

ÍNDICE

Introdução	1
1 A cortiça como Matéria-prima	3
1.1 Estrutura	3
1.2 Composição Química.....	4
1.3 Propriedades.....	6
1.4 Montado de Sobro.....	7
1.5 A Produção e a Regeneração.....	8
1.6 A Importância Económica e Social dos Montados	9
1.7 Rolhas de Cortiça	10
2 Apresentação da Empresa.....	13
2.1 Os Processos Produtivos e as Instalações	14
2.2 Metodologias de Gestão de Produção	17
2.2.1 Metodologia Kaizen	17
2.2.2 Gestão de Desperdícios	18
2.2.3 A Ferramenta “5S”	19
3 Processo de fabrico - rolhas técnicas de cortiça	21
3.1 Processo Produtivo da empresa	21
Trituração	22
Sistema Rosa	24
Extrusão	26
Colagem	29
Acabamentos Mecânicos.....	30
Lavação.....	31
Revestimento	32
Escolha.....	32
Marcação e Tratamento.....	33
Embalagem e Expedição.....	35
3.2 Sistemas de Certificação.....	35
4 Controlo de Qualidade	37
4.1 Rastreabilidade.....	39
4.2 Especificações.....	41
4.3 Rolhas enquanto vedantes.....	42
4.4 Contaminantes	42
4.5 Formação do TCA.....	44

4.6	<i>Análise Sensorial</i>	47
4.7	<i>Cromatografia Gasosa</i>	48
5	Tarefas efectuadas no Estágio	53
5.1	<i>Maceração</i>	53
5.2	<i>Preparação de Macerações</i>	54
5.2.1	Material/Equipamentos.....	54
5.2.2	Amostras.....	55
5.2.3	Descrição das Macerações.....	55
	<i>Pipetagem</i>	56
5.3	<i>Ensaio de Teor de Pó</i>	56
5.3.1	Material/Equipamentos.....	57
5.3.2	Amostras.....	57
5.3.3	Procedimento	58
5.3.4	Resultados obtidos.....	58
5.4	<i>Ensaio de Torção</i>	59
5.4.1	Material/Equipamentos.....	59
5.4.2	Amostras.....	60
5.4.3	Procedimento de funcionamento do aparelho.....	60
5.4.4	Resultados obtidos.....	60
5.5	<i>Teor de Peróxidos</i>	60
5.5.1	Material/Equipamento	61
5.5.2	Amostras.....	61
5.5.3	Procedimento	61
5.5.4	Resultados obtidos.....	62
5.6	<i>Massa volúmica, humidade e ensaio dimensional de rolhas cilíndricas</i>	63
5.7	<i>Análise Sensorial</i>	65
5.7.1	Material/Equipamentos.....	65
5.7.2	Amostras.....	66
5.7.3	Procedimento	66
5.7.4	Resultados:	66
5.8	<i>Cromatografia Gasosa</i>	69
5.8.1	Preparação de amostras para análise cromatográfica.....	70
5.8.2	Preparação de padrões e curvas de calibração	70
	Preparação dos Padrões	71
5.8.3	Material, Equipamentos, Amostras e Procedimentos	74
	Amostras.....	74
	Procedimento	74
5.8.4	Resultados.....	74
	Conclusão Geral	79
6	Anexos	81
6.1	<i>Anexo 1</i>	81
6.2	<i>Anexo 2</i>	85
6.2.1	Recepção e Compra- Especificação de TCA	85
6.2.2	Processo e Produto Final - Especificação de TCA	85
6.3	<i>Anexo 3</i>	86

7	Bibliografia.....	87
---	--------------------------	-----------

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1: ESTRUTURA CELULAR DA CORTIÇA OBSERVADA EM MICROSCÓPIO ELECTRÓNICO (FONTE: CTB, 2012)	4
FIGURA 2: ETAPAS DO DESCORTIÇAMENTO: A) EXTRACÇÃO; B) REMOÇÃO; C) MARCAÇÃO DA ÁRVORE (FONTE APCOR, 2012).....	6
FIGURA 3: IMAGEM DO MONTADO DE SOBRO NO MUNDO (FONTE APCOR, 2014).....	8
FIGURA 4: IMAGEM DO SOBREIRO (FONTE APCOR, 2014).....	9
FIGURA 5: TIPOS DE ROLHAS: A) ROLHA NATURAL; B) ROLHA COLMATADA; C) ROLHA DE CHAMPANHE; D) ROLHA TÉCNICA 1+1; E) ROLHA AGLOMERADA; F) ROLHA CAPSULADA (APCOR, 2012).	11
FIGURA 6-ORGANIGRAMA DA CORTICEIRA AMORIM	14
FIGURA 7: A) ROLHA TWIN-TOP, B) ROLHA AGLOMERADA, C) ROLHA ADVANTEC.....	15
FIGURA 8- PLANTA GERAL EQUIPAR (FONTE: PLANTA EQUIPAR, 2014)	16
FIGURA 9: QUADRO ONDE SÃO FEITAS REUNIÕES DIÁRIAS (+ 5MINTS).....	18
FIGURA 10- FLUXOGRAMA DO PROCESSO PRODUTIVO DAS ROLHAS NA EQUIPAR (FONTE: DOCUMENTO INTERNO, 2013)	22
FIGURA 11-FLUXOGRAMA DO PROCESSO DE TRITURAÇÃO (FONTE: DOCUMENTO INTERNO, 2013)	23
FIGURA 12 - SISTEMA ROSA	25
FIGURA 13- ESQUEMA DE FUNCIONAMENTO DE UMA EXTRUSORA (MORGADO,2011)	26
FIGURA 14- LINHAS DE EXTRUSÃO.....	27
FIGURA 15- FLUXOGRAMA DO PROCESSO PRODUTIVO DAS ROLHAS TWIN-TOP	27
FIGURA 16- FLUXOGRAMA DO PROCESSO PRODUTIVO DAS ROLHAS AGLOMERADAS.....	28
FIGURA 17- SECÇÃO DA COLAGEM.....	30
FIGURA 18- MÁQUINA DE ACABAMENTOS MECÂNICOS.....	31
FIGURA 19-SECÇÃO DA LAVAÇÃO	32
FIGURA 20-SECÇÃO DA ESCOLHA ELECTRÓNICA	33
FIGURA 21- MÁQUINA DE MARCAÇÃO A FOGO.....	34
FIGURA 22- MÁQUINAS DE TRATAMENTO.....	35
FIGURA 23- FLUXOGRAMA DA ORGANIZAÇÃO DA QUALIDADE.....	38
FIGURA 24- RASTREABILIDADE DO PROCESSO PRODUTIVO	40
FIGURA 25- POSSÍVEIS VIAS DE FORMAÇÃO DE TCA (FONTE: CABRAL,2013)	45
FIGURA 26-SEPARAÇÃO DOS COMPONENTES DA AMOSTRA NA COLUNA (FONTE SILVA,2011)	49
FIGURA 27- EXTRAÇÃO E DESSORÇÃO DO MATERIAL EXTRAÍDO (FONTE VALENTE ET AL,1999).....	50
FIGURA 28- COMPONENTES DO CROMATÓGRAFO GASOSO (FONTE SILVA,2011)	50
FIGURA 29-DETECTOR ECD (FONTE: SILVA,2011).....	51
FIGURA 30- DETECTOR ECD- PRINCÍPIO DA CAPTURA (FONTE SILVA,2011).....	52
FIGURA 31- MACERAÇÕES DE APARAS.....	53
FIGURA 32-MACERAÇÕES DE ROLHA.....	54
FIGURA 33-TESTE TEOR DE PÓ	57
FIGURA 34-ENSAIO TORÇÃO, APARELHO TORSILAB	60
FIGURA 35-APARELHO DE MEDIÇÃO DE PERÓXIDOS	61
FIGURA 36-EQUIPAMENTO "MEDCORK"	64
FIGURA 37- TRAY DO CROMATOGRAMA COMPLETO.....	70
FIGURA 38- RECTA DE CALIBRAÇÃO.....	72
FIGURA 39- CROMATOGRAMA DE UMA AMOSTRA	73

ÍNDICE DE TABELAS

TABELA 1: COMPOSIÇÃO QUÍMICA MÉDIA DA CORTIÇA VIRGEM E DA CORTIÇA AMADIA (ADAPTADO FORTES ET AL., 2004).....	5
TABELA 2: ÁREAS DA FÁBRICA (FONTE: DOCUMENTO INTERNO, 2014).....	17
TABELA 3- GRANULOMETRIA DOS DIFERENTES GRANULADOS OBTIDOS NA TRITURAÇÃO	24
TABELA 4 - CONTROLOS DE QUALIDADE EFECTUADOS AO MATERIAL TRITURADO	24
TABELA 5 - CONTROLOS EFECTUADOS NO SISTEMA ROSA	25
TABELA 6- CONTROLOS EFECTUADOS NA EXTRUSÃO	29
TABELA 7-CONTROLOS EFECTUADOS NA COLAGEM.....	30
TABELA 8- CONTROLOS EFECTUADOS NOS ACABAMENTOS MECÂNICOS.....	31
TABELA 9- CONTROLOS EFECTUADOS NA LAVAÇÃO	32
TABELA 10- CONTROLOS EFECTUADOS NA ESCOLHA	33
TABELA 11- ENSAIOS E CARACTERÍSTICAS	41
TABELA 12- LIMITE DE PERCEPÇÃO SENSORIAL DOS PRINCIPAIS HALOANISÓIS E HALOFENÓIS RESPONSÁVEIS PELOS AROMAS FÚNGICOS NOS VINHOS	43
TABELA 13- TABELA DE GRUPOS DE AROMAS (SEGUNDO A ISO 22308)	47
TABELA 14-CARACTERÍSTICAS DE MEDIDA DO EQUIPAMENTO	64
TABELA 15-"OFF-FLAVOURS" DETERMINADOS NAS DIFERENTES POR CLASSES DE DISCOS	68
TABELA 16-CARACTERÍSTICAS E INDICAÇÕES DE FUNCIONAMENTO DO EQUIPAMENTO DE GC	69
TABELA 17-CARACTERÍSTICAS DA TÉCNICA SPME	69

ÍNDICE DE GRÁFICOS

GRÁFICO 1-RESULTADOS DA ANÁLISE DE TEOR DE PÓ.....	59
GRÁFICO 2-RESULTADO DA ANÁLISE DE PERÓXIDOS AGLOMERADA SEMI-ACABADA....	62
GRÁFICO 3-RESULTADO DA ANÁLISE DO TEOR DE PERÓXIDOS NA ROLHA TWIN-TOP.....	63
GRÁFICO 4- PERCENTAGEM DE "OFF-FLAVOURS" EM DISCOS RECEPCIONADOS NA EQUIPAR ENTRE JANEIRO E JUNHO DE 2014.....	67
GRÁFICO 5-RESULTADOS DE TCA NOS GRANDES GRUPOS DE PRODUTOS	74
GRÁFICO 6-RESULTADOS DE TCA POR TIPO DE APARA.....	75
GRÁFICO 7-RESULTADOS DE TCA POR TIPO DE GRANULADO	76
GRÁFICO 8-RESULTADOS DE TCA POR TIPO DE ROLHA.....	76
GRÁFICO 9- RESULTADOS DE TCA POR CLASSE DE DISCOS	77

INTRODUÇÃO

O presente relatório de estágio foi elaborado no âmbito da unidade curricular de trabalho final de mestrado, do último ano do Mestrado em Tecnologia Química. Este estágio permitiu um contacto muito próximo com a produção, permitindo a aplicação de conhecimentos e competências e a aquisição de outros saberes práticos inerentes à indústria. O estágio teve a duração de 6 meses, decorridos entre Janeiro e Junho de 2014.

A Unidade Industrial Equipar pertence ao grupo Amorim & Irmãos, a sua actividade é a produção de rolhas técnicas de cortiça. Está localizada na zona industrial do Monte da Barca, em Coruche. A unidade tem cerca de 175 colaboradores (valor actualizado em Agosto 2014), trabalha 24 horas por dia, a 3 turnos, 5 dias por semana, triturando 50 toneladas de cortiça e produzindo cerca de 5 milhões de rolhas técnicas por dia.

O relatório reúne informação a cerca dos processos produtivos, metodologias de gestão de produção e controlo de qualidade, uma breve referência aos sistemas de certificação utilizados, ao controlo de qualidade existente e respectiva estrutura. Por fim, faz-se uma descrição dos ensaios feitos, dos equipamentos utilizados e das especificações aplicadas.

O presente relatório divide-se em seis capítulos. O primeiro capítulo permite-nos ter um conhecimento mais abrangente sobre a matéria-prima da indústria corticeira.

O segundo capítulo refere-se à empresa, ao processo produtivo e a metodologias utilizadas.

O terceiro capítulo descreve o processo de fabrico das rolhas técnicas de cortiça utilizado na empresa.

O quarto capítulo refere-se ao controlo de qualidade feito na fábrica, descreve a estrutura e ferramentas utilizadas.

No quinto capítulo estão descritas as tarefas efectuadas no laboratório durante o período de estágio. Descrevem-se sucintamente os princípios dos métodos de determinação dos diferentes parâmetros físicos, químicos e mecânicos quantificados. Dá-se uma especial ênfase à preparação das amostras para o controlo de “off-flavours” e TCA.

A conclusão enfatiza o que foi aprendido durante a realização do estágio.

1 A CORTIÇA COMO MATÉRIA-PRIMA

Portugal é líder mundial de produção de cortiça. A produção nacional é cerca de 160 mil toneladas (52,5%) da produção mundial e em Espanha, o segundo maior produtor, é de 90 mil toneladas (29,5%). A produção média de cortiça nos montados mais produtivos em Portugal é de cerca de 200-250 kg por hectare, sendo que cada sobreiro dá entre 40 a 60 kg por descortiçamento. Desta cortiça, mais de 50 por cento entra no processo de fabrico de rolhas e o restante é aproveitado para os outros produtos não rolha. Cada tonelada de cortiça permite a fabricação de mais de 65 mil rolhas. Uma arroba de cortiça (15 kg) mediante a sua qualidade pode apresentar custos variáveis que podem atingir os 30 euros (APCOR, 2010).

1.1 ESTRUTURA

As propriedades da cortiça estão ligadas à sua estrutura, o que permite classificá-la como material celular, com enorme importância para a Engenharia. As células que constituem os materiais celulares podem ser fechadas ou abertas, o volume de sólido que constitui as células não excede 30%, no caso da cortiça as células são fechadas e o volume de sólido é de 15%. Na cortiça o sólido é composto que inclui polímeros como a suberina, a lenhina e a celulose. As células são poliédricas, as faces sólidas separam dois poliedros adjacentes, conforme a Figura 1. A separação é feita por estruturas que se denominam canais lenticulares e originam as descontinuidades que existem no tecido felémico, os “poros” da cortiça. Os canais são o principal factor definidor da qualidade industrial da cortiça.

As características da cortiça enquanto material são muito variáveis entre cortiças de diferentes proveniências e qualidades. A porosidade da cortiça esta associada à quantidade de canais lenticulares, à sua dimensão, à sua forma, à sua distribuição estas características são muito variáveis. Uma cortiça pouco porosa é de boa qualidade, uma cortiça muito porosa é de má qualidade (Fortes *et al.*, 2004).

Os canais lenticulares estão presentes em todas as cortiças, atravessam a prancha na direcção radial, desde a costa até à barriga, os canais lenticulares não podem ser considerados defeitos da cortiça. Estes crescem perpendicularmente aos anéis de crescimento anual (Fortes *et al.*, 2004).

A forma como as rolhas são cortadas, com a direcção radial perpendicular ao eixo da rolha, está relacionada com a permeabilidade da cortiça, que é maior na direcção radial, devido, em parte, à presença dos poros. Também o comportamento mecânico é influenciado pelos poros, que provocam uma diminuição da resistência à deformação (Fortes *et al.*, 2004).

Na Figura 1 podemos observar a estrutura celular da cortiça observada ao microscópio, onde podemos observar a estrutura poliédrica.

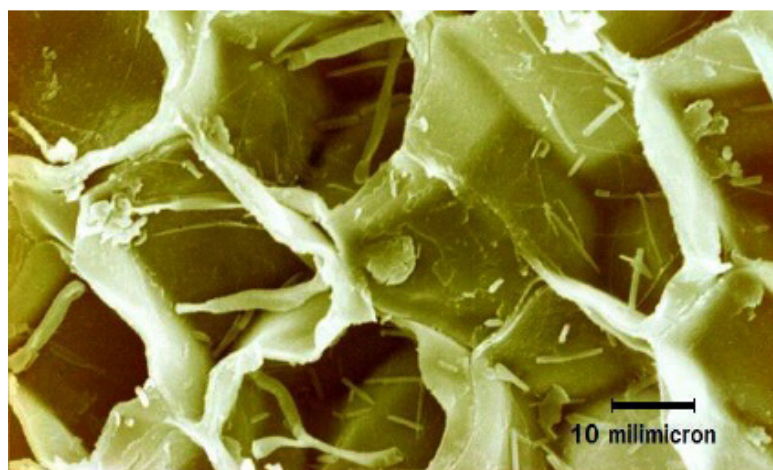


Figura 1: Estrutura celular da cortiça observada em microscópio electrónico (Fonte: CTB, 2012)

1.2 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

A constituição química das paredes celulares da cortiça engloba dois tipos de componentes: estruturais e não - estruturais (Tabela 1).

Os componentes estruturais são macromoléculas, insolúveis, que estão presentes nas paredes celulares da cortiça e que conferem a estas a sua forma e grande parte das suas propriedades físicas e químicas. A cortiça tem como principais componentes estruturais a suberina, a lenhina, que representam respectivamente em média 44,1% e 28,0% dos componentes estruturais. Com menor abundância relativa possui ainda polissacáridos nomeadamente celulose e hemiceluloses. A presença de suberina faz com que a cortiça seja diferente de todos os materiais lenho celulósicos nomeadamente a madeira. Este componente das paredes celulares da cortiça é um biopolímero de carácter lipídico constituído por ácidos gordos, álcoois gordos e glicerol; é responsável pela baixa permeabilidade e pelas propriedades mecânicas da cortiça e encontra-se associado à lenhina. A lenhina é um polímero de carácter aromático constituído por monómeros do tipo

fenilpropano e é o segundo componente estrutural mais importante nas paredes celulares da cortiça; possui funções de suporte para os outros componentes estruturais na parede celular. Os polissacáridos estruturais são a celulose e as hemiceluloses, polímeros em que as unidades monoméricas são monossacáridos, pentoses e hexoses.

Na cortiça, os componentes não-estruturais são os compostos extractivos e os compostos inorgânicos. Os componentes extractivos são compostos de baixa massa molecular, são solúveis e podem ser retirados das células por solubilização com solventes de polaridade adequada, sem afectar de modo sensível as suas propriedades mecânicas; na cortiça, os extractivos são classificados habitualmente em dois grupos de compostos: as ceras e os compostos fenólicos. Os componentes inorgânicos são englobados no que geralmente se designa como cinzas, ou seja, o resíduo da combustão completa do material; de entre os elementos inorgânicos da cortiça o cálcio é o mais importante (Fortes *et al.*, 2004).

Tabela 1: Composição química média da cortiça virgem e da cortiça amadia (Adaptado Fortes et al., 2004).

	COMPONENTE	% EM PESO SECO	
		CORTIÇA VIRGEM	CORTIÇA AMADIA
Não Estruturais	Inorgânico	0,9	1,2
	Extrativos	16,9	14,2
Estruturais	Suberina	35,2	39,4
	Lenhina	22,4	24,0
	Polissacáridos	21,3	19,9

A cortiça “amadia” possui maior percentagem de componentes estruturais, essenciais para a qualidade da cortiça (conforme Tabela 1).

Como podemos ver na Figura 2, as etapas do descortiçamento são a extracção da cortiça, a sua remoção do sobreiro e a marcação da árvore com tinta para registar o ano do descortiçamento.

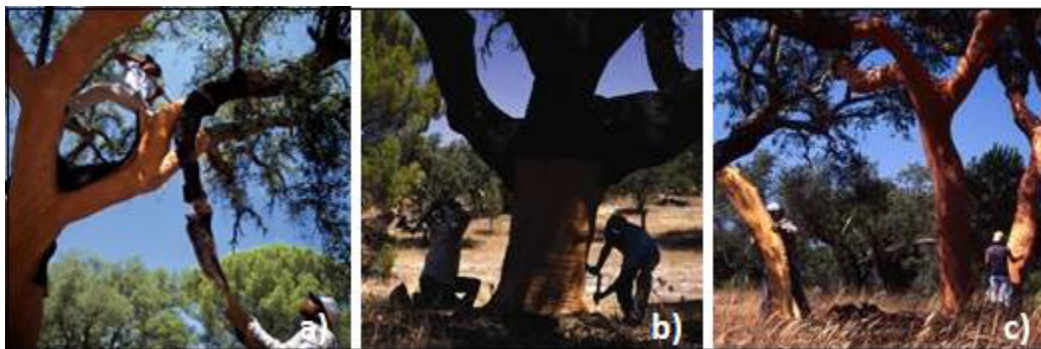


Figura 2: Etapas do descortiçamento: a) Extração; b) Remoção; c) Marcação da árvore (Fonte APCOR, 2012).

1.3 PROPRIEDADES

As propriedades da cortiça estão intimamente relacionadas com a sua estrutura e constituição química, e podem ser sucintamente resumidas:

- Leveza – a cortiça possui baixa densidade; apresenta valores na ordem dos 120-280 kg/m³;
- Impermeabilidade – as células de cortiça são impermeáveis a líquidos e a gases devido à suberina e a ceras presentes nas paredes das células. O seu interior é composto por um gás que ajuda na impermeabilidade e que tem um efeito de contra – pressão, o que permite recuperar a sua forma facilmente.
- Elasticidade e compressibilidade – a elasticidade, a compressibilidade e a impermeabilidade (a gases e líquidos) da cortiça, justificam o seu emprego na indústria de rolhas. Estas características permitem que as rolhas se adaptem a quaisquer perfis de garrafas, incluindo perfis internos irregulares;
- Isolante – a cortiça tem uma baixa condutividade térmica, sonora e vibrátil; isto acontece porque os elementos gasosos que a cortiça contém estão fechados em pequenos compartimentos impermeáveis (as células) e isolados uns dos outros por um material resistente à humidade (parede celular);
- Resistência – a cortiça é muito resistente ao desgaste e tem um coeficiente de atrito elevado; graças à sua estrutura em favo de mel é menos afectada pelo impacto ou atrito do que outras superfícies duras (Fortes *et al.*, 2004).

1.4 MONTADO DE SOBRO

A cortiça virgem é obtida do primeiro descortiçamento ou “desboia”, que pode ser feito a 70 cm acima do nível do peito. Passados 9 anos tira-se novamente a cortiça, a que se dá o nome de “secundeira”. Devido à irregularidade, a cortiça virgem e a “secundeira”, obrigam a que se espere mais 9 anos para se retirar a cortiça “amadia”, com qualidade suficiente para ser utilizada na produção de rolhas. Quando o sobreiro atinge a idade de 43 anos, 18 anos após o primeiro descortiçamento é obtida a cortiça com qualidade. Após este período, a cada 9 anos pode ser repetido o descortiçamento da árvore e a cortiça pode ser utilizada para a produção de rolhas. Após o descortiçamento o sobreiro apresenta um tronco de cor avermelhada, que depois se transforma em castanho-escuro, à medida que as árvores vão regenerando a casca. Os trabalhadores para saberem o ano de descortiçamento marcam a árvore com tinta branca, utilizando o último algarismo do ano em que foi realizada a extracção. Como a cortiça cresce de dentro para fora a tinta consegue sempre ver-se e assim sabem os anos que faltam para o próximo descortiçamento.

As florestas de sobreiro desenvolvem-se em especial nas regiões meridionais do sul da Europa e do Norte de África influenciadas pelo Oceano Atlântico. O montado de sobreiro ocupa uma área mundial de 2.139.942 hectares. Portugal concentra cerca de 34 por cento da área mundial, o correspondente a uma área de 736.775 hectares, cerca de 23 por cento da floresta nacional, representando a espécie dominante. Em Portugal, o sobreiro encontra-se maioritariamente no Alentejo (84,1%), Centro (6,3%), Algarve (4,6%), Lisboa e Vale do Tejo (3,3%) e Norte (1,7%) (Fonte Direcção Geral dos Recursos Florestais – Inventário Florestal Nacional 2005/2006 e 2010). Na Figura 3, podemos ver a distribuição do montado de sobreiro no mundo e em Portugal. Pode observar-se a predominância desta espécie no Alentejo.

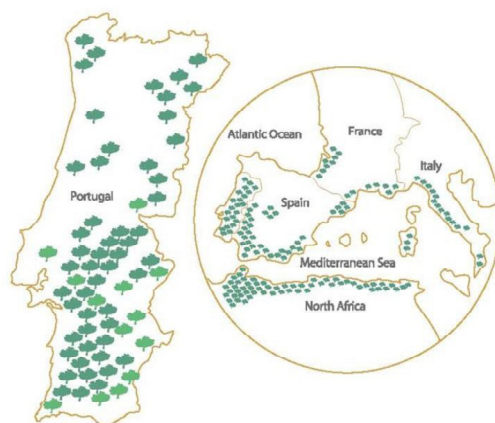


Figura 3: Imagem do Montado de Sobreiro no Mundo (Fonte APCOR, 2014)

1.5 A PRODUÇÃO E A REGENERAÇÃO

Desde que se encontre em condições favoráveis ao desenvolvimento e crescimento o sobreiro pode atingir enormes proporções. O sobreiro é uma árvore de crescimento lento e de grande longevidade, que pode ter um tempo de vida útil de produção de cortiça de 150 a 200 anos, sendo que alguns sobreiros, continuam a vegetar até idades muito avançadas (entre 250 e 350 anos) (Fortes *et al.*, 2004).

A propagação do sobreiro acontece pela dispersão de sementes, as bolotas, o que é reconhecido como um dos factores fundamentais e é um importante passo do ciclo reprodutivo. A dispersão aumenta a hipótese de germinação das sementes e estabelece novos habitats favoráveis à colonização.

Esta situação ocorre sempre que se assegura a necessária protecção dos pequenos sobreiros que se disseminam por grandes extensões, o que demonstra bem a extraordinária aptidão desta árvore para reconstituir a floresta natural (Fortes *et al.*, 2004).

Na Figura 4 podemos ver a imagem de um sobreiro (*Quercus Suber L.*).



Figura 4: Imagem do Sobreiro (Fonte APCOR, 2014)

1.6 A IMPORTÂNCIA ECONÓMICA E SOCIAL DOS MONTADOS

A importância económica dos povoamentos suberícolas não se limita à sua produção principal, a cortiça, uma vez que os sobreiros são produtores directos de outros produtos valorizáveis e que os montados, enquanto sistemas multifuncionais, dão origem a uma importante quantidade de outros bens e serviços de ecossistema.

A título informativo podem enunciar-se alguns: produzem frutos e folhas com interesse para a alimentação animal, dando origem a espécies autóctones de elevada qualidade de carnes e leite, que caracterizam zonas a nível regional e local; dos desbastes e abates dos sobreiros mortos e decrépitos, o lenho é utilizado para carvão ou para lenha de queima para uso doméstico ou industrial, com grande interesse económico; apicultura e produção de cogumelos silvestres, comestíveis; a exploração dos recursos cinegéticos, características de ordem geológica, climatérica e ambiental que proporcionam o desenvolvimento de variadas espécies de caça grossa, como o veado e o javali. Também é importante referir as actividades turísticas relacionadas com a Natureza, como o Turismo Rural, o Agro-turismo e o Eco-turismo que encontram nestes espaços um campo de desenvolvimento privilegiado.

Deve ainda salientar-se que os sobreiros e o sistema multifuncional em que se integram (os montados) se situam em regra em regiões pobres em que os recursos de rendimento e de emprego são muito limitados. Assim, a actividade gerada por este tipo particular de floresta desempenha uma função vital na manutenção do seu frágil tecido socioeconómico (Amorim, 2013).

Coruche é um bom exemplo de como o sobreiro ajuda no desenvolvimento socioeconómico desta vila. Existem famílias inteiras a trabalhar no sector do montado e nas fábricas Amorim, tanto na Unidade Florestal como na Unidade Equipar.

Como se referiu anteriormente o processo industrial da cortiça é realizado numa perspectiva de maximizar o aproveitamento e valorizar a matéria-prima. Assim, o objectivo primordial desta indústria é a produção de produtos de cortiça natural, como rolhas e discos. A matéria-prima que não é adequada para tal, assim como desperdícios e subprodutos de fabrico, são triturados e aglomerados dando origem a produtos de cortiça aglomerada, rolhas e materiais de revestimento e isolamento. Também o pó é valorizado como biomassa na queima das caldeiras das várias unidades do grupo.

1.7 ROLHAS DE CORTIÇA

A utilização das rolhas de cortiça como vedante de vinho começou em França, no século XVII, através do monge beneditino francês Dom Pierre Pérignon, quando este decidiu trocar as rolhas de madeira que se usavam o que provocou uma reviravolta sem precedentes na indústria do vinho. O monge francês, que viria a ficar famoso pelo seu champanhe, procurava uma alternativa às rolhas de então, envoltas em cânhamo embebido em azeite, pouco vedantes, pouco preservavam o vinho e sempre prontas a saltar. O monge utilizava as rolhas de cortiça para vedar as garrafas do espumante que fazia no convento. Desde então as rolhas de cortiça passaram a ser utilizadas e nenhum outro vedante as conseguiu “abater”.

O grupo Amorim possui uma gama completa de rolhas, disponíveis em inúmeros calibres e formatos, de forma a se adaptarem à enorme diversidade de garrafas e a todo o tipo de vinho.

As rolhas podem ser classificadas em tipos distintos:

- **Rolhas Naturais:** extraídas totalmente da cortiça, num só corpo ou peça;
- **Rolhas Naturais Colmatadas:** são rolhas de cortiça natural com os poros (lenticelas) preenchidos exclusivamente com pó de cortiça resultante da rectificação das rolhas naturais e cobertas com um adesivo alimentar;

- **Rolhas Twin-Top:** são constituídas por um corpo de cortiça aglomerada, com discos de cortiça natural colados nos topos;
- **Rolhas Aglomeradas:** são constituídas por um corpo aglomerado de grânulos de cortiça. Estas rolhas são produzidas por extrusão ou moldação individual.
- **Rolhas de Champanhe:** são produzidas a partir de um corpo formado por aglomerado de grânulos de cortiça, ao qual, num dos topos, é aplicado um ou dois discos de cortiça natural seleccionada;
- **Rolhas Capsuladas:** a rolha capsulada é uma rolha de cortiça natural, ou uma rolha colmatada, ou uma rolha granulada, em cujo topo é colocada uma cápsula. Esta cápsula pode ser de madeira, PVC, porcelana, metal, vidro ou outros materiais.

Na Figura 5 podem distinguir-se os principais tipos de rolha citados.

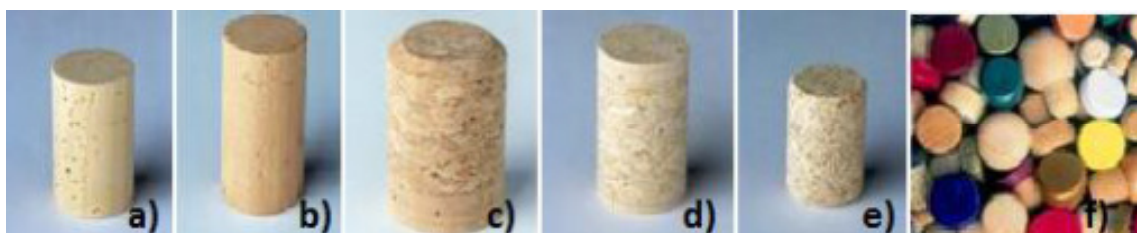


Figura 5: Tipos de rolhas: a) Rolha Natural; b) Rolha Colmatada; c) Rolha de Champanhe; d) Rolha Técnica 1+1; e) Rolha Aglomerada; f) Rolha Capsulada (APCOR, 2012).

2 APRESENTAÇÃO DA EMPRESA

O estágio cujo relatório se apresenta foi realizado na Equipar, uma unidade industrial da empresa Amorim & Irmãos que é a na unidade de negócios Rolhas da Corticeira Amorim, S.G.P.S.

A Corticeira Amorim é a maior empresa mundial de produtos de cortiça com quase 150 anos de liderança do sector. Pretende diferenciar-se pela qualidade, pelo espírito empreendedor, pela inovação e pela capacidade de antecipar e responder às necessidades dos mercados. Nas rolhas que são desde sempre o seu grande volume de negócios, aplica grande parte do investimento em investigação. Assim, o grupo Amorim possui um leque variado de rolhas que cumprem elevados padrões de qualidade, como o vinho exige. A produção de rolhas naturais e rolhas técnicas adequadas a vinhos tranquilos, champanhes ou bebidas espirituosas conferem ao grupo uma gama alargada de opções.

A unidade industrial Equipar, em Coruche, conta com 175 colaboradores (valor actualizado Agosto 2014), trabalha 24 horas por dia, a 3 turnos, 5 dias por semana, triturando 50 toneladas de cortiça e produzindo cerca de 5 milhões de rolhas técnicas por dia. Tem um volume anual de vendas de 62,2 milhões de euros, sendo a maior fábrica do mundo de produção de rolhas técnicas. Na Figura 6, podemos ver o fluxograma da organização do grupo Amorim.

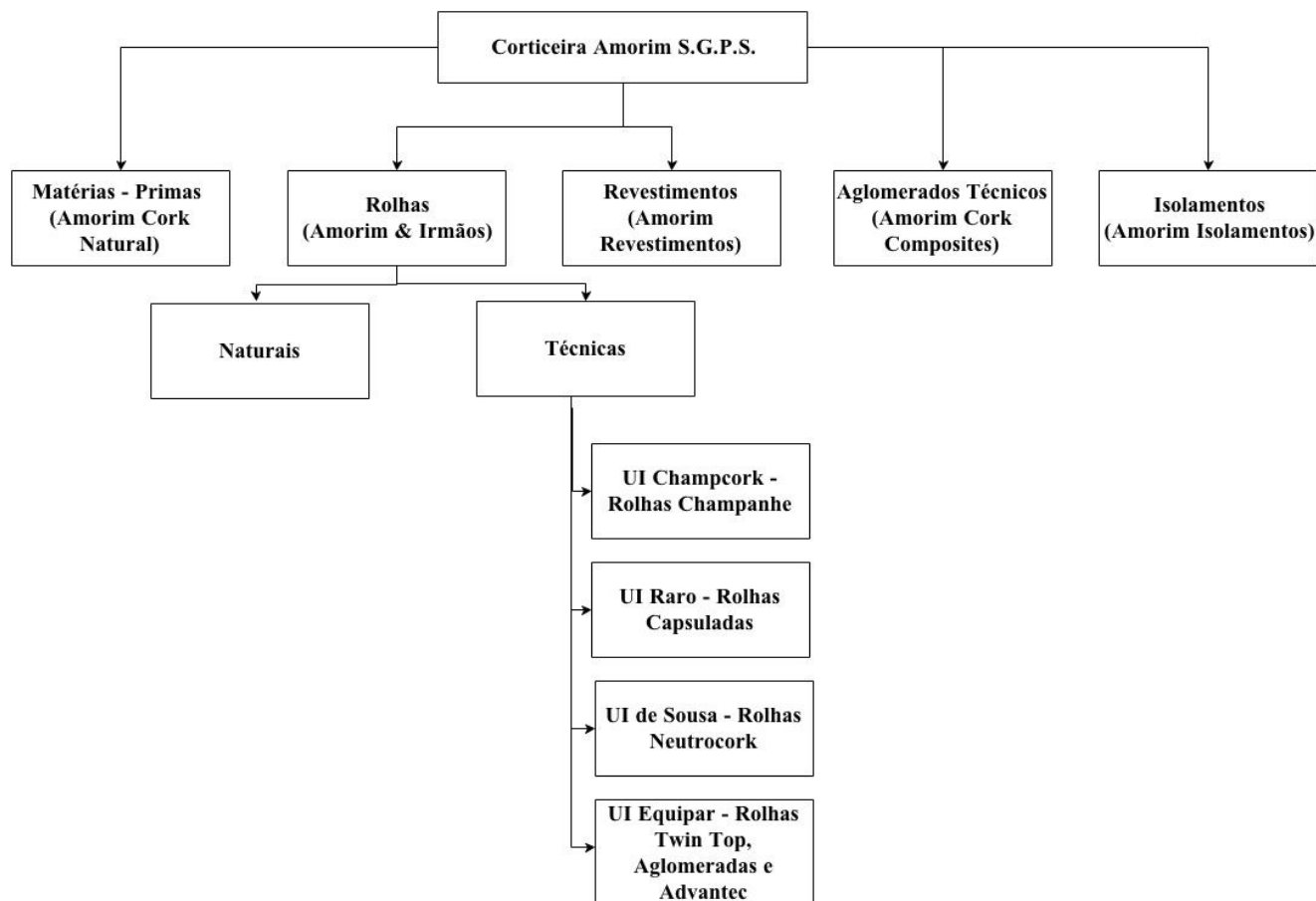


Figura 6-Organograma da Corticeira Amorim

2.1 OS PROCESSOS PRODUTIVOS E AS INSTALAÇÕES

Na Unidade Equipar coexistem quatro processos produtivos: a trituração de cortiça, a produção de rolhas com discos, a produção de rolhas aglomeradas e o acabamento de rolhas de cortiça. Na Figura 7 podemos ver alguns os tipos de rolhas existentes na Equipar nomeadamente em a) as rolhas Twin-Top, em b) as rolhas Aglomeradas e C) as rolhas Advantec.



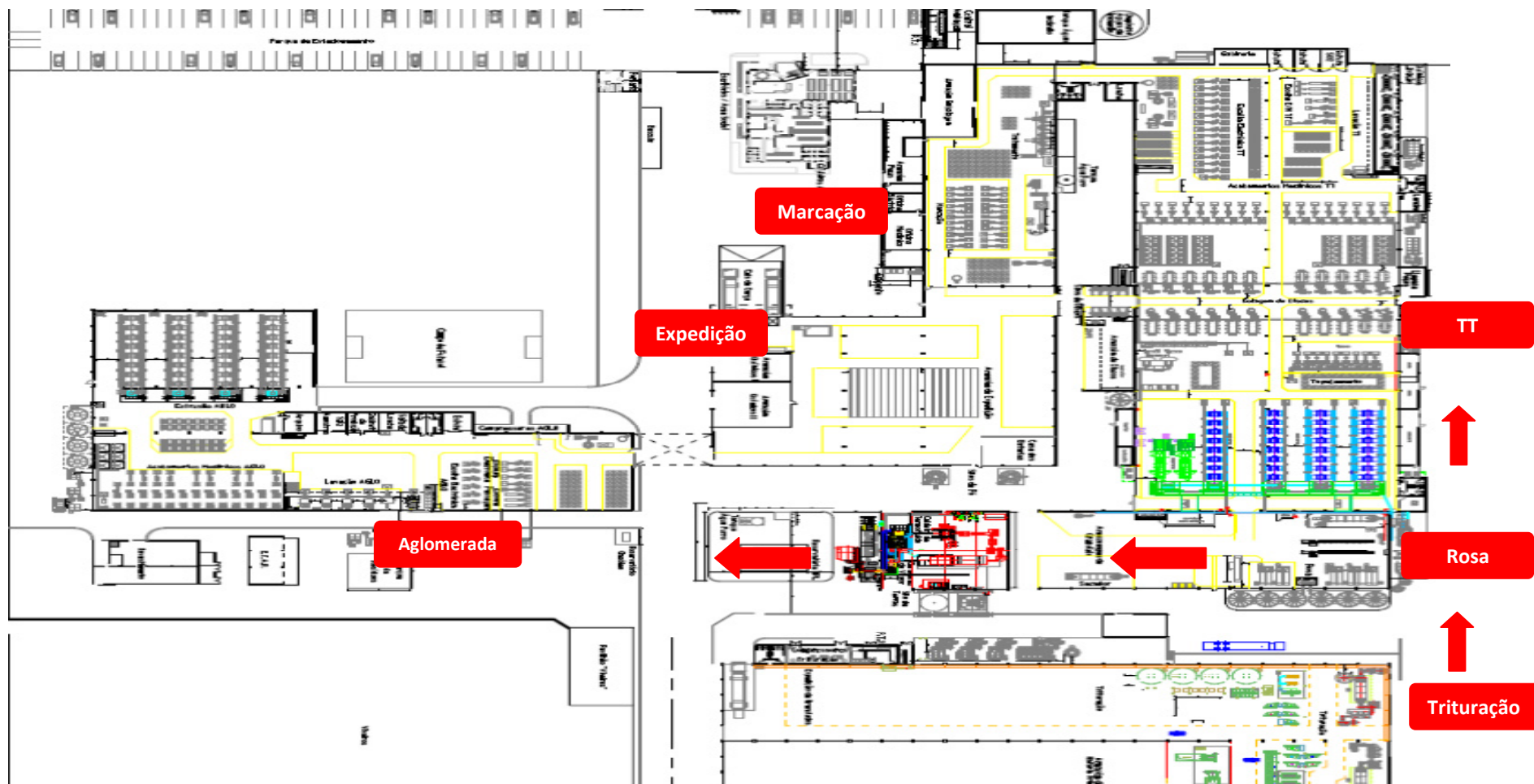
Figura 7: a) Rolha Twin-Top, b) Rolha Aglomerada, c) Rolha Advantec

Na Equipar são produzidas rolhas técnicas, que são constituídas por um corpo aglomerado. No processo de trituração de pranchas de cortiça é produzido o granulado, que dá origem ao corpo aglomerado.

Da unidade são expedidas, para todos os continentes, rolhas semi-acabadas que serão finalizadas nas unidades de acabamento da Amorim & Irmãos ou de agentes distribuidores presentes nos países produtores e engarrafadores de vinho.

A empresa expede também diariamente cerca de 1,5 milhões de rolhas acabadas, i.e. marcadas, tratadas e embaladas na Equipar Distribuição (EQD), prontas para serem engarrafadas em clientes finais.

Conforme podemos ver na Figura 8, o layout da Equipar apresenta uma disposição sequencial. O arranque do processo de produção inicia-se na trituração, em seguida o granulado segue para o sistema Rosa e a partir daí segue o processo de fabrico da rolha Aglomerada e Twin-Top sem ter de sofrer muitos transportes.



Na Tabela 2 apresenta-se a descrição das áreas da fábrica. Como podemos observar o pavilhão Twin-Top é o que detém maior área coberta, seguido do pavilhão Aglomerado.

Área Total: 122 000 m ²									
Área Coberta: 29 000 m ²									
Trituração	TT	Aglo	EQD	Expedição	Rosa	Central Térmica	Químicos A	Químicos B	Escritórios
3100 m ²	7220 m ²	4060 m ²	1760 m ²	3050 m ²	1780 m ²	620 m ²	130 m ²	230 m ²	450 m ²
Área descoberta: 93 000 m ²									

Tabela 2: Áreas da Fábrica (Fonte: Documento Interno, 2014)

2.2 METODOLOGIAS DE GESTÃO DE PRODUÇÃO

A empresa na sua preocupação com a gestão de produção utiliza as melhores metodologias de gestão de produção e controlo de qualidade.

O sistema de produção *Lean* segue uma filosofia organizacional e comportamental para a criação de valor e para a redução de desperdícios, a filosofia *Kaizen*. Esta é uma filosofia de melhoria contínua, teve origem no Japão e o seu impulsionador foi *Masaaki Imai*. A combinação das palavras japonesas *Kai*(mudar) e *Zen* (para melhor) deram origem à sua denominação (Brunet *et al.*, 2003).

A filosofia Kaizen é útil tanto no desenvolvimento de novos conceitos para um produto, como no desenvolvimento de acções que visam eliminar desperdícios nas fábricas e melhorar o conforto e a segurança dos colaboradores e clientes, com o objectivo da melhoria contínua (Vieira *et al.*, 2012). Kaizen é uma filosofia para a qual soluções e processos tornem os problemas evidentes, enquanto treinam e desenvolvem as suas equipas para os resolver. Todos devem estar empenhados na eliminação do desperdício.

2.2.1 Metodologia Kaizen

A filosofia Kaizen foi e continua a ser aplicada sobretudo na indústria, mas que é reconhecida como tendo aplicação directa noutros campos, como o sector terciário ou a própria vida pessoal e familiar dos indivíduos.

A metodologia Kaizen sustenta que diariamente tem de acontecer alguma alteração quer ao nível da estrutura quer ao nível da infra-estrutura da empresa por pequena que seja,

deve acontecer sempre com vista à melhoria contínua. Na Figura 9 podemos ver um exemplo de quadro onde acontecem as reuniões “+5mints”, nestas reuniões é feito o alinhamento das equipas e para além disso são estabelecidas metas e objectivos, por exemplo no laboratório a meta a atingir são 180 macerações dia tínhamos diariamente de alinhar a equipa para o conseguirmos fazer. O mesmo se aplica ao processo de fabrico para cumprir encomendas e planos de produção.



Figura 9: Quadro onde são feitas reuniões diárias (+ 5mints)

2.2.2 Gestão de Desperdícios

Na empresa, devem criar-se condições para que um produto, no tempo certo, seja entregue na quantidade e com a qualidade desejada, com um preço estipulado tão perto quanto possível do valor do produto fornecido. Deve ser analisado na óptica do cliente o conceito de valor e a cadeia de valor deve ser analisada de maneira a que nesse mesmo processo sejam eliminados desperdícios.

Assim, vão ser descritos os sete tipos de actividade que, segundo Taiichi Ohno, não acrescentam valor ao produto e ao processo (os 7 Muda), pelo que qualquer empresa terá como objectivo a sua eliminação.

1. **Produção em excesso** – Ao produzir produtos sem uma ordem de fabrico, as empresas incorrem no risco de não os vender, tendo sido utilizados no seu fabrico tempo, matérias-primas e recursos inúteis.
2. **Defeitos e Erros** – Para produzir peças defeituosas, foram desperdiçadas horas de trabalho e recursos.

3. **Movimentação de Pessoas** –A movimentação de operadores que não esteja directamente relacionada com o acrescentar de valor deve ser eliminada.
4. **Reprocessamento** – Acontece essencialmente devido à falta de normalização e controlo do processo, que resulta em operações excessivas, que são uma forma de esconder os problemas existentes e assim controlar a variabilidade do processo.
5. **Pessoas paradas** – Os tempos de espera de materiais, durante os quais os operadores estão muitas vezes parados são causados por diversos problemas tais como mau balanceamento de linhas, falta de material, mudanças de trabalho e avarias.
6. **Transporte de Material** –É causa de tempo perdido, revelando uma necessidade de melhorar a localização dos materiais e equipamentos, bem como a sua sincronização, o que acontece por dificuldades impostas pelo layout fabril.
7. **Stock** - Face à dificuldade de previsão de comportamento dos mercados, as empresas têm tendência a subir os seus stocks, como forma de se salvaguardarem de eventuais flutuações de mercado. Este Muda sucede frequentemente em grandes superfícies. Deve ser produzido aquilo que o mercado procura.

2.2.3 A Ferramenta “5S”

O nome “5S” tem origem em cinco palavras japonesas: Seiri, Seiton, Seiso, Seiketsu e Shitsuke que em português são normalmente traduzidas para Triagem, Arrumação, Limpeza, Normalização e Disciplina. Os “5S” são uma das ferramentas lean mais comumente aplicadas e, geralmente, a primeira a ser implementada. Os “5S” constituem um princípio que pode ser aplicado à maioria das empresas, uma vez que envolve todas as pessoas que trabalham no “chão de fábrica”. Esta ferramenta implica uma mudança no comportamento dos colaboradores, que consiste em deixar de trabalhar em locais desarrumados e sujos para passar a trabalhar em locais arrumados e limpos e que permitem que toda a gente saiba onde está cada coisa e ainda, que seja fácil perceber quando ferramentas ou utensílios estão fora do seu lugar o lema é “um lugar para cada coisa, cada coisa no seu lugar”.

Em seguida elucida-se o significado de cada palavra:

Triagem

O processo de triagem consiste na remoção de tudo o que não é necessário ao desempenho das tarefas levadas a cabo no local de trabalho. A triagem resulta numa melhor selecção dos recursos que acrescentam valor. Para além do mais, como é forçosa a inspecção de todos os itens do sector, são frequentemente identificadas situações de itens com necessidade de reparação ou substituição.

Arrumação

O princípio básico da arrumação é que existe um local para cada coisa, e cada coisa tem o seu próprio local. Este local deve ser discutido entre todas as partes intervenientes, visto haver frequentemente diferentes pontos de vista. O processo de identificação dos locais recorrendo a etiquetas faz parte integrante deste processo.

Limpeza

Uma vez cumpridos os dois primeiros “S” é necessário limpar o local e os equipamentos, garantindo o funcionamento óptimo. O objectivo é limpar para que os equipamentos sejam inspeccionados facilmente.

Normalização

Nesta etapa é elaborada uma norma de trabalho, para que velhos hábitos se quebrem e substituam por normas, que podem ter que ser impostas, numa primeira fase, até se converterem num hábito.

Disciplina

Para que os 5S se cumpram e se perpetuem no tempo, com o objectivo da melhoria contínua, tem de haver, acompanhamento e apoio permanente no terreno.

3 PROCESSO DE FABRICO - ROLHAS TÉCNICAS DE CORTIÇA

O processo de fabrico de rolhas técnicas é dividido em três fases:

- Produção de discos de cortiça natural – que são colados nos topos das rolhas Twin- Top;
- Fabrico do corpo de cortiça aglomerada;
- Montagem da rolha.

Desde a prancha até ao produto final a cortiça proveniente do montado passa por um conjunto de transformações, que se diferenciam entre si consoante a rolha que se quer produzir.

Como já se referiu anteriormente, as rolhas são produzidas a partir de um corpo formado por aglomerado de grânulos de cortiça, ao qual se pode aplicar, ainda, nos topos, discos de cortiça natural. Os discos de cortiça não são produzidos na Equipar, são adquiridos à empresa Amorim Florestal – Ponte de Sôr.

3.1 PROCESSO PRODUTIVO DA EMPRESA

O processo de transformação de matéria-prima é constituído por diversas fases, que estão esquematizadas no fluxograma da Figura 10.

Inicialmente são recepcionados todos os tipos de aparas que são posteriormente transformadas em granulado. Alguns tipos de granulado destinam-se à expedição, por serem utilizados noutros fins distintos do fabrico de rolhas, enquanto outros granulados, designadamente o RCT e o RA, são sujeitos a um tratamento de descontaminação e limpeza, denominado por Sistema Rosa. Posteriormente estes granulados destinam-se ao fabrico de rolhas aglomeradas ou Twin-Top (TT).

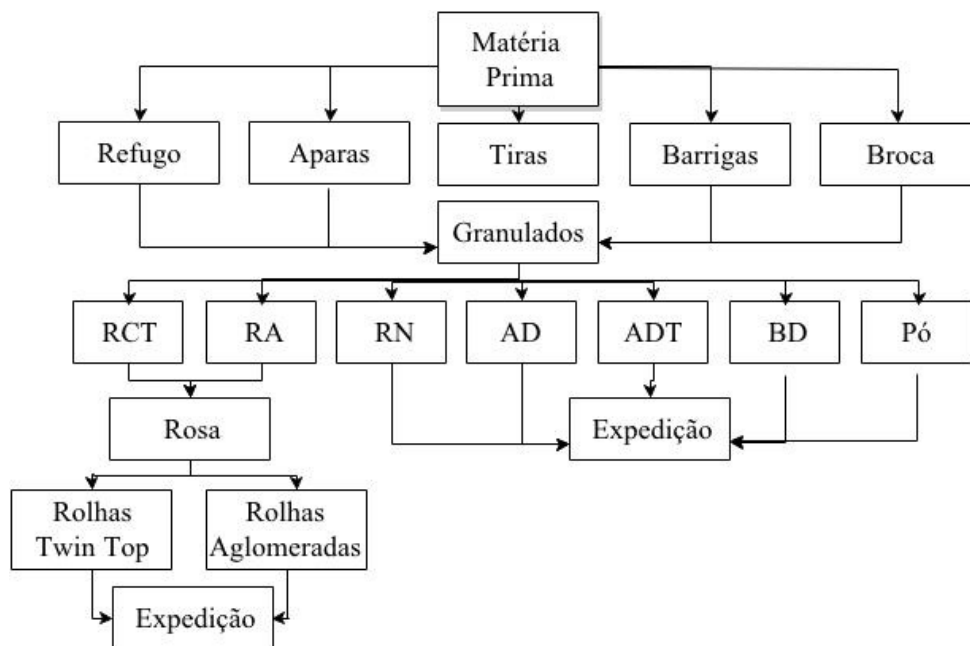


Figura 10- Fluxograma do Processo Produtivo das Rolhas na Equipar (Fonte: Documento Interno, 2013)

TRITURAÇÃO

No processo de trituração são utilizadas cortiças de refugo, dos tipos refugo, apara, tira, barriga e broca. Estes materiais são subprodutos de processos de transformação da cortiça. A apara especial resulta do processo de produção de discos, a tira resulta do processo de traçamento e escolha da cortiça, a barriga é retirada da parte interior da prancha e a broca resulta da brocagem, processo pelo qual são feitas as rolhas naturais.

Neste processo de “grosso modo” pode dizer-se que inicialmente existe um destroçamento da cortiça num moinho de trituração chamado MDT; há uma limpeza do granulado (que nesta fase do processo de trituração em gíria se chama “granulação”) num peneiro, onde são separados corpos estranhos, tais como pedras, ferros, etc.... posteriormente esta granulação vai a um secador, é armazenada num “buffer” que serve de armazenamento temporário para que o processo de trituração nunca pare, e segue novamente para peneiração para separação dos granulados para os diferentes moinhos. Se a dimensão do grânulo for >7 mm RA vai ao K600, se a dimensão do grânulo for > 7mm RCT vão ao K800, o MIM é para granulados finos. Nesta etapa os granulados são separados por granulometria e densimetria (Figura 11). Após este processo os granulados são ensacados para expedição ou para armazenamento e consequente consumo.

Existem outros tipos de granulado e pó resultantes da trituração, que não se destinam à produção de rolhas de cortiça, como é o caso do granulado AD. Por exemplo o granulado AD é usado para a produção de produtos de cortiça para revestimento e o pó é utilizado como biomassa nas caldeiras da fábrica.

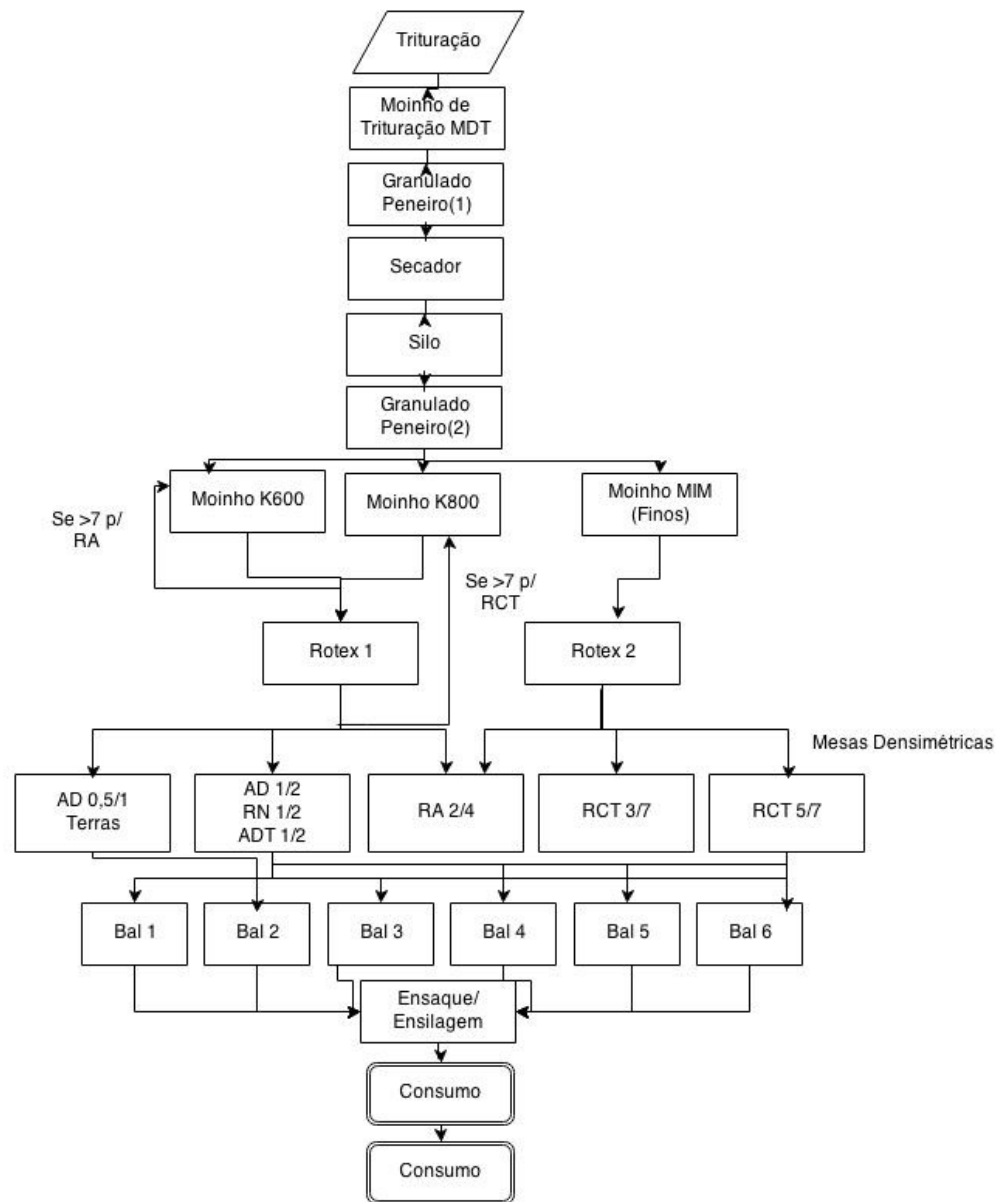


Figura 11-Fluxograma do Processo de Trituração (Fonte: Documento Interno, 2013)

Conforme podemos ver na Tabela 3 os granulados obtidos têm diferentes granulometrias e são destinados a diferentes tipos de utilização.

Tabela 3- Granulometria dos Diferentes Granulados obtidos na Trituração

Denominação	Granulometria (mm)	Utilização
RCT	3 a 7	Rolhas
RA	2 a 4	
RN	1 a 2	
AD	0,5 a 2	ACC ¹
BD	0,5 a 1	ACC
ADT	Terras	EE ²

¹ e ²- Não rolháveis

Para garantir a qualidade do produto são controlados os parâmetros descritos na Tabela 4, sendo as análises todas efectuadas nos laboratórios de linha.

Tabela 4 - Controlos de Qualidade efectuados ao Material Triturado

Ensaio	Descrição do Processo de Análise
Massa volúmica	Determinação da massa de uma amostra contida num recipiente com o volume de 1 litro (1 dm ³).
Humidade	Determinação da humidade por diferença da massa do granulado antes e após secagem.
Granulometria	Determinação das dimensões dos grânulos de cortiça por peneiração mecânica de uma amostra de granulado. Pesagem de cada fracção retida nos crivos.
Quantificação de Contaminantes	Detecção e medição do teor de tricloroanisol na cortiça granulada através de cromatografia gasosa.

SISTEMA ROSA

Os granulados destinados à produção de rolhas são submetidos ao sistema Rosa (Rate of Optimal Steam Application), que consiste numa destilação de vapor controlada que remove cerca de 90% do 2,4,6-TCA e outros compostos voláteis. A Figura 12 mostra os

equipamentos onde é realizado este processo de limpeza e descontaminação do granulado.



Figura 12 - Sistema Rosa

Para garantir a qualidade do produto são controlados os parâmetros descritos na Tabela 5.

Tabela 5 - Controlos efectuados no Sistema Rosa

Ensaio	Descrição do processo
Quantificação de TCA	É medida a libertação de TCA através de Cromatografia Gasosa.
Humidade do granulado	Determinação da humidade por diferença da massa do granulado antes e após secagem.
Massa volúmica do granulado	Determinação da massa de uma amostra contida num recipiente com o volume de 1 litro (1 dm ³).

Como este sistema trabalha através de vapor de água a humidade e a massa volúmica do granulado têm tendência a ficar mais elevadas. Tendo em conta esta alteração o grupo Amorim desenvolveu um sistema complementar, que se baseia na utilização de um micro-ondas para secar o granulado.

Após este processo os granulados RCT (3-7) e RA (2-4) podem ser internamente consumidos nas extrusões ou vendidos para outras unidades do grupo.

EXTRUSÃO

Na extrusão, ocorre a mistura dos granulados com produtos químicos. Usam – se neste processo vários aditivos: a cola que tem como objectivo aglomerar e colar os grânulos secos, o látex, com a finalidade de ajudar a aglomeração e melhorar a vedação da rolha, o óleo parafínico, diminui atrito entre as tubagens e influencia directamente a massa volúmica), Como é possível observar no esquema da Figura 13, a mistura é introduzida no tubo (3) por intermédio do pistão (1). A maior ou menor resistência oferecida pela passagem da cortiça na câmara de moldagem (tubo de extrusão) determina a maior ou menor pressão exercida sobre a composição e consequentemente determina a massa volúmica do aglomerado produzido (Morgado, 2011).

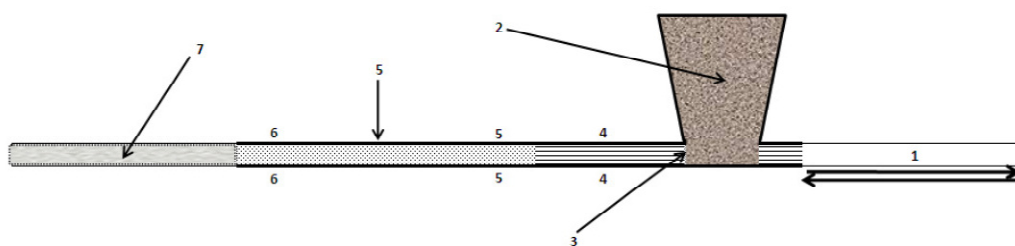


Figura 13- Esquema de Funcionamento de uma Extrusora (Morgado,2011)

Legenda:

1. Êmbolo ou Pistão compressor
2. Alimentador
3. Tubo (Câmara de moldagem)
4. Câmara de arrefecimento
5. Camisa de Aquecimento
6. Camisa de Arrefecimento
7. Bastão

A mistura efectuada proporciona a aglomeração do granulado, incrementando a sua elasticidade o que permite à rolha adaptação aos variados gargalos já em produto final. Na Figura 14, podemos observar a linha de extrusão Twin-Top que é idêntica à linha de extrusão da rolha Aglomerada.



Figura 14- Linhas de Extrusão

Na Figura 15 podemos observar o fluxograma de processo da produção da rolha Twin-Top.



Figura 15- Fluxograma do Processo Produtivo das rolhas Twin-Top

Na Figura 16 apresenta-se o fluxograma do processo produtivo das rolhas Aglomeradas que é idêntico ao das rolhas Twin-Top. A grande diferença está na colagem de discos

nas rolhas Twin-Top e na rolha Aglomerada. Nesta ultima é feito o chanfro que a rolha Twin-Top não tem. As rolhas aglomeradas também podem ser acabadas, marcadas e tratadas o que não acontece com a rolha Twin-Top.

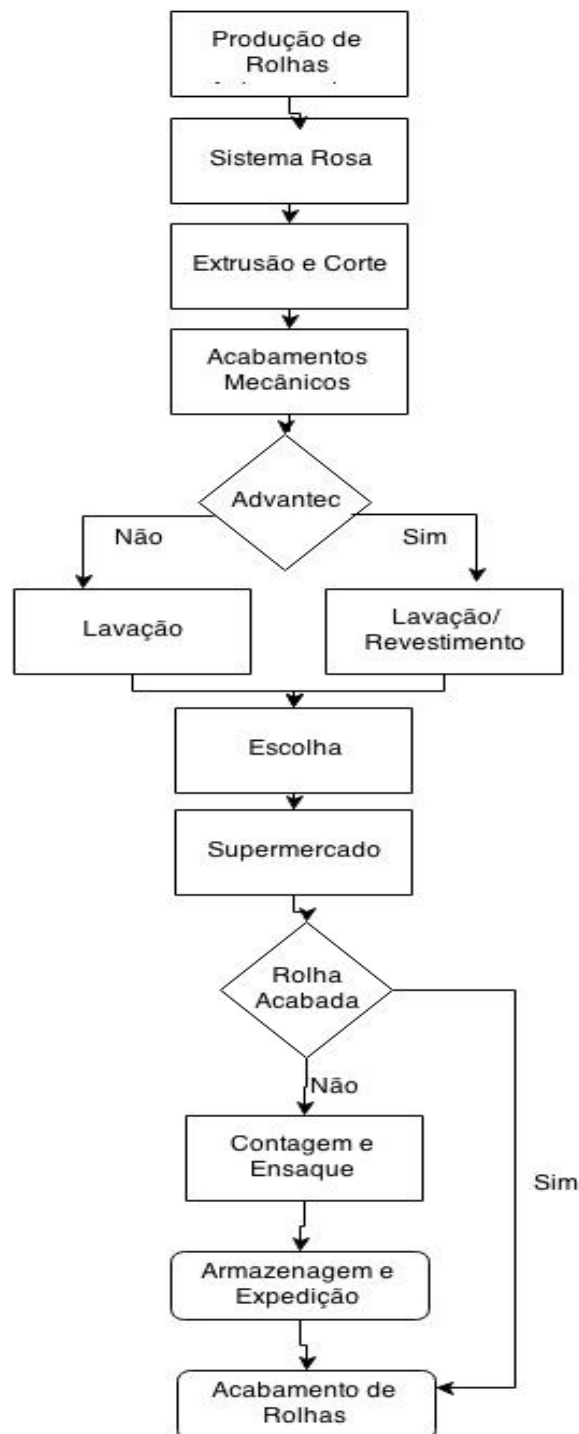


Figura 16- Fluxograma do Processo Produtivo das rolhas Aglomeradas

Para garantir a qualidade do produto são controlados os parâmetros descritos na Tabela 6.

Tabela 6- Controlos efectuados na Extrusão

Ensaio	Descrição do processo
Humidade	Determinação da humidade do corpo.
Dimensões	Determinação das dimensões para verificar se estão conformes para o calibre que estamos a trabalhar.
Massa volúmica	Determinação da massa do corpo. • Se o bastão/corpo sair pesado ou grosso, deve aumentar-se a adição de óleo parafínico. • Se o bastão/copo sair leve, deve reduzir-se o óleo parafínico.
Permeabilidade ao gás	Se este ensaio estiver conforme, garante que a aglomeração está feita correctamente.

COLAGEM

A colagem é o processo que se segue (Figura 17). Trata-se de uma operação exclusiva de rolhas técnicas com disco, através da qual os discos são colados num ou nos dois topos da rolha. Na unidade industrial onde são produzidos os discos, durante a escolha é feita uma classificação visual e os discos são separados por classes. Após esta classificação os discos são marcados, a fogo, no lado que tem mais defeitos. Esta marca serve para orientação no processo de colagem do disco. Os discos são correctamente orientados com recurso a um equipamento de selecção com câmaras, garantindo a classe visual pretendida. Após a colagem, o conjunto disco e corpo é submetido a um processamento térmico durante um período mínimo de 12 minutos, com o objectivo de secar a cola que é colocada para agarrar o disco.



Figura 17- Secção da Colagem

Para garantir o controlo/qualidade do produto são controlados os parâmetros descritos na Tabela 7.

Tabela 7-Controlos efectuados na Colagem

Ensaio	Descrição do processo
Descolamentos	É feito o ensaio de fervura, onde as rolhas são submetidas a água fervente para verificar se há descolamento dos discos.
Discos colados ao contrário	É feito controlo e inspecção visual através da recolha aleatória de amostras. A colagem feita ao contrário constitui um defeito.
Discos descentrados	É feito controlo e inspecção visual através da recolha aleatória de amostras. Trata-se de um defeito.

ACABAMENTOS MECÂNICOS

No processo de acabamentos mecânicos da rolha Twin-Top esta sofre um topejamento do corpo após a extrusão e após a colagem sofre novamente uma rectificação, que consiste em submeter o corpo e o disco a uma lixa, que proporciona um aspecto uniforme e um toque suave à rolha. No caso das rolhas Aglomeradas após a extrusão o corpo é submetido a acabamentos mecânicos (Figura 18).



Figura 18- Máquina de Acabamentos Mecânicos

Para garantir o controlo/qualidade do produto são controlados os parâmetros descritos na Tabela 8.

Tabela 8- Controlos efectuados nos Acabamentos Mecânicos

Ensaio	Descrição do processo
Dimensões corpo e diâmetro	Através de um paquímetro.
Controlo do chanfro	É medida a hipotenusa que é feita com este acabamento, através de um paquímetro.

A partir desta etapa a rolha não sofre mais alterações físicas. O processo seguinte é a lavação.

LAVAÇÃO

Na lavação (Figura 19), as rolhas são lavadas com desinfectantes e com agentes branqueadores para obter a cor e higienização especificadas do produto final. Os produtos químicos utilizados são peróxido de hidrogénio (agente oxidante e com função de desinfectante e de branqueamento das rolhas), silicato de sódio (permite um melhor branqueamento das rolhas) e soda cáustica (catalisador da reacção de branqueamento de forma a ter um processo mais rápido e com maior eficiência) com adição de água. A formulação dos diferentes tipos de lavação difere nas concentrações e no tempo de reacção do peróxido.



Figura 19-Secção da Lavação

Para garantir o controlo/qualidade do produto são controlados os parâmetros descritos na Tabela 9.

Tabela 9- Controlos efectuados na Lavação

Ensaio	Descrição do processo
Peróxidos	Quantificação de peróxidos residuais, através de um aparelho específico, refletómetro RQFlex .
Humidade	Controlo da humidade da rolha através de um aparelho Aqua-Boy.
TCA	Controlo de TCA através de análise por GC.

REVESTIMENTO

O revestimento é aplicado apenas às rolhas aglomeradas, de forma a obter a coloração e textura características da rolha Advantec.

Depois do Revestimento as rolhas seguem para a escolha.

ESCOLHA

A escolha é feita electrónicamente e constitui uma etapa processo de extrema importância não só para a rolha Aglomerada como para a rolha Twin-Top (Figura 20). Aqui são retirados todos os defeitos de corpo e de disco assegurando o padrão de qualidade visual (classe e defeitos) das rolhas acordado com o cliente.



Figura 20-Secção da Escolha Electrónica

Para garantir o controlo/qualidade do produto são controlados os parâmetros descritos na Tabela 10.

Tabela 10- Controlos efectuados na Escolha

Ensaio	Descrição do processo
Classe visual	É afinada a classe da amostra.
Defeitos (quantificação)	São quantificados os defeitos contribuindo para a afinação do processo.
Dimensões corpo, diâmetro e humidade	São controladas as dimensões da rolha, diâmetro e corpo e é também controlada a humidade.

MARCAÇÃO E TRATAMENTO

A operação de marcação tem como objectivo personalizar as rolhas. Estas são marcadas de acordo com a indicação prévia do cliente. As rolhas são marcadas através de superfícies de contacto, a fogo ou a tinta (as rolhas Advantec são marcadas apenas a tinta). A

marca inclui sempre um logotipo de identificação do fornecedor (o Grupo Amorim), a não ser que o Cliente exija o contrário.

Marcação a fogo – impressão efectuada em rolhas, de um código ou motivo, por contacto com uma superfície metálica incandescente (Figura 21).

Marcação a tinta – é um processo de decalque de um código ou motivo. Existe um recipiente com tinta onde passa o código ou motivo que retém a tinta para ser aplicada na rolha. Esta tinta é de natureza alimentar.

Nesta operação devem ser controlados alguns aspectos do processo, tais como:

- Centragem da marca com o corpo da rolha;
- Quantidade de tinta na rolha;
- Perfeição da impressão.

Estes controlos devem ser efectuados periodicamente, independentemente de ser marcação a tinta ou a fogo.

Com o processo quase concluído, as rolhas são tratadas num tambor de tratamento, onde é aplicada uma película com características lubrificantes e vedantes para facilitar o engarrafamento, a vedação e a extracção das rolhas.

Os produtos utilizados são: o Bopsil 1, o P2x e o CAF 70004, todos da família dos elastómeros. As máquinas utilizadas para a aplicação destes produtos estão representadas na Figura 22.



Figura 21- Máquina de Marcação a Fogo



Figura 22- Máquinas de Tratamento

EMBALAGEM E EXPEDIÇÃO

Após a conclusão do processo produtivo, as rolhas são contadas e embaladas de forma a garantir a integridade do produto e assegurar o modo de manuseamento mais conveniente ao Cliente (sacas ou caixas).

3.2 SISTEMAS DE CERTIFICAÇÃO

O Grupo Amorim preocupa-se com o cumprimento de requisitos para manter os sistemas de certificação existentes, nas áreas da qualidade, segurança alimentar e ambiente. É utilizada a normalização ISO, visando fortalecer as práticas já estipuladas, muitas empresas recorrem a este tipo de certificação, sendo o caso das normas ISO 9001 (qualidade); ISO 22000 (segurança alimentar) e ISO 14001 (ambiente).

Entre 1992 e 1996, foi levado a cabo um projecto pela **Quercus**, com a iniciativa da **C.E Liège**(ConfédérationEuropéenneduLiège), para aprofundar o conhecimento sobre os compostos presentes na cortiça responsáveis por desvios sensoriais do tipo mofo/bafio. Deste estudo surgem um conjunto de normas práticas para a fabricação de rolhas de cortiça, cuja adopção pela indústria permitiu nivelar a qualidade em todo o sector, enunciado como **Código Internacional de Práticas Rolheiras (CIPR)**.

4 CONTROLO DE QUALIDADE

O Controlo de qualidade é uma avaliação adoptada por algumas organizações de diferentes segmentos em todo mundo para definir padrões de qualidade em procedimentos, políticas e acções, de maneira uniforme, garantindo que uma vez definidos são cumpridos através de normas. Esta avaliação tem em consideração o grau de satisfação do consumidor, dos accionistas, dos funcionários, dos fornecedores e da sociedade, como um todo.

No grupo Amorim este conceito é tido em conta e é promovido o espírito de compromisso e responsabilidade desde os órgãos máximos aos colaboradores. A matéria-prima é controlada à entrada, durante o processo e já transformada em produto final, volta novamente a ser controlada. Os produtos à entrada são submetidos a vários controlos, nomeadamente:

1. Quantificação de humidade para acerto dos valores monetários com o fornecedor.
2. Quantificação de TCA.
3. Análise Visual

Ao longo de todo o processo o produto é acompanhado e centrado nos operadores e é controlado pela equipa de controlo de processo, que caso seja necessário actua. É também controlado pela equipa do controlo de qualidade.

A área da qualidade está organizada da seguinte forma (Figura 23):

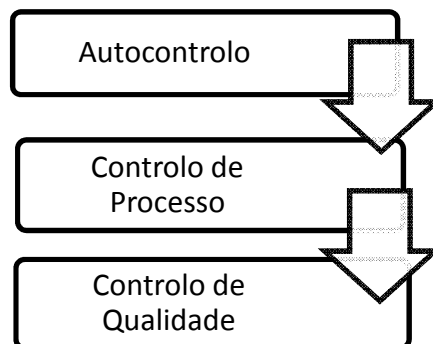


Figura 23- Fluxograma da organização da Qualidade

O autocontrolo é uma ferramenta utilizada na Equipar, com o objectivo de juntar as pessoas que fazem a produção e as pessoas que controlam a produção. Os operadores realizam as tarefas assegurando a conformidade e a qualidade das mesmas. Os registos do controlo são feitos em cartas de controlo.

O controlo de processo é desempenhado por uma equipa que avalia o desempenho do processo, tendo em conta as metas de qualidade. O controlo é feito através das cartas de controlo, é feita a verificação do preenchimento das mesmas, as cartas de controlo servem para a reunião de uma maior informação que permita rapidamente perceber o estado do processo e actuar.

O controlo de qualidade é desempenhado por uma equipa que avalia o estado do produto em várias fases, à entrada, durante o processo e à saída, já em produto final. O controlo é feito através de análises no laboratório de linha.

São controlados parâmetros tais como:

1. Dimensões da rolha
2. Humidade da rolha
3. Massa volúmica das rolhas
4. TCA

5. Classe visual

Enquanto produto final, as rolhas são submetidas a vários controlos, tais como:

1. Análise visual - Cálculo do desvio em relação a uma amostra de referência. Separação dos defeitos e avaliação da sua extensão (no caso de rolhas TT).
2. Análise Dimensional – Verificação das dimensões finais da rolha.
3. Humidade - Determinação da humidade das rolhas.
4. Determinação da Massa Volúmica - Determinação por cálculo da massa específica das amostras, após determinação das suas dimensões e massa por método adequado.
5. Teor de peróxidos - Determinação do teor de peróxidos residual em rolhas de cortiça por extracção da amostra com água destilada e determinação reflectométrica do teor de peróxidos do extracto obtido.
6. Teor de pó – Determinação do teor de resíduos sólidos numa amostra de rolhas por filtração a vácuo.
7. Torção – Determinação do momento e do ângulo de torção no ponto de ruptura da rolha, quando esta é sujeita a torção axial. Permite analisar a sua homogeneidade, flexibilidade e resistência.
8. Quantificação de TCA – É a extracção de 2,4,6-Tricloroanisol (TCA). É realizada pelo método micro-extração em fase sólida por exposição no headspace (SPME) com a ajuda de uma fibra utilizada por norma para absorções de compostos voláteis ou de baixo peso molecular. Os compostos absorvidos são desorvidos e analisados numa coluna capilar de baixa polaridade (apolar).

4.1 RASTREABILIDADE

O sistema de rastreabilidade é assegurado em todas as fases do processo produtivo, na produção, na transformação e distribuição. É possível a partir de uma nota de encomen-

da chegar aos silos de armazenamento de granulado, local de armazenamento antes do início do processo. O fluxo de rastreabilidade da Equipar é o seguinte:

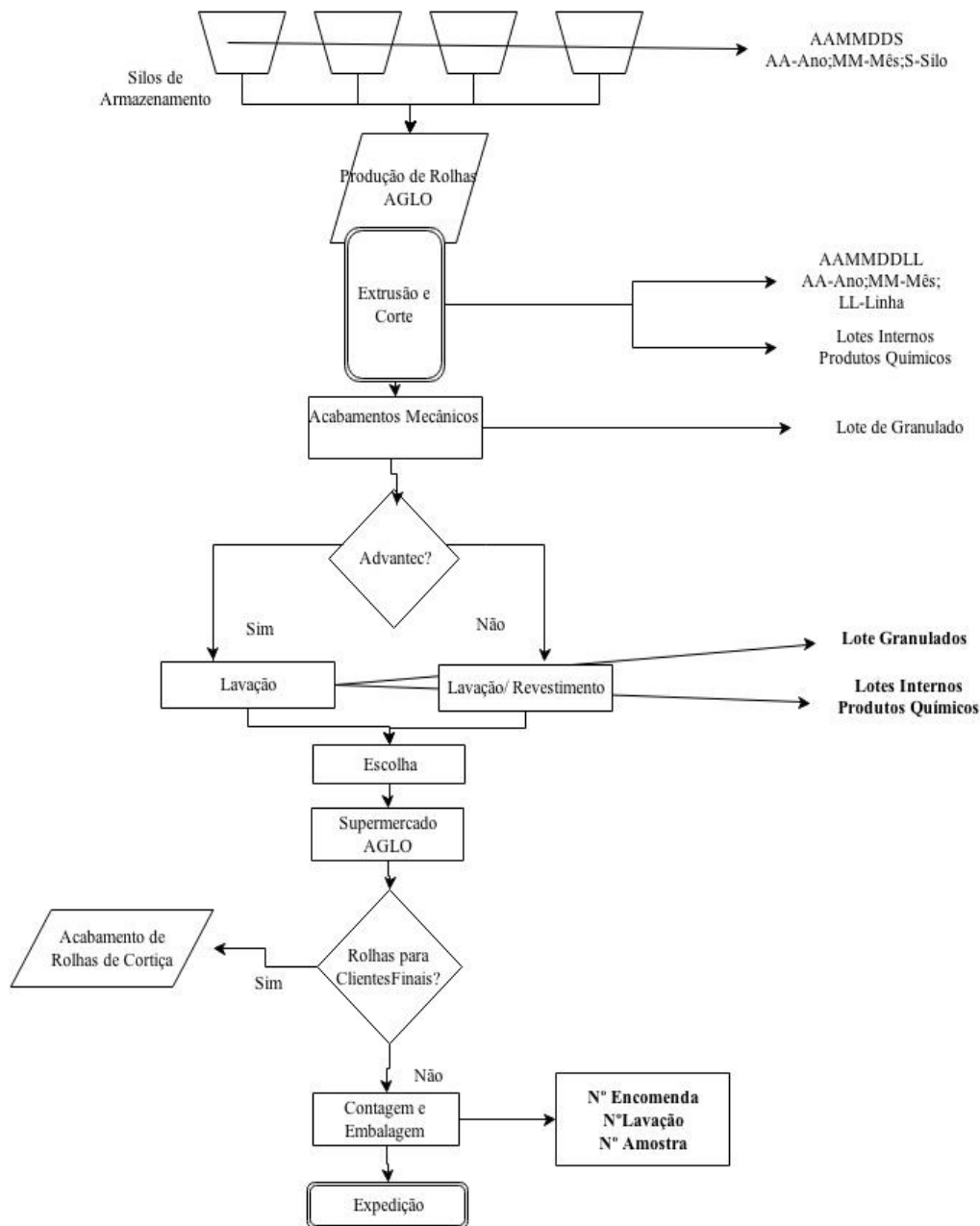


Figura 24- Rastreabilidade do Processo Produtivo

Na Figura 24 podemos observar que a rastreabilidade é iniciada logo quando começa a ser produzido o granulado, AAMMDDS (A-ano, M-Mês,D-dia,S-Silo), na extrusão é utilizado um código idêntico só é alterado o silo para linha, AAMMDDL (A-ano, M-Mês,D-dia,LL-linha), a partir dos acabamentos mecânicos são considerados os lotes de

granulados utilizados. No fim do processo, na contagem e embalagem são utilizados os números da encomenda, número da lavagem e número da amostra.

4.2 ESPECIFICAÇÕES

Entende-se por especificação as características às quais o produto deve responder. Os critérios de aceitação e rejeição complementam as especificações. Trata-se de critérios com os quais produtos ou serviços são avaliados com base numa inspecção por amostragem. A avaliação é feita de acordo com limites da especificação e condições contratuais. Nesta indústria as especificações e os critérios a ter em conta podem agrupar-se segundo vários tipos, reflectindo diversos ensaios e características como se apresenta na Tabela 11.

Tabela 11- Ensaios e Características

Ensaio	Características
Dimensionais	Comprimento
	Diâmetro
	Ovalidade
	Chanfro
Físicos Mecânicos	Humidade
	Peso Específico
	Momento de Torção
	Ângulo de Torção
	Tensão de Corte
	Força de Extração
	Vedação ao Gás
	Vedação
	Bomba Hidrostática
	Absorção
Químicos	Teor de Peróxidos
	Teor de Pó
TCA	2,4,6 – TCA
Sensorial	Características Sensoriais

4.3 **ROLHAS ENQUANTO VEDANTES**

A rolha de cortiça é considerada um vedante de excelência, sendo a preferência evidente a nível mundial independentemente do estrato social ou da situação em que é consumido o vinho com rolha de cortiça. Normalmente a rolha de cortiça é associada à qualidade do vinho, um bom vinho tem sempre uma boa rolha de cortiça. A rolha de cortiça impede a oxidação do vinho, as suas propriedades mecânicas de compressibilidade, resiliência e de adesão à superfície do vidro, evitam a fuga de vinho e/ou a entrada de ar na garrafa, só assim é permitida a maturação óptima do vinho. A rolha de cortiça é um produto biodegradável e reciclável.

Alguns produtores de vinho revelam vários problemas relacionados com o uso dos vedantes artificiais: a oxidação prematura, a absorção e transmissão de aromas ou gostos estranhos são alguns dos problemas identificados devido ao uso de vedantes sintéticos. As cápsulas de rosca têm limitações evidentes, causam problemas técnicos na linha de engarrafamento e uma vez retiradas do gargalo dificilmente voltam a ser introduzidas (Amorim, 2014).

Contudo, apesar das suas características excepcionais como vedante, a rolha de cortiça pode transmitir ao vinho alguns sabores que lhe retiram propriedades e valor, pelo que têm de ser despistadas contaminações a que a cortiça possa ter sido sujeita.

4.4 **CONTAMINANTES**

Os principais compostos responsáveis pela contaminação no vinho são haloanisóis e halofenóis. Estes compostos são facilmente detectados através do olfacto e do paladar. Na Tabela 12 estão os limites de percepção dos mesmos, quer em água, quer em soluções alcoólicas e vinho.

Tabela 12- Limite de Percepção Sensorial dos Principais Haloanisóis e Halofenóis responsáveis pelos aromas Fúngicos nos vinhos

Composto	Limite de Percepção Sensorial (Caponeet al., 2009; Boutou et al., 2007)
2,4,6 – Tricloroanisol (2,4,6 – TCA)	Em água: 30 – 300 pg/L Em solução alcoólica (vinho) : 1,5 – 3 ng/L
2,3,4,6 – Tetracloroanisol (2,3,4,6 – TeCA)	Em água: 4 ng/L Em solução alcoólica (vinho) : 15 ng/L
Pentacloroanisol (PCA)	Limiar de detecção – 10000 ng/L
2,4,6 – Tribromoanisol (2,4,6 – TBA)	Em água: 8 – 30 pg/L Em solução alcoólica (vinho) : 3 ng/L
2,4,6 – Triclorofenol (2,4,6 – TCP)	Em água: 300 µg/L Em solução alcoólica (vinho) : > 0,90 µg/L
2,3,4,6 – Tetraclorofenol (2,3,4,6 – TeCP)	Em água: 600 µg/L Em solução alcoólica (vinho) : > 0,90 µg/L
Pentaclorofenol (PCP)	Em água: 1600 µg/L Em solução alcoólica (vinho) : > 0,90 µg/L
2,6 – Diclorofenol (2,6 –DCP)	Em água: 200 µg/L Em solução alcoólica (vinho) : > 0,032µg/L

O TCA, abreviatura de 2,4,6- Tricloroanisol, é uma substância química encontrada em produtos alimentares e líquidos. Quando contaminados com TCA, os vinhos apresentam um gosto de cartão húmido e mofo. O vinho pode ainda apresentar outros odores associados a queijo, bolor, terra, cebolas podres e gerânios. Estes problemas resultam de reacções químicas, motivadas por fermentação insuficiente nas pipas, contaminação dos cascos ou manuseamento indevido durante a produção. Muitos autores defendem que a contaminação com TCA acontece ainda no campo, por exemplo com a utilização de

produtos químicos à base de lixívia na desinfecção do material utilizado na poda das vinhas e bem como com a utilização de produtos químicos à base de cloros e lixívia (APCOR,2014)

Actualmente sabe-se que o TCA resulta da actividade de micro-organismos, como os fungos *Penicillium* e *Trichoderma* entre outros, que se desenvolvem na presença de produtos clorados. Existe risco de ocorrência de TCA nas pranchas de cortiça, sempre que estão presentes fenóis, cloros e fungos.

Conscientes de que o TCA pode ocorrer nas rolhas de cortiça, as indústrias corticeira e vinícola têm vindo a apostar fortemente na investigação, procurando deste modo compreender como este se desenvolve e qual a forma de o eliminar (Pawliszyn,1999; Marques,2009; Lopes, 2008; Lopes, 2007; Pais,2013)

4.5 FORMAÇÃO DO TCA

A formação de haloanisóis é um mecanismo de sobrevivência para muitos micro-organismos quando expostos a ambientes poluídos com halofenóis. Existem vários compostos presentes na cortiça, que por vários mecanismos dão origem ao TCA, como se pode observar na Figura 25 e se descreve em seguida.

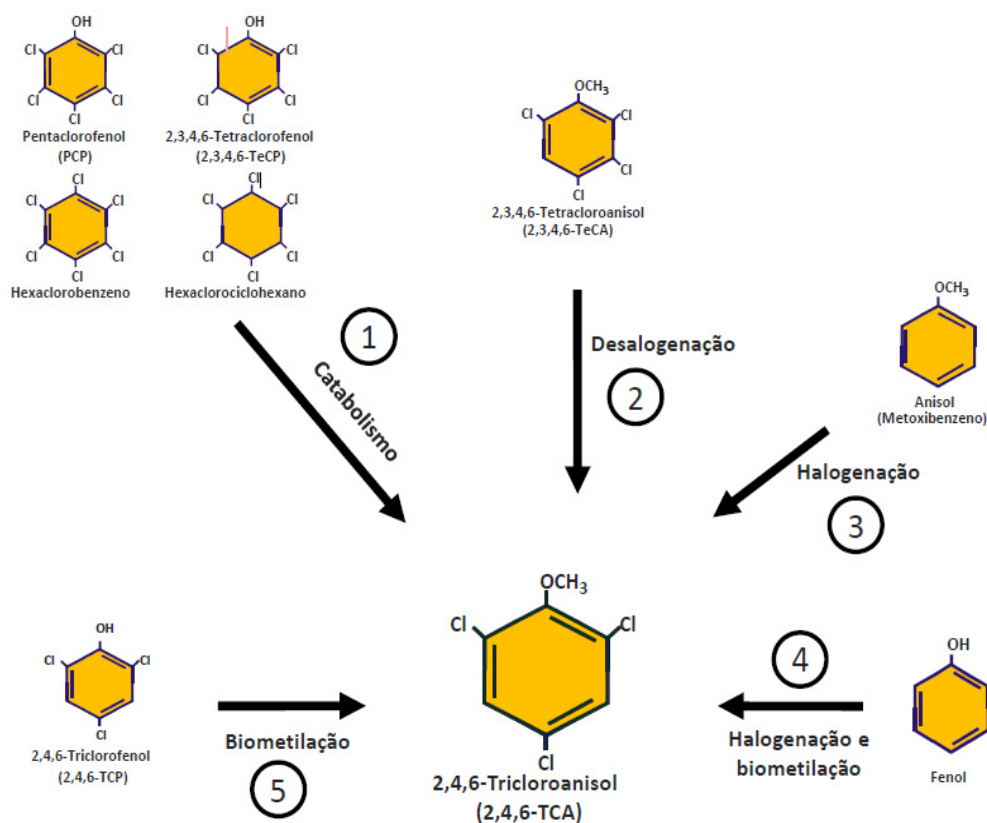


Figura 25- Possíveis Vias de Formação de TCA (Fonte: Cabral,2013)

1 - Catabolismo de compostos clorados

O 2,4,6-TCA forma - se e é considerado um intermediário do catabolismo de compostos clorados complexos.

Por exemplo, o Pentaclorofenol (PCP) e o 2,3,4,6 Tetraclorofenol (2,3,4,6-TeCP) são dois compostos altamente tóxicos e a sua biometilação aos respectivos anisóis são uma forma de destoxificação. O 2,4,6-TCA forma-se devido à desalogenação dos anisóis(Cabral, 2013).

2 -Desalogenação de anisóis clorados

O 2,4,6-TCA é formado directamente a partir de cloroanisóis complexos, como o 2,3,4,6-Tetracloroanisol (2,3,4,6-TeCA) e o pentacloroanisol (PCA) por um processo de desalogenação reductivo(Cabral, 2013).

3 - Halogenação do anisol

O fenol dá origem ao 2,4,6-TCA por cloração e por biometilação; ou, alternativamente, se o anisol fosse o precursor, então a biometilação aconteceria antes da cloração(Cabral, 2013).

4 –Halogenação e biometilação do fenol

O fenol é sintetizado intracelularmente a partir da glucose dando origem ao ácido chi-químico através da via das pentoses fosfato e originando o 2,4,6-TCA posteriormente por cloração(Cabral, 2013).

5 -Biometilação

Os cloroanisóis aparecem na natureza, a partir de micro-organismos, resultando diretamente da biometilação(o-metilação) do respectivo precursor clorofenol(Cabral, 2013).

4.6 ANÁLISE SENSORIAL

A análise das propriedades organolépticas de uma rolha ou disco tem como objectivo auxiliar o desenvolvimento do conhecimento desta área e garantir a qualidade do produto.

A análise sensorial deve ser feita no mínimo por três provadores (cinco é o ideal) que cheiram as macerações dos discos e rolhas, prevalece o “off-flavour” que se manifesta mais vezes. O “off-flavour” só é válido se for encontrado por mais de 50% dos provadores. Assim, um lote é rejeitado quando forem encontrados 2 ou mais “off-flavours”. A Tabela 13 contém grupos descritivos que utilizamos frequentemente. Esta tabela foi retirada da norma ISO22308 que tem por objectivo a caracterização e avaliação de possíveis odores na rolha.

Tabela 13- Tabela de Grupos de Aromas (segundo a ISO 22308)

Químico (Q)	Hidrocarbonetos
	Medicinal
	Farmacêutico
	Rançoso
	Solvente
	Tinta
	Fenol
Vegetal (V)	Erva Fresca
	Feno
	Eucalipto
	Terra Molhada
	Terra
Bolor/Mofo (B)	Bolor / Mofo seco
	Bolor / Mofo de cave
Decomposição (D)	Ovo Podre
	Água Estagnada

O TCA é um “off-flavour” que pela Tabela 13 se considera do grupo B, uma vez que o seu “off-flavour” é muitas vezes associado a bolor e mofo. O TCA é formado quimicamente estável e facilmente absorvido por diversos materiais naturais e sintéticos, onde se insere a rolha de cortiça e o vinho. No vinho este composto é detectável na gama dos ppt, variando de pessoa para pessoa, a respectiva capacidade de detecção nomeadamente entre homem e mulher e entre pessoas que vivem a diferentes latitudes (Fernandes, 2013).

4.7 CROMATOGRAFIA GASOSA

Uma vez detectado o TCA, procede-se à sua quantificação através de cromatografia gasosa (GC) combinada com Micro-extracção em Fase Sólida (SPME). Para que se possa utilizar esta técnica os constituintes devem ser voláteis, como é o caso do 2,4,6 – Tricloroanisol.

Esta técnica envolve uma fase estacionária e uma fase móvel. A fase estacionária (sólida ou líquida, que adere a um meio-suporte poroso) está em contacto com uma fase móvel (fluido) que transporta a amostra (soluto). A separação resulta das diferenças de afinidade dos solutos com as duas fases, o que resulta numa diferença de velocidades de migração dos solutos a serem arrastados pelo solvente móvel. Há solventes “mais rápidos” e outros mais “lentos” por esta razão é importante a definição do tempo de retenção. Resumindo, os componentes são separados pelas diferenças de volatilidades e pelas diferenças estruturais que justificam a sua permanência na fase estacionária por um período mais ou menos demorado.

Na Figura 26 podemos perceber a importância da rapidez da injeção instantânea da amostra na medida em que permite que se separem imediatamente os componentes, sem proporcionar a sua degradação.

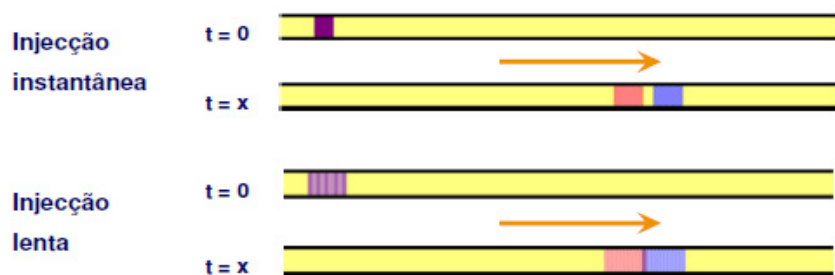


Figura 26-Separação dos Componentes da Amostra na Coluna (Fonte Silva,2011)

A SPME é uma técnica de extracção e pré-concentração da amostra que surgiu como uma alternativa aos métodos tradicionais de extracção, extracção líquido-líquido e outras técnicas de extracção.

A técnica de SPME tem sido, como já referido anteriormente, combinada com GC e aplicada a uma grande variedade de compostos de ambientes biológicos e amostras alimentares. A análise por SPME surge com variadíssimas vantagens: simplicidade de utilização, rapidez, automatização de preparação das amostras, ausência de solventes orgânicos e caracterização do espaço, fornecendo um extracto representativo dos compostos responsáveis pelo aroma que é detectado pelo sistema olfactivo. As técnicas que utilizamos consistem na extracção do material volátil através do “headspace”. Este material é absorvido na fibra, até ser atingido um equilíbrio entre o que está a ser absorvido e a concentração do mesmo na amostra. Quando é atingido este equilíbrio a agulha recolhe e é exposta ao injector que está a alta temperatura. Aqui o material é desorvido na coluna capilar, onde é separado como se mostra na Figura 27 (Riboulet *et al.*, 2002).

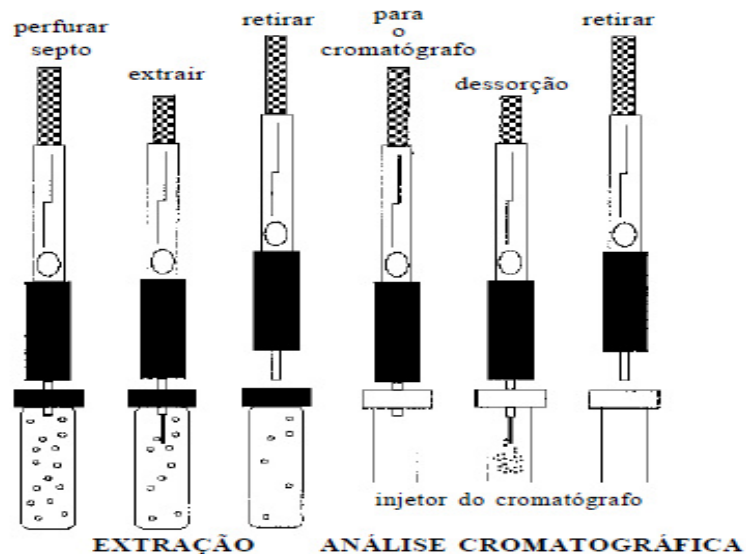


Figura 27- Extração e Dessorção do Material Extraído (Fonte Valente *et al*,1999)

A Figura 28 mostra o esquema dos componentes do Cromatógrafo Gasoso.

Legenda da Figura:

- 1-Reservatório de Gás e controles de fluxo/Pressão
- 2- Injetor (vaporizador) de amostra
- 3- Coluna cromatográfica e forno da coluna
- 4- Detector
- 5- Electrónica de tratamento (amplificação) de sinal
- 6- Registo de sinal

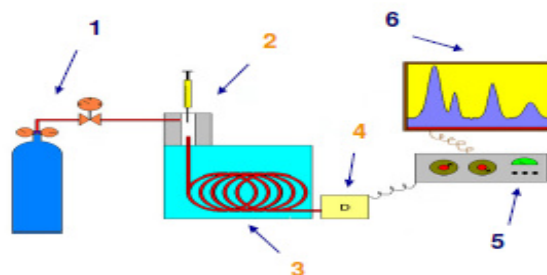


Figura 28- Componentes do Cromatógrafo Gasoso (Fonte Silva,2011)

No início do esquema da Figura 28 pode ver-se em 1-Reservatório de gás e controlos de fluxo/pressão, o local onde é armazenado e controlado o gás de arraste, Azoto. Este gás constitui a fase móvel, que não interage com a amostra, mas apenas a carrega através da coluna de separação.

Em seguida existe o 2-Injector local onde se dá a vaporização da amostra. A temperatura do injector deve ser suficientemente elevada para que a amostra se vaporize imediatamente, sem decomposição.

Num Cromatógrafo gasoso em seguida existe o 3-Forno contém a coluna cromatográfica do tipo capilar que se encontra revestida internamente pela fase estacionária. É o local onde ocorre a separação da mistura. Neste tipo de separação, entre outras características, é desejável que o forno possibilite um aquecimento e arrefecimento rápidos, bem como um fácil acesso à coluna e ampla faixa de temperatura de uso.

Após o forno situa-se o sistema de detecção que é constituído por um dispositivo de interface que examina continuamente o material que após injeção foi separado na coluna enviando um sinal em simultâneo com a passagem de substâncias, que não o gás de arraste.

O sucesso da cromatografia depende muito da eficiência do processo de detecção. O4-Detector é um dispositivo que indica e quantifica os componentes separados pela coluna, analisa continuamente o material. Os detectores devem ter características tais como: resposta rápida, alta sensibilidade, boa estabilidade durante grandes intervalos de tempo, boa resposta a uma grande variedade de compostos. No laboratório da Equipar existem dois cromatógrafos com detectores ECD.

Neste tipo de detector são analisados compostos com elevada afinidade electrónica, nomeadamente, os compostos halogenados. Na Figura 29 pode observar-se o esquema de um detector.

Legenda da Figura:

- 1-Ânodo (fonte radioativa b- emissora)
- 2 Saída de gases
- 3 Cátodo
- 4 Cavityde
- 5 Coluna cromatográfica

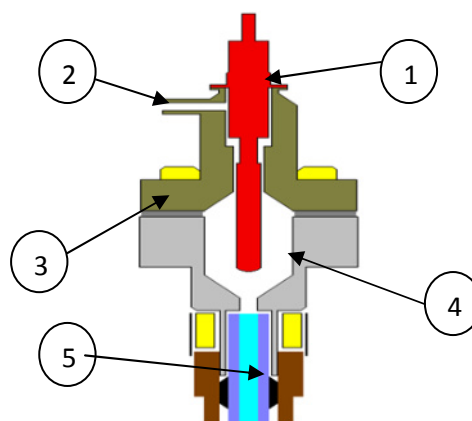


Figura 29-Detector ECD (Fonte: Silva,2011)

O princípio de funcionamento do ECD é a supressão de um fluxo de electrões lentos (termais) causada pela sua absorção por espécies electrofílicas. Um fluxo contínuo de electrões lentos é estabelecido entre um ânodo (fonte radioativa β -emissora) e um cátodo. Na passagem de uma substância electrofílica alguns electrões são absorvidos, resultando uma supressão de corrente eléctrica (Figura 30). Consoante o mecanismo de detecção e as características da resposta, os detectores ECD classificam-se em detectores coulométricos de corrente constante e de frequência constante. O ECD depende da concentração e necessita de uma calibração precisa com amostras padrão para poder ser utilizado em análise quantitativa. A sua estabilidade depende da estabilidade do fluxo e da pureza do gás de arraste, das oscilações de temperatura e da fonte de radiação.

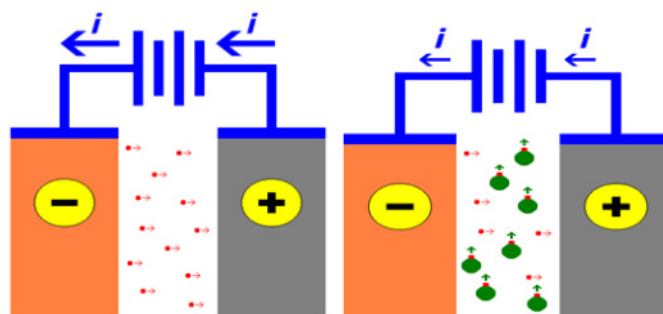


Figura 30- Detector ECD- Princípio da Captura (Fonte Silva,2011)

5 TAREFAS EFECTUADAS NO ESTÁGIO

O presente trabalho consiste na descrição da rotina do laboratório. Ao longo dos 3 meses de estágio fui acompanhando todas as tarefas do laboratório também porque faziam parte integrante da função ocupada no laboratório. Algumas das funções passaram por organização da rotina do laboratório, distribuição de tarefas, acompanhamento de tarefas e ensaios. Os resultados apresentados reflectem um período de amostragem compreendida entre Janeiro e Junho de 2014.

5.1 MACERAÇÃO

A maceração tem como objectivo a extracção dos compostos voláteis da cortiça. Esta operação consiste numa extracção sólido/líquido e é feita através da imersão do material que queremos analisar (apara -Figura 31, granulado, rolha- Figura 32 ou disco de cortiça) num líquido. Neste processo o material é colocado num frasco com solução etanólica a 12% (v/v) tentando simular o contacto da cortiça com vinho durante 24h.



Figura 31- Macerações de Aparas



Figura 32-Macerações de Rolha

5.2 PREPARAÇÃO DE MACERAÇÕES

Diariamente são efectuadas no mínimo 180 macerações. São feitas aproximadamente 50 macerações de rolha, 40 macerações de aparas e entre 80 e 100 macerações de granulados. As amostras de rolhas são recolhidas por um elemento do laboratório, duas vezes por dia. São recolhidas amostras para o ensaio de GC e amostras para o ensaio de teor de pó. As restantes amostras vão chegando ao laboratório ao longo do dia. As macerações de rolha são feitas a todos os tipos de produto, a todos os calibres e a todas as lavagens.

5.2.1 Material/Equipamentos

- Frasco capacidade 2L - Aparas
- Frasco capacidade 0,5 L – Granulado ou Rolhas
- Solução etanólica 12% (v/v)
- Cloreto de sódio (sal de cozinha)
- Cápsula de alumínio, tipo rosca
- Vials

5.2.2 Amostras

Nesta unidade podemos ter diferentes tipos de amostras para analisar, aparas, granulados, rolhas ou discos. Em termos de aparas, são analisadas aparas de todos os tipos, todos os fornecedores, todas as entradas (quantidade: neste caso a cortiça deve ser partida em pedaços, o máximo possível); relativamente aos granulados, são analisadas todas as granulometrias, todos os turnos (no ensaio utiliza-se uma quantidade equivalente a meio frasco de 1L). A cortiça é colocada nas quantidades referidas e o restante volume do frasco perfaz-se com solução etanólica a 12% (v/v). A maceração ocorre num período compreendido entre 24 e 72 horas.

5.2.3 Descrição das Macerações

Rolhas

- **Maceração composta:** colocar num frasco de vidro, com volume de 500 mL, 12 rolhas de cortiça aglomerada; perfazer o volume do mesmo com solução etanólica 12 % (v/v); fechar o frasco com a respectiva tampa e deixar a macerar durante 24 h à temperatura ambiente.
- **Maceração individual total (de toda a superfície da rolha):** colocar num frasco de vidro, com capacidade para 30 mL, a rolha que se pretende analisar; perfazer o volume do mesmo com solução etanólica 12 % (v/v); cobrir o topo do frasco com papel de alumínio; fechar o frasco com a respectiva tampa e deixar a macerar durante 24 h à temperatura ambiente.

Método Expedito:

No caso de rolhas técnicas sem peças naturais (ex: Neutrocork, Aglomerada, Advantec, etc.) a maceração durante 24 horas à temperatura ambiente poderá ser substituída por maceração durante 6 horas a 30°C.

Granulado

Método Normal:

Colocar num frasco de 0,5 L (metade do frasco aproximadamente) com granulado, até ocupar o volume aproximado de 50 rolhas 45x24 mm e completar o volume com solução etanólica a 12%. Deixar em maceração durante 24 horas à temperatura ambiente.

Método Expedito:

Colocar uma quantidade de granulado (metade do frasco aproximadamente) no interior de um frasco de 500 mL e adicionar solução etanólica a 12%, ter em conta o tipo de granulado em análise, adequar as quantidades de granulado e de solução etanólica, de forma a respeitar a proporção definida e a não deixar espaço livre (headspace) entre o macerado e tampa do frasco. Deixar em maceração durante 50 minutos a 30°C.

Aparas

Cortar a apara em pequenos pedaços e colocar em frasco de 2L, com uma quantidade suficiente para ocupar o volume total do frasco. Adicionar ao frasco solução etanólica a 12% até perfazer o volume total. Deixar em maceração durante 50 min a 40°C.

PIPETAGEM

Após a maceração, o macerado é pipetado 10 mL para vials com 2g de cloreto de sódio. Este composto é utilizado para uma melhor separação dos compostos, tornando o macerado saturado, aumentando a sua volatilidade, proporcionando uma fácil ascensão do TCA ao headspace. Posteriormente, é adicionado padrão interno 100 µL de TCA3 (2,3,6 tricloroanisol), concentração 2 ppb.

5.3 ENSAIO DE TEOR DE PÓ

O tratamento das rolhas consiste na aplicação de produtos à base de silicone-se/ou emulsões de parafinas de modo a garantir a redução da absorção de água pela cortiça, dado que estes produtos são hidrofóbicos. Desta forma, o tratamento garante por um lado uma boa vedação ao líquido e por outro a lubrificação da rolha para facilitar uma melhor extração ou inserção na garrafa.

O ensaio de teor de pó (Figura 33) é muito importante na medida em que indica a quantidade de pó libertada após o tratamento. Se o tratamento for bem aplicado não há libertação de pó.



Figura 33-Teste Teor de Pó

5.3.1 Material/Equipamentos

- Erlenmeyer 500 ml
- Proveta;
- Agitador rotativo;
- Filtro de membrana com poros de 1,2 μm ;
- Sistema de filtração por vácuo;
- Placas de Petri;
- Estufa (regulada para 100°C);
- Balança analítica.
- Água destilada

5.3.2 Amostras

A amostra para análise é recolhida de rolhas revestidas, das quais se devem tirar aleatoriamente 16 rolhas.

5.3.3 Procedimento

Este ensaio efectua-se em duplicado.

- Colocar 200 mL de água destilada num erlenmeyer e juntam-se 8 rolhas, com calibres com diâmetro inferior a 25 mm. No caso das rolhas de calibres superiores, usam-se no ensaio 100 mL de água destilada e são 3 rolhas;
- Agitar durante 30 minutos;
- Tarar a placa de Petri, previamente seca durante 1h na estufa a 100°C, juntamente com o filtro de membrana;
- Filtrar a solução através do filtro de membrana, com auxílio de vácuo;
- Após filtração colocar a membrana na caixa de Petri, com a ajuda de uma pinça;
- Levar o conjunto (caixa de Petri + membrana + filtrado) à estufa durante 2h;
- Deixar arrefecer no excicador e pesar.

O resultado é calculado da seguinte forma:

$$\text{Teor de Pó(R)} = \frac{(P2 - P1) * 1000}{n}$$

Sendo:

P1 – massa da placa de Petri + filtro (g)

P2 – massa da placa de Petri + filtro+ filtrado (g)

n – número de rolhas utilizadas no ensaio

O resultado final é a média aritmética dos dois ensaios e vem expresso em mg/ rolha, arredondado às décimas.

5.3.4 Resultados obtidos

O Gráfico 1 representa o resultado da análise do teor de pó feito a todas as rolhas antes da expedição. O valor médio dos resultados apresentados é de 0,2 mg/rolha, tendo em

conta o limite da especificação que é de 3 mg/rolha, podemos concluir que os valores deste ensaio estão sempre muito abaixo do limite da especificação.

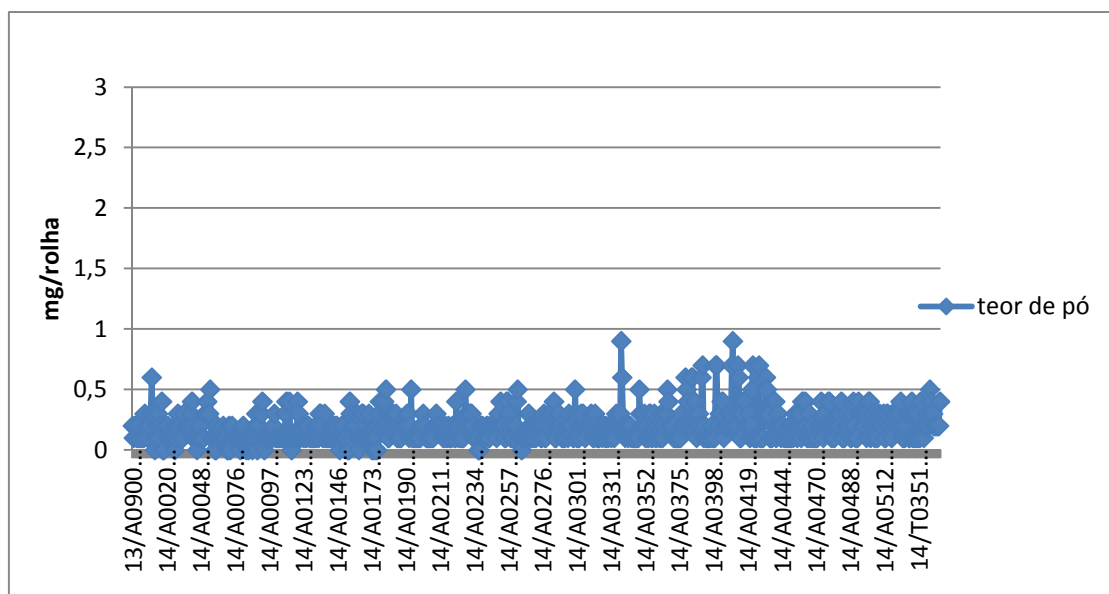


Gráfico 1-Resultados da Análise de Teor de Pó

5.4 ENSAIO DE TORÇÃO

Este ensaio é efectuado a todas as amostras de rolhas aglomeradas com calibre superior a 25 mm e sempre que esteja especificado pelo cliente na carteira de encomendas. Neste ensaio é determinado o momento e o ângulo de torção no ponto de ruptura da rolha, quando esta é sujeita a torção axial. O valor médio para o momento de torção da amostra, é a média aritmética dos valores dos ângulos lidos. O momento de torção é a média aritmética dos valores dos momentos lidos. O ângulo é expresso em grau.

5.4.1 Material/Equipamentos

A máquina utilizada é a Máquina de ensaio Torsilab 2000 (Figura 34).

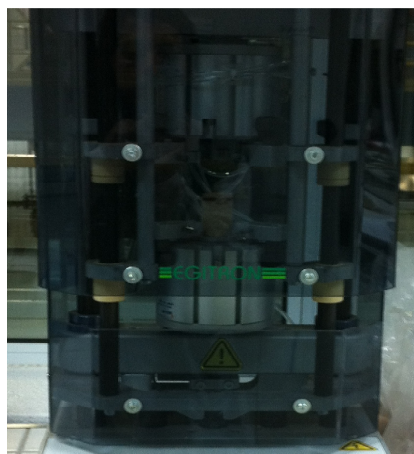


Figura 34-Ensaio Torção, aparelho Torsilab

5.4.2 Amostras

As amostras são recolhidas no sector de produção, usando-se rolhas não revestidas. Devem tirar-se aleatoriamente 6 rolhas, no mínimo.

5.4.3 Procedimento de funcionamento do aparelho

- Pressionar o botão “Start” para dar início ao ensaio;
- Posicionar a rolha no centro do Torsilab, interior da “garra” ;
- Pressionar o botão “Start” para se iniciar o ensaio;
- O ensaio decorre em automático e os valores são exportados para o computador.

5.4.4 Resultados obtidos

Existem especificações para as diversas rolhas, tal como apresentado no anexo 1 para a rolha espumosa, e para as rolhas TT. Resultados no anexo 3. De acordo com os resultados obtidos concluímos que os valores obtidos estão dentro da especificação.

5.5 TEOR DE PERÓXIDOS

As rolhas, como referido anteriormente, sofrem um processo de lavagem onde é utilizado peróxido de hidrogénio (H_2O_2). Esta substância é utilizada como desinfetante, e consequentemente como agente de limpeza e dá também a coloração à cor da rolha, mais escura ou mais clara consoante o que o cliente exigir. Após a conclusão deste processo

ficam sempre resíduos de peróxidos nas rolhas. Um nível de concentração elevado deste composto impacta directa e negativamente na qualidade do vinho. Este ensaio tem como objectivo a medição do teor de peróxidos nas rolhas.

5.5.1 Material/Equipamento

- Medidor refletómetro RQFlex, com tiras de análise de peróxidos (Figura 35)
- Erlenmeyer
- Água desionizada
- Agitador rotativo



Figura 35-Aparelho de Medição de Peróxidos

5.5.2 Amostras

As amostras são recolhidas na lavação durante o processo de fabrico, usando-se rolhas não revestidas. No fim do processo de tratamento das rolhas devem tirar-se aleatoriamente 6 rolhas tratadas.

5.5.3 Procedimento

Colocam-se 3 rolhas num erlenmeyer e adicionam-se 100 mL de água filtrada. Agita-se durante 1 hora. Após este tempo, determina-se a quantidade de peróxidos com ajuda do

refletómetro. Mergulha-se a tira na solução e insere-se no equipamento para efectuar a leitura.

O medidor utilizado tem uma gama de leitura entre 0 mg/L e 20 mg/L. Caso esta concentração máxima seja ultrapassada, a leitura não é possível. Neste caso, deve efectuar-se uma diluição de 10 vezes. O teor de peróxidos não deve ser superior a 0,2 mg/rolha, de acordo com as especificações (anexo 1).

5.5.4 Resultados obtidos

Este ensaio é importante pois um nível alto de peróxidos pode impactar adversamente nos níveis de dióxido de enxofre no vinho. A especificação para rolha acabada é de 0,1 mg/rolha e para rolha semi-acabada é de 0,2 mg/rolha. O Gráfico 2 apresenta valores determinados em rolhas semi-acabadas, como podemos observar que os valores apresentam um valor médio de 0,1 mg/rolha e em algumas amostras estão no limite da especificação 0,2 mg/rolha.

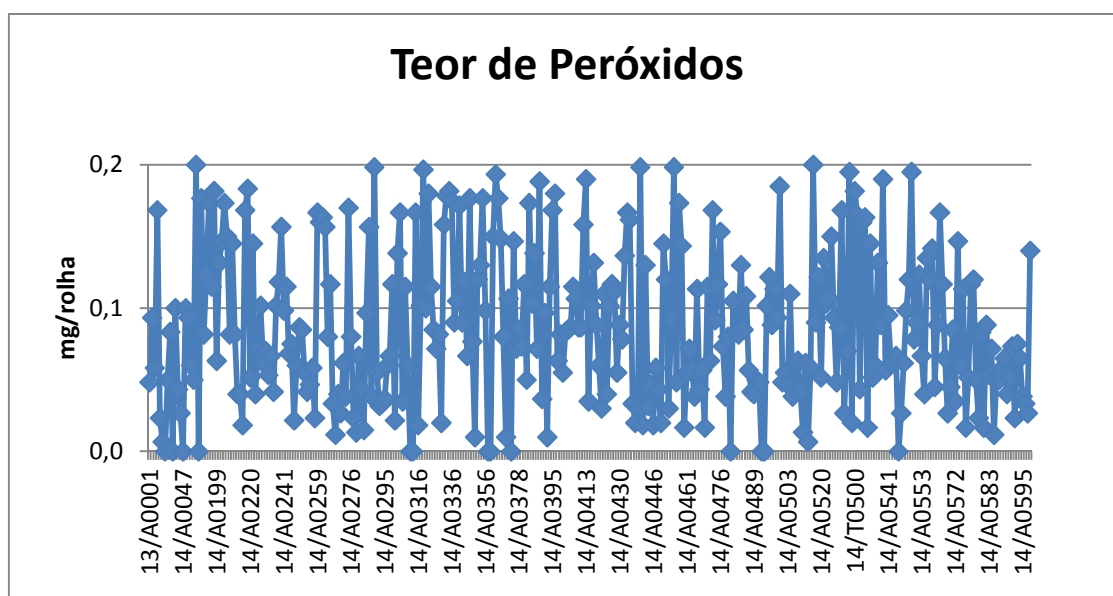


Gráfico 2-Resultado da Análise de Peróxidos Aglomerada semi-acabada

O mesmo critério descrito em 5.5.4 se aplica à rolha Twin-Top.

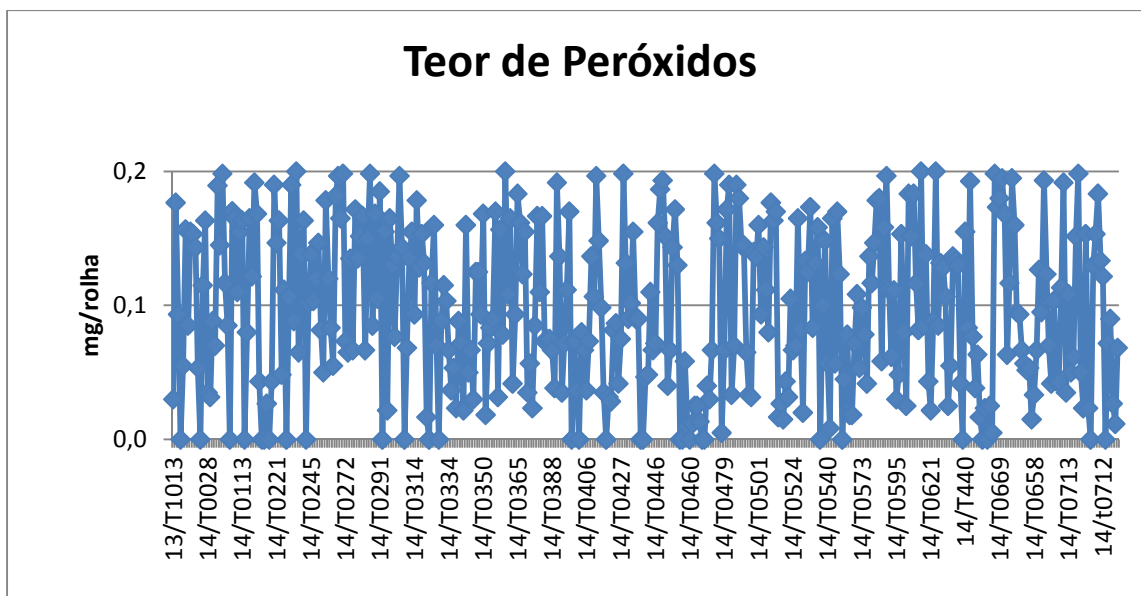


Gráfico 3-Resultado da Análise do Teor de Peróxidos na Rolha Twin-Top

5.6 MASSA VOLÚMICA, HUMIDADE E ENSAIO DIMENSIONAL DE ROLHAS CILÍNDRICAS

Este ensaio é realizado num equipamento chamado "MedCork" como podemos ver na Figura 39. O "MedCork" é utilizado para a medição do comprimento, do diâmetro, da massa e da humidade de rolhas. É um sistema automático de medição de rolhas que se encontra ligado a um computador e todas as medições são transferidas para o relatório previamente aberto. A quantidade de rolhas testadas depende da dimensão do lote. O número de rolhas testadas depende do número de rolhas da encomenda.



Figura 36-Equipamento "Medcork"

As características do equipamento estão agrupadas na Tabela 14.

Tabela 14-Características de Medida do Equipamento

Equipamentos de Medida:	
Comparadores	0,01 mm
Balança	0,01 g
Higrómetro	0,1 % HR
Diâmetro das rolhas	18 mm a 35 mm (± 1 mm)
Comprimento das rolhas	25 mm a 60 mm (± 1 mm)Interface de comunicação
Interface de comunicação	RS232 (USB c/ conversor)
Capacidade de Análise	(1 comprimento + 2 diâmetros + 1 peso + 1 humidade)160 rolhas / hora

As dimensões da rolha pretendida são definidas pelo cliente. A empresa depois de as produzir, cumpre-lhe proceder ao controlo de qualidade das mesmas, a fim de assegurar que a especificação exigida é cumprida. A humidade é outro factor igualmente importante. Quando os valores de humidade são baixos, a rolha perde propriedades mecânicas. Para além disto é preciso realçar que o crescimento microbiológico se dá a valores de humidade elevados, por isso esta tem de ser apropriada.

Neste ensaio não foram apresentados os resultados obtidos devido à heterogeneidade dos resultados e ao número enorme de resultados. Cada rolha tem a sua especificação e corresponde a um produto específico.

5.7 ANÁLISE SENSORIAL

A análise sensorial é feita sempre que chegam à Equipar discos de ambos os calibres 26 mm e 30 mm, que são recepcionados duas vezes por semana. A análise sensorial é feita tendo em consideração a data de entrada lote, a origem e a data de produção. São feitas 50 macerações de cada origem, são analisadas organolepticamente e os “off-flavours” detectados vão todos ao cromatógrafo excepto o descritivo vegetal. Se for detectado e quantificado o TCA consoante o resultado é aplicado o critério de aceitação aceita com uma amostra contaminada com TCA >2 ppt e rejeita com duas amostras contaminadas. Após a primeira “triagem” se for encontrada uma amostra contaminada e confirmada pelo cromatógrafo é feita uma reamostragem. Caso se encontrem inicialmente duas ou mais amostras contaminadas o lote está rejeitado.

5.7.1 Material/Equipamentos

- Frascos de "Schott" de 100 mL
- Dispensador de água
- Água isenta de tratamentos

5.7.2 Amostras

A amostra é recolhida após o descarregamento das sacas ou BigBag. São retirados aproximadamente 150 discos correspondentes a cada uma das origens, classes, calibres e datas de produção.

5.7.3 Procedimento

Colocar num frasco de vidro, com capacidade de 100 mL, o disco que se pretende analisar; adicionar 50 ml de água; fechar o frasco com a respectiva tampa e deixar a macerar durante 24 h à temperatura ambiente.

No caso de a produção necessitar de discos com urgência é utilizado o método expedito referido de seguida.

Método Expedito:

Colocar num frasco de vidro, com capacidade para 100 mL, o disco que se pretende analisar; adicionar 50 ml de água; fechar o frasco com a respectiva tampa e levar à estufa de agitação a 50° C de preferência com pré – aquecimento. O tempo em estufa é de 50 minutos sem pré-aquecimento, com pré-aquecimento são 20 minutos numa estufa e em seguida 30 minutos na estufa de agitação.

5.7.4 Resultados:

De acordo com o Gráfico4, verificamos que dos “Off-Flavours” encontrados o TCA (56%) é o que se manifesta com mais frequência, seguido de vegetal (16%), mofo (14%) e pútrido(9%). Foram utilizados todos os lotes dentro da data de recolha de dados referida inicialmente.

"Off-Flavours"

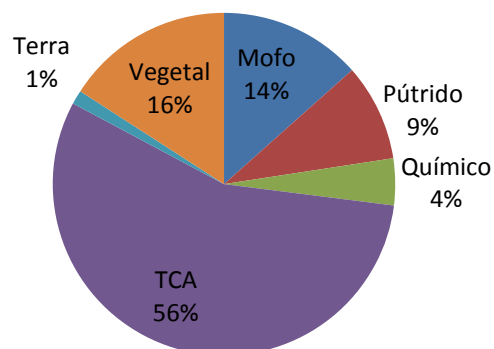


Gráfico 4- Percentagem de "Off-flavours" em discos recepcionados na Equipar entre Janeiro e Junho de 2014

Na Tabela 15 podemos observar as percentagens de “Off-Flavours” em cada classe de discos. Como podemos ver a classe A apresenta menor percentagem de “Off-Flavours”, mostrando, por isso, maior percentagem de resultados “OK” (sombreado verde). Estes resultados são analisados com base em macerações submetidas a análise sensorial.

Tabela 15-"Off-Flavours" determinados nas diferentes por Classes de discos

Classes	"Off-Flavours"	% "Off-Flavours"
A	OK	98,6%
	Mofo	0,1%
	Pútrido	0,5%
	Químico	0,3%
	TCA	0,5%
A1	OK	98,1%
	Mofo	0,1%
	Pútrido	0,2%
	TCA	1,1%
	Terra	0,0%
	Vegetal	0,4%
A2	OK	97,6%
	Mofo	0,5%
	Pútrido	0,2%
	Químico	0,1%
	TCA	1,2%
	Terra	0,0%
	Vegetal	0,4%
AA	OK	98,4%
	Mofo	0,4%
	Pútrido	0,3%
	Químico	0,2%
	TCA	0,4%
	Vegetal	0,3%
B	OK	98,0%
	Mofo	0,2%
	Pútrido	0,2%
	Químico	0,1%
	TCA	1,2%
	Terra	0,0%
	Vegetal	0,3%
C	OK	98,2%
	Mofo	0,3%
	Pútrido	0,1%
	Químico	0,1%
	TCA	1,1%
	Terra	0,0%
	Vegetal	0,3%

5.8 CROMATOGRAFIA GASOSA

Na Tabela 16 podemos observar as características utilizadas no equipamento de GC. Se estas indicações não forem cumpridas o cromatógrafo não faz a leitura. O equipamento está programado para fazer a leitura só quando estão cumpridas estas condições de operação.

Tabela 16- Características e indicações de funcionamento do equipamento de GC

Características	Indicações
Coluna	90°C
Injector	270°C
Modo de Injecção	Splitless
Coluna	Fraca polaridade (apolar) VF5-MS composta por sílica capilar (30m*0,32mm *0,25µm)

Na Tabela 17 podemos observar as características da técnica SPME a serem aplicadas em simultâneo com as características da GC.

Tabela 17- Características da Técnica SPME

Características	Indicações
Pré-incubação	2 min (50°C; 250 rpm)
Extracção	8 min (50°C; 250 rpm)
Dessorção	2min
Fibra	Polidimetilsiloxane - PDMS 100µm

Os gases utilizados devem ser:

Hélio qualidade 2 com alta pureza

Azoto qualidade 2 com alta pureza para o ECD

Fluxo constante é de 0,7 mL/min ou 1,0 mL/min

5.8.1 Preparação de amostras para análise cromatográfica

Na análise cromatográfica utiliza-se o método do padrão interno. Após o tempo de maceração, o macerado é pipetado para vials, a numa quantidade de 10 mL, sendo também adicionado o TCA3 (2,3,6 – Tricloroanisol), o padrão interno com concentração de 2ppb, de modo a obtermos uma concentração na amostra de 20 ppt. Os frascos são fechados imediatamente, por forma a estancar o conteúdo. Este processo de pipetagem e adição do padrão interno tem de ser efectuado rapidamente uma vez que o TCA é extremamente volátil. No arranque do dia de leituras no cromatógrafo é utilizado um padrão branco (solução etanólica utilizada na maceração). (ver anexo 1)

Os vials são dispostos num tabuleiro doravante designado por Tray. A colocação dos vials obedece à seguinte ordem sequencial: um branco, um padrão de 5 ppt, um padrão 10 ppt e um padrão 20 ppt, o restante espaço é ocupado por vials com macerados a analisar (Figura 37).



Figura 37- Tray do cromatógrafo completo

5.8.2 Preparação de padrões e curvas de calibração

Para se poder fazer a correcta quantificação dos compostos pretendidos é necessário efectuar rectas de calibração para as gamas de concentrações em que se supõe que o composto se encontra nos macerados a analisar. Como os cromatógrafos são equipamentos muito sensíveis torna-se aconselhável efectuar rectas de calibração regularmente. Os padrões utilizados nas curvas de calibração devem ser preparados na matriz desejada (água, solução hidroalcoólica, ...). No laboratório são efectuados 6 padrões de TCA de concentrações conhecidas 0,5ppt;1ppt;2ppt;5ppt;10ppt e 20ppt.

A obtenção da recta de calibração, a partir dos cromatogramas das amostras padrão com teor de analito e padrão interno conhecidos, tem por base a razão entre as áreas do analito e do padrão interno *versus* a razão entre a quantidade de analito e o padrão interno, ou seja resposta *versus* quantidade.

Preparação dos Padrões

Padrão de 0,5 ppt

- Pipetar 10mL de solução hidroalcoólica
- 50 µL de solução 100 ppt
- 100 µL de Padrão Interno

Padrão de 1 ppt

- Pipetar 10mL de solução hidroalcoólica
- 100 µL de solução 100 ppt
- 100 µL de Padrão Interno

Padrão de 2 ppt

- Pipetar 10 mL de solução hidroalcoólica
- 200 µL de solução 100 ppt
- 100 µL de Padrão Interno

Padrão de 5 ppt

- Pipetar 10mL de solução hidroalcoólica
- 50 µL de solução 1 ppb
- 100 µL de Padrão Interno

Padrão de 10 ppt

- Pipetar 10mL de solução hidroalcoólica
- 100 μ L de solução 1 ppb
- 100 μ L de Padrão Interno

Padrão de 20 ppt

- Pipetar 10mL de solução hidroalcoólica
- 200 μ L de solução 1 ppb
- 100 μ L de Padrão Interno

Na Figura 38 pode ver-se a recta de calibração, com os padrões indicados no ponto 5.8.2.

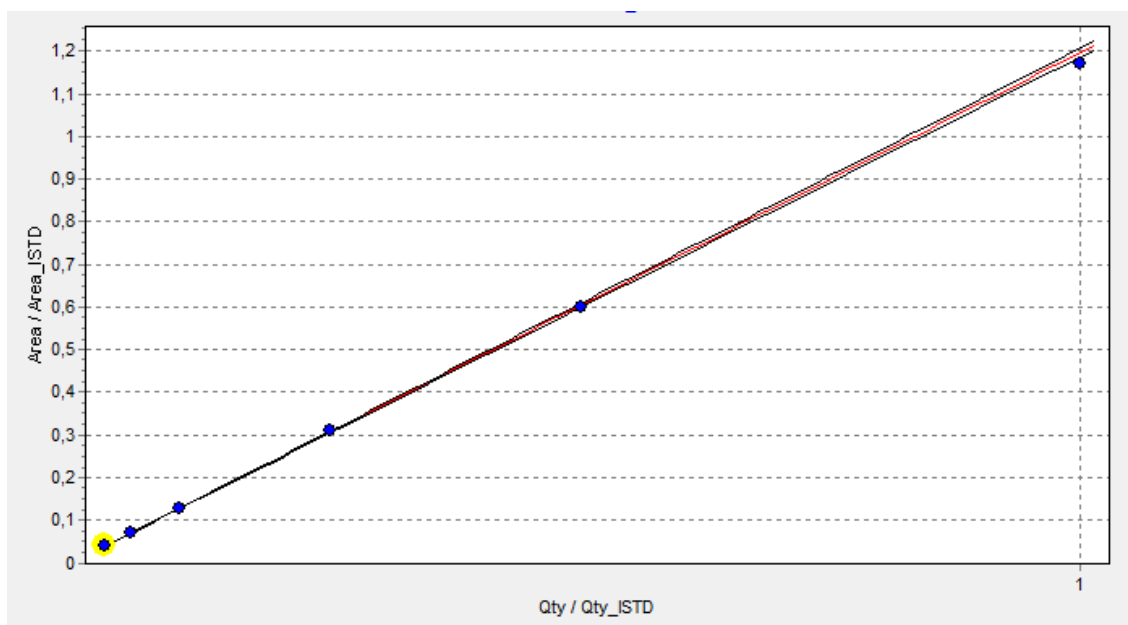


Figura 38- Recta de Calibração

Na Figura 39 podemos observar um cromatograma de uma amostra, estando identificados os picos de TCA e TCA3 que é o padrão interno.

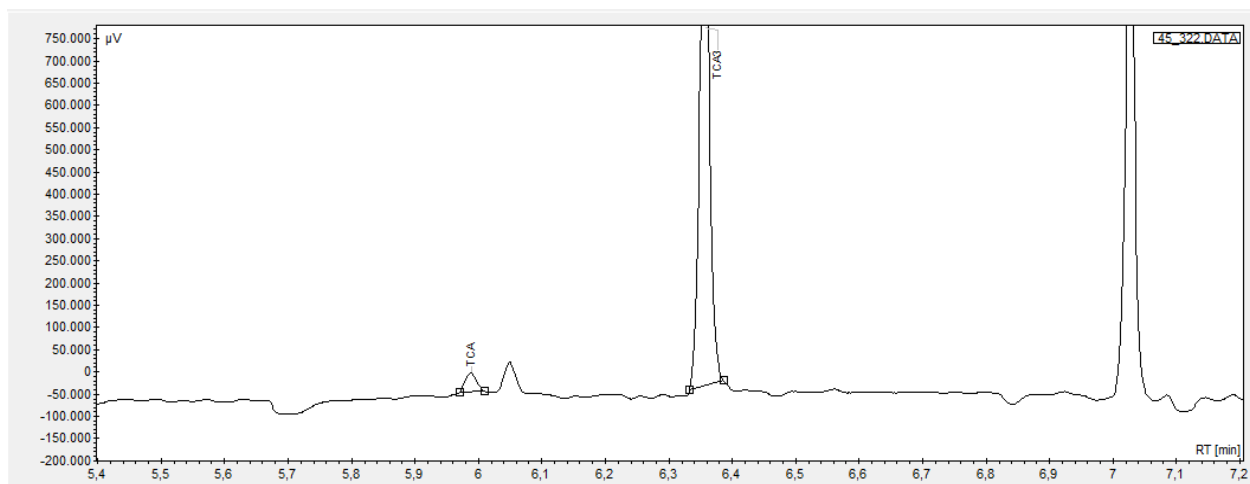


Figura 39- Cromatograma de uma Amostra

5.8.3 Material, Equipamentos, Amostras e Procedimentos

Neste ensaio é utilizado o Cromatógrafo Gasoso, as condições de operação são as descritas no capítulo 5.8 nas Tabelas 16 e 17.

Amostras

As amostras resultam das macerações.

Procedimento

- Pipetagem
- Leitura das amostras

5.8.4 Resultados

No Gráfico 5 observamos que ao nível dos grandes grupos de produtos da Equipar os discos, são os mais problemáticos em termos de TCA, tendo em conta a sua especificação ($V_m \leq 2$ e $100\% \leq 3$) e apresentam maior incidência de TCA nas gamas mais altas (> 10 ppt).

Na análise dos gráficos seguintes deve ter-se em consideração a seguinte convenção para as amostras: AP-Aparas, G-Granulados e DSC- discos

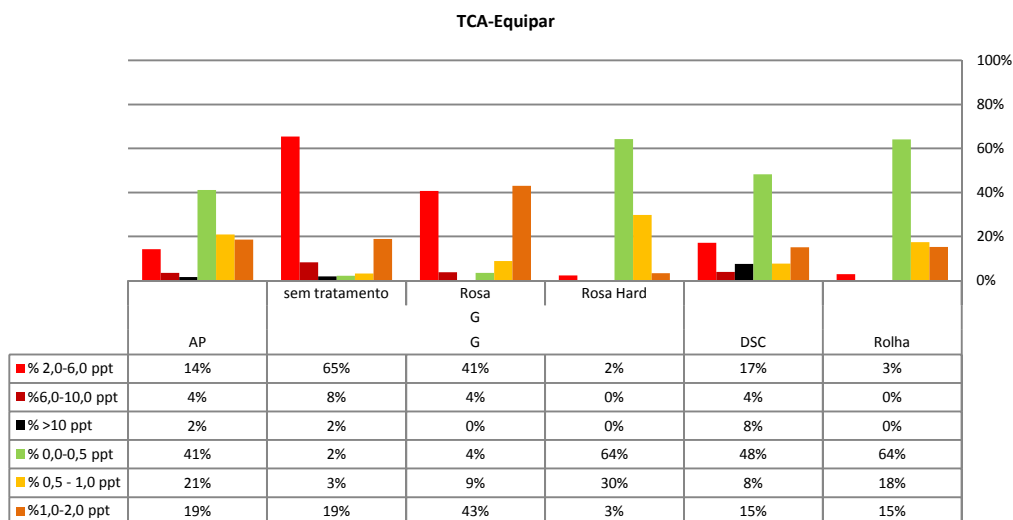


Gráfico 5-Resultados de TCA nos Grandes Grupos de Produtos

No Gráfico 6 o tratamento de dados é feito por tipo de Aparar. Onde podemos observar que o tipo de Aparar com menor incidência de TCA é a Barriga. Pelo contrário o tipo de Aparar com maior incidência é a broca, isto deve-se ao facto de este tipo de aparar antes de vir para a Equipar fica num “buffer” até ter quantidade suficiente para ser transportada. O tempo de espera, a humidade e o acondicionamento em pilha favorecem o desenvolvimento de fungos e correspondentemente a produção de TCA.

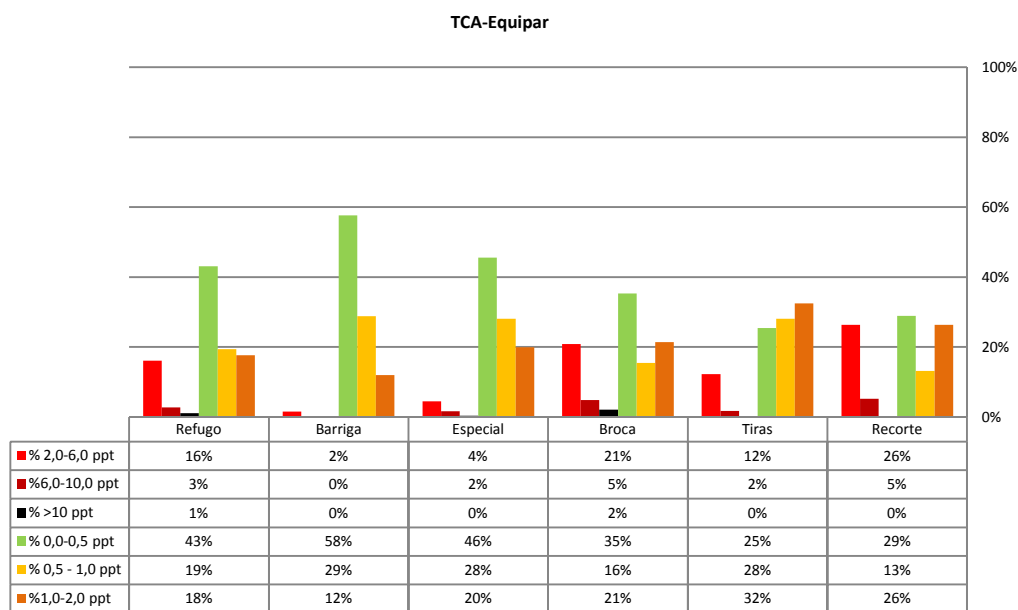


Gráfico 6-Resultados de TCA por Tipo de Aparar

Como podemos observar no Gráfico 7 onde o tratamento de dados foi feito por tipo de granulados, o granulado sem tratamento, o granulado da trituração 1 e o granulado da trituração2.Os granulados mais problemáticos são os da trituração1 e 2 que têm maior incidência de TCA porque são granulados sem tratamento.

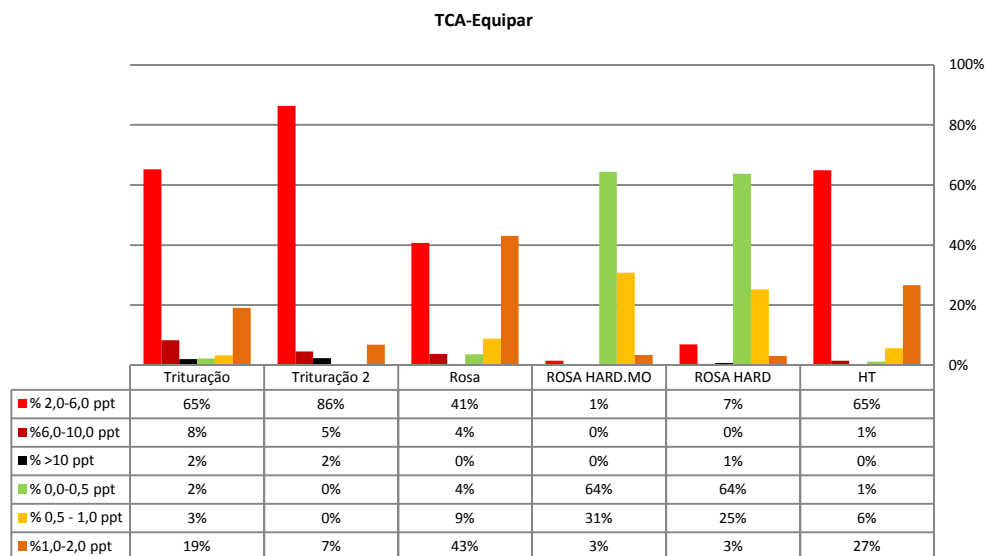


Gráfico 7-Resultados de TCA por Tipo de Granulado

No Gráfico 8 o tratamento de dados é feito pelo tipo de rolha que é produzida na Equipar. Como podemos observar todas as amostras apresentam incidência de TCA, sendo que as mais problemáticas são rolhas com corpo de granulado RA , rolhas para vinhos espumosos e sidras. Ainda assim as especificações são cumpridas.

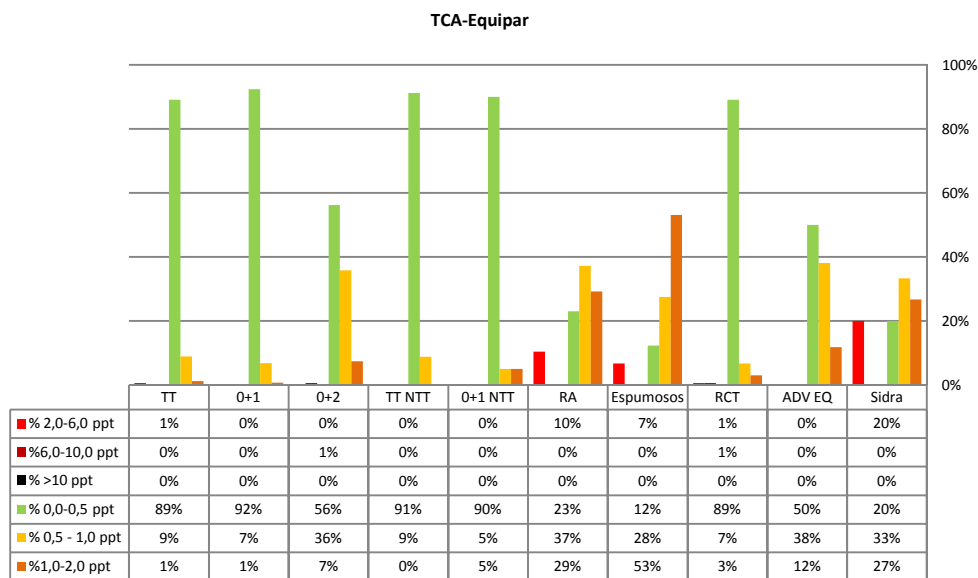


Gráfico 8-Resultados de TCA por Tipo de Rolha

No Gráfico 9 o tratamento de resultados feito por classes de discos. Tendo em conta a especificação dos discos $V_i \leq 2$ ppt podemos concluir pela observação do gráfico que as classes de discos com menor incidência de TCA são AA, A, com mais valores na gama [0,0 – 0,5 ppt] . Fazendo o tratamento dos resultados por gamas temos na gama de [0,0 – 0,5 ppt] a classe AA com maior incidência; na gama de [0,5-1,0 ppt] a classe com maior incidência de TCA é a B; na gama de [1,0 – 2,0 ppt] a classe com maior incidência de TCA é a C; na gama de [2,0 – 6,0 ppt] as classes AA e A têm maior incidência de TCA; na gama de [6,0 – 10,0 ppt] temos as classes A2, B e C, e por fim na gama [> 10 ppt] temos a classe C. De um modo geral podemos dizer que as classes mais problemáticas em termos de TCA são as classes B e C.

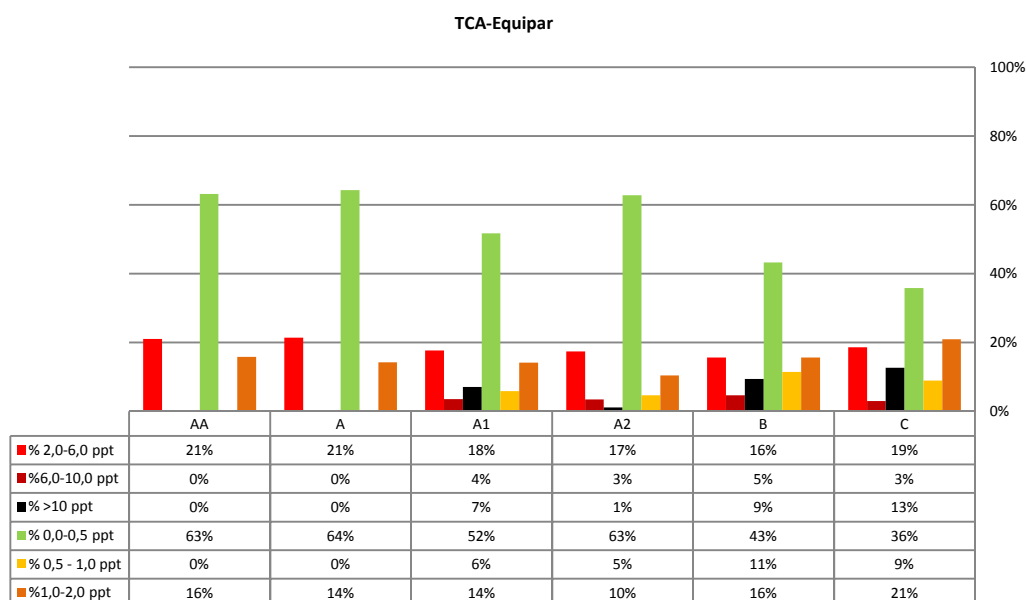


Gráfico 9- Resultados de TCA por Classe de Discos

CONCLUSÃO GERAL

Durante este estágio, o contacto com novas metodologias, os ensaios efectuados permitiram o alargar do conhecimento a vários níveis.

O acompanhamento do processo desde a entrada da matéria-prima na Equipar até ao processo de expedição é de elevada importância, pois quanto mais cedo forem detectados possíveis desvios às especificações dos materiais, menor será o impacto negativo no processo e nos respectivos custos do mesmo. Por sua vez produzimos com os olhos postos na excelência, desta forma cria-se em simultâneo um clima de confiança nos clientes, aos quais chega um produto de qualidade, que é o resultado de uma produção atenta e cuidada.

Um espírito crítico apurado e a constante optimização dos recursos e do esquema de organização do laboratório da qualidade, acompanhando sempre a evolução e as exigências dos processos produtivos dinâmicos, são essenciais para garantir um serviço adequado às necessidades da produção.

Estar na rotina do laboratório, no controlo da qualidade, foi imprescindível para a realização do presente relatório, mas também para perceber que urge a necessidade de encontrar novos mecanismos, mais rápidos e eficazes que as análises por GC de amostras de macerações. Numa indústria de excelência é cada vez mais importante provar o seu valor do mercado, e isso inclui uma rolha isenta de contaminantes, sem qualquer dúvida.

6 ANEXOS

6.1 ANEXO 1

Especificação de Rolhas Aglomeradas para vinho

Ensaio	Características	Especificação
Físicos Mecânicos	Comprimento (l)	$\pm 1,0\text{mm}$
	Diâmetro (d)	$\pm 0,4\text{ mm}$
	Humidade	$\leq 0,3\text{ mm}$
	Peso Específico (RA)	4-9%
	Peso Específico (RCT)	250-330 Kg/m ³
	Força Extracção	15-40 daN
	Vedação	$\leq 1,5\text{ bar}$
Químicos	Teor de Peróxidos	$\leq 0,1\text{ mg/rolha}$
	Teor de Pó	$\leq 3\text{ mg/rolha}$

Especificação de Rolha Twin-Top para vinho

Ensaio	Características	Especificação
Físicos Mecânicos	Comprimento (l)	$\pm 1,0\text{mm}$
	Diâmetro (d)	$\pm 0,4\text{ mm}$
	Humidade	$\leq 0,3\text{ mm}$
	Peso Específico (RA)	4-9%
	Peso Específico (RCT)	250-330 Kg/m ³
	Força Extracção	20-40 daN
	Vedação	$\leq 1,5\text{ bar}$
Químicos	Teor de Peróxidos	$\leq 0,1\text{ mg/rolha}$
	Teor de Pó	$\leq 3\text{ mg/rolha}$

Especificação de Rolha Aglomerada Espumosos

Ensaio	Características	Especificação
Dimensionais	Comprimento (l)	$\pm 1,0\text{mm}$
	Diâmetro (d)	$\pm 0,3\text{mm}$
	Ovalidade	$\leq 0,3$
	Chanfro	1 ch = 5,5 mm/ 2ch=4 mm
Físicos Mecânicos	Humidade	4-9%
	Peso Específico	230 -310 Kg/m ³
	Momento de Torção	$\geq 35\text{daN.cm}$
	Ângulo de Torção	$\geq 35^\circ$
	Tensão de Corte	$\geq 6\text{daN.cm}^2$
	Força de Extração	10 – 20 daN
	Torque	10 – 20 daN
	Vedação a gás	$\leq 5\text{ bar}$
	Vedação	$\leq 6\text{ bar}$
	Bomba Hidrostática	Ausência de degradação
	Absorção	$< 45\%$
Químicos	Teor de Peróxidos	$\leq 0,1\text{ mg/rolha}$
	Teor de Pó	$\leq 3\text{ mg/rolha}$
TCA	2,4,6 - triclóroanisol	Ver anexo 6
Sensorial	Características	Ausência de “off-flavours”

Especificação de Rolha Advantec

Ensaio	Características	Especificação
Físicos Mecânicos	Comprimento (l)	$\pm 1,0\text{mm}$
	Diâmetro (d)	$\pm 0,4\text{ mm}$
	Humidade	$\leq 0,3\text{ mm}$
	Peso Específico (RA)	4-9%
	Força Extração	15-35daN
	Vedação	$\leq 1,5\text{ bar}$
Químicos	Teor de Peróxidos	$\leq 0,1\text{ mg/rolha}$
	Teor de Pó	$\leq 3\text{ mg/rolha}$
TCA	2,4,6 - tricloroanisol	Ver anexo 6

Especificação de Rolhas Técnicas 1+1,0+1 e 0+2

Ensaio	Características	Especificação
Dimensionais	Comprimento (l)	$\pm 1,0\text{mm}$
	Diâmetro (d)	$\pm 0,3\text{mm}$
	Ovalidade	$\leq 0,3$
	Chanfro	1 ch = 4 mm
Físicos Mecânicos	Humidade	4-9%
	Peso Específico	230 -310 Kg/m ³
	Momento de Torção	$\geq 35\text{daN.cm}$
	Ângulo de Torção	$\geq 35^\circ$
	Tensão de Corte	$\geq 6\text{daN.cm}^2$
	Força de Extração	20 –40daN
	Torque	10 – 20 daN
	Vedação a gás	≤ 5 bar
	Vedação	≤ 6 bar
	Bomba Hidrostática	Ausência de degradação
	Absorção	< 45%
Químicos	Teor de Peróxidos	$\leq 0,1$ mg/rolha
	Teor de Pó	≤ 3 mg/rolha
TCA	2,4,6 - triclороанisol	Ver anexo 6
Sensorial	Características	Ausência de “off-flavours”

6.2 ANEXO 2

6.2.1 Recepção e Compra- Especificação de TCA

Produto	Critérios de Aceitação (ng/l)
Apara	$V_i \leq 10$
Granulado	$V_m \leq 6$ e $100\% V_i \leq 10$
Granulado com Rosa	$V_m \leq 2$ e $100\% V_i \leq 3$
Corpos	$V_m \leq 2$ e $100\% V_i \leq 3$
Discos	$V_m \leq 2$ e $100\% V_i \leq 3$

6.2.2 Processo e Produto Final - Especificação de TCA

Produto	Critérios de Aceitação (ng/l)
Rolha Twin-Top	$V_m \leq 2$ e $100\% V_i \leq 3$
Rolha Champanhe, 0+1 e 0+2	$V_m \leq 2$ e $100\% V_i \leq 4$
Rolha Aglomerada com “rosa”, Sidra e Advantec	$V_m \leq 2$ e $100\% V_i \leq 3$
Rolha Aglo Espumante	$V_m \leq 3$ e $100\% V_i \leq 4$
Rolha Aglomerada sem “rosa”	$V_m \leq 3$ e $100\% V_i \leq 5$

6.3 ANEXO 3

Tabela de Resultados dos Ensaio de Torção.

	Momento			Ângulo			Tensão de Corte		
	Máximo	Médio	Mínimo	Máximo	Médio	Mínimo	Máximo	Médio	Mínimo
14/A0006STK	52,8	48,8	41,2	55	46	39	11,0	10,1	8,6
14/A0007STK	30,9	28,4	22,9	70	55	43	7,9	7,3	6,0
14/A0008STK	39,8	36,8	32,5	64	52	41	10,1	9,4	8,3
14/A0010STK	50,5	45,2	39,8	50	41	36	10,4	9,3	8,3
14/A0013STK	47,5	44,4	39,8	61	49	42	8,9	8,3	7,4
14/A0014STK	55,9	53,0	45,6	53	49	42	10,8	10,3	8,9
14/A0028STK	55,2	50,6	47,5	54	46	40	10,8	10,5	10,2
14/A0040STK	62,2	52,8	43,7	58	50	43	12,9	10,9	9,0
14/A0041STK	42,6	40,0	37,0	57	49	41	10,0	9,4	8,7
14/A0049STK	40,0	34,8	32,3	55	47	40	11,7	10,2	9,5
14/A0050STK	39,5	35,1	29,0	56	52	44	11,5	10,2	8,5
14/A0051STK	50,7	45,8	41,9	61	47	42	9,9	8,9	8,3
14/A0052STK	46,5	42,9	36,7	53	46	40	9,1	8,4	7,1
14/A0055STK	54,5	48,7	43,3	49	45	38	11,3	10,1	8,9
14/A0067STK	59,6	53,9	45,6	57	49	43	11,1	10,1	8,6
14/A0068STK	51,2	48,6	44,4	60	46	39	10,1	9,5	8,8
14/A0069STK	47,5	43,7	41,2	52	42	30	9,8	9,0	8,5
14/A0073STK	51,4	48,6	41,9	49	43	40	10,7	10,1	8,6
14/A0074STK	50,0	46,9	42,8	59	40	32	10,3	9,7	8,8
14/A0076STK	43,7	37,1	32,0	44	40	36	11,6	9,8	8,5
14/A0078STK	51,2	47,9	43,5	52	44	38	10,0	9,4	8,5
14/A0079STK	52,8	48,1	44,0	54	45	39	10,8	9,9	9,0
14/A0089STK	41,2	33,9	27,6	58	48	36	10,9	8,9	7,2
14/A0090STK	52,6	46,8	39,5	56	47	40	10,3	9,2	7,8
14/A0091STK	53,8	50,7	41,4	65	54	41	10,1	9,5	7,7

7 BIBLIOGRAFIA

- Anónimo (1996) *Quercus: Quantitative experiments to determine the components responsible and eliminate the causes of undesirable sensory characteristics in drinks stoppered with cork*. Sta. Maria de Lamas. Ed. CELiège..
- APCOR,2010, “Cork Information Bureau 2010”
http://www.apcor.pt/userfiles/File/Cortica%20Materia%20Prima_PT.pdf
-14-05-2014
- APCOR – Cortiça. Cultura, Natureza, Futuro
http://apcor.pt/userfiles/File/CIB/Cortica_Materia-Prima_PT.pdf- 10-06-2014
- APCOR - “Quatro gerações, um destino: a excelência”
<http://www.amorim.com/corticeira-amorim/apresentacao/>
- Bicho, M. (2003) “A rolha de cortiça- da floresta à utilização”, Ed. APCOR, Sta M^a de Lamas
- Brunet, A. P., & New, S. (2003). *Kaizen in Japan: an empirical study*. *International Journal of Operations & Production Management*, 23(12), 1426–1446. Retrieved from [http://www.ceroaverias.com/archivoeditorial11/kaizen en japon.pdf](http://www.ceroaverias.com/archivoeditorial11/kaizen%20en%20japon.pdf)
- Cabral Miguel, “Contaminantes na cortiça”, formação avançada de cortiça 1^a edição, Amorim & Irmãos, S. A., Set./Dez.2013

- Coque, J.J.R.; Pérez, E.R.; Goswami, M.; Martínez, R.F.; García, S.C.; Rodríguez, M.L.A.; Martín, J.F.M. (2006).- INBIOTEC. “*Contaminação do Vinho por Haloanisóis: Desenvolvimento de estratégias biotecnológicas para prevenir a contaminação de rolhas de cortiça por cloroanisóis*”. Ed. APCOR, St^a M^a de Lamas
- J. Pawliszyn: “Applications of Solid Phase Microextraction”, Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK, 1999.
- Lopes, T., Estudos de Migração de 2,4,6-tricloroanisol através de vedantes., Tese de Mestrado Integrado, FEUP, Portugal, 2008;
- Lopes, P., Saucier, C., Teissedre, P., Main route of oxygen ingress through different closures into wine bottles, J. Agric. Food Chem., 55, 5167-5170; 2007;
- Marques, J., Desenvolvimento de um método para determinação de cloroanisóis e clorofenóis em amostras de solo, Tese de Mestrado Integrado em Engenharia Química, FEUP, Portugal, 2009.
- Marco Gomes da Silva- “Técnicas de Cromatografia Gasosa”, curso para Amorim 2011, Faculdade de Ciências e Tecnologia - Universidade Nova de Lisboa
- Mário Caetano,CTB - “Ciência e Tecnologia da Borracha”, 2010-2012. - <http://www.ctb.com.pt/>
- Morgado João, “Extrusão em Rolhas Técnicas de Cortiça”, Trabalho realizado, Instituto Politécnico de Santarém – ESAS, 2011
- Neto Paula Maria da CostaVieira “*Estudo dos efeitos de matriz por micro-extracção em fase sólida na região de espaço de cabeça*”, Tese de Mestrado, Universidade de Aveiro, 2005

- Pais Vera, “Migração e Absorção de TCA em rolhas e vinhos, após engarrafamento”, trabalho final de curso, IPT,2013
- Fernandes, José Pedro,2013 I&D Amorim Florestal Outubro , “Cozedura e Sensoriais”
- Fortes, M.A.; Rosa, M.E.; Pereira, H. 2004. A Cortiça. 2ª Edição. Instituto Superior Técnico. Lisboa-Portugal
- Gil, L (1998). *Cortiça- Produção, Tecnologia e Aplicação*, Ed INETI, Lisboa
- Gil, L. (2006) “*A cortiça e o vinho*”, Ed INETI, Lisboa
- Gil, L. (sem data). “A cortiça como material de construção- Manual Técnico”. Ed. APCOR, Stª Mª de Lamas
- Relatório de contas 2013 – Corticeira Amorim, http://www.amorim.com/xms/files/Investidores/5_Relatorio_e_Contas/P_T_R_C_Corticeira_Amorim2013.pdf
- Riboulet, J-M.; Alves, L.A.R; Urreizti, N. (2002). “Quantificação dos cloroanisóis por micro extracção em fase sólida (SPME) e cromatografia gasosa (GC) com detecção por espectrometria de massa (MS) em maceados de lotes de rolhas de cortiça ou em vinho”. *Ciência Téc. Vitiv.* 17 (2), 61-71
- Valente, A.L.P.e Augusto, F. (1999) – “Micro-extracção por fase sólida” – *Química Nova*, volume nº22