



Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

MARTA SOFIA DA SILVA VIEIRA

Outubro de 2022

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

Dissertação submetida como requisito parcial para obtenção do grau de
Mestre em Engenharia Química, área de especialização Qualidade

Marta Sofia da Silva Vieira

Empresa Amorim Cork, S.A.

Orientação Mestre João Vasco Serrano de Almeida, Diretor Técnico Amorim Cork,
S.A.

Doutor Paulo Alexandre Pereira da Silva, ISEP

outubro 2022

Agradecimentos

Ao concluir esta dissertação, gostaria de agradecer a todas as pessoas e instituições que tornaram possível a sua realização. Gostaria de começar por agradecer à Sara Pereira, responsável pelo projeto *Cork Talent* da Amorim Cork, S.A. e ao Instituto Superior de Engenharia do Porto pela oportunidade da realização do estágio nesta empresa.

Ao meu orientador, João Vasco Almeida, Diretor Técnico da Amorim Cork, S.A., por toda a paciência, compreensão e ajuda ao longo de todo este projeto. Foi crucial toda a sua disponibilidade, dedicação e partilha de conhecimentos. Agradeço também toda a liberdade que me permitiu desenvolver a minha autonomia, assertividade, resiliência.

A toda a equipa da Direção Técnica, Maria João Barbosa, Telma Teixeira, Isabel Roseira, Cristina Cardoso e Luís Cabrita por toda a partilha de experiências, momentos e conhecimentos. Sem deixar de agradecer todo o apoio e amizade da Isabel Silva que integrou a equipa da Direção Técnica durante a realização deste estágio.

Ao meu orientador do Instituto Superior de Engenharia, Doutor Paulo Silva, pela orientação, disponibilidade, apoio, ajuda e incentivo prestado ao longo destes meses.

A todos os colaboradores dos Laboratórios de Controlo de Qualidade das Unidades Industriais da Amorim Cork, S.A.: Lamas e De Sousa com que me cruzei por toda a disponibilidade e ajuda prestada na realização de ensaios, pelo bom ambiente, compreensão, simpatia e troca de experiências e conhecimentos. Um agradecimento especial à Marla Martins que me acompanhou desde o meu primeiro dia de estágio, com quem aprendi muitos dos ensaios realizados, tendo tido um papel muito importante na realização deste estágio. Um obrigada por toda a motivação, carinho e amizade!

A todos os meus colegas de estágio, Andreia Carvalho, Maria João Barbosa, Ana Fonseca, Daniela Silva, André Guimarães, Sérgio Oliveira, Beatriz Almeida e Bernardo Silva por todos os bons momentos, pelas conversas, desabafos, companheirismo, gargalhadas, motivação, entreaajuda durante este estágio e, acima de tudo, pela amizade. Tornaram todos estes meses mais leves e bonitos!

Por fim, um agradecimento especial aos meus pais e à minha família por todo o apoio, carinho e por todas as palavras de incentivo! Agradecer aos meus amigos mais próximos, por todos os sacrifícios, por todo o apoio incondicional, toda a compreensão e por acreditarem que seria capaz e nunca me terem deixado desistir.

Resumo

A presente dissertação foi desenvolvida no âmbito da disciplina Dissertação/Estágio. O estágio curricular decorreu em ambiente empresarial, teve uma duração de 10 meses, de setembro a junho de 2022, e teve lugar numa das unidades industriais da Amorim Cork, S.A., a Unidade Industrial de Lamas.

O efeito do tratamento da cortiça no desempenho técnico de rolhas foi um dos principais objetivos. Dentro deste tema foram efetuados vários estudos que passaram pela avaliação das características das rolhas de cortiça que podem influenciar a sua degradação e consequentemente o seu desempenho. Foi, também, avaliado o desempenho técnico de rolhas de cortiça submetidas aos novos processos de tratamento de remoção de TCA desenvolvidos pela Amorim Cork, S.A., Naturity® e Xpür®. A análise dos resultados foi realizada usando o *software Statistical Package for the Social Sciences (SPSS®)* da IBM®.

A análise das características das rolhas de cortiça que podem influenciar a sua degradação/desintegração foi dividida em três partes. O primeiro estudo consistiu em avaliar parâmetros físico-mecânicos, de rolhas em garrafa, expostas a duas condições de temperatura, ao longo do tempo. Durante a experiência não ocorreu a desintegração de nenhuma das rolhas, contudo, observaram-se quebras na extração manual das rolhas, que pode ser visto como um indicador da evolução das mesmas. O segundo estudo permitiu avaliar rolhas com alguns anos de estágio em garrafa. Os ensaios físico-mecânicos realizados não permitem prever um mau desempenho das rolhas, nem um comportamento de desintegração. Por fim, avaliou-se o impacto de alguns defeitos críticos da cortiça, nomeadamente barro e bofe. Os resultados obtidos parecem evidenciar um pior desempenho das rolhas de cortiça que apresentavam os defeitos referidos.

Os processos de tratamento Naturity® e Xpür® provocam uma redução de humidade nas rolhas. As rolhas Xpür® foram avaliadas em stock e em garrafa. As rolhas Naturity® foram apenas avaliadas em garrafa. A partir dos resultados obtidos nos parâmetros analisados nas rolhas Xpür® é possível concluir que a redução de humidade no tratamento não tem um impacto no seu desempenho técnico. Já as rolhas Naturity®, ao fim de um ano, apresentam um aumento do teor de absorção e da progressão capilar do vinho nas amostras em estudo, o que é expectável devido ao tempo que permaneceram em garrafa. A partir destes resultados é possível afirmar que o processo patenteado Xpür® remove o TCA das rolhas técnicas sem colocar em causa o seu desempenho.

Palavras-chave: rolhas de cortiça; degradação; defeitos críticos; Naturity®; Xpür®.

Abstract

This dissertation was developed within the scope of the “Dissertação/Estágio” discipline. The curricular internship took place in a business environment, lasted 10 months, from September to June 2022, and took place in one of the industrial units of Amorim Cork, S.A., the Industrial Unit of Lamas.

The effect of cork treatment on the technical performance of stoppers was one of the main objectives. Within this theme, several studies were carried out which included the assessment of the characteristics of cork stoppers that may influence their degradation and consequently their performance. The technical performance of cork stoppers submitted to the new TCA removal treatment processes developed by Amorim Cork, S.A., Naturity® and Xpür®, was also assessed. The results were analyzed using the Statistical Package for the Social Sciences (SPSS®) software of IBM®.

The analysis of the characteristics of cork stoppers that may influence their degradation/disintegration was divided into three parts. The first study consisted in evaluating the physical-mechanical parameters of bottle corks exposed to two temperature conditions over time. During the experiment disintegration of any of the corks occurred, however, breaks were observed in the manual extraction of the corks, which can be seen as an indicator of the evolution of the corks. The second study allowed for the evaluation of several years old corks in a bottle. The physical-mechanical tests do not allow for the prediction of poor performance of the corks, no disintegration behavior. Finally, the impact of some critical cork defects was evaluated, namely clay and bofe. The results obtained seem to show a worse performance of the cork stoppers presenting these defects.

The Naturity® and Xpür® treatment processes cause a reduction of humidity in the corks. Xpür® stoppers were evaluated in stock and in a bottle. Naturity® stoppers were only evaluated in bottles. From the results obtained in the parameters analyzed in the Xpür® stopper, it is possible to conclude that the reduction of humidity in the treatment does not have an impact on their technical performance. The Naturity® stoppers, on the other hand, after one year, show an increase in the absorption content and capillary progression of the wine in the samples under study, which is expected due to the time they have remained in the bottle. Based on these results, it is possible to state that the patented Xpür® process removes TCA from technical corks without compromising their performance.

Keywords: cork stoppers; degradation; critical defects; Naturity®; Xpür®.

Índice

1.	Introdução	1
1.1	Enquadramento	1
1.2	Apresentação da Empresa – Corticeira Amorim	1
1.3	Tema e Objetivos	6
1.4	Organização do Relatório	7
2.	Fundamentos Teóricos	9
2.1	Cortiça	9
2.1.1.	Descortiçamento	11
2.1.2.	Estrutura Celular	12
2.1.3	Composição Química	15
2.2	Rolhas de Cortiça	16
2.2.1	Rolhas Naturais	16
2.2.2	Rolhas Técnicas	17
2.2.3	Rolhas Especiais/Personalizadas	19
2.2.4	Contaminação de 2, 4, 6 – Tricloroanisol (TCA)	20
2.3	As Tecnologias Naturity® e Xpür®	21
2.3.1	Produção das Rolhas Naturity®	22
2.3.2	Produção das Rolhas Xpür®	26
2.4	A Qualidade da Cortiça	27
2.4.1	Defeitos Estruturais da Cortiça	28
3.	Materiais e Métodos de Controlo de Qualidade	31
3.1	Métodos de Controlo de Qualidade	31
3.1.1	Teor de Peróxidos	31
3.1.2	Teor de Pó	32
3.1.3	Determinação das Características Físicas das Rolhas	34
3.1.4	Humidade	35
3.1.5	Ensaio de Torção	36
3.1.6	Força de Extração	37
3.1.7	Taxa de Recuperação Diametral	39
3.1.8	Forças de Compressão/Relaxação	40
3.1.9	Absorção da Rolha em Garrafa	42
3.1.10	Progressão Capilar	42
3.1.11	Comportamento à Vedação ao Líquido	43
3.1.12	Ensaio de Vedação a Gás (Aquário)	45

4. Análise de Resultados e Discussão	47
4.1 Estudos Desenvolvidos e Métodos de Controlo de Qualidade.....	47
4.2 Metodologia de Apresentação e Discussão dos Resultados.....	48
4.3 Avaliação da Evolução das Características das Rolhas	48
4.3.1 Efeito da Temperatura na Degradação das Rolhas	49
4.3.2 Análise Físico-mecânica de Rolhas Extraídas em Rearrolhamentos.....	52
4.3.3 Impacto dos Defeitos da Cortiça no Desempenho das Rolhas.....	56
4.3.4 Avaliação da Humidade das Rolhas em Diferentes Embalagens.....	60
4.3.5 Desempenho Técnico de Rolhas de Cortiça Xpür®	63
4.3.6 Desempenho das Rolhas de Cortiça Xpür® em Garrafa	67
4.3.7 Desempenho das Rolhas de Cortiça Naturity® em Garrafa	71
Conclusões.....	75
Referências Bibliográficas	77
Anexos.....	79
Anexo A. Efeito da Temperatura na Degradação das Rolhas	79
Anexo B. Análise Físico-mecânica de Rolhas Extraídas em Rearrolhamentos	81
Anexo C. Impacto dos Defeitos da Cortiça no Desempenho das Rolhas	83
Anexo D. Avaliação da Humidade de Rolhas em Diferentes Embalagens.....	85
Anexo E. Desempenho Técnico de Rolhas de Cortiça Xpür®	87
Anexo F. Desempenho das Rolhas de Cortiça Xpür® em Garrafa	91
Anexo G. Desempenho das Rolhas de Cortiça Naturity® em Garrafa.....	95

Índice de Figuras

Figura 1.1: Estrutura Acionista da Corticeira Amorim [2].	2
Figura 1.2: Esquematização das 5 unidades de negócio e as respetivas unidades industriais (adaptado de [3]).	3
Figura 2.1: Mapa ilustrado com a distribuição da localização do montado do sobreiro, em percentagem, e a área do mesmo, em hectares, por cada país [5].	10
Figura 2.2: Produção anual de cortiça, em percentagem, por cada país [4].	10
Figura 2.3: Representação das costa e barriga que compõem a cortiça (adaptado de [5]).	12
Figura 2.4: Representação esquemática da estrutura celular da cortiça com indicação das diferentes direções. As camadas da parede celular estão representadas: 1 – lamela média; 2 – parede primária; 3 – parede secundária; 4 – parede terciária (adaptado de [11]).	13
Figura 2.5: Representação gráfica da composição química, aproximada, da cortiça.	15
Figura 2.6: Tipos de rolhas naturais produzidas na Amorim Cork S.A. (adptado de [6]).	16
Figura 2.7: Tipos de rolhas técnicas produzidas na Amorim Cork S.A. (adaptado de [6]).	17
Figura 2.8: Exemplo de uma rolha capsulada Top Series®.	19
Figura 2.9: Diagrama do Fluxo de Produção das rolhas naturais com o processo Naturity®.	22
Figura 2.10: Diagrama do Fluxo de Produção de rolhas técnicas com o processo Xpür®.	26
Figura 2.11: Ilustração de cortiça com barro.	28
Figura 2.12: Ilustração de cortiça com bofe.	29
Figura 3.1: Equipamento RQflex utilizado na medição do teor de peróxidos residuais.	32
Figura 3.2: Sistema de filtração por vácuo utilizado para determinar o teor de pó nas rolhas.	33
Figura 3.3: MedCork utilizado para avaliação dimensional das rolhas.	34
Figura 3.4: Aqua-boy utilizado para medir a humidade relativa das rolhas.	35
Figura 3.5: Torsiómetro utilizado para realizar o ensaio de torção.	37
Figura 3.6: Dinamómetro utilizado para medir as forças de extração.	38
Figura 3.7: Arrolhador utilizado para realizar a taxa de recuperação diametral nas rolhas.	39
Figura 3.8: Comparador usado para medir o diâmetro inicial e final das rolhas no ensaio.	41
Figura 3.9: Equipamento utilizado para determinar as forças de compressão e de relaxação nas rolhas.	41
Figura 3.10: Paquímetro utilizado para medir a migração de vinho nas rolhas.	43
Figura 3.11: Ensaio para verificar o comportamento de vedação ao líquido nas rolhas.	44
Figura 3.12: Aquário utilizado para verificar a impermeabilidade das rolhas.	45
Figura 4.1: Ilustração da representação gráfica de uma box-plot ou diagrama de extremos e quartis.	48
Figura 4.2: Rolhas 1 a 50 em garrafa, na estufa a 40 °C.	49
Figura 4.3: Rolhas 51 a 100 em garrafa, na estufa a 60 °C.	50

Figura 4.4: Diâmetro do topo superior (direita) e inferior (esquerda) das rolhas ensaiadas a diferentes temperaturas,  40°C,  60°C.	51
Figura 4.5: Momento de torção (direita) e ângulo de torção (esquerda) das rolhas ensaiadas a diferentes temperaturas  40°C,  60°C.....	52
Figura 4.6: Diâmetro do topo superior (esquerda) e do topo inferior (direita) das rolhas de cada lote.....	54
Figura 4.7: Humidade relativa superficial do topo superior (esquerda) e do topo inferior (direita) da rolha de cada lote.	54
Figura 4.8: Momento de torção (esquerda) e ângulo de torção (direita) obtidos para cada amostra de rolhas.	55
Figura 4.9: Humidade interna do topo superior (esquerda) e do topo inferior (direita) das rolhas de cada lote.....	55
Figura 4.10: Teor de absorção das rolhas com diferentes tipos de defeitos.....	57
Figura 4.11: Progressão capilar das rolhas com diferentes tipos de defeitos.	58
Figura 4.12: Força de extração das rolhas com diferentes tipos de defeitos.	59
Figura 4.13: Disposição dos 3 tipos de embalagem na paleta. No topo encontra-se a embalagem em plástico; no meio encontra-se a embalagem de rafia e plástico e no fundo está a embalagem de rafia.	60
Figura 4.14: Humidade das rolhas ao longo do tempo, armazenadas em 3 tipos de embalagens:  Rafia,  Rafia e Plástico,  Plástico.	61
Figura 4.15: Evolução das condições ambientais (humidade relativa e temperatura) a que as embalagens foram expostas  Humidade Relativa (%),  Temperatura (°C)..	62
Figura 4.16: Medidas das forças de compressão, esquerda em cima (conjunto 1: A, B e C); direita em cima (conjunto 2: D, E e F); baixo centro (conjunto 3: G, H e I)  Xpür 4 – 4,5%,  Xpür 2%,  ROSA 4 – 8%.	64
Figura 4.17: Medidas das forças de relaxação, esquerda em cima (conjunto 1: A, B e C); direita em cima (conjunto 2: D, E e F); baixo centro (conjunto 3: G, H e I)  Xpür 4 – 4,5%,  Xpür 2%,  ROSA 4 – 8%.	64
Figura 4.18: Medidas da recuperação diametral, esquerda em cima (conjunto 1: A, B e C); direita em cima (conjunto 2: D, E e F); baixo centro (conjunto 3: G, H e I)  Xpür 4 – 4,5%,  Xpür 2%,  ROSA 4 – 8%.	65
Figura 4.19: Medidas do momento de torção, esquerda em cima (conjunto 1: A, B e C); direita em cima (conjunto 2: D, E e F); baixo centro (conjunto 3: G, H e I)  Xpür 4 – 4,5%,  Xpür 2%,  ROSA 4 – 8%.	65
Figura 4.20: Medidas do ângulo de torção, esquerda em cima (conjunto 1: A, B e C); direita em cima (conjunto 2: D, E e F); baixo centro (conjunto 3: G, H e I)  Xpür 4 – 4,5%,  Xpür 2%,  ROSA 4 – 8%.	66
Figura 4.21: Medidas da força de extração das rolhas, à temperatura ambiente (direita) e a frio (esquerda); em cima conjunto 1: A, B e C; no centro conjunto 2: D, E e F; em baixo conjunto 3: G, H e I  Xpür 4 – 4,5%,  Xpür 2%,  ROSA 4 – 8%.	69
Figura 4.22: Medidas de absorção em garrafa das rolhas, à temperatura ambiente (direita) e a frio (esquerda); em cima conjunto 1: A, B e C; no centro conjunto 2: D, E e F; em baixo conjunto 3: G, H e I  Xpür 4 – 4,5%,  Xpür 2%,  ROSA 4 – 8%.....	70

Figura 4.23: Humidade relativa das rolhas do lote B (direita) e do lote D (esquerda) ao longo do tempo a diferentes condições  Ambiente,  Frio.....	72
Figura 4.24: Força de extração das rolhas lote B (direita) e do lote D (esquerda) ao longo do tempo a diferentes condições  Ambiente,  Frio.	73
Figura 4.25: Absorção em garrafa das rolhas lote B (direita) e do lote D (esquerda) ao longo do tempo a diferentes condições  Ambiente,  Frio.....	73
Figura 4.26: Progressão capilar das rolhas lote B (direita) e do lote D (esquerda) ao longo do tempo a diferentes condições  Ambiente,  Frio.	74

Índice de Tabelas

Tabela 1.1: Unidades Industriais da Amorim Cork, S.A. e as suas respetivas atividades (adaptado de [3]).	4
Tabela 1.2: Certificações atribuídas às unidades industriais da Amorim Cork S.A. (adaptado de [4]).	5
Tabela 4.1: Resumo dos protocolos desenvolvidos e os respetivos métodos de controlo de qualidade aplicados.	47
Tabela 4.2: Percentagens de quebras das rolhas nos 3 períodos de monitorização.	51
Tabela 4.3: Registo dos 11 lotes rececionados para a realização de ensaios físico-mecânicos.	53
Tabela 4.4: Registo dos lotes de rolhas de cortiça utilizados no estudo.	63
Tabela 4.5: Registo dos lotes de rolhas utilizados no estudo, bem como o cliente onde foram realizados os engarrafamentos.	67
Tabela 4.6: Registo dos códigos dos lotes dos ensaios e períodos de monitorização de cada um.	72
Tabela A. 1: Média e desvio-padrão dos ensaios realizados, bem como a dimensão da amostra, período de monitorização e a temperatura a que esteve exposta a amostra.	79
Tabela B. 1: Média e desvio-padrão obtidos nos ensaios realizados aos diferentes 11 lotes, bem como a dimensão de cada amostra.	81
Tabela C. 1: Valores da média e desvio-padrão dos testes realizados para os diferentes defeitos analisados e das rolhas sem defeito.	83
Tabela D. 1: Valores médios e desvio padrão dos resultados de humidade das rolhas armazenadas nas diferentes embalagens.	85
Tabela D. 2: Valores médios de temperatura e humidade registados da zona onde as rolhas se mantiveram em stock durante 12 meses.	85
Tabela E.1: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização inicial (S0).	87
Tabela E.2: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização realizado a 1 mês (S1).	87
Tabela E.3: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização realizado a 3 meses (S3).	87
Tabela E.4: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização realizado a 6 meses (S6).	88
Tabela E.5: Média e desvio-padrão dos resultados obtidos nos ensaios de vedação, teor de peróxidos residuais e teor de pó para os lotes A, B e C nos diferentes momentos de monitorização.	88
Tabela E.6: Média e desvio-padrão dos resultados obtidos nos ensaios de vedação, teor de peróxidos residuais e teor de pó para os lotes D, E e F nos diferentes momentos de monitorização.	89
Tabela E.7: Média e desvio-padrão dos resultados obtidos nos ensaios de vedação, teor de peróxidos residuais e teor de pó para os lotes G, H e I nos diferentes momentos de monitorização.	89

Lista de Abreviaturas e Símbolos

Abs – Absorção (%)

AD – Amorim Cork, S.A., Unidade Industrial Amorim Distribuição

AI – Amorim Cork, S.A., Unidade Industrial de Lamas

ATS – Amorim Cork, S.A., Unidade Industrial Amorim Top Series

CHK – Amorim Cork, S.A., Unidade Industrial *ChampCork*

CIPR – Código Internacional de Práticas Rolheiras

Convex® - Sistema de Cozedura desenvolvido pela Amorim Cork, S.A.

CO₂ – Dióxido de carbono

CVRVV – Comissão de Viticultura da Região dos Vinhos Verdes

d – Diâmetro da rolha (mm)

DS – Amorim Cork, S.A., Unidade Industrial De Sousa

EQP – Unidade Industrial Equipar

F_c – Força de compressão (daN)

F_e – Força de extração (daN)

F_r – Força de relaxação (daN)

FSC® - Conselho de Gestão Florestal, do inglês *Forest Stewardship Council*

FSSC 22 000 – *Food Safety Certification*

H – Teor de humidade (%)

HR – Humidade relativa (%)

H₂O₂ – Peróxido de hidrogénio

I&D – Departamento de Investigação e Desenvolvimento da Amorim Cork, S.A.

ISO – Organização Internacional de Normalização (*International Organization for Standardization*)

ISO 14 001 – Norma que visa os requisitos para o Sistema de Gestão Ambiental

ISO 22 000 – Norma que visa os requisitos para o Sistema de Gestão de Segurança Alimentar

ISO 5 001 – Norma que visa os requisitos para o Sistema de Gestão de Energia

ISO 9 001 – Norma que visa os requisitos para o Sistema de Gestão de Qualidade

L – *Headspace* ou espaço vazio (mm)

l – Comprimento da rolha (mm)

M_t – Momento de torção (daN.cm)

Naturity® – Processo de descontaminação de rolhas naturais desenvolvida pela Amorim Cork, S.A.

NDTech® – Tecnologia de detecção individual de TCA desenvolvida pela Amorim Cork, S.A.

PTK – Amorim Cork S.A., Unidade Industrial *PortoCork*

R – Taxa de recuperação diametral (%)

ROSA® – *Rate of Optimal Steam Application*, processo de tratamento de rolhas desenvolvido pela Amorim Cork, S.A.

SGI – Sistema de Gestão Integrado

SGPS – Sociedade Gestora de Participações Sociais

SO₂ – Dióxido de enxofre

SPSS® – *Statistical Package for the Social Sciences*, software da IBM® utilizado na elaboração dos gráficos de análise de resultados

SUPER ROSA® – Processo de descontaminação desenvolvido pela Amorim Cork, S.A.

SVE – Sistema de verificação de estanquicidade desenvolvido pela Amorim Cork, S.A.

VL – Amorim Cork, S.A., Unidade Industrial Vasconcelos e Lyncke

TCA – 2,4,6-tricloroanisol, composto químico frequentemente encontrado na natureza prejudicial para a indústria corticeira

UI – Unidade industrial

UV – ultravioleta

Xpür® – Processo de descontaminação de rolhas técnicas desenvolvida pela Amorim Cork, S.A.

θ – Deformação angular (ângulo; °)

ρ – Massa volúmica aparente (kg.m⁻³)

σ – Tensão (%)

τ – Tensão de corte ou tensão de cisalhamento (daN.cm⁻²)

1. Introdução

1.1 Enquadramento

A presente dissertação tem como finalidade a descrição das atividades desenvolvidas em ambiente empresarial, decorridas em estágio, numa das unidades industriais da Corticeira Amorim, a Amorim Cork, S.A. O estágio foi realizado no âmbito da disciplina Dissertação/Estágio e desenvolvido para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia Química, área de especialização de Qualidade. O mesmo foi realizado no Departamento Técnico entre 20 de setembro de 2021 e 15 de junho de 2022.

1.2 Apresentação da Empresa – Corticeira Amorim

A Corticeira Amorim constitui o maior grupo de transformação da cortiça do mundo. Foi fundada em 1870 e, desde cedo, apostou no grande potencial da matéria-prima 100% natural. António Alves de Amorim foi pioneiro do Grupo Amorim, com a fundação da primeira unidade industrial, uma fábrica de produção manual de rolhas, no cais de Vila Nova de Gaia [1]. A Corticeira Amorim investiu em força na Investigação & Desenvolvimento (I&D), na inovação e no *design*, construindo e trabalhando no aperfeiçoamento de uma gama de produtos, objetos e soluções de elevado valor acrescentado. Estas soluções permitem satisfazer as necessidades dos consumidores e clientes e antecipar as tendências do mercado, superando as expectativas das mais tecnológicas e exigentes atividades conhecidas do mundo, tais como as áreas de automóvel, construção, desporto, energia, *design* de interiores e vinhos, tanto espumantes como espirituosos, entre outras. É de notar que a assinatura da Corticeira Amorim está presente nas rolhas dos melhores vinhos do mundo, em obras de arquitetura de referência internacional, em artigos de desporto olímpico, em projetos de última geração rodoviários e até nos satélites lançados para a atmosfera [2].

Atualmente, a Corticeira Amorim é a maior empresa internacional das empresas portuguesas e a maior, a nível mundial, de produtos de cortiça. Desta forma, lidera todo o setor, com operações em mais de 100 países, em todos os continentes, contribuindo para a economia e para a inovação na indústria da cortiça, de um modo excecional [3].

O Grupo Amorim, administra e possui a maioria das ações, das várias empresas pelo qual é constituído, dando origem à formação de uma Sociedade Gestora de Participações Sociais (S.G.P.S). Na Figura 1.1 encontra-se exemplificada a Estrutura Acionista [2]. No ano de 2022, o capital social da Corticeira Amorim é de 133 milhões de euros.

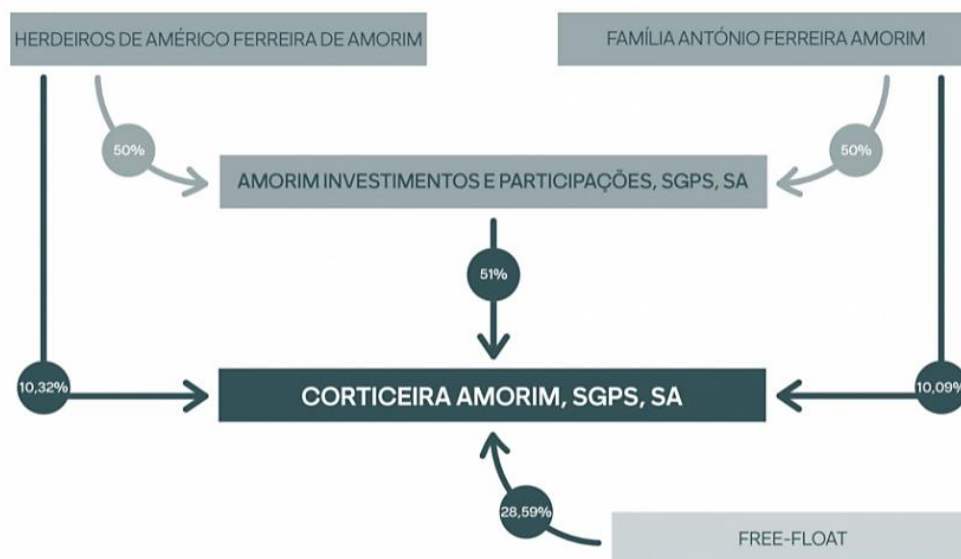


Figura 1.1: Estrutura Acionista da Corticeira Amorim [2].

Acrescentar valor à cortiça em perfeita harmonia com a Natureza, de uma forma competitiva, diferenciada e inovadora constitui a atual Missão da Corticeira Amorim, mantendo a sua Visão apontada para ser uma empresa sustentável de remuneração adequada face ao capital investido, promovendo a igualdade social e a proteção ambiental, com fatores que se destacam no produto e no serviço. No que concerne aos Valores da empresa destacam-se: orgulho, ambição, iniciativa, sobriedade e atitude [2].

A Corticeira Amorim aposta na constante inovação tecnológica e melhoria contínua da qualidade para o desenvolvimento de novos produtos, assim como aplicações e soluções que sejam capazes de responder a qualquer desafio, a marcar a diferença e agregar cada vez mais valor [2]. Encontra-se organizada em 5 unidades de negócio, sendo estas, Matérias-Primas, Rolhas, Revestimentos, Aglomerados Compósitos e Isolamentos, tal como apresentado na Figura 1.2 [3].

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

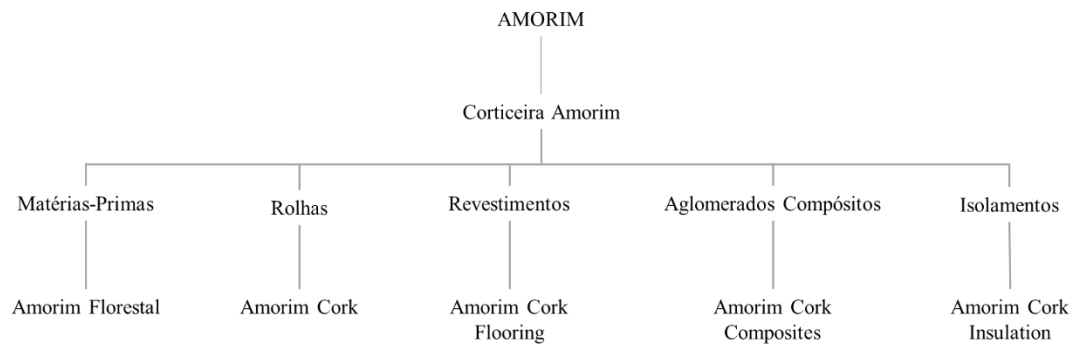


Figura 1.2: Esquematização das 5 unidades de negócio e as respetivas unidades industriais (adaptado de [3]).

Existe, ainda, a Amorim Cork Ventures, que tem como objetivo incentivar e apoiar empreendedores com produtos, soluções e aplicações inovadoras para o setor da cortiça. O seu principal foco baseia-se no lançamento, crescimento e expansão de negócios incluindo o desenvolvimento de novas abordagens e fórmulas para esta, quer no seu estado natural como conjugada com outros materiais [2], [3].

A unidade de negócio das rolhas, Amorim Cork, S.A., é a maior produtora e fornecedora de rolhas de cortiça a nível mundial. Encontra-se localizada nos concelhos de Santa Maria da Feira e Coruche e divide-se em 8 unidades industriais, como mostra na Tabela 1.1.

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

Tabela 1.1: Unidades Industriais da Amorim Cork, S.A. e as suas respetivas atividades (adaptado de [3]).

AMORIM CORK	
Unidade Industrial (UI)	Atividade
UI Lamas (AI)	Produção de Rolhas Naturais e Acquamark®
Amorim Distribuição (AD)	Marcação e Tratamento de Rolhas Naturais, Aglomeradas, Twin Top®, Neutrocork®, Acquamark® e Advantec®
Amorim Champcork (CHK)	Produção, Marcação e Tratamento de Rolhas de Champanhe
Amorim Top Series (ATS)	Produção de Rolhas Capsuladas e Especialidades
UI Vasconcelos e Lyncke (VL)	Tratamento e Escolha de Rolhas Naturais
UI PortoCork (PTK)	Marcação, Tratamento, Escolha e Lavação de Rolhas Naturais
UI de Sousa (DS)	Produção de Rolhas Neutrocork® e Helix®
EQUIPAR (EQP)	Produção, Marcação e Tratamento de rolhas Twin Top®, Aglomeradas e Advantec®

Com o objetivo de garantir que os padrões de qualidade exigidos pelo cliente são cumpridos, a Corticeira Amorim possui um Sistema de Gestão Integrado (SGI). Este atua como um modelo de gestão completa para a melhoria contínua nos processos. O Sistema de Gestão Integrado é constituído por requisitos referenciais diversos, nomeadamente, Qualidade, Ambiente, Energia, Segurança Alimentar e Produtos Florestais [4]. Para além destes, engloba, ainda, a certificação internacional *Systecode*, que é atribuída às empresas produtoras de rolhas de cortiça que seguem as regras do Código Internacional de Práticas Rolheiras (CIPR) [4], [5]. Na Tabela 1.2 encontram-se as certificações associadas às unidades industriais da Amorim Cork, S.A. [4].

Tabela 1.2: Certificações atribuídas às unidades industriais da Amorim Cork S.A. (adaptado de [4]).

Unidade Industrial (UI)	Práticas Rolheiras <i>Systecode</i>			Qualidade	Ambiente	Energia	Segurança Alimentar		Produtos Florestais
	<i>B</i>	<i>P</i>	<i>E</i>	ISO 9001	ISO 14001	ISO 50001	ISO 22000	FSSC 22000	FSC®
UI Lamas (AI)		✓		✓		✓			✓
UI De Sousa (DS)		✓		✓		✓	✓		✓
Amorim Champcork (CHK)		✓	✓	✓		✓	✓		✓
UI PortoCork (PTK)		✓	✓	✓			✓		✓
UI Vasconcelos e Lyncke (VL)		✓		✓					
Amorim Top Series (ATS)		✓	✓	✓		✓	✓		✓
EQUIPAR (EQP)		✓	✓	✓		✓	✓		✓
Amorim Distribuição (AD)		✓	✓	✓	✓			✓	

Legenda: B – *Base*; P – *Premium*; E – *Excellence*

1.3 Tema e Objetivos

O estágio curricular teve como principais objetivos o estudo de características das rolhas de cortiça que podem influenciar a sua degradação e a avaliação do desempenho técnico de rolhas de cortiça que foram sujeitas aos tratamentos Naturity®, no caso de rolhas naturais e Xpür®, para rolhas microgranuladas.

No que concerne ao estudo das características das rolhas de cortiça que possam influenciar a sua degradação foram concretizados três protocolos distintos. Na sequência de resultados obtidos anteriormente, foi analisada uma amostra de 100 rolhas em garrafa a diferentes temperaturas, 40 e 60 °C através de ensaios físico-mecânicos ao fim de 3 períodos de monitorização, sendo que os 3 períodos dizem respeito a 25, 50 e 75 dias. Ainda, no seguimento do estudo da degradação das rolhas de cortiça, foram realizados ensaios físico-mecânicos de rolhas extraídas em rearrolhamentos. Por fim, procurou-se avaliar o impacto de defeitos da cortiça, como barro e bofe, no desempenho das rolhas por meio de ensaios físico-mecânicos, em garrafa.

Em relação à avaliação do desempenho técnico de rolhas de cortiça que foram sujeitas aos tratamentos Naturity® e Xpür®, os estudos foram efetuados para responder a diferentes objetivos. O estudo das rolhas Naturity® teve como finalidade perceber o desempenho técnico em garrafa, armazenadas em posição horizontal, ao longo de um ano em cave (ambiente de temperatura e humidade controladas). No caso das rolhas Xpür®, foram realizados testes químicos e físicos de modo a perceber se o desempenho técnico das rolhas que são submetidas ao tratamento tem algum impacto significativo, dado que este tratamento provoca uma redução da sua humidade durante o fluxo produtivo. Foram concretizados ensaios a rolhas durante o seu período de armazenamento recomendado com pontos de monitorização a 1, 3 e 6 meses, e em garrafa com pontos de monitorização a 3, 6 e 12 meses armazenadas na cave, na posição horizontal, a condições de temperatura e humidade controladas. Aquando deste estágio, os protocolos já se encontravam a decorrer.

Como objetivo secundário foi também concluído um estudo que permite avaliar se a humidade das rolhas Naturity® é influenciada pelo tipo de embalagem usado para armazenamento em *stock*.

1.4 Organização do Relatório

A presente dissertação encontra-se dividida em 5 capítulos. O primeiro capítulo é um capítulo de introdução que tem por objetivo enquadrar o leitor no trabalho que foi desenvolvido, bem como a empresa onde se realizou, com uma breve apresentação da Corticeira Amorim e unidades industriais pela qual é constituída. Ainda neste capítulo são apresentados os temas e os seus principais objetivos.

No segundo capítulo estão descritos os fundamentos teóricos, sendo estes as bases para uma melhor compreensão de alguns temas e termos utilizados ao longo da dissertação. Será encontrada informação sobre a cortiça, as rolhas de cortiça, nomeadamente naturais e técnicas, os processos de produção Naturity® e Xpür® e, por fim, um enquadramento de alguns defeitos estruturais que as pranchas de cortiça podem ter.

No capítulo seguinte está presente uma breve descrição das metodologias utilizadas durante a realização do estágio.

O quarto capítulo é constituído pela apresentação dos estudos desenvolvidos, bem como a análise e discussão dos resultados experimentais obtidos nos mesmos. Ressalva-se que alguns dos dados tratados nesta dissertação provém de trabalhos realizados anteriormente e que já se encontram em curso, aquando do início do estágio.

Por fim, são apresentadas as principais conclusões obtidas, assim como um resumo dos resultados que foram obtidos.

2. Fundamentos Teóricos

2.1 Cortiça

A cortiça constitui a casca do sobreiro e é formada por uma colmeia de células microscópicas preenchidas com um gás, que é semelhante ao ar, e revestidas por suberina e lenhina, na sua grande maioria. Encontram-se quase 40 milhões de células num único centímetro cúbico de cortiça e cerca de 800 milhões numa única rolha de cortiça [3].

A cortiça é uma matéria-prima 100% natural, reutilizável e reciclável. Esta é proveniente do sobreiro, *Quercus suber L.*, sendo que a sua extração é realizada a cada nove anos, sempre entre maio e agosto, sendo estes os meses em que o sobreiro se encontra numa fase mais ativa do crescimento, o que não prejudica o desenvolvimento da espécie e não danifica a árvore [2], [3], [5]. Por ser um tecido completamente natural, é biodegradável e a sua capacidade para reter dióxido de carbono (CO₂) faz da mesma um bom exemplo de sustentabilidade e um forte aliado no combate às alterações climáticas [6].

No que concerne ao sobreiro, esta é uma árvore de crescimento lento e atinge um tempo de vida entre os 170 e os 200 anos de idade e, em alguns casos, até 250 anos. Durante este período, o sobreiro pode ser descortiçado cerca de 15 a 18 vezes, o que se deve ao facto de este ser a única árvore cuja casca apresenta capacidade para se autorregenerar, adquirindo uma textura cada vez mais lisa após extração [4]. O montado do sobreiro está presente com maior incidência na região Ocidental Mediterrânea, pois é uma espécie típica e ocorre de forma espontânea em Portugal e Espanha, mas também se encontra em Marrocos, na Argélia, na Tunísia, no sul de França e na costa ocidental de Itália. Atualmente, o montado do sobreiro ocupa uma área total de 1,44 milhões de hectares na Europa e cerca de 0,70 milhões de hectares no Norte de África [5].

Na Figura 2.1 é possível visualizar a distribuição da localização do montado, em percentagem, e a área do mesmo, em hectares, e, na Figura 2.2 encontra-se informação relativa à produção anual de cortiça, por cada país.

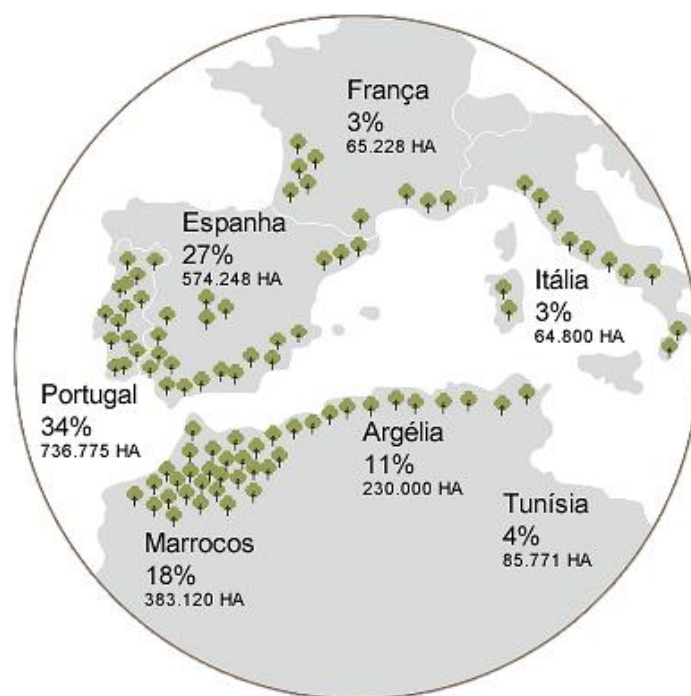


Figura 2.1: Mapa ilustrado com a distribuição da localização do montado do sobreiro, em percentagem, e a área do mesmo, em hectares, por cada país [5].

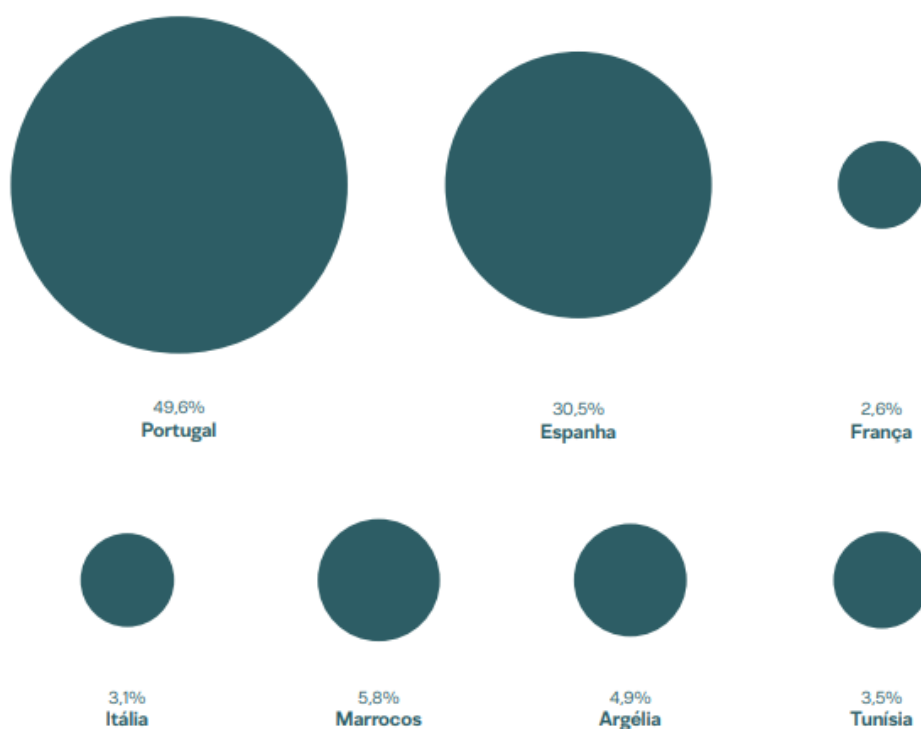


Figura 2.2: Produção anual de cortiça, em percentagem, por cada país [4].

2.1.1. Descortiçamento

O descortiçamento consiste na extração da casca do sobreiro e realiza-se durante a fase mais ativa do crescimento da cortiça, isto é, entre maio e agosto, como anteriormente referido. É nesta fase que se torna mais fácil descortiar a árvore sem ferir o seu tronco [3]. Este processo requer muita habilidade manual e muita experiência, assim, deve ser executado apenas por profissionais altamente especializados, os descortidores [5].

Em Portugal, só podem ser descortidos pela primeira vez os sobreiros que possuam 1,30 metros de altura desde o solo, e 0,70 metros de perímetro no tronco, no mínimo, segundo o Artigo 11º do Decreto-Lei n.º 169/2001, de 25 de maio [7], [8].

Ao primeiro descortiçamento, após, em média, 25 anos de idade do sobreiro, dá-se o nome de desbóia e dele obtém-se a cortiça virgem, que apresenta uma estrutura muito irregular e uma dureza que a torna difícil de ser trabalhada [5]. No segundo descortiçamento, nove anos depois, obtém-se a cortiça secundária que contém um material com uma estrutura regular e é menos dura face à cortiça virgem [5]. É de notar que a cortiça proveniente das duas primeiras extrações não é destinada para a produção de rolhas, pois não apresenta a qualidade necessária, sendo utilizada para outras aplicações, como isolamentos, pavimentos, objetos decorativos, entre outros [3], [5].

Apenas a partir do terceiro descortiçamento e nos seguintes, é possível obter a cortiça com as propriedades adequadas para produzir rolhas. Esta é designada por cortiça amadia ou de reprodução e é constituída por uma estrutura regular, com costas e barriga lisas, sendo estas as características ideais para a produção de rolhas naturais de qualidade [3], [5]. Na Figura 2.3 encontram-se identificadas as costas e barriga na cortiça.



Figura 2.3: Representação das costa e barriga que compõem a cortiça (adaptado de [5]).

2.1.2. Estrutura Celular

A cortiça consiste num tecido natural constituído por células, sendo estas distribuídas de forma regular e sem espaços livres entre as mesmas. Durante o seu crescimento, a cortiça passa por um processo de suberificação (impermeabilização) das membranas celulares. É também devido à natureza das membranas celulares que a cortiça apresenta muitas das suas propriedades [9].

As paredes celulares apresentam uma base estrutural constituída por três camadas de diferente composição química, nomeadamente, suberina, lenhina, polissacarídeos e uma elevada quantidade de compostos extratáveis [9]. Relativamente à parede primária, esta corresponde à camada que se desenvolve aquando da fase de crescimento da célula, a sua composição é maioritariamente lenhina e esta, por ser lenhificada, confere à parede celular rigidez e estrutura. No que se refere à camada secundária, esta apresenta na sua composição suberina e é a camada que possui maior espessura. Por fim, a terceira camada, ou seja, a parede terciária, é composta, na sua maioria, por polissacarídeos e compostos extratáveis e é a que reveste as células no seu interior [8], [9]. As segunda e terceira camadas, por serem suberificadas, com suberina e compostos extratáveis, conferem impermeabilidade à parede celular da cortiça [9].

A cortiça apresenta uma estrutura anisotrópica e, de forma a tornar mais perceptível a sua descrição foi elaborado um sistema associado ao crescimento da árvore para expor as suas direções e secções. Deste modo, as três direções principais que estão definidas para a cortiça são a radial, que é paralela aos raios da árvore, a axial, que é a direção vertical na árvore e a tangencial, sendo esta perpendicular às duas anteriores e tangente à circunferência da secção da árvore. Em relação às secções perpendiculares às três direções mencionadas, estas são designadas por tangencial, transversal e radial, respetivamente [10]. Na Figura 2.4 encontra-se uma representação esquemática da estrutura celular da cortiça, onde se encontram também identificadas as camadas da parede celular [11].

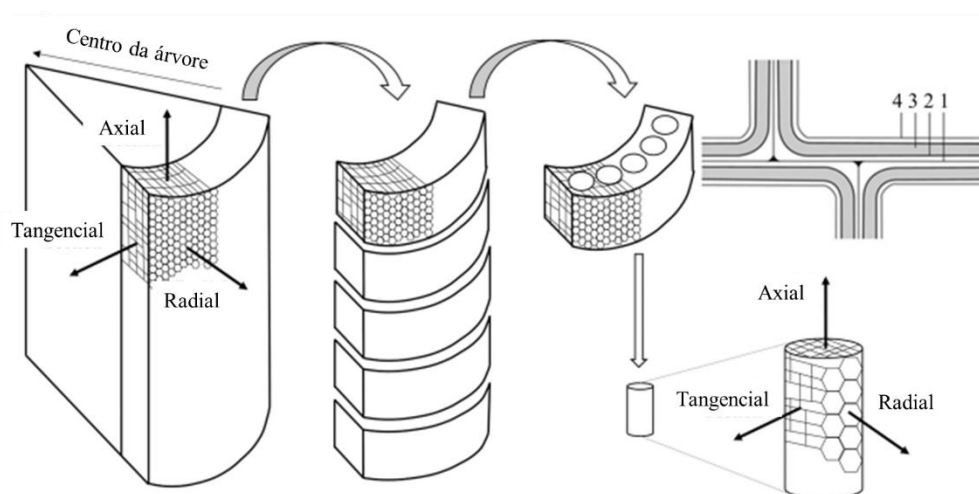


Figura 2.4: Representação esquemática da estrutura celular da cortiça com indicação das diferentes direções. As camadas da parede celular estão representadas: 1 – lamela média; 2 – parede primária; 3 – parede secundária; 4 – parede terciária (adaptado de [11]).

Em suma, cada célula de cortiça é composta essencialmente por suberina, sendo que esta constitui cerca de metade da sua composição, e outros componentes, em menor quantidade, como a lenhina, os polissacarídeos e os compostos extratáveis, ceróides e taninos. No entanto, o que torna a cortiça única é o que se encontra no seu interior, uma mistura gasosa semelhante ao ar que preenche cada célula revestida com suberina. É desta combinação que resultam as características da cortiça [6].

2.1.2.1 Propriedades da Cortiça

A cortiça consiste numa matéria-prima tão exclusiva que ainda nenhum processo tecnológico, laboratorial ou industrial conseguiu replicar [2]. Esta apresenta como principais características [2], [3]:

- Leve: mais de 50% do volume da cortiça é ar, o que a torna bastante leve, com um peso de apenas 0,16 gramas por centímetro cúbico, e flutuante;
- Elástica, Compressível e Resiliente: único sólido que ao sofrer um aperto numa das extremidades não aumenta de volume na outra. Tem “memória elástica” o que permite a sua adaptação a variações de temperatura e pressão, devido à mistura gasosa entre cada célula que facilita a compressão até cerca de metade da sua largura e posterior relaxação (descompressão) até à sua forma original;
- Impermeável: a presença de suberina e ceróides nas paredes celulares tornam a cortiça impermeável a líquidos e gases. Esta consiste num dos melhores vedantes do mercado e a sua resistência à humidade permite o seu envelhecimento sem deteriorar;
- Isolante Térmico e Acústico: a cortiça apresenta uma baixa condutividade de calor, som e vibração, pois os elementos gasosos que a constituem estão cerrados em pequenos compartimentos impermeáveis e isolados uns dos outros;
- Retardadora de fogo: a combustão lenta associada à cortiça faz da mesma um retardador natural de fogo, sendo considerada uma barreira contra incêndios. Esta não liberta gases tóxicos durante a sua combustão, nem faz chama;
- Resistente ao atrito: as células de cortiça são formadas por microscópicas almofadas gasosas que a tornam num material bastante confortável. A sua capacidade de absorver choques alivia a pressão sobre os pés, protegendo as articulações e a coluna;
- Hipoalergénica, Antiestática e Inodora: a cortiça é um material que não absorve pó contribuindo para a proteção contra alergias e, consequentemente, evita o aparecimento de ácaros;
- Suave ao toque: é suave ao toque e, possui um odor muito característico, levemente adocicado e não intrusivo. Apresenta uma temperatura natural

muito próxima da temperatura do corpo humano e transmite uma sensação de conforto difícil de igualar com outros materiais.

2.1.3 Composição Química

A composição química da cortiça tem sido amplamente avaliada e considera-se que a mesma pode depender de fatores como a origem geográfica, o clima, condições do solo, origem genética, dimensões das árvores, idade e condições de crescimento [12].

A composição química da cortiça pode ser dividida em cinco grupos, a suberina, que representa cerca de 45 %, responsável pela compressibilidade e elasticidade, a lenhina que mantém a forma das paredes celulares dos componentes estruturais e representa cerca de 27 %, os polissacarídeos (celulose, hemicelulose) com 12 % e são os responsáveis pela estrutura física da cortiça, os taninos que representam 6 % da composição e conferem a cor e proteção/conservação, os ceróides com cerca de 6 % que impermeabilizam o material e, por fim, as cinzas que representam os restantes 4 %. [6], [12]. Na Figura 2.5 é possível observar os diferentes constituintes e a respetiva proporção dos mesmos na cortiça.

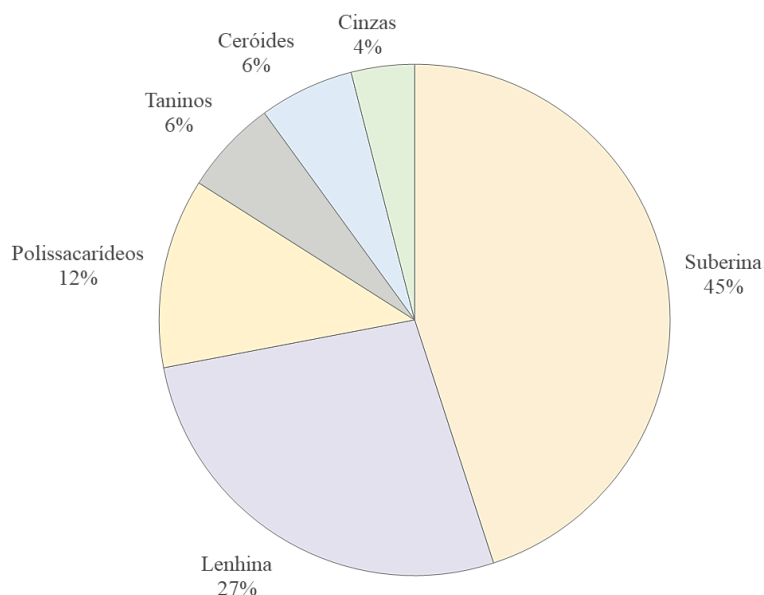


Figura 2.5: Representação gráfica da composição química, aproximada, da cortiça.

2.2 Rolhas de Cortiça

Uma das principais aplicações da cortiça é a produção de rolhas. A elevada variedade de garrafas e tipos de vinho, motivaram a indústria da cortiça a desenvolver uma gama completa de rolhas, disponíveis em inúmeros calibres e formatos. Neste sentido, é possível distinguir duas categorias onde estas se inserem, nomeadamente rolhas naturais e rolhas técnicas [13].

2.2.1 Rolhas Naturais

A Amorim Cork S.A. apresenta várias gamas de rolhas de cortiça natural, nomeadamente a rolha Naturity®, Acquamark® e NDTech®, representadas na Figura 2.6 [6].



Figura 2.6: Tipos de rolhas naturais produzidas na Amorim Cork S.A. (adptado de [6]).

No que concerne à rolha natural, esta representa a rolha tradicional que é extraída de um traço de cortiça 100 % natural. Atualmente, as rolhas de cortiça natural apresentam uma qualidade melhorada com o processo Naturity®. Este é uma tecnologia avançada que remove o TCA e outros componentes voláteis eventualmente presentes na cortiça, sem danificar as suas propriedades físico-mecânicas intrínsecas. Trata-se de um processo totalmente natural aplicado a um produto igualmente natural. A rolha Naturity® é indicada para vedar vinhos *Premium*, que possam envelhecer em garrafa [6].

A Acquamark® é uma rolha natural revestida com uma solução de base aquosa. Esta garante um elevado desempenho técnico em aspetos fundamentais como a vedação e conservação do vinho. O seu revestimento é produzido através de um processo estrutural de alta-tecnologia, baseado numa solução aquosa que fixa os extratos da cortiça à superfície da rolha, aumentando, desta forma, o potencial de vedação do produto [3].

À sua gama de topo das rolhas, a Amorim Cork S.A. conferiu-lhe ainda mais valor e qualidade com a tecnologia NDTech[®] que, a partir de um controlo de qualidade individual, consegue obter a primeira rolha de cortiça natural do mundo com garantia de TCA não detetável [3].

2.2.2 Rolhas Técnicas

A Amorim Cork S.A., à semelhança das rolhas naturais, também apresenta vários tipos de rolhas técnicas, nomeadamente a Helix[®], Spark[®], Twin Top[®], Twin Top[®] Evo, Qork[®], Xpür[®], Neutrocork[®], Advantec[®], Rolha Aglomerada e NDTech[®] Sparkling, representadas na Figura 2.7 [6].



Figura 2.7: Tipos de rolhas técnicas produzidas na Amorim Cork S.A. (adaptado de [6]).

A Helix[®] é a combinação entre uma rolha de cortiça com um *design* ergonómico e uma garrafa de vidro com uma rosca no interior do gargalo, que permite abrir a garrafa sem necessidade de utilizar saca-rolhas. Esta solução inovadora oferece uma imagem de qualidade, preserva a excelência do sabor e os benefícios ambientais associados a ambos, vidro e cortiça, numa solução inovadora e altamente funcional [3].

Composta por um corpo de granulado de cortiça e dois discos de cortiça natural no topo que está em contacto com o vinho, a rolha Spark[®] é uma rolha técnica criada para vedar os melhores vinhos efervescentes do mundo. Esta rolha atinge o nível máximo de *performance* física, química e enológica, apresenta um comportamento mecânico excelente e facilidade no engarrafamento [6].

A Twin Top[®] é uma rolha técnica, baseada na tecnologia de produção da rolha de champanhe. Esta responde com eficácia às exigências mais elevadas dos vinicultores e mantém todas as propriedades benéficas da rolha de cortiça natural em termos de sustentabilidade. A rolha Twin Top[®] é constituída por um disco de cortiça natural em ambos os topos e um corpo aglomerado, é ideal para vinhos frutados e aconselhada para vinhos que não necessitem de longos estágios em garrafa.

No que concerne à Twin Top[®] Evo, esta consiste na versão avançada da Twin Top[®]. Trata-se de uma elegante rolha técnica com um corpo de cortiça micro-granulada e discos de cortiça natural de elevada qualidade em ambos os topos. Destina-se ao segmento de vinhos *Popular Premium*, sendo ideal para vinhos de rápido consumo [6].

A Qork[®] é a rolha de cortiça microaglomerada mais sustentável e avançada do mundo, com um teor mínimo de 80 % de grânulos de cortiça natural aglomerados com cola bio. Integra a tecnologia inovadora Xpür[®], oferecendo um desempenho de TCA não detetável e eliminando outras substâncias voláteis que poderiam desencadear desvios sensoriais, mantendo as características naturais da cortiça intactas [6].

À semelhança da Qork[®], a Neutrocork Xpür[®] também integra a mesma tecnologia, sendo esta uma rolha microaglomerada destinada a todos os vinhos tranquilos. O processo Xpür[®] permite uma limpeza reforçada e mais profunda da estrutura celular da cortiça, com TCA não detetável [6].

Em relação à Neutrocork[®], esta apresenta uma elevada estabilidade estrutural, resultante de uma composição de micro grânulos de cortiça com tamanho uniforme, compactados com moldes individuais. A rolha Neutrocork[®] é recomendada para vinhos de consumo rápido e destaca-se como um vedante natural extremamente competitivo, em termos de desempenho e preço [6].

A Advantec[®] é uma solução inigualável em termos de preço e desempenho técnico e sensorial. Esta rolha técnica, aglomerada e revestida, integra todas as medidas preventivas e corretivas de combate ao TCA, incluindo o Sistema ROSA[®] [6]. Existe, ainda, a Advantec[®] Colours, sendo esta uma linha inovadora que se dirige essencialmente ao segmento jovem, permitindo combinar a cor com o desempenho técnico e sensorial da cortiça [6].

As rolhas aglomeradas são constituídas por aglomerado de cortiça. Esta rolha oferece um alto desempenho a preços competitivos, sendo recomendada para vinhos de rápido consumo, nomeadamente, nos seis meses seguintes ao engarrafamento [6].

A NDTech® Sparkling é a primeira rolha para vinhos efervescentes com *performance* de TCA não detetável. Integra uma tecnologia semelhante à NDTech® original, com alguns ajustes importantes, nomeadamente nos equipamentos de análise que foram adaptados aos diâmetros mais comuns das rolhas para vinhos efervescentes, onde apenas os dois discos de cortiça natural, e o contacto com o vinho, são avaliados [6].

2.2.3 Rolhas Especiais/Personalizadas

A Top Series® consiste num outro segmento de rolhas, sendo que estas pertencem à gama de luxo *Amorim Luxury Unit*. Aliam a qualidade e inovação e são exclusivas para cada cliente [3].

Podem ser rolhas de cortiça natural ou microgranuladas. Desta forma, existem 4 categorias dependendo da cápsula da rolha, nomeadamente, *Prestige* quando são utilizados materiais inovadores e de luxo, *Elegance* quando são produzidas com matérias de cerâmica, madeira, metal ou plástico metalizado, *Premium* quando as rolhas são personalizadas com logotipos de relevos e, por fim, *Classic Value* para rolhas de diferentes cores e formas [14].

Na Figura 2.8 está presente um exemplo de uma rolha capsulada [14].



Top Series®

Figura 2.8: Exemplo de uma rolha capsulada Top Series®.

2.2.4 Contaminação de 2, 4, 6 – Tricloroanisol (TCA)

Derivado das suas propriedades físicas, químicas e mecânicas, as rolhas de cortiça conferem uma grande capacidade de vedação ao vinho e, também, desempenham um papel importante na maturação do mesmo, quando esta é realizada em estágio em garrafa. Um dos principais problemas sensoriais associados às rolhas de cortiça é provocado pela eventual presença do composto 2, 4, 6 – Tricloroanisol, conhecido na indústria por TCA. Este, altera o aroma natural do vinho e diminui a sua qualidade [15]. O TCA é o mais conhecido característico “sabor a rolha” no vinho, quando este apresenta um aroma desagradável a mofo, a cartão molhado ou a jornal molhado.

O TCA trata-se de um composto químico derivado de anisol, e pode ser identificado em quantidades muito reduzidas, de 1,4 a 10,0 ng/L, pelo ser humano. Esta deteção depende de vários fatores, tais como, o tipo de vinho, a ocasião em que o vinho é consumido e a sensibilidade individual, sendo esta última influenciada por condições como idade, género, hábitos alimentares e memórias [8].

Podendo estar presente nas rolhas de cortiça, o TCA é um problema de elevada importância para a indústria corticeira, conduzindo, deste modo, a um desenvolvimento de diversos processos de descontaminação de forma a garantir a sua diminuição.

Apostando em atividades de Investigação & Desenvolvimento (I&D) para o controlo de qualidade face ao TCA, a Amorim Cork S.A. desenvolveu alguns processos diferentes de análise e descontaminação: Cozedura CONVEX[®], Rosa[®], Super Rosa[®], NDTech[®], Naturity[®] e Xpür[®] [6].

No que concerne ao sistema de cozedura especial CONVEX[®], este tem por objetivo a remoção dos sólidos orgânicos presentes nos poros e permite que a cortiça atinja o teor de humidade desejado para que seja processada. Este sistema também capta e remove os compostos orgânicos voláteis da água de cozedura [6]. Ou seja, é um sistema de cozedura que impede a contaminação cruzada e permite a produção de cortiça mais limpa e seca para o processamento. Em relação ao Rosa[®] (*Rate of Optimal Steam Application*), este consiste num sistema de descontaminação à base de vapor de água a elevada temperatura, sendo esta uma etapa crucial no tratamento que decorre a seguir à lavagem das rolhas e, para além de atuar face à descontaminação, também atua na homogeneização da humidade. O processo Super Rosa[®] é semelhante ao Rosa[®], no entanto opera em

condições mais agressivas de temperatura e pressão de vapor de água. Por fim, o sistema NDTech[®] é uma tecnologia patenteada e avançada que faz a análise individual de cada rolha, verificando a existência de TCA através de cromatografia gasosa [6].

Atualmente, a Amorim Cork S.A. conta com mais duas novas tecnologias de descontaminação, sendo estas as tecnologias Naturity[®] e Xpür[®]. Ambas têm como objetivo a remoção/eliminação do composto de TCA quer das rolhas naturais, quer das rolhas técnicas de cortiça [6].

2.3 As Tecnologias Naturity[®] e Xpür[®]

As tecnologias Naturity[®] e Xpür[®], são as tecnologias anti-TCA mais inovadoras, ecológicas e eficientes [6]. As rolhas de cortiça natural são submetidas ao processo Naturity[®] aquando da sua produção e, por sua vez, as rolhas técnicas, nomeadamente rolhas micro granuladas, submetidas ao processo de tratamento Xpür[®].

No que concerne ao processo Naturity[®], este tem como objetivo a remoção de TCA nas rolhas naturais, recorrendo a um processo otimizado baseado nos princípios de dessorção térmica que combina pressão, temperatura, água purificada e tempo [6]. É de sublinhar que durante o processo não é aplicado nenhum elemento que não seja natural, o que permite facilitar a extração de mais de 150 compostos voláteis, incluindo o TCA. O Naturity[®] separa as moléculas de TCA da estrutura celular da cortiça, mantendo as suas características principais e o seu desempenho intactos, o que é essencial para a proteção e evolução do vinho [6]. É ainda de notar que a Naturity[®] reforça os resultados operacionais do sistema NDTech[®] que analisa individualmente qualquer rolha de cortiça natural que contenha mais de 0,5 ng/L de TCA [2].

A tecnologia desenvolvida para aumentar o desempenho de TCA não detetável para rolhas técnicas microaglomeradas denomina-se Xpür[®]. Esta tende a aperfeiçoar a aplicação convencional desenvolvida há várias décadas de CO₂ supercrítico, atualizando o conceito com a tecnologia atual, utilizando apenas 25 % da energia para limpar a cortiça e 10 % do CO₂ previamente necessários, o que constitui um impacto positivo para o planeta [2]. Sendo este um processo altamente eficaz, o sistema Xpür[®] permite a remoção de TCA e de outras moléculas responsáveis pelos desvios sensoriais que possam estar presentes nos grânulos, sem colocar em causa as propriedades naturais da cortiça. Sem

ser necessária a utilização de qualquer componente artificial, as características elásticas e físico-mecânicas da cortiça permanecem intactas, a nível molecular [6].

2.3.1 Produção das Rolhas Naturity®

Na Figura 2.9 encontra-se o diagrama de fluxo de produção das rolhas Naturity®.

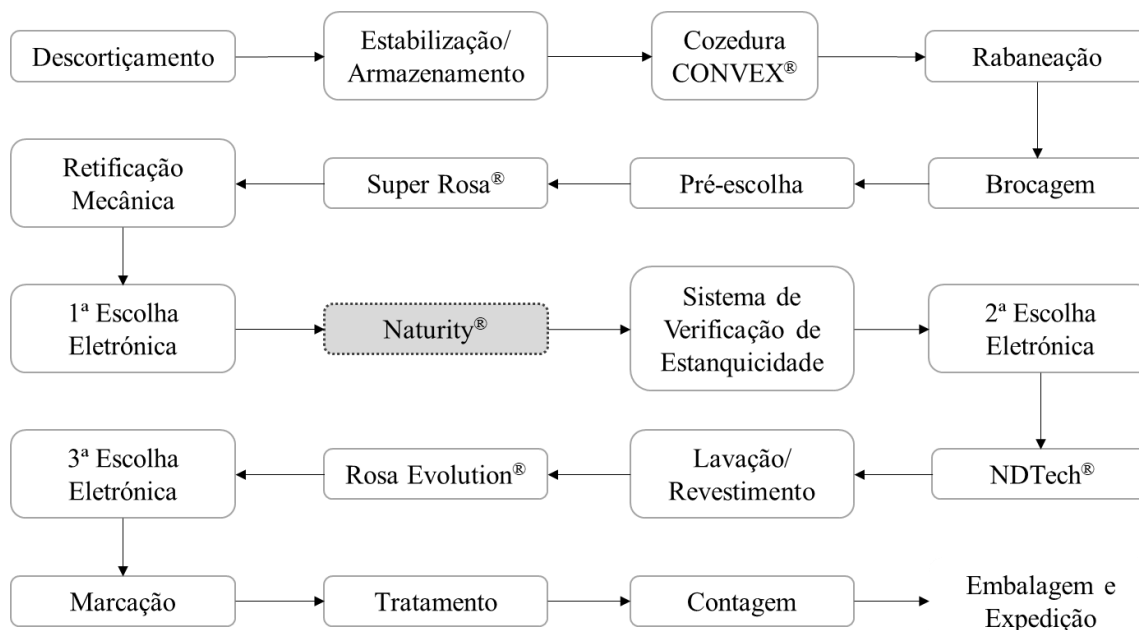


Figura 2.9: Diagrama do Fluxo de Produção das rolhas naturais com o processo Naturity®.

A primeira etapa do fluxo de produção é o processo de preparação da cortiça, o descortiçamento, que acontece entre os meses de maio e agosto, como descrito no capítulo 2.1.1.

Após o descortiçamento, as pranchas de cortiça são submetidas a um período de estabilização e secagem natural. Estas, são empilhadas num local exterior, estando sujeitas às condições atmosféricas, durante cerca de 6 meses, no mínimo. Decorrido o tempo adequado, as pranchas sofrem um processo descontínuo denominado cozedura, onde são totalmente imersas em tanques com água em ebulição limpa durante uma hora, no mínimo [8], [16]. Esta etapa é essencial no processo de preparação da cortiça, devido ao facto de tornar plana a curvatura das pranchas e modificar as suas propriedades mecânicas, facilitando as etapas que se seguem. A mesma permite ainda uma expansão do gás que se encontra presente no interior das células da cortiça, conferindo a esta uma

estrutura mais densa e uniforme. Para além disto, o processo de cozedura permite, ainda, limpar e desinfetar a cortiça, aumentar a sua espessura, aumentar a elasticidade, extrair as substâncias hidrossolúveis, nomeadamente sais minerais e taninos, e tornar a cortiça mais macia [8], [17], [18].

Depois de terminado o processo de cozedura, as pranchas de cortiça permanecem durante um dia dentro de um armazém onde é controlada a temperatura e a humidade, de forma a adquirirem a consistência necessária para a sua transformação em rolhas e um teor de humidade de 8 a 16 % [16], [18]. Decorrido o período de repouso, a cortiça avança para as fases de traçamento e escolha. Nestas, as arestas das pranchas são aparadas antes de procederem para uma avaliação inicial manual, efetuada por um operário especializado, sendo este o traçador. Este, realiza a separação das pranchas por classes de qualidade com base na espessura, porosidade e aspeto, isto é, consoante o calibre e a classe [8], [18].

Concluído o processo de preparação e classificação da cortiça, as pranchas da mesma são enviadas para se dar a transformação em rolhas, sendo que esta se divide em diversas etapas. Inicialmente, dá-se o corte das pranchas em tiras dando origem a rabanadas ou traços. Nesta etapa, a humidade da cortiça deve encontrar-se entre os 8 e os 16 % [16]. De seguida, segue-se a brocagem. Esta consiste na perfuração das tiras perpendicularmente aos anéis de crescimento por meio de uma broca, sendo que este processo pode ser manual, automático ou, ainda, semi-automático. Posteriormente, segue-se a etapa de pré-escolha. Nesta, separam-se as rolhas deformadas, partidas e lenhosas e, também se efetua uma seleção de raça e apara, destinada a rolhas naturais e aglomeradas ou discos, procedentes, respetivamente, de pranchas cheias e pranchas delgadas.

Após a pré-escolha, as rolhas são submetidas à etapa seguinte, sendo esta o processo Super Rosa® na Amorim Cork, um processo de descontaminação que atua com vapor de água e com temperaturas elevadas. O tempo de tratamento vai depender da origem da cortiça, assim como do nível de concentração de TCA eventualmente presente na mesma. Neste processo, dá-se uma redução da humidade de forma a garantir que esta é adequada para manter a estabilidade dimensional da rolha [16]. Para que as rolhas adquiram as dimensões mais adequadas, são submetidas a uma retificação mecânica, que consiste em sucessivas operações mecânicas, onde se efetua o polimento dos corpos das rolhas e se retificam os seus topos. No que concerne à correção do diâmetro, esta realiza-se no corpo da rolha e designa-se por ponçamento. A correção do comprimento é realizada através

dos dois topos da rolha e denomina-se por topejamento. Ainda neste processo é extraído, aspirado e armazenado o pó. Este pó é depois utilizado para as rolhas colmatadas, sendo estas as rolhas Acquamark® na Amorim Cork, S.A.

No fluxo de produção da Amorim Cork, S.A., dando por terminada a primeira escolha eletrónica, na qual as rolhas são separadas automaticamente por classes industriais, sendo estas AA, A, B e C, com aparelhos de leitura automática, onde as rolhas naturais selecionadas são submetidas ao processo de descontaminação denominado Naturity®, por meio de dessorção térmica sujeitas a diferentes condições de pressão, temperatura e tempo. De seguida, as rolhas passam por um sistema de verificação de estanquicidade (SVE), onde são submetidas a ensaios de pressão numa câmara de ar, tendo este processo como objetivo avaliar a capacidade de vedação de cada rolha. Assim, as rolhas encontram-se preparadas para avançar para a segunda escolha eletrónica, sendo que, nesta etapa podem também ser separadas manualmente por pessoas qualificadas para tal. As rolhas são então classificadas de acordo com a classe a que pertencem, nomeadamente, Flor, Extra, Superior, 1ª, 2ª, 3ª, 4ª, 5ª e, ainda, 6ª classe. Terminada a segunda escolha e apenas caso o cliente o deseje, todas as rolhas do lote são submetidas à tecnologia NDTech®, onde são avaliadas e selecionadas individualmente por cromatografia gasosa.

A lavagem é a etapa seguinte e esta consiste num conjunto de operações que garantem a limpeza e o despoeiramento, segundo o CIPR [16]. Este processo divide-se em 4 etapas distintas, nomeadamente, o branqueamento, o enxaguamento, a neutralização e a secagem. A lavagem trata-se da reação de branqueamento com peróxido de hidrogénio (H_2O_2), por ação de uma substância alcalina e ativadora. De seguida, dá-se o enxaguamento, o qual consiste na passagem de água para lavagem e para remoção de excesso de produtos químicos que possam ocorrer. Posteriormente, prossegue-se para a neutralização, sendo esta a aplicação de uma substância ácida para baixar o pH do meio e diminuir, também, a quantidade de peróxido de hidrogénio residual. Para proceder à última etapa do processo, é necessário enxaguar novamente as rolhas. Por fim, realiza-se a secagem, onde é reduzido o teor de humidade por meio de um tratamento térmico, conduzindo a uma otimização do desempenho da rolha e redução da contaminação microbiológica [18].

Após a lavagem, existem rolhas que são submetidas a revestimento. Este consiste num processo de cobertura dos poros da rolha de cortiça e coloração da superfície da rolha, de forma a uniformizar a cor da mesma [16].

Na etapa seguinte, na Unidade Industrial de Lamas, as rolhas são submetidas ao processo Rosa Evolution[®], onde, através de um processo térmico com vapor de água, o objetivo é descontaminar, homogeneizar a humidade e reduzir o teor de peróxido de hidrogénio presente nas rolhas. No fim deste processo a humidade das rolhas deve estar compreendida entre 4 e 8 % e, as mesmas, seguem para uma terceira escolha eletrónica, onde são selecionadas aquelas que apresentem a qualidade final visual desejada. A marcação é a etapa subsequente, esta consiste na impressão de um texto e/ou de um logotipo, contramarca e o código do fornecedor no corpo da rolha e/ou nos seus topos, de acordo com as diferentes especificações de cada cliente [16]. A marcação tem como objetivo a personalização das rolhas, pode ser realizada a tinta, fogo ou *laser* e permite rastrear as mesmas desde o fornecedor até ao cliente. No que concerne à marcação a tinta, esta pode ser efetuada através de uma placa de zinco com tinta normal, sendo esta seca pelo método convencional por via oxidativa ou então com tinta ultravioleta (UV). Visto que a tinta UV é sensível à luz ultravioleta, as rolhas não precisam de estar expostas ao ar para secar, no entanto, são passadas por um túnel para serem expostas a esta mesma luz.

A etapa seguinte consiste num tratamento de superfície da rolha e tem como principal objetivo lubrificar a superfície e, consequentemente, facilitar a introdução e extração da rolha no gargalo da garrafa, melhorar a sua estanquicidade e, também, condicionar a transferência de oxigénio [16], [17], [19]. No que concerne à etapa de tratamento, esta é de uma elevada importância para a qualidade final do produto, sendo assim possível utilizar uma combinação de diversos tratamentos de superfície, contornando as desvantagens da utilização da aplicação de apenas um só tratamento [8], [20]. Atualmente, a combinação de parafina com silicone é bastante aplicada no tratamento das rolhas de cortiça, tendo em conta que ambos não têm influência no comportamento mecânico da rolha, mas sim nas propriedades da sua superfície, diminuindo, em particular, o coeficiente de atrito e a absorção de líquidos [8], [20]. Sendo que existem variados produtos disponíveis para realizar os tratamentos de superfície, devem ter-se em conta alguns fatores para que seja possível escolher os produtos mais adequados para cada

tratamento, nomeadamente, o tipo de rolha, as condições de engarrafamento, o tipo de vinho e as condições de armazenamento e de transporte [20].

Estando as rolhas tratadas, estas passam por um processo de contagem automática e, de seguida, são embaladas em sacos de polietileno. Realizado em atmosfera com dióxido de enxofre e selagem a vácuo, o embalamento das rolhas em sacos de polietileno, confere uma determinada proteção face ao desenvolvimento microbológico [17].

As embalagens são colocadas em caixas de cartão, ou então são agrupadas em paletes envolvidas por um filme, e enviadas para o armazém de onde serão expedidas. A expedição das rolhas de cortiça deve ser efetuada o mais rápido que possível, para que as mesmas sejam devidamente utilizadas pelos clientes, de modo a se evitem longos períodos de armazenamento, sendo que o período máximo de armazenamento tipicamente recomendado é de cerca de 6 meses.

2.3.2 Produção das Rolhas Xpür®

Na Figura 2.10 encontra-se o diagrama de fluxo de produção de rolhas técnicas Xpür®.

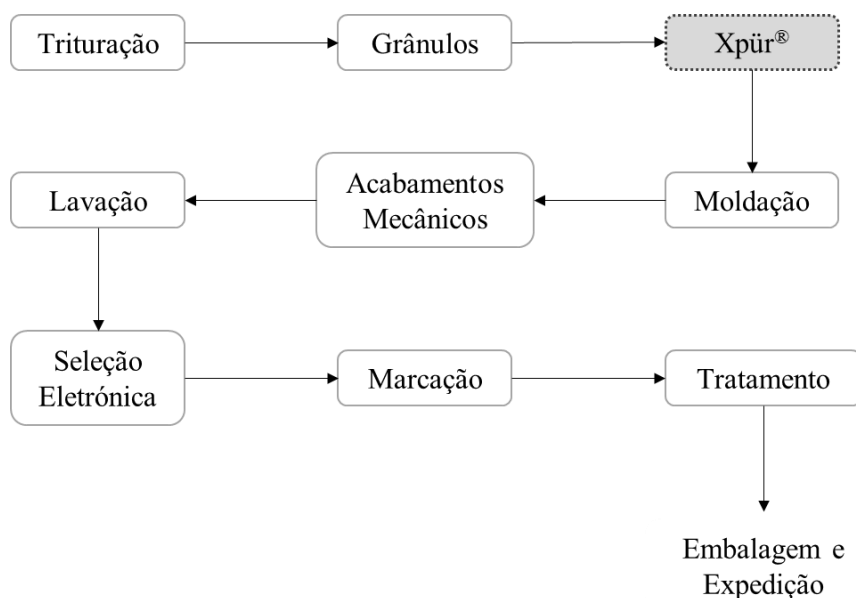


Figura 2.10: Diagrama do Fluxo de Produção de rolhas técnicas com o processo Xpür®.

No que concerne ao fluxo de produção de rolhas técnicas aglomeradas, a primeira etapa deste consiste na trituração da matéria-prima, sendo esta pranchas de cortiça virgem, pranchas de cortiça secundária e, também, aparas de broca. Depois de triturada e moída a matéria-prima, dá-se a formação de grânulos. Na etapa seguinte, os grânulos formados são submetidos ao processo de descontaminação Xpür® que consiste numa tecnologia recentemente desenvolvida de forma a expandir o desempenho de TCA não detetável em rolhas microaglomeradas [2].

A etapa seguinte é a moldação, um processo que consiste na aglomeração dos grânulos através da utilização de colas apropriadas, com o objetivo de originar as rolhas aglomeradas. Concluída a moldação, as rolhas de cortiça aglomeradas são submetidas a acabamentos mecânicos, lavagem e seleção eletrónica, semelhante ao que acontece no fluxo de produção para as rolhas naturais, assim como a marcação, o tratamento da superfície da rolha e, por fim, o embalamento e a expedição para o cliente.

2.4 A Qualidade da Cortiça

A qualidade da cortiça depende de vários fatores, nomeadamente do seu aspeto visual como os anéis de crescimento, a cor e os canais lenticulares, por exemplo, do seu calibre (distância que separa as costas da barriga de uma prancha) e do seu destino final na indústria, ou seja, se será utilizada para a fabricação de rolhas naturais ou para outras aplicações.

Uma prancha de cortiça rolhável ou delgada pode ser classificada em sete classes designadas por 1ª, 2ª, 3ª, 4ª, 5ª, 6ª e refugo. O que distingue cada uma destas classes está relacionado com a maior ou menor homogeneidade do tecido suberoso, sendo este mais conhecido por massa. Deste modo, as pranchas de cortiça melhor classificadas são aquelas que apresentam uma maior homogeneidade da sua massa. Por outro lado, aquelas que contêm uma maior heterogeneidade da sua massa apresentam uma pior classificação, podendo considerar-se a existência de defeitos nestas.

Estes defeitos podem ser intrínsecos ao processo de formação da cortiça, sendo estes defeitos estruturais, nomeadamente porosidade, “barro” e “bofe”, ou provocados por agentes externos, sobretudo insetos, destacando-se a formiga e a cobrilha.

2.4.1 Defeitos Estruturais da Cortiça

Um dos principais parâmetros para avaliar a qualidade da cortiça consiste na porosidade das pranchas de cortiça. Esta expressa-se pela percentagem de área ocupada pelos poros, numa dada área de cortiça. Devido à elevada variabilidade que se verifica, o controlo da formação de poros pelo sobreiro torna-se bastante difícil [8], [21].

No entanto, tendo em conta que o valor da porosidade pode dar indicação de uma cortiça com muitos poros de diâmetro reduzido ou uma cortiça com poucos poros de grandes dimensões, trata-se apenas de um indicador. Desta forma, deve-se dar especial atenção ao número, dimensão e forma dos poros, ou seja, uma cortiça será melhor quanto menos poros tiver, quanto menores estes forem e quanto mais cilíndrica for a forma apresentada [22].

No que concerne ao defeito “barro”, este corresponde à existência de porosidade caracterizada pelos canais lenticulares serem cónicos, com a sua base no lado da barriga da prancha. Este defeito surge quando o felogénio produz um tecido com canais lenticulares na sua constituição preenchidos por um material pulverulento de cor avermelhada, semelhante a barro [8], [23]. A estas cortiças dá-se o nome de barrentas. Na Figura 2.11 encontram-se representadas duas pranchas com “barro”.



Figura 2.11: Ilustração de cortiça com barro.

Por fim, o defeito “bofe” consiste numa descontinuidade do tecido suberoso separando as células através de disfunções pontuais do felogénio. Isto é, algumas cortiças formam orifícios de grandes dimensões, em sentido perpendicular aos poros conduzindo

ao aumento da funcionalidade do sistema lenticular. As cortiças que apresentem “bofe” não apresentam qualidade para produzir rolhas de cortiça natural [8]. Na Figura 2.12 está presente um exemplo de cortiça com bofe.



Figura 2.12: Ilustração de cortiça com bofe.

3. Materiais e Métodos de Controlo de Qualidade

3.1 Métodos de Controlo de Qualidade

Neste subcapítulo encontram-se descritos os métodos de análise/controlo de qualidade utilizados para a caracterização das rolhas de cortiça utilizadas nos ensaios. Tanto a metodologia como a sequência de ensaio são realizados com base nos protocolos de validação internos da Amorim Cork, S.A.

Os ensaios de controlo de qualidade foram realizados no Centro Analítico da Amorim Cork, S.A. e no laboratório partilhado das unidades industriais Lamas e De Sousa.

3.1.1 Teor de Peróxidos

Para determinar a presença do teor de peróxidos residuais nas rolhas de cortiça utiliza-se a norma interna ME.GR.DCQ.03/5, tendo esta como referência a norma NP 4502:2010. Este método baseia-se numa extração de amostra com água destilada e posterior determinação refletométrica do teor de peróxidos do extrato que se obtém.

Inicialmente, colocam-se 3 rolhas de cortiça num matraz e adicionam-se 100 mL de água destilada. De seguida, tapa-se o matraz com parafilme e coloca-se no agitador, onde permanece durante 1 hora a agitar. Decorrido esse tempo, transfere-se o extrato obtido para um gobelé e mergulha-se uma tira reativa *Reflectoquant* (tira própria para a medição de peróxidos) no extrato. Por fim, introduz-se a tira no *RQflex* (Figura 3.1), sendo este um equipamento para leitura das tiras, no qual é medida a intensidade da luz que atravessa a tira (por meio de um fotómetro) e obtém-se o valor de peróxidos em mg/L. A gama de trabalho definida para o teor de peróxidos encontra-se entre os 0,2 e 20,0 mg/L H_2O_2 , sendo esta a faixa de medição do *RQflex*.



Figura 3.1: Equipamento RQflex utilizado na medição do teor de peróxidos residuais.

Os valores do teor de peróxidos residuais lidos no *RQflex* são convertidos em mg/rolha através da Equação 1:

$$\text{Teor de Peróxidos (mg/rolha)} = \frac{\text{Teor de Peróxidos (mg/L)} \cdot 0,1}{n} \quad (1)$$

Onde n corresponde ao número de rolhas por matraz.

3.1.2 Teor de Pó

Entende-se por teor de pó a massa cedida pelas rolhas de cortiça quando se encontram em contacto com um simulador adequado nas condições definidas, neste caso, com a água destilada. Com o objetivo de determinar o teor de pó presente nas rolhas de cortiça utiliza-se a norma interna ME.GR.DCQ.02/5, tendo esta como referência a norma ISO 9727-7:2007. Este método baseia-se numa extração da amostra com água destilada, seguida de uma filtração por membrana, secagem e pesagem do filtrado.

Inicialmente, medem-se para um matraz 200 mL de água destilada, ao qual se adicionam 8 rolhas. De seguida, coloca-se o matraz no agitador, onde permanece durante 30 minutos em agitação. Procede-se à preparação de uma placa de Petri com um filtro de

membrana com poro de 1,2 μm , pesando o conjunto placa + membrana na balança analítica e registrando o valor obtido. Decorridos os 30 minutos de agitação, filtra-se a solução através do filtro de membrana com um sistema de filtração por vácuo (Figura 3.2). Finalizada a filtração, coloca-se novamente a membrana na placa de Petri com auxílio de uma pinça e leva-se o conjunto placa + membrana à estufa regulada para $(103 \pm 5) ^\circ\text{C}$, para que se dê a secagem da membrana, durante cerca de 2 horas. Por fim, retira-se o conjunto da estufa e coloca-se no exsicador durante aproximadamente 15 minutos para que o mesmo arrefeça. Decorrido o período de arrefecimento, pesa-se novamente o conjunto placa + membrana, na balança analítica, e regista-se o valor obtido, em gramas (g).

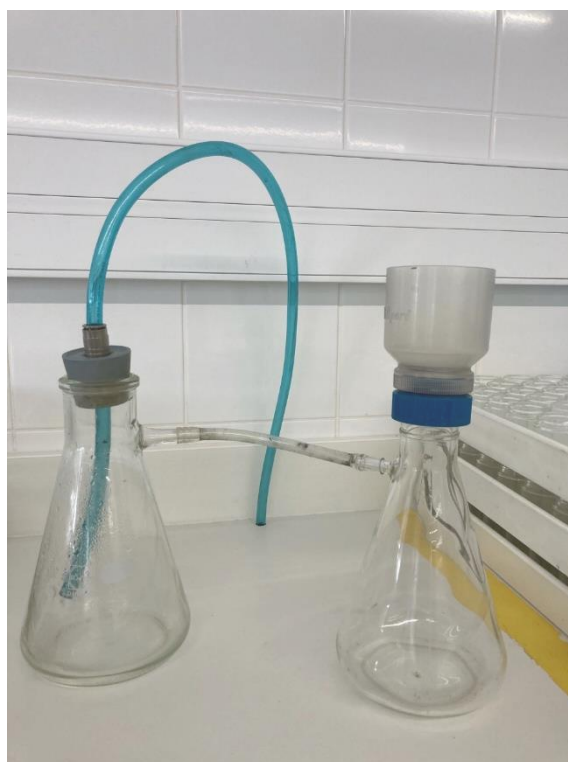


Figura 3.2: Sistema de filtração por vácuo utilizado para determinar o teor de pó nas rolhas.

Os valores de teor de pó em gramas são convertidos em mg/rolha através da Equação 2:

$$\text{Teor de Pó (mg/rolha)} = \frac{(p_2 - p_1) \cdot 1000}{n} \quad (2)$$

Onde n corresponde ao número de rolhas utilizadas no ensaio, p_1 corresponde ao peso inicial da placa de Petri + filtro de membrana, em gramas e p_2 corresponde ao peso final

da placa de Petri + filtro de membrana + pó, em gramas. O limite de especificação para o teor de pó é de 3 mg/rolha.

3.1.3 Determinação das Características Físicas das Rolhas

De forma a garantir uma avaliação dimensional e física das rolhas, é realizada uma caracterização inicial às mesmas no *MedCork (Egitron)*, segundo a norma interna ME.GR.DCQ.18/6. O *MedCork (Egitron)*, representado na Figura 3.3, é um equipamento desenvolvido para a indústria corticeira que permite obter valores para as dimensões, permitindo conhecer o calibre, humidade, massa e, ainda, massa volúmica aparente das rolhas de cortiça. Este, possui um sistema de alimentação automática, ou seja, um conjunto de tubos-armazém, facilitando a realização de ensaios, reduzindo o tempo dispensado nas medições e eliminando a possibilidade de ocorrerem erros associados a cada medição, permitindo obter resultados com maior rigor.



Figura 3.3: MedCork utilizado para avaliação dimensional das rolhas.

3.1.4 Humidade

O método utilizado para conhecer o teor de água presente nas rolhas de cortiça tem por base a norma interna ME.GR.DCQ.04/3 que, por sua vez, tem como referência a norma NP 2803-2. A medição do teor de humidade é realizada utilizando um higrómetro (*aqua-boy* - KPM) de 2 agulhas. O princípio desta medição é baseado na condutividade elétrica, onde os elétrodos se encontram paralelamente posicionados, sem haver contacto entre eles, de forma que um possa produzir uma corrente elétrica enquanto o outro possa agir como recetor e registar a resistência provocada pelo fluxo da corrente. O *aqua-boy* (KPM) utilizado nas medições encontra-se na Figura 3.4 e apresenta uma gama de trabalho entre 2 % e 10 %.

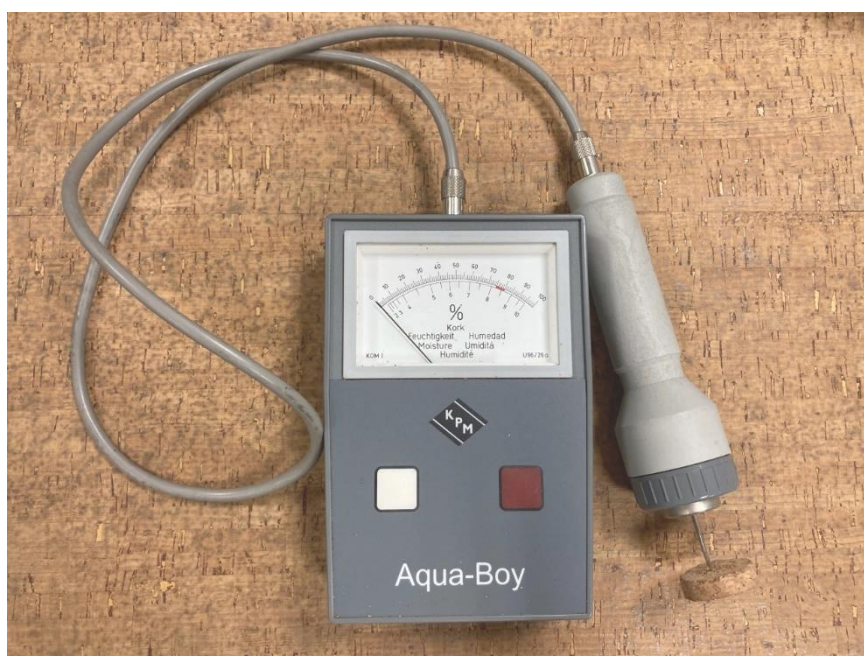


Figura 3.4: Aqua-boy utilizado para medir a humidade relativa das rolhas.

Para efetuar o ensaio recolhe-se a amostra necessária segundo a instrução de cada protocolo. Introduce-se o elétrodo de agulhas no centro do corpo da rolha e faz-se a leitura do valor obtido no registador. Repete-se o procedimento para as restantes rolhas das amostras seleccionadas. A humidade é obtida através da média aritmética e os resultados são expressos em percentagem e arredondados às décimas.

Como alternativa, a humidade também pode ser determinada através do *MedCork* (Figura 3.3), sendo a técnica, neste caso, realizada de modo automático, sem serem necessárias intervenções do operador.

3.1.5 Ensaio de Torção

O ensaio de torção tem como finalidade a medição da resistência da rolha quando esta é submetida a uma determinada força de torção. A determinação deste método baseia-se na norma interna ME.GR.DCQ.36/3 e encontra-se indicado apenas para rolhas técnicas, não existindo, ainda, uma especificação definida para o método quando aplicado em rolhas naturais. Desta forma, para rolhas naturais o método realiza-se, também, com base na norma interna referida anteriormente.

A torção permite conhecer o momento (binário máximo que é suportado) e o ângulo de torção no ponto de rutura da rolha, quando esta é submetida a torção axial. Inicialmente, posiciona-se a rolha entre as maxilas do torsiómetro, sendo este o *Torsilab* da marca *Egitron* (Figura 3.5) e, depois de esta estar presa pelas duas garras presentes uma em cada um dos topos da rolha, a mesma é torcida até atingir o seu ponto de rutura. A especificação para este ensaio é um limite mínimo de 20 daN.cm para o momento de torção e um limite mínimo de 25 ° para o ângulo de torção.



Figura 3.5: Torsiómetro utilizado para realizar o ensaio de torção.

No ensaio de torção é aplicado um momento denominado binário, como referido anteriormente, que dá origem a uma determinada deformação angular, na qual as geratrizes longitudinais sofrem uma distorção movimentando-se relativamente à posição inicial. O momento de torção conduz a que no interior da rolha se originem tensões de corte ou cisalhamento. A quebra das rolhas dá-se quando a tensão de cisalhamento máxima é atingida [8].

3.1.6 Força de Extração

O método para determinar a força de extração de rolhas de cortiça é baseado na norma interna ME.GR.DCQ.50/6, tendo este como referência as normas NP 2803-4:1996 e a ISO 9727-5. O presente método permite avaliar a força necessária para retirar uma rolha do gargalo da garrafa, recorrendo a um dinamómetro (Figura 3.6).



Figura 3.6: Dinamómetro utilizado para medir as forças de extração.

Para a realização deste ensaio é imperativo salvaguardar o repouso das rolhas, no mínimo, de 24 horas, após o tratamento a que foram submetidas. Decorrido o período de estabilização prossegue-se para a limpeza do interior dos gargalos das garrafas com uma solução de álcool etílico 96 %, no sentido de remover quaisquer impurezas que possam existir. Realiza-se o engarrafamento e, deixa-se a estabilizar durante 1 hora, no mínimo, antes de realizar a sua extração. São considerados adequados os valores que se encontrem compreendidos entre 15 e 45 daN.

Este ensaio é ainda realizado manualmente, sendo que as forças de extração são classificadas numa escala qualitativa: fácil, normal ou difícil. Para a extração manual utilizou-se um saca-rolhas de duplo impulso.

3.1.7 Taxa de Recuperação Diametral

A recuperação diametral permite determinar a capacidade que a rolha de cortiça, pronta para engarrafamento, apresenta para recuperar o seu diâmetro inicial. O presente método consiste na medição da taxa de recuperação da rolha de cortiça em diferentes tempos, quando esta é submetida a uma deformação específica, simulando o arrolhamento e tem como base a norma interna ME.DQL.51/2.

Para a realização deste ensaio, inicialmente, determina-se o diâmetro inicial da rolha de cortiça, no centro do seu corpo (fazendo uma marcação para que as próximas medições sejam realizadas no mesmo ponto da rolha) utilizando um paquímetro. Posteriormente, faz-se passar a rolha no arrolhador, representado na Figura 3.7, durante 1 minuto, reduzindo o seu diâmetro em 33 %, até ao diâmetro da maxila. Após a passagem pelo arrolhador, determina-se o diâmetro final da rolha de cortiça em tempos distintos, nomeadamente, imediatamente depois da passagem da rolha pelo arrolhador, após 5 minutos e após 1 hora.



Figura 3.7: Arrolhador utilizado para realizar a taxa de recuperação diametral nas rolhas.

A taxa de recuperação diametral é calculada a partir do diâmetro inicial e do diâmetro final, através da Equação 3:

$$R (\%) = \frac{Diâmetro\ Final}{Diâmetro\ Inicial} \cdot 100 \quad (3)$$

Onde R corresponde à taxa de recuperação, em %, e os diâmetros são expressos em mm. Considera-se que a rolha tem uma boa taxa de recuperação diametral quando esta é superior a 95 % ao fim dos primeiros 5 minutos após passar pelo arrolhador.

3.1.8 Forças de Compressão/Relaxação

O método para determinar as forças de compressão/relaxação tem por base a norma interna ME.DQL.54/1 e consiste numa simulação da compressão necessária à inserção da rolha na garrafa e à sua adaptação ao gargalo. Esta norma encontra-se indicada apenas para rolhas técnicas, não existindo, ainda, uma especificação definida para o método quando aplicado em rolhas naturais. Desta forma, para rolhas naturais o método realiza-se, também, com base na norma interna referida anteriormente.

O presente ensaio inicia-se com a medição do diâmetro num ponto do corpo médio da rolha de cortiça utilizando um comparador (Figura 3.8) ou um paquímetro e adapta-se o palpador ao sensor. De seguida, desloca-se o comparador instalado no sistema de modo que o seu palpador se apoie sobre a base móvel da prensa e introduz-se a rolha sobre a peça colocada sobre a base móvel da prensa. Posteriormente, coloca-se a prensa em movimento, de forma que o comparador fique com um valor da diferença entre o diâmetro da rolha e 16,5 mm e lê-se no registador o valor da força de compressão obtido. Depois de registado o valor da força de compressão, faz-se mover a prensa no sentido inverso até que o valor do comparador seja a diferença entre o diâmetro inicial das rolhas e 19,5 mm e mantém-se a rolha neste estado durante 5 minutos. Decorridos os 5 minutos, lê-se o valor do registador correspondente à força de relaxação da rolha. Os resultados obtidos para as forças de compressão e relaxação exprimem-se em daN. Por fim, lê-se novamente o diâmetro no mesmo ponto do corpo medido inicialmente. O equipamento utilizado na realização deste ensaio encontra-se na Figura 3.9.



Figura 3.8: Comparador usado para medir o diâmetro inicial e final das rolhas no ensaio.



Figura 3.9: Equipamento utilizado para determinar as forças de compressão e de relaxação nas rolhas.

Para este ensaio os critérios de aceitação são meramente orientativos. Para uma rolha de diâmetro de 24 mm, a força de compressão deverá andar entre 80 e 100 daN e a força de relaxação entre 5 e 15 daN nas rolhas técnicas.

3.1.9 Absorção da Rolha em Garrafa

O ensaio para determinar a absorção da rolha em garrafa baseia-se na norma interna ME.GR.DCQ.49/5 e este, destina-se a estabelecer um modo operativo para avaliar a absorção de vinho em garrafa pelas rolhas de cortiça. Deste modo, o presente método permite determinar a quantidade de vinho absorvida pelas rolhas após determinados períodos de tempo e em determinadas condições especificadas, nomeadamente a ambiente e a frio (aproximadamente 4 °C).

Para a realização da determinação da absorção em garrafa, inicialmente, pesam-se as rolhas que se pretende analisar. Posteriormente, introduz-se as rolhas nas garrafas que poderá ser com ou sem vácuo, dependendo das condições seleccionadas e aguarda-se, no mínimo, 1 hora, antes de deitar as garrafas. Decorrido esse período, deitam-se as garrafas e deixam-se a repousar nas condições seleccionadas para o ensaio. Extrai-se a rolha, registando o valor da força de extração e pesam-se novamente as rolhas.

A absorção em garrafa é expressa em percentagem e é dada pela Equação 4:

$$Absorção (\%) = \frac{Massa_{final} - Massa_{inicial}}{Massa_{inicial}} \cdot 100 \quad (4)$$

3.1.10 Progressão Capilar

O ensaio para estudar a progressão capilar na rolha baseia-se em medir, com auxílio de um paquímetro (Figura 3.5), a migração de vinho que a rolha de cortiça apresenta após engarrafamento por determinado período. Para concluir este método é necessário que sejam conhecidas previamente as dimensões, nomeadamente, o comprimento da rolha de cortiça.



Figura 3.10: Paquímetro utilizado para medir a migração de vinho nas rolhas.

A progressão capilar de vinho é expressão em percentagem e é obtida através da Equação 5:

$$Progressão\ Capilar\ (\%) = \frac{Migração\ de\ Vinho}{Comprimento\ da\ Rolha} \cdot 100 \quad (5)$$

3.1.11 Comportamento à Vedação ao Líquido

O comportamento à vedação consiste num método que permite realizar a avaliação do comportamento à vedação ao líquido de rolhas de cortiça previamente tratadas, sendo este baseado na norma interna ME.GR.DCQ.47/4 e tendo como referência as normas NP 2803-5 e ISO 9727-6. Este ensaio simula a vedação em tubos cónicos, com a aplicação de diferentes pressões internas (Figura 3.4). Os tubos cónicos utilizados devem estar previamente limpos com hexano e apresentam de diâmetros internos de topo e de base, respetivamente, 18,5 mm e 20,0 mm, de forma que seja possível simular o gargalo da garrafa.



Figura 3.11: Ensaio para verificar o comportamento de vedação ao líquido nas rolhas.

Para a realização do ensaio, inicialmente, colocaram-se as rolhas nos tubos referidos acima, onde permanecem em repouso durante cerca de 1 hora, para que se ajustem ao interior do tubo. Decorrido esse período, com o auxílio de uma seringa introduz-se, em cada um dos tubos, cerca de 2 mL de vinho tinto ou azul de metileno. Posteriormente, colocam-se os tubos num sistema de introdução e manutenção de ar comprimido, aplica-se uma pressão inicial de 0,5 bar e aguarda-se 10 minutos. A pressão é aumentada de 0,5 em 0,5 bar até um máximo de 2 bar. Em cada patamar de pressão verifica-se a ocorrência de fugas de líquido, tanto pelo centro da rolha como pelas laterais da mesma.

A percentagem de progressão de líquido em cada rolha é dada pela Equação 6:

$$Progressão\ de\ líquido\ (\%) = \frac{Progressão\ de\ líquido\ (mm)}{Comprimento\ da\ rolha\ (mm)} \quad (6)$$

No que concerne à percentagem de tubos com perda de líquido a 100 %, ou seja, fugas, esta é dada pela Equação 7:

$$Fuga\ (\%) = \frac{Número\ de\ tubos\ com\ fuga}{n} \quad (7)$$

Onde o número de tubos com fuga corresponde ao número de tubos com 100 % de progressão de líquido e n ao número de rolhas utilizadas no ensaio.

3.1.12 Ensaio de Vedação a Gás (Aquário)

A verificação da impermeabilidade das rolhas de cortiça ao gás é realizada com base na norma interna ME.GR.DCQ.08/1, no equipamento da Figura 3.3. Inicialmente, é necessário avaliar se a água do aquário utilizado para a realização do ensaio se encontra limpa e se o nível desta garante que as rolhas fiquem totalmente submersas. Para este ensaio existem calços com diferentes espessuras, nomeadamente de 4,5/3,1 mm e 6,2 mm, que são alterados de acordo com o calibre das rolhas a ensaiar. Os calços com menor espessura utilizam-se para calibres maiores e os calços com maior espessura para calibres menores.

Depois de selecionados os calços de acordo com o calibre das rolhas a utilizar, colocam-se as rolhas de cortiça em cada pistão (centradas) e verifica-se se estes se encontram todos abertos, incluindo o geral. Desta forma, regula-se a pressão até 1 bar e aguarda-se durante 5 minutos. Decorrido esse período, aumenta-se a pressão em 1 bar, ou seja, regula-se a pressão até 2 bar, e assim sucessivamente até atingir os 3 bar de pressão, aguardando sempre 5 minutos entre cada aumento de pressão. Em cada patamar de pressão observa-se se há ocorrência de fugas centrais (identificadas a partir de bolhas de ar provenientes dos tubos brancos) ou fugas laterais (identificadas a partir de bolhas de ar provenientes do corpo da rolha), sendo que estas últimas podem ser desprezadas.



Figura 3.12: Aquário utilizado para verificar a impermeabilidade das rolhas.

4. Análise de Resultados e Discussão

No decorrer do estágio curricular foram desenvolvidos protocolos para estudar o desempenho técnico da rolha de cortiça, em garrafa e em *stock*, submetidas a diferentes condições. Neste capítulo são apresentados os estudos realizados, bem como os resultados experimentais obtidos e a discussão dos mesmos. Incluem-se, ainda, dados obtidos em trabalhos anteriores que serviram de ponto de partida aos estudos desenvolvidos.

4.1 Estudos Desenvolvidos e Métodos de Controlo de Qualidade

Como síntese, na Tabela 4.1, encontram-se os estudos desenvolvidos e os métodos de controlo de qualidade utilizados nos respetivos ensaios realizados.

Tabela 4.1: Resumo dos protocolos desenvolvidos e os respetivos métodos de controlo de qualidade aplicados.

Protocolo	Métodos de Controlo de Qualidade
Estudo do Efeito da Temperatura na Degradação das Rolhas	Extração Manual
	Diâmetros topos superior e inferior
	Momento e Ângulo de Torção
	Humidade interna topos superior e inferior
Análise Físico-mecânica de Rolhas Extraídas em Rearrolhamentos	Diâmetros topos superior e inferior
	Humidade topos superior e inferior
	Momento e Ângulo de Torção
	Humidade interna topos superior e inferior
Avaliação do Impacto dos Defeitos da Cortiça no Desempenho das Rolhas	Após estufa - Humidade interna topos superior e inferior
	Absorção em Garrafa
	Progressão Capilar
	Força de Extração
Estudo da Humidade dos Sacos/Embalamento	Humidade
Avaliação do Desempenho Técnico de Rolhas de Cortiça Xpür	Compressão/Relaxação
	Recuperação Diametral
	Momento e Ângulo de Torção
	Comportamento à Vedação e Vedação em Aquário
	Teor de Peróxidos
Avaliação do Desempenho Técnico de Rolhas de Cortiça Xpür em Garrafa	Teor de Pó
	Forças de Extração (ambiente e frio)
	Extração Manual (ambiente e frio)
	Absorção em Garrafa
	Progressão Capilar
Avaliação do Desempenho Técnico de Rolhas de Cortiça Naturity em Garrafa	Forças de Extração (ambiente e frio)
	Extração Manual (ambiente e frio)
	Humidade
	Absorção em Garrafa
	Progressão Capilar

4.2 Metodologia de Apresentação e Discussão dos Resultados

Para avaliar os dados obtidos realizou-se uma análise estatística recorrendo ao *Statistical Package for the Social Sciences* (SPSS®) da IBM®. Foram realizados testes de normalidade a um nível de confiança de 95 %.

A maior parte dos resultados obtidos são representados por um diagrama de extremos e quartis, também denominado caixa de bigodes ou *box-plot*. Através da *box-plot* é possível conhecer a mediana, também conhecida como 2.º quartil, o 1.º (Q_1 ou $Q_{0,25}$) e o 3.º (Q_3 ou $Q_{0,75}$) quartis, os limites superior e inferior e, ainda, eventuais *outliers* e *outliers* extremos, como mostra a Figura 4.1.

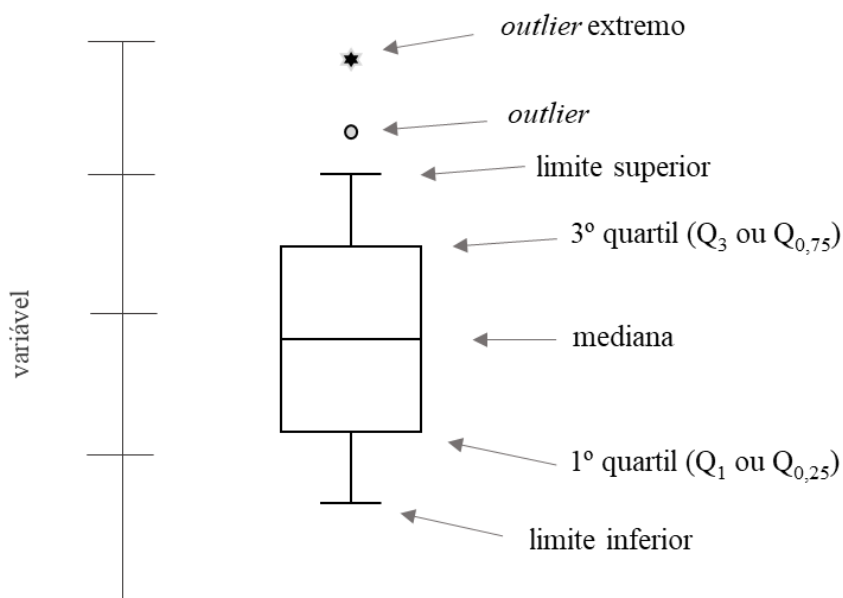


Figura 4.1: Ilustração da representação gráfica de uma box-plot ou diagrama de extremos e quartis.

4.3 Avaliação da Evolução das Características das Rolhas

Neste capítulo serão apresentados os diversos resultados obtidos no decorrer do estágio.

4.3.1 Efeito da Temperatura na Degradação das Rolhas

Com o objetivo de avaliar a possibilidade de desenvolver métodos que permitam acelerar a degradação das rolhas, estudou-se o efeito da temperatura na degradação das rolhas em estufa a duas temperaturas. Neste projeto foram utilizadas 100 rolhas de cortiça naturais (numeradas) de calibre 49x24 mm, da classe Flor, com humidade normal, entre 4 e 8 %. As mesmas foram previamente tratadas e analisadas, de modo a obter as dimensões, massa e humidade iniciais. Posteriormente, foram engarrafadas em garrafas CETIE, vazias, de 75 cl de capacidade e com 63 mm de nível de enchimento, a vácuo. Depois de engarrafadas, colocaram-se 50 garrafas (rolhas numeradas de 1 a 50) na estufa a 40 °C no Centro Analítico e as restantes 50 (rolhas numeradas de 51 a 100) foram colocadas na estufa a uma temperatura de 60 °C, no Laboratório partilhado DS/Lamas (Figuras 4.2 e 4.3, respetivamente).



Figura 4.2: Rolhas 1 a 50 em garrafa, na estufa a 40 °C.



Figura 4.3: Rolhas 51 a 100 em garrafa, na estufa a 60 °C.

Para concretizar o estudo, as rolhas foram analisadas aos 25, 50 e 75 dias.

Decorrido o período de monitorização, foram retiradas de cada estufa 10 garrafas que permaneceram em ambiente laboratorial durante cerca de 72 horas, no Centro Analítico, de forma a garantir que, aquando dos ensaios, as rolhas se encontravam nas mesmas condições, sendo eliminadas variáveis externas que eventualmente poderiam causar variabilidade nos resultados.

Os ensaios protocolados para este estudo foram a extração manual, a medição do diâmetro dos topos superior e inferior, o ensaio de torção e a humidade interna dos topos superior e inferior.

Na Tabela 4.2 estão indicadas as percentagens de quebras de rolhas na extração manual aos 25, 50 e 75 dias. Durante este estudo nenhuma das rolhas se desintegrou.

Tabela 4.2: Percentagens de quebras das rolhas nos 3 períodos de monitorização.

Monitorização / dias	25	50	75
% de quebras a 40 °C	0	0	10
% de quebras a 60 °C	0	10	20

Às temperaturas em análise, as rolhas de cortiça não se desintegram, mas há uma tendência para o aumento de quebras com o tempo de ensaio, a ambas as temperaturas. Foi decidido continuar o ensaio por mais um período de 75 dias, com a intenção de continuar a avaliar a evolução do comportamento das rolhas de cortiça. Esses dados já não serão apresentados nesta dissertação. Os resultados mostraram que a temperatura mais alta provoca uma aceleração da degradação das rolhas.

Os diâmetros dos topos superior e inferior das rolhas testadas encontram-se na Figuras 4.4.

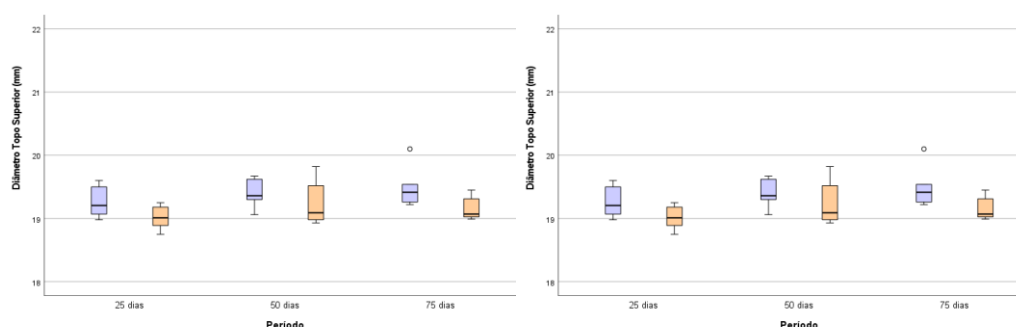


Figura 4.4: Diâmetro do topo superior (direita) e inferior (esquerda) das rolhas ensaiadas a diferentes temperaturas, 40°C, 60°C.

É possível observar que os valores das medianas dos diâmetros dos dois topos das rolhas são maiores a 40 °C do que a 60 °C, em todos os períodos analisados. Contudo, tendo em conta os intervalos de variação, em algumas situações não é estatisticamente claro que as rolhas ensaiadas à temperatura mais alta tenham diâmetro inferiores. Por outro lado, não há qualquer evidência que o aumento do tempo do ensaio tenha reflexo nos diâmetros medidos.

Os resultados obtidos nas medições de ambos os diâmetros, superiores e inferiores, às duas temperaturas ensaiadas, encontram-se dentro do valor esperado de 15,5 mm.

Os resultados obtidos no ensaio de torção (momento e ângulo de torção) são apresentados na Figura 4.5.

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

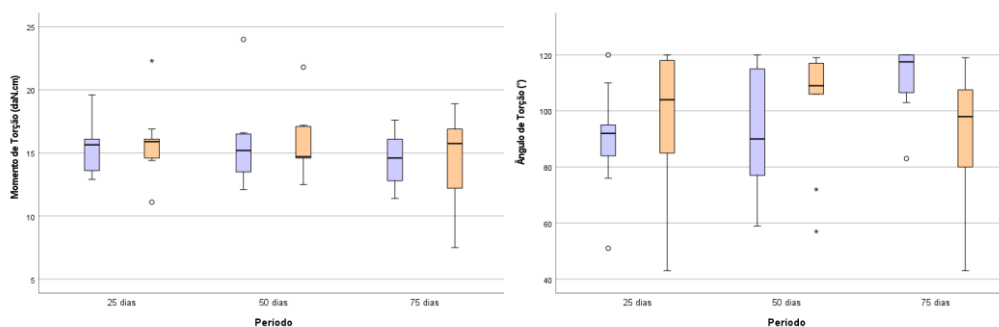


Figura 4.5: Momento de torção (direita) e ângulo de torção (esquerda) das rolhas ensaiadas a diferentes temperaturas 40°C, 60°C.

Globalmente, não é claro que a temperatura a que as rolhas foram sujeitas tenha efeito nestas duas propriedades das rolhas.

Verifica-se, ainda, que os resultados obtidos não se encontram de acordo com a especificação para o momento de torção (limite mínimo de 20 daN.cm), o que poderá ser explicado pelo facto de as rolhas terem sido submetidas a elevadas temperaturas durante um determinado período de tempo.

Em relação ao ângulo de torção não é possível retirar conclusões devido à elevada dispersão de resultados obtida nos 3 períodos de monitorização analisados, quer a 40 °C como a 60 °C.

As várias análises efetuadas não parecem demonstrar que as rolhas sofreram alterações significativas. No entanto, o número de quebras de rolhas na extração manual pode vir a ser o parâmetro mais relevante para avaliar a evolução das rolhas. A temperatura mais alta potenciou a degradação das rolhas, fazendo duplicar o número de quebras.

4.3.2 Análise Físico-mecânica de Rolhas Extraídas em Rearrolhamentos

Com o objetivo de avaliar o estado das rolhas de cortiça após alguns anos de estágio em garrafa realizaram-se análises às rolhas extraídas por um determinado cliente. O cliente manteve as suas garrafas de vinho arrolhadas com rolhas de cortiça da Amorim Cork, S.A. durante vários anos, extraíndo-as para proceder a rearrolhamentos.

Foram rececionados 11 lotes de rolhas que tinham sido extraídas em rearrolhamentos, dos quais 6 lotes eram de calibre 49x24 mm e 5 lotes eram de calibre 45x24 mm. As rolhas foram separadas em sacos, por lote, e mantidas em ambiente laboratorial no Centro Analítico. É de notar que os sacos se encontravam fechados, mas não selados e que o período a que estes foram mantidos em ambiente laboratorial não foi constante para todos os lotes.

De forma a concretizar a análise foram selecionadas amostras de 100 rolhas de cada lote e realizados vários ensaios, nomeadamente, a medição do diâmetro dos topos superior e inferior com o paquímetro, a humidade dos topos superior e inferior com o *aqua-boy*, o ensaio de torção para conhecer o momento e o ângulo de torção, a humidade interna dos topos superior e inferior e, por fim, a medição da humidade interna dos topos superior e inferior após secagem na estufa a 100 °C.

As informações referentes aos lotes analisados, como ano do vinho, o tempo em garrafa até à extração das rolhas e o seu calibre estão presentes na Tabela 4.3 e os resultados obtidos para a média e desvio-padrão dos ensaios realizados, encontram-se nas Tabelas B.1 e B.2 (Anexo B). É de ressaltar que todos os vinhos dos 11 lotes de rolhas são *Vintage*, pelo que os mesmos foram engarrafados 2 anos depois do seu ano de produção.

Tabela 4.3: Registo dos 11 lotes rececionados para a realização de ensaios físico-mecânicos.

Lote	Ano do vinho	Tempo em garrafa (anos)	Calibre das rolhas (mm)
A	1997	22	45x24
B	1999	20	45x24
C	2000	19	45x24
D	2003	16	49x24
E	2003	16	49x24
F	2003	16	49x24
G	2004	15	45x24
H	2007	12	49x24
I	2007	12	45x24
J	2008	11	49x24
K	2010	9	49x24

Nas Figuras 4.6 a 4.9 encontram-se os gráficos dos valores para cada teste realizado.

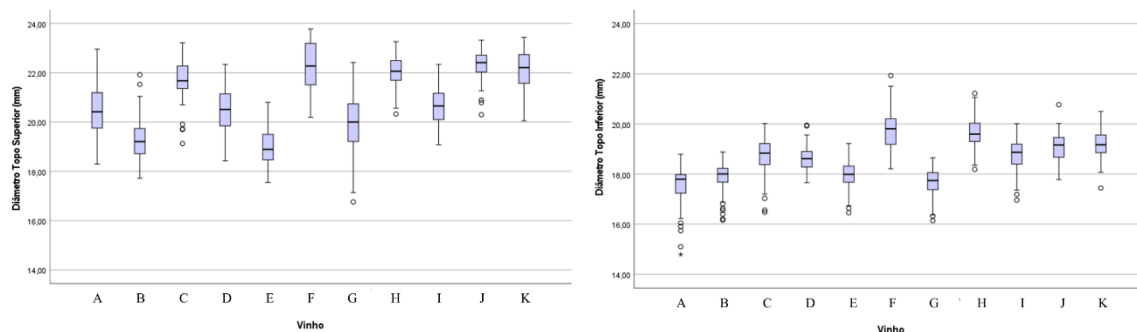


Figura 4.6: Diâmetro do topo superior (esquerda) e do topo inferior (direita) das rolhas de cada lote.

Nos gráficos anteriores é possível observar que os valores do diâmetro do topo superior são maiores do que os valores do diâmetro do topo inferior, em todas as amostras de rolhas estudadas.

No entanto, não há evidências que o aumento do tempo de permanência em garrafa cause alguma alteração sistemática dos diâmetros dos topos das rolhas.

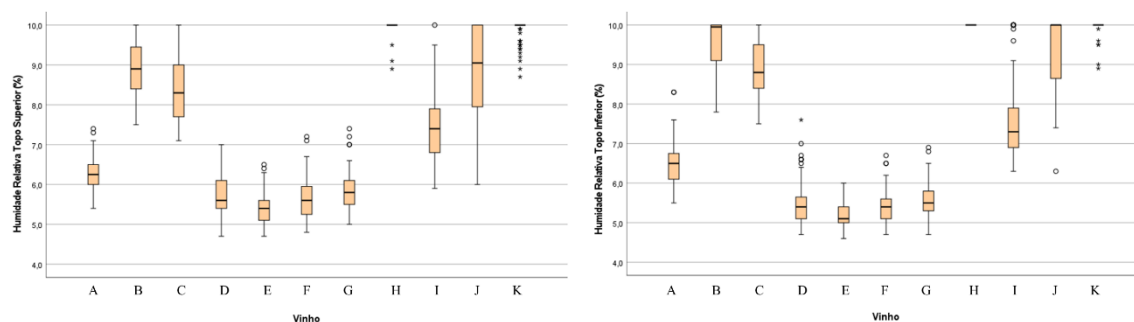


Figura 4.7: Humidade relativa superficial do topo superior (esquerda) e do topo inferior (direita) da rolha de cada lote.

No que diz respeito às humidades relativas dos topos superior e inferior, presentes na Figura 4.7, medidas superficialmente, verifica-se que estas apresentam comportamentos semelhantes para o mesmo lote. Ou seja, os valores de humidade do topo superior para o vinho A, por exemplo, são idênticos aos valores do topo inferior, ainda que com uma mediana, máximo e mínimo distintos. Não foi possível encontrar as razões que permitam

justificar os níveis de humidade mais baixos dos lotes D, E, F e G, mas estes lotes não foram os que permaneceram mais tempo em garrafa.

Na Figura 4.8 apresentam-se os resultados obtidos no teste de torção.

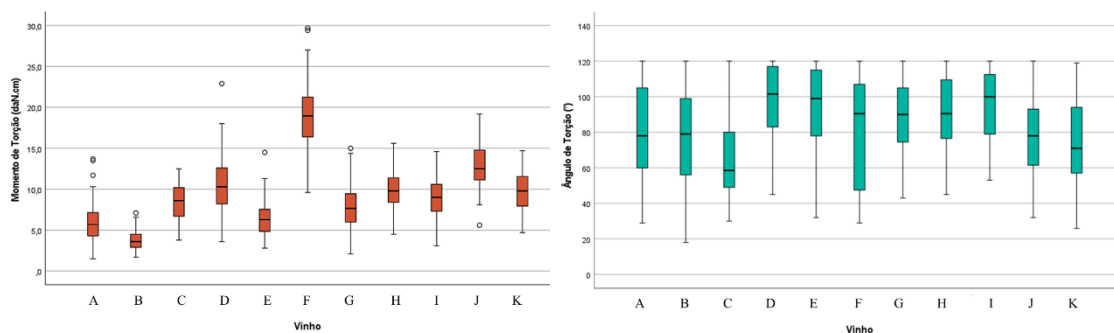


Figura 4.8: Momento de torção (esquerda) e ângulo de torção (direita) obtidos para cada amostra de rolhas.

Os resultados obtidos nos ensaios de torção evidenciam uma tendência de valores mais baixos para o momento de torção e mais elevados para o ângulo de torção, face ao que é expectável na análise de rolhas não engarrafadas. Observa-se, ainda, pela Figura 4.8, que todos os lotes avaliados apresentam uma mediana do momento de torção inferior a 20 daN.cm. Comparados com os restantes resultados, o momento de torção das rolhas do lote F é claramente superior, mas não se encontrou uma justificação para este facto. A partir da globalidade dos resultados, não é possível concluir que o aumento do tempo de engarrafamento provoca uma alteração do momento de torção das rolhas.

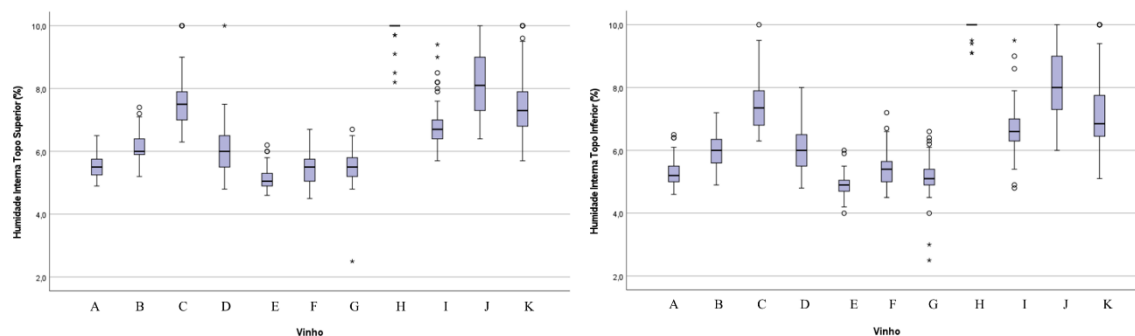


Figura 4.9: Humidade interna do topo superior (esquerda) e do topo inferior (direita) das rolhas de cada lote.

Na Figura 4.9 apresentam-se os resultados das medições efetuadas à humidade interna de ambos os topos das rolhas, sendo estes, à semelhança dos valores obtidos na humidade relativa superficial, homogêneos entre cada um dos lotes. Isto é, tendo como exemplo o vinho H, é possível observar que os valores de humidade interna em ambos os topos são semelhantes aos valores da humidade superficial nos mesmos, com cerca 10 % de humidade. No entanto, e no geral, as humidades internas parecem ser inferiores às humidades medidas à superfície das rolhas o que poderá ser explicado pelo tempo de engarrafamento, onde a rolha à superfície ganha mais humidade proveniente do exterior e do próprio vinho engarrafado, enquanto o interior da rolha terá uma maior tendência a secar.

Em suma, tendo em conta os lotes analisados é possível verificar que os parâmetros físico-mecânicos avaliados não permitem prever um comportamento de desintegração nestas rolhas. Assim, as rolhas analisadas parecem ainda apresentar um bom desempenho. Os lotes com maior tempo de permanência em garrafa não mostraram pior desempenho do que a rolhas com menor tempo em garrafa.

4.3.3 Impacto dos Defeitos da Cortiça no Desempenho das Rolhas

Com o objetivo de verificar se as rolhas produzidas a partir de cortiça com defeitos críticos, como barro e bofe, podem influenciar a sua degradação, em garrafa, foram realizados vários testes físico-mecânicos. Neste estudo foram analisadas no total 214 rolhas de calibres 45x24 mm e 45x26 mm com defeitos. De acordo com os respetivos defeitos, as rolhas foram divididas em diferentes grupos. Usaram-se 12 rolhas naturais de calibre 45x24 mm de classe Flor como controlo. As 226 rolhas de cortiça foram previamente tratadas com um determinado tratamento de superfície, que permite a sua utilização em garrafa, e analisadas no *MedCork*.

As rolhas foram engarrafadas sem vácuo, com vinho tinto disponível no Centro Analítico e com o mesmo nível de enchimento. Depois de engarrafadas, deixaram-se a estabilizar durante uma hora na vertical, tendo sido deitadas após esse período e mantidas na horizontal durante uma semana, em ambiente laboratorial.

Os resultados experimentais para cada um dos 3 testes físico-mecânicos realizados, tanto das rolhas utilizadas para controlo, bem como das rolhas com defeitos, podem encontrar-se em resumo (média e desvio-padrão) na Tabela C.1 (Anexo C).

Nas Figuras 4.10, 4.11 e 4.12 estão representados os dados para os ensaios, em garrafa, de absorção, progressão capilar e força de extração, respetivamente.

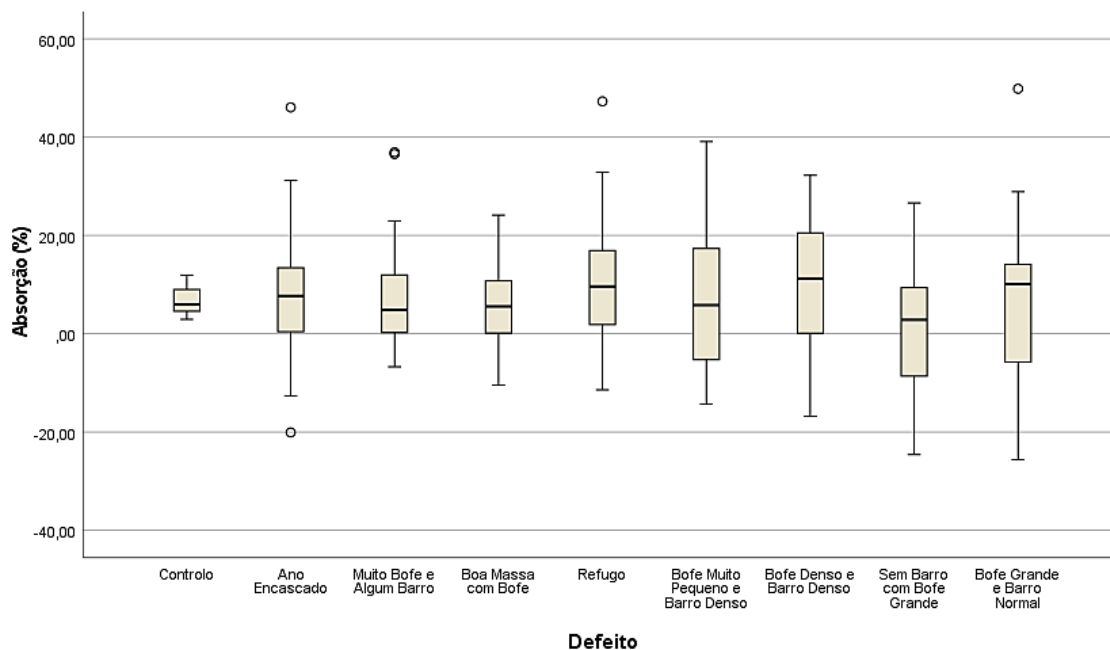


Figura 4.10: Teor de absorção das rolhas com diferentes tipos de defeitos.

Analisando a Figura 4.10 é possível verificar que os defeitos aumentam a dispersão de resultados para o teor de absorção, em comparação com as rolhas de controlo. Usando esse indicador para avaliar o desempenho das rolhas, pode-se concluir que os defeitos parecem ter um impacto negativo no desempenho das rolhas.

De notar que foram obtidos resultados negativos de absorção, estes dados poderão ser explicados por diversos fatores, nomeadamente tendo em conta o estado em que as rolhas se apresentavam, sendo suscetíveis perdas de massa na sua manipulação.

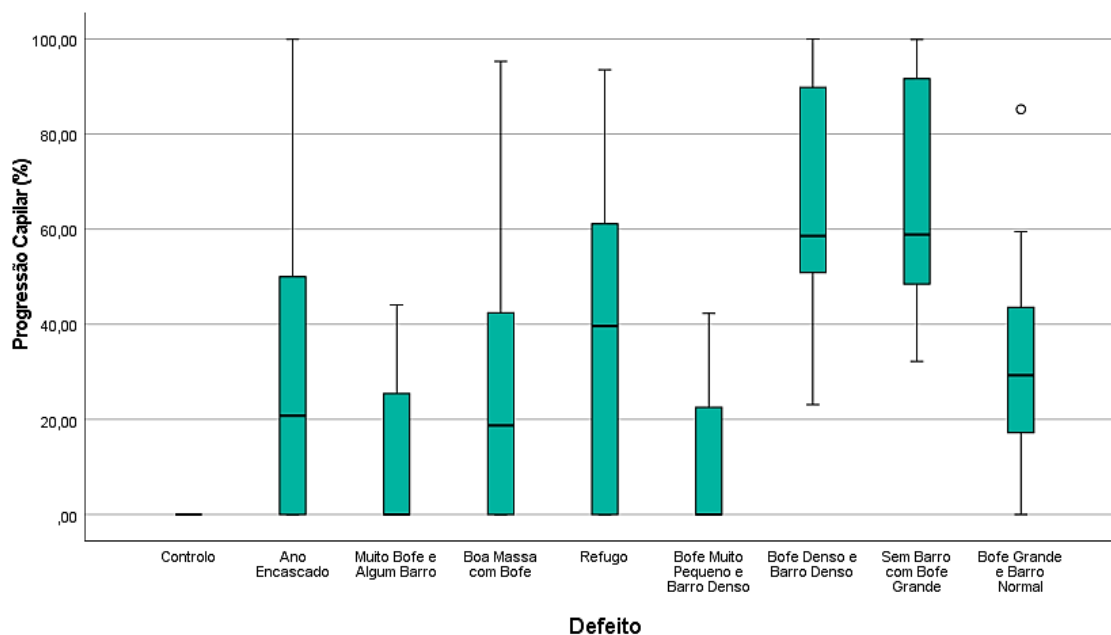


Figura 4.11: Progressão capilar das rolhas com diferentes tipos de defeitos.

Com base na Figura 4.11 onde se apresentam os resultados obtidos para a progressão capilar nas rolhas de cada lote, observa-se que os defeitos originam progressão capilar, o que não se observa nas rolhas sem defeito. A ocorrência de progressão capilar em garrafa nas rolhas de cortiça é um indicador de um mau desempenho das mesmas.

As rolhas dos conjuntos catalogados como “Bofe Denso e Barro Denso” e “Sem Barro com Bofe Grande” são as que apresentam valores mais elevados de capilaridade.

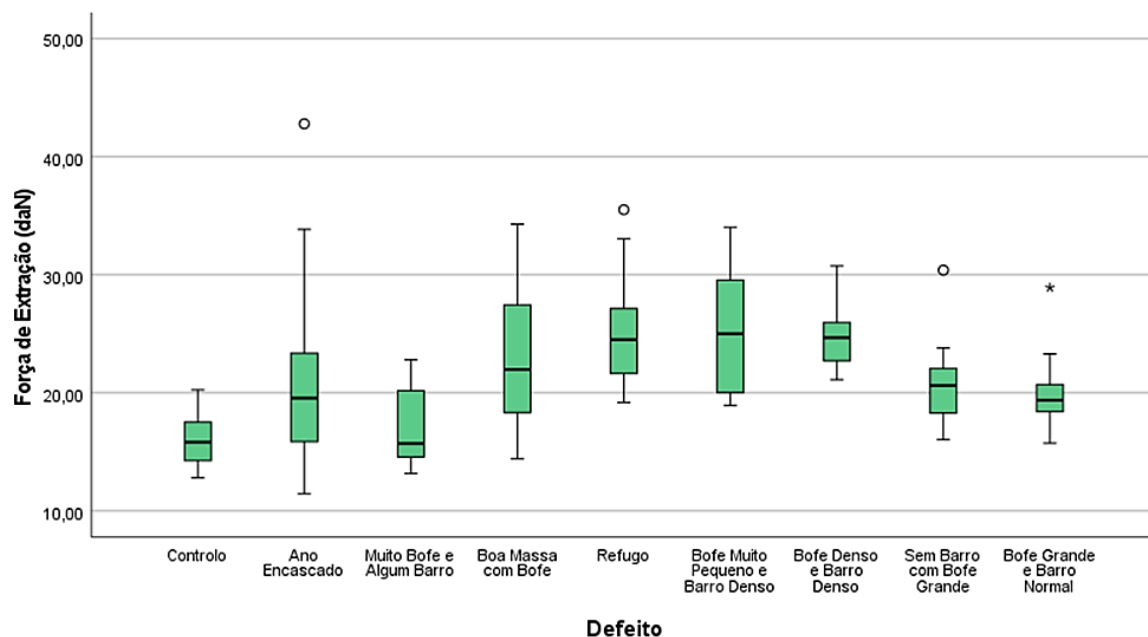


Figura 4.12: Força de extração das rolhas com diferentes tipos de defeitos.

No gráfico da Figura 4.12 é possível observar os resultados das forças de extração das rolhas. Em praticamente todos os lotes há uma maior dispersão dos valores das rolhas com defeitos. Os dados estão dentro das especificações (15 a 45 daN). Genericamente, a existência de defeitos nas rolhas parece fazer aumentar as forças de extração.

Em suma, é possível concluir que os defeitos críticos analisados parecem contribuir para um pior desempenho da rolha da cortiça, em particular na progressão capilar do vinho.

4.3.4 Avaliação da Humidade das Rolhas em Diferentes Embalagens

De forma a avaliar o impacto das condições de embalamento nas rolhas Naturity® realizou-se o estudo da variação da humidade das rolhas em diversas embalagens, de forma a perceber que tipo de saco com maior eficácia para manter a humidade das rolhas de cortiça em *stock*. O ensaio iniciou em dezembro de 2020 e foram sendo recolhidos dados ao longo de um ano. Neste estágio foi possível recolher dados ao final de 12 meses. No início do estudo, de um lote de rolhas classe 2.^a e calibre 45x24 mm, foram reembaladas 15 000 rolhas por 3 tipos de sacos diferentes, indicados na Figura 4.13.

Os três sacos foram colocados em stock numa paleta na zona de expedição de uma outra unidade industrial da Corticeira Amorim, como mostra a Figura 4.13.



Figura 4.13: Disposição dos 3 tipos de embalagem na paleta. No topo encontra-se a embalagem em plástico; no meio encontra-se a embalagem de rafia e plástico e no fundo está a embalagem de rafia.

Ao fim de um ano, de forma a realizar o último período de monitorização, foram retiradas amostras de 50 rolhas de cada saco e foi medida a humidade de cada uma das rolhas, com o *aqua-boy*. As condições ambientais a que os 3 sacos estiveram expostos foram sendo registadas. Depois de retiradas as rolhas o saco era, novamente, selado.

Os resultados obtidos para a humidade das rolhas em cada tipo de embalagem encontram-se na Tabela D.1 (Anexo D) e na Figura 4.14.

Na Figura 4.14 encontra-se representada a humidade das rolhas de cortiça nos diversos tipos de embalagem em estudo.

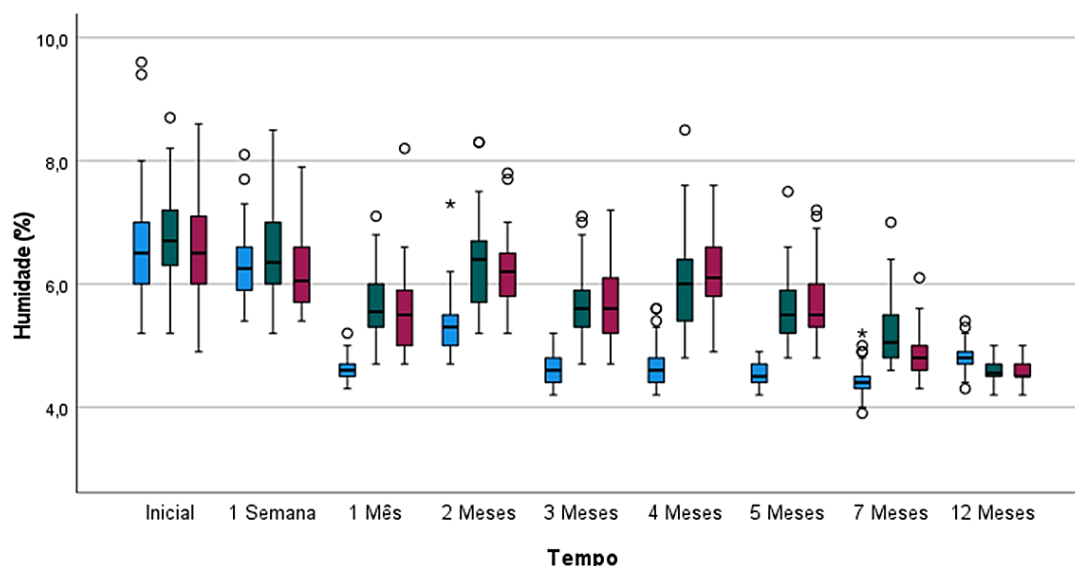


Figura 4.14: Humidade das rolhas ao longo do tempo, armazenadas em 3 tipos de embalagens:

■ Ráfia, ■ Ráfia e Plástico, ■ Plástico.

É possível verificar que os valores de humidade diminuem ligeiramente logo na primeira semana, ainda que com uma elevada dispersão de resultados. A conservação de humidade das rolhas sofre uma redução mais significativa quando embaladas em ráfia. Para períodos longos, mais de sete meses, as rolhas também perdem humidade quando armazenadas nos outros materiais.

As condições ambientais (humidade e temperatura) da zona de expedição foram registadas ao longo do tempo. Na Figura 4.15, são apresentados os dados obtidos.

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

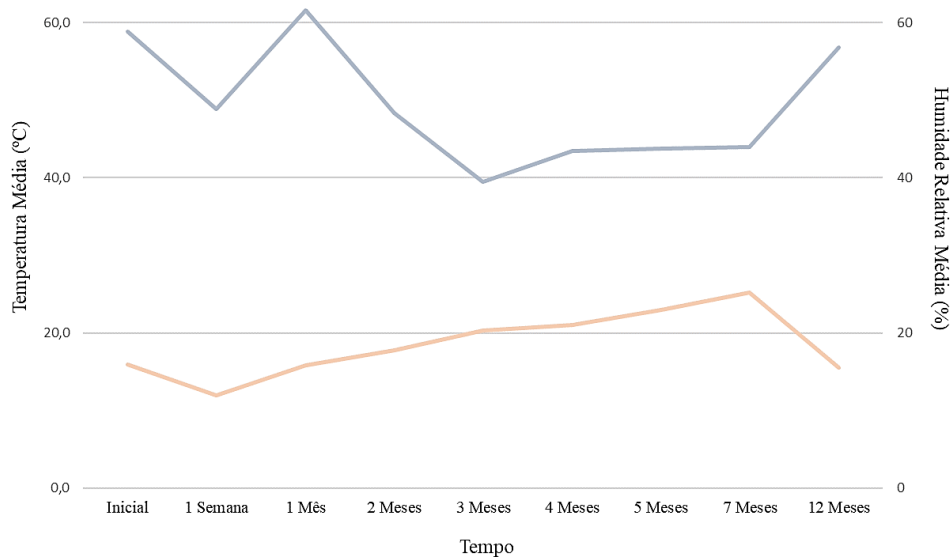


Figura 4.15: Evolução das condições ambientais (humidade relativa e temperatura) a que as embalagens foram expostas — Humidade Relativa (%), Temperatura (°C).

Durante o estudo a humidade variou entre 40 e 62 % e a temperatura variou entre 12 e 25 °C (Tabela D.2 – Anexo D). As variações das condições ambientais poderiam contribuir para a alteração da humidade nas rolhas, mas essa influência não é evidente.

É possível concluir que as embalagens com plástico podem ajudar a conservar melhor a humidade das rolhas em condições ambientais desfavoráveis, como humidades relativas reduzidas e temperaturas elevadas. As embalagens de plástico contribuem, também, para uma valorização de resíduos, tendo em conta que estes sacos são posteriormente valorizados, podendo ser incorporados em novos produtos. Por outro lado, a embalagem de rafia, no fim da sua utilização, é descartada para aterro.

Apesar das embalagens com plástico mostrarem ser mais apropriadas para a conservação da humidade das rolhas, é possível verificar que a partir dos 7 meses, nenhuma das 3 embalagens foi capaz de manter a humidade das rolhas nas condições de armazenamento testadas. É de ressaltar que o período máximo aconselhável para *stock* de rolhas em embalagem é de 6 meses.

4.3.5 Desempenho Técnico de Rolhas de Cortiça Xpür®

O processo de tratamento Xpür® reduz a humidade relativa das rolhas e este estudo pretende avaliar se essa redução tem algum impacto significativo no desempenho das rolhas em *stock*. Realizaram-se ensaios físico-mecânicos a 9 lotes de rolhas, A, B, C, D, E, F, G, H e I (Tabela 4.4). Os lotes foram analisados em grupos de 3, sendo que em cada grupo existe um lote com tratamento ROSA® de humidade relativa normal entre 4 e 8% (que será usado como referência). Apesar de os lotes A, D e G terem as mesmas especificações, estes são lotes diferentes, pois o seu processo de produção foi realizado em datas distintas. O mesmo acontece para os lotes B, E e H e para os lotes C, F e I.

Tabela 4.4: Registo dos lotes de rolhas de cortiça utilizados no estudo.

Código Lote	Tratamento	Humidade Relativa Indicativa (%)	Tamanho do Lote
A	Xpür	4,0 - 4,5	1000
B	Xpür	2,0	1000
C	Rosa	4,0 - 8,0	1000
D	Xpür	4,0 - 4,5	1000
E	Xpür	2,0	1000
F	Rosa	4,0 - 8,0	1000
G	Xpür	4,0 - 4,5	1000
H	Xpür	2,0	1000
I	Rosa	4,0 - 8,0	1000

As rolhas de cortiça foram mantidas em *stock* em ambiente laboratorial, em sacos de plástico fechados, no Centro Analítico da Amorim Cork, S.A. Os ensaios foram realizados inicialmente e ao fim de 1, 3 e 6 meses. Em cada período foram retiradas 30 rolhas de cada lote e foram realizados os seguintes ensaios: compressão/relaxação, recuperação diametral, momento e ângulo de torção, a vedação em tudo e a vedação em aquário, o teor de peróxidos residuais e o teor de pó.

Nas Figuras 4.16 a 4.20 apresentam-se os resultados obtidos para os parâmetros avaliados. No Anexo E encontram-se os valores obtidos de média e desvio-padrão.

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

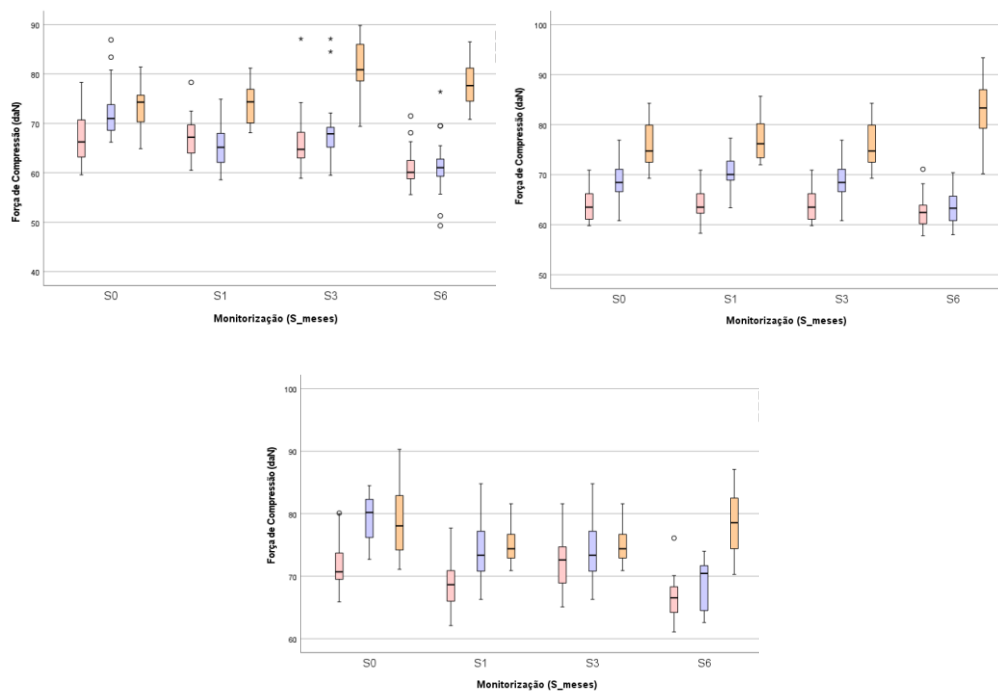


Figura 4.16: Medidas das forças de compressão, esquerda em cima (conjunto 1: A, B e C); direita em cima (conjunto 2: D, E e F); baixo centro (conjunto 3: G, H e I) ■ Xpür 4 – 4,5%, ■ Xpür 2%, ■ ROSA 4 – 8%.

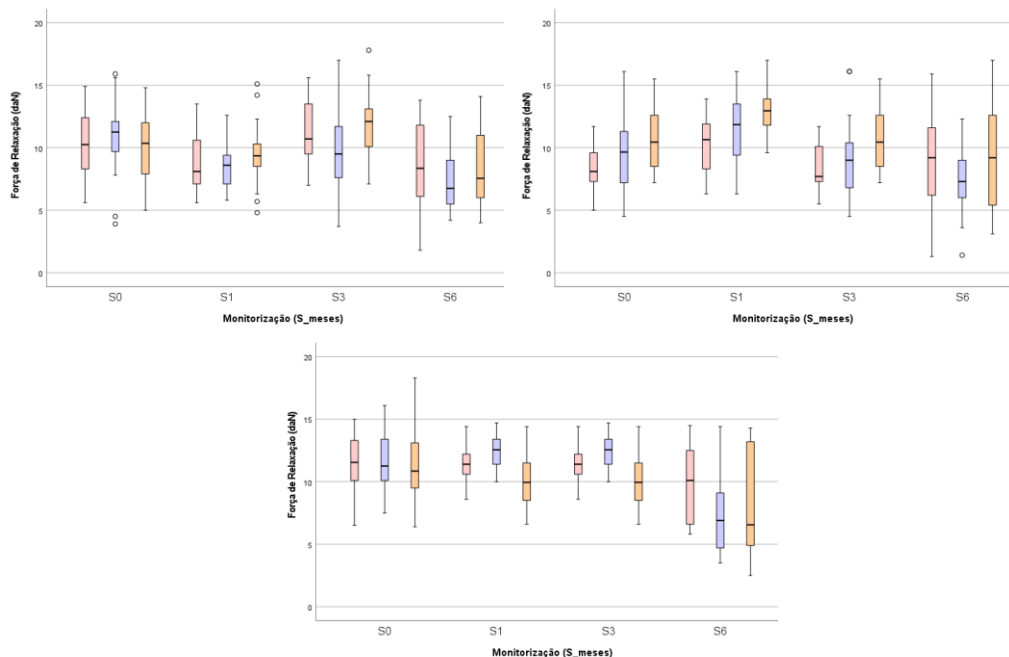


Figura 4.17: Medidas das forças de relaxação, esquerda em cima (conjunto 1: A, B e C); direita em cima (conjunto 2: D, E e F); baixo centro (conjunto 3: G, H e I) ■ Xpür 4 – 4,5%, ■ Xpür 2%, ■ ROSA 4 – 8%.

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

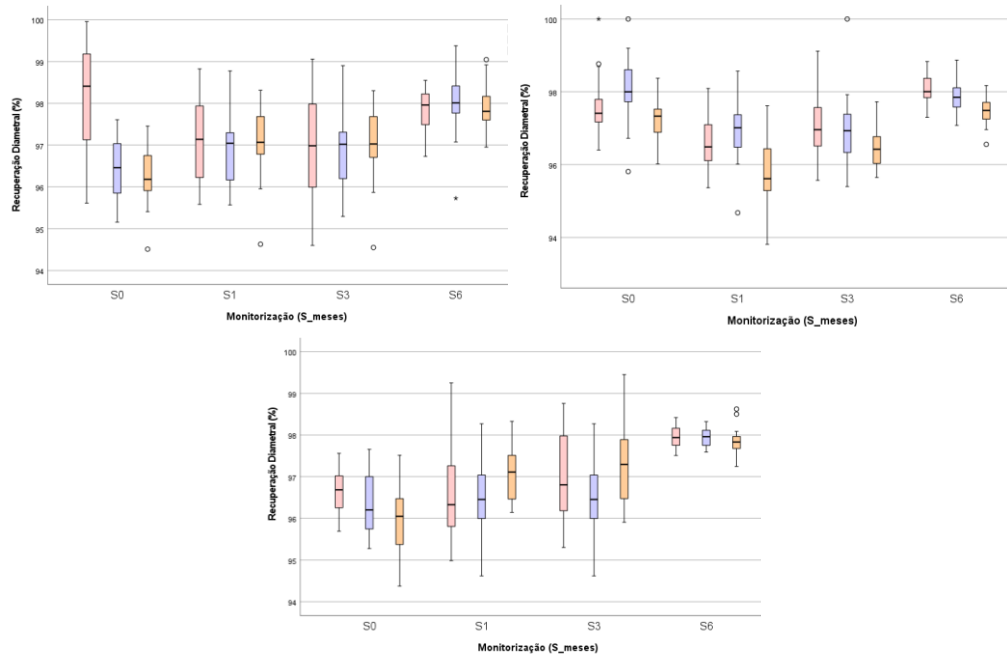


Figura 4.18: Medidas da recuperação diametral, esquerda em cima (conjunto 1: A, B e C); direita em cima (conjunto 2: D, E e F); baixo centro (conjunto 3: G, H e I) Xpür 4 – 4,5%, Xpür 2%, ROSA 4 – 8%.

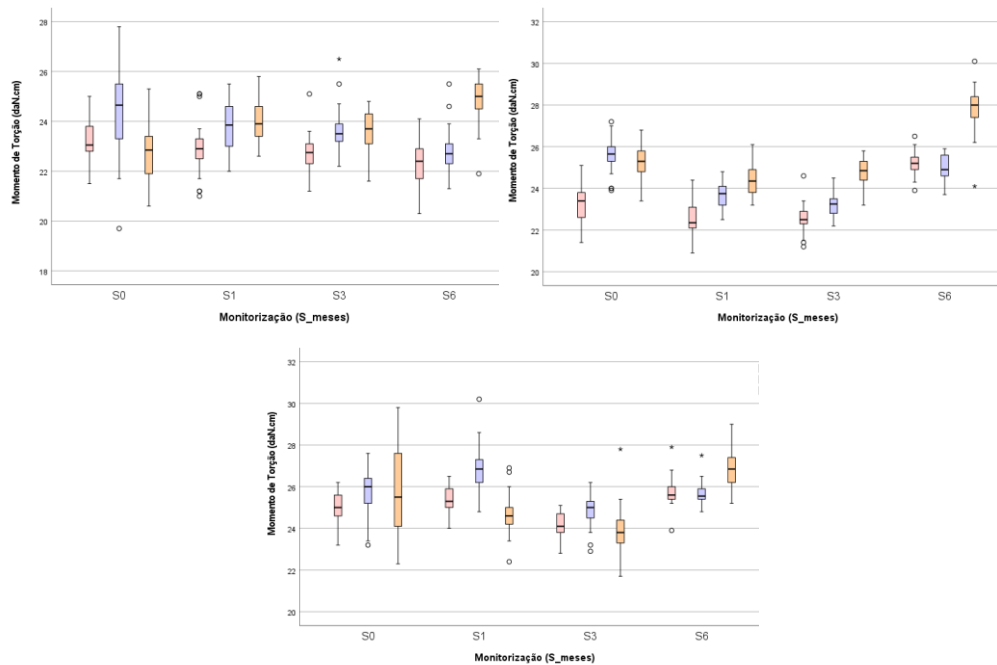


Figura 4.19: Medidas do momento de torção, esquerda em cima (conjunto 1: A, B e C); direita em cima (conjunto 2: D, E e F); baixo centro (conjunto 3: G, H e I) Xpür 4 – 4,5%, Xpür 2%, ROSA 4 – 8%.

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

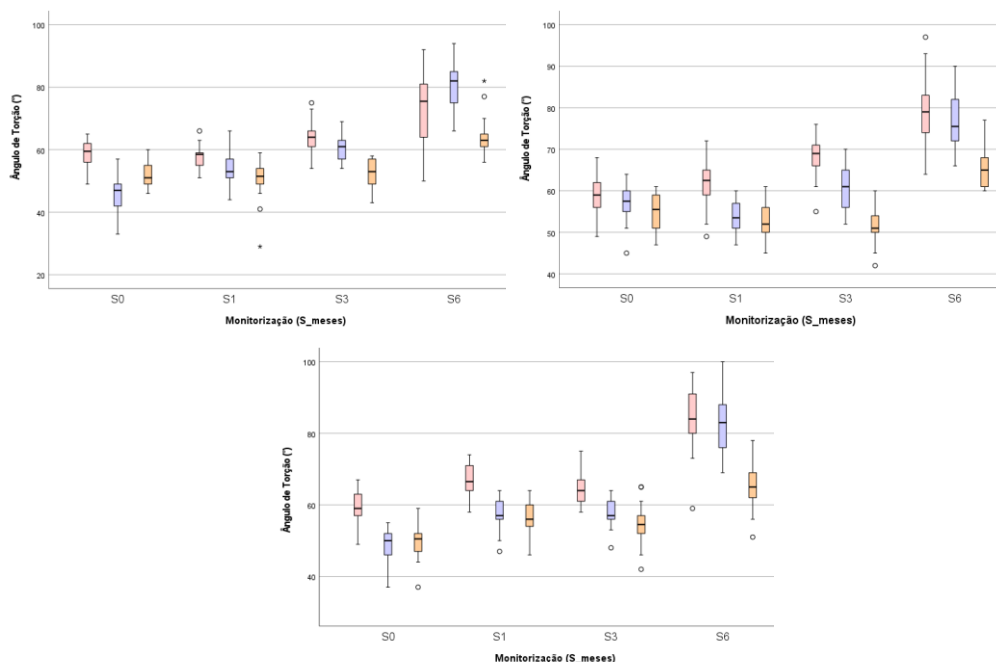


Figura 4.20: Medidas do ângulo de torção, esquerda em cima (conjunto 1: A, B e C); direita em cima (conjunto 2: D, E e F); baixo centro (conjunto 3: G, H e I) ■ Xpür 4 – 4,5%, ■ Xpür 2%, ■ ROSA 4 – 8%.

Em relação às forças de compressão, verifica-se que os lotes ROSA® têm uma tendência para apresentar valores superiores aos lotes submetidos ao processo de tratamento Xpür®. Esta diferença pode estar relacionada com o efeito da densidade que as rolhas apresentam, dado que nas rolhas Xpür® a densidade é menor.

Quanto às forças de relaxação não há diferenças significativas entre os lotes ROSA® e Xpür®.

A recuperação diametral é, também semelhante, nas rolhas tratadas pelos dois processos.

No que diz respeito ao momento de torção, verificam-se algumas diferenças dependendo dos lotes, pelo que não é possível retirar alguma conclusão.

Para o ângulo de torção, os resultados obtidos mostram que as rolhas sujeitas ao processo Xpür® tendem a apresentar valores superiores às rolhas sujeitas ao processo ROSA®, ainda que essas diferenças não sejam muito significativas.

Nos ensaios de vedação, tanto na vedação em aquário como na vedação em tubo, praticamente todas as rolhas tiveram bom desempenho (Anexo E).

Em relação aos resultados obtidos para o teor de peróxidos residuais não foram observadas diferenças significativas nas rolhas sujeitas aos dois tratamentos (Anexo E).

Por fim, quanto ao teor de pó (Anexo E) observa-se que houve alguma tendência para diminuir ao longo do tempo nos lotes A, B e C, independentemente do tratamento, mas esta constatação poderá ser um acaso, uma vez que nos restantes lotes não se observa essa variação. É de notar, ainda, que não foi possível realizar a monitorização aos 6 meses dos lotes D, E e F e G, H e I, devido à falta de material, apenas para este ensaio.

Em suma, é possível concluir que para os parâmetros analisados não ficou evidenciado que a redução da humidade das rolhas provocada pelo processo de tratamento Xpür® tem algum impacto no seu desempenho técnico.

4.3.6 Desempenho das Rolhas de Cortiça Xpür® em Garrafa

De forma a caracterizar o desempenho técnico em garrafa das rolhas submetidas ao processo de tratamento Xpür®, utilizando os mesmos 9 lotes de rolhas mencionados no capítulo anterior, foi realizada a sua avaliação em garrafa, tendo sido o seu engarrafamento realizado em diferentes caves/clientes (Tabela 4.5), de forma que seja também possível avaliar o comportamento destas rolhas face a diferentes tipos de vinho. Ressalva-se que apesar de os lotes A, D e G terem as mesmas especificações, estes são lotes diferentes, sendo que as suas datas de produção não são iguais. O mesmo acontece para os lotes B, E e H e para os lotes C, F e I.

Tabela 4.5: Registo dos lotes de rolhas utilizados no estudo, bem como o cliente onde foram realizados os engarrafamentos.

Código Lote	Tratamento	Humidade Relativa Indicativa (%)	Tamanho da Amostra	Engarrafamento Cliente
A	Xpür	4,0 - 4,5	100	I
B	Xpür	2,0	100	
C	Rosa	4,0 - 8,0	100	
D	Xpür	4,0 - 4,5	100	II
E	Xpür	2,0	100	
F	Rosa	4,0 - 8,0	100	
G	Xpür	4,0 - 4,5	100	III
H	Xpür	2,0	100	
I	Rosa	4,0 - 8,0	100	

As garrafas foram mantidas na Cave Técnica da Amorim Cork, S.A., com condições de temperatura e humidade controladas. Os testes foram realizados em diferentes períodos: aos 3 meses, aos 6 meses e aos 12 meses, no entanto os lotes G, H e I apenas foram analisados ao fim de 3 e 6 meses devido às datas de engarrafamento. Para realizar os ensaios em garrafa foram retiradas 33 amostras de cada lote, sendo que 28 utilizaram-se para os ensaios físico-mecânicos e as restantes para análise de dióxido de enxofre livre e total e para análise sensorial, estas duas últimas análises foram realizadas na Comissão de Viticultura da Região dos Vinhos Verdes (CVRVV).

Os ensaios físico-mecânicos realizados foram as forças de extração e extração manual à temperatura ambiente e a frio (colocadas previamente no frigorífico, durante 48h a cerca de 4 °C), o ensaio de absorção em garrafa e a progressão capilar. No Anexo F são apresentados os valores de média e desvio-padrão obtidos em cada ensaio, nos 3 períodos de monitorização.

À semelhança do protocolo elaborado para a avaliação das rolhas do subcapítulo anterior, os lotes foram analisados em grupos de 3, sendo que em cada grupo existe um lote com tratamento ROSA® de humidade relativa normal entre 4 e 8% para comparar com os lotes Xpür®.

Nas Figuras 4.21 e 4.22 apresentam-se os resultados obtidos.

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

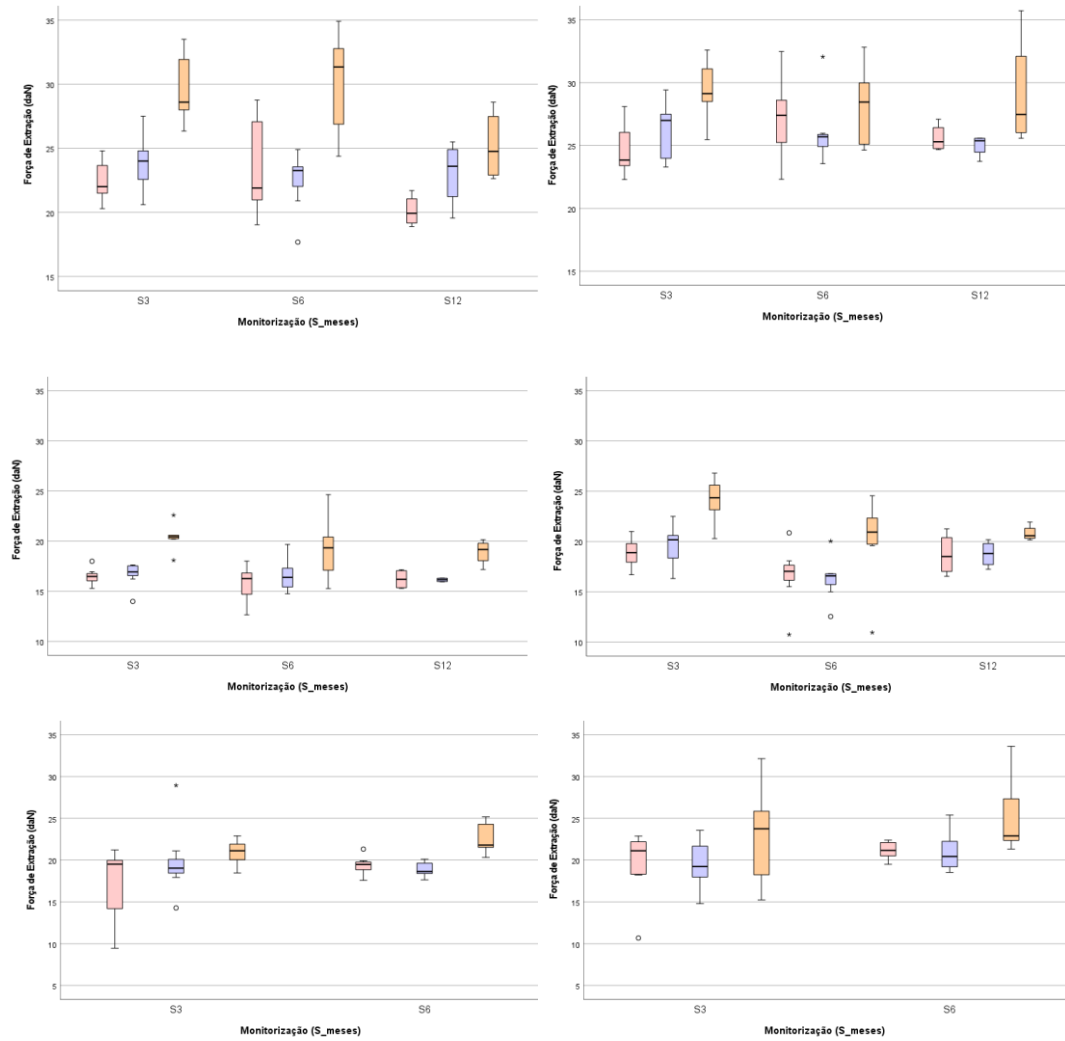


Figura 4.21: Medidas da força de extração das rolhas, à temperatura ambiente (direita) e a frio (esquerda); em cima conjunto 1: A, B e C; no centro conjunto 2: D, E e F; em baixo conjunto 3: G, H e I

■ Xpür 4 – 4,5%,
 ■ Xpür 2%,
 ■ ROSA 4 – 8%.

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

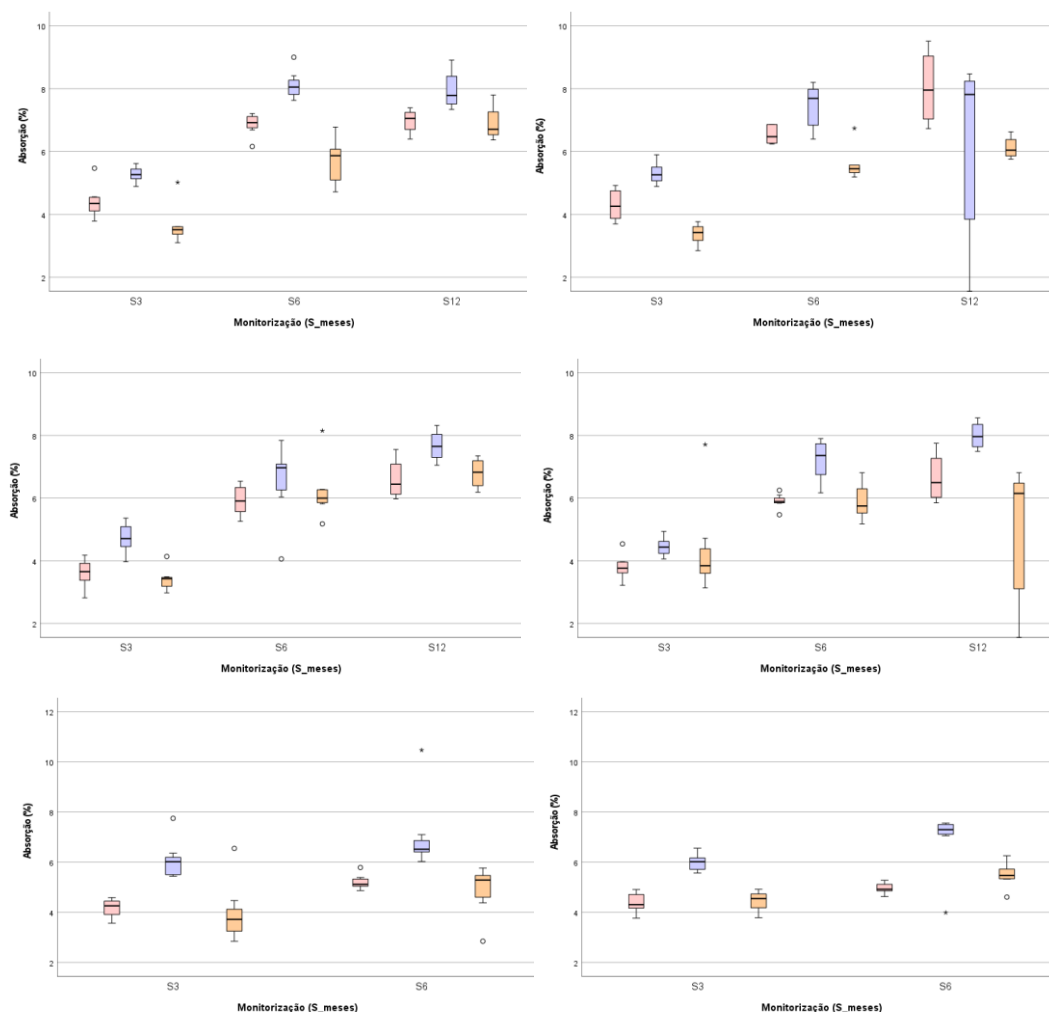


Figura 4.22: Medidas de absorção em garrafa das rolhas, à temperatura ambiente (direita) e a frio (esquerda); em cima conjunto 1: A, B e C; no centro conjunto 2: D, E e F; em baixo conjunto 3: G, H e I

■ Xpür 4 – 4,5%,
 ■ Xpür 2%,
 ■ ROSA 4 – 8%.

Há uma tendência das forças de extração nas rolhas dos lotes ROSA® para serem superiores às forças de extração das rolhas dos lotes Xpür®, tanto nos ensaios a temperatura ambiente bem como nos ensaios a frio, ainda que tenham uma elevada dispersão de resultados. Em todos os casos a força de extração é mais elevada nas rolhas do lote Xpür® com 2% de humidade, no entanto este resultado não é suficiente para atribuir um mau desempenho às rolhas com o tratamento referido. Em conclusão: rolhas Xpür® apresentam uma melhor performance, devido a apresentarem valores de forças de extração menos elevados.

A absorção em garrafa tende a aumentar ao longo do tempo nos dois primeiros conjuntos, mas essa variação não é clara no terceiro conjunto. Não se observaram diferenças significativas entre os resultados obtidos à temperatura ambiente e a frio. Em alguns casos, os valores obtidos apresentam uma grande dispersão. São exemplo disso os resultados as rolhas Xpür® de humidade relativa de 2% e tratamento ROSA®, na monitorização realizada aos 12 meses de *stock*.

No que concerne à progressão capilar, não se verificou a existência de migração de vinho em ambas as condições, ambiente e frio, nos períodos de monitorização avaliados, para os processos de tratamento em estudo, Xpür® e ROSA® (Anexo F), à exceção dos resultados experimentais obtidos no conjunto 1, à temperatura ambiente, onde se verificou alguma migração de vinho, aos 6 meses.

Em suma, não foi evidenciado, para os parâmetros avaliados, que as rolhas com redução de humidade, provocada pelo processo de tratamento Xpür® tem impacto no seu desempenho técnico em garrafa. Verifica-se ainda, em alguns casos, um melhor desempenho nos lotes Xpür® face aos ROSA®, independentemente do vinho utilizado no engarrafamento.

No que concerne aos resultados obtidos da análise sensorial triangular, não foram verificadas diferenças estatisticamente significativas a 95 % de confiança. Nos resultados da análise de dióxido de enxofre (SO₂) livre e total também não foram evidenciadas anomalias.

4.3.7 Desempenho das Rolhas de Cortiça Naturity® em Garrafa

De forma a avaliar o impacto da redução de humidade do processo de tratamento Naturity® e o desempenho técnico das rolhas de cortiça Naturity®, em garrafa, ao longo do tempo, foram realizados vários ensaios físico-mecânicos com 16 lotes diferentes destas rolhas, cujo engarrafamento foi realizado em diferentes clientes, com o objetivo de verificar o comportamento das rolhas com diferentes vinhos. Ressalva-se que, nesta dissertação, apesar de terem sido realizados testes a quatro dos ensaios, apenas serão analisados os resultados relativos a dois desses ensaios (Lotes B e D), que são o que têm as monitorizações completas.

Na Tabela 4.6 estão presentes os quatro ensaios realizados, bem como as monitorizações a cada um.

Tabela 4.6: Registo dos códigos dos lotes dos ensaios e períodos de monitorização de cada um.

Código Lote	Cliente	Monitorização			
		1 mês	3 meses	6 meses	12 meses
A	I	✓		✓	✓
B	II	✓	✓	✓	✓
C	III			✓	✓
D	IV	✓	✓	✓	✓

O objetivo deste estudo é avaliar a variação da humidade das rolhas, ao longo do tempo, em garrafa, assim como os parâmetros físico-mecânicos das rolhas, nomeadamente, humidade, forças de extração, absorção e progressão capilar. Os ensaios decorreram a duas condições de extração de rolha, à temperatura ambiente e no frio (previamente acondicionadas, durante 48h a cerca de 4 °C).

Os resultados obtidos encontram-se nas figuras seguintes (Figura 4.23 a 4.26).

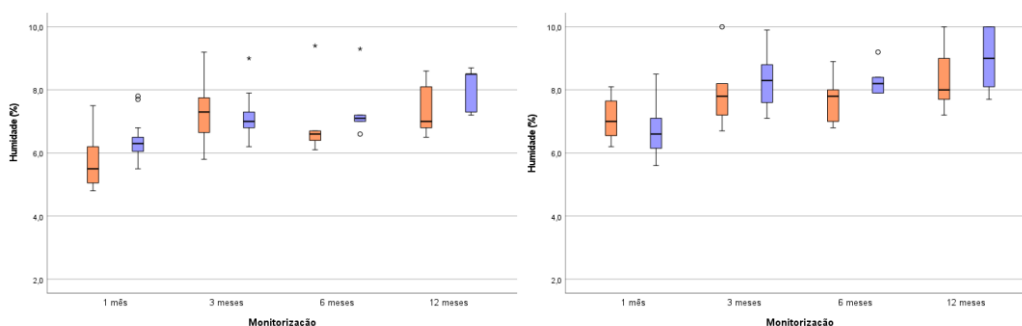


Figura 4.23: Humidade relativa das rolhas do lote B (direita) e do lote D (esquerda) ao longo do tempo a diferentes condições ■ Ambiente, ■ Frio.

Com base na Figura 4.23 é possível observar uma ligeira tendência para o aumento da humidade relativa ao longo do tempo, ainda que as dispersões sejam elevadas.

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

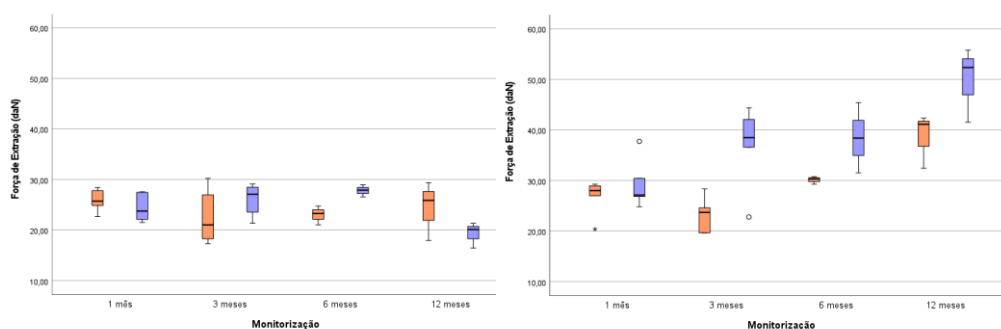


Figura 4.24: Força de extração das rolhas lote B (direita) e do lote D (esquerda) ao longo do tempo a diferentes condições ■ Ambiente, ■ Frio.

Em relação às forças de extração, para as rolhas do lote B, não são observadas diferenças significativas ao longo do tempo, nos ensaios realizados a ambas as condições de temperatura. No entanto, para as rolhas do lote D, os resultados de força de extração tendem a aumentar ao longo do tempo, sendo que os ensaios a frio apresentam valores de forças de extração superiores face aos valores de forças de extração realizados a temperatura ambiente, o que seria de esperar, pois os valores para as forças de extração tendem a ser superiores em análises realizadas a baixas temperaturas.

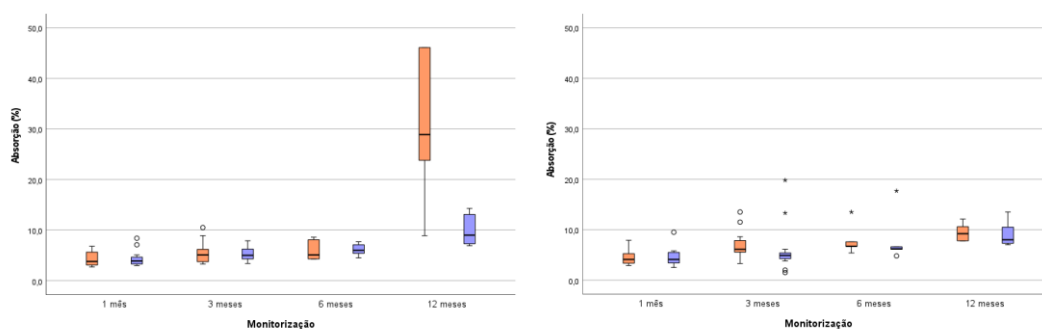


Figura 4.25: Absorção em garrafa das rolhas lote B (direita) e do lote D (esquerda) ao longo do tempo a diferentes condições ■ Ambiente, ■ Frio.

Os valores obtidos na absorção em garrafa, representadas na Figura 4.25, não evidenciam diferenças significativas até aos seis meses de monitorização. No entanto, na análise realizada aos 12 meses, a absorção a temperatura ambiente apresenta uma grande dispersão de resultados face aos restantes obtidos nos pontos de monitorização anteriores, para as rolhas do lote B. Ainda nas rolhas do lote B, a frio, a dispersão de resultados também tende a ser mais alta aos 12 meses. Em relação às rolhas do lote D é possível verificar que os valores obtidos para absorção em garrafa não evidenciam diferenças significativas ao longo do tempo, no entanto observa-se um ligeiro aumento aos 12 meses e uma maior dispersão de resultados.

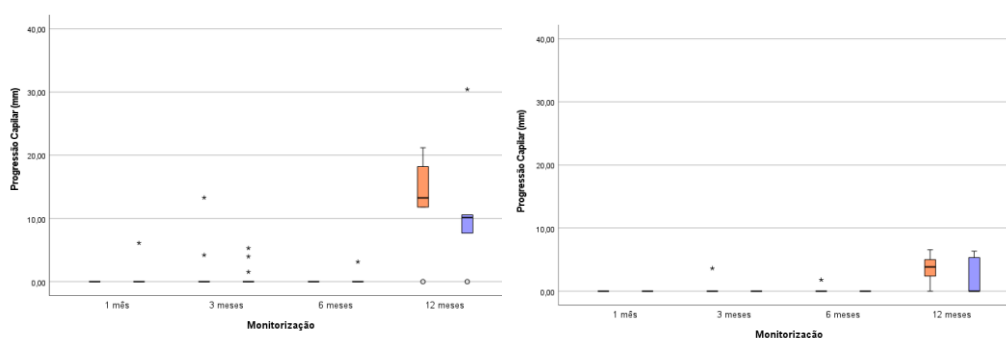


Figura 4.26: Progressão capilar das rolhas lote B (direita) e do lote D (esquerda) ao longo do tempo a diferentes condições ■ Ambiente, ■ Frio.

Nos gráficos presentes na Figura 4.26 é possível observar a progressão capilar ao longo do tempo, sendo que nas três primeiras monitorizações não se registaram valores de migração, à exceção de alguns *outliers*, para ambos os lotes. O mesmo não se verifica na monitorização aos 12 meses, onde se registaram valores de progressão capilar e dispersões de resultados significativas, quer a condições de temperatura ambiente como a frio.

Por fim, verifica-se que, aos 12 meses, as rolhas avaliadas parecem piorar o desempenho técnico em garrafa, nomeadamente nos parâmetros físico-mecânicos como a absorção em garrafa e a progressão capilar, ou seja, migração de vinho pela rolha. No entanto, estes resultados eram de esperar, tendo em conta o tempo de engarrafamento, ou seja, não são indicativos de um mau desempenho das rolhas em estudo.

Conclusões

No âmbito da disciplina Dissertação/Estágio foi desenvolvida a presente dissertação a partir de um estágio curricular na Unidade Industrial de Lamas da Amorim Cork, S.A. Os seus principais objetivos consistiram no estudo de características das rolhas de cortiça que possam influenciar a sua degradação/desintegração e a avaliação do desempenho técnico de rolhas de cortiça submetidas aos processos de tratamento Naturity® e Xpür®.

O primeiro estudo relaciona-se com a exposição das rolhas de cortiça, engarrafadas em vazio, a diferentes temperaturas, ambas consideradas elevadas, 40 e 60 °C, no sentido de perceber se este é um fator que acelera a desintegração das rolhas de cortiça naturais. Foram realizados ensaios físico-mecânicos ao fim 25, 50 e 75 dias. A análise realizada não é capaz de demonstrar que as rolhas tenham sofrido alterações significativas, no entanto a existência de quebras na extração manual e a sua evolução ao longo do tempo com a temperatura pode ser um reflexo da evolução das rolhas. A temperatura mais alta fez duplicar o número de quebras. Em relação à desintegração, esta não foi evidenciada durante os 75 dias de análise.

O segundo estudo permitiu avaliar rolhas com alguns anos de estágio em garrafa, que foram extraídas nos processos de rearrolhamentos por parte de um cliente da Amorim Cork, S.A. Os ensaios físico-mecânicos avaliados não permitiram evidenciar alterações significativas durante o tempo em garrafa.

O terceiro e último estudo consistiu na avaliação do impacto de alguns defeitos críticos da cortiça, como barro e bofe nas propriedades das rolhas. Os resultados permitiram concluir que os defeitos em estudo têm, de facto, impacto nas propriedades das rolhas e contribuem para um pior desempenho, nomeadamente na progressão capilar do vinho que tende a aumentar significativamente. As rolhas dos conjuntos catalogados como “Bofe Denso e Barro Denso” e “Sem Barro com Bofe Grande” são aquelas que apresentam valores mais elevados de capilaridade.

Foi, ainda, realizado outro estudo que permitiu avaliar em que medida é que a humidade das rolhas Naturity® é influenciada pelo tipo de embalagem (ráfia, ráfia e plástico e plástico) usado para armazenamento em *stock*. Assim, foi possível concluir, a partir dos resultados obtidos, que as embalagens de plástico são aquelas que ajudam a

conservar melhor a humidade das rolhas a condições ambientais desfavoráveis. No entanto, ressalva-se que a partir dos cerca de 7 meses de armazenamento nenhuma das embalagens em estudo é capaz de manter a humidade inicial das rolhas.

Os processos de tratamento Naturity® e Xpür® provocam uma redução de humidade nas rolhas, e pode afetar o seu desempenho. Nas rolhas Naturity®, foi avaliado o desempenho técnico em garrafa e, nas rolhas Xpür®, foram realizados ensaios a rolhas em *stock* e em garrafa.

Nas rolhas Xpür® foram realizados ensaios às rolhas durante o seu período de armazenamento recomendado (6 meses) com pontos de monitorização a 1, 3 e 6 meses, e em garrafa com pontos de monitorização a 3, 6 e 12 meses armazenadas na cave, a condições de temperatura e humidade controladas. A partir dos resultados obtidos nos parâmetros analisados nas rolhas Xpür® é possível concluir que a redução de humidade no tratamento não tem um impacto negativo no seu desempenho técnico. No que diz respeito às rolhas Naturity®, estas ao fim de um ano, parecem aumentar o seu teor de absorção e a progressão capilar do vinho nas amostras em estudo. Contudo, dado o extenso tempo de engarrafamento, era de esperar que estes parâmetros sofressem algum impacto.

Deste modo, é possível afirmar que o processo patenteado Xpür® remove o TCA das rolhas técnicas sem colocar em causa o seu desempenho técnico, apresentando em alguns casos um desempenho mais eficaz face ao tratamento anteriormente usado (ROSA®).

Referências Bibliográficas

- [1] Grupo Américo Amorim, “Mais de 140 Anos de História,” <https://www.grupoamericoamorim.com/grupo-americo-amorim/historia/>, 2011.
- [2] “Corticeira Amorim,” <https://www.amorim.com/pt/>, 2021.
- [3] S. G. P. S. , S. A. Amorim Cork, “Corticeira Amorim,” in *Manual de Acolhimento AMORIM CORK*, UN Rolhas, 2020.
- [4] S. G. P. S. , S. A. Corticeira Amorim, “Relatório Anual Consolidado 2020,” Mozelos, Portugal, 2020.
- [5] APCOR, “APCOR Associação Portuguesa da Cortiça,” <https://www.apcor.pt/>, Dec. 2021.
- [6] Amorim Cork, “Amorim Cork,” <https://www.amorimcork.com/pt/>, Dec. 2021.
- [7] Ministério da Agricultura, “Decreto Lei nº 169/2001 de 25 de agosto,” *Diário da República nº 121/2001 – Série I-A*, 2001.
- [8] M. Amaral Fortes, M. E. Rosa, and H. Pereira, *A Cortiça*, IST Press. Lisboa, 2004.
- [9] L. Gil, *A Cortiça como Material de Construção Manual Técnico*, APCOR. Santa Maria de Lamas, 2006.
- [10] L. Gil, “Cortiça,” in *Ciência e Engenharia de Materiais de Construção*, IST Press., Lisboa, 2012, pp. 664–715.
- [11] D. G. Branco, C. A. Santiago, F. J. Oliveira, L. Cabrita, and D. v. Evtuguin, “Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects,” *Surface properties of cork in relation to reactive washing*, 2021.
- [12] S. P. Silva, M. A. Sabino, E. M. Fernandes, V. M. Correlo, L. F. Boesel, and R. L. Reis, “International Materials Reviews,” *Cork: properties, capabilities and applications*, Nov. 29, 2013.
- [13] APCOR, “Information Bureau | 2016 Rolhas de Cortiça,” Jan. 2022.
- [14] Amorim Top Series, “Amorim Top Series,” <https://www.amorimtopseries.com/>, 2022.
- [15] WineClick, “O que é um vinho que sabe a rolha?,” https://www.wineclick.pt/pt/wine-world/40_o-que-%C3%A9-um-vinho-que-sabe-a-rolha.html.
- [16] E. C. C. CELIEGE, “Código Internacional das Práticas Rolheiras - CIPR,” 2020.
- [17] J. M. Riboulet and Y. C. Alegoet, “Aspectos Practicos Del Taponado De Los Vinos,” *Bourgogne - Publications*.
- [18] APCOR, “Cork Information Bureau | 2019,” *Rolhas de Cortiça*, 2019.

- [19] J. Chanut, J. Bellat, Gougeon R. D., and T. Karbowiak, “Controlled diffusion by thin layer coating: The intricate case of the glass - stopper interface,” in *Food Control*, 2020.
- [20] J. P. Gervasis, D. Labadie, and J. M. Riboulet, “Le Bouchon: Choix et Contrôle,” 2002.
- [21] O. Anjos, H. Pereira, and M. E. Rosa, “Effect of quality, porosity and density on the compression properties of cork,” *Holz als Roh - und Werkstoff*, vol. 66, no. 4, pp. 295–301, Aug. 2008, doi: 10.1007/s00107-008-0248-2.
- [22] C. Helena Pereira, “Caracterização da qualidade tecnológica das cortiças portuguesas RELATÓRIO FINAL,” 1995.
- [23] CORKUADESIGN, “Qualidade visual da cortiça: defeitos,” <https://corkuadesign.blogs.sapo.pt/1027.html>, Mar. 2012.

Anexos

Anexo A. Efeito da Temperatura na Degradação das Rolhas

Neste anexo estão presentes os resultados da média e desvio padrão dos diâmetros dos topos e do ensaio de torção (momento e ângulo de torção), nos 3 períodos de monitorização (25, 50 e 75 dias), a 40 °C e a 60 °C.

Tabela A. 1: Média e desvio-padrão dos ensaios realizados, bem como a dimensão da amostra, período de monitorização e a temperatura a que esteve exposta a amostra.

Dimensão Amostra	Período Monitorização	Condição	Diam topo superior (mm)	Diam topo inferior (mm)	Momento de torção (daN.cm)	Ângulo de Torção (°)
10	25 dias	40 °C	19,26 ± 0,21	20,69 ± 0,26	15,4 ± 2,0	89,8 ± 18,6
10		60 °C	19,03 ± 0,17	20,23 ± 0,49	15,8 ± 2,8	97,3 ± 25,3
10	50 dias	40 °C	20,67 ± 0,36	19,39 ± 0,20	15,5 ± 3,3	94,1 ± 22,4
9		60 °C	20,55 ± 0,33	19,24 ± 0,34	15,7 ± 2,8	101,9 ± 22,0
9	75 dias	40 °C	19,49 ± 0,27	20,61 ± 0,54	14,7 ± 2,0	110,7 ± 12,3
8		60 °C	19,16 ± 0,18	20,30 ± 0,39	14,5 ± 3,7	91,6 ± 23,9

Anexo B. Análise Físico-mecânica de Rolhas Extraídas em Rearrolhamentos

No Anexo B estão presentes os resultados da média e desvio-padrão para os ensaios realizados, nomeadamente, os diâmetros dos topos superior e inferior, as humidades dos topos superior e inferior e o momento e ângulo de torção.

Tabela B. 1: Média e desvio-padrão obtidos nos ensaios realizados aos diferentes 11 lotes, bem como a dimensão de cada amostra.

Dimensão Amostra	Vinho	Diam Topo Superior (mm)	Diam Topo Inferior (mm)	Hum Topo Superior (%)	Hum Topo Inferior (%)	Hum Interna Topo Superior (%)	Hum Interna Topo Inferior (%)	Momento de Torção (daN.cm)	Ângulo de Torção (°)
100	A	20,47 ± 0,40	17,57 ± 0,32	6,3 ± 0,3	6,5 ± 0,5	6,0 ± 0,38	5,0 ± 0,40	5,8 ± 2,2	79 ± 26
100	B	19,27 ± 0,80	17,88 ± 0,53	8,8 ± 0,6	9,2 ± 0,5	6,0 ± 0,5	6,0 ± 0,5	3,8 ± 1,2	79 ± 24
50	C	21,70 ± 0,90	18,73 ± 0,77	8,4 ± 0,8	8,7 ± 0,6	7,0 ± 0,7	7,0 ± 0,8	8,5 ± 2,2	64 ± 21
100	D	20,46 ± 0,88	18,61 ± 0,47	5,8 ± 0,5	5,5 ± 0,6	6,0 ± 0,6	6,0 ± 0,7	10,6 ± 3,3	99 ± 19
100	E	19,02 ± 0,75	17,99 ± 0,52	5,5 ± 0,4	5,2 ± 0,3	5,0 ± 0,3	5,0 ± 0,3	6,5 ± 2,1	94 ± 21
100	F	22,28 ± 1,01	19,86 ± 0,80	5,6 ± 0,5	5,4 ± 0,4	6,0 ± 0,5	5,0 ± 0,5	19,0 ± 4,1	82 ± 29
100	G	19,98 ± 1,07	17,67 ± 0,51	5,9 ± 0,4	5,5 ± 0,4	5,0 ± 0,5	5,0 ± 0,6	7,8 ± 2,6	89 ± 20
100	H	22,05 ± 0,63	19,67 ± 0,57	9,2 ± 0,3	10,0 ± 0,0	9,0 ± 0,7	10,0 ± 0,4	9,9 ± 2,3	91 ± 20
100	I	20,67 ± 0,76	18,81 ± 0,59	7,4 ± 0,8	7,4 ± 0,8	7,0 ± 0,7	7,0 ± 0,7	9,0 ± 2,3	95 ± 19
100	J	22,35 ± 0,56	19,11 ± 0,54	8,2 ± 1,0	9,3 ± 0,9	8,0 ± 0,8	8,0 ± 0,9	12,9 ± 2,6	78 ± 23
100	K	22,13 ± 0,75	19,17 ± 0,54	9,6 ± 0,3	10,0 ± 0,2	7,0 ± 0,8	7,0 ± 0,9	9,9 ± 2,4	76 ± 24

Anexo C. Impacto dos Defeitos da Cortiça no Desempenho das Rolhas

Neste anexo estão presentes os resultados experimentais para cada teste físico-mecânico realizado, tanto das rolhas sem defeitos utilizadas para controlo, bem como das rolhas com defeitos. Na Tabela C.1 encontra-se a média e o desvio-padrão obtidos.

Tabela C. 1: Valores da média e desvio-padrão dos testes realizados para os diferentes defeitos analisados e das rolhas sem defeito.

Dimensão Amostra	Defeito	Absorção (%)	Progressão Capilar (%)	Força de Extração (daN)
12	Controlo (sem defeito)	6,8 ± 2,9	0,0 ± 0,0	16,0 ± 2,2
214	Ano Encascado	8,3 ± 12,5	29,3 ± 30,6	19,9 ± 5,6
	Muito Bofe e Algum Barro	8,2 ± 12,7	10,2 ± 15,2	17,1 ± 3,2
	Boa Massa com Bofe	5,5 ± 8,3	22,4 ± 23,9	23,1 ± 5,7
	Refugo	11,3 ± 13,5	37,3 ± 31,7	25,3 ± 4,4
	Bofe Muito Pequeno e Barro Denso	7,9 ± 17,7	10,9 ± 14,6	25,2 ± 5,4
	Bofe Denso e Barro Denso	10,4 ± 12,8	65,7 ± 22,9	24,6 ± 2,3
	Sem barro com Bofe Grande	1,8 ± 14,7	67,2 ± 24,1	20,7 ± 3,9
	Bofe Grande e Barro Normal	5,9 ± 16,5	30,1 ± 20,9	19,6 ± 2,7

Anexo D. Avaliação da Humidade de Rolhas em Diferentes Embalagens

No presente anexo encontram-se presentes os resultados experimentais obtidos na medição de humidades relativas em cada tipo de embalagem, nos diferentes períodos de monitorização, assim como as condições de temperatura e humidade registadas no local de armazenamento das embalagens em estudo. Na Tabela D.1 encontra-se a média e o desvio-padrão de humidade obtidos e na Tabela D.2 as condições ambientais registadas.

Tabela D. 1: Valores médios e desvio padrão dos resultados de humidade das rolhas armazenadas nas diferentes embalagens.

Dimensão Amostra	Embalagem	H _{inicial} (%)	H _{1semana} (%)	H _{1mês} (%)	H _{2meses} (%)	H _{3meses} (%)	H _{4meses} (%)	H _{5meses} (%)	H _{7meses} (%)	H _{12meses} (%)
50	Ráfia	6,6 ± 0,9	6,3 ± 0,6	4,6 ± 0,2	5,3 ± 0,5	4,6 ± 0,3	4,6 ± 0,3	4,5 ± 0,2	4,4 ± 0,3	4,8 ± 0,2
50	Ráfia e Plástico	6,7 ± 0,7	6,5 ± 0,7	5,6 ± 0,5	6,4 ± 0,5	5,6 ± 0,6	6,0 ± 0,8	5,6 ± 0,5	5,2 ± 0,5	4,6 ± 0,2
50	Plástico	6,6 ± 0,8	6,2 ± 0,6	5,6 ± 0,7	6,2 ± 0,6	5,7 ± 0,6	6,2 ± 0,6	5,7 ± 0,6	4,9 ± 0,3	4,6 ± 0,2

Tabela D. 2: Valores médios de temperatura e humidade registados da zona onde as rolhas se mantiveram em stock durante 12 meses.

Tempo	T _{média} (°C)	H _{média} (%)
Inicial	16,0	59
1 Semana	11,9	49
1 Mês	15,9	62
2 Meses	17,7	48
3 Meses	20,3	40
4 Meses	21,0	43
5 Meses	23,0	44
7 Meses	25,3	44
12 Meses	15,6	57

Anexo E. Desempenho Técnico de Rolhas de Cortiça Xpür®

Neste anexo estão presentes os valores de média e desvio-padrão obtidos nos diferentes ensaios, nomeadamente força de compressão, força de relaxação, recuperação diametral, momento e ângulo de torção, nos respetivos períodos de monitorização (inicial, 1, 3 e 6 meses).

Tabela E.1: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização inicial (S0).

Dimensão Amostra	Código Lote	Tratamento	Força de Compressão (daN)	Força de Relaxação (daN)	Recuperação Diametral (%)	Momento de Torção (daN.cm)	Ângulo de Torção (°)
30	A	Xpür	67,1 ± 4,8	10,2 ± 2,5	98,2 ± 1,2	23,2 ± 0,8	58 ± 5
30	B	Xpür	72,2 ± 5,1	10,9 ± 2,5	96,4 ± 0,7	24,4 ± 1,7	46 ± 5
30	C	Rosa	73,6 ± 4,3	10,0 ± 2,6	96,3 ± 0,7	22,9 ± 1,2	52 ± 4
30	D	Xpür	63,9 ± 3,0	8,3 ± 1,7	97,6 ± 0,8	23,3 ± 0,9	59 ± 5
30	E	Xpür	68,9 ± 3,7	9,3 ± 2,6	98,1 ± 0,9	25,6 ± 0,6	57 ± 4
30	F	Rosa	75,9 ± 4,5	10,7 ± 2,3	97,2 ± 0,5	25,3 ± 0,9	55 ± 4
30	G	Xpür	71,7 ± 3,6	11,4 ± 2,3	96,7 ± 0,5	24,9 ± 0,8	59 ± 5
30	H	Xpür	79,1 ± 3,6	11,4 ± 2,2	96,3 ± 0,7	25,7 ± 1,2	49 ± 4
30	I	Rosa	78,8 ± 5,7	11,7 ± 2,8	96,0 ± 0,7	25,6 ± 1,9	50 ± 4

Tabela E.2: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização realizado a 1 mês (S1).

Dimensão Amostra	Código Lote	Tratamento	Força de Compressão (daN)	Força de Relaxação (daN)	Recuperação Diametral (%)	Momento de Torção (daN.cm)	Ângulo de Torção (°)
30	A	Xpür	67,0 ± 3,9	8,8 ± 2,2	97,1 ± 0,9	22,9 ± 1,0	58 ± 4
30	B	Xpür	65,4 ± 4,0	8,6 ± 1,9	96,9 ± 0,8	23,8 ± 0,9	54 ± 6
30	C	Rosa	74,0 ± 3,9	9,6 ± 2,1	97,1 ± 0,8	24,0 ± 0,8	51 ± 6
30	D	Xpür	64,1 ± 3,1	10,4 ± 2,1	96,6 ± 0,7	22,5 ± 0,8	62 ± 6
30	E	Xpür	70,7 ± 3,4	11,4 ± 2,6	96,9 ± 0,8	23,7 ± 0,7	54 ± 4
30	F	Rosa	77,3 ± 4,4	13,0 ± 2,1	95,8 ± 0,9	24,4 ± 0,7	53 ± 4
30	G	Xpür	69,0 ± 3,7	11,4 ± 1,5	96,5 ± 1,0	25,3 ± 0,6	67 ± 4
30	H	Xpür	74,2 ± 4,7	12,4 ± 1,4	96,6 ± 0,9	26,9 ± 1,0	57 ± 4
30	I	Rosa	74,8 ± 2,9	10,1 ± 1,9	97,1 ± 0,7	24,7 ± 0,9	56 ± 4

Tabela E.3: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização realizado a 3 meses (S3).

Dimensão Amostra	Código Lote	Tratamento	Força de Compressão (daN)	Força de Relaxação (daN)	Recuperação Diametral (%)	Momento de Torção (daN.cm)	Ângulo de Torção (°)
30	A	Xpür	66,3 ± 5,4	11,3 ± 2,3	96,9 ± 1,2	22,7 ± 0,7	64 ± 5
30	B	Xpür	68,2 ± 5,6	9,8 ± 3,1	96,9 ± 0,8	23,7 ± 0,8	61 ± 4
30	C	Rosa	81,4 ± 5,1	11,9 ± 2,4	97,1 ± 0,8	23,6 ± 0,8	53 ± 4
30	D	Xpür	63,9 ± 3,0	8,4 ± 1,8	97,0 ± 0,8	22,5 ± 0,7	68 ± 5
30	E	Xpür	68,9 ± 3,7	8,9 ± 3,1	96,9 ± 1,0	23,2 ± 0,6	61 ± 5
30	F	Rosa	75,9 ± 4,5	10,7 ± 2,3	96,5 ± 0,5	27,7 ± 0,7	52 ± 4
30	G	Xpür	72,4 ± 4,2	11,4 ± 1,5	97,1 ± 1,0	24,1 ± 0,6	65 ± 4
30	H	Xpür	74,2 ± 4,7	12,4 ± 1,4	96,6 ± 0,9	24,9 ± 0,8	58 ± 4
30	I	Rosa	74,7 ± 2,9	10,1 ± 1,9	97,3 ± 0,9	23,9 ± 1,1	55 ± 5

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

Tabela E.4: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização realizado a 6 meses (S6).

Dimensão Amostra	Código Lote	Tratamento	Força de Compressão (daN)	Força de Relaxação (daN)	Recuperação Diametral (%)	Momento de Torção (daN.cm)	Ângulo de Torção (°)
30	A	Xpür	61,0 ± 3,5	8,8 ± 3,2	97,8 ± 0,5	22,3 ± 0,9	74 ± 1
30	B	Xpür	61,4 ± 5,0	7,3 ± 2,2	98,0 ± 0,7	22,7 ± 0,9	80 ± 7
30	C	Rosa	78,2 ± 4,4	8,2 ± 3,0	97,9 ± 0,5	24,9 ± 0,9	64 ± 5
30	D	Xpür	62,6 ± 3,1	8,8 ± 3,4	98,0 ± 0,4	25,6 ± 0,5	80 ± 7
30	E	Xpür	63,7 ± 3,4	7,3 ± 2,6	97,8 ± 0,4	25,0 ± 0,6	77 ± 6
30	F	Rosa	82,7 ± 5,9	9,2 ± 4,1	97,5 ± 0,3	27,8 ± 1,1	65 ± 4
30	G	Xpür	66,7 ± 4,2	9,7 ± 3,3	98,0 ± 0,2	25,7 ± 0,7	84 ± 8
30	H	Xpür	68,8 ± 4,0	7,4 ± 3,3	97,9 ± 0,2	25,7 ± 0,5	83 ± 8
30	I	Rosa	77,0 ± 5,1	8,8 ± 4,2	97,8 ± 0,3	26,9 ± 0,9	65 ± 6

Tabela E.5: Média e desvio-padrão dos resultados obtidos nos ensaios de vedação, teor de peróxidos residuais e teor de pó para os lotes A, B e C nos diferentes momentos de monitorização.

	Vedação aquário (fuga)	Vedação tubo (fuga)	Teor de peróxidos residuais (mg/rolha)	Teor de pó (mg/rolha)
S0				
Xpür (HR 4 - 4,5%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,98 ± 0,11
Xpür (HR 2%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,61 ± 0,05
ROSA (HR 4 - 8%)	0 ± 0	0 ± 0	0,17 ± 0,02	0,85 ± 0,42
S1				
Xpür (HR 4 - 4,5%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,18 ± 0,00
Xpür (HR 2%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,26 ± 0,02
ROSA (HR 4 - 8%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,28 ± 0,07
S3				
Xpür (HR 4 - 4,5%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,10 ± 0,07
Xpür (HR 2%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,11 ± 0,05
ROSA (HR 4 - 8%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,15 ± 0,07
S6				
Xpür (HR 4 - 4,5%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,15 ± 0,05
Xpür (HR 2%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,10 ± 0,01
ROSA (HR 4 - 8%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,10 ± 0,01

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

Tabela E.6: Média e desvio-padrão dos resultados obtidos nos ensaios de vedação, teor de peróxidos residuais e teor de pó para os lotes D, E e F nos diferentes momentos de monitorização.

	Vedação aquário (fuga)	Vedação tubo (fuga)	Teor de peróxidos residuais (mg/rolha)	Teor de pó (mg/rolha)
S0				
Xpür (HR 4 - 4,5%)	0 ± 0	0,27 ± 0,45	0,02 ± 0,01	0,26 ± 0,05
Xpür (HR 2%)	0 ± 0	0,13 ± 0,35	0 ± 0	0,67 ± 0,14
ROSA (HR 4 - 8%)	0,03 ± 0,18	0,07 ± 0,25	0,09 ± 0,01	0,68 ± 0,07
S1				
Xpür (HR 4 - 4,5%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,14 ± 0,09
Xpür (HR 2%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,70 ± 0,04
ROSA (HR 4 - 8%)	0 ± 0	0 ± 0	0,27 ± 0,46	0,70 ± 0,11
S3				
Xpür (HR 4 - 4,5%)	0 ± 0	0 ± 0	0,27 ± 0,46	0,65 ± 0,07
Xpür (HR 2%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,31 ± 0,09
ROSA (HR 4 - 8%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,26 ± 0,02
S6				
Xpür (HR 4 - 4,5%)	0 ± 0	0 ± 0	0,01 ± 0	-
Xpür (HR 2%)	0 ± 0	0 ± 0	0,01 ± 0	-
ROSA (HR 4 - 8%)	0 ± 0	0 ± 0	0,01 ± 0	0,28 ± 0,11

- apenas foi realizado o ensaio a uma amostra

Tabela E.7: Média e desvio-padrão dos resultados obtidos nos ensaios de vedação, teor de peróxidos residuais e teor de pó para os lotes G, H e I nos diferentes momentos de monitorização.

	Vedação aquário (fuga)	Vedação tubo (fuga)	Teor de peróxidos residuais (mg/rolha)	Teor de pó (mg/rolha)
S0				
Xpür (HR 4 - 4,5%)	0 ± 0	0 ± 0	0,01 ± 0,01	0,06 ± 0,02
Xpür (HR 2%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,04 ± 0,02
ROSA (HR 4 - 8%)	0,03 ± 0,18	0 ± 0	0 ± 0	0,09 ± 0,05
S1				
Xpür (HR 4 - 4,5%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,51 ± 0,02
Xpür (HR 2%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,60 ± 0,00
ROSA (HR 4 - 8%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,63 ± 0,07
S3				
Xpür (HR 4 - 4,5%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,51 ± 0,02
Xpür (HR 2%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,60 ± 0,00
ROSA (HR 4 - 8%)	0 ± 0	0 ± 0	0 ± 0	0,63 ± 0,07
S6				
Xpür (HR 4 - 4,5%)	0 ± 0	0 ± 0	0,01 ± 0	-
Xpür (HR 2%)	0 ± 0	0 ± 0	0,01 ± 0	-
ROSA (HR 4 - 8%)	0 ± 0	0 ± 0	0,01 ± 0	0,06 ± 0,02

- apenas foi realizado o ensaio a uma amostra

Anexo F. Desempenho das Rolhas de Cortiça Xpür® em Garrafa

No presente anexo encontram-se os valores de média e desvio-padrão obtidos nos diferentes ensaios, nomeadamente força de extração, absorção em garrafa e progressão capilar, às duas condições avaliadas, nos respetivos períodos de monitorização (3, 6 e 12 meses), à exceção dos lotes G, H e I que não foram analisados aos 12 meses devido à duração do estágio.

Tabela F. 1: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização realizado a 3 meses, a temperatura ambiente.

Dimensão Amostra	Código Lote	Tratamento	Condição	Força de Extração (daN)	Absorção (%)	Progressão Capilar (mm)
7	A	Xpür	Ambiente	22,4 ± 1,5	4,4 ± 0,5	0,00 ± 0,00
7	B	Xpür	Ambiente	23,9 ± 2,0	5,3 ± 0,2	0,00 ± 0,00
7	C	Rosa	Ambiente	29,6 ± 2,6	3,6 ± 0,6	0,00 ± 0,00
7	D	Xpür	Ambiente	16,5 ± 0,8	3,6 ± 0,4	0,00 ± 0,00
7	E	Xpür	Ambiente	16,7 ± 1,2	4,7 ± 0,5	0,00 ± 0,00
7	F	Rosa	Ambiente	20,4 ± 1,2	3,4 ± 0,4	0,00 ± 0,00
7	G	Xpür	Ambiente	16,9 ± 4,9	4,2 ± 0,4	0,00 ± 0,00
7	H	Xpür	Ambiente	19,9 ± 4,5	6,09 ± 0,8	0,00 ± 0,00
7	I	Rosa	Ambiente	20,9 ± 1,6	3,9 ± 1,2	0,00 ± 0,00

Tabela F. 2: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização realizado a 3 meses, a frio.

Dimensão Amostra	Código Lote	Tratamento	Condição	Força de Extração (daN)	Absorção (%)	Progressão Capilar (mm)
7	A	Xpür	Frio	24,6 ± 1,9	4,3 ± 0,5	0,00 ± 0,00
7	B	Xpür	Frio	26,2 ± 2,2	5,3 ± 0,3	0,00 ± 0,00
7	C	Rosa	Frio	29,4 ± 2,2	3,4 ± 0,3	0,00 ± 0,00
7	D	Xpür	Frio	18,9 ± 1,4	3,8 ± 0,4	0,00 ± 0,00
7	E	Xpür	Frio	19,6 ± 2,0	4,5 ± 0,3	0,00 ± 0,00
7	F	Rosa	Frio	24,2 ± 2,1	4,3 ± 1,4	0,00 ± 0,00
7	G	Xpür	Frio	19,4 ± 4,3	4,4 ± 0,4	0,00 ± 0,00
7	H	Xpür	Frio	19,6 ± 3,0	6,0 ± 0,3	0,00 ± 0,00
7	I	Rosa	Frio	22,8 ± 5,9	4,4 ± 0,4	4,80 ± 12,7

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

Tabela F. 3: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização realizado a 6 meses, a temperatura ambiente.

Dimensão Amostra	Código Lote	Tratamento	Condição	Força de Extração (daN)	Absorção (%)	Progressão Capilar (mm)
7	A	Xpür	Ambiente	23,7 ± 3,8	6,9 ± 0,3	2,29 ± 2,88
7	B	Xpür	Ambiente	22,4 ± 2,4	8,1 ± 0,5	4,04 ± 1,96
7	C	Rosa	Ambiente	30,0 ± 4,2	5,7 ± 0,8	3,19 ± 3,30
7	D	Xpür	Ambiente	15,7 ± 2,0	5,9 ± 0,5	0,00 ± 0,00
7	E	Xpür	Ambiente	16,6 ± 1,7	6,5 ± 1,2	0,00 ± 0,00
7	F	Rosa	Ambiente	19,2 ± 3,2	6,2 ± 0,9	0,00 ± 0,00
7	G	Xpür	Ambiente	19,4 ± 1,2	5,2 ± 0,3	0,00 ± 0,00
7	H	Xpür	Ambiente	18,9 ± 0,9	7,1 ± 1,5	0,00 ± 0,00
7	I	Rosa	Ambiente	22,7 ± 1,9	4,9 ± 1,0	0,00 ± 0,00

Tabela F. 4: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização realizado a 6 meses, a frio.

Dimensão Amostra	Código Lote	Tratamento	Condição	Força de Extração (daN)	Absorção (%)	Progressão Capilar (mm)
7	A	Xpür	Frio	27,1 ± 3,4	6,5 ± 0,3	0,00 ± 0,00
7	B	Xpür	Frio	26,1 ± 2,8	7,5 ± 0,6	0,00 ± 0,00
7	C	Rosa	Frio	28,0 ± 3,2	5,6 ± 0,6	0,00 ± 0,00
7	D	Xpür	Frio	16,6 ± 3,1	5,9 ± 0,2	0,00 ± 0,00
7	E	Xpür	Frio	16,3 ± 2,3	7,2 ± 0,7	0,00 ± 0,00
7	F	Rosa	Frio	20,1 ± 4,4	5,9 ± 0,6	0,00 ± 0,00
7	G	Xpür	Frio	21,2 ± 1,1	5,0 ± 0,2	0,00 ± 0,00
7	H	Xpür	Frio	21,0 ± 2,4	6,9 ± 1,3	0,00 ± 0,00
7	I	Rosa	Frio	25,3 ± 4,8	5,5 ± 0,5	0,00 ± 0,00

Tabela F. 5: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização realizado a 12 meses, a temperatura ambiente.

Dimensão Amostra	Código Lote	Tratamento	Condição	Força de Extração (daN)	Absorção (%)	Progressão Capilar (mm)
4	A	Xpür	Ambiente	20,1 ± 1,2	7,0 ± 0,4	0,00 ± 0,00
4	B	Xpür	Ambiente	23,1 ± 2,6	8,0 ± 0,7	0,00 ± 0,00
4	C	Rosa	Ambiente	25,2 ± 2,8	6,9 ± 0,6	0,00 ± 0,00
4	D	Xpür	Ambiente	16,2 ± 1,0	6,6 ± 0,7	0,00 ± 0,00
4	E	Xpür	Ambiente	16,1 ± 0,2	7,7 ± 0,5	0,00 ± 0,00
4	F	Rosa	Ambiente	18,9 ± 1,3	6,8 ± 0,5	0,00 ± 0,00

Estudo do Efeito de Vários Fatores no Desempenho das Rolhas de Cortiça

Tabela F. 6: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, no período de monitorização realizado a 12 meses, a frio.

Dimensão Amostra	Código Lote	Tratamento	Condição	Força de Extração (daN)	Absorção (%)	Progressão Capilar (mm)
4	A	Xpür	Frio	25,6 ± 0,9	8,0 ± 4,0	0,00 ± 0,00
4	B	Xpür	Frio	25,0 ± 0,9	6,0 ± 4,0	0,00 ± 0,00
4	C	Rosa	Frio	29,1 ± 4,6	6,1 ± 0,4	0,00 ± 0,00
4	D	Xpür	Frio	18,7 ± 2,1	6,7 ± 0,8	0,00 ± 0,00
4	E	Xpür	Frio	18,8 ± 1,3	8,0 ± 0,5	0,00 ± 0,00
4	F	Rosa	Frio	20,8 ± 0,8	4,8 ± 3,2	0,00 ± 0,00

Anexo G. Desempenho das Rolhas de Cortiça Naturity® em Garrafa

Neste anexo encontram-se presentes os valores de média e desvio-padrão obtidos nos diferentes ensaios, nomeadamente humidade, força de extração, absorção em garrafa e progressão capilar, nos respetivos períodos de monitorização (1, 3, 6 e 12 meses) e nas diferentes condições de ensaio, temperatura ambiente e a frio.

Tabela G. 1: Valores médios e desvio padrão dos resultados obtidos nos diferentes ensaios, bem como a dimensão da amostra, nos respetivos períodos de monitorização realizados e condições de ensaio.

Dimensão Amostra	Código Lote	Período de Monitorização	Condição	Humidade (%)	Força de Extração (daN)	Absorção (%)	Progressão Capilar (mm)
15	B	1 mês	Ambiente	5,7 ± 0,7	25,9 ± 1,9	4,4 ± 1,4	0,00 ± 0,00
15	B	1 mês	Frio	6,5 ± 0,6	24,2 ± 2,2	4,4 ± 1,5	0,40 ± 1,50
15	B	3 meses	Ambiente	7,3 ± 0,9	22,5 ± 4,6	5,6 ± 2,1	1,17 ± 3,41
15	B	3 meses	Frio	7,1 ± 0,6	26,1 ± 2,8	5,2 ± 1,3	0,72 ± 1,60
5	B	6 meses	Ambiente	7,3 ± 1,3	23,0 ± 1,9	5,3 ± 2,0	1,10 ± 2,70
5	B	6 meses	Frio	7,4 ± 1,1	26,1 ± 2,8	5,2 ± 1,3	0,72 ± 1,60
5	B	12 meses	Ambiente	7,4 ± 0,9	24,4 ± 5,9	24,4 ± 27,7	12,89 ± 8,13
5	B	12 meses	Frio	8,0 ± 0,7	19,3 ± 2,6	10,11 ± 3,4	11,77 ± 11,26
15	D	1 mês	Ambiente	7,1 ± 0,6	28,3 ± 4,6	4,5 ± 1,4	0,00 ± 0,00
15	D	1 mês	Frio	6,8 ± 0,8	29,4 ± 4,5	4,5 ± 1,8	0,00 ± 0,00
15	D	3 meses	Ambiente	8,0 ± 1,1	23,2 ± 3,3	6,9 ± 2,7	0,24 ± 0,90
15	D	3 meses	Frio	8,3 ± 0,9	36,9 ± 7,6	6,0 ± 4,6	0,00 ± 0,00
5	D	6 meses	Ambiente	7,7 ± 0,8	30,1 ± 0,8	8,0 ± 3,2	0,36 ± 0,80
5	D	6 meses	Frio	8,3 ± 0,5	38,4 ± 7,0	8,3 ± 5,3	0,00 ± 0,00
5	D	12 meses	Ambiente	8,4 ± 1,1	38,6 ± 5,4	9,5 ± 1,9	3,56 ± 2,51
5	D	12 meses	Frio	9,0 ± 1,1	49,9 ± 7,4	9,3 ± 2,7	2,33 ± 3,21