+1 Hidro	20,941	19,547	22,173	24,570	18,019	21,581	18,850	21,886	20,225	18,430
		22	Cidra	16,682	14,686	17,436	15,135	16,224	14,467	17,627	17,475	20,444	14,658
			Champanhe	20,731	18,716	21,562	17,360	23,920	21,228	22,536	19,528	21,762	19,642
			SPI	21,027	18,964	19,404	24,961	23,147	20,578	22,268	23,567	21,275	21,390
			1+1 Fusion	22,822	23,519	27,253	22,870	26,632	25,391	25,420	25,257	22,889	24,407
			1+1	28,046	32,200	30,080	30,968	37,805	30,051	32,066	28,103	34,797	31,885
			1+1 Hidro	22,746	17,780	24,016	22,440	21,839	23,968	22,708	26,527	24,436	21,457
		35	Cidra	18,000	16,758	16,673	18,229	13,731	15,345	17,351	18,229	17,503	16,825
			Champanhe	20,712	22,230	18,659	17,484	24,837	20,282	19,356	16,787	17,007	18,114
			SPI	23,433	23,319	22,517	25,544	21,065	23,577	24,150	23,195	24,465	22,803
			1+1 Fusion	23,643	25,553	24,073	24,321	28,943	25,754	25,372	26,661	28,752	26,040
			1+1	34,024	30,958	30,529	28,686	36,716	29,765	30,147	32,410	37,671	36,516
			1+1 Hidro	24,675	22,593	20,721	26,422	25,458	22,603	22,125	23,386	25,983	23,195

Tabela F.12 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância F, com 20 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
F	20	12	Cidra	17,494	19,738	22,526	21,514	14,371	17,035	16,978	22,660	22,794	19,747
			Champanhe	16,825	16,997	17,408	17,360	20,731	15,460	17,971	16,300	18,296	19,728
			SPI	20,091	18,678	21,781	18,114	21,046	20,091	18,745	18,267	19,432	20,855
			1+1 Fusion	19,900	17,904	22,259	20,769	21,084	23,071	21,094	18,258	20,616	20,063
			1+1	30,863	30,681	29,421	28,179	30,815	31,865	30,003	31,760	32,620	26,413
			1+1 Hidro	21,323	21,275	25,802	25,353	24,274	24,140	23,987	25,467	23,357	24,092
		22	Cidra	17,675	19,451	16,615	16,539	17,666	17,580	18,200	16,195	20,769	16,758
			Champanhe	21,915	19,490	18,487	17,799	23,758	17,790	23,968	18,582	18,745	21,543
			SPI	20,903	21,590	22,097	20,387	18,850	22,803	20,015	22,326	20,168	21,829
			1+1 Fusion	22,058	22,316	25,477	22,908	23,395	24,971	23,975	22,135	22,316	23,223
			1+1	28,705	35,876	29,459	32,668	33,708	29,383	30,758	34,281	32,677	28,905
			1+1 Hidro	20,053	22,765	27,244	25,047	26,384	24,064	25,353	24,608	27,129	24,493
		35	Cidra	17,293	20,024	17,121	14,591	17,647	13,894	16,386	14,553	16,654	14,043
			Champanhe	18,210	17,790	17,446	21,867	18,401	18,754	18,955	22,698	19,872	25,515
			SPI	21,848	22,746	21,237	22,574	23,166	23,328	22,650	22,049	23,242	22,421
			1+1 Fusion	22,813	23,701	24,035	24,293	24,054	27,081	25,993	23,806	28,886	24,952
			1+1	30,548	29,564	31,942	34,616	32,438	33,145	35,676	34,453	34,215	30,910
			1+1 Hidro	23,882	27,902	28,017	22,622	26,766	29,220	26,766	22,488	26,260	28,428

Tabela F.13 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância G, com 16 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
G	16	12	Cidra	27,349	27,129	28,686	22,603	31,799	24,560	24,484	24,799	28,323	26,289
			Champanhe	26,623	26,327	28,829	24,341	30,825	26,776	29,010	28,151	29,707	28,924
			SPI	20,989	18,525	14,686	15,126	18,382	18,458	15,660	16,663	16,639	16,300
			1+1 Fusion	18,726	17,618	23,013	21,982	22,708	22,593	18,554	21,017	20,301	21,151
			1+1	35,227	40,078	40,804	29,134	32,868	43,850	40,813	34,673	33,642	27,520
			1+1 Hidro	22,498	21,256	18,095	22,841	23,433	24,503	23,787	20,110	25,754	18,697
		22	Cidra	33,260	28,342	25,849	24,417	25,410	23,815	28,065	30,252	26,900	26,508
			Champanhe	32,219	30,204	31,541	27,425	24,493	30,318	27,702	26,203	29,211	30,452
			SPI	19,547	15,259	15,918	16,634	19,346	19,919	19,413	15,622	18,563	13,961
			1+1 Fusion	17,952	19,671	21,762	22,889	21,237	20,244	21,084	20,597	22,536	18,009
			1+1	29,507	34,033	32,467	27,568	29,421	39,247	36,888	31,894	30,710	27,110
			1+1 Hidro	24,169	20,769	21,371	26,709	22,708	26,852	20,635	20,311	25,525	23,309
		35	Cidra	28,189	30,700	32,238	34,797	28,485	31,808	28,896	28,265	28,600	28,017
			Champanhe	30,586	31,101	33,412	33,269	32,028	33,642	32,773	32,916	35,962	32,343
			SPI	17,121	14,830	15,775	18,267	17,694	18,621	18,076	15,899	16,873	15,259
			1+1 Fusion	16,844	18,153	21,180	17,923	23,796	19,652	27,950	22,650	20,444	19,490
			1+1	29,688	33,537	33,393	28,514	32,314	41,138	34,912	27,435	34,055	28,504
			1+1 Hidro	18,707	20,998	24,551	21,781	29,879	29,306	29,067	26,594	18,697	26,107

Tabela F.14 - Forças de extracção dos vários tipos de rolhas, tratadas com a substância G, com 20 min de rotação do tambor a diferentes velocidades de rotação.

Substância	Tempo de tratamento (min)	Velocidade de rotação (rpm)	Tipos de Rolha	Forças de Extracção (daN)									
				Amostras									
G	20	12	Cidra	29,106	28,256	28,898	25,792	29,297	28,561	29,736	35,275	23,663	31,808
			Champanhe	28,542	26,193	29,325	24,608	31,101	29,077	23,462	29,822	34,978	31,722
			SPI	18,707	16,434	16,224	19,041	16,596	18,401	16,587	16,329	17,876	16,768
			1+1 Fusion	17,408	18,687	22,880	20,330	23,061	20,005	24,016	26,632	21,724	19,852
			1+1	35,704	36,134	29,860	33,785	34,539	36,086	36,268	32,763	40,145	29,829
			1+1 Hidro	20,664	20,693	24,875	19,585	27,855	25,439	27,377	27,358	22,211	25,572
		22	Cidra	22,994	27,377	24,627	25,773	27,711	18,029	26,948	24,226	29,163	22,755
			Champanhe	29,593	23,634	26,556	23,729	26,012	30,051	27,778	29,364	33,699	30,758
			SPI	18,754	13,913	12,585	18,172	15,775	17,790	16,768	15,278	20,063	17,675
			1+1 Fusion	16,768	18,344	23,080	20,005	23,071	22,202	20,874	22,899	20,139	20,979
			1+1	31,073	34,138	28,924	30,949	31,455	35,599	38,197	32,820	34,616	29,402
			1+1 Hidro	24,417	25,544	25,954	22,373	30,022	25,458	27,301	29,879	24,703	27,568
		35	Cidra	29,258	26,585	28,389	29,793	28,819	31,550	25,993	26,317	26,661	29,344
			Champanhe	30,318	32,849	24,923	33,441	29,936	26,986	25,124	30,786	26,184	30,720
			SPI	18,372	16,100	12,872	18,993	17,074	17,943	15,909	15,422	18,095	17,828
			1+1 Fusion	17,035	18,344	23,032	19,595	22,717	21,275	22,841	22,125	19,738	21,982
			1+1	33,794	33,403	30,968	30,748	30,509	34,100	33,728	31,006	35,628	28,876
			1+1 Hidro	22,450	19,117	20,616	23,930	20,846	20,884	22,755	16,033	24,159	21,390

Tabela F.15 - Resultados e discussão da análise estatística pelo teste ANOVA: factor duplo com repetição.

Teste ANOVA: factor duplo com repetição					
Tipo de Rolha	Substância	Tempo	Velocidade	Interação Tempo / Velocidade	Discussão dos resultados
Cidra	A	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção para os tempos e velocidades de rotação.
	B	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Existe variabilidade na média das forças de extracção nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de extracção para diferentes velocidades.
	C	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Existe efeito da interação do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.
	D	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de extracção para diferentes velocidades.
	E	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção para os tempos e velocidades de rotação.
	F	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de extracção para diferentes velocidades.

	G	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Existe efeito da interação do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.
Champanhe	A	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção para os tempos e velocidades de rotação.
	B	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de extracção para diferentes velocidades.
	C	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Existe variabilidade na média das forças de extracção nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de extracção para diferentes velocidades.
	D	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de extracção para diferentes velocidades.
	E	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de extracção para diferentes velocidades.
	F	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Existe efeito da interação do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.
	G	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Existe efeito da interação do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.

SPI	A	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Existe efeito da interacção do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.
	B	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Existe variabilidade na média das forças de extracção nos diferentes tempos. Não existe variabilidade na média das forças de extracção para diferentes velocidades.
	C	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Existe efeito da interacção do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.
	D	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Existe efeito da interacção do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.
	E	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Existe efeito da interacção do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.
	F	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de extracção para diferentes velocidades.
	G	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção para os tempos e velocidades de rotação.
1+1	A	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção para os tempos e velocidades de rotação.
	B	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção para

		0,05	0,05		os tempos e velocidades de rotação.
	C	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Existe efeito da interação do tempo e velocidade de rotação nas forças de extração.
	D	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extração para os tempos e velocidades de rotação.
	E	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extração nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de extração para diferentes velocidades.
	F	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extração nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de extração para diferentes velocidades.
	G	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extração nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de extração para diferentes velocidades.
1+1 Fusion	A	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Existe efeito da interação do tempo e velocidade de rotação nas forças de extração.
	B	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Existe efeito da interação do tempo e velocidade de rotação nas forças de extração.
	C	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extração nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de

				extracção para diferentes velocidades.
D	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Existe efeito da interacção do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.
E	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Existe efeito da interacção do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.
F	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Existe efeito da interacção do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.
G	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção para os tempos e velocidades de rotação.
1+1 Hidro	A	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção para os tempos e velocidades de rotação.
	B	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de extracção para diferentes velocidades.
	C	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Existe efeito da interacção do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.
	D	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Não existe variabilidade na média das forças de extracção nos diferentes tempos. Existe variabilidade na média das forças de extracção para diferentes velocidades.

E	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Existe efeito da interacção do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.
F	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	Existe efeito da interacção do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.
G	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F < F_{\text{critico}} \text{ e } p > 0,05$	$F > F_{\text{critico}} \text{ e } p < 0,05$	Existe efeito da interacção do tempo e velocidade de rotação nas forças de extracção.

Anexo G – Optimização das substâncias de tratamento para cada tipo de rolha, pela análise da coloração da rolha com solução azul metileno.

Neste anexo, apresentam-se os resultados do ensaio laboratorial qualitativo, realizado às rolhas Cidra, Champanhe, SPI, 1+1, 1+1 Fusion e 1+1 Hidro, tratadas todas elas com 7 substâncias diferentes a tempos de rotação diferentes e velocidades de rotação do tambor também diferentes. Este ensaio teve por objectivo verificar e avaliar a distribuição homogénea das substâncias pela área superficial da rolha.

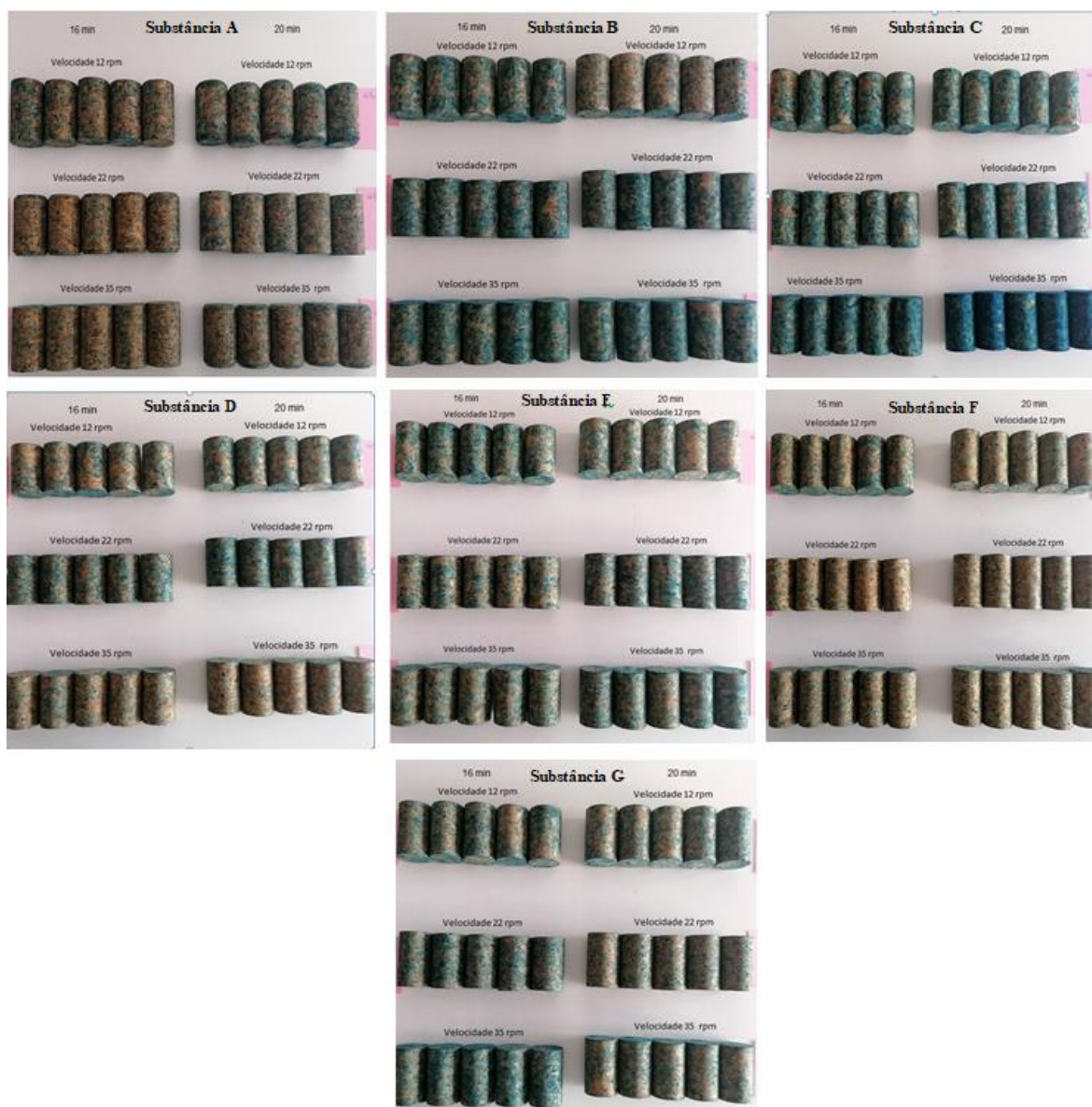


Figura G.1 - Coloração com a solução de azul metileno nas rolhas Cidra.



Figura G.2 - Coloração com a solução de azul metileno nas rolhas Champanhe.



Figura G.3 - Coloração com a solução de azul metileno nas rolhas SPI.



Figura G.4 - Coloração com a solução de azul metileno nas rolhas 1+1 Fusion.



Figura G.5 - Coloração com a solução de azul metileno nas rolhas 1+1.

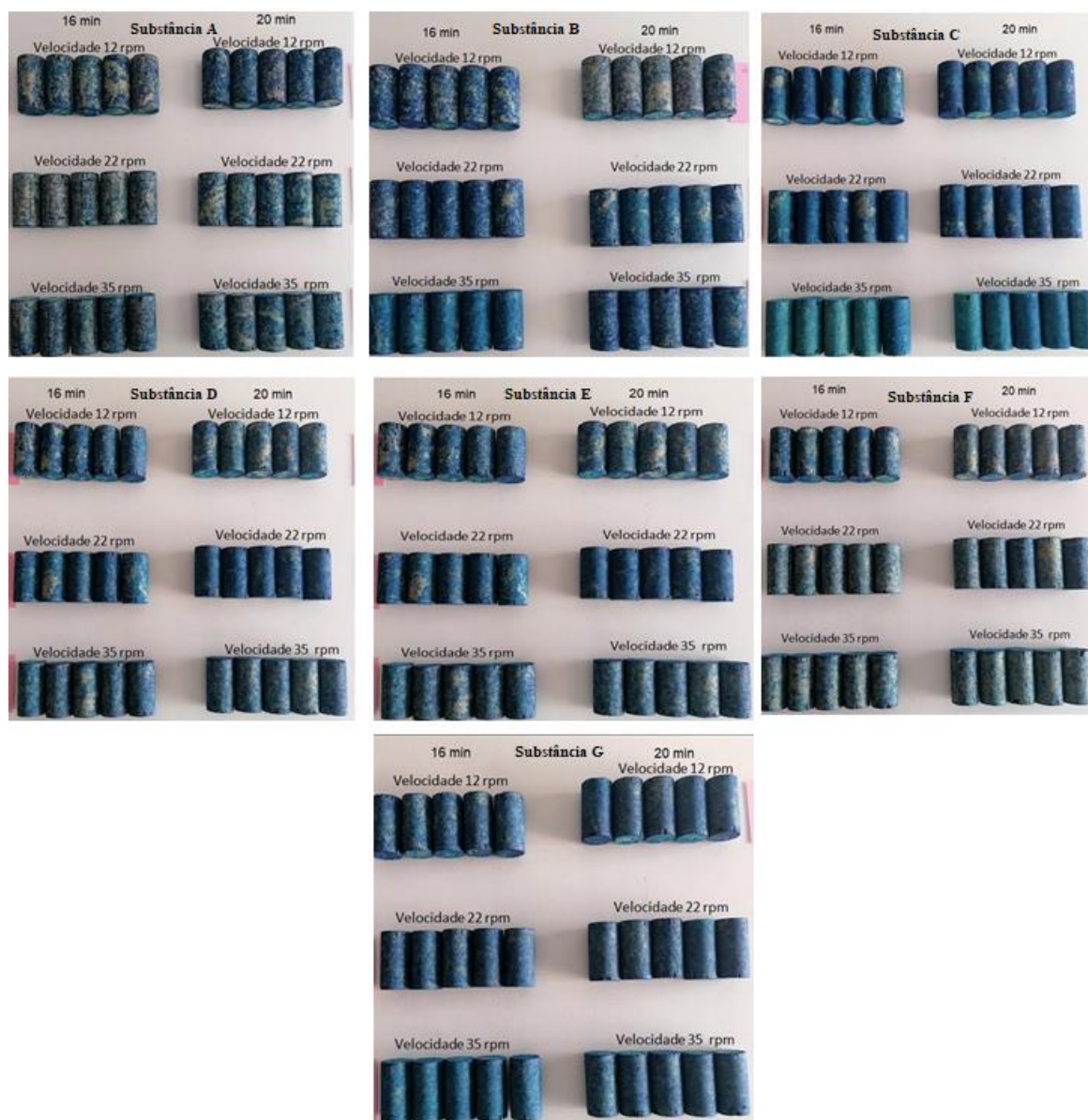


Figura G.6 - Coloração com a solução de azul metileno nas rolhas 1+1 Hidro.

Anexo H – Sistema automático para aplicação do produto químico.

Com este estudo, mostrou-se a existência de variabilidade deste processo de tratamento de superfície, começando pela distribuição do produto pouco uniforme, passando pela existência de perdas de produto na medição da quantidade necessária para o tratamento e também pelos erros de medição do mesmo. Além de que todo o processo poderá correr risco de higiene e segurança alimentar, uma vez que acontece de forma manual.

Verificando-se a importância de um sistema de doseamento e aplicação da substância de tratamento de superfície de forma automatizada para minimizar erros humanos e também perigos para a segurança alimentar, tornou-se importante confirmar no mercado formas automatizadas de aplicar a substância no tratamento de superfície. Conseguiu-se um orçamento de um sistema de doseamento automático para 3 substâncias.

O funcionamento deste sistema é através da injeção do produto através de uma pistola de pulverização por doseamento gravimétrico. A pistola de pulverização tem a particularidade de se encontrar em constante movimento durante todo o tempo de injeção, de modo a uniformizar ao máximo a distribuição do produto. Durante toda a operação, as rolas encontram-se em constante agitação, com uma velocidade de rotação e tempos definidos nas diferentes etapas do tratamento de superfície (momentos de carga e descarga, durante a aspiração, injeção e agitação).

Na Figura H.1, mostra uma planta de uma sala de tratamento de superfície com vista frontal, vista de superior dos tambores deste sistema automático de doseamento da substância nos tambores de tratamento e vista lateral.

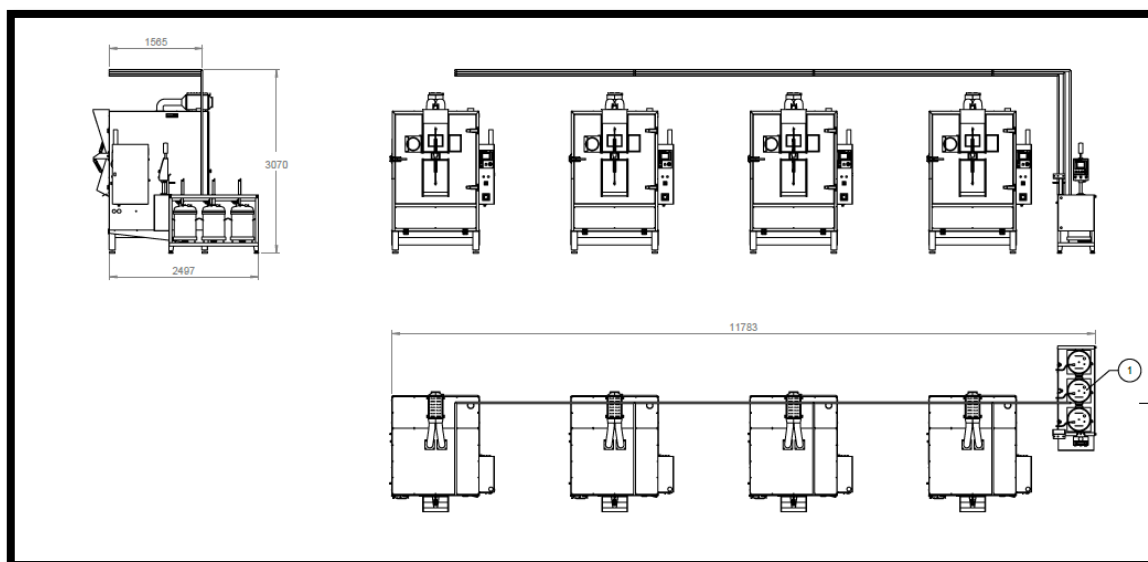


Figura H - Planta de uma sala de tratamento de superfície com o sistema automático de doseamento da substância.