

Mestrado Integrado em Engenharia Química

Otimização do processo de moldação associado à produção de rolhas de champanhe e de outras bebidas efervescentes

Tese de Mestrado

de

Luís Miguel Pinto de Moura

Desenvolvida no âmbito da unidade curricular de Dissertação

realizado em

Relvas II - Rolhas de Champanhe, S.A.



Orientador na FEUP: Prof. Fernão Magalhães

Orientador na Relvas II - Rolhas de Champanhe, S.A.: Eng.º Emanuel Cabeça



Departamento de Engenharia Química

Julho de 2016

Agradecimentos

Este trabalho foi financiado por: Relvas II - Rolhas de Champanhe, S.A. e pelos projetos POCI-01-0145-FEDER-006939 - Laboratório de Engenharia de Processos, Ambiente, Biotecnologia e Energia - LEPABE e NORTE-01-0145-FEDER-000005 - LEPABE-2-ECO-INNOVATION, financiado pelo Fundo Europeu de Desenvolvimento Regional (FEDER), através do COMPETE2020 - Programa Operacional Competitividade e Internacionalização (POCI) e Programa Operacional Regional do Norte (NORTE2020) e por fundos nacionais através da Fundação para a Ciência e a Tecnologia I.P.

Em primeiro lugar, agradeço à empresa Relvas II - Rolhas de Champanhe, S.A. a oportunidade de poder realizar a minha dissertação nesta empresa. Dentro deste grupo, gostaria de dirigir o meu agradecimento ao Engenheiro Emanuel Cabeça pela dedicação e o empenho demonstrados no decorrer de toda a dissertação.

Ao meu orientador na Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, o Professor Fernão Magalhães, agradeço todo o apoio, disponibilidade e orientação demonstrados ao longo da realização desta dissertação.

Ao Professor Adélio Mendes agradeço a disponibilidade e todo o conhecimento transmitido sobre planeamento de experiências.

Aos meus amigos agradeço essencialmente a amizade incondicional e por estarem presentes nas etapas mais importantes da minha vida. Em particular, agradeço aos meus amigos de faculdade, em especial à Diana, Maria e Inês, que me acompanharam e me aturaram ao longo destes cinco anos. À Mariana agradeço o companheirismo e todo o apoio durante estes 5 meses, bem como a amizade nestes últimos cinco anos.

Agradeço também a todo corpo integrante da empresa pelo apoio, carinho, simpatia e boa disposição ao longo deste projeto. Um especial obrigado à equipa de laboratório, Dona Branca, Tiago e Patrícia, pelo apoio e conselhos dados.

Por último, quero agradecer à minha família, em especial aos meus pais, o esforço, apoio, motivação e paciência demonstrada ao longo dos cinco anos de formação.

Obrigado a todos,

Luís



Resumo

A complexidade do processo de moldação associado à produção de rolhas de champanhe, e o apertado controlo de qualidade, exigem o desenvolvimento e o melhoramento de processos de fabrico de forma a satisfazer as exigências dos clientes. Este trabalho procura definir a melhor combinação de fatores que aumentam a robustez do processo associado à produção de rolhas de champanhe, com foco na redução de variabilidade, através do desenho de experiências.

A utilização deste método estatístico irá permitir a produção de corpos aglomerados com uma massa nominal de 11 g de forma a garantir a homogeneidade do comportamento da rolha na fase de engarrafamento. Consideraram-se como fatores de estudo a quantidade de cola, a velocidade da estufa, a humidade do granulado e o tempo de mistura do granulado com o adesivo, a fim de determinar a influência destes parâmetros no processo de moldação. De forma a validar o modelo empírico facultado pela metodologia RSM, testou-se a melhor combinação de valores das variáveis independentes de forma a otimizar o peso dos corpos aglomerados.

Este estudo permitiu concluir que a quantidade de cola e a velocidade da estufa têm uma forte influência sobre a propriedade estudada. Contudo, há interações de segunda ordem estatisticamente significativas que têm impacto na moldação, sendo elas, a interação quantidade de cola-humidade e a interação velocidade da estufa-quantidade de cola. Associado a este estudo, determinou-se a influência do peso do corpo aglomerado em propriedades mecânicas - torção e compressão.

Palavras Chave (Tema): Moldação, Corpos aglomerados, Rolhas, Otimização, Desenho de experiências, RSM.

Abstract

The complexity of the molding process associated with the production of champagne stoppers, and tight quality control requires the development and improvement of manufacturing processes to meet customer requirements. This work seeks to define the best combination of factors that increase the robustness of the process associated with the production of champagne corks, with a focus on reducing variability through design of experiments (DOE).

The use of this statistical method will allow production of agglomerated bodies, with a nominal weight of 11 g in order to guarantee the behavior of the stopper in the bottling stage homogeneity. It is considered as study factors the amount of glue, the speed of the oven, the mixing time between the granulate and the adhesive, in order to determine the influence of these parameters in the molding process. In order to validate the empirical model provided by RSM methodology, we tested the value of the optimal region to optimize the weight of the agglomerated bodies.

This study found that the amount of glue and the speed of the oven have a strong influence on the studied property.

However, there are second order interactions which have an impact on molding, these being the amount of glue-humidity interaction and amount of glue-oven speed interaction. Associated with this study, we determined the influence of weight of the agglomerated body in mechanical properties - torsion and compression.

Keywords (Subject): Molding, agglomerated bodies, stoppers, optimization, Design of Experiments, RSM.

Declaração

Declara, sob compromisso de honra, que este trabalho é original e que todas as contribuições não originais foram devidamente referenciadas com identificação da fonte.

Assinar e datar

Índice

1	Introdução.....	1
1.1	Enquadramento e Apresentação do Projeto	1
1.2	Relvas II - Rolhas de Champanhe, S.A.	5
1.3	Contributos do Trabalho.....	6
1.4	Organização da Tese	6
2	Contexto e Estado da Arte	7
2.1	Rolhas de Champanhe.....	7
2.1.1	Processo de Moldação	11
2.2	Rolhamento e desarmamento.....	13
2.3	Planeamento de Experiências (DOE)	14
2.3.1	Metodologia de Superfície de Resposta	15
3	Descrição Técnica.....	18
3.1	Preparação dos corpos aglomerados	18
3.2	Controlo de qualidade do granulado	19
3.2.1	Humidade.....	19
3.2.2	Massa Volúmica	19
3.2.3	Granulometria	20
3.3	Ensaio de caracterização dos corpos aglomerados	20
3.3.1	Carta de controlo	20
3.3.2	Ensaio de absorção a água.....	20
3.3.3	Ensaio de água fervente	20
3.3.4	Torção.....	20
3.3.5	Força de compressão	21
3.4	Planeamento de Experiências	22
3.4.1	Aplicação informática de apoio	25
4	Discussão e Resultados.....	27
4.1	Caracterização do processo de moldação	27
4.2	Planeamento de Experiências	28

4.2.1	Testes prévios	28
4.2.2	Adequação do modelo empírico	30
4.2.3	Efeito das variáveis na resposta	36
4.2.4	Otimização das condições de operação	39
4.3	Análise de outras propriedades	41
5	Conclusões	43
5.1	Objetivos Realizados	44
5.2	Limitações e Trabalho Futuro	44
5.3	Apreciação final	44
6	Referências Bibliográficas.....	45
Anexo 1	Testes Prévios	48
Anexo 2	Desenho de Experiências	49
Anexo 3	Superfície de Resposta	52
Anexo 4	Condição ótima	53
Anexo 5	Ensaio de absorção de água	54

Índice de Figuras

<i>Figura 1.1-Cortiça.</i>	1
<i>Figura 1.2-Estrutura celular da cortiça.</i> ^{[5][6]}	2
<i>Figura 2.1-Composição da rolha de champanhe.</i>	7
<i>Figura 2.2-Ciclo de vida das rolhas de champanhe da empresa Relvas II-Rolhas de champanhe S.A.</i> ^[18]	8
<i>Figura 2.3-Produtos ao longo do processo de produção de rolhas de champanhe.</i>	10
<i>Figura 2.4-Reação de polimerização do poliuretano.</i> ^[22]	12
<i>Figura 2.5-Reação do grupo isocianato com água.</i> ^[22]	12
<i>Figura 2.6-Corpos aglomerados de cortiça.</i>	12
<i>Figura 2.7-Representação esquemática de uma rolha de champanhe antes da inserção, inserida na garrafa e depois da remoção da garrafa.</i> ^[20]	13
<i>Figura 2.8-Superfície de resposta com curvatura.</i> ^[27]	16
<i>Figura 2.9-Metodologia utilizada pelo RSM.</i> ^[25]	17
<i>Figura 3.1-Moldadora da empresa Relvas II-Rolhas de Champanhe S.A.</i>	18
<i>Figura 3.2-Sistema de medição de massa volúmica e de granulometria.</i>	19
<i>Figura 3.3- Equipamento de medição do ensaio de torção.</i>	21
<i>Figura 3.4-Equipamento de medição da força de compressão.</i>	21
<i>Figura 3.5-Metodologia utilizada para aplicação do DOE.</i>	22
<i>Figura 4.1-Cartas de controlo: (A) Peso dos corpos aglomerados (B) Massa volúmica do granulado.</i> ...	27
<i>Figura 4.2-Influência da massa volúmica do granulado no peso dos corpos aglomerados.</i>	27
<i>Figura 4.3-Distribuição granulométrica do granulado de cortiça.</i>	28
<i>Figura 4.4-Representação gráfica dos resultados experimentais e calculados para a resposta considerada.</i>	32
<i>Figura 4.5-Gráfico de Resíduos em função da resposta prevista.</i>	33
<i>Figura 4.6-Mean Effect para cada fator.</i>	34
<i>Figura 4.7-Gráfico de interações.</i>	35
<i>Figura 4.8-Superfície de resposta para os dois fatores com mais impacto.</i>	38
<i>Figura 4.9-Gráfico de contorno para os dois fatores com mais impacto.</i>	38
<i>Figura 4.10-Corpos aglomerados após o ensaio de água fervente.</i>	40
<i>Figura 4.11-Influência do peso dos corpos aglomerados em propriedades mecânicas: (A) Ensaio de compressão (B) Ensaio de Torção.</i>	41

Índice de Tabelas

<i>Tabela 1.1-Propriedades da cortiça.</i>	3
<i>Tabela 1.2-Distribuição mundial da área florestal do sobreiro e da produção.</i>	4
<i>Tabela 2.1-Especificações técnicas das rolhas de champanhe.</i>	11
<i>Tabela 3.1-Caraterísticas do adesivo.</i>	18
<i>Tabela 3.2-Níveis experimentais dos quatro fatores.</i>	24
<i>Tabela 3.3-Matriz de experiências geradas pelo JMP.</i>	24
<i>Tabela 4.1-Variáveis do processo de moldação.</i>	29
<i>Tabela 4.2-Testes de hipóteses para certas variáveis.</i>	30
<i>Tabela 4.3-Massa volúmica para cada humidade.</i>	31
<i>Tabela 4.4-Resultados experimentais para a resposta medida.</i>	31
<i>Tabela 4.5-Parâmetros da análise de variância.</i>	33
<i>Tabela 4.6-Tabela ANOVA.</i>	36
<i>Tabela 4.7-Comparação da resposta medida com a resposta prevista pelo modelo.</i>	37
<i>Tabela 4.8-Condições operatórias para a minimização da variabilidade.</i>	39
<i>Tabela 4.9-Caraterísticas otimizadas do processo de moldação.</i>	39
<i>Tabela 4.10-Estudo do ensaio de torção com as condições otimizadas.</i>	41

Notação e Glossário

T	Valor nominal
R	Coeficiente de correlação

Letras gregas

β	Coeficientes de polinómio
ε	Erro experimental
S	Desvio padrão
T	Desvio padrão ao valor nominal
\bar{t}	Desvio padrão médio ao valor nominal
α	Nível de significância
μ	Valor médio

Índices

i	Índice ou contador
j	Índice ou contador

Lista de Siglas

<i>DOE</i>	<i>Design of Experiments</i>
<i>TDI</i>	<i>Toluen diisocianato</i>
<i>TCA</i>	<i>2,4,6-tricloroanisol</i>
<i>CCD</i>	<i>Central Composite Design</i>
<i>RSM</i>	<i>Response Surface Methodology</i>
<i>ISO</i>	<i>International Organization for Standardization</i>
<i>SO₂</i>	<i>Dióxido de Enxofre</i>

1 Introdução

1.1 Enquadramento e Apresentação do Projeto

A cortiça, desde há muito tempo utilizada pelo Homem (3000 A.C.), é um material de origem natural proveniente da casca do sobreiro (*Quercus suber L.*) que se caracteriza pelas suas propriedades únicas (físicas, mecânicas e químicas).^[1] A cortiça é classificada como um tecido vegetal polimérico 100% natural que constitui o revestimento exterior do tronco e ramos do sobreiro (*Quercus suber L.*), também conhecido como felema (Figura 1.1). Este tecido vegetal homogéneo e compacto é formado por células mortas suberinizadas, funcionando como uma camada de células protetoras dos órgãos da planta, sendo constituinte do sistema da periderme que reveste os caules.^[2] Tem uma gama diversificada de aplicações, como materiais de construção e decoração, moda e transportes. Contudo, é na sua relação com os vinhos que se destaca (nomeadamente nas rolhas de cortiça).^[3]



Figura 1.1-Cortiça.

Na cortiça, as paredes celulares são constituídas por um composto que inclui polímeros como a suberina, lenhina e os polissacarídeos. As células são fechadas e preenchidas por uma espécie de ar, uma mistura de azoto e oxigénio. Em média existem cerca de 40 milhões de células em cada centímetro cúbico de cortiça ou aproximadamente 800 milhões de células numa única rolha de cortiça.^[3]

As células de cortiça são originadas pelo felogénio que começa a desenvolver-se sob a epiderme. O felogénio do sobreiro consiste numa assentada, mais ou menos cilíndrica de células do mesmo tipo, que apresentam na secção transversal uma forma retangular, com o lado mais curto na direção radial e, na secção tangencial, uma forma poligonal mais ou menos regular. A fração em volume do sólido que constitui as células não excede os 30 %; a cortiça 15 % e as células são fechadas. As dimensões das células da cortiça variam bastante, quer de

cortiça para cortiça, quer mesmo numa prancha de cortiça. O ciclo anual da cortiça compreende duas fases: a atividade vegetativa (primavera e verão) e atividade de repouso (inverno e outono). Durante a fase vegetativa, o felogénio encontra-se mais ativo, enquanto na fase de repouso a atividade do felogénio não é tão acentuada. O conjunto de células produzidas pelo felogénio durante o ciclo vegetativo constitui o chamado anel de crescimento anual. ^[2] A disposição das células de cortiça face às direções é apresentada na Figura 1.2.

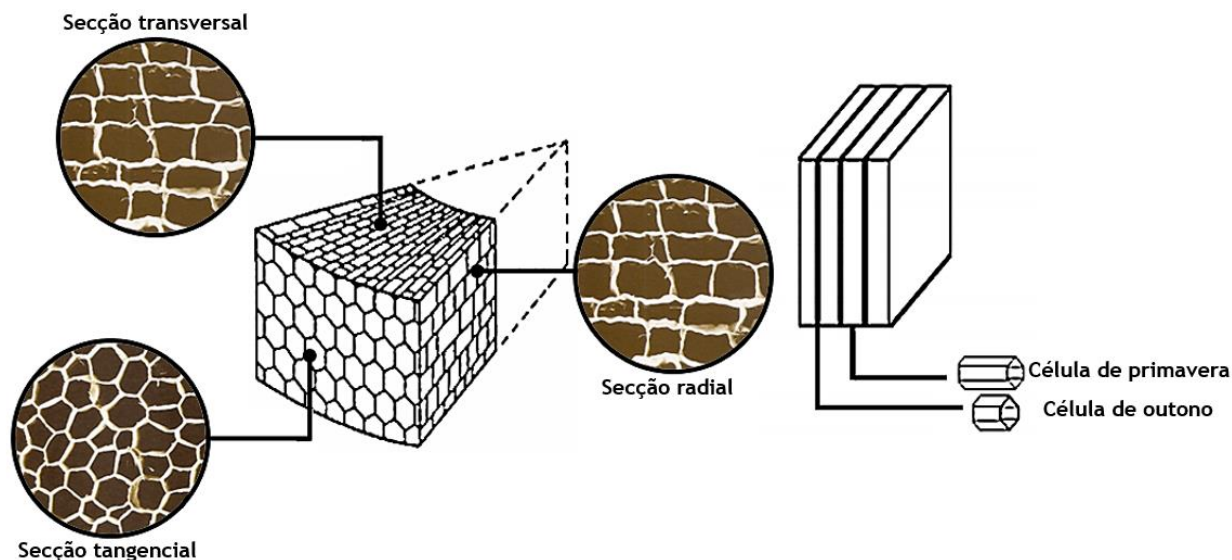


Figura 1.2-Estrutura celular da cortiça. ^{[5][6]}

As propriedades características da cortiça são resultado da constituição química. A composição química da cortiça apresenta diferenças significativas conforme a origem geográfica, o clima, as dimensões e idade da árvore, ano (se é virgem ou de reprodução), origem genética e condições de crescimento. ^[7]

As paredes celulares da cortiça são constituídas por componentes estruturais e por constituintes não estruturais. Os componentes estruturais incluem a suberina, a lenhina e os polissacarídeos, são moléculas de elevado peso molecular de natureza polimérica, insolúveis, responsáveis por aproximadamente 85 % da massa seca da cortiça, constituindo a base física das paredes celulares.

Os componentes não estruturais são fáceis de remover por simples solubilização em solventes de polaridade adequada, permanecendo as propriedades mecânicas da cortiça inalteráveis. Dividem-se em extratáveis e componentes inorgânicos. Os extratáveis são compostos de pequena massa molecular como os ceróides e os compostos fenólicos. Os compostos fenólicos, moléculas de baixo peso molecular, podem ser formados por processos de rutura de lenhina e suberina durante a produção de rolhas. Por isso, podem afetar as características organolépticas (cor, aroma e sabor) dos vinhos que entram em contacto com a cortiça. Os componentes inorgânicos, cinzas, são elementos minerais resultantes da incineração do material. ^[2]

Tipicamente, a cortiça apresenta como valor médio a seguinte composição química: suberina (45 %-polímero misto de monómeros aromáticos e alifáticos, poliéster com uma estrutura lipídica, responsável pelas propriedades elásticas e compressíveis); lenhina (27 %-polímero de carácter aromático que serve de suporte estrutural das paredes celulares); polissacarídeos (12 %-celulose e hemiceluloses da componente estrutural das paredes celulares); ceróides (6 %-compostos hidrofóbicos que asseguram impermeabilização); taninos (6 %-compostos polifenólicos responsáveis pela cor e proteção do material) e cinzas (4 %).

As propriedades macroscópicas do material são definidas pela estrutura celular da cortiça. A cortiça é constituída por um compósito, que inclui polímeros como a suberina, lenhina e os polissacarídeos, que se caracteriza por uma estrutura porosa.

Devido à sua estrutura alveolar, a cortiça apresenta uma baixa densidade, conferindo-lhe propriedades particulares como matéria-prima, tais como:

- A leveza;
- A elasticidade, compressibilidade e impermeabilidade;
- A eficiência como isolante térmico e acústico;
- A combustão lenta;
- A resistência ao atrito;
- As propriedades antiestáticas e hipoalergénicas.

Na Tabela 1.1 apresentam-se outras propriedades quantitativas da cortiça. ^{[3][5]}

Tabela 1.1-Propriedades da cortiça.

Massa volúmica	180 kg/m ³
Módulo de <i>Young</i> (tração)	18 MPa
Módulo de <i>Young</i> (compressão)	13 MPa
Coefficiente de <i>Poisson</i>	0,18
Coefficiente de atrito	0,3
Calor específico	35 J/kg·K
Coefficiente de difusão de água (20 °C)	4×10 ⁻¹⁰ m ² /s ³
Difusividade Térmica	1×10 ⁻⁶ m ² /s
Condutividade Térmica	0,045 W/m·K
Tensão de rotura	19 MPa

O sobreiro tem um crescimento lento, podendo atingir 250 a 350 anos de vida. Todavia, considera-se que a idade limite para a produção de cortiça seja entre 150 e 200 anos de longevidade. São precisos 25 anos até que um tronco de sobreiro comece a produzir cortiça e a ser rentável. Cada tronco tem que atingir um perímetro de cerca de 70 cm quando medido a 1,3 metros do chão. A partir de então, a sua exploração durará em média 150 anos.

Esta árvore é característica da região mediterrânica, localizada essencialmente em Espanha, Marrocos, Argélia, França, Itália e em Portugal, ocupando atualmente uma área total de 2,3 milhões de hectares, dos quais 34 % se encontram em Portugal, o que representa cerca de 23 % da área florestal nacional. A produção mundial total de cortiça é aproximadamente 340 mil toneladas, sendo que Portugal é o líder mundial na produção de cortiça, responsável por 50 % da produção mundial. A Tabela 1.1 apresenta a distribuição mundial das áreas florestais de sobreiro e a distribuição da produção mundial, em percentagem do total. ^{[3][8]}

Tabela 1.2-Distribuição mundial da área florestal do sobreiro e da produção.

País	Área de sobreiro (% do total)	Produção de cortiça (% do total)
Portugal	34,0	49,6
Espanha	27,0	30,5
Marrocos	18,0	5,8
Argélia	11,0	4,9
Tunísia	4,0	3,5
França	3,0	3,1
Itália	3,0	2,6

A nível nacional, a maioria do montado de sobreiro situa-se principalmente no Alentejo, representando 72 % da área nacional de sobreiro. ^[9]

A indústria de cortiça assume um papel relevante na economia portuguesa, tanto a nível de produção como a nível de transformação industrial. Em termos económicos, a exportação de cortiça representa 2 % das exportações nacionais, valores que representam aproximadamente 1 % do Produto Interno Bruto, o que equivale a 846 milhões de euros, sendo 19 % deste valor o valor de exportações de rolhas de champanhe. Os principais destinos das exportações portuguesas de cortiça são a França (20,1 %) e os Estados Unidos da América (15,6 %). Cerca de 70 % do valor de exportações de cortiça corresponde ao sector rolheiro, gerando 563 milhões de euros em 2011. Contudo, Portugal lidera também na importação de cortiça sob a forma de matéria-prima, visto que a cortiça nacional é insuficiente para fazer face à capacidade de produção instalada a nível industrial. ^{[3][10]}

Por outro lado, tem uma elevada importância social e ambiental uma vez que as florestas de sobreiros desempenham um papel ecológico determinante na luta contra a desertificação e na manutenção da biodiversidade (tanto a nível da fauna como da flora). ^[11]

Nestes últimos anos, o crescimento do mercado mundial de vinhos espumantes e gaseificados, como o champanhe, é notório. Anualmente, a produção em mais de 50 países corresponde a dois mil milhões de garrafas. A exigência do mercado de vinhos espumantes é muita, considerando uma correta e adequada vedação das garrafas um aspeto essencial para preservar as características do vinho espumante. O mercado deste tipo de vinhos tem preferência pelo vedante de cortiça comparando com os vedantes sintéticos. As rolhas de

champanhe representam 80 % dos vedantes utilizados neste mercado, os restantes 20 % correspondem aos vedantes sintéticos. ^[12]

Neste sentido, e tendo em conta a forte relação da cortiça com os vinhos torna-se imperativo fazer um estudo associados a estes vedantes tendo em conta a importância económica nacional e as suas vantagens: um menor consumo de recursos não renováveis e processos industriais leves comparativamente a outros vedantes artificiais. ^[13] Este vedante natural apresenta uma variabilidade no que diz respeito ao desempenho da rolha de cortiça devido à variabilidade da matéria-prima. ^[2]

Esta dissertação tem como objetivos realizar uma análise dos parâmetros de variabilidade do processo de moldação e aplicação de ferramentas de otimização (*Design of Experiments-DOE*) com vista à melhoria da performance mecânica da rolha de cortiça. Adicionalmente, contém uma apresentação de um plano de reengenharia do processo para implementação/ajuste dos parâmetros otimizados.

1.2 Relvas II - Rolhas de Champanhe, S.A.

A Relvas II - Rolhas de Champanhe, S.A. iniciou a sua atividade no setor corticeiro nacional enquanto produtora de rolhas de champanhe e rolhas de vinho de mesa em 1926, sendo anteriormente denominada por "RELVAS CORTIÇAS, S.A.". Mais tarde, em 1946, o fabrico de rolhas para vinhos de mesa foi abandonado, dedicando-se somente à produção de rolhas de champanhe.

A Relvas II - Rolhas de Champanhe, S.A. é constituída por duas unidades industriais:

- Cortiçadas de Lavre, onde se realiza seleção e preparação de cortiça, produção de granulados e discos de cortiça natural;
- Unidade de Mozelos, responsável pela fabricação de rolhas para champanhe e outras bebidas efervescentes.

Atualmente, a Relvas II - Rolhas de Champanhe, S.A pertence a um grupo de acionistas internacionais. A quota de mercado atual é da ordem dos 10 % (na gama média/alta), sendo a produção praticamente exportada para França, Itália, Alemanha e Estados Unidos.

O sucesso da Relvas II-Rolhas de Champanhe, S.A assenta no conhecimento consolidado do processo de fabrico e comercialização de rolhas de champanhe, decorrente de vários anos de experiência, garantindo assim a excelência e qualidade do produto desde a floresta até ao consumidor final. Paralelamente, a RELVAS II - Rolhas de Champanhe, S.A. está certificada com SYSTECODE EXCELLENCE e pelas normas ISO 14001, ISO 9001 e ISO 22000, formalizando as políticas de excelência que fazem da empresa uma referência no mercado de rolhas de Champanhe. ^[14]

1.3 Contributos do Trabalho

Esta dissertação é o primeiro estudo de otimização associado ao processo de moldação efetuado pela Relvas II-Rolhas de Champanhe, S.A. A realização deste trabalho permitirá à empresa reduzir a variabilidade relativa ao peso dos corpos aglomerados, o que posteriormente lhe permitirá determinar as variáveis críticas associadas a esta variabilidade. Por outro lado, permitirá reduzir o número de reclamações associadas ao desempenho do produto final no engarrafamento e aumentar a fiabilidade do produto no cliente.

A aplicação do planeamento de experiências (DOE) pressupõe a realização de experiências que conduzam à sua otimização. As estratégias a utilizar na condução das experiências, bem como o tratamento estatístico dos resultados alcançados, deverão levar a melhores condições do processo de moldação individual, assim como a benefícios económicos inerentes à produção de rolhas de champanhe.

Adicionalmente, a aplicação desta ferramenta de otimização poderá servir de base para trabalhos futuros relativos a outras fases do processo de fabrico das rolhas de champanhe.

1.4 Organização da Tese

Esta dissertação encontra-se estruturada em seis capítulos: Introdução, Contexto e Estado da Arte, Descrição Técnica, Resultados e Discussão, Conclusões, Referências Bibliográficas.

No capítulo 1, “Introdução”, é realizado um enquadramento do projeto desenvolvido, a apresentação da empresa onde se realizou a dissertação, bem como os contributos da mesma.

No capítulo 2, “Contexto e Estado da Arte”, encontra-se descrita toda abordagem de conceitos teóricos essenciais para a compreensão deste trabalho. O capítulo é dedicado ao processo de produção de rolhas de champanhe, assim como à metodologia utilizada para otimização do processo.

No capítulo 3, “Descrição Técnica”, explicam-se os métodos utilizados na obtenção dos resultados.

No capítulo 4, “Resultados e Discussão”, apresentam-se os principais resultados obtidos durante a realização da dissertação e a sua respetiva análise e discussão.

O capítulo 5, “Conclusões”, sintetiza as conclusões do trabalho, bem como a apreciação do trabalho realizado.

O último capítulo diz respeito à bibliografia consultada que sustenta este trabalho.

2 Contexto e Estado da Arte

Este capítulo encontra-se dividido em duas secções. A primeira secção é referente ao processo de produção de rolhas de champanhe. Na segunda secção, é abordada a ferramenta de otimização utilizada-Planeamento de Experiências.

2.1 Rolhas de Champanhe

As rolhas técnicas são constituídas por um corpo denso, de cortiça aglomerada, com discos de cortiça natural colados no seu topo ou em ambos os topos, como ilustrado pela Figura 2.1. Assim sendo, as rolhas de champanhe são consideradas rolhas técnicas, pois são produzidas a partir de um corpo formado por aglomerado de grânulos de cortiça, ao qual, num dos topos, é aplicado um, dois ou três discos de cortiça natural selecionada. Este tipo de rolhas caracteriza-se pela sua estabilidade e resistência mecânica.



Figura 2.1-Composição da rolha de champanhe.

Em termos visuais, apresentam qualidade homogénea devido ao corpo aglomerado. Os discos de cortiça natural utilizados nos topos apresentam uma distribuição de poros, em tamanho e concentração, que definem o padrão visual, definindo também a classe associada às rolhas de champanhe. ^[15]

As rolhas de champanhe possuem um diâmetro e densidade superiores às outras rolhas de cortiça devido a estarem sujeitas a pressões elevadas, derivadas das bebidas gaseificadas como a champanhe, suportando pressões entre 5 e 6 bar. ^[16]

A função do corpo de cortiça aglomerada é garantir níveis de elasticidade e capacidade de vedação elevadas, assegurando que a pressão no interior da garrafa se mantenha constante. Ao mesmo tempo, os discos de cortiça natural asseguram que o líquido no interior da garrafa apenas entra em contacto com a cortiça natural. ^[17]

O ciclo de vida das rolhas de champanhe começa com a extração da cortiça dos sobreiros. É o chamado descortiçamento, que se realiza durante a fase mais ativa do crescimento da cortiça, entre meados de maio ou princípios de junho até meados ou fim de agosto. ^[2]

O ciclo de vida das rolhas de champagne da empresa Relvas II-Rolhas de champagne S.A é apresentado na forma de um fluxograma como exemplifica a Figura 2.2.

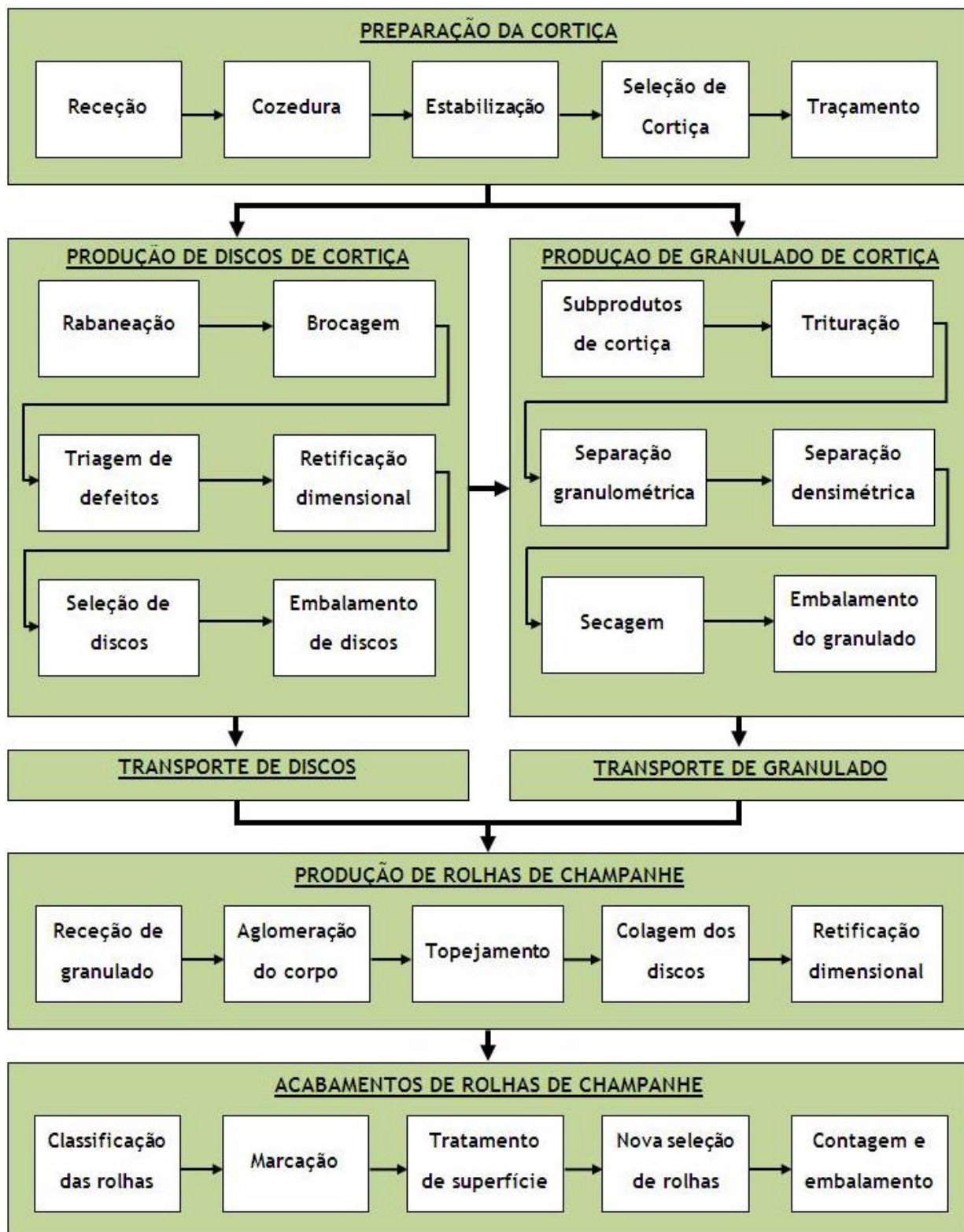


Figura 2.2-Ciclo de vida das rolhas de champagne da empresa Relvas II-Rolhas de champagne S.A. [18]

A cortiça pode ser classificada em três categorias diferentes: cortiça virgem, secundeira e amadia. As cortiças virgem e secundeira são de qualidade inferior e são utilizadas para a

produção de aglomerados de cortiça, visto que apresentam uma estrutura irregular e muito porosa. A cortiça amadia, adequada para a produção de rolhas (uma vez que apresenta a qualidade desejada para esse fim), é obtida a partir do terceiro descortiçamento. O intervalo de tempo mínimo entre duas tiradas de cortiça consecutivas é de nove anos, idade legal da cortiça.

Após o descortiçamento, as pranchas de cortiça são empilhadas na floresta ou em estaleiros dentro das instalações de uma fábrica durante pelo menos seis meses. Aí permanecem expostas ao ar livre, ao sol e à chuva, de forma a permitir a estabilização da cortiça.

Após este repouso, segue-se a primeira cozedura com o objetivo de limpar a cortiça e extrair as substâncias hidrossolúveis (taninos e sais minerais), aumentar a espessura e a elasticidade e amaciar as pranchas. Tradicionalmente, esta etapa é efetuada em água a 100 °C durante 1 hora.

Para as pranchas de cortiça atingirem uma humidade entre 8-16 %, segue-se uma estabilização entre 1 a 4 semanas. Posteriormente, realiza-se uma segunda cozedura durante 30 minutos, seguindo-se um novo período de repouso. As pranchas cozidas serão selecionadas conforme o calibre e a sua utilização, formando fardos. De seguida, serão armazenadas para manter as suas características físicas aquando da sua transformação. ^[19]

Depois deste período de armazenamento, segue-se a rabaneação, que consiste em transformar pranchas de cortiça em tiras. Posteriormente, as duas faces das tiras de cortiça (a face mais rugosa no lado exterior da árvore, designado por costa, e o lado interior que está mais junto ao tronco, designado por barriga) são cortadas de modo a obter lâminas de cortiça macias e uniformes com cerca de 6,5 mm de espessura. Estas lâminas são perfuradas mecanicamente em círculos, e esta etapa denomina-se por brocagem. Os discos passam por uma seleção de modo a dividi-los segundo as categorias estabelecidas, sofrendo de seguida uma correção dimensional. Os desperdícios de outras operações de processamento de cortiça, assim como refugos, cortiça virgem e secundeira são utilizados para produção de granulados através da trituração. É também efetuada uma separação granulométrica, seguindo-se uma separação densimétrica, por sua vez o granulado será encaminhado para um equipamento de vaporização para conferir ao granulado o grau de humidade desejado e melhorar as características sensoriais organoléticas (redução do teor de TCA). O 2,4,6-tricloroanisol (TCA) é o componente responsável responsável por odores e sabores desagradáveis em vinhos engarrafados.

A aglutinação do granulado de cortiça, normalmente por polimerização a quente, com resinas sintéticas ou com resinas de origem vegetal e aditivos forma o corpo de cortiça aglomerado. Após a formação do corpo aglomerado, segue-se o topejamento, onde para provocar uma maior adesão dos discos, estes são colados no topo do cilindro de cortiça aglomerada com

uma cola inerte, dispersão aquosa de poliuretano. O corpo aglomerado já com discos é sujeito à secagem entre 12-24 h, de modo a assegurar a secagem de dispersão de poliuretano, seguindo para a fase de retificação, que servirá para obter as dimensões finais previamente especificadas e para regularizar a superfície da rolha, formando as rolhas denominadas por rolhas brancas. Depois de retificadas, as rolhas são selecionadas em classes, sendo os critérios de seleção o aspeto da rolha e o estado da sua superfície. Esta seleção é executada automaticamente.

Por vezes, as rolhas ainda são sujeitas a uma seleção manual para aperfeiçoar a separação automática já feita. Esta etapa tem como finalidade categorizar as rolhas por classe, assim como também remover as rolhas com defeito. Antes de serem embaladas e transportadas, as rolhas são personalizadas através da impressão de um texto ou logótipo na sua superfície de acordo com as indicações do cliente, num processo denominado por marcação a fogo. Adicionalmente, esta etapa assegura a rastreabilidade das mesmas. As rolhas de champanhe são ainda sujeitas a um tratamento de superfície cujo objetivo é facilitar a sua introdução na garrafa e subsequente extração, e melhorar a estanquicidade à progressão do vinho. Esta operação, inicialmente, consiste em depositar uma tira de parafina na superfície da rolha (caso o cliente pretenda) e, posteriormente, revestir a superfície da rolha com uma camada de elastómero de silicone.

Por fim, as rolhas são embaladas e caso seja indicação do cliente acondiciona-se SO_2 para garantir a preservação adequada. A Figura 2.3 representa esquematicamente todos os produtos ao longo do processo de fabrico de rolhas de champanhe.

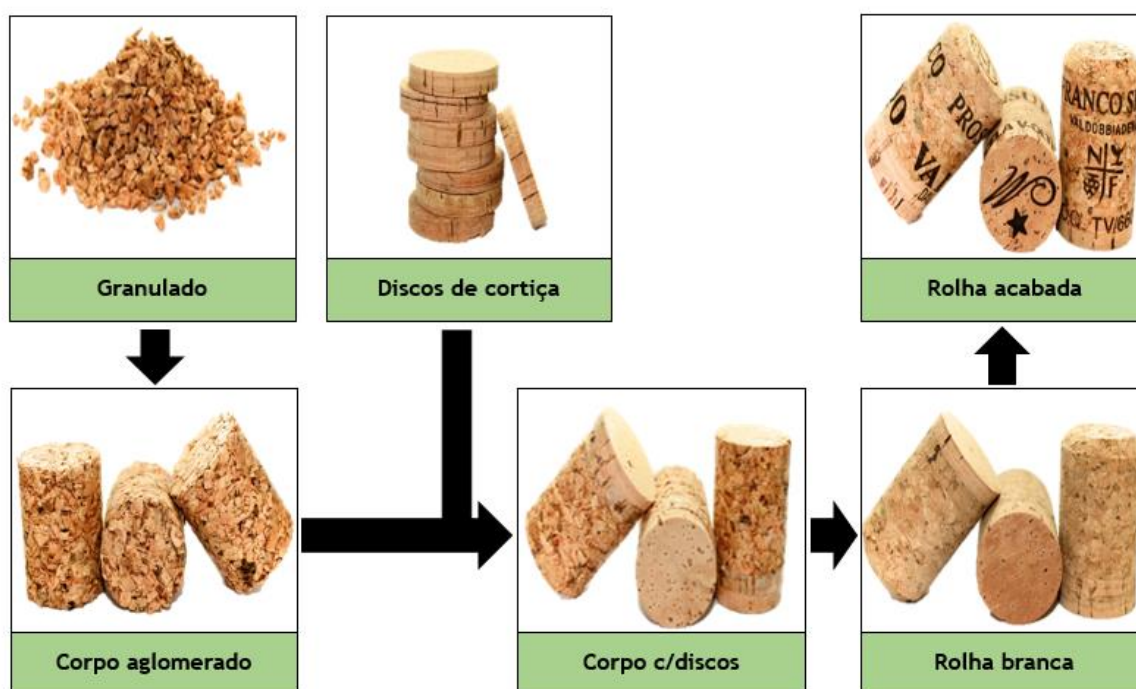


Figura 2.3-Produtos ao longo do processo de produção de rolhas de champanhe.

No final deste ciclo de produção, pretende-se que as rolhas de champanhe contenham as especificações técnicas da Tabela 2.1.

Tabela 2.1-Especificações técnicas das rolhas de champanhe.

Ensaio	Características	Especificação
Físico-mecânicos	Comprimento	$l \pm 0,5$ mm
	Diâmetro	$d \pm 0,5$ mm
	Peso médio	$P \pm 1$ g
	Massa Volúmica	260 ± 20 kg/m ³
	Momento de torção	≥ 35 daN·cm
	Ângulo de torção	$\geq 35^\circ$
Físico-químicos	Tensão de corte	≥ 7 daN/cm ²
	Teor de pó	< 1 mg/rolha

Associado ao processo de produção de rolhas de champanhe, existe um controlo perfeito em todas as etapas do processo produtivo, garantindo assim, a conformidade com as normas existentes.

- Controlo de granulado de cortiça: Humidade; Massa volúmica; Distribuição granulométrica.
- Controlo de discos de cortiça: Análise visual; Controlo organolético; Controlo dimensional.
- Controlo de corpos aglomerados: Massa; Momento de torção.
- Controlo de rolhas brancas e rolhas acabadas: Análise visual; Controlo organolético, dimensional e de humidade; Análise de TCA; Sólidos suspensos totais; Resistência à água fervente; Ensaio de torção; Teste de compressão, inserção e relaxação; Ensaio de extração; Análise microbiológica; Ensaio de vedação.

2.1.1 Processo de Moldação

A etapa de moldação representa a aglomeração de partículas de cortiça que pode ser feita basicamente de duas maneiras: por extrusão ou por moldação individual.

A moldação individual, processo utilizado na Relvas II-Rolhas de champanhe S.A., é o processo mais vantajoso, visto que permite um melhor controlo da partícula e a distribuição da densidade na rolha, evitando estratificação e garantindo a homogeneidade no comportamento da rolha comparativamente à extrusão. ^[20]

O granulado, proveniente dos silos, com uma granulometria das partículas que varia principalmente entre 3,5-7,5 mm e humidade entre 4% e 8%, é encaminhado para misturadores de pás onde é misturado com uma certa quantidade de resina sintética de um pré-polímero de poliuretano (TDI) e com um adjuvante de parafina. É habitualmente efetuada através de um processo mecânico, usualmente em misturadores, durante um certo período de

tempo para garantir uma distribuição uniforme da resina na superfície do grânulo. O adjuvante tem a função de favorecer a impermeabilização da rolha de champanhe e facilitar o escorregamento do granulado de modo a não ficar retido na maquinaria. Tipicamente, a mistura de granulado com uma massa volúmica de 68 Kg/m³ a utilizar equivale a 75 % do granulado fino e o restante do granulado corresponde a 25 % de granulado grosso.

De seguida, o granulado já com a cola é descarregado para moldes onde sofre uma prensagem através de dois êmbolos cilíndricos. A pressão é aplicada na mistura prensada durante o tempo necessário para garantir a compactação do granulado; os moldes quentes são colocados na estufa onde estão sujeitos a altas temperaturas, entre 110 °C e 125 °C, para promover a reação de polimerização dos aglutinantes intitulada como “cura”.^{[10][12]} Esta reação consiste num processo de polimerização dos monómeros da resina, em que reage o grupo isocianato com o composto hidroxilo, o endurecimento. Estes componentes são essenciais para a formação dos poliuretanos. A suberina, componente constituinte da cortiça, comporta-se como o composto hidroxilo; o grupo isocianato é proveniente da resina.^[21] A Figura 2.4 ilustra a reação de polimerização do poliuretano.

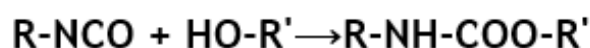


Figura 2.4-Reação de polimerização do poliuretano.^[22]

Outro fator relevante é a humidade do granulado, uma vez que pode condicionar a reação de polimerização de cura do aglutinante - Figura 2.5.



Figura 2.5-Reação do grupo isocianato com água.^[22]

Estas reações permitem produzir ligações muito resistentes e elásticas.^[21] Após a «cura», efetua-se um arrefecimento/estabilização, obtendo-se um corpo de aglomerado de cortiça que posteriormente será removido dos moldes e encaminhado para os silos até à sua próxima utilização.^[12] A Figura 2.6 apresenta os corpos aglomerados do processo de moldação individual.



Figura 2.6-Corpos aglomerados de cortiça.

Como já referido, a rolha de champanhe é composta por um corpo de granulado de cortiça com dois discos de cortiça natural na extremidade, sendo que cerca de 75 % do peso total das rolhas de champanhe é definido pelo corpo aglomerado de cortiça.^[19] Adicionalmente, as características de torção e de compressão da rolha são também reguladas pelo peso dos corpos aglomerados, tendo impacto no desempenho do produto final na etapa de engarrafamento. Contudo, há diversos fatores possíveis que afetam a queda do granulado nos moldes individuais, conseqüentemente influenciando o peso dos corpos aglomerados, tornando este processo variável.

Por isso, existe um controlo de qualidade dos corpos aglomerados, onde se analisa o peso e o momento de torção. Neste controlo é recolhida uma pequena amostra com uma periodicidade de 1 hora.

2.2 Rolhamento e desarrolhamento

O objetivo da rolha é a vedação da garrafa, proporcionando a estanquicidade do sistema rolha-garrafa relativamente aos líquidos nela contidos. A rolha de champanhe adquire a forma convencional de cogumelo após o desarrolhamento, como mostra a Figura 2.7.

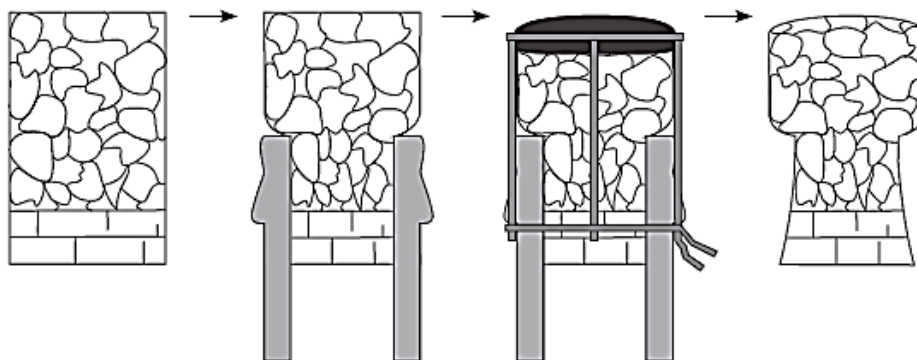


Figura 2.7-Representação esquemática de uma rolha de champanhe antes da inserção, inserida na garrafa e depois da remoção da garrafa. ^[20]

A diferença entre o diâmetro de uma rolha e o diâmetro interno do gargalo de uma garrafa de champanhe é, normalmente, de 13 a 14 mm. Esta diferença de valores entre os diâmetros requer que a introdução da rolha no gargalo seja feita por meios mecânicos que procedem à compressão seguida de inserção parcial. O nível de inserção da rolha de champanhe na garrafa é aproximadamente 50 % do seu comprimento. O nível de inserção é de 22-26 mm. A rolha exerce uma pressão sobre a parede da garrafa resultante da diferença entre os dois diâmetros. A compressão faz com que a rolha se alongue longitudinalmente. Após a compressão, segue-se a relaxação imediata da rolha no gargalo. Os valores típicos de compressão e relaxação são aproximadamente 1200 daN e 200 daN, respetivamente.

No desrolhamento de uma garrafa, especialmente no caso dos champanhes e espumantes, as rolhas são submetidas a esforços de torção aliados a uma força de extração, pelo que é importante o conhecimento do comportamento dos aglomerados de cortiça quando submetidos a esses esforços. A força de extração, força na direção longitudinal do gargalo, depende da tensão de compressão contra a garrafa e do atrito entre a cortiça e o vidro.

As rolhas quando extraídas do gargalo recuperam parte do seu dimensionamento após a deformação. Este fenómeno designa-se por recuperação dimensional.

A força de compressão e outras propriedades mecânicas das rolhas não são praticamente afetadas pelo tratamento de superfície, visto que o tratamento de superfície só afeta as propriedades de superfície (força de inserção, força de extração e absorção de líquidos). Assim, a força de compressão é fator decisivo para o dimensionamento correto das rolhas. No entanto, a sua extração não deve ser demasiado difícil.^[2]

Por isso, a utilização da análise do comportamento mecânico da rolha (torção e compressão), tem como objetivo analisar o modo como o módulo mecânico depende do peso do corpo aglomerado.

2.3 Planeamento de Experiências (DOE)

O Planeamento de Experiências ou Desenho de Experiências (DOE) consiste num método estatístico associado a uma resolução de problemas e na melhoria de desempenho de processo/produto. Esta ferramenta de otimização aplicada em vários domínios, em especial na indústria química, farmacêutica e automóvel, melhorou a capacidade de produção e o desempenho industrial permitindo atingir menor custo, maior produtividade e redução de variabilidade. A aplicação deste método exige um adequado conhecimento dos processos.^[23]

O Planeamento de Experiências consiste num conjunto de experiências que conduzem à otimização do processo/produto, isto é, pressupõe a alteração de certas variáveis ou parâmetros do processo (fatores) de modo a observar a influência que as mesmas têm numa característica do processo/produto (resposta). Esta metodologia estatística permite obter informação relevante como identificar as causas, ou seja, determina quais os fatores e as interações que afetam o resultado final do produto/processo. Permite ainda determinar os melhores níveis desses fatores de forma a tornar o processo “robusto” com um número reduzido de experiências.

Os fatores podem ser classificados como controláveis ou de ruído. Um fator controlável é uma variável cujos valores são alterados deliberadamente para avaliar o efeito produzido na variável de resposta. Os valores que o fator assume designam-se por níveis, que são as condições de operação que se podem assumir, podendo estes fatores serem qualitativos ou

quantitativos. Os fatores de ruído são fatores incontrolláveis que influenciam a variável de resposta. A resposta é a variável dependente que traduz o efeito da experiência. É importante referir que o número de experiências a realizar aumenta com o número de fatores.

A realização das experiências permite determinar de forma objetiva e clara quais os fatores e/ou as interações que afetam a resposta através da análise de variância para tratamento de resultados obtidos. Posteriormente, é possível determinar a combinação de níveis que satisfazem os objetivos pré-estabelecidos. Tipicamente, os níveis dos fatores são codificados de modo que a variação dos fatores contenha o mesmo padrão. Esta codificação é relevante na análise das superfícies de resposta, visto que a codificação afeta o resultado da análise canónica. [24]

Esta metodologia foi desenvolvida inicialmente por Fisher e mais tarde melhorada por Box, Hunter e Taguchi. Atualmente, existem *softwares* estatísticos (MINITAB, JMP) que auxiliam na análise de dados e no uso das técnicas de planeamento de experiências. Existem diversas técnicas de planeamento e análise de experiências derivadas dos criadores desta metodologia, podendo ser utilizadas, entre as quais:

- Desenho fatorial completo;
- Desenho fatorial fracionado;
- Método de Taguchi;
- Metodologia de superfície de resposta (RSM). [25]

No presente estudo vai ser utilizada a metodologia de superfície de resposta.

2.3.1 Metodologia de Superfície de Resposta

A Metodologia de Superfície de Resposta (RSM) consiste numa abordagem estatística e matemática que determina a relação matemática entre a variável de resposta e os vários fatores, tendo em conta que essa, na maioria das vezes, é desconhecida. A Metodologia de Superfície de Resposta, desenvolvida por Box e Wilson em 1951, é útil para a melhoria e otimização da variável de resposta. [26]

Assim sendo, a primeira etapa dentro da metodologia RSM é encontrar uma aproximação matemática que relacione a variável de resposta e o conjunto de fatores. Normalmente, a primeira aproximação traduz-se num modelo polinomial de primeira ordem, ou seja, expressa uma relação linear entre a resposta e fatores, conforme a Equação 2.1.

$$y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_k x_k + \varepsilon \quad (2.1)$$

Caso o sistema apresente curvatura, utiliza-se um modelo polinomial de segunda ordem, representado pela Equação 2.2.

$$y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=2}^k \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (2.2)$$

No entanto, o modelo polinomial não é válido para toda a região de operabilidade do processo, o que significa que o modelo de aproximação só será adequado para uma pequena região do sistema. ^[25] A Figura 2.8 exemplifica um sistema com curvatura na superfície de resposta.

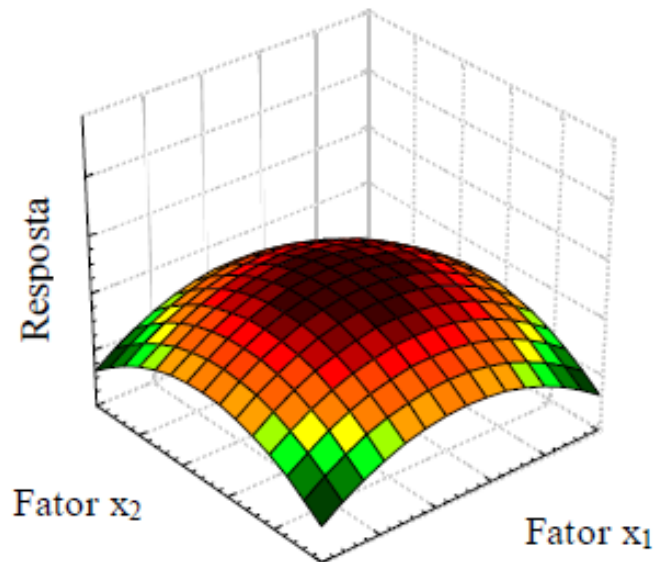


Figura 2.8-Superfície de resposta com curvatura. ^[27]

Através do método de mínimos quadrados, estimam-se os coeficientes de polinômio de modo a minimizar a soma dos quadrados dos erros do modelo. A metodologia RSM é um procedimento sequencial que aplica o método de inclinação ascendente (ou descendente) para maximizar (ou minimizar) a resposta.

Quando um ponto da superfície de resposta está longe do ótimo, assume-se um modelo de primeira ordem como aproximação da verdadeira superfície de resposta. No entanto, e indo de encontro ao objetivo, quando se pretende um ponto ótimo aplica-se uma estratégia rápida e eficiente que procura, de forma sequencial ao longo de uma direção e sentido, um aumento ou diminuição da variável resposta.

Neste seguimento, a região ótima é encontrada quando não se observa nenhum aumento (decréscimo) na variável resposta. Após encontrada esta região, emprega-se um modelo de segunda ordem para localizar o ponto ótimo. A abordagem utilizada por este método encontra-se descrita na Figura 2.9. ^[25]

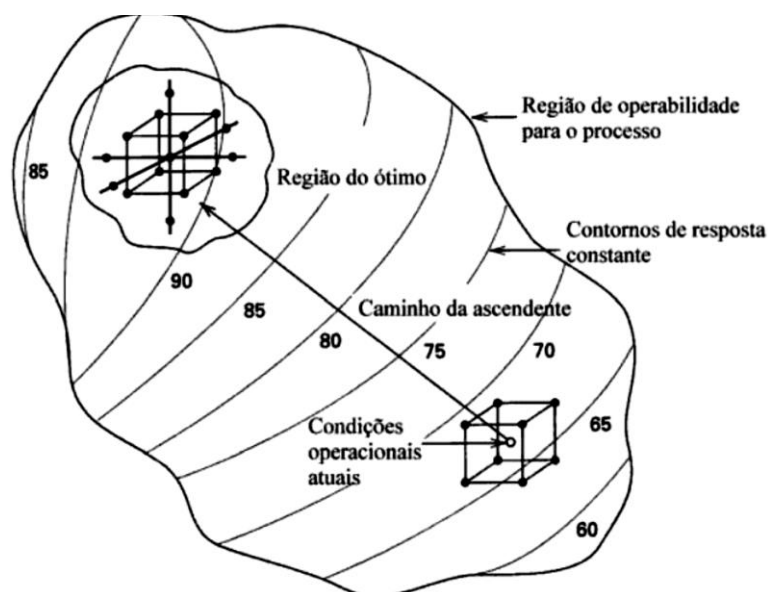


Figura 2.9-Metodologia utilizada pelo RSM. [25]

No desenho de superfície de resposta é frequentemente utilizado o modelo CCD-*Central Composite Design*, método do composto central, para verificar a existência de curvatura, pretendendo-se determinar se a superfície de resposta do sistema segue um modelo de segunda ordem. Usualmente, este tipo de planejamento consiste em 2^k experiências fatoriais, $2k$ experiências axiais e pelo menos um ponto central (n_0) para k fatores a 2 níveis. Assim, o número total de experiências é dado pela Equação 2.3. [28]

$$n = 2^k + 2k + n_0 \quad (2.3)$$

Estes modelos também têm a utilidade de interpolar os valores de resposta previstos conforme as condições experimentais utilizadas e, portanto, comparar com os valores de resposta experimentais.

O RSM é uma metodologia vantajosa comparativamente com os métodos clássicos. O RSM oferece uma grande quantidade de informação a partir de um pequeno número de experiências. Em segundo lugar, o RSM determina o efeito da interação dos fatores independentes sobre a resposta. Além disso, o RSM relaciona a resposta com as variáveis independentes através de um modelo empírico.

No entanto, esta metodologia tem como desvantagem ajustar todos os sistemas a um polinómio de 2ª ordem, pois nem todos os sistemas são traduzidos por um polinómio de segunda ordem. [29]

3 Descrição Técnica

3.1 Preparação dos corpos aglomerados

A elaboração dos corpos aglomerados realizou-se na parte produtiva da empresa recorrendo, para isso, às máquinas de moldação (moldadoras). A Figura 3.1 mostra uma das duas moldadoras da empresa Relvas II-Rolhas de Champanhe S.A.



Figura 3.1-Moldadora da empresa Relvas II-Rolhas de Champanhe S.A.

Para a formação de corpos aglomerados de cortiça utilizou-se granulado de cortiça com distribuição granulométrica compreendida entre 3,5-7,5 mm. O primeiro passo foi encaminhar o granulado para a misturadora onde se adiciona o adesivo pré-polímero de poliuretano com o granulado.

O adesivo ou aglutinante utilizado vai promover a ligação entre grânulos de cortiça. Por isso, o adesivo tem que apresentar uma boa molhabilidade e sofrer endurecimento durante o processo de polimerização. Estes fenómenos são afetados pela composição química do adesivo e pela viscosidade. As características representativas do aglutinante encontram-se na Tabela 3.1.

Tabela 3.1-Caraterísticas do adesivo.

Viscosidade a 25 °C (mPa.s)	4000-6000
Teor de isocianatos (%)	4

Após a mistura, o granulado é prensado nos moldes por um sistema de pistões e encaminhado para uma estufa pré-aquecida, a uma temperatura controlada de aproximadamente 120 °C, onde se dá a reação de polimerização. Após a «cura», os moldes passam por uma câmara de arrefecimento a uma temperatura controlada, e são arrefecidos até uma temperatura de 50 a 60 °C. O tempo de ciclo desde a introdução do granulado à extração do corpo cilíndrico, leva cerca de uma hora.

3.2 Controlo de qualidade do granulado

Como o granulado é proveniente da unidade de Cortiçadas de Lavre, utilizou-se o higrómetro electrónico AQUA-BOY para verificar os níveis de humidade. O granulado de cortiça também foi sujeito a uma medição de massa volúmica e uma análise de granulometria. A Figura 3.2 mostra os sistemas de medição de massa volúmica e de granulometria.



Figura 3.2-Sistema de medição de massa volúmica e de granulometria.

3.2.1 Humidade

Através do higrómetro AQUA-BOY consegue-se determinar a humidade existente no granulado de cortiça. Coloca-se uma pequena quantidade de granulado de cortiça em contacto com o eléctrodo acoplado ao AQUA-BOY, e o sinal eléctrico gerado pelo equipamento corresponde ao valor da percentagem de humidade presente no granulado.

3.2.2 Massa Volúmica

Através de um procedimento simples e rápido é possível determinar a massa volúmica aparente através do quociente entre a massa e o volume ocupado pela amostra. A determinação da massa volúmica consiste em colocar o granulado numa tremonha com secção cónica de fundo amovível e descarregá-lo para um recipiente com 1 L de volume. Abre-se o

fundo amovível e deixa-se cair o granulado para o recipiente. Retira-se o excesso de granulado com uma raseira, de modo a que o nível de granulado esteja alinhado com as paredes do recipiente e pesa-se.

3.2.3 Granulometria

A Granulometria baseia-se numa análise de distribuição das partículas segundo frações de diferentes dimensões. Para os granulados é utilizado um agitador analítico de peneiros de nove peneiros com uma extensão de 8 mm a 2,5 mm, mais o peneiro coletor. Pesa-se aproximadamente 50 g do granulado. Depois coloca-se a agitar durante 10 minutos a uma determinada velocidade e pesa-se cada peneiro. Por fim, verifica-se se a percentagem retida em cada peneiro se encontra dentro dos parâmetros pré-estabelecidos.

3.3 Ensaios de caracterização dos corpos aglomerados

3.3.1 Carta de controlo

A carta de controlo é uma ferramenta de qualidade que representa graficamente a evolução dos valores estatísticos de medidas para uma série de amostras. O objetivo é controlar a variação do processo e as respetivas causas que dão origem a estas variações.

A carta de controlo é composta por uma linha central e dois limites de controlo, inferior e superior, que permite detetar valores anormais em relação aos limites de controlo estabelecidos. Esta ferramenta de qualidade adverte qualitativamente o processo em termos de variabilidade.

3.3.2 Ensaio de absorção a água

Consiste num ensaio para determinar a quantidade de água absorvida em massa. Este teste de qualidade baseia-se em colocar as rolhas submersas em água durante 4 dias a uma temperatura de 40 °C.

3.3.3 Ensaio de água fervente

O ensaio de água fervente segue um procedimento simples e rápido cujo objetivo é observar a integridade do material após submerso em água a alta temperatura durante 1 h.

3.3.4 Torção

O *Torsilab*, Figura 3.3, consiste num torsiómetro onde se realiza o ensaio de torção. O equipamento tem a funcionalidade de determinar o momento e o ângulo de torção no ponto de rutura quando esta é sujeita a torção axial.



Figura 3.3- Equipamento de medição do ensaio de torção.

3.3.5 Força de compressão

A força de compressão dos corpos aglomerados foi avaliada pelo *CITcork*, Figura 3.4. O *CITcork* destina-se à aquisição de condições reais de rolhamento - forças de compressão, inserção e relaxação. Para a determinação da força de compressão dos corpos aglomerados removeram-se os discos das rolhas tratadas, com objetivo de se analisar a influência do peso dos corpos aglomerados na força de compressão.



Figura 3.4-Equipamento de medição da força de compressão.

O equipamento tem como funcionalidade determinar a força de compressão quando a rolha está sujeita a uma redução de diâmetro até ao valor estabelecido, equivalente ao aperto das

maxilas da rolhadora. Neste caso, o diâmetro de compressão definido pelo equipamento é 15,5 mm a uma velocidade de compressão de 170 cm/min.

3.4 Planeamento de Experiências

De forma a aumentar a produtividade de uma unidade industrial, diminuindo os custos associados ao baixo número de experiências necessárias durante o estudo, recorre-se ao planeamento experimental. Assim, para otimização do processo de moldação recorreu-se a esta metodologia. O planeamento de experiências (DOE) é uma ferramenta estatística para controlo de qualidade, para fins de otimização de processos. A metodologia permite determinar quais as variáveis que têm impacto significativo no resultado de um processo, e quais os níveis que as variáveis que condicionam o processo devem possuir, conduzindo-se à melhor resposta desejada. A Figura 3.5 apresenta a estratégia utilizada que esta metodologia segue.

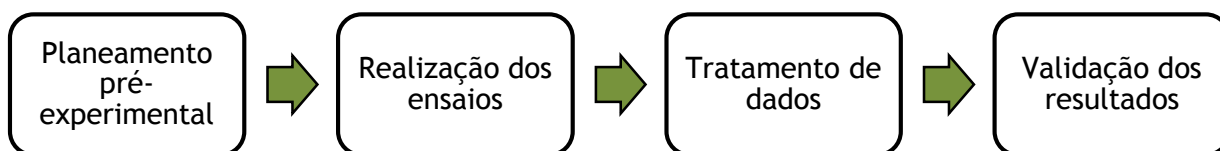


Figura 3.5-Metodologia utilizada para aplicação do DOE.

O desenho de experiências (DOE) inicia-se pela elaboração de um plano pré-experimental. Esta fase é uma etapa essencial pois consiste no delineamento de experiências, onde se definem o objetivo e o problema. Simultaneamente, identificam-se e selecionam-se os parâmetros para as fases subsequentes e os respetivos níveis, assim como a variável reposta.

No planeamento de experiências, os ensaios a realizar são normalmente apresentados numa matriz de uma forma simples e organizada. É importante uma correta definição de fatores e níveis tendo em conta a complexidade de experiências. Por exemplo, um excesso de fatores pode resultar num número de experiências inviável. Assim sendo, o número de fatores que torna o planeamento de experiências exequível é 5 a 6 fatores.

Na segunda etapa, procede-se à realização de experiências de ordem aleatória e número de repetições que esses mesmos ensaios irão ter. Paralelamente, procede-se à recolha de dados aquando da execução de ensaios. Após a realização de ensaios, sucede-se o tratamento de dados. Traduz-se numa análise estatística dos resultados que permite determinar os parâmetros e/ou interações mais influentes e quantificar a influência destes na característica desejada.

Usualmente, recorre-se à análise de variância para o tratamento dos resultados obtidos. Adicionalmente, esta análise determina a condição ótima e o seu resultado estimado.

Por fim, segue-se uma experiência adicional cuja finalidade é verificar a validade do resultado estimado na condição ótima, garantindo se o ajuste do modelo de superfície de reposta é o adequado. ^[30]

Nesta etapa manipularam-se apenas 4 fatores, após um teste de hipóteses para média de uma população.

Testes de Hipóteses

Consiste num procedimento baseado na análise de uma amostra, que averigua se os dados sustentam uma hipótese por meio da teoria de probabilidades, tirando partido da informação contida numa amostra usada para avaliar parâmetros.

1. Selecionar o parâmetro de interesse;
2. Definir a hipótese nula e a hipótese alternativa;
3. Escolher o nível de significância (α);
4. Escolher a metodologia estatística de teste adequada;
5. Fixar a região crítica do teste;
6. Recolher uma amostra e calcular o valor observado da estatística de teste;
7. Conclusão (rejeição ou não de H_0);

Assim, o teste de hipóteses para a média de uma população:

Hipótese nula $H_0: \mu = \mu_0$

Hipótese alternativa $H_1: \mu \neq \mu_0$ (bilateral)

O *p-value* é a probabilidade de se obter uma estatística de teste igual ou mais extrema que aquela observada em uma amostra, assumindo que a hipótese nula seja verdadeira. O critério estabelecido para a determinação se o fator tem influência no peso dos corpos aglomerados é o *p-value*. Se o *p-value* for inferior a 0,05, a variável é significativa.

Esta análise é abordada na Secção 4.2, onde se explica a eliminação de alguns fatores, de modo a tornar o planeamento experimental exequível. ^[31]

Os fatores selecionados para avaliação do peso dos corpos aglomerados foram: humidade do granulado, quantidade de cola para uma determinada quantidade de granulado, tempo de mistura do granulado com a cola e velocidade da estufa. Os fatores são normalizados, sendo convertidos em variáveis adimensionais, que são codificadas (X_1, X_2, X_3, X_4) de acordo com a Equação 3.1.

$$X = \frac{x - (x_{m\acute{a}x} + x_{m\acute{i}n})/2}{(x_{m\acute{a}x} - x_{m\acute{i}n})/2} \tag{3.1}$$

em que x é o fator natural, X é a variável codificada e $x_{m\acute{a}x}$ e $x_{m\acute{i}n}$ são os níveis máximos e mínimos da variável natural, respetivamente. A seleção dos níveis foi baseada nas condições de referência do processo de moldação, de modo a que o intervalo contivesse as condições operatórias atuais. Os quatro fatores e os respetivos níveis codificados e naturais são apresentados na Tabela 3.2.

Tabela 3.2-Níveis experimentais dos quatro fatores.

Fatores	Níveis		
	-1	0	+1
Humidade(%)- X_1	4	6	8
Tempo de mistura(min)- X_2	4	6	8
Velocidade da estufa(cm/s)- X_3	3,50	3,75	4,00
Quantidade de cola(kg)- X_4	3	3,4	3,8

Para gerar a matriz ortogonal de experiências, Tabela 3.3, utilizou-se a metodologia CCD com o apoio do Software JMP 7.0. Definiram-se 2 pontos centrais, o que resultou em 26 experiências. Todas as variáveis são contínuas, o que permitiu a utilização da metodologia RSM.

Tabela 3.3-Matriz de experiências geradas pelo JMP.

Experiência	Variáveis naturais				Variáveis codificadas			
	x_1	x_2	x_3	x_4	X_1	X_2	X_3	X_4
1	8	4	4,00	3,8	+1	-1	+1	+1
2	6	8	3,75	3,4	0	1	0	0
3	8	8	4,00	3,8	+1	1	+1	+1
4	4	4	4,00	3,8	-1	-1	+1	+1
5	8	4	4,00	3,0	+1	-1	+1	-1
6	4	4	3,50	3,8	-1	-1	-1	+1
7	8	6	3,75	3,4	+1	0	0	0
8	4	8	3,50	3,0	-1	1	-1	-1
9	4	8	4,00	3,0	-1	1	+1	-1
10	8	4	3,50	3,8	+1	-1	-1	+1
11	6	6	4,00	3,4	0	0	+1	0
12	4	8	3,50	3,8	-1	1	-1	+1
13	4	4	3,50	3,0	-1	-1	-1	-1
14	8	8	3,50	3,8	1	1	-1	+1
15	4	6	3,50	3,4	-1	0	0	0
16	8	4	3,50	3,0	+1	-1	-1	-1
17	6	6	3,75	3,4	0	0	0	0

Tabela 3.3-Matriz de experiências geradas pelo JMP (continuação).

Experiência	Variáveis naturais				Variáveis codificadas			
	x_1	x_2	x_3	x_4	X_1	X_2	X_3	X_4
18	8	8	3,50	3,0	+1	1	-1	-1
19	4	8	4,00	3,8	-1	1	+1	+1
20	4	4	4,00	3,0	-1	-1	+1	-1
21	8	8	4,00	3,0	+1	1	+1	-1
22	6	6	3,50	3,4	0	0	-1	0
23	6	4	3,75	3,4	0	-1	0	0
24	6	6	3,75	3,0	0	0	0	-1
25	6	6	3,75	3,8	0	0	0	+1
26	6	6	3,75	3,4	0	0	0	0

A resposta considerada é o peso médio dos corpos aglomerados, sendo que para avaliar estas propriedades foi utilizada uma balança digital AND EK-1200i.

De forma a combater estas variações de massa volúmica do granulado, elaborou-se um desenho de experiências para um granulado de massa volúmica relativamente baixa, de forma a reduzir a variabilidade do processo, alterando variáveis do mesmo. Esta metodologia permitirá atingir um valor do peso médio dos corpos aglomerados mais próximo do valor nominal estabelecido.

Para efeitos de cálculo, a resposta assumida é o desvio padrão do alvo definido pela Equação 3.2. Fez-se esta consideração uma vez que o objetivo deste trabalho é diminuir a variabilidade do peso dos corpos aglomerados do processo de moldação individual em torno de um valor nominal de 11 g.

$$\tau^2 = \sigma^2 + (\mu - T)^2 \quad (3.2)$$

O índice tem em consideração dois componentes de variabilidade: a variabilidade da amostra (σ) e o desvio ao valor estabelecido ($\mu - T$). No fundo, esta resposta expressa a variação ao valor nominal estabelecido. ^[32]

3.4.1 Aplicação informática de apoio

Hoje em dia já existem várias aplicações informáticas de apoio à aplicação de desenho de experiências. Estas ferramentas podem vir a revelar-se muito úteis devido à sua praticabilidade e à sua rápida e eficaz análise de dados. Existem várias aplicações

disponíveis, como por exemplo JMP, MINITAB ou DOE⁺⁺. O JMP 7.0 é a ferramenta informática escolhida para o apoio da aplicação de desenho de experiências neste estudo.

O JMP, ferramenta informática para métodos estatísticos e quantitativos, é uma ferramenta resultante de uma combinação de análises estatísticas poderosas com gráficos interativos. O *software*, desenvolvido pela *SAS Institute* em 1989, é totalmente visual, interativo, abrangente e expansível. O JMP é usado em uma variedade de áreas: economia, psicologia e outras ciências sociais, ciência da computação, administração, ciências médicas e da saúde e engenharia.

O JMP oferece apoio à aplicação de desenho de experiências. Esta ferramenta apresenta uma abordagem prática para explorar um conjunto de testes multifatoriais, com o objetivo de demonstrar o impacto de um ou mais fatores combinados na resposta, traduzindo-se num conjunto de análise estatística rápida e eficaz. ^[33]

A metodologia de superfície de resposta (RSM) disponibilizada pelo JMP está associada ao desenho de experiências, que ajuda a encontrar a resposta ótima dentro dos intervalos especificados dos fatores, sendo capaz de ajustar um modelo de segunda ordem à resposta.

Com esta análise será possível determinar os parâmetros e/ou interações mais influentes no peso médio dos corpos aglomerados obtidos durante o processo de moldação, assim como quantificar a influência destes na variabilidade do processo de moldação.

4 Discussão e Resultados

4.1 Caracterização do processo de moldação

A carta de controlo expressa a conformidade do produto. Assim, elaboram-se umas cartas de controlo em referência ao peso dos corpos aglomerados e massa volúmica do granulado- Figura 4.1.

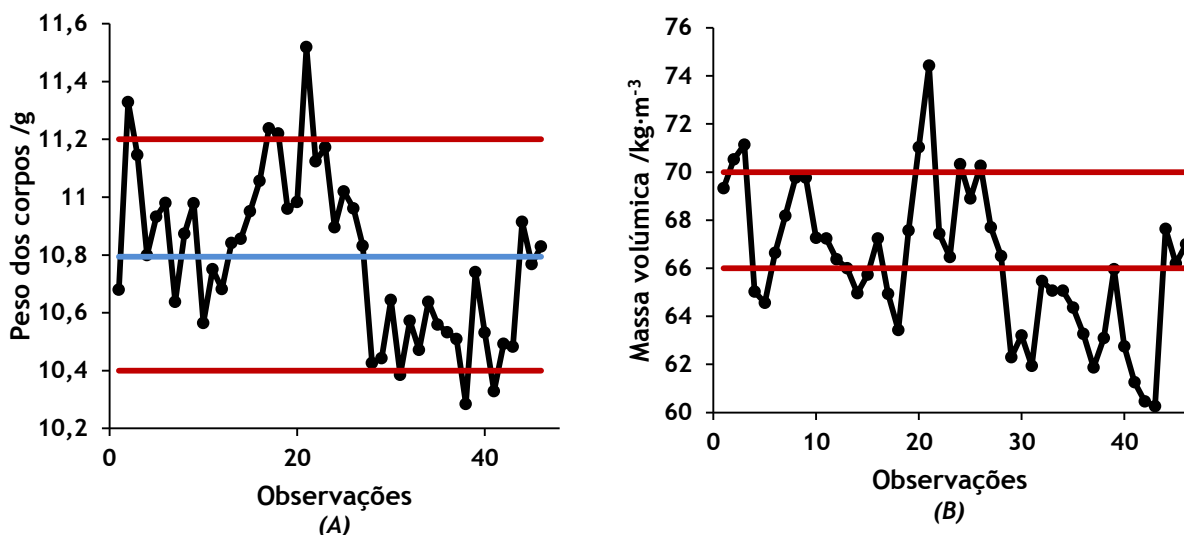


Figura 4.1-Cartas de controlo: (A) Peso dos corpos aglomerados (B) Massa volúmica do granulado.

Como se pode verificar, nem todos os pontos se localizam entre os limites de controlo representados a vermelho, logo o processo encontra-se a produzir de forma instável. Na figura 4.1A, verifica-se que nas últimas observações houve uma tendência de um conjunto de pontos para pesos dos corpos aglomerados mais baixos, o que evidencia fenómenos a ter em conta. Estas tendências são acompanhadas pela variação de massa de volúmica, como mostra a Figura 4.1B. A Figura 4.2 relaciona o peso dos corpos aglomerados e a massa volúmica do granulado.

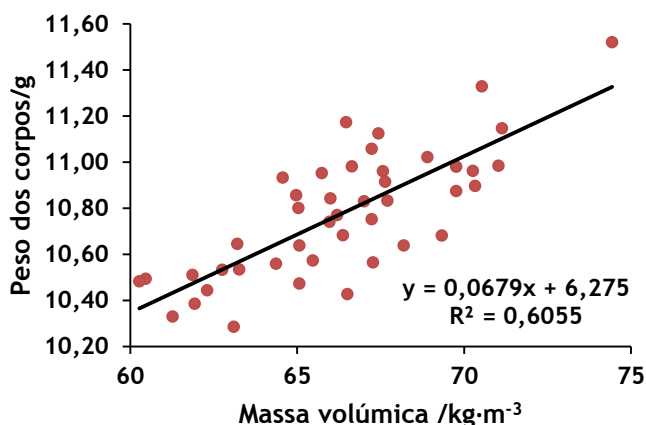


Figura 4.2-Influência da massa volúmica do granulado no peso dos corpos aglomerados.

Esta variação de massa volúmica deve-se à variabilidade da cortiça enquanto matéria-prima. Como se observa na Figura 4.2, o aumento da massa volúmica provoca um aumento do peso dos corpos aglomerados, tal como seria de esperar. A distribuição granulométrica é ilustrada pela Figura 4.3.

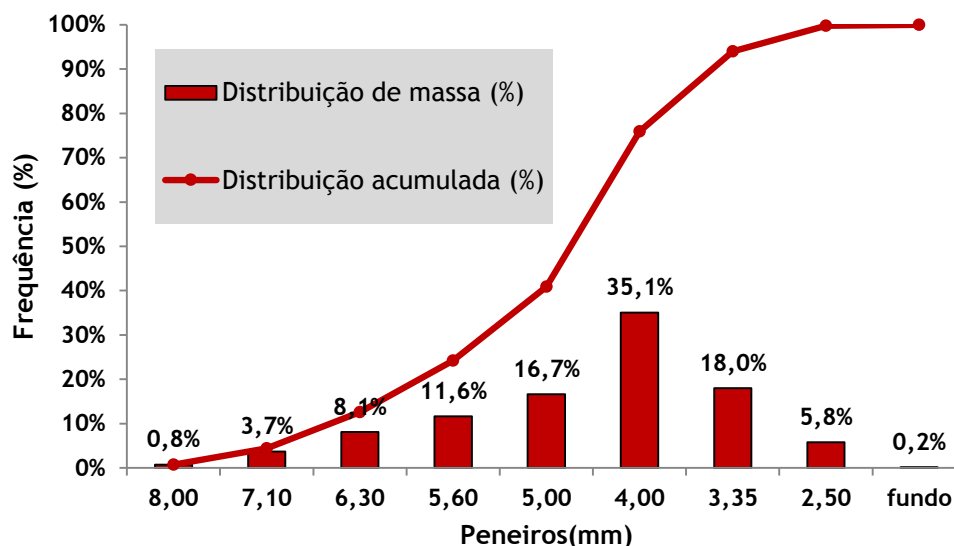


Figura 4.3-Distribuição granulométrica do granulado de cortiça.

Em relação aos ensaios de granulometria e de acordo com a Figura 4.3, verificou-se que a distribuição dos grânulos de cortiça segue uma distribuição normal.

Esta figura mostra a distribuição de partículas típica de uma pequena amostragem de granulado de cortiça. Como se pode verificar, cerca de 75 % da distribuição corresponde a partículas de granulado fino menor ou igual 5,60 mm, enquanto a restante, 25 %, corresponde ao granulado grosso, partículas superiores a 5 mm. Os grânulos pequenos têm um papel relevante visto que têm a função de ocupar os espaços entre os maiores.

Em contrapartida, a percentagem de granulado inferior a 3,35 mm e superior a 7,10 mm não deve ser superior a 10%. O granulado não se encontra conforme para a sua utilização para a produção de corpos aglomerados, dado que a distribuição granulométrica adequada é essencial para uma elevada compactação.

4.2 Planeamento de Experiências

4.2.1 Testes prévios

Após conhecimento do processo, constataram-se as seguintes variáveis, dividindo em variáveis controláveis e variáveis ruído. A identificação destas variáveis consiste num conjunto de suposições do conhecimento vulgar. A Tabela 4.1 define as possíveis variáveis que afetam o peso dos corpos aglomerados.

Tabela 4.1-Variáveis do processo de moldação.

<u>Variáveis controláveis:</u>	<u>Variáveis ruído:</u>
1. Humidade;	1. Massa volúmica do granulado.
2. Razão mássica do granulado/cola;	
3. Velocidade da estufa;	
4. Vibração da moldadora;	
5. Tempo de mistura;	
6. Moldadora;	
7. Operador.	

Humidade

A reação de cura do adesivo dá-se principalmente em contacto com a humidade do granulado. Assim, a humidade é um fator que pode condicionar os resultados dos corpos aglomerados.

Massa volúmica

Define o quociente entre a massa e o volume. Desta forma, e tendo em conta que os moldes individuais têm todos o mesmo volume, este é um parâmetro que condiciona bastante o peso do aglomerado.

Velocidade da estufa

A velocidade do tapete de estufa define o tempo de cura, assim como o tempo de queda da mistura de aglomerado aos moldes.

Razão mássica do granulado/cola

A quantidade de cola para uma certa quantidade de granulado pode afetar a queda do aglomerado, o que significa um certo impacto no peso do corpo aglomerado.

Tempo de mistura

O tempo de mistura elevado poderá suscitar a formação de aglomerado, isto é, iniciar-se a reação de cura na misturadora.

Moldadora

As diferentes máquinas de moldação poderiam influenciar o peso dos corpos aglomerados caso se denotasse condições de operações desconhecidas diferentes.

Operador

A variação da mão-de-obra poderia ter impacto nos resultados dos corpos aglomerados, tendo em conta que nem todo o processo é mecanizado.

Vibração

O efeito da vibração ajuda a manter o aglomerado em estado móvel, contribuindo para uma queda mais eficaz do granulado. Contudo, este efeito só é utilizado para massas volúmicas de granulado relativamente baixas.

Derivado ao elevado número de fatores, procedeu-se a uma análise da distribuição das médias das amostras para eliminar algumas variáveis, em especial as categóricas, visto que estas só

podem assumir 2 níveis. O teste t é um teste de hipótese que usa conceitos estatísticos para rejeitar ou não uma hipótese nula quando a população segue uma distribuição normal. Na análise destes testes prévios recolheu-se uma amostra de 30 corpos aglomerados e só a variável a analisar foi alterada, mantendo-se constantes as outras variáveis para verificar a influência da variável alterada. As restantes variáveis contínuas foram diretamente para o planeamento de experiências.

O *p-value* associado ao valor da estatística de teste constitui uma medida do grau de influência da variável alterada. Caso o *p-value* seja inferior a 0,05, considera-se que a variável é estatisticamente significativa em que os dados amostrais contradizem a hipótese nula. Caso o *p-value* seja superior a 0,05, a variável não é relevante para o sistema. A Tabela 4.2 ilustra os testes de hipóteses para algumas variáveis estudadas.

Tabela 4.2-Testes de hipóteses para certas variáveis.

Variável	<i>p-value</i>
Máquina	0,670
Operador	0,289
Vibração	<0,001
Velocidade da estufa	<0,001

De acordo com a Tabela 4.2, verifica-se que a média do peso dos corpos aglomerados não é impactada pelos parâmetros máquina e operador, tendo em conta que o valor de *p-value* é superior a 0,05 (não se rejeita a hipótese nula). Deste modo, conclui-se com 95 % de confiança que não existe diferença entre os pesos médios dos corpos aglomerados produzidos pelas diferentes máquinas e operadores.

Em relação à velocidade da estufa e à vibração, o valor do *p-value* dado é muito inferior a 0,05. Assim, rejeita-se a hipótese nula, podendo afirmar-se, com 95 % de confiança, que a velocidade da estufa e a vibração têm um efeito significativo no peso dos corpos aglomerados. Ainda que a velocidade da estufa seja contínua, fez-se um ensaio prévio devido à sua incerteza na resposta, isto é, inicialmente pensava-se que esta só tinha influência no tempo de cura.

Contudo, definiu-se internamente que só a velocidade da estufa é que consta no planeamento de experiências, pois a vibração é uma ação preventiva quando a massa volúmica do granulado está relativamente baixa. Assim, o ensaio prévio da variável vibração serviu para confirmar que a medida preventiva aumentava o peso dos corpos.

4.2.2 Adequação do modelo empírico

Como já referido anteriormente, a massa volúmica do granulado é uma variável ruído que pode impactar o peso dos corpos aglomerados. Assim, efetuou-se a medição da massa volúmica do granulado para cada humidade do planeamento de experiências-Tabela 4.3.

Tabela 4.3-Massa volúmica para cada humidade.

Humidade (%)	Massa volúmica (kg/m ³)
4	65,6
6	63,8
8	65,3

A julgar pelos resultados da variável ruído, massa volúmica, e denotando a sua influência no peso dos corpos aglomerados, é possível que as experiências realizadas com o ponto central da variável humidade, 6 %, tenham um peso ligeiramente inferior às restantes experiências porque registou-se uma massa volúmica do granulado menor para essa mesma humidade. Assim, como a massa volúmica do granulado é relativamente mais baixa do que o valor estipulado, considerou-se que a moldadora deveria ter a vibração ligada para todas as experiências.

Os dados experimentais para a resposta de pesos dos corpos aglomerados de cortiça, sob diferentes condições de operação, apresentam-se na Tabela 4.4. Uma vez que o objetivo deste estudo é diminuir a variabilidade, considerou-se como resposta o desvio-padrão ao valor nominal de 11 g, definido como τ , calculado pela Equação 3.2. Esta resposta tem em consideração a variabilidade da amostra e desvio ao valor nominal desejado.

Tabela 4.4-Resultados experimentais para a resposta medida.

Experiência	Variáveis codificadas				Peso médio (g)	σ (g)	τ (g)
	X_1	X_2	X_3	X_4			
1	+1	-1	+1	+1	10,68	0,17	0,37
2	0	1	0	0	10,49	0,21	0,55
3	+1	1	+1	+1	10,62	0,20	0,43
4	-1	-1	+1	+1	10,65	0,20	0,40
5	+1	-1	+1	-1	10,21	0,32	0,85
6	-1	-1	-1	+1	11,08	0,41	0,42
7	+1	0	0	0	10,81	0,32	0,37
8	-1	1	-1	-1	10,90	0,18	0,20
9	-1	1	+1	-1	10,21	0,24	0,83
10	+1	-1	-1	+1	11,33	0,27	0,43
11	0	0	+1	0	10,24	0,14	0,77
12	-1	1	-1	+1	11,39	0,35	0,53
13	-1	-1	-1	-1	10,80	0,26	0,33

Tabela 4.4-Resultados experimentais para a resposta medida (continuação).

Experiência	Variáveis codificadas				Peso médio (g)	σ (g)	τ (g)
	X_1	X_2	X_3	X_4			
14	1	1	-1	+1	11,12	0,23	0,26
15	-1	0	0	0	10,65	0,28	0,44
16	+1	-1	-1	-1	10,81	0,39	0,44
17	0	0	0	0	10,39	0,15	0,63
18	+1	1	-1	-1	11,39	0,29	0,49
19	-1	1	+1	+1	10,57	0,20	0,48
20	-1	-1	+1	-1	10,32	0,21	0,71
21	+1	1	+1	-1	10,27	0,24	0,77
22	0	0	-1	0	11,19	0,35	0,40
23	0	-1	0	0	10,29	0,16	0,73
24	0	0	0	-1	10,40	0,27	0,65
25	0	0	0	+1	10,61	0,39	0,55
26	0	0	0	0	10,45	0,17	0,57

Numa análise criteriosa dos dados experimentais, verifica-se que as experiências 8 e 14 são as que apresentam menor desvio-padrão relativamente ao valor nominal definido, o que numa primeira impressão indica que estas são as condições para a redução de variabilidade no processo.

Na Tabela 4.4 é possível observar valores bastante distintos do desvio-padrão ao valor nominal do peso de corpos aglomerados, causados pelas mudanças nas condições de operação. A Figura 4.4 representa graficamente os resultados experimentais e calculados para a resposta considerada.

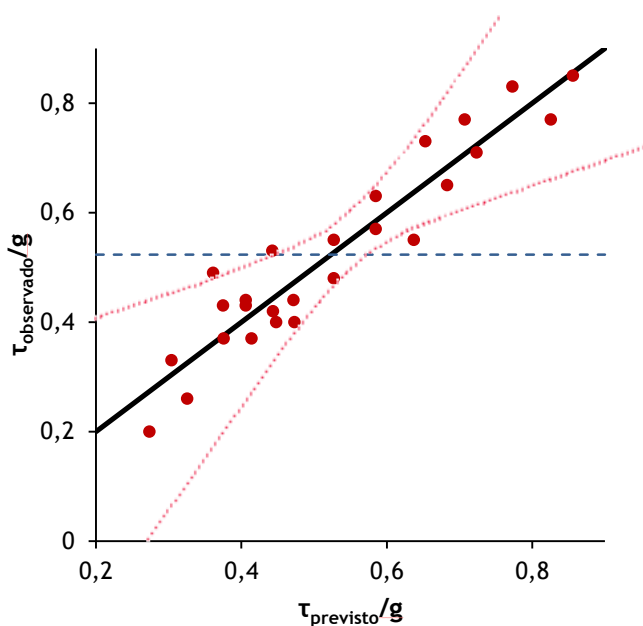


Figura 4.4-Representação gráfica dos resultados experimentais e calculados para a resposta considerada.

A Figura 4.4 mostra a boa concordância do valor experimental com o valor previsto pelo modelo. A média da resposta é de 0,523 g e traduz a média global dos valores de resposta. A análise de variância compara o modelo ajustado onde todos os valores previstos igualam a resposta média. Os parâmetros da ANOVA representados na Tabela 4.5 indicam que o ajuste de segunda ordem polinomial é adequado para desvio-padrão ao valor nominal dos corpos aglomerados, resultando um considerável nível de confiança. Informam também que os valores experimentais evidenciam que existe pelo menos um efeito significativo no modelo.

Tabela 4.5-Parâmetros da análise de variância.

R^2	0,89
p_value	0,002
$\bar{\tau}$ (g)	0,523

Conjuntamente, realizou-se uma análise de resíduos, representada na Figura 4.5, para verificar se os pressupostos subjacentes à análise de variância são válidos, ou seja, se os erros são independentes e normalmente distribuídos com variância constante.

A análise gráfica dos resíduos, Figura 4.5, determina o comportamento da variância dos valores residuais com os valores ajustados. O valor residual é a diferença do valor observado ao valor estimado pelo modelo, permitindo ainda, identificar as observações demasiado extremas, os designados *outliers*.

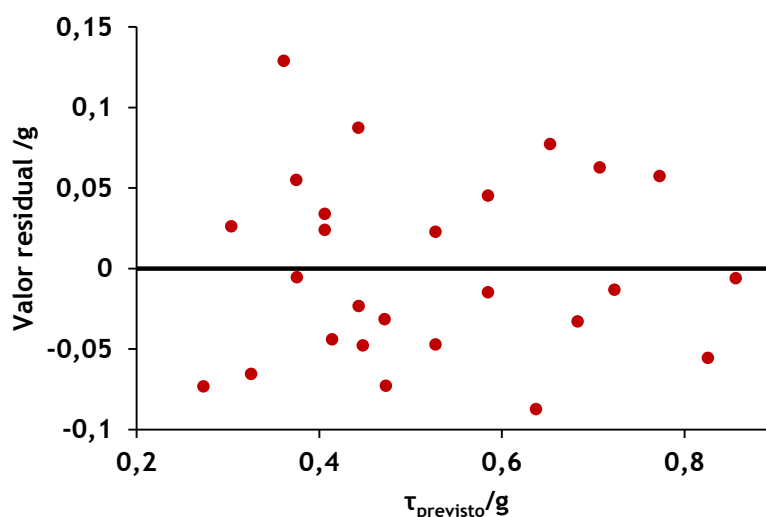


Figura 4.5-Gráfico de Resíduos em função da resposta prevista.

A Figura 4.5 dá indicação de que os resíduos parecem distribuir-se aleatoriamente em torno da reta que corresponde ao valor residual nulo, com dispersão constante, não se observando qualquer tendência. Isso indica que a variância é constante e que existe uma relação entre as

variáveis. Adicionalmente, os valores residuais positivos indicam que a previsão foi demasiado baixa, e valores negativos significam que a previsão foi demasiado alta. Como os resíduos não apresentaram nenhuma tendência, o modelo é adequado.

O *Mean effect*, Figura 4.6, é o efeito de uma das variáveis independentes sobre a variável dependente, ignorando os efeitos de todas as outras variáveis independentes, analisando assim os níveis de cada fator sobre a variável resposta. Quando a linha não se aproxima de uma linha horizontal (valor médio da resposta), o fator é estatisticamente significativo.

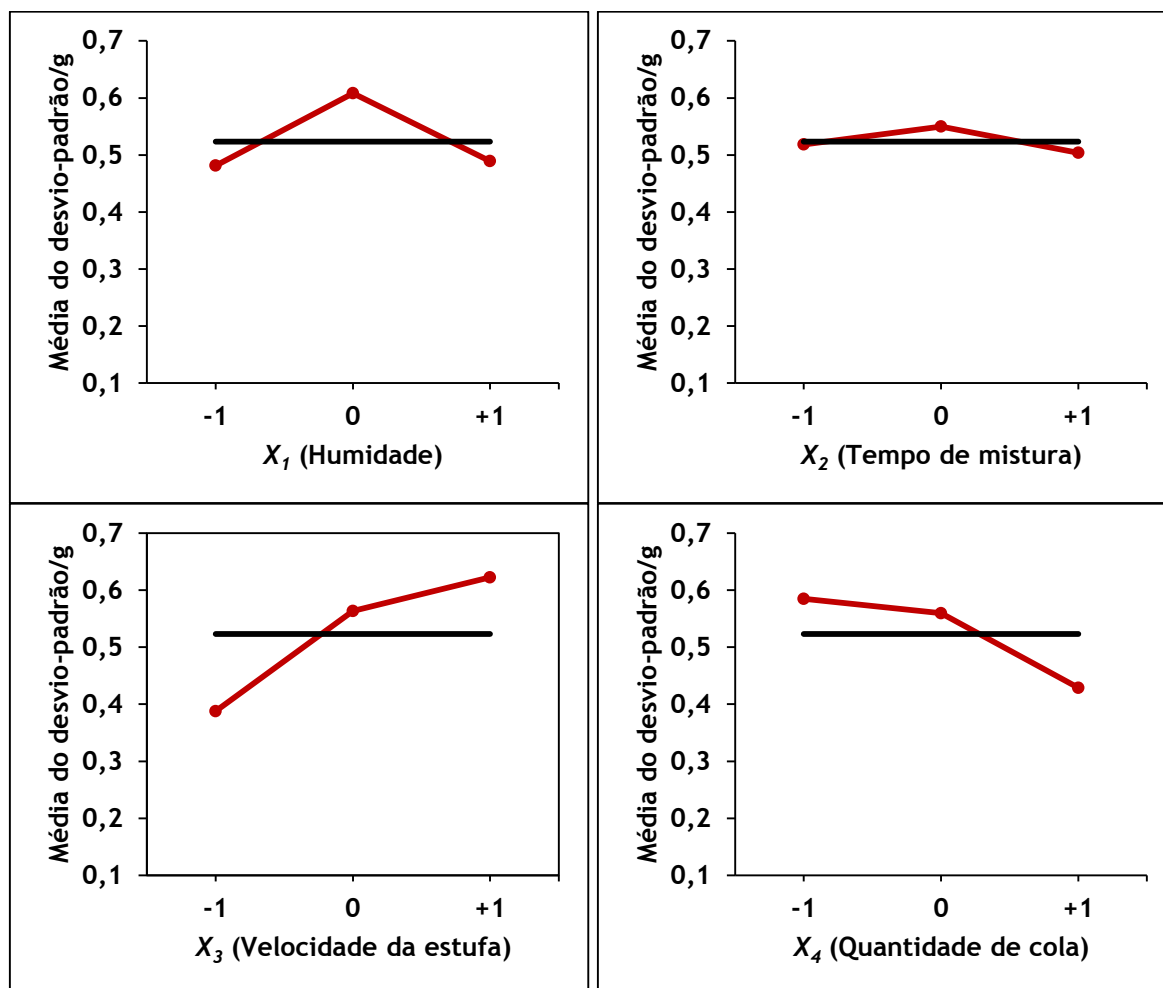


Figura 4.6-Mean Effect para cada fator.

A linha horizontal preta da Figura 4.6 representa o valor médio da resposta. A linha a vermelho corresponde à média do desvio-padrão relativamente ao valor nominal, para cada um dos três níveis considerados.

Quanto maior a variação da média do desvio padrão entre o nível inferior, -1, e superior, +1, maior é a magnitude do efeito. Em contrapartida, se o ponto central, nível 0, encontrar-se muito distanciado da média de resposta, linha preta, o efeito também é significativo. Portanto, observa-se estatisticamente que as variáveis que têm influência sobre o desvio-

padrão ao valor nominal são a velocidade da estufa, a quantidade de cola e a humidade do granulado.

Quanto à análise das interações entre variáveis, representou-se o gráfico de interações (Figura 4.7). Este tipo de gráfico ilustra os efeitos de interação entre as variáveis que não são independentes. Os segmentos quase paralelos indicam a inexistência de interação entre os fatores. Geralmente, caso ocorra interseção dos segmentos, o efeito de interação entre variáveis revela-se significativo para o processo.

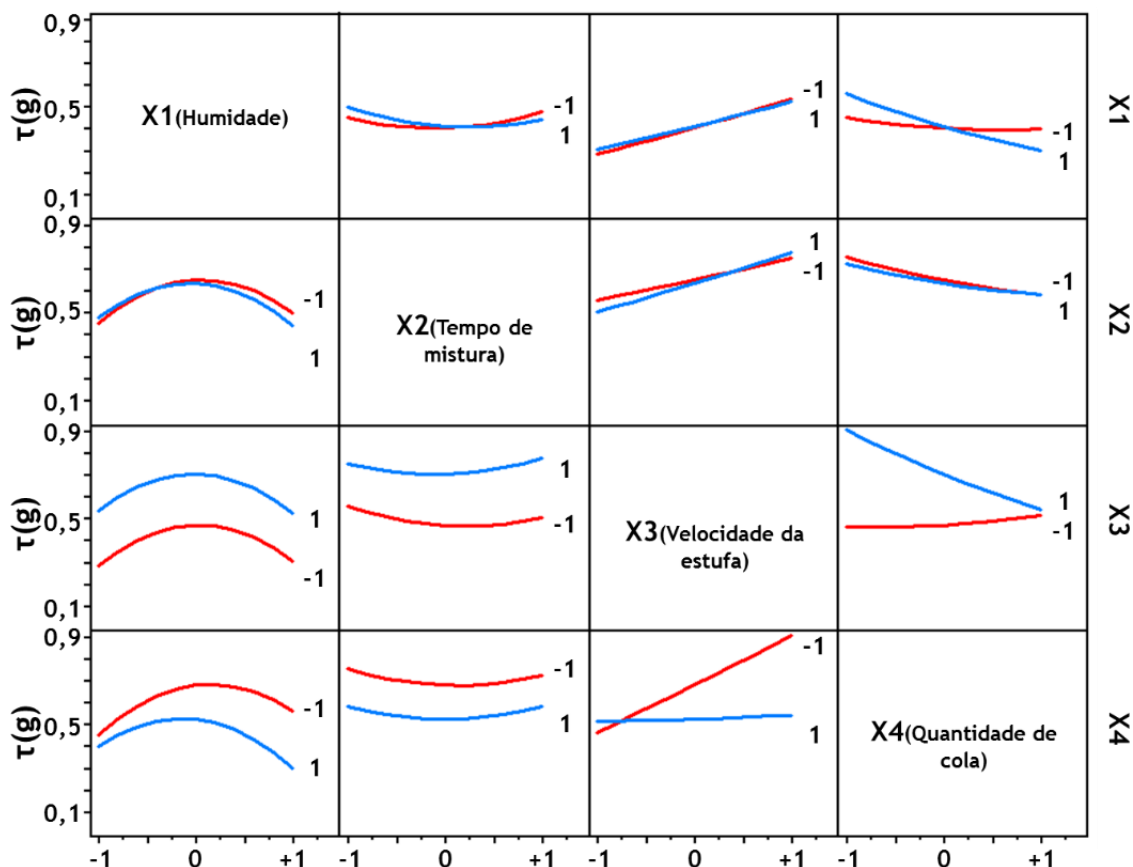


Figura 4.7-Gráfico de interações.

Assim sendo, os fatores que se intersectam são X_1X_2 , X_1X_3 , X_2X_3 , X_3X_4 e X_1X_4 . No entanto, a interação de fatores significativos são X_1X_4 e X_3X_4 , interação quantidade de cola-humidade e interação velocidade da estufa-quantidade de cola. As restantes interações (X_1X_2 , X_1X_3 e X_2X_3) não foram consideradas significativas, apesar de se intersectarem, uma vez que os seus segmentos apresentam um comportamento praticamente similar.

Por outro lado, na elaboração de uma tabela ANOVA é mais perceptível a identificação dos fatores significativos para o processo. A Tabela 4.6 examina a magnitude dos efeitos para determinar qual, ou quais, das variáveis (e interações) são importantes para o processo de moldação individual.

Tabela 4.6-Tabela ANOVA.

Term	Estimate	Std Error	t ratio		p-value
X_3	0,117	0,020	5,81		0,0001
X_3X_4	-0,104	0,021	-4,85		0,0005
X_4	-0,078	0,020	-3,86		0,0027
X_1X_1	-0,175	0,053	-3,27		0,0075
X_1X_4	-0,051	0,021	-2,40		0,0355
X_2X_2	0,060	0,053	1,13		0,2844
X_1X_2	-0,020	0,021	-0,93		0,3700
X_2X_3	0,020	0,021	0,93		0,3700
X_1X_3	-0,009	0,021	-0,41		0,6904
X_2	0,008	0,020	-0,39		0,7072
X_4X_4	-0,020	0,053	0,38		0,7130
X_2X_4	-0,008	0,021	0,35		0,7326
X_1	0,004	0,020	0,19		0,8507
X_3X_3	0,005	0,053	0,10		0,9244

Pela Tabela 4.5, tabela ANOVA gerada pelo programa informático JMP, chega-se à conclusão que os fatores significativos para a moldação são: O fator X_3, X_4 e a interação de 2ª ordem X_1X_4, X_3X_4 e X_1X_1 foram os fatores significativos, dado que para esses mesmo fatores o *p-value* obtido foi inferior a 0,05. No entanto, a interação humidade-humidade (X_1X_1) poderá ter sido influenciada pelo facto de se ter utilizado uma massa volúmica mais baixa para o granulado de 6%.

4.2.3 Efeito das variáveis na resposta

A aplicação de RSM definiu a Equação 4.1 como a relação empírica da resposta com as 4 variáveis.

$$\begin{aligned} \tau(g) = & 0,585 + 0,004X_1 + 0,008X_2 + 0,117X_3 - 0,078X_4 - 0,020X_1X_2 - 0,009X_1X_3 \\ & + 0,020X_2X_3 - 0,051X_1X_4 - 0,008X_2X_4 - 0,104X_3X_4 - 0,175X_1^2 + 0,060X_2^2 \\ & + 0,005X_3^2 - 0,020X_4^2 \end{aligned} \quad (4.1)$$

onde X_i são as variáveis codificadas para cada um dos fatores: X_1 representa a humidade no granulado, X_2 é o tempo de mistura entre o granulado e a cola, X_3 é a velocidade da estufa e X_4 define a quantidade de cola.

Através da Equação 4.1, pode-se determinar o desvio-padrão relativamente ao valor nominal previsto para cada experiência. A Tabela 4.7 compara a resposta obtida experimentalmente com a resposta prevista pelo modelo RSM.

Tabela 4.7-Comparação da resposta medida com a resposta prevista pelo modelo.

Experiência	Variáveis codificadas				$\tau_{observado}(g)$	$\tau_{previsto}(g)$
	X_1	X_2	X_3	X_4		
1	+1	-1	+1	+1	0,37	0,38
2	0	1	0	0	0,55	0,64
3	+1	1	+1	+1	0,43	0,38
4	-1	-1	+1	+1	0,40	0,45
5	+1	-1	+1	-1	0,85	0,86
6	-1	-1	-1	+1	0,42	0,44
7	+1	0	0	0	0,37	0,41
8	-1	1	-1	-1	0,20	0,27
9	-1	1	+1	-1	0,83	0,77
10	+1	-1	-1	+1	0,43	0,41
11	0	0	+1	0	0,77	0,71
12	-1	1	-1	+1	0,53	0,44
13	-1	-1	-1	-1	0,33	0,30
14	1	1	-1	+1	0,26	0,36
15	-1	0	0	0	0,44	0,41
16	+1	-1	-1	-1	0,44	0,47
17	0	0	0	0	0,63	0,59
18	+1	1	-1	-1	0,49	0,36
19	-1	1	+1	+1	0,48	0,53
20	-1	-1	+1	-1	0,71	0,72
21	+1	1	+1	-1	0,77	0,82
22	0	0	-1	0	0,40	0,47
23	0	-1	0	0	0,73	0,65
24	0	0	0	-1	0,65	0,68
25	0	0	0	+1	0,55	0,53
26	0	0	0	0	0,57	0,59

Ao comparar os resultados experimentais e de simulação, confirma-se que o modelo matemático proposto pela metodologia RSM consegue representar fielmente o sistema, pois comparando a resposta prevista com o resultado experimental verifica-se que estes resultados são próximos na generalidade.

Uma vez que a quantidade de cola e a velocidade da estufa foram os efeitos significativos com maior magnitude no processo, optou-se por mostrar a superfície de resposta para estas mesmas variáveis, Figura 4.8. A superfície de resposta para as outras variáveis encontra-se no Anexo 3.

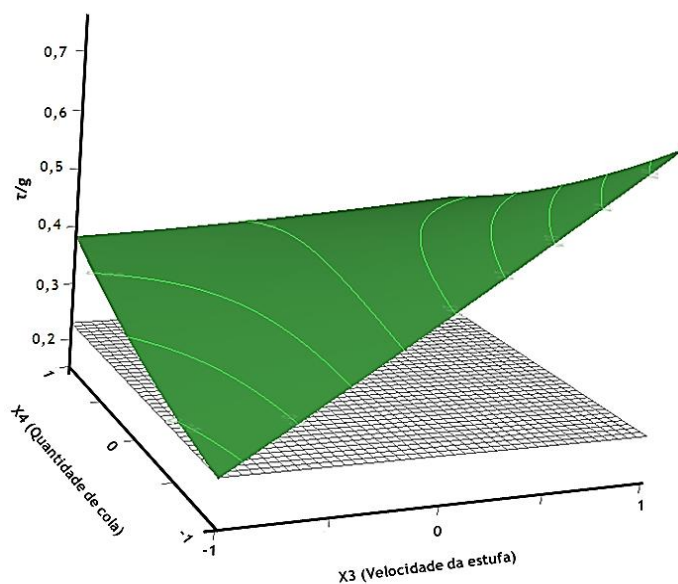


Figura 4.8-Superfície de resposta para os dois fatores com mais impacto.

Verificou-se que o aumento da velocidade da estufa aumenta a variabilidade do processo, isto porque o tempo de queda da mistura de aglomerado nos moldes diminui com o aumento da velocidade de estufa. Por outro lado, para a minimização de variabilidade é recomendável usar a quantidade mínima de cola visto que o aumento desta cria dificuldade na queda de granulado.

O plano a cinzento representa o valor onde a resposta é minimizada. Como se verifica na Figura 4.8, só existe um ponto onde a superfície de resposta intersecta o plano a cinzento, sendo esse ponto, o ponto ótimo de resposta.

Representou-se o gráfico de contornos, Figura 4.9, pois pode auxiliar na localização do ponto ótimo.

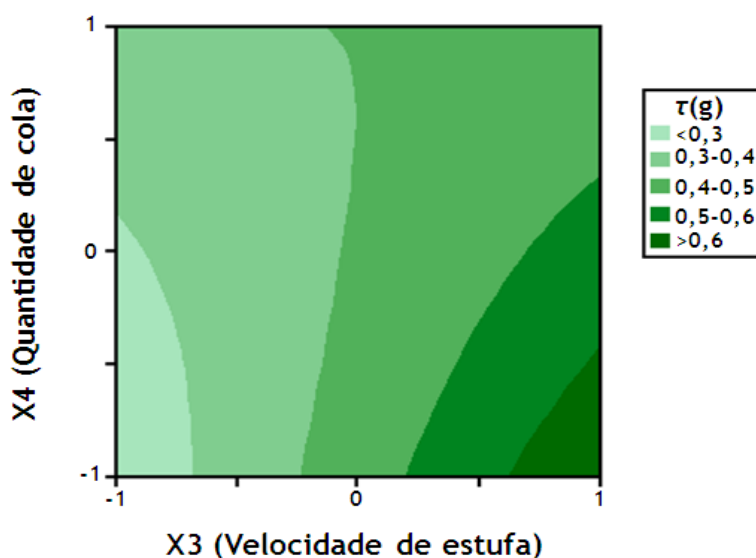


Figura 4.9-Gráfico de contorno para os dois fatores com mais impacto.

As curvas de contorno são apresentadas em diferentes valores de desvio-padrão com o objetivo de se atingir a zona de excelência, que será a região onde o sistema oferecerá menos variabilidade. Na Figura 4.9 é evidente que, tomando um nível baixo de X_3 (velocidade da estufa) e um nível baixo de X_4 (quantidade de cola), são obtidos desvios padrões relativamente ao valor nominal mais baixos. Assim, pode-se observar que a combinação de variáveis com níveis mais baixos ocorre quando se atinge a região mínima de resposta, ou seja, a região que apresenta menos variabilidade.

4.2.4 Otimização das condições de operação

A otimização consiste na definição do valor nominal do peso dos corpos aglomerados, isto é, minimizar o desvio-padrão ao valor nominal. Isto foi feito com base na função *desirability*. A combinação de valores das variáveis independentes que levam à maximização de robustez do processo encontra-se na Tabela 4.8.

Tabela 4.8-Condições operatórias para a minimização da variabilidade.

<i>i</i>	Fator	Valores ótimos	
		Codificadas (X_i)	Naturais (x_i)
1	Humidade	-1	4%
2	Tempo de mistura	0,13	6,3 min
3	Velocidade da estufa	-1	3,5 cm/s
4	Quantidade de cola	-1	3 kg

Neste ponto a função *desirability* tem um máximo, como se pode confirmar pela representação da superfície de resposta e no Anexo 4.

A Tabela 4.9 mostra a variabilidade prevista e experimental na solução ótima.

Tabela 4.9-Caraterísticas otimizadas do processo de moldação.

Resposta	Solução ótima	
	Valor previsto	Valor experimental
τ (g)	0,23±0,16	0,27

As condições derivadas da análise RSM demonstram que o valor experimental é ligeiramente superior ao valor previsto pelo modelo empírico. No entanto, confirma a validade e adequação do modelo previsto, visto que se encontra dentro do intervalo de validade. A variação do resultado experimental comparativamente ao resultado do modelo pode ser explicada pela utilização de um granulado com uma massa volúmica relativamente baixa, 63,5 kg/m³. Apesar do valor experimental nas condições ótimas ser inferior ao valor nominal

desejado de 11 g, já que o valor médio do peso dos corpos e o desvio-padrão da amostra foram de 10,81 g e de 0,19 g, respetivamente. O resultado é considerado aceitável, tendo em conta que atualmente para massas volúmicas baixas de granulado se obtém um desvio padrão em torno do valor nominal de 0,41 g (peso médio 10,60 g e desvio padrão da amostra de 0,1 g).

Após a realização do ponto ótimo da superfície de resposta, fizeram-se alguns testes a outras propriedades dos materiais para verificar as especificações do produto. Alguns corpos aglomerados foram sujeitos a ensaio de torção, ensaio de água fervente e ensaio de absorção de água.

A figura 4.10 ilustra os corpos aglomerados sujeitos ao ensaio de água fervente.



Figura 4.10-Corpos aglomerados após o ensaio de água fervente.

Quanto ao ensaio de água fervente, os corpos aglomerados de cortiça são resistentes, dado que a integridade do produto manteve-se intacta. Portanto, a aglomeração nestas condições de operação obedece à especificação, tendo em conta que houve ausência de desagregação do corpo aglomerado.

Quanto ao ensaio de absorção de água, este foi comparado com corpos típicos das condições atuais do processo, designado por corpos atuais (Anexo 5). Em média, a percentagem de água absorvida de corpos atuais e os corpos novos são 15 % e 25 %, respetivamente. Contudo, o ensaio de absorção de água é determinado pela composição da cortiça. Em contrapartida, verificou-se que os corpos mais leves geralmente tinham uma percentagem de água absorvida maior devido a ser um corpo aglomerado mais poroso, isto é, contém mais volumes vazios.

Por fim, os corpos aglomerados nas condições ótimas tiveram valores conformes no que diz respeito ao ensaio de torção, registando-se um valor médio de 62 daN/cm e 55° referente ao momento de torção e ao ângulo de torção, respetivamente, como se verifica na Tabela 4.10.

Tabela 4.10- Estudo do ensaio de torção com as condições otimizadas.

Corpo aglomerado	Peso (g)	M.torsor (daN/cm)	Ângulo (°)
1	10,85	63,0	56
2	10,83	64,1	54
3	10,66	61,1	50
4	10,82	62,1	58
5	10,75	61,8	55
Média	10,78	62,4	55

4.3 Análise de outras propriedades

Para complementar este estudo, estudou-se o impacto do peso dos corpos aglomerados em propriedades mecânicas, como a torção e força de compressão. Estas duas propriedades são relevantes visto que indica o comportamento da rolha em relação à torção e compressão nas fases de engarrafamento e desarrolhamento. A torção avalia a resistência do material quando sujeito a forças axiais, enquanto a força de compressão avalia a capacidade de resistência quando sujeito a deformações axiais. A figura 4.11 ilustra as propriedades mecânicas em função do peso do corpo aglomerado.

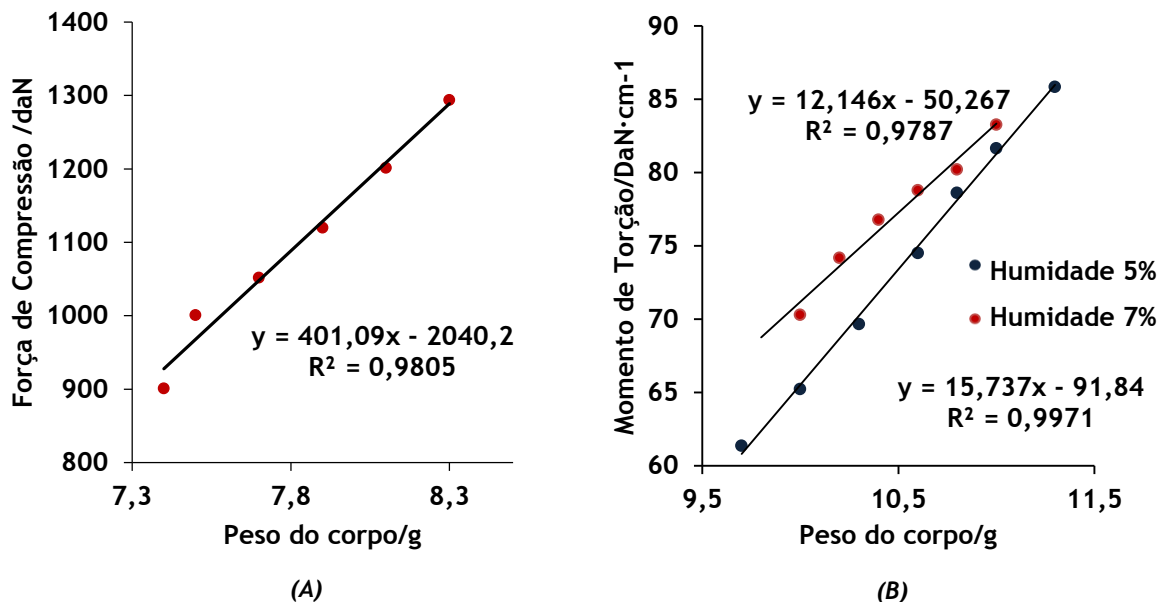


Figura 4.11- Influência do peso dos corpos aglomerados em propriedades mecânicas: (A) Ensaio de compressão (B) Ensaio de Torção.

Os corpos aglomerados de cortiça com o peso relativamente elevado apresentam baixa porosidade, mas um momento de torção elevado. Em relação à compressão, os corpos aglomerados de cortiça também aumentam com o aumento do peso do corpo de cortiça.

Ambas as propriedades mecânicas, torção e compressão, relacionam-se linearmente com o peso do corpo aglomerado. O momento de torção aumenta com o peso do corpo aglomerado, devido à maior rigidez do material mais compactado. Neste seguimento, verifica-se também uma menor compressão derivado do aumento do módulo de elasticidade, tornando o corpo aglomerado mais rígido e mais difícil de comprimir. Assim, os corpos aglomerados de maior massa são mais rígidos que os corpos aglomerados de menor massa.

Pela análise da Figura 4.11B, verifica-se também que o momento de torção é influenciado pela humidade do granulado. Observa-se que para o mesmo peso de corpo aglomerado se obtém uma maior torção para humidades mais altas. Este efeito ocorre porque o aumento do teor de água no granulado promove a formação de poliureia, e irá aumentar a torção como consequência do maior número de pontes de hidrogénio formadas.

5 Conclusões

Com esta dissertação pretendeu-se otimizar o processo de moldação associado à produção de rolhas de champanhe, a fim de reduzir a variabilidade do peso dos corpos aglomerados do processo de moldação da Relvas II - Rolhas de Champanhe, S.A. O processo de moldação associado foi otimizado através da metodologia RSM. Desse modo, foram selecionados 4 fatores, após um teste de hipóteses, que afetam o peso dos corpos aglomerados, sendo eles, a quantidade de cola, o tempo de mistura do granulado com o adesivo, a velocidade da estufa e a humidade do granulado. A resposta assumida foi o desvio padrão relativamente ao valor nominal de 11 g. A seleção desta resposta deve-se ao facto de esta considerar o desvio padrão da amostra e o desvio ao valor estabelecido. Desta forma, o objetivo foi minimizar o desvio padrão relativamente ao valor nominal de 11 g.

A partir dos resultados foram avaliados os fatores que influenciam estatisticamente o processo de moldação, concluindo-se que a quantidade de cola e a velocidade da estufa são os mais relevantes. Adicionalmente, foram estabelecidas correlações entre os parâmetros estudados e a resposta do processo.

A melhor combinação de condições para a obtenção de variabilidade mínima é a que se indica abaixo:

- Quantidade de cola: 3 kg;
- Tempo de mistura: 6,3 min;
- Velocidade da estufa: 3,5 cm/s;
- Humidade de granulado: 4 %.

A propriedade obtida como resposta, desvio padrão relativamente ao valor nominal de 11 g, estava com uma proximidade aceitável ao valor previsto pelo modelo empírico.

Assim, de forma a maximizar a robustez do processo de moldação, a redução de quantidade de cola e a redução da velocidade da estufa seriam medidas a adotar, já que estas foram as variáveis com mais impacto na moldação e as mais fáceis de implementar. Por outro lado, todo o conhecimento adquirido será utilizado no sentido de se elaborar uma prática de condições operatórias que permitam a melhoria contínua do processo.

Complementarmente, determinou-se o efeito dos pesos dos corpos aglomerados de cortiça com os ensaios de torção e de compressão, demonstrando-se que estes apresentam uma relação linear entre eles. Assim, se se reduzir a variabilidade do peso dos corpos aglomerados, consegue-se reduzir a heterogeneidade do comportamento mecânico das rolhas de champanhe.

5.1 Objetivos Realizados

O projeto desenvolvido teve como objetivo principal o estudo de variabilidade do processo de moldação e aplicação de ferramentas de otimização (DOE), com vista à melhoria da performance mecânica da rolha de cortiça. Foram determinadas as condições ótimas para a redução de variabilidade.

No entanto, não foi possível confirmar como a carta de controlo iria reagir a estas novas condições devido à curta duração do projeto.

5.2 Limitações e Trabalho Futuro

A principal limitação que este trabalho teve relaciona-se com o fator tempo, devido à complexidade do problema em estudo foi necessário diminuir o número de variáveis para que se tornasse exequível. A elevada carga de trabalho da empresa Relvas II - Rolhas de champanhe S.A. condicionou a utilização do processo de moldação. A principal matéria-prima deste trabalho, o granulado, também foi uma limitação, dado que o granulado é dependente da unidade do Alentejo.

Relativamente ao trabalho futuro seria interessante alargar esta metodologia para outras fronteiras, de forma a incluir as restantes fases do ciclo de vida de rolhas de champanhe. Outros estudos que se poderão ter em conta são a aplicação de desenho de experiências para granulados de cortiça de massa volúmica elevada e verificar como o processo irá reagir em termos de variabilidade a longo prazo com estas novas condições.

5.3 Apreciação final

A realização desta dissertação permitiu-me ter um contacto mais próximo com a realidade empresarial e compreender o modo de funcionamento de uma indústria corticeira. Foi uma experiência que me permitiu ainda a aquisição de conhecimentos relacionados com os processos de produção de rolhas de champanhe e o conhecimento de ferramentas de otimização mas também sobre práticas de controlo de qualidade.

6 Referências Bibliográficas

- [1] “Manual técnico Rolhas” [Online]. [acedido em Março de 2016]. Disponível em http://www.amorim.com/xms/files/Documentacao/Manual_Rolhas_PT.pdf
- [2] Fortes, M. A., M. E. Rosa, and H.Pereira, “A cortiça,” IST Press-Instituto Superior Técnico, 2004
- [3] APCOR - Associação Portuguesa da Cortiça [Online]. [acedido em Março de 2016]. Disponível em <http://www.apcor.pt/>
- [4] *CORTICEIRA AMORIM, S.G.P.S., S.A “The Art of Cork” [Online]. [acedido em Março de 2016].* Disponível em http://www.amorim.com/xms/files/Documentacao/Brochura_Arte_Cortica_Small_EN.pdf
- [5] Silva, Maria, “Apontamentos de Tecnologia dos Produtos Florestais: A Cortiça - Suas Características e Propriedades”, UTAD 2010
- [6] Cordeiro, Nereida, “Fraccionamento da Cortiça e Caracterização dos seus Componentes. Estudo de. Possibilidades de Valorização da Suberina” Tese de Doutoramento, Universidade de Aveiro, Aveiro, 1998
- [7] Dias, Pedro “Derivados de cortiça: Caraterização Mecânica e anti-vibratória”, Tese de Mestrado, Universidade do Minho, Braga, 2012
- [8] Grupo Amorim, “Montado e Produção Mundial” [Online]. [acedido em Março de 2016]. Disponível em <http://www.amorim.com/a-cortica/mitos-e-curiosidades/Montado-e-Producao-Mundial/108/>
- [9] APCOR - Associação Portuguesa da Cortiça “Do sobreiro à cortiça Um sistema sustentável” [Online]. [acedido em Março de 2016]. Disponível em <http://www.apcor.pt/wp-content/uploads/2015/09/Do-Sobreiro-a-cortica-um-sistema-sustentavel.pdf>
- [10] Gil, L. 1987 “Cortiça — Tecnologia de Processamento e Constituição Química”, monografia do curso de mestrado em Química orgânica tecnológica, Edição n.º 3, Lisboa.
- [11] Quercus - Associação Nacional de Conservação da Natureza [Online]. [acedido em Março de 2016]. Disponível em <http://www.quercus.pt/artigos-floresta/2411-a-importancia-dos-montados-de-sobro-em-portugal>
- [12] Moura Bordado et al, “Stoppers of Composite Cork Material for Sparkling Wines and the Process for their Production”, PIETEC-CORTICAS, LDA, 2011

- [13] Grupo Amorim , “Estudo das propriedades ecológicas das Rolhas de Cortiça e do impacto ambiental dos Vedantes Artificiais” [Online]. [acedido em Março de 2016]. Disponível em <http://www.amorimcork.com/products/cork-vs-artificial-closures/evaluation-environmental-impacts/>
- [14] Relvas II - Rolhas de Champanhe S.A. [Online]. [acedido em Março de 2016]. Disponível em <http://relvascork.com/website/>
- [15] APCOR-Associação Portuguesa da Cortiça “Rolhas de Champanhe” [Online]. [acedido em Março de 2016]. Disponível em <http://www.apcor.pt/produtos/rolhas/rolhas-de-champanhe/>
- [16] Cardoso C., Grupo Amorim [Online]. [acedido em Março de 2016]. Disponível em http://vinhosdotejo.com/admin/uploads/AspectosTcnicosdoTrinmioGarrafa-Rolha-Vinho_Santarem_12.06.2013v2.pdf
- [17] Alexandra Amorim & Ferreira [Online]. [acedido em Março de 2016]. Disponível em <http://n-box.pt/alexandra-amorim/>
- [18] Rives J. et al, “Environmental analysis of the production of champagne cork stoppers”, Journal of Cleaner Production, 2011
- [19] European Cork Federation (C.E.Liège) “CIPT - Código Internacional de Prácticas Taponeras - Versión 6.06” [Online]. [acedido em Março de 2016]. Disponível em http://www.asecor.com/doc/cipt_es.pdf
- [20] H.Pereira, “Cork: Biology, Production and Uses”, 1ªEdição, IST Press-Instituto Superior Técnico, 2007
- [21] Szycher, M. “Szycher’S handbook of Polyurethanes”, 2ªEdição, CRC Press, 2012
- [22] Plastiprene, “O Poliuretano” [Online]. [acedido em Março de 2016]. Disponível em <http://www.plastiprene.com.br/o-poliuretano/>
- [23] R. Domingues et al, “DESENHO DE EXPERIÊNCIAS - ESTRATÉGIAS”, Instituto Nacional de Engenharia, Tecnologia e Inovação Departamento de Materiais e Tecnologias de Produção
- [24] Montgomery, Douglas “Introduction to Statistical Quality Control”, 6ª edição. John Wiley & Sons, 2009
- [25] Silva, Sílvia “Desenho de experiências aplicado à produção de nanopartículas de PLGA para libertação controlada de Doxorubicina”, Tese de Mestrado, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2012
- [26] Myers, Raymond; Montgomery, Douglas; Anderson-Cook, Christine “Response surface methodology: Process and Product Optimization Using Designed Experiments”, 3ª edição. John Wiley & Sons, 2009

- [27] Galdámez, Edwin “Aplicação de técnicas de planejamento e análise de experimentos na melhoria da qualidade de um processo de fabricação de produtos plásticos”, Tese de mestrado, Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, 2002
- [28] Bezerra, M. et al, “Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry”, Talanta, Elsevier, 2008
- [29] Baş, D. et al, “Modeling and optimization I: Usability of response surface methodology”, Journal of Food Engineering, 2007
- [30] Mendes, S., “Delineamento Experimental” [Online]. [acedido em Maio de 2016]. Disponível em http://ead.ipleiria.pt/ucs201415/pluginfile.php/167940/mod_resource/content/3/aula%201%20-%200905.pdf
- [31] Pires, Ana, “Probabilidades e Estatística” [Online]. [acedido em Maio de 2016]. Disponível em <https://www.math.tecnico.ulisboa.pt/~apires/MaterialPE/AulaTCap8C.pdf>
- [32] “Controle Estatístico de Processo” [Online]. [acedido em Maio de 2016]. Disponível em <http://www.dataalyzer.com.br/site/suporte/administrador/info/arquivos/info22/22.html>
- [33] JMP, “Design of Experiments Guide” [Online]. [acedido em Maio de 2016]. Disponível em https://www.jmp.com/support/downloads/pdf/jmp1001/doe_guide.pdf

Anexo 1 Testes Prévios

Para a determinação da influência da variável a analisar, recorreu-se à utilização de uma análise de distribuição das médias das amostras-Tabela A.1. Para a análise dos testes prévios, recolheu-se uma amostra de 30 corpos aglomerados. Para a análise de dados, utilizou-se uma aplicação estatística-MINITAB.

Tabela A.1-Resultados estatísticos dos testes prévios.

Máquina	Peso médio (g)	Desvio-Padrão (g)	PValue
Moldadora 1	10,93	0,29	0,670
Moldadora 2	10,90	0,26	
Operador	Peso médio (g)	Desvio-Padrão (g)	PValue
Operador 1	10,95	0,23	0,289
Operador 2	10,89	0,21	
Vibração	Peso médio (g)	Desvio-Padrão (g)	PValue
c/Vibração	11,21	0,24	<0,001
s/Vibração	10,77	0,19	
Velocidade da Estufa	Peso médio (g)	Desvio-Padrão (g)	PValue
3,50 cm/s	11,32	0,17	<0,001
3,75 cm/s	11,10	0,20	

Anexo 2 Desenho de Experiências

Nesta secção, apresenta-se a amostragem dos corpos aglomerados recolhida para a avaliação da resposta medida.

Tabela A.2-Amostra dos corpos aglomerados para o planeamento de experiências.

Peso dos corpos aglomerados (g)									
Rolha	Exp.1	Exp.2	Exp.3	Exp.4	Exp.5	Exp.6	Exp.7	Exp.8	Exp.9
1	10,59	10,45	10,77	10,42	10,88	10,85	11,56	10,92	10,02
2	10,80	10,42	11,00	10,60	9,80	11,05	10,63	10,90	10,19
3	10,53	10,41	10,61	10,73	9,97	10,79	10,88	10,92	10,61
4	10,99	10,36	10,44	10,83	9,81	11,20	11,43	10,92	9,91
5	10,76	10,67	10,65	10,68	10,09	10,89	10,56	10,69	10,14
6	10,75	10,22	10,98	10,63	10,30	10,60	10,67	11,17	10,10
7	10,79	10,92	10,25	10,46	10,28	11,14	10,57	10,65	10,75
8	10,68	10,31	10,63	10,81	10,43	11,41	10,79	10,62	10,17
9	10,81	10,29	10,75	10,32	10,02	10,66	11,43	10,95	10,01
10	10,47	10,26	10,35	10,81	10,18	10,65	11,47	10,87	10,16
11	10,73	10,36	10,52	10,60	9,82	12,36	10,73	10,96	10,38
12	10,41	10,52	10,92	10,42	10,06	11,12	10,63	10,75	10,25
13	10,72	10,33	10,56	10,59	9,95	10,75	10,68	10,80	10,28
14	10,40	10,39	10,99	10,52	10,85	11,26	10,59	10,88	10,42
15	10,64	10,25	10,61	11,08	9,86	11,12	10,56	10,77	10,48
16	10,75	10,68	10,32	10,56	10,03	11,02	10,74	10,75	10,40
17	10,75	10,60	10,64	10,39	10,30	10,54	10,55	11,09	10,43
18	10,84	10,35	10,66	10,72	10,28	11,06	10,53	10,87	10,57
19	10,42	10,67	10,62	10,85	10,30	11,14	10,79	11,16	10,59
20	10,32	10,25	10,54	10,49	10,02	10,66	10,66	11,01	10,07
21	10,70	10,32	10,86	10,39	10,60	10,86	10,61	10,95	9,99
22	10,69	10,75	10,35	10,59	10,08	11,14	10,78	10,97	10,10
23	10,81	10,43	10,63	11,05	10,19	10,98	10,62	11,12	10,12
24	10,40	10,68	10,55	10,83	10,13	11,23	10,62	10,70	9,88
25	10,68	10,87	10,70	10,91	10,14	11,28	10,85	11,18	9,78
26	10,82	10,72	10,62	10,80	10,22	12,22	11,51	11,31	9,97
27	11,04	10,46	10,63	10,76	10,95	11,44	10,54	10,64	10,15
28	10,57	10,59	10,67	10,51	10,06	10,81	10,88	10,80	9,88
29	10,69	10,81	10,34	10,45	10,79	10,82	10,74	10,78	10,09
30	10,73	10,21	10,45	10,74	10,05	11,32	10,66	10,89	10,34
Média	10,68	10,49	10,62	10,65	10,21	11,08	10,81	10,90	10,21
Máximo	11,04	10,92	11	11,08	10,95	12,36	11,56	11,31	10,75
Mínimo	10,32	10,21	10,25	10,32	9,81	10,54	10,53	10,62	9,78
D.Padrão	0,17	0,21	0,20	0,20	0,32	0,41	0,32	0,18	0,24
Amplitude	0,72	0,71	0,75	0,76	1,14	1,82	1,03	0,69	0,97

Tabela A.3-Amostra dos corpos aglomerados para o planeamento de experiências (continuação).

Rolha	Peso do corpo aglomerado (g)								
	Exp.10	Exp.11	Exp.12	Exp.13	Exp.14	Exp.15	Exp.16	Exp.17	Exp.18
1	11,28	10,27	10,95	11,03	10,91	10,23	10,54	10,43	11,69
2	11,80	10,33	11,24	11,13	10,99	10,26	11,32	10,50	11,20
3	11,93	10,32	10,93	10,71	11,19	10,71	11,51	10,26	11,43
4	11,66	10,30	11,27	10,55	11,04	10,49	10,61	10,28	11,16
5	11,18	10,52	11,36	10,55	11,22	10,60	11,48	10,62	11,2
6	10,87	10,15	11,08	10,83	11,04	10,38	10,44	10,28	11,37
7	11,35	10,17	11,66	10,53	11,31	10,71	11,50	10,38	11,20
8	11,09	10,43	11,32	10,95	11,04	11,24	11,00	10,53	11,31
9	11,20	10,28	11,23	10,85	10,94	10,25	10,59	10,46	11,16
10	11,32	10,45	11,16	10,88	11,01	10,57	10,64	10,19	11,20
11	11,28	10,20	11,23	10,77	11,74	9,92	10,96	10,20	11,12
12	11,03	10,17	11,15	10,64	11,36	10,63	10,56	10,26	11,93
13	11,80	10,38	11,17	11,04	11,21	10,57	10,88	10,61	11,52
14	11,26	10,25	11,47	10,52	10,84	10,64	10,46	10,45	11,13
15	11,19	10,28	11,81	10,37	11,00	10,81	10,55	10,33	12,08
16	11,15	10,37	11,46	10,77	10,98	10,67	11,63	10,24	11,16
17	11,57	10,25	11,15	10,74	11,76	10,87	10,43	10,32	11,26
18	10,88	10,20	11,39	10,90	11,13	10,80	10,44	10,19	11,86
19	11,41	10,15	10,93	10,72	10,98	10,72	10,81	10,62	11,47
20	11,24	10,36	11,27	10,37	11,14	10,64	10,61	10,29	11,16
21	11,42	10,21	11,46	10,82	11,00	11,07	11,65	10,32	11,19
22	11,16	10,00	12,40	11,15	11,42	10,98	10,89	10,23	11,15
23	11,14	10,02	11,37	11,31	11,05	10,93	10,86	10,51	11,90
24	11,65	9,99	11,45	10,91	11,46	10,60	10,53	10,26	11,24
25	11,76	9,95	10,91	10,86	10,89	10,70	10,57	10,43	11,76
26	10,99	10,30	11,79	10,60	10,89	11,03	10,57	10,35	11,85
27	11,34	10,21	12,01	11,05	11,00	10,39	10,58	10,82	11,25
28	11,37	10,30	11,78	11,44	11,10	10,74	10,58	10,46	11,43
29	11,42	10,11	11,90	10,45	10,91	10,75	10,51	10,32	11,09
30	11,23	10,21	11,54	10,68	11,08	10,71	10,52	10,49	11,16
Média	11,33	10,24	11,39	10,80	11,12	10,65	10,81	10,39	11,39
Máximo	11,93	10,52	12,4	11,44	11,76	11,24	11,65	10,82	12,08
Mínimo	10,87	9,95	10,91	10,37	10,84	9,92	10,43	10,19	11,09
D.Padrão	0,27	0,14	0,35	0,26	0,23	0,28	0,39	0,15	0,29
Amplitude	1,06	0,57	1,49	1,07	0,92	1,32	1,22	0,63	0,99

Tabela A.4-Amostra dos corpos aglomerados para o planeamento de experiências (continuação).

Rolha	Peso do corpo aglomerado (g)							
	Exp.19	Exp.20	Exp.21	Exp.22	Exp.23	Exp.24	Exp.25	Exp.26
1	11,28	10,27	10,95	11,03	10,91	10,23	10,54	10,43
2	11,80	10,33	11,24	11,13	10,99	10,26	11,32	10,50
3	11,93	10,32	10,93	10,71	11,19	10,71	11,51	10,26
4	11,66	10,30	11,27	10,55	11,04	10,49	10,61	10,28
5	11,18	10,52	11,36	10,55	11,22	10,60	11,48	10,62
6	10,87	10,15	11,08	10,83	11,04	10,38	10,44	10,28
7	11,35	10,17	11,66	10,53	11,31	10,71	11,50	10,38
8	11,09	10,43	11,32	10,95	11,04	11,24	11,00	10,53
9	11,20	10,28	11,23	10,85	10,94	10,25	10,59	10,46
10	11,32	10,45	11,16	10,88	11,01	10,57	10,64	10,19
11	11,28	10,20	11,23	10,77	11,74	9,92	10,96	10,20
12	11,03	10,17	11,15	10,64	11,36	10,63	10,56	10,26
13	11,80	10,38	11,17	11,04	11,21	10,57	10,88	10,61
14	11,26	10,25	11,47	10,52	10,84	10,64	10,46	10,45
15	11,19	10,28	11,81	10,37	11,00	10,81	10,55	10,33
16	11,15	10,37	11,46	10,77	10,98	10,67	11,63	10,24
17	11,57	10,25	11,15	10,74	11,76	10,87	10,43	10,32
18	10,88	10,20	11,39	10,90	11,13	10,80	10,44	10,19
19	11,41	10,15	10,93	10,72	10,98	10,72	10,81	10,62
20	11,24	10,36	11,27	10,37	11,14	10,64	10,61	10,29
21	11,42	10,21	11,46	10,82	11,00	11,07	11,65	10,32
22	11,16	10,00	12,40	11,15	11,42	10,98	10,89	10,23
23	11,14	10,02	11,37	11,31	11,05	10,93	10,86	10,51
24	11,65	9,99	11,45	10,91	11,46	10,60	10,53	10,26
25	11,76	9,95	10,91	10,86	10,89	10,70	10,57	10,43
26	10,99	10,30	11,79	10,60	10,89	11,03	10,57	10,35
27	11,34	10,21	12,01	11,05	11,00	10,39	10,58	10,82
28	11,37	10,3	11,78	11,44	11,10	10,74	10,58	10,46
29	11,42	10,11	11,90	10,45	10,91	10,75	10,51	10,32
30	11,23	10,21	11,54	10,68	11,08	10,71	10,52	10,49
Média	11,33	10,24	11,39	10,80	11,12	10,65	10,81	10,39
Máximo	11,93	10,52	12,4	11,44	11,76	11,24	11,65	10,82
Mínimo	10,87	9,95	10,91	10,37	10,84	9,92	10,43	10,19
D.Padrão	0,27	0,14	0,35	0,26	0,23	0,28	0,39	0,15
Amplitude	1,06	0,57	1,49	1,07	0,92	1,32	1,22	0,63

Anexo 3 Superfície de Resposta

No capítulo de resultados foi apresentada a curva de superfície de resposta para as variáveis que mais influenciam a mesma. No Anexo 3 apresenta-se a curva de superfície de resposta para os restantes parâmetros que também influenciam a resposta medida, peso dos corpos aglomerados. Na Figura A.1 está presente a influência de todas as variáveis no desvio padrão ao valor nominal de 11 g.

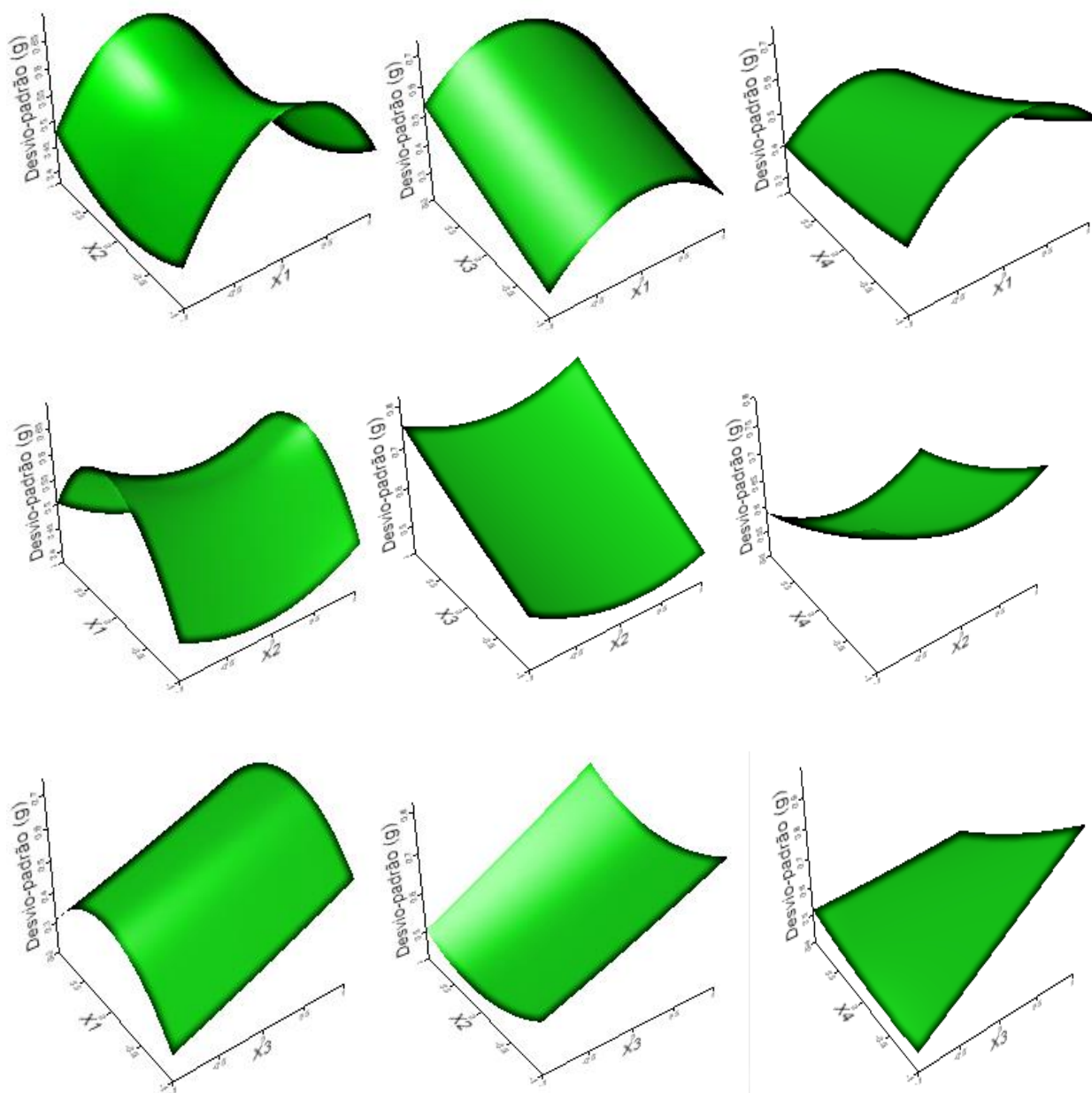


Figura A.1- Curva de superfície de resposta para as várias variáveis.

Anexo 4 Condição ótima

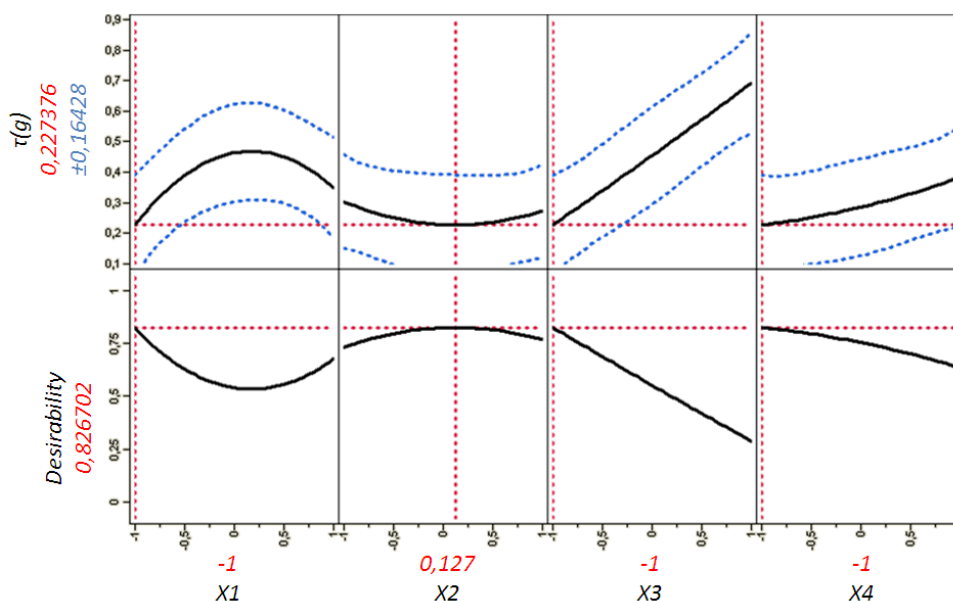


Figura A.2-Função Desirability para o ponto ótimo.

A Tabela A.5 apresenta a amostragem dos corpos aglomerados recolhida para a validação do modelo empírico.

Tabela A.5-Experiência confirmatória do ponto ótimo previsto.

Rolha	Peso(g)	Rolha	Peso(g)
1	10,98	16	10,65
2	10,92	17	10,97
3	10,64	18	10,87
4	10,56	19	11,10
5	10,77	20	10,51
6	10,83	21	10,83
7	10,94	22	10,76
8	10,83	23	10,93
9	10,68	24	10,71
10	10,58	25	10,65
11	10,67	26	10,48
12	10,54	27	10,67
13	10,70	28	10,87
14	10,64	29	11,62
15	11,19	30	11,24
Média		10,811	
D.Padrão		0,245951	

Anexo 5 Ensaio de absorção de água

O ensaio de absorção é o processo pelo qual a água tende a ocupar os poros permeáveis de um corpo sólido poroso, neste caso os corpos aglomerados. Traduz-se num aumento de massa de um corpo sólido poroso devido à penetração do líquido (água) nos seus poros, em relação à massa inicial. Assim, para o cálculo percentual da absorção de água recorreu-se à equação A.1.

$$\% \text{Absorção de água} = \frac{\text{massa}_{\text{final}} - \text{massa}_{\text{inicial}}}{\text{massa}_{\text{inicial}}} \times 100\% \quad (\text{A.1})$$

Tabela A.6-Resultados do ensaio de absorção.

Rolha	Corpos típicos			Corpos novos		
	Massa inicial (g)	Massa Final (g)	% água absorvida	Massa Final (g)	Massa Final (g)	% água absorvida
1	10,70	12,4	16%	10,90	13,7	26%
2	11,00	12,7	15%	10,80	13,9	29%
3	10,70	12,6	18%	10,80	13,6	26%
4	10,60	12,5	18%	10,90	13,5	24%
5	11,60	12,8	10%	11,00	13,1	19%
Média	10,92	12,6	15%	10,88	13,6	25%